

Licence Sciences et Techniques (LST)
Technique d'Analyse et Contrôle de Qualité
« TACQ »

PROJET DE FIN D'ETUDES

**Méthodes d'analyse de la qualité des
olives**

Présenté par :

- **EL-FANGOUR ABDELOUAHAB**

Encadré par :

- **Pr F. OUZZANI CHAHDI (FST)**
- **Mr H. BERRADA (SIOF)**

Soutenu, Le 05 Juillet 2022 devant le jury composé de:

- **Pr. A. BOULAHNA**
- **Pr. M. ELASRI**
- **Pr. F. OUZZANI CHAHDI**

Stage effectué à La Société Industrielle Oléicole Fès (Sidi Brahim)

Année universitaire 2021 / 2022

Listes des tableaux

Tableau 1 : la salinité et limite maximale du pH de la saumure en fonction de types et de préparation des olives.....	19
Tableau 2 : Limite de tolérance des paramètres de la fermentation.....	22

Listes des figures

Figure 1: Organigramme de la société	4	
Figure 2: Structure d'une olive	5	
Figure 3 : Les types d'olives de tables.....	6	
Figure 4 : La composition chimique moyenne d'olive d'une variété française	6	
Figure 5: Machine de calibrage.....	8	
Figure 6 : Cuves de fermentation et conservation.....	11	
Figure 7 : Autoclave pour le traitement thermique	13	
Figure 8: diagramme de fabrication des olives vertes.....	14	
Figure 9 : Olives noires confites	Figure 10: Olives noires naturelles	15
Figure 11 : Les bassins d'oxydation	16	
Figure 12 : Graphe montre la variation de température en fonction de temps lors de traitement thermique.....	26	

Sommaire

Introduction générale.....	1
Chapitre 1 : Présentation de la société SIOF	2
1. Présentation et activités	2
2. Fiche technique	3
3. Organigramme.....	4
Chapitre 2 : Aperçu sur l'élaboration des olives de table.....	5
I. Description de la matière.....	5
1. Aspect général	5
2. Structure de l'olive	5
3. Les types d'olives :	6
4. Composition :.....	6
II. Processus de fabrication des olives	7
1. Processus de fabrication typiques des olives vertes	7
2. Process de fabrication des olives noires par oxydation	15
Chapitre 3 : Méthodes d'analyse de la qualité des olives	18
I.Introduction	18
II. Méthodes d'analyse de la qualité des olives adoptées par SIOF	18
1. Evaluation de la saumure.....	18
2. Suivi de la fermentation.....	20
3. Suivi de la désamérisation	23
4. Contrôle de rinçage.....	23
5. Dosage du sel présente dans olives.....	24
6. Contrôle de la conformité du calibre	24
7. Mesure des défauts	25
8. Contrôle de traitement thermique	25
9. Contrôle de produit finis	26

10.	Test de stabilité	27
	Conclusion générale	28

Remerciement

Avant tous développements sur cette expérience professionnelle, il apparaît opportun de commencer ce rapport de stage par des remerciements à ceux qui m'ont beaucoup appris au cours de stage.

Tous d'abord, Je tiens à remercier spécialement mon encadrant **Mr. Fouad Ouazzani Chahdi** pour ses orientations et recommandations judicieuses.

Je tiens à adresser mes vifs remerciements et ma très haute estime à **Mr. Hicham Berrada** le responsable de la production des olives de table pour m'avoir accueilli au sein de la SIOF et son patience inestimable.

Mes chaleurs remerciements vont à tous les membres du personnel de la société, les ouvriers qui n'ont épargné aucun effort pour me porter l'aide et aussi pour leurs conseils pour que mon stage se déroule dans les meilleures conditions possibles

Je remercie également mes professeurs **Mr. Boulahna Ahmed** et **Mr. El Asri Mohammed** pour leur présence afin d'évaluer notre travail.

Un grand Merci à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Merci infiniment

Introduction générale

Ce stage de fin d'études s'inscrit dans l'optique d'appliquer les connaissances fondamentales et théoriques acquises lors des Trois années d'étude de Licence, il a également pour but d'acquérir une expérience professionnelle, d'autant plus qu'il est réalisé dans une grande entreprise telle que SIOF.

Mon stage s'est déroulé au sein de la Société industrielle oléicole de Fès (SIOF) de Sidi Brahim précisément dans l'unité de production des conserves des olives de table ; cet établissement dispose d'un grand nombre de cadres et d'ouvriers qui ont pour but de veiller sur le bon déroulement des travaux et d'améliorer la qualité de leur travail. Ce stage était une occasion exceptionnelle qui m'a permis d'étudier de l'intérieur le fonctionnement de la société SIOF avec ses particularités humaines, techniques et organisationnelles. C'était aussi une occasion pour me sensibiliser aux questions relatives à la vie du travail en équipe. M'a permis aussi de constituer une idée réelle sur le marché du travail.

L'objectif de mon stage au sein de la société est tout d'abord l'assimilation des différents processus dans la chaîne de production accompagnée du contrôle et du suivi de la production.

Le présent rapport s'étale sur 3 chapitres :

Le premier chapitre : consiste à présenter la société SIOF intégrant ses produits, ses activités.

Le deuxième chapitre : consiste à donner une aperçue sur les processus de fabrication des olives de tables

Le troisième chapitre : est consacré à donner quelques méthodes d'analyse de la qualité des olives adoptées par SIOF.

Chapitre 1 : Présentation de la société SIOF

1. Présentation et activités

a. Présentation

La Société Industrielle Oléicole de Fès (SIOF) est une société anonyme à vocation agro-alimentaire, plus précisément dans le domaine de l'extraction, raffinage, et le conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives, avec un capital qui atteint 51 000 000 DH, dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI (9 associés).

Créée en **1961** sous forme d'une Société à Responsabilités Limitées (S.A.R.L), la SIOF est une réalisation familiale qui n'a pas cessé de développer ses moyens, de diversifier et d'améliorer la qualité de ses produits.

Au départ l'activité initiale de la société était simplement la pression des olives, l'extraction de l'huile de grignon et la conserve des olives.

- 1966 : l'installation d'une raffinerie d'huile alimentaire.
- 1972 : la fabrication d'emballage en plastique et le conditionnement des produits
- 1978 : la distribution du produit SIOF s'étend sur tout le royaume du Maroc.
- 1980- 1984 : la modernisation de l'outil de production.
- 1985 : la société se transforme en S.A avec un capital de 30 millions de Dirhams.
- 2003-2004 : la société installe deux machines de soufflage pour la fabrication des bouteilles en PET (poly téréphtalate d'éthylène)

b. Activités

La société SIOF raffine, conditionne et commercialise une large gamme d'huiles et d'olives de conserve. Pour atteindre ses objectifs en termes de production, l'entreprise s'est installée progressivement sur trois sites :

Le premier au quartier industriel DOKARAT à Fès dont les activités sont : le raffinage et conditionnement des huiles alimentaires.

Le deuxième au quartier industriel SIDI BRAHIM à Fès qui à intégrer l'extraction des huiles de grignon et la conserve et conditionnement d'olives de table.

