

Licence Sciences et Techniques (LST)



Projet de Fin d'Etudes

Optimisation du processus d'oxydation des olives tournantes claires.

Présenté par :

Mlle. Benjeddi Chaymae

Encadré par :

Pr. OUHMIDOU Bouchra. (FST FES)

Mme. CHARFI Ikrame (SICOPA)

Soutenu le 11/06/2019 devant le Jury composé de :

Pr. OUHMIDOU Bouchra

Pr. FADIL Fatima

Stage effectué à : Société Industrielle de Conserves des Olives et de Produits Agricoles



Année Universitaire : 2018/2019

Remerciements

Avant de commencer la rédaction de ce rapport, je tiens à remercier avec respect et gratitude :

Mr. le Directeur de l'entreprise SICOPA Maroc, de m'avoir permis d'effectuer mon stage au sein de cet établissement

Mon encadrante sur le lieu du stage Mme IKRAM CHARFI responsable du Contrôle Qualité à la SICOPA pour ses orientations et sa disponibilité.

Pr. OUHMIDOU BOUCHRA professeur à la FST Fès pour avoir pris la responsabilité de diriger ce travail et pour le temps qu'elle a sacrifié à sa correction.

Sans oublier aussi Mr ALOUI responsable de la zone d'oxydation, Mr Khaled le Chef de ressources humaines, Mr Abdo, Mr Khalid ainsi que les techniciens de laboratoire avec qui j'ai travaillé cette période de stage et tout le cadre professionnel de SICOPA pour les conseils qu'ils ont pu me prodiguer au cours de cette période de stage

Je tiens à remercier également les membres de jury : Pr. FADIL Fatima et Pr. OUHMIDOU Bouchra pour avoir accepté d'examiner ce travail. Ainsi que tous les enseignants de la Faculté des sciences et techniques de Fès qui ont permis de mettre en place cette formation.

Merci à tous

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail

A mes parents à qui aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices qu'ils ont consenti pour mon instruction et mon bien être, et dont ils ne cessent de me combler. Grâce à leurs tendres encouragements et leurs grands sacrifices, ils ont pu créer le climat affectueux et propice à la poursuite de mes études. Que Dieu leur procure bonne santé et longue vie.

A mon petit frère pour son soutien et son encouragement et à tout membre de la famille.

A mes formateurs qui m'ont dirigée vers le chemin de succès par leur compréhension et leur conseil. Veuillez trouver dans ce travail, l'expression de mes profondes reconnaissances.

Et enfin à toute personne qui m'a aidée à réaliser ce travail dans de bonnes conditions.

Sommaire

Liste des figures
 Liste des tableaux
 Liste des abréviations
 Introduction et Objectif du stage

I) Présentation de la société	2
1) Généralités sur la société	2
2) Historique	3
3) Fiche technique	3
4) Organigramme de la société	4
5) Départements et services de la société	4
6) Gamme de produits au sein de la société SICOPA	5
II) Bibliographie	7
1) Généralités sur les olives	7
• Description	8
• Composition de l'olive	9
2) Le processus de fabrication des olives noires dénoyautés slices	9
• Réception	9
• Oxydation	9
• Dénoyautage et Découpage en rondelles	10
• Passage en densimètres	10
• Conditionnement	11
• Stérilisation	11
• Emballage	12
III) Partie Pratique	13
Matériels et Méthodes	13
1) Suivi du Contrôle Qualité au cours du processus de fabrication	13
a. Contrôle à la réception	13
b. Contrôle au cours du processus de transformation des olives	13
c. Contrôle du produit fini	14
2) Suivi des facteurs influençant l'oxydation des olives	15
a. L'oxydation des olives	15
b. Suivi des facteurs	18
• Suivi de la soude ajoutée	18
• Suivi de la coloration noire des olives	19
• Suivi du temps	19
c. Etude pondérale des olives	19
Résultats et Discussion	19
Conclusion	25

Liste des figures :

- Figure 1** : Les étapes d'évolution de SICOPA
- Figure 2** : Variété d'olives à SICOPA
- Figure 3** : Câpres
- Figure 4** : Mini-poivrons
- Figure 5** : Légumes grillés
- Figure 6** : Olives
- Figure 7** : Composition de l'olive
- Figure 8** : Bacs Tampons
- Figure 9** : Machine de dénoyautage
- Figure 10** : Les densimètres
- Figure 11** : Autoclave
- Figure 12** : Atelier d'oxydation
- Figure 13** : Canaux de l'alimentation
- Figure 14** : Réaction de la désamérisation
- Figure 15** : Suivi de la pénétration de la soude
- Figure 16** : Gluconate de fer
- Figure 17** : La cuve d'expériences
- Figure 18** : Suivi du noircissement des olives
- Figure 19** : Suivi du temps de l'oxydation
- Figure 20** : Suivi du gain de poids selon les calibres

Liste des tableaux :

Tableau 1 : Fiche technique de SICOPA

Tableau 2 : Taux des différents composants des olives

Tableau 3 : Fiche du contrôle qualité à la réception

Tableau 4 : Fiche du contrôle qualité du produit fini

Tableau 5 : Les conditions de manipulation de chaque expérience

Tableaux 6 et 7 : Résultats de la variation de concentration de NaOH

Tableau 8 : Résultats du noircissement des olives

Tableau 9 : Temps du traitement en fonction de la concentration du gluconate de fer

Tableau 10 : Suivi du temps d'oxydation

Tableau 11 : Valeurs optimales des paramètres d'oxydation

Liste des Abréviations :

SICOPA : Société Industrielle de conserves des olives et des produits agricoles du Maroc.

PDG : Président-Directeur Général

D.G : Directeur Général

RMG : Responsable du Management Qualité.

°B : Degré Baumée.



Introduction

Le secteur agroalimentaire a toujours constitué un pilier de l'économie marocaine qui permet de répondre aux besoins alimentaires du pays en première nécessité. Il compte une place très importante dans l'industrie, et représente 27 % de la production industrielle totale du Maroc ; Celui de l'industrie des olives en particulier est en forte croissance grâce à la très bonne tenue de la demande aussi bien intérieure qu'extérieure ainsi qu'au développement des technologies relatives à ce secteur dans notre pays.

L'olivier est la principale espèce fruitière plantée au Maroc occupant environ 540000 Ha. Cette espèce est présente à travers l'ensemble du territoire national en raison de ses capacités d'adaptation à tous les étages bioclimatiques, allant des zones de montagne aux zones arides .et sahariennes. Elle assure, de ce fait, des fonctions multiples de lutte contre l'érosion, de valorisation des terres agricoles et de fixation des populations dans les zones marginales.

Les olives n'ayant pas encore atteint leur pleine maturité (olives vertes tournantes) sont transformés par oxydation chimique en olives noires. Vu l'importance de cette étape, j'ai consacré la plus grande partie de la période de mon stage au sein de la société SICOPA a ce processus.

Le présent rapport consistera à :

- Suivre le processus de transformation en olives noires slices.
- L'optimisation de l'étape d'oxydation chimique
- Suivre le contrôle de qualité de différentes étapes du processus



Présentation de la société

1. Généralités sur SICOPA :

SICOPA (Société Industrielle de Conserves des olives et des Produits Agricoles du Maroc) est une société agroalimentaire créée en 1974 à Fes au Maroc. Son activité est orientée vers l'exportation de produits alimentaires marocains dans le monde entier. Elle est avant tout une industrie spécialisée dans l'olive marocaine, la câpre, les piments, les tomates, et autres légumes.

Elle offre un produit de « tradition » au goût typiquement méditerranéen et répond aux exigences qualitatives modernes, et a diversifié ses produits au rythme de ses récoltes et de la demande sur le marché international.

Elle dispose de deux unités de production :

SICOPA I : Unité de conditionnement et d'administration située dans la zone industrielle de Sidi Brahim, d'une superficie de 6200 m² dont 5000 m² couverte. Cette unité reçoit la matière première, procède aux différents traitements par nature de produits, au traitement thermique puis à la mise en conserve, pour livrer le produit fini au client final.

