

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université  
Abderrahmane Mira de Bejaïa  
Faculté des Science de la Nature et de la Vie  
Département Sciences Alimentaires

Réf : .....



Mémoire de Fin de Cycle  
En vue de l'obtention du diplôme  
**MASTER**

**Filière** : Sciences Biologiques

**Option** : Sciences des corps gras

**Thème**

**Etude de l'impact de l'emballage plastique en PET  
Sur la qualité de l'huile de «soja».**

Présenté par :

**Abbou Kahina**

**Benguerfi Hayem Chams El Houda**

Soutenu le 27 juin 2019 devant les jurys :

Mr Madani K.

Mme Guendouze N

Mme Hamitri-Guerfi F

Mr Aliane KH

Professeur

MCB

MCB

Ingénieur-Chercheur

Président

Examinatrice

Promotrice

Invité

**Année universitaire: 2018 / 2019**

# *Remerciement*

*Nous tenons à remercier tout d'abord le bon dieu le tout puissant qui nous a procuré du courage et de la volonté pour mener ce modeste travail.*

*Nos remerciements vont également à :*

*CEVITAL pour nous avoir ouvert sa porte et nous avoir permis de faire notre stage pratique ,précisément Mr hadjal S directeur du laboratoire de recherche et développement.*

*Co- promoteur Mr Alliane k ingénieur du laboratoire ;*

*Mme GUERFI Fatiha pour avoir dirigé ce travail ainsi que pour ses conseils et son aide précieuse ;*

*On tient à remercier en premier lieu Mr Madani khodir pour nous avoir fait l'honneur de présider notre jury.*

*Nos remerciements vont également à Mme Guendouz Naima pour avoir accepté d'examiner notre mémoire.*

*A nos familles, pour nous avoir tant offert et tant donné.*

## Dédicace

*Je dédie ce modeste travail à mes très chers parents pour leurs sacrifices et soutiens,*

*A Mes frères et ma sœur keltoume à qui je souhaite une vie pleine de bonheur à mes très cher(es) cousins et cousines en particulier « Madjid, Assia, Naima et son petit prince Dany, Loubna. » que j'aime de plus.*

*A tous mes meilleurs amis (es) avec lesquels j'ai partagé des moments inoubliables : Youcef « lion », Hanane, sylvia, jiji, lila, wissem, wiza, Lydia, nabile ben kh, amine ch.*

*A ma chère binôme hayem et sa famille ; A toute la promotion science des corps gras.*

# Dédicaces

*Je remercie Dieu le tout puissant auquel j'em'accroche pour tout travail que j'accomplis.*

*Aux deux êtres qui me sont les plus chers au monde, mes parents, ma mère qui m'a toujours soutenue, et mon père qui a tout fait pour que je ne manque de rien que dieu vous protège.*

*Merci pour votre éducation.*

*A mes deux frères d'amour "Wassim et Moudjib" à qui je dois beaucoup de reconnaissances, je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance. je vous aime infiniment.*

*A l'homme de ma vie mon mari "Yacine", merci énormément pour ton soutien plus que précieux, merci pour ton grand cœur .ma vie ne serais pas aussi magique sans ta présence et ton amour.*

*A mes chers grands parents a qui je souhaite une bonne santé.*

*A mes tantes, mes oncles, leurs maris et maries qui sont mes fournisseurs de bonheur, de complicité et de détails inoubliable.*

*Merci a vous.*

*A mes chers cousins et cousines, amis et amies.*

*A la mémoire de ma belle mère puisse Dieu le tout puissant l'avoir en sa sainte  
miséricorde, mes beaux frères et toute ma belle famille.*

*A toute la famille volley Ball.*

*A ma cherbinôme 'ABBOU Kahina ' et sa famille, pour son entente et sympathie.*

*A la promotion 'science descorsgras' 2018/2019. Et enfin a tous ceux que j'aime  
et ceux qui m'aiment..*