Et le troisième à Ain TAOUJDAT, spécialisé en extraction des huiles de grignon et qui intègre l'amont agricole. La SIOF commercialise ses produits au Maroc à travers un grand réseau de distribution ainsi qu'à l'international avec des partenaires de grande envergure.

c. Produits

SIOF de SIDI BRAHIM offre une grande variété d'olives. Cueillis avec délicatesse, sont traités avec des soins spécifiques afin de conserver leur saveur et les avantages que la nature a revendus unique.

La production de la SIOF atteint 30 000 tonnes/an avec une large diversité :

- Olives vertes entières, dénoyautées ou en rondelles.
- Olives noirs façon Grèce conditionnée sous vide en sac.
- Olives noires confites entières, dénoyautées ou en rondelles.
- Olives taillées ou cassées.
- Olives tournantes taillées ou cassées.
- Huile de grignon, Câpres en saumures

2. Fiche technique

Elément de désignation	Donnée correspondant
Raison sociale	Société Industriel Oléicole de Fès (SIOF)
Date de création	1961
Forme juridique	Société Anonyme
Secteur d'activité	Agroalimentaire : Oléicole
Siège Sociale	29, Rue picted Dokkarat, Fès
Adresse des unités de production	<ul style="list-style-type: none"> • Conserverie : quartier Sidi Brahim • Huilerie : Dokkarat Fès
Surface de conserve	2 Hectares
Production de conserve	3.000 tonnes
Marché	Europe, Canada, Afrique et pays de Golf
Capital social	51.000.000 Dh

3. Organigramme

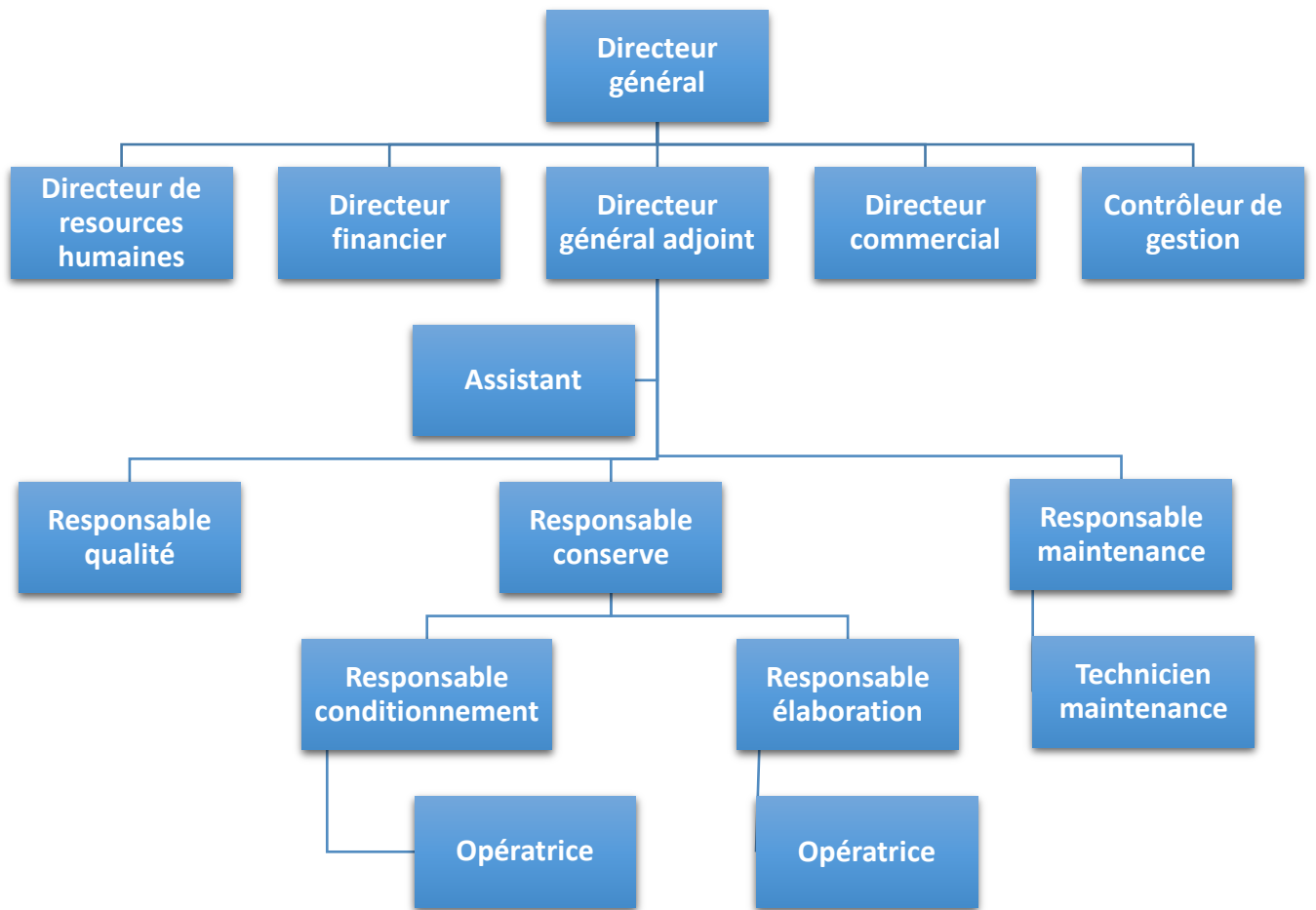


Figure 1: Organigramme de la société

Chapitre 2 : Aperçu sur l'élaboration des olives de table

I. Description de la matière

1. Aspect général

L'Olive provient de l'arbre appelé olivier qui est l'un des arbres fruitiers les plus importants au monde, plus précisément dans les pays méditerranéens (Espagne, Italie, Grèce). Il couvre 8 millions d'hectares, à savoir La superficie de plantation représente 98% de la superficie totale et sa production représente près de 97% de la production mondiale. Les oliviers sont cultivés pour leurs fruits comestibles (olives de table) et leurs huiles végétales.

2. Structure de l'olive

L'Olive est une drupe à mésocarpe charnu, riche en lipides. Elle a une forme ovoïde ou ellipsoïde, ses dimensions sont très variables suivant les variétés, généralement composée de :

a) **L'épicarpe** : c'est la peau de l'olive, elle reste attachée au mésocarpe. Elle est recouverte d'une matière cireuse, la cuticule est imperméable à l'eau. À maturation, l'épicarpe passe de la couleur verte à la couleur violette ou rouge puis à la coloration noirâtre.

b) **Le mésocarpe** : c'est la pulpe du fruit. Elle est constituée de cellules dans lesquelles sont stockées les gouttes de graisses qui formeront l'huile d'olive durant la lipogenèse (phase de production de corps gras).

c) **L'endocarpe** : est constitué par un noyau fusiforme, très dur, sa forme et sa dimension varient suivant la variété.