SICOPA III : Usine de réception et de préparation des matières et produits semi-finis pour la SICOPA I. Située à la sortie de Fès sur la route de Séfrou, cette unité est aménagée sur un terrain de 16500 m² dont 6500 m² couverte.

L'activité principale du SICOPA 3 :

- La préparation des mini-poivrons
- La fermentation des olives vertes
- L'agrégage des olives tournantes claires

2. Historique :

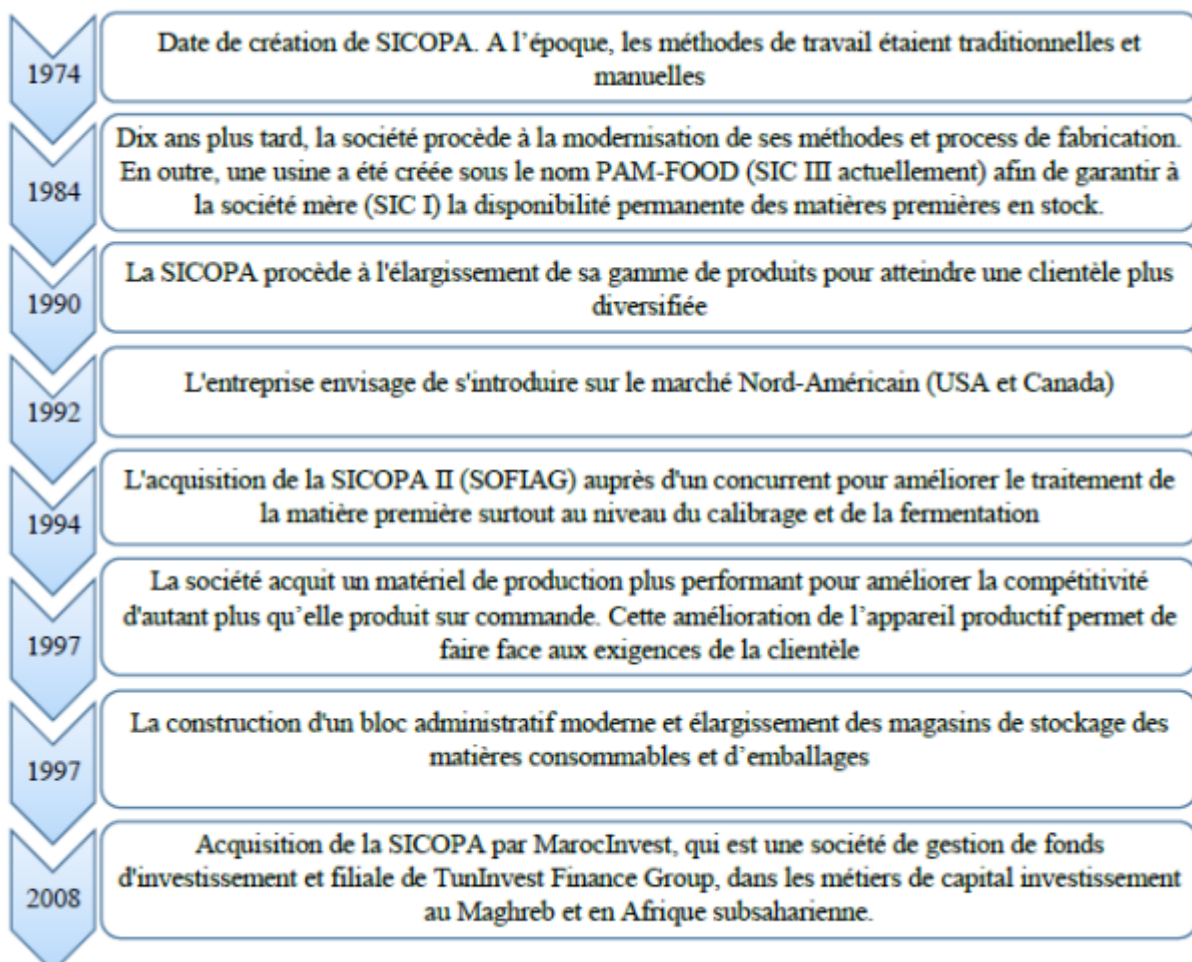


Figure 1 : Les étapes d'évolution de SICOPA

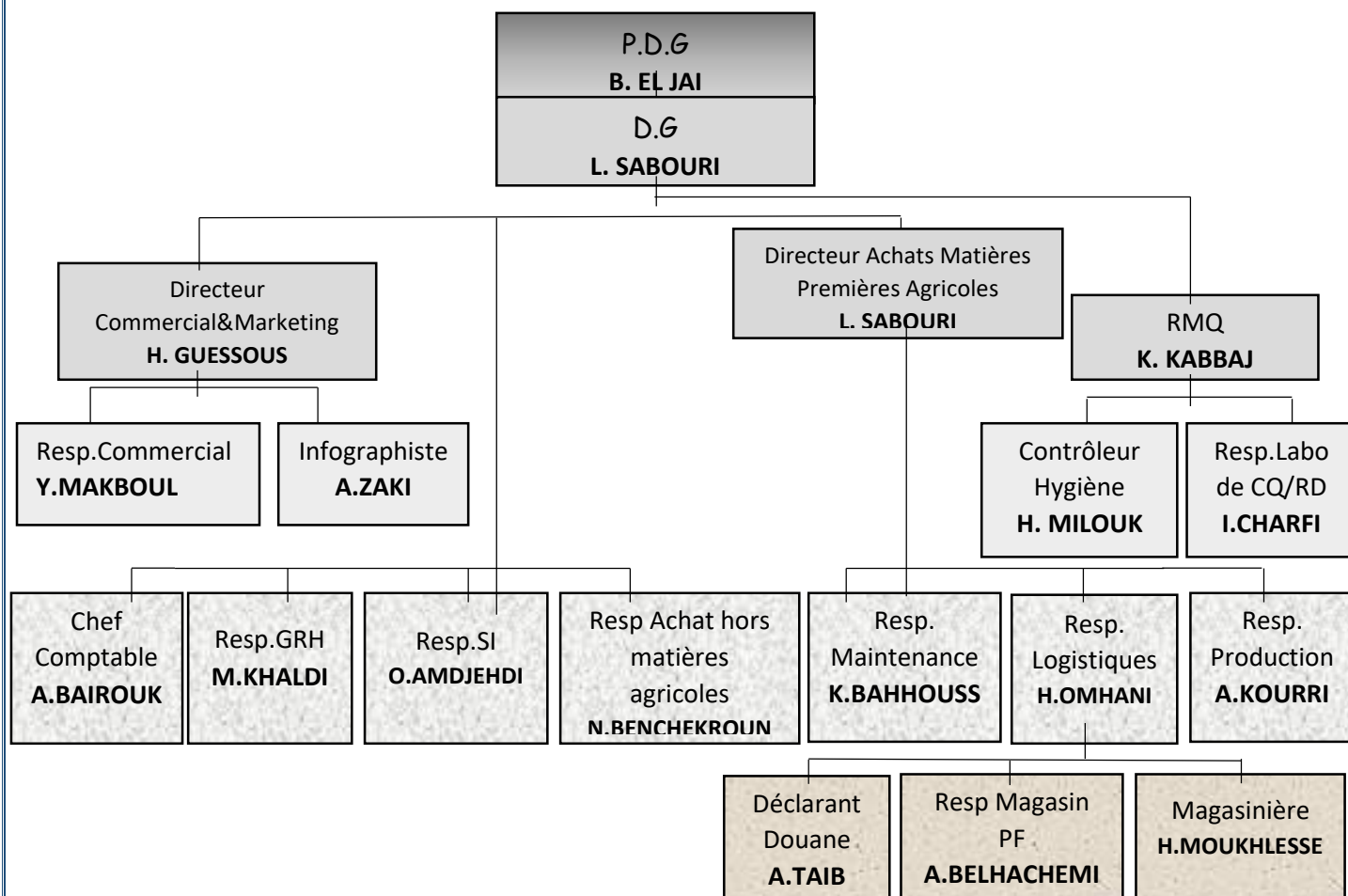
3. Identité de SICOPA :