*Merci*

## Liste des tableaux

<b>Tableau I :</b> Propriétés physiques et chimiques du PET .....	06
<b>Tableau II:</b> Type d'aliments et leurs simulateurs pour les tests des migrations .....	13
<b>Tableau III :</b> Durée des tests de migration en fonction des conditions d'utilisations des matériaux entrant avec des denrées alimentaires .....	14
<b>Tableau IV :</b> Durée et température des tests de migration en fonction des conditions d'utilisations des matériaux entrant en contact avec des denrées alimentaires .....	15
<b>Tableau V :</b> valeurs du poids des bouteilles plastiques exprimées en (g).....	25
<b>Tableau VI :</b> Taux des matières non volatiles de la matière plastique en PET .....	26
<b>Tableau VII :</b> Résultats du poids des éprouvettes des échantillons à 23 C° .....	26
<b>Tableau VIII :</b> Pourcentage de variation de masse d'eau absorbée à 70 C° .....	27
<b>Tableau IX:</b> Taux d'impuretés d'acide acétique (solubilité du PET .....	29
<b>Tableau X :</b> L'évaluation de la couleur (J/R) de l'huile de soja au cours du stockage .....	35

## Liste des figures

<b>Figure 01 :</b> Gousse du soja .....	03
<b>Figure 02:</b> Motif de répétition du polyéthylène téréphtalate .....	05
<b>Figure 03 :</b> Dégradation du PET par hydrolyse .....	07
<b>Figure 04 :</b> Principale interaction contenu /contenant .....	12
<b>Figure 05 :</b> Dispersion du poids des bouteilles plastiques en PET .....	25
<b>Figure 06 :</b> La cinétique de l'absorption de l'eau .....	27
<b>Figure 07 :</b> Superposition des spectres des Cinq échantillons analysés.....	30
<b>Figure 08 :</b> Schéma des spectres des 05 échantillons de l'huile obtenus dans la région [3460--3480]cm <sup>-1</sup> .....	31
<b>Figure 09 :</b> Evaluation de l'acidité de l'huile « soja » au cours du stockage .....	32
<b>Figure 10 :</b> Evaluation de l'indice de peroxyde de l'huile de « soja » au cours du stockage	33
<b>Figure 11 :</b> superposition des spectres des échantillons analysés .....	34

# Sommaire

Introduction .....	01
--------------------	----

## **PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE CHAPITRE I**

Le matériel végétal Généralité .....	03
I.1 Description de la plante .....	03
I.2 Propriété de l'huile de soja .....	04
I.3Méthode d'extraction des huiles végétales .....	04
I.3.1 L'extraction par pression .....	04
I.3.2 L'extraction par solvant .....	04
I.4 Le raffinage de l'huile végétale .....	04
I.4.1 La méthode Soap stock .....	04

## **CHAPITRE II**

### Le polyéthylène téréphtalate (PET)

II.1 Structure du PET.....	05
II.2 Synthèse du polyéthylène téréphtalate .....	05
II.3 Propriétés du PET .....	06
II.4 Mécanisme de dégradation .....	06
II.5 Décomposition par hydrolyse et par oxydation .....	07
II.6 Migration potentiels à partir des bouteilles en PET .....	08

## **CHAPITRE III**

Interaction contenu/contenant Introduction .....	10
III.1 Critères d'utilisation des emballages.....	10
III.2 Interaction contenu/ contenant .....	10
III.3 Migration.....	11
III.3.1 La migration globale .....	11
III.3.2 La migration spécifique .....	11
III.4Sorption .....	12
III.5 Perméation.....	12
III.6 Evaluation de la migration et réglementation.....	12
III.7 Condition de contact .....	14

III.8 Facteurs influençant les transferts .....	15
III.9 Conditions de contact .....	15

## **PARTIE PRATIQUE**

### **CHAPITRE IV**

#### Matériels et méthodes d'analyse

IV.1 Caractérisation des bouteilles en plastique vide .....	17
IV.2 Détermination de la matière non volatile .....	17
IV.2.1 Principe .....	17
IV.2.2 Mode opératoire .....	17
IV.3 Test d'absorption d'eau .....	18
IV.3.1 Principe .....	18
IV.3.2 Mode opératoire .....	18
IV.3.3 Discussion des résultats .....	19
IV.4 Résistance de l'emballage .....	20
IV.4.1 Principe .....	20
IV.4.2 Mode opératoire .....	20
IV.5 Spectroscopie IRTF.....	20
IV.6 Indice d'acide.....	21
IV.6.1 Principe .....	21
IV.6.2 Mode opératoire .....	21
IV.7 Indice de peroxyde .....	22
IV.7.1 Principe .....	22
IV.7.2 Mode opératoire .....	23
IV.8 L'extinction spécifique .....	23
IV.8.1 Mode opératoire .....	24
IV.9 Détermination de la couleur .....	24