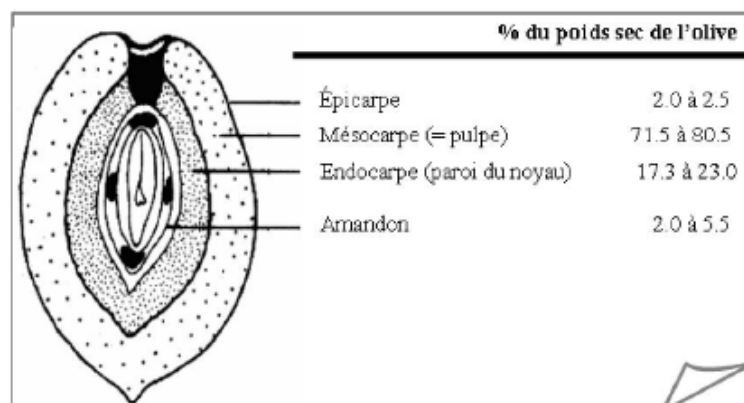


Figure 2: Structure d'une olive

3. Les types d'olives :

On distingue trois types d'olives de table en fonction de leur degré de maturité :

a) **Olives vertes** : fruits récoltés au cours du cycle de maturation, avant la véraison, au moment où ils ont atteint leur taille normale.

La couleur du fruit peut varier du vert au jaune paille.

b) **Olives tournantes** : Obtenue à partir des fruits de teintes roses, violets récoltés avant complète maturité, à la véraison.

c) **Olives noires** : fruits récoltés au moment où ils ont atteint leur complète maturité, ou peu avant riches en huile, ayant acquis une teinte noirâtre brillante ou mate, ou noir violacé ou brun noir.



Figure 3 : Les types d'olives de tables

La véraison : phase pendant laquelle l'olive grossit et change de couleur, passant du vert au rouge violacé, violet foncé et noir.

4. Composition :

La composition des olives de tables varie selon la variété et les conditions pédo-culturelles.

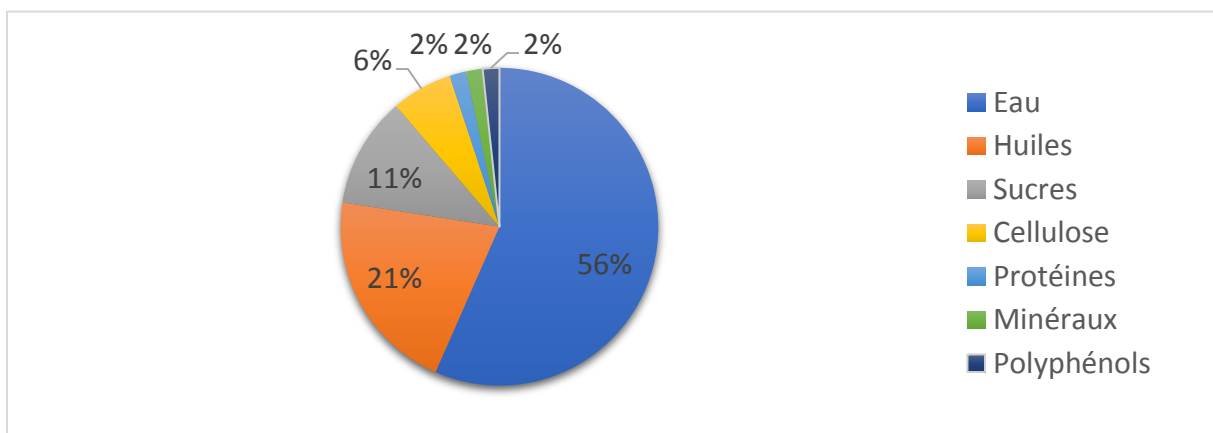


Figure 4 : La composition chimique moyenne d'olive d'une variété française

D'autres constituants importants : les pectines, les acides organiques, les pigments et les glucosides. Pour les protéines il y a deux acides dont la teneur est très importante :

- **L'acide oléique** dont la proportion déterminera le classement de notre huile en huile vierge extra ou pas.
- **L'acide oléopicro** qui, par son amertume extrême, rend l'olive à l'état frais impropre à la consommation. Cet acide est également appelé oleuropéine ou encore oleuropéside. C'est ce dernier acide qui nous intéresse ici. Sa teneur dans le fruit est de 2% lorsqu'il est vert et va en diminuant à mesure que le fruit mûrit.

II. Processus de fabrication des olives

Les olives fraîches qui proviennent directement de l'olivier, sont considérées inconsommables à cause de son extrême amertume, pour cela ils subissent des préparations afin de les rendre consommables.

L'élaboration des olives chez la société SIOF se réalise en trois grandes étapes ; le prétraitement, le traitement puis le conditionnement.

Les olives subissent d'abord un prétraitement qui assure l'élimination des déchets qu'il contient et le triage des olives selon la taille et le degré de maturité. Ensuite, ils subissent un traitement dans laquelle les olives passent par une chaîne de transformations commence par la désamérisation (élimination de l'amertume), le lavage, la fermentation puis la conservation. Enfin le conditionnement dans cette étape les olives soumis à un traitement thermique, mise en boîtes (ou seaux ou sachets), emballées puis stockées.

1. Processus de fabrication typiques des olives vertes

❖ Prétraitement

➤ Réception

La réception est réalisée durant les mois d'octobre et novembre car à ce mois que l'olive présente une coloration verte et une chaire dure, à cette étape la société doit effectuer des tests sur chaque lot pour l'évaluation de la qualité des olives réceptionnées selon les critères suivants :

- Taux de déchet : feuilles, tiges, cailloux etc....

- Coupe longitudinale sur un échantillon de 20 unités pour vérifier la présence de la *Bactrocera oleae*.

- Pourcentage des olives non conformes (olives endommagées ou contaminées)

- Calibre moyen (le nombre des olives dans un échantillon de 100g)

➤ **Effeillage**

À la réception, les olives contiennent beaucoup de déchets, ce qui complique les opérations de triage et de calibrage, pour cela on passe les olives par une machine qui enlève les feuilles, les rameaux et les tiges.

➤ **Pré-triage**

C'est une opération qui permet de séparer les olives selon le degré de maturité autrement dit selon la couleur des olives (olives vertes, roses/violettes et noires) par l'intermédiaire d'une sélectionneuse à caméra cette opération permet d'éliminer même les olives qui ont des tâches ou qui sont déformées.

➤ **Pré-calibrage**

C'est une opération qui permet de séparer les olives en fonction de leur taille on utilise une machine constituée d'un long tapis roulant au-dessus duquel on trouve une rangée de câbles divergent, plus l'olive est grande, plus elle continue à parcourir le câble jusqu'à ce qu'elle trouve un espace qui correspond à sa taille.

Cette opération permet de classer les olives selon trois catégories (grande, moyenne, et petite) et éliminer les olives qui sont très petits.