Tableau 1 : La fiche technique de SICOPA

Nom de la société	Société industrielle de conserves d'olives et de produits agricoles (SICOPA)
Date de création	1974
Nom du Fondateur	Mr Benzakour Knidel Abdelhak
Siège Social	Rue Ibn Benna -Q.I.Sidi Brahim BP 2049 - 3000 Fez - Morocco
Secteur d'activité	Conserverie des olives, câpres, et légumes grillés.
Forme Juridique	Société Anonyme
Capitale	80 000 000,00 dhs
Actionnariat	100% MarocInvest
Tél	+212 35 64 46 98

Fax	+212 35 73 32 48
E-mail	info@sicopa.ma
Web	www.sicopa.ma

4. Organigramme de la société :



5. La Gamme de produits :

Grâce à la diversité et aux nombreuses lignes de production de SICOPA, la société peut produire une large gamme de produits avec une qualité qui répond aux attentes des clients dans le marché internationale. Les produits de SICOPA sont :

1) Olives :

La gamme de produits (Olives) de SICOPA se compose essentiellement de 3 variétés d'olives (Vertes, rouges et noires) :

- Les olives claires tournantes : qui sont réceptionnées dans des citernes de 5 à 7 tonnes et transformées en olives noires par oxydation chimique au sein de la société, ces olives noires sont ensuite dénoyautées et tranchées en rondelles.
- Les olives vertes en conserves : qui viennent de SICOPA3 dénoyautées et passent par une étape de dessalage, elles sont enfin présentées sous forme entières et dénoyautées ou tranchées en rondelles.

Elles peuvent également passer par une étape de marinage selon la commande pour être transformées avec des recettes marocaines et méditerranéennes soit en :

- Olives vertes à la Provençale
- Olives vertes à l'ail
- Olives vertes au persil
- Olives vertes pimentées
- Les olives rouges coupées en deux ou tranchées en rondelles et conditionnées sous vide.



Figure 2 : La variété d'olives a SICOPA

2) Câpres :

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

Les câpres sont ensuite expédiées selon deux variétés :

- Des câpres de plaines, de couleur vert-jaunâtre et des câpres de roches, de couleur vert-grisâtre vendues en saumure.
- Des caprons au vinaigre.



Figure 3 : Les câpres

3) Mini Poivrons :

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

Les mini-poivrons Rouges ou Jaunes à farcir :

- Aux anchois ou au thon.
- Au fromage de chèvre, au fromage de vache.
- Mini-poivrons sucrés



Figure 4 : Les mini-poivrons

3) **Légumes grillés :**

Tels que : les aubergines, poivrons.... Ils sont nettoyés et stockés dans la chambre froide puis découpés en morceaux et grillés. Les légumes grillés (tranchés) de SICOPA sont cuisinés avec de l'huile de tournesol.



Figure 5 : les légumes grillées

Bibliographie

I) Processus de transformation des olives :

1. Généralités sur les olives :



Figure 6 : olives

a) Description :

L'olive est le fruit de l'olivier, un arbre fruitier caractéristique des régions méditerranéennes. Elle est une drupe ovoïde et globuleuse, de taille variable, de quelques grammes. A maturité, selon les variétés, l'olive est de couleur plus ou moins foncée. L'olive contient un noyau très dur.

Les olives sont généralement récoltées à pleine maturité, en milieu d'automne, lorsqu'elles commencent à se rider.

Ces fruits rentrent dans la fabrication de l'huile d'olive, ou peuvent être préparées en saumures, ou encore accompagner divers plats salés.

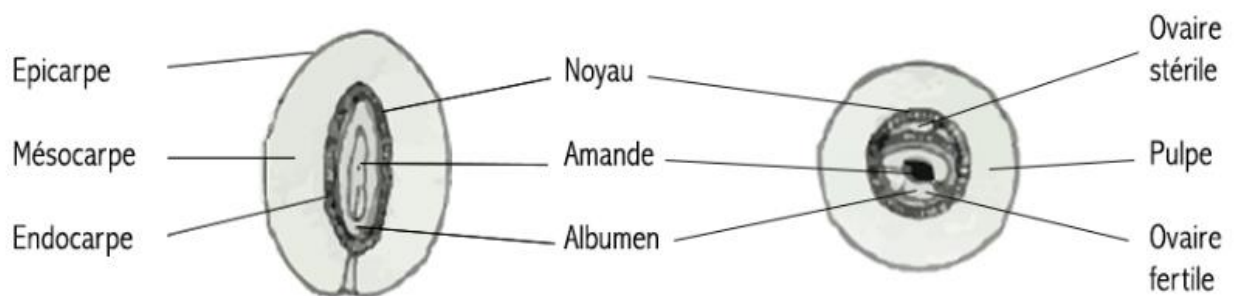


Figure 7 : Composition de l'olive

- L'épicarpe : qui est en fait la peau de l'olive. Elle est recouverte d'une matière cireuse, la cuticule qui est imperméable à l'eau.
- Le mésocarpe : qui nous intéresse particulièrement puisque c'est la pulpe du fruit. Elle est constituée de 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.
- L'endocarpe : qui est le noyau. Il est formé de deux sortes de cellules :
 - L'enveloppe qui se clarifie l'été à partir de fin juillet ;

-L'amande à l'intérieur du noyau qui contient deux ovaires dont l'un n'est pas fonctionnel et donc stérile ; le deuxième produit un embryon qui en situation favorable d'humidité, de chaleur et d'environnement, peut donner un jour un nouvel olivier. Le noyau est constitué de triglycérides

b) Composition :

L'olive est un fruit complexe qui contient un nombre très important d'éléments différents :

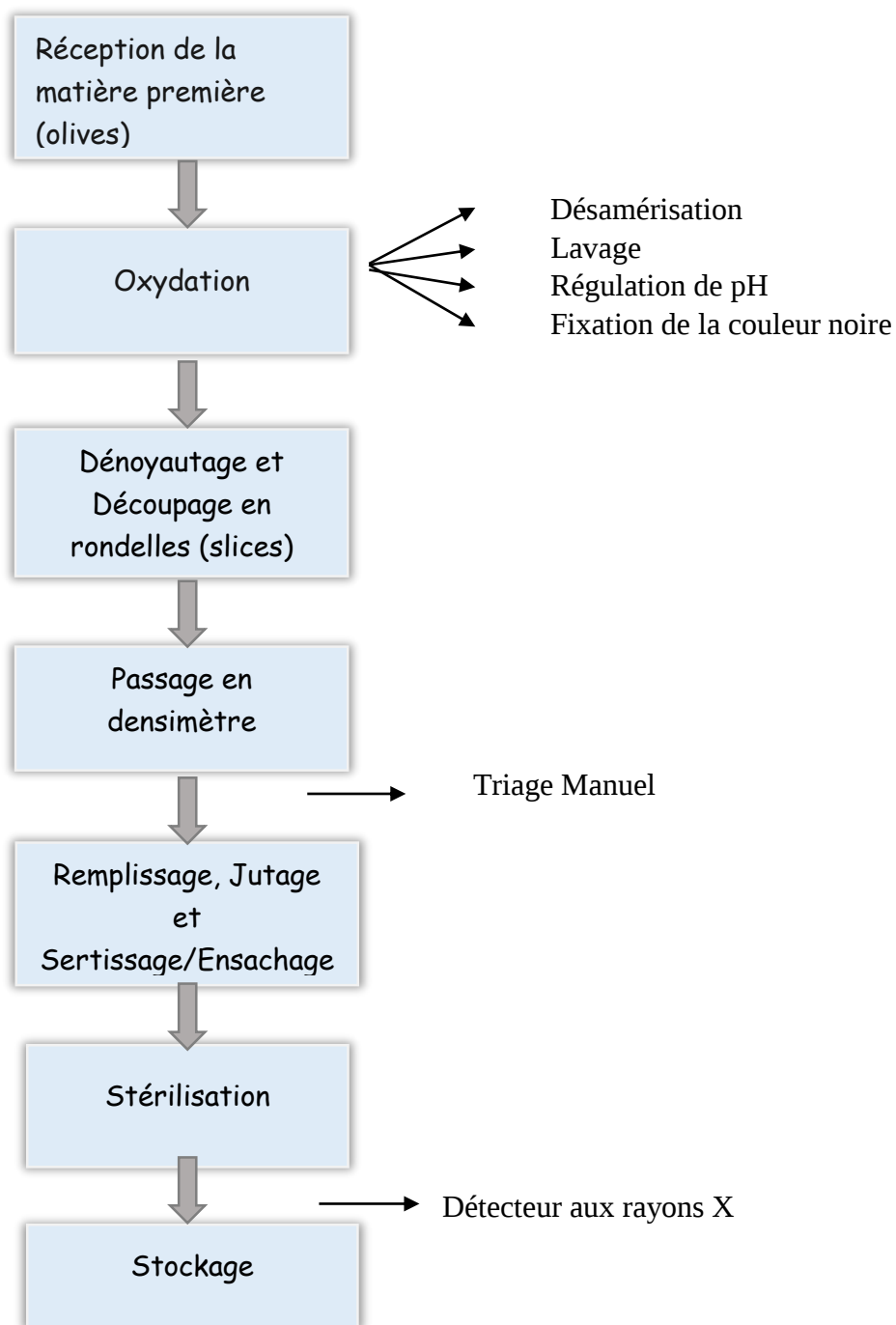
- Quelques éléments minéraux (en dose très variable) : Manganèse, Fer, Calcium, Magnésium...
- Des vitamines A/B1/B2/C/D et F (en doses très faibles). Des sucres (fructose, glucose).
- Et enfin des protéines parmi lesquelles deux acides dont la teneur est très importante pour les oléiculteurs :
 - L'acide oléique : dont la proportion détermine le classement de l'huile en huile vierge extra ou pas.
 - L'acide oléopicroline : qui par son amertume extrême, rend l'olive à l'état frais impropre à la consommation. Cet acide est également appelé oleuropéine ou encore oleuropéoside.