### **CHAPITRE V**

Analyse et discussion des résultats Emballage .....	25
V Caractérisation de l'emballage plastique vide .....	25
V.1 Description de l'emballage.....	25
V.2 La mesure du poids.....	25
V.3 Détermination du taux de matière non volatils .....	26

V.4 Détermination de l'absorption d'eau .....	26
V.5 Détermination des agents chimiques .....	28
V.5.1 Action de l'acide acétique .....	28
V.6 Infrarouge à transformé de fourrier .....	30
Huile .....	31
V.7Etude de l'évolution de l'huile au cours du stockage .....	31
V.7.1 L'indice d'acide.....	32
V.7.2 Indice de peroxyde .....	32
V.8 Extinction spécifique .....	34
V.9 La couleur .....	35
Conclusion.....	37

### **Références Bibliographiques.**

### **Annexes.**

# Introduction

L'emballage plastique constitue une bonne part des emballages utilisés dans le domaine agroalimentaire.

L'aspect pratique de l'emballage en matière plastique pour les produits de grande consommation joue un rôle très important pour le consommateur, grâce à leur légèreté, leur capacité de valorisation ; que ce soit par recyclage ou par valorisation énergétique. Ces emballages après usages répondent aux exigences environnementales (**Multon et Bureau, 1998**).

Un des rôles essentiels d'emballage est d'assurer une bonne protection du produit qu'il contient. Cependant; si l'emballage évite les pollutions; les contaminations extérieures que pourraient subir les produits emballés; s'il permet de contribuer au maintien de la qualité et de la sécurité ; il faut également que le matériau utilisé soit plus ou moins inerte; c'est à dire qu'il ne risque pas de perturber le produit venant au contact (**Feigenbaum et al., 1997**).

Aujourd'hui; plus de 70 % des aliments transformés sont en contact avec des emballages en matières plastiques. Parce que ces matériaux contiennent des additifs (antioxydants ; plastifiants ; colorants.....) et/ou des auxiliaires technologiques (catalyseurs ; charge ; agents antistatique ; lubrifiants....). Et parce que, ces substances ne sont pas liées de manière covalente aux chaînes de polymère ; ils peuvent présenter un risque de contamination des aliments. Le risque est actuellement d'autant plus grand, que la majorité des aliments que nous consommons sont en contact avec des matériaux, c'est pourquoi, il est indispensable de connaître avec précision la composition de l'emballage et de son contenu pour déterminer et maîtriser les interactions possibles entre eux (**Mougharbel, 2007**).

Plusieurs auteurs ont confirmé que l'inertie d'un emballage est rarement totale et que les contacts prolongés peuvent engendrer par exemple une altération des propriétés du produit emballé. Ce contact contenant/contenu peut également influencer les propriétés thermomécaniques de l'emballage, comme, ils sont en outre cause de transferts et d'interactions variées nécessitant l'étude de la compatibilité contenant-contenu au cours de la conservation (**Zaki, 2008; Severin et al., 2011; Rizzo et al., 2014**).

C'est dans ce contexte, que s'insère l'objectif de notre étude qui consiste à déterminer la compatibilité contenu-contenant et ceci par la détermination de l'effet de l'emballage plastique à base du polyéthylène téréphtalate sur la qualité d'une huile alimentaire.

Le présent travail est constitué d'une partie bibliographique qui regroupe trois chapitres dont le premier est consacré à la matière végétale, le deuxième est consacré à des généralités sur le polyéthylène téréphtalate le troisième sur les interactions contenu/contenant.

Dans la deuxième partie présente deux chapitres, le premier est consacré à la description des méthodes expérimentales et le deuxième présente les résultats de l'analyse effectuée.

Cette étude permettra non seulement de comprendre le comportement de l'huile riche en acides gras polyinsaturés durant le stockage mais aussi de repérer les meilleures conditions de la conservation.