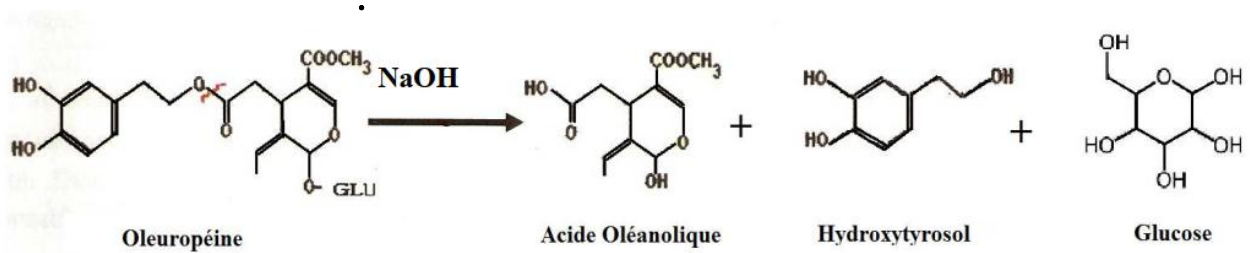
Figure 5: Machine de calibrage

❖ Traitement

➤ Désamérisation

C'est une opération qui permet l'élimination de l'amertume des olives par l'action de la soude qui assure l'hydrolyse de l'oleuropéine, l'agent responsable de goût amer régnant sur les olives.

L'hydrolyse de l'oleuropéine se fait selon la réaction suivante ;



Procédé

Les olives sont d'abord placées dans des cuves de désamérisation qui sont déjà remplies par l'eau pour éviter le choc contre les parois, puis l'eau s'éliminer par la vanne de sortie ensuite on verse la soude, la concentration de la soude utilisée varie en fonction de :

- Degré de maturation des olives ; on utilise une concentration plus basse pour les olives les plus murs (les olives noire façon Grèce) car sont plus molles donc elles nécessitent une basse concentration, pour éviter leur détérioration.
- La température du milieu ; la réaction est exothermique provoque une augmentation de la chaleur donc une détérioration peut se produire de la chaire d'olive si on l'utilise à haute température.

Pour les olives vertes on utilise une concentration de soude varie de 3° à 4 °B pendant un temps compris entre 7 à 12 heures.

Pendant cette opération il faut éviter que les olives soient en contact avec l'air car dans ce cas les olives se noircir rapidement et subissent une désamérisation partielle donc les doivent être complètement émergées dans la solution de la soude.

Au bout de 3 à 4 heures, la lessive de soude commence à pénétrer la pulpe d'olive pour évaluer le degré de pénétration on suivre un test que nous aborderons dans le chapitre 3.

En règle générale, on arrête la désamérisation lorsque la soude a pénétré jusqu'aux deux tiers de la distance entre l'épiderme et le noyau, il faut entre 7 et 12 heures pour arriver à ce stade.

La pénétration de la soude dans la pulpe engendre des modifications physico-chimiques et structurelles importantes sur les olives :

- Élimination partielle de l'amertume et augmentation de la perméabilité de la pulpe ce qui facilite l'osmose.
- Un ramollissement du fruit causé par l'hydrolyse de la pectine responsable de la rigidité des fruits.
- Une diminution de la valeur nutritionnelle par une baisse des teneurs en protéines, en sucre et acide gras.

°B = Le degré Baumé est une unité de mesure indirect de la concentration via la densité.

L'instrument de mesure est l'aéromètre

➤ Lavage

La désamérisation doit toujours suivis par un lavage pour éliminer la soude entraînée dans l'olive et aussi des composés responsables de l'hydrolyse de principe amer des olives, pour cela on évacue la soude puis on rince les cuves contiennent les olives désamérisées puis on effectue 3 lavages :

- 1er lavage : un simple rinçage dure environ 20 min.
- 2ème lavage : dure 3 heures.
- 3ème lavage dure 6 heures.

➤ La fermentation

Cette opération pour rôle de conserver les olives et leur fournir des caractéristiques organoleptiques meilleur grâce au développement des bactéries lactiques qui induit la formation de l'acide lactique par hydrolyse des sucres présents dans les olives, l'acide lactique provoque une acidification de milieu qui permet l'élimination d'autres bactéries éventuellement pathogènes, entraîne également à une élimination totale de l'amertume à la fin de la fermentation.

Procédé

Après la désamérisation, les olives sont introduites dans des cuves souterraines (les fermenteurs) de 200 Litres remplies de saumure de 11°B, la concentration de la saumure

diminuera grâce à la diffusion de sel de saumure vers les olives et les substances fermentescibles des olives vers la saumure, l'équilibre s'établit après environ 10 jours.

Pour que la fermentation soit efficace il faut porter la saumure à une concentration de 6 à 8 °B

La fermentation est favorisée par l'ajout de l'acide lactique, qui entraîne une baisse de pH de saumure et rende le milieu défavorable aux bactéries d'altération tandis que les bactéries lactiques tolèrent bien ce milieu acide.

Les olives restent environ 2 mois dans les cuves avant compléter leur fermentation.



Figure 6 : Cuves de fermentation et conservation

➤ Conservation / Stockage

Après la fermentation les olives qui ne suivent pas les autres traitements immédiatement peuvent être conservé dans des cuves qui contient une saumure titrante de 8°B à 10°B, les olives doivent être immergées dans la saumure pour éviter leur oxydation.

➤ Triage et Calibrage

- Le triage se fait d'abord par une machine sélectionneuse puis manuellement par plusieurs ouvriers cette opération sert à sélectionner les olives selon leur qualité et d'éliminer les olives qui ont endommagé et qui ne répondent pas aux critères de la qualité.
- Le calibrage permet de classer les olives selon leur taille à l'aide d'une machine à câbles divergents on classe les olives selon les calibres suivants 40-45, 34-37, 30-33, 26-29, 22-25, 19-21,16-18.

Exemple : le calibre 26-29 indique qu'il y a 26 à 29 unités d'olive par 100g.

➤ Dénoyautage

Cette opération consiste à enlever les noyaux des olives par une machine appelée dénoyautouse. Après cette étape selon les demandes des clients les olives peuvent être coupées en rondelles par une coupeuse.

❖ Conditionnement

Mise en boîte

➤ Remplissage :

Le remplissage se fait soit manuellement lorsqu'on travaille sur des boîtes en plastique ou sachets en plastique, soit automatiquement par une machine lorsqu'on travaille sur des boîtes en métal avec un contrôle du poids pour chaque boîte.

➤ Jutage

C'est l'action d'ajouter la saumure (chaude) à des boîtes qui sont déjà remplies par les olives, pour but de la conservation d'une durée plus longue et facilité le traitement thermique après.

Pour les olives vertes cette saumure constituée de l'eau, l'acide citrique, une salinité presque nulle et pH vers 3 à 3,5 et à une température environ 60°.

N.B : La saumure de conditionnement doit être chaude pour but de ne pas dépasser les limites d'élasticité des boîtes lors du traitement thermique.

➤ Sertissage

C'est l'opération qui permet la fermeture hermétique des boîtes métalliques, par une machine sertisseuse. 5/1 et A/10 ou 4/4 et 1/2.