Tableau 2 : Taux des différents composants des olives

	Olives vertes moyennes	Olives noires moyennes
Eau	50 à 75%	Moins de 1%
Protides	0.75%	3%
Lipides	14.5%	59%
Matières à extraire	8%	33%
Celluloses	1%	3.5%
Cendre	0.5%	1.7%

2. Le Processus de fabrication des olives noires slices :

Après la réception des olives, elles vont passer par différentes étapes principales, ces dernières sont résumées dans le schéma ci-dessous :



1) Réception des olives :

A l'aide d'un système de motopompe, la matière première apportée de SICOPA III est évacuée par des tuyaux de réception liés aux cuves d'oxydation. Ces dernières doivent être remplies par un matelas de saumure pour éviter un choc excessif des olives avec les murs de bassin de traitement.

2) Oxydation :

L'opération la plus importante dans le cycle de production des olives, permettant d'élaborer des olives noircies est l'oxydation. Les olives noircies par oxydation sont des olives obtenues à partir du fruit n'ayant pas atteint leur pleine maturité (olives vertes tournantes). Elle est obtenue en appliquant un traitement par la lessive alcaline de soude (NaOH) et l'aération (barbotage mécanique) dans les bassins d'oxydation. Une fois que les olives tournantes ont passé cette étape, elles sont lavées, saumurées, puis acidifiées par HCL. Finalement, on ajoute le gluconate de fer afin de fixer la couleur sachant qu'il forme un complexe difficile à hydrolyser par la température ce qui a pour conséquence d'empêcher la décoloration lors de la stérilisation.

Lorsque l'opération de l'oxydation est achevée, les olives sont envoyées aux bacs tampons (B1, B2 et C1) qui se trouve à SICOPA. Les bacs B1, B2 et C1 sont réservés au stockage des olives oxydées. B1 et B2 : Alimentent les lignes de conditionnement des olives dénoyautées ou slices. C1 : alimente les lignes de conditionnement des olives entières. Il y a aussi les bacs A1 et A2 ou sont stockés les olives dénoyautées et les olives slices.



Figure 8 : Bacs Tampons

Les olives sont transférées par la suite vers les trémies de dénoyautage selon la demande.

3) Dénoyautage et Découpage :

Comme son nom l'indique, cette ligne est spécialisée dans le dénoyautage et le découpage des olives.

Le dénoyautage est une opération mécanique consistant à séparer le noyau de la pulpe, après pompage des olives noircies par oxydation dans les bacs tampons, elles sont acheminées vers les trémies de dénoyautage par un conducteur afin d'éliminer les noyaux des olives. Ensuite, grâce à une découpeuse les olives sont découpées en rondelle de 5mm d'épaisseur, par l'intermédiaire d'un trancheur à lames multiples, dites 'olives slices'.

Les olives dénoyautées sont acheminées par une conduite vers le densimètre, tandis que les noyaux sont pompés vers une trémie de récupération.

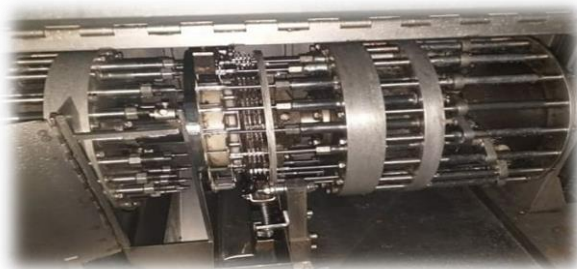


Figure 9 : Machine de dénoyautage

4) Passage en Densimètre :

Les olives slices sont ensuite entraînées par un courant d'eau vers un collecteur, puis élevées vers trois densimètres.

Le densimètre est un bassin en aluminium rempli de saumure en circulation avec une concentration de 6°B pour le 1^{er} bassin, 5,2°B le 2^{ème} et 4,8°B pour le dernier.



Figure 10 : les densimètres

Le but de cette étape est de séparer les unités défectueuses, cassées ou non dénoyautées et les fragments de noyaux qui sont tous précipités vers le fond. Tandis que les unités saines flottent sur la surface et continuent leur parcours le long de la chaîne de fabrication.

5) Triage Manuel :

Les olives slice passent, ensuite, sur un tapis pour réaliser un triage manuel réalisé par le personnel. Cette étape est nécessaire pour éliminer toute olive défectueuse ne répondant pas au critère de qualité et qui s'est échappé dans la dernière étape.

6) Conditionnement :

Les olives sont envoyées vers la zone de conditionnement en boîtes ou de poches, où elles sont versées dans la trémie de réception, élevées vers une laveuse, puis remplis dans des boîtes ou les poches avec un jus, ce dernier a pour rôle la conservation des caractéristiques organoleptiques des olives ainsi que de faciliter l'opération de stérilisation.

Ce jus est composé de saumure avec du gluconate de fer et du chlorure de potassium à une température variante de 70 à 76°C et un Ph égale à 6.

❖ **Conditionnement en poches :**

Les olives découpées en rondelles sont remplies dans des poches avec leur jus de couverture, scellés, puis stérilisés et étiquetés.

Elles passent ensuite sous un détecteur rayon x afin de détecter la présence de corps étrangers dans les poches. Si ces poches sont conformes, elles seront emballées, et enfin stockées pour être expédiées.

❖ **Conditionnement en boîtes :**

Après remplissage des olives dénoyautées dans les boîtes et le saumurage fait par alimentation à débit continu à partir d'une citerne de saumure préparée préalablement, chaque boîte subit un contrôle de poids. Puis elle passe par un sertissage, ces boîtes sont ensuite rangées dans des chariots, stérilisées, étiquetées, conditionnées dans des cartons, puis stockées avant d'être expédiées.

Note : Les 3 dernières étapes citées (Stérilisation, emballage et stockage) sont expliquées en détails ci-dessous.

7) Traitement thermique (Stérilisation)

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.

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

Les poches marquées sont rangées dans des chariots, pour être stérilisé dans un autoclave (récipient à parois épaisses utilisé pour atteindre une stérilité microbiologique).

La stérilisation doit être réalisée à :

- une température de 121°C
- une pression de 1,8 bar
- une durée de 16min.



Figure 11 : autoclave

8) Emballage et Stockage.

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

Note : Une incubation est nécessaire avant l'expédition du produit fini. C'est le temps nécessaire pour s'assurer que le produit ne présente aucune anomalie bactériologique ou physique. A la SICOPA les produits finis sont incubés à une température ambiante dans le magasin des produits finis pendant 10 jours avant la livraison au client.

Partie Pratique :

Le suivi du contrôle qualité et L'optimisation du processus d'oxydation

❖ **Matériel et Méthodes :**

I) Suivi du Contrôle qualité :

Il représente l'ensemble des actions et processus permettant de mieux gérer et améliorer le degré de qualité des produits au sein de SICOPA. Il a un rôle axial dans la société par ses activités qui impliquent une collaboration étroite avec les services internes : commercial, production, et la maintenance pour satisfaire le besoin clientèle

Il permet de savoir si les produits vendus par l'entreprise sont conformes :

- aux exigences du marché,
- à la demande du client,
- aux législations,
- au cahier des charges de l'entreprise.

Le contrôle de qualité commence depuis la réception des matières premières, ingrédients et emballages, en passant par les étapes de processus et en terminant par le produit fini. Au niveau du laboratoire, s'effectue les différentes analyses du contrôle qualité, les paramètres suivis sont les suivants selon chaque étape.

1) Contrôles à la réception :

Tableau 3 : fiche du contrôle qualité à la réception

Le contrôle effectué :	Détails :
Caractéristiques organoleptiques	L'odeur. Le gout : doit être naturel. La texture : ferme La couleur de la matière première (olive) : homogène et verdâtre
Le calibre	c'est la moyenne des nombres d'olives compté dans chaque échantillon de 100 g. Les calibres existant généralement à SICOPA sont : 16/18 ; 19/21 ; 22/25 ; 26/29 ; 30/33 ; 34/37 ; 38/42 ; 43/50.
Etat hygiénique du transport et du contenant	
Pourcentage de défauts	% molles, déchets, tachées, fissurées...
Le pH	Au voisinage de 4
Taux de sel	Doit être entre 7-8%
D'autres contrôles secondaires tels que :	(Heure de réception, Type de conditionnement, Fournisseur/Transporteur...)

2) Contrôle au cours du processus :

Saumure : Le laboratoire s'occupe des mesures de la densité et contrôle la pureté et la qualité de la saumure.

Jus : Le pH et le pourcentage de sel.

Sel : Humidité, Saturation, et les impuretés.

3) Contrôle du Produit Fini :

Tableau 4 : Fiche du contrôle qualité du produit fini

<u>Analyses Organoleptiques :</u>	
Saveur	Gout d'olives qui doit être exempt d'amertume et de flaveur anormale
Aspect	Rondelles uniformes
Couleur de la peau et chair	Homogène : Noir à brun foncé
Couleur de la saumure	Marron foncé exempt des taches d'huile
Texture	Ferme mais tendre
Odeur	Absence d'odeur anormale
Matières étrangères	absence
<u>Analyses physico-chimiques :</u>	
pH	Varie entre 6-8
% H ₂ O	Déterminé
% NaCl	Déterminé soit par un dosage volumétrique (Dosage de Mohr) ou par un salomètre.
% de défauts et de rondelles intactes	
Epaisseur de la rondelle et Diamètre de l'olive	Selon les normes exigées par chaque client
Poids Brut Poids net égoutté Volume de Jus de couverture	
<u>Autres Contrôles réalisés :</u>	
Contrôle de traitement thermique	Consiste à contrôler la température à l'intérieur des autoclaves qui sont équipés de thermo enregistreurs qui donnent des diagrammes permettant ainsi de contrôler la température et la pression.
Contrôle de sertissage/Rayons X	Surveillance de corps étrangers
Test de pression	Ce test a pour but de déterminer la résistance des boîtes
Test de stabilité microbiologique	Absence de tout gonflement des poches par exemple à une température de 15°C pendant 15 jours

II) Suivi du processus d'oxydation des olives :

1) L'opération d'oxydation :

+ L'atelier d'oxydation



Figure 12 : L'atelier d'oxydation

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

- 20 cuves opérationnelles pour le traitement d'oxydation.
- 2 cuves de stockage de la soude caustique diluée à une concentration de 1,5-3,5 °B
- Des Canaux de l'alimentation à différentes couleurs qui se différencient par leur contenu, il existe en générale 6 canaux :



Figure 13 : Les canaux d'alimentation

Canaux de couleur grise : l'alimentation de la cuve de la matière première.

Canaux de couleur blanche : pour l'alimentation de NAOH avec une concentration qui varie entre

Canaux de couleur bleue : pour l'activation de l'aération « barbotage. ».

Canaux de couleur verte : liée à la citerne d'eau douce.

Canaux de couleur rouge : pour l'alimentation en saumure

Canaux de couleur noire : pour le retour de la saumure.

✚ Les étapes d'oxydation :

a) Désamérisation:

Les olives contiennent de l'oléopicroine qui, par son amertume extrême rend l'olive à l'état frais impropre à la consommation. Cet acide est également appelé oleuropéine ou encore oleuropéoside.

La désamérisation a donc pour objectif d'enlever l'amertume (goût amer des olives claires tournantes reçues du fournisseur) en hydrolysant l'oléopicroine et le rendre soluble par traitement basique en glucose, acide oléanolique et hydroxytyrosol, en utilisant la soude caustique selon la réaction suivante :

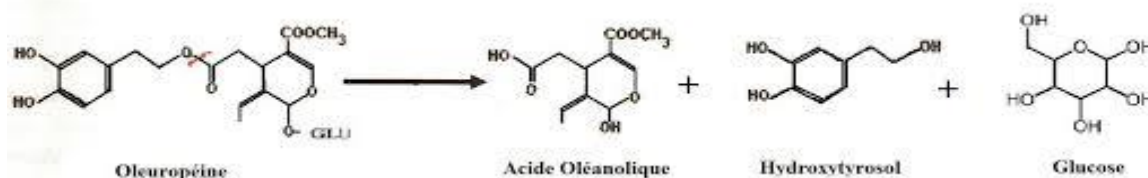


Figure 14 : Réaction de la désamérisation

➤ Etape 1 : Préparation de la soude caustique

Ce procédé commence par l'élimination de l'eau remplie dans les cuves par la vanne de sortie. Après la vidange complète de saumure de conservation, ces olives sont traitées avec une solution de soude, cette dernière doit être déjà préparée auparavant pour être à la même température que les fruits. On utilise l'aéromètre pour avoir la concentration désiré de la soude qui varie selon la saison de 1.5 °Be à 3.5 °Be

Cette concentration dépend du type d'olive, du degré de maturité et la température du milieu, par exemple à une température élevée on diminue la concentration de la soude.

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

➤ Etape 2 : Pénétration de la soude

Après 1h30 sous l'action de l'aération qui se fait par une canalisation perforée transversale au fond de chaque cuve suite à l'injection de l'air de l'extérieur, la soude commence à pénétrer dans la pulpe de l'olive. Pour évaluer le degré de pénétration de la soude ; Au cours du traitement on effectue de temps en temps une coupe longitudinale sur un échantillon d'olive (20 à 25 drupes) et on observe la pénétration par la soude indiquée par une zone brune. On peut utiliser également un indicateur coloré (phénolphtaléine) pour s'assurer de l'arrivée de la soude dans la cuve qui se traduit par une coloration violette. Cependant SICOPA l'observe souvent visuellement, c'est pratique et plus rapide.

Notons que 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. Donc il faut empêcher le contact entre l'air et les olives en surface.

➤ Etape 3 : L'arrêt de la désamérisation :

En règle générale après 6h environ, on arrête la désamérisation lorsque la zone brune indiquant la limite de pénétration de la soude dans la pulpe est environ au 2/3, à 1 mm du noyau. Il ne faut pas que toute la pulpe de l'olive soit traversée par la soude. (80% des olives deviennent sombres).