➤ Traitement thermique

La stérilisation : pour les olives noires oxydées, ce traitement consiste à exposer les boîtes à une température voisine de 121,5 °C qui assurera une inhibition des enzymes pouvant altérer les olives, et la majorité des microorganismes thermorésistants pouvant se multiplier à l'intérieur des boîtes.

La pasteurisation : Est un traitement thermique moins sévère que la stérilisation elle est pratiquée en général pour des températures ne dépassant pas 100 °C. Elle s'applique aux olives vertes et tournantes dans le but de détruire certains micro-organismes pathogènes et d'assurer la stabilisation du produit.



Figure 7 : Autoclave pour le traitement thermique

➤ Étiquetage et marquage

C'est la dernière étape qui finalise le procédé de conditionnement.

L'étiquetage permet d'identifier ce qui se trouve dans la boîte et le marquage permet de définir la date d'expiration et de production des olives, ce sont deux informations indispensables pour le consommateur.

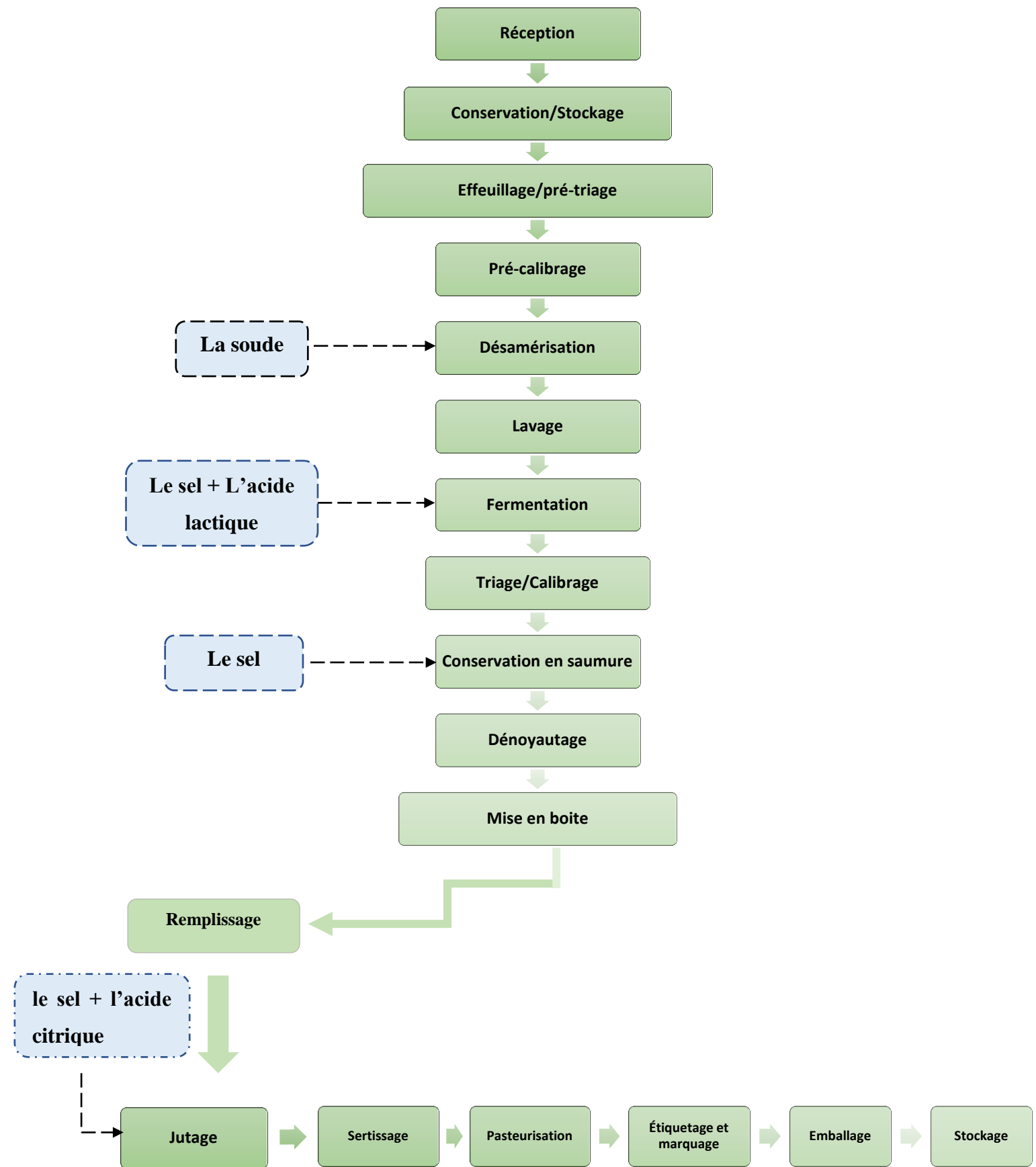


Figure 8: diagramme de fabrication des olives vertes

2. Process de fabrication des olives noires par oxydation

L'oxydation c'est l'opération par laquelle les olives vertes ou tournantes qui sont séparées dans le pré-triage sont soumises à une série de traitements alcaline accompagnée d'un barbotage de l'air, afin de les transformer en olives noires désamérisées. Les olives noires oxydées diffèrent des olives noires naturelles par la texture, la composition et la couleur.

Les olives noires confites sont plus dures avec une coloration noire violette, pourtant les naturelles sont plus molles et brun vert, ainsi les naturelles sont plus riches en graisse.



Figure 9 : Olives noires confites naturelles



Figure 10: Olives noires

❖ Atelier d'oxydation

Cette opération se fait dans l'atelier d'oxydation qui constituait par 4 bassins pour le traitement d'oxydation avec une capacité de 7 tonnes pour chaque bassin et 2 citernes l'une pour le stockage de la soude et l'autre pour la préparation de la saumure et des canaux d'alimentation qui sert à véhiculer la matière première (olive) et les produits de traitement (La soude, saumure, l'eau).



Figure 11 : Les bassins d'oxydation

❖ Les étapes d'oxydation

➤ Premier traitement par NaOH

A l'aide d'un tuyau on remplit la moitié de bassins par les olives issues des fermenteurs, puis on vide la saumure et on ajoute la soude de concentration varie de 1,5 B° jusqu'à 2B° selon l'état des olives (on remplit le 1/3 du volume total que peut contenir le bassin, qui est d'environ 7 tonnes). Cette étape pour éliminer la désamérisation des olives par hydrolyse de oleuropéine.

Enfin on démarre le barbotage mécanique de l'air qui se fait avec une canalisation perforée transversale au fond du bassin qui sert à dégager l'air à l'extérieur, l'oxydation des olives se fait à l'aide d'oxygène par le processus de brunissement enzymatique.

un seul traitement à la lessive alcaline est appliqué jusqu'à ce que la soude atteigne les $\frac{3}{4}$ de la pulpe des olives. Ce traitement dur entre 4 heures et 6 heures et s'accompagne à un contrôle toutes les 15 min pour évaluer le degré de pénétrations de la soude dans les olives.

➤ Lavage

Après le traitement par la soude un lavage est nécessaire pour éliminer la soude qui se trouve à surface d'olives, on lave deux fois les olives avec l'eau chaque lavage prend environ une heure, tout en contrôlant l'évolution de pH ($8 < \text{pH} < 12$).