Figure 15 : Suivi de la pénétration de la soude

N.B : La diffusion de la soude dans la pulpe s'accompagne aussi de :

- l'hydrolyse des pectines responsables de la rigidité du fruit ce qui résulte d'un ramollissement relatif du fruit
- Une diminution de la valeur nutritionnelle par une baisse des teneurs en protéines, en sels minéraux, en sucres et en acides gras.

b) Lavage :

Après la désamérisation, on procède au lavage des olives. L'objectif principal est d'éliminer la quasi-totalité de la soude entraînée par l'olive.

C'est un simple lavage avec de l'eau qui passe par les étapes suivantes :

- Elimination de la soude par la vanne de sortie.
- Rinçage à l'aide d'un tuyau d'eau.
- Elimination de l'eau de rinçage.
- Un 1^{er} puis un 2^{ème} lavage, chacun dure 1 heure.

Cette étape est réalisée tout en contrôlant l'évolution du pH de la solution ($8 < \text{pH} < 12$).

c) Saumurage :

Après avoir effectué les lavages, les olives sont immergées dans une saumure, c'est une solution aqueuse d'un sel, généralement de chlorure de sodium (sel de cuisine) NaCl, saturée ou de forte concentration. On utilise pour cette étape une concentration de 3°Be tout en maintenant un barbotage continu. L'intérêt de cette étape est la préservation de la texture et le gout des olives.

d) Neutralisation :

Réalisée par l'ajout de l'acide chlorhydrique (HCl) à 30% afin de neutraliser le résidu de la soude et ainsi de diminuer le pH à une valeur de 4.5 à 5,7. Cette régulation de pH permet également d'avoir une bonne fixation de couleur, car en diminuant le pH le gluconate de fer ne précipite pas et peut agir correctement.

e) Fixation de la couleur :

Les olives sont mises dans une solution contenant les ions de fer, l'élément utilisé est le gluconate ferreux.

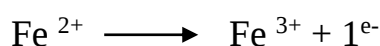
Le gluconate de fer ($C_{12}H_{24}FeO_{14}$) est un additif alimentaire E 579 ayant trois classes fonctionnelles :

- Régulateur alimentaire
- Fixateur de couleur
- Conservateur alimentaire



La réaction d'oxydation du gluconate ferreux est la suivante :

Figure 16 : Gluconate de fer



L'addition du gluconate de fer a pour rôle de maintenir la coloration noire des olives due à l'oxydation par l' O_2 de l'air barboté. Ces ions se fixent sur le polymère coloré afin de former un complexe résistant à la chaleur. On barbote le mélange pendant 2 à 3 jours jusqu'au noircissement des olives puis on arrête le barbotage. On ajuste enfin le pH à 5,45 par l'ajout de l'acide chlorhydrique (HCl).

N.B : Toutes les expériences qu'on a réalisées dans cette partie pratique ont été faites dans une cuve d'essai située dans l'atelier d'oxydation.



Figure 17 : La cuve d'expériences

2) Suivi des facteurs influençant l'oxydation des olives.

Dans cette partie on s'est intéressé à l'étude des différents facteurs qui influencent l'oxydation des olives. Les paramètres concernés sont :

- Le calibre des olives et leurs quantités.
- Le Débit d'air.
- La concentration de NaOH.
- La concentration de HCl
- La Quantité de gluconate de Fer.
- Temps total de traitement.
- La température.

Dans le but d'améliorer le processus d'oxydation et l'optimisation de ses paramètres, on réalise un suivi de certains facteurs.

L'effet de la soude caustique à différentes concentrations :

La lessive à la soude caustique (aussi appelé l'hydroxyde de sodium) est une étape nécessaire dans l'oxydation pour assurer la désamérisation des olives. Sa manipulation doit se faire avec beaucoup de précautions, il faut respecter les consignes de sécurité indiquées sur l'emballage pour éviter toute irritation de la peau et contact corrosif... Il présente également un corps chimique à effet nocif sur la santé des consommateurs dans le cas d'une utilisation excessive par les sociétés du domaine agroalimentaire.

Et bien que SICOPA veille à respecter les normes exigées, il est toujours mieux d'essayer de minimiser la concentration utilisée.

Des concentrations différentes de soude sont utilisées, variant 2°B jusqu'à une concentration de 4°B sur 5 échantillons d'olives d'un poids de 16 kg et d'un calibre de 26/29 dans des conditions de températures variantes. Les résultats sont observés par rapport au temps de pénétration de la soude pour chaque échantillon.

Optimisation de la quantité du gluconate de fer :

Le gluconate de fer : un additif alimentaire (E579) ayant la fonction de stabilisant de la couleur noire des olives est utilisé nécessairement dans l'oxydation. Cependant à doses excessives, il pourrait être toxique et jaunir les dents par effet chronique. On essaye de minimiser la concentration utilisée en variant cette dernière sur plusieurs échantillons d'olive. Chacun est d'une masse de 16 kg et d'un calibre de 26/29.

Suivi du temps de traitement :

Pour comprendre mieux le temps de traitement consacré à l'oxydation, on a réalisé un suivi de temps pour chaque étape passant de la désamérisation jusqu'à la fixation de la couleur.

3) L'élévation pondérale des olives :

Dans cette partie on traite des changements liés à la transformation d'olives vertes en olives noires et qui se fait grâce au processus d'oxydation. Le changement principal est l'élévation pondérale qui en résulte, et qui est un facteur déterminant pour la suite des opérations, de la gestion de stock et la distribution dans les emballages. Cette étape est réalisée grâce à des expériences sur 16 Kg d'olives vertes de trois calibres différents. La variation du calibre nous permettra de comprendre son influence sur les résultats trouvés

Le tableau ci-dessous présente les conditions dans lesquels chaque expérience ont été réalisées :

Tableau 5 : les conditions de manipulation de chaque expérience

Poids initial (en kg)	Calibre	% NaCl	% de gluconate de fer
16 kg	26/29	2°B	0,13%
16 kg	30/33	2°B	0,13%
16 kg	34/37	2°B	0,13%

❖ Résultats et Discussion :

1. L'optimisation de la soude caustique utilisée en désamérisation :

Les résultats de l'effet de l'optimisation de la soude caustique sont résumés dans le tableau 6 :

Tableau 6 : les résultats de la variation en concentration de la soude utilisée

Calibre	NaOH en °Be	Temps de pénétration en min	Distance de pénétration en mm	Température ambiante de l'usine en °C
26/29	2,00	460	6	20
26/29	2,50	420	6	27
26/29	3,00	310	6	25
26/29	3,50	210	6	27
26/29	4,00	158	6	26

La même expérience a été refaite sur des échantillons de même poids et calibre dans des conditions de température différents, les résultats trouvés sont résumés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 7 : les résultats de la variation en concentration de la soude utilisée

Calibre	NaOH en °Be	Temps de pénétration en min	Distance de pénétration en mm	Température ambiante de l'usine en °c
26/29	2,00	360	6	30
26/29	2,50	370	6	30
26/29	3,00	270	6	30
26/29	3,50	190	6	29
26/29	4,00	143	6	28

P.s : On précise que les températures ambiantes ont été mesurées par un thermomètre manuel.

Les résultats trouvés nous ont permis de constater que le temps de pénétration varie en fonction de la concentration de NaOH utilisée et la température ambiante de l'usine.

Pour une basse température qui varie entre 20-27°C, la désamérisation dure 460 min pour une concentration de soude de 2°B et diminue à 158 min pour une concentration de 4°B. Bien que notre objectif est de minimiser la concentration de la soude utilisée ainsi que de gagner du temps, les résultats ne sont pas toujours parfait, pour une basse température et faible concentration, la texture des olives devient molle et leur forme à la fin de désamérisation est dégradée et n'est plus conforme.

Pour une haute température qui varie entre 28-30°C, cette étape dure 360 min pour une concentration de 2°B et diminue à 143 min pour une concentration de 4°B.

Les tableaux 6 et 7, montrent que la température agit comme un agent catalyseur, elle accélère la désamérisation et par conséquent le temps de pénétration de la soude diminue.