➤ Saumurage

Les olives sont placées dans une cuve contient la saumure (le sel) avec une concentration de 2,5 B° pendant 24 heures en présence du barbotage continu ce traitement pour éliminer les traces de la soude (pH entre 9 et 10).

➤ Deuxième traitement par la soude

Dans ce traitement on opère la soude avec une concentration de 1,9 °B pendant 1h à 2h, pour but d'avoir plus la coloration et d'amollir plus la chair.

On remet les olives dans une saumure de 3°B pendant environ 12h. À la fin du saumurage on se retrouve avec des olives noires dues au brunissement enzymatique résultant du barbotage dans l'air, et là encore on trouve effectivement un pH entre 7 et 8.

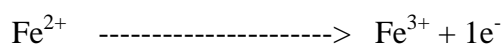
➤ Fixation de la coloration

Pour la fixation de la coloration noirâtre des olives due à l'oxydation par l'air on plonge les olives dans une solution de saumure contiennent une petite quantité de gluconate de fer $C_{12}H_{22}FeO_{14}$ (0,01 % de poids de la saumure), puis on ajoute 1,5 L d'acide acétique qui empêche la précipitation de fer par abaissement de pH.

On continue avec le barbotage pendant une heure et on laisse le contenu de bassin se stabiliser. On vide le bassin après 24 heures et on rince par l'eau.

Le gluconate de fer a pour rôle de fixer la coloration noire des olives dues à l'oxydation par l'oxygène de l'air barboté.

Les ions de fer (II) contenu dans le gluconate de fer s'oxydent en fer (III) selon la réaction suivante :



Cette réaction se fait bien dans le milieu acide.

Les ions Fe^{3+} vont fixer sur les polymères colorés pour former un complexe résistant à la chaleur.

Ensuite les olives oxydées sont passées soit au dénoyautage soit au conditionnement pour compléter leur traitement.

❖ Conditionnement

Les olives oxydées sont soumises presque aux mêmes étapes de conditionnement que les olives vertes, il y a une différence dans le jutage et le traitement thermique.

➤ **Jutage**

L'ajout de la saumure constituée de l'eau, le sel (3 à 4 °B) et le gluconate de fer qui aide à maintenir la coloration noire et à une température de 70° à 75° et pH vers 6.

➤ **Traitement thermique**

Les olives noires oxydées sont soumises à une stérilisation.

La stérilisation : ce traitement réalisé à une température de 121,5°C pendant une durée précise et doit être suivi par une baisse rapide de la température à 60 °C.

Chapitre 3 : Méthodes d'analyse de la qualité des olives

I. Introduction

Le laboratoire de SIOF joue un rôle primordial dans l'assurance de qualité des olives produites, il garantit la sécurité et le respect de la qualité tout au long des étapes de fabrication grâce aux contrôles qu'ils réalisent en continu, il permet également de contrôler les produits finis et de s'assurer qu'ils répondent aux besoins hygiénique et organoleptique du consommateur, il permet ainsi de déceler les défaillances qui surviennent au cours de la production et de les corriger rapidement. Enfin, des contrôles peuvent avoir aussi lieu sur les locaux, le matériel et les eaux de rinçage afin de vérifier la qualité hygiénique de l'environnement de production et s'assurer que le nettoyage des installations est efficace.

Dans ce chapitre on va voir quelques méthodes d'analyse de la qualité des olives adoptées par le laboratoire de SIOF.

II. Méthodes d'analyse de la qualité des olives adoptées par SIOF

1. Evaluation de la saumure

✓ Salinité

La salinité c'est la quantité de sel dessous dans une solution notamment l'eau, mesuré à l'aide d'un aëromètre étalonné (fait de verre et se compose d'une extrémité inférieure pondérée et une échelle à l'extrémité supérieure qui se lit de 0 à 10) et il donne la concentration de sel en degré boumé. Pour mesurer la salinité en procède comme suit ;

- On remplit un flacon (sous forme éprouvette) par la solution à contrôler.
- On plonge doucement l'aëromètre dans le flacon
- Lorsque l'aëromètre se stabilise, on effectue la lecture de la valeur de taux de sel.

✓ pH

La mesure de l'acidité ou la basicité de la saumure se fait par un pH-mètre qui doit être étalonné avant la mesure.

Pour effectuer la mesure on suivra le protocole suivant :

- On rince l'électrode de pH-mètre par l'eau distillé.
- On plonge l'électrode dans la solution à contrôler jusqu'à la stabilisation de la valeur affichée.
- On rince l'électrode par l'eau distillé et on la plonge dans la solution de garde.

Intérêt de ces analyses

- **Analyse de la saumure** : le taux de sels dans la saumure permet de nous donner une idée sur le degré de conservation des olives de table ; En diminuant le taux d'humidité, la saumure empêche la prolifération de la majorité des micro-organismes.
- **pH** : Les bactéries, d'une manière générale, se développent mieux sur des milieux dont le pH est proche de la neutralité (6 à 7,5). Certaines bactéries, comme les bactéries lactiques et les bactéries acétiques, peuvent se développer même à des pH inférieurs à 4. La diminution du pH affecte aussi la thermo-résistance des spores ; on considère qu'en dessous de pH 4,5 la thermo-résistance des spores bactériennes est nulle.

Généralement les germes pathogènes ne peuvent se développer dans les aliments ayant un pH au-dessous de 4,5.

Le contrôle de pH de la saumure nous donne une idée sur le développement microbien ; en comparant les résultats avec les normes selon le tableau ci-dessous :

Tableau 1 : la salinité et limite maximale du pH de la saumure en fonction de types et de préparation des olives

Type et préparation	Teneur min	Limite max
---------------------	------------	------------

		en sel %	du PH.
Olives vertes en saumure, confites ou naturel :	En récipient hermétiques	5	4
	En récipient non hermétiques	6	4.5
Olives tournantes	Toute préparation	6	4.5
Olives noires	En saumure	7	
	Au sel sec	10	

✓ Vérification de fonctionnement de l'aéromètre

L'aéromètre parmi les instruments qu'on utilise tout le temps pour cela il faut vérifier leur fonctionnement avant la première utilisation et chaque mois.

La vérification de l'aéromètre consiste à mesurer la salinité d'une plusieurs solutions avec un degré de salinité différents et connus puis comparer les valeurs obtenues par l'aéromètre avec un aéromètre étalonné

✓ Vérification de fonctionnement de pH-mètre

Pour être sûr que les valeurs affichées sur le pH-mètre sont correctes il faut vérifier le fonctionnement de pH-mètre avant la première utilisation et chaque jour pour cela on suivra le protocole suivant ;

- On rince légèrement l'électrode à l'aide de l'eau distillé.
- On plonge l'électrode dans une solution étalon de pH=7,01 puis dans une solution de pH=4,01.
- On agit jusqu'au le pH-mètre indique une valeur stable.
- On note la valeur obtenue.
- On cas où la valeur obtenue est erronée on procède à un étalonnage.

2. Suivi de la fermentation

Lors de la fermentation il y a des contrôles qui se font pour la saumure. On contrôle 4 paramètres : le pH, la salinité, l'acidité libre et l'acidité combiné.

• Contrôle de pH

Au début le pH est voisin de 8 puis va baisser au cours de la fermentation, la valeur de pH qui contrôle la fréquence de contrôle de l'acidité libre.

Si le $\text{pH} > 6$, on analyse tous les 2 jours pour contrôler en plus l'acidité libre

Si le $\text{pH} \geq 4,5$, on analyse toutes les semaines pour contrôler l'acidité libre

Si le $\text{pH} < 4,5$, on analyse tous les 20 jours pour contrôler l'acidité libre.

- **Contrôle de Salinité**

La salinité doit être entre 6 B° et 8 B° et doit être mesurée chaque semaine.

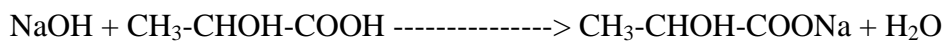
- **Contrôle d'acidité libre**

L'acidité libre défini comme la somme des divers acides organique libre présent dans la saumure, Elle est exprimée en gramme d'acide lactique par 100 ml de saumure.

Mode opératoire :

On prend 20 ml de saumure, on ajoute quelque goutte de phénolphtaléine comme indicateur coloré puis on titre la saumure avec NaOH (0,2 N) jusqu'à la partition d'une coloration rose persistante.

Réaction globale de dosage :



Expression des résultats :

D'après la réaction de dosage on la relation suivant ;

$$N_A * V_A = N_B * V_B \quad \text{donc } N_A = (N_B * V_B) / V_A \quad \text{-----} > \quad N_A = (0,2 * V_B) / 20$$

$$C = N_A = 10 * 2 V_B \quad (\text{mol/l})$$

$$C' = C * M \quad \text{avec } M : \text{masse molaire de l'acide lactique. } M = 90 \text{ g/mol.}$$

$$\text{Donc } C' = 10 * 2 V_B * 90 \quad \text{-----} > \quad C' = 0,9 * V_B \quad (\text{g/l})$$

$$C' \quad \text{-----} > \quad 1000 \text{ ml}$$

$$\text{A.L} \quad \text{-----} > \quad 100 \text{ ml}$$

L'expression final de l'acidité libre est : **A.L = 0,09 * V**

-----> L'acidité libre à la fin de la fermentation doit être supérieur à 0,4%.

- **Contrôle d'acidité combinée**

Les sels des acides organiques présents dans la saumure, pour la plupart ce sont des acétates et des lactates dont le cation est représenté par le sodium provenant de la soude caustique qui avait pénétré la pulpe des olives pendant le traitement alcalin.

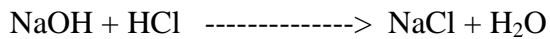
L'acidité combiné est exprimée en équivalent d'hydroxyde de sodium par litre.

Mode opératoire :

D'abord on prépare la solution de titrage par prélèvement de 16.7ml de HCl concentré qu'on met dans une fiole d'1L et on ajoute l'eau distillée Jusqu'à le trait de jauge.

Puis on prélève 25ml de la saumure dans un bécher, on immerge l'électrode de pH-mètre dans le bécher et on dose avec la solution préparée jusqu'à ce que le pH soit égal à 2.6.

Réaction globale de dosage :



D'après la réaction on a la relation

$$N_A * V_A = N_B * V_B \text{ donc } N_B = (N_A * V_B) / V_B$$

$$N_B = (0,2 * V_A) / 25 \text{ donc } N_B = \mathbf{0,008 Va}$$

- **Traitement du fond**

Ce traitement est très important car il se peut qu'il y ait précipitation des impuretés et des sels au fond des fermenteurs ce qui provoque des altérations aux olives.

Ce traitement est fait le 5ème jour puis une fois par 15 jours ensuite une fois tous les 21 jours.

Le tableau suivant représente les normes du suivi de la fermentation ;

Tableau 2 : Limite de tolérance des paramètres de la fermentation

Teneur en sel (°B)	5,8 à 8
Ph à la fin de la fermentation	< 4,5
Acidité libre Ph à la fin de la fermentation	≥ 0,4

Acidité combiné	< 0,11
------------------------	------------------

3. Suivi de la désamérisation

La désamérisation consiste à émerger les olives dans une solution de soude caustique pour éliminer le goût amer des olives, au cours de ce traitement on effectue un test pour évaluer le degré de pénétration de la soude chaque 15 min pour cela on suivra le protocole suivant :

- On prendre un échantillon de 25 unités d'olives.
- On faire une coupe longitudinale des unités de l'échantillon.
- On ajoute une goutte de phénolphtaléine sur chaque unité.
- On compte le nombre des unités qui ont atteint le niveau voulu.

Expression des résultats

La partie touchée par la lessive de soude prenait une coloration rougeâtre.

Le résultat de contrôle est exprimé en pourcentage des olives qui ont atteint le niveau de pénétration souhaité (2/3 de la pulpe pour les olives vertes).

$P=N*100/25$ N : le nombre d'unité jugées avoir atteint le niveau voulu.

La désamérisation sera achevée lorsqu'il y a pénétration de la lessive de soude de 2/3 de la pulpe pour les olives vertes et 1/3 pour les olives noires pour 70% de l'échantillon analysé.

N.B: Ce traitement peut également utiliser pour vérifier la présence de la soude dans la pulpe des olives après le lavage des olives issues de la désamérisation.

4. Contrôle de rinçage

Pour s'assurer l'efficacité de rinçage nous allons vérifier l'absence du résidu du désinfectant dans l'eau de rinçage pour cela on procède comme suite :

- On prélève 20ml d'eau de rinçage dans un bêcher.
- On ajoute quelques gouttes de phénolphtaléine.
- On agit le mélange
- Enfin on observe la coloration

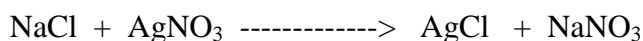
====> le rinçage est considéré efficace lorsque l'eau reste incolore.

5. Dosage du sel présente dans olives

Ce contrôle permet de connaître la concentration en sel présente dans les olives, pour cela on dose les chlorures par une solution de nitrate d'argent dans un milieu neutre en présence du bichromate de potassium.

L'apparition d'une coloration rougeâtre (caractéristique de chromate d'argent) indique la fin de la réaction.

La réaction globale



Mode opératoire

- On introduire 1ml d'échantillon à analyser issue des olives broyées +9ml d'eau distillé dans un bêcher.
- On ajoute quelques gouttes de chromate de potassium.
- On titre avec le nitrate d'argent (0,1 N) jusqu'à l'apparition d'une coloration rougeâtre.
- On arrête le dosage et on note le volume de nitrate d'argent.
- Enfin on calcule la teneur en sel.