Pour respecter les normes et assurer un produit fini conforme aux attentes des clients, le responsable de la zone d'oxydation essaie de réguler entre la température et la concentration de NaOH ajoutée comme le suivant :

Pour une haute T°, la C° de NaOH est diminué jusqu'à 1,5-2°B

Pour une basse T°, la C° de NaOH est amené jusqu'à 3,5°B

Cette régulation assure d'avoir une texture ferme des olives à la fin de la désamérisation.

Ainsi pour atteindre notre objectif et optimiser cette étape, on propose d'installer un régulateur de température qui permettra de stabiliser cette dernière. En été, la concentration de la soude est automatiquement minimisée puisque la température est élevée. Par contre en hiver quand la température diminue, on amène cette dernière à 27°C, ainsi la concentration de la soude est minimisée à 2,5°B. Certes on n'a pas économisé le facteur du temps mais notre objectif est celui de préserver la santé du consommateur, d'un autre côté la société économisera également la quantité achetée de la soude caustique

2. L'optimisation du gluconate de fer :

Les colorations finales trouvées sont représentés dans les photos ci-dessous :

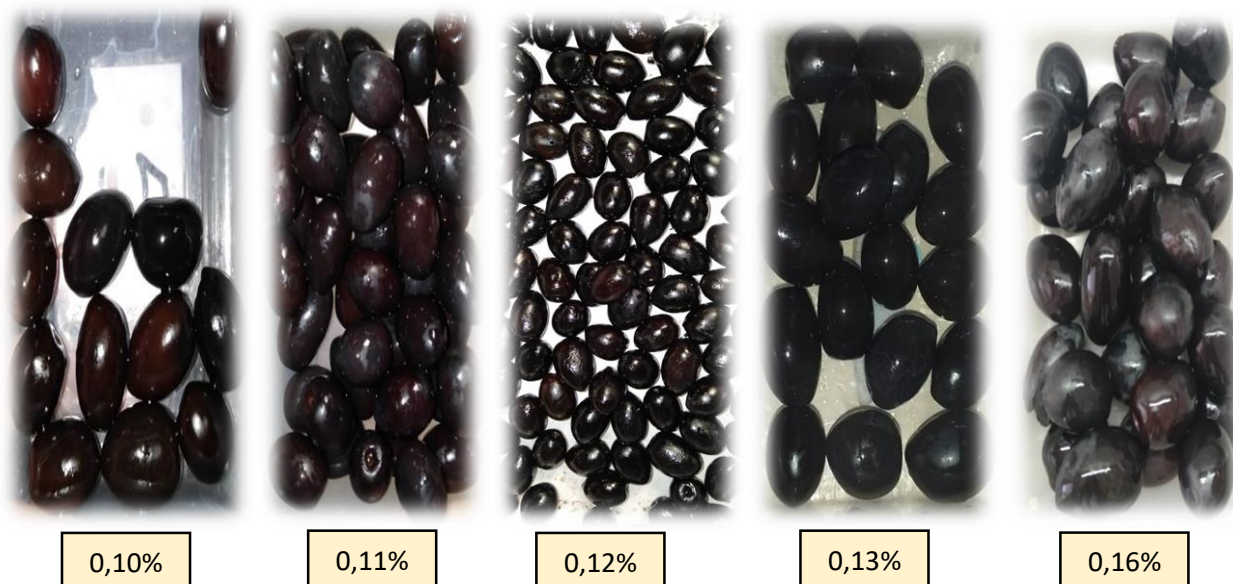


Figure 18 : Suivi du noircissement des olives

On résume les résultats dans le tableau suivant :

Tableau 8 : Résultats du noircissement des olives

Calibre	Poids (en kg)	Temps de la fixation (en min)	Gluconate de fer en %	NaOH utilisé en %	Notation de la couleur noire
26/29	16	4320	0,10	2°B	2
26/29	16	4320	0,11	2°B	3
26/29	16	4320	0,12	2°B	4,5
26/29	16	4320	0,13	2°B	5
26/29	16	2880	0,16	2°B	5

La coloration est représentée par une échelle allant de 1 à 5 :



La concentration du gluconate de fer est exprimée en %. Pour une concentration de 0,13 par exemple, la quantité ajoutée est calculée de la façon suivante :

Pour 100 kg on ajoute 0,13 kg de gluconate de fer :

100 kg d'olives $\longrightarrow$ 0,13 kg



X = 0,0208 kg = 20,8g de gluconate de fer ajoutée.

16 kg d'olives $\longrightarrow$ X

A SICOPA le responsable de la zone d'oxydation utilise une concentration de 0,16%, à partir des résultats trouvés on conclut qu'une concentration de 0,13% est largement suffisante voire même une concentration de 0,12% si le client est moins exigeant.

En utilisant ces concentrations, on aura atteint notre objectif de minimiser la quantité de gluconate ajoutée dans l'oxydation des olives, et par la suite on a réussi à préserver la santé des consommateurs et même à économiser les frais d'achats par la société.

On constate également que le temps du traitement diminue avec l'augmentation de la concentration comme est résumé dans le tableau ci-dessous :

Tableau 9 : Temps du traitement en fonction de la concentration en gluconate

Concentration en gluconate de fer (%)	Temps de traitement (en min)
0,16%	2880
0,13%	4320

Certes on gagne du temps en utilisant une concentration de 0,16% mais une optimisation de la quantité du gluconate ajoutée reste mieux qu'une optimisation du temps, puisque la société gère parfaitement ce dernier facteur.

3. Suivi du temps de traitement :

Les résultats trouvés sont regroupés dans le tableau 10 :

Tableau 10 : Suivi du temps de chaque étape du processus d'oxydation

N°	Les Etapes d'oxydation	Produit	Temps (min)
1	Réception -1-déchargement du camion	olives tournante claire	26
2	Réception -2-contrôle au laboratoire	olives tournante claire	17
4	Remplissage de la cuve avec de la soude	olive +NAOH	25
5	traitement alcalin	olive +NAOH	310
6	vidange de la soude	olives tournante claire	11
7	remplissage de la cuve avec de l'eau	olive +eau	10
8	Premier lavage	olive +eau+barbottage(air)	60
9	Vidange de l'eau	olive tournante claire	11

10	Remplissage de la cuve avec de l'eau	olive +eau+barbottage(air)	10
11	Deuxieme lavage	Olives tournante claire+eau	60
12	vidange de l'eau	olives+saumure	12
13	saumurage	olives+saumure+gluconate de fer 0,16%	11
14	le temps d'ajustement du pH à 5,5	olives+saumure+ HCl à 30%	30
15	le temps de fixation de la couleur	olives+saumure+gluconate de fer 0,13%+HCl à 30%	4320
16	Vidange de la cuve vers le dénoyautage	Olives noires tournantes	21
Temps Total			4934

Comme on a indiqué dans le tableau, le temps total de l'oxydation pour un échantillon de 16 kg, d'un calibre de 26/29 dure 4934 min (3,42 jours), on précise qu'on a ajouté une concentration de 0,13% de gluconate de fer. Cependant on a observé que pour une concentration en 0,16% cette durée diminue.

Les 2 graphes ci-dessous permettent d'observer la différence du temps entre les deux cas :

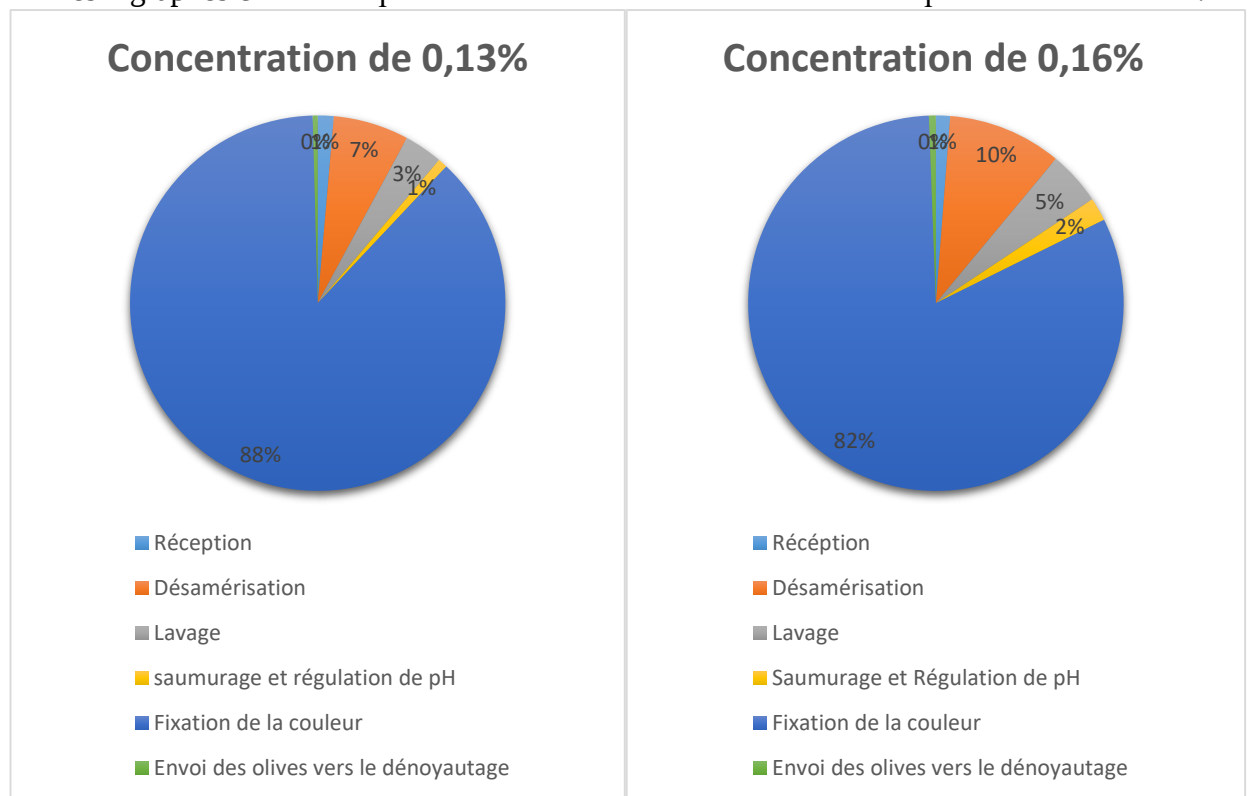


Figure 19 : Suivi du temps de l'oxydation

4. Etude pondérale des olives :

On note

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

Avec : α : coefficient d'élévation du poids.

M : la masse totale d'échantillon en g.

$\Delta\epsilon$: le gain de poids après l'oxydation

Expérience 1 : Calibre 26/29

Poids initial : 16000 g.

Pesée finale : 17152 g.

Une élévation pondérale de 1152g.

L'élévation pondérale représente 6,71%

Expérience 2 : Calibre 30/33

Poids initial : 16000 g.

Pesée finale : 17100 g.

Une élévation pondérale de 1100g.

L'élévation pondérale représente 6,43%

Expérience 3 : Calibre 34/37

Poids initial : 16000 g.

Pesée finale : 17000 g.

Une élévation pondérale de 1000g.

L'élévation pondérale représente 5,88%

On présente les résultats trouvés sous forme d'un graphe :

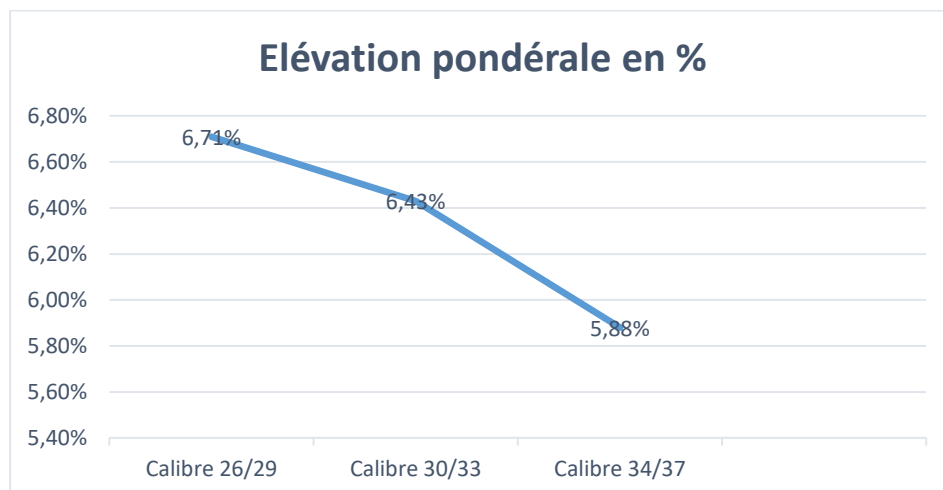


Figure 20 : Suivi du gain de poids selon les calibres

La figure 20 permet de constater que l'élévation pondérale générée à la fin de l'oxydation varie selon les calibres c'est-à-dire que plus le calibre est grand plus le pourcentage de l'élévation pondérale est important.

Cette élévation pondérale est expliquée par un gain de poids d'origine des olives pendant le traitement par la lessive alcalin. Cette perte initiale de poids est le résultat d'une déshydratation que les olives ont subi quand elles étaient immergées dans une saumure de 7-8°B chez le fournisseur.

Ainsi quand elles reprennent leur poids d'origine, elles deviennent plus résistantes

Conclusion

L'objectif du présent travail était de suivre le processus d'oxydation qui passe par plusieurs étapes, bien qu'il paraisse simple, il est bien plus complexe. Pour parvenir à une optimisation dans ses paramètres, les facteurs pris en compte en considération, sont liés l'un à l'autre, notamment :

- La texture des olives
- La température
- Le temps de traitement
- La concentration de NaOH et la quantité de gluconate de fer ajouté.

Sans oublier également les normes et les exigences de chaque client qui entrent en jeu aussi

En prenant en considération la liaison de ces facteurs, et d'après les expériences réalisées tout le long de cette période de stage, Les valeurs optimales pour obtenir des meilleures conditions d'oxydation sont résumés dans le tableau 11

Tableau 11 : Valeurs optimales des paramètres d'oxydation

Facteurs :	Valeurs optimales :
Maturité d'olives	Octobre-Mai
C° de NaOH	2,5 °B
Taux de pénétration de NaOH	3/4
Quantité de Gluconate de fer	0,13 kg pour 100 kg d'olives
La température	27°C
Temps d'oxydation	4320 min
pH	6,5

Mon stage à la société industrielle de conserve d'olive et des produits agricoles m'a permis d'enrichir mes connaissances théoriques et pratiques et m'a offert une bonne préparation à mon insertion professionnelle. Au terme de mon stage, j'ai pu comprendre, le détail du procédé de la préparation des olives, qui obéit à un système rigoureux de contrôle de qualité car pour les responsables de la SICOPA, avoir un produit de qualité est une condition primordiale, surtout lorsqu'il s'agit des clients extérieurs qui sont très exigeants. La société SICOPA possède un laboratoire de contrôle qualité dont la principale tâche est de veiller à ce que tous les produits répondent aux normes de qualité. Des cartes de contrôle sont réalisées pour suivre tous les processus de fabrication dès la réception des matières premières jusqu'aux produits finaux.

Bibliographie

- Breton Catherine. 2006 Adaptation et évolution de l'olivier et de l'oléastre dans diverses conditions d'isolement, de culture et d'environnement. Institut Méditerranéen d'Écologie et de Paléoécologie, CNRS.
- NRa 2003. Presse Info. Histoire et génétique : La conquête de la Méditerranée par l'olivier, juillet-août Inra.fr
- La nouaison des olives. Conception et réalisation Seraphins & Co, Oleatherm
- L'olive, fruit d'une grande histoire. Blog Tramier.
- La préparation des olives vertes, Association française interprofessionnelle de l'olive

Webographie

<https://tous-les-fruits.com/olive/>

https://www.passeportsante.net/fr/Nutrition/EncyclopedieAliments/Fiche.aspx?doc=olives_nu

<http://www.preventpack.be/fr/content/r%C3%B4les-des-emballages-0>

https://fr.wikipedia.org/wiki/Degr%C3%A9_Baum%C3%A9

<https://olivardeche.fr/articles.php?lng=fr&pg=224>