On calcule la teneur par la formule suivante :

$$\% \text{NaCl} = V * 5,778 \quad V : \text{Volume de AgNO}_3 \text{ ajouté}$$

6. Contrôle de la conformité du calibre

Les olives doivent être de taille homogène pour que leur traitement soit efficace à différents processus de fabrication et pour répondre aux besoins des clients (pour le produit fini), pour cela sont calibré suivant le nombre de fruits à l'hectogramme puis classé selon les calibrées suivants :

16/18, 19/21, 22/25, 26/29, 30/33, 34/37, 38/42, 40/50

Le calibre par exemple 16/18 indique qu'il y a dans 100g d'olives 16 à 18 unités d'olive

Pour le calibrage on procède comme suite :

- Prendre un échantillon des olives à contrôler
- On pèse 100g d'olive

- On compte le nombre d'unités d'olive

=====> Le calibre est déterminé par le nombre d'unités trouvés dans 100g de l'échantillon.

=====> Ce contrôle pour vérifier l'efficacité de la machine responsable de calibrage.

7. Mesure des défauts

La mesure de pourcentage de défauts est nécessaire pour évaluer l'efficacité de fonctionnement des machines pendant le triage et le dénoyautage. Cette mesure effectuée aussi pendant le conditionnement pour assurer aux clients le niveau de qualité souhaité.

Le défaut est mesuré toutes les deux heures.

Les types de défauts

Matières étrangères inoffensives, Fruits tachés, Fruits mutilés, Fruits cassés Fruits ridés, Texture anormale, Couleur, anormale, Pédoncules, Fruits mous, Noyaux ou fragments de noyau (sauf dans le cas des olives entières).

Protocole

- On prend un échantillon de 300g
- On fait le triage de l'échantillon
- On pèse les olives jugées non conformes.
- On calcule le pourcentage de défaut

Généralement le pourcentage de défaut ne doit pas dépasser 20 %.

8. Contrôle de traitement thermique

Le traitement thermique est une opération qui assure la stérilité commerciale du produit emballé dans des récipients hermétiques. Ce contrôle permet de s'assurer du bon déroulement des étapes du traitement.

Protocole

Lorsque l'autoclave s'arrête on détache le graphe qui représente la variation de température/pression en fonction du temps. Puis on vérifie l'allure de l'évolution de la température, la pression et le temps, ensuite on compare les résultats avec les normes.

Résultats

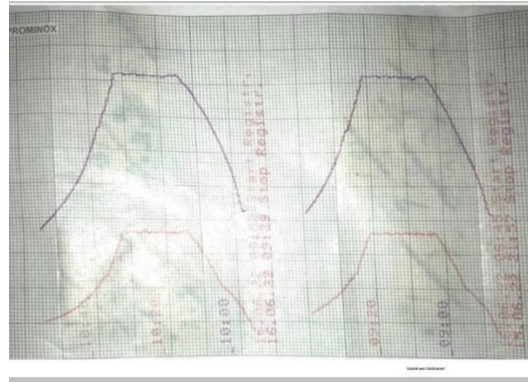


Figure 12 : Graphe montre la variation de température en fonction de temps lors de traitement thermique

- Pour les olives vertes(pasteurisation) :
 - La montée = 20 min (100 °C)
 - Over chute = 100 °C----> 98 °C (2 min)
 - Palier = 98 °C (14 min pour les boîtes : 5/1 et A/10, 12 min pour ½ et 4/4)
 - Refroidissement = à 60 °C.

- Pour les olives noires oxydées(stérilisation) :
 - La montée = 25 min (123 °C)
 - Over chute = 123 °C----> 121,5 °C (2 min)
 - Palier = 121,5 °C (14 min pour les boîtes 5/1 et A/10, 12 min pour ½ et 4/4)
 - Refroidissement = à 60 °C.

Les résultats de ce contrôle est exprimé soit par une conformité ou une anomalie.

9. Contrôle de produit finis

Afin d'être sûr que le produit élaboré répond aux exigences des clients, le produit fini doit être soumis à des analyses de contrôle de qualité.

Analyse organoleptique de produit finis

Au cours des différentes étapes d'élaboration des olives ou pendant la période de stockage, le produit peut subir une contamination bactériologique qui se traduit par un changement des qualités organoleptique (odeur, goût, saveur, texture, couleur ...).

Pour effectuer cette analyse on procède comme suite :

- On ouvre l'emballage qui contient les olives.
- On sentir l'odeur qui se dégage de l'emballage.
- On prend un échantillon de 15 olives.
- On appuie avec les doigts sur les olives pour vérifier leur texture.
- On goûte les olives.
- On prélève un échantillon de la saumure.
- On mesure le pH et la salinité de la saumure.
- Finalement on vérifie l'état de l'emballage de l'intérieur.

Au cas où il y a une chose anormale l'ensemble de produits sera bloqué.

10. Test de stabilité

Contrôle de la stabilité des produits finis (boîte métallique), ce contrôle est destiné à découvrir la sensibilité de produit envers le développement microbien si en jouant sur le couple temps/température.

Procédé

- Prendre deux échantillons des boîtes métalliques (l'une témoin et l'autre de test) d'un lot.
- Noter sur les boîtes du contrôle (date/heure d'incubation, type de boîte, type de produit).
- Mettre le témoin à température ambiante
- Disposer un papier incolore absorbant sur le côté capsule de la boîte teste afin de détecter une fuite éventuelle.
- Placer la boîte teste dans l'étuve (à 37° pour les olives vertes, 55° pour les olives noires) pendant 7 jours.
- Laisser la boîte à la température ambiante après l'incubation afin d'obtenir l'équilibre de température.

- Enfin on réalise les analyses caractéristiques sur les deux échantillons (aspect, odeur, texture, mesure de pH, déformation de l'emballage)

Résultat

Le produit sera rejeté s'il y a ;

- Apparition d'une chose anormale dans l'odeur, aspect, texture, la saveur des olives de la boîte incubée.
- Un gonflement de boîte incubée
- L'écart de pH et de salinité entre la boîte témoin et incubée dépasse 0,3

Conclusion générale

Les olives sont digestes, saines et délicieuses. Les adultes devraient manger en moyenne sept olives par jour, c'est ce que conseille la société de nutrition fondamentale et appliquée. Il existe de nombreuses variétés d'olives et de possibilités de préparation. Contrairement aux hypothèses répandues, les olives ne font pas grossir, mais livrent des éléments nutritifs précieux pour une alimentation équilibrée.

Ce stage était aussi une bonne occasion pour m'impliquer davantage dans l'industrie agro-alimentaire, Il m'a permis de maitre en pratique mes modestes connaissances acquises pendant mes trois années d'études universitaires et d'acquérir de nouvelles connaissances

scientifiques. Ainsi j'ai eu des contacts directs avec les experts du domaine oléicole, qui m'ont fait part de leurs expériences professionnelles et technique.

Au cours de ce stage j'ai pu suivre de près toutes les étapes d'élaboration des olives vertes, noires confites et noires façon Grèce du prétraitement jusqu'à le conditionnement.

J'ai également pu faire quelques analyses chaque jour à l'intérieur du laboratoire sur les olives afin de contrôler et suivre la qualité des olives, les instruments et des machines lors de la production.