# Chapitre I : Le matériel végétal

## I. Généralité

L'huile est utilisée depuis des siècles, bien que les premières matières grasses utilisées par l'homme proviennent de la graisse fondue des animaux, la première utilisation de l'huile n'avait pas de vocation alimentaire, il s'agissait bien souvent de combustible servant à l'éclairage, l'huile est une matière grasse, onctueuse et épaisse, souvent liquide à température ambiante, une huile végétale renferme en général plus de 99 % de lipides, ni glucides, ni protéines et très peu ou pas de cholestérol quelques vitamines et antioxydants liposolubles complètent le pourcentage restant (1%) (**Debruyne, 2001**) elles sont indispensables pour les papilles mais également pour la santé car elles apportent les acides gras nécessaires pour un bon fonctionnement de l'organisme, de plus que leur goût et leur prix, les huiles végétales diffèrent par leur composition, d'où l'importance de bien choisir ses produits, surtout pour un usage quotidien (**Debruyne, 2001**).

### I.1 Description de la plante

Le soja appartient à la famille des légumineuses, telle que l'haricot, l'arachide, c'est une plante annuelle herbacée dressée, et qui peut atteindre une hauteur de 1,5 m, la gousse (constituée de graines) est droite ou légèrement courbée, d'une longueur de deux à sept centimètres, elle est formée par les deux moitiés du carpelle soudées le long de leurs bords dorsal et ventral (**ACIA, 1996**).



Figure1 : Gousse du soja (Writ, 2007).

## **I.2 Propriétés de l'huile de soja**

L'huile de soja est une huile riche en acides gras polyinsaturés, elle contient aussi de la lécithine sa richesse en lécithine la rend précieuse sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer, l'huile de soja supporte une chaleur jusqu'à 177 – 200 ° (Cossut et al, 2002).

## **I.3 Méthode d'extraction des huiles végétales**

### **I.3.1 L'extraction par pression**

Intervenir des presses mécaniques par ce procédé on obtient une huile très pure ne contenant aucune substance étrangère mais ce procédé ne retire pas l'entièreté de l'huile des graines il reste selon le type de graines extraites, 9 à 20 % d'huile dans le tourteau d'extraction cette partie de l'huile ne pourra donc pas être valorisée comme huile de consommation, ceci explique pourquoi les huiles pression sont plus onéreuses que les huiles « solvant ».

### **I.3.2 L'extraction par solvant**

Ce type d'extraction fait appel à des solvants organiques apolaires le solvant de plus utilisé est l'hexane (une essence issue du pétrole) l'hexane est soit éliminé de l'huile mais en réalité il en reste une quantité non négligeable dans l'huile que nous consommons, cette méthode est la plus utilisée pour l'extraction des huiles végétales car elle permet de retirer plus d'huile que la méthode pression.

## **I.4 le raffinage de l'huile**

Le raffinage de l'huile est une suite de procédés destinés à

- Éliminer les substances étrangères de l'huile (lécithine, acides gras libres).
- Désodoriser l'huile.
- Décolorer l'huile.

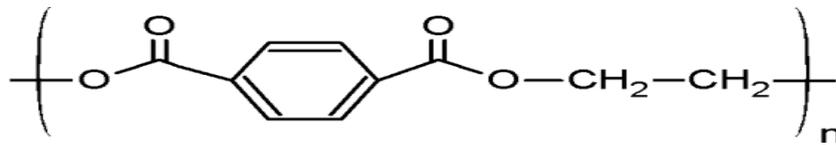
### **I.4.1 La méthode ' soap stock (en 3 étapes)**

- Neutralisation à l'aide de soude caustique avec formation de savon.
- Décoloration à l'aide de terre décolorante.
- La désodorisation à l'aide de vapeur d'eau direct.

## Chapitre II : Polyéthylène téréphtalate (PET)

## II.1 Structure de PET

Le polyéthylène téréphtalate (PET) est une polycondensation de la famille du polyester aromatique, sa formule chimique développée se présente sous forme :



**Figure 2 :** Motif de répétition du polyéthylène téréphtalate.

Le PET est un polymère qui peut être obtenu sous deux structures différentes :

- a. Une structure complètement amorphe lorsque le PET subit un refroidissement brutal de l'état fondu à l'état solide.
- b. Une structure semi-cristalline lorsque le PET est refroidi lentement, le taux de cristallinité maximum atteignant alors 50% à 60% (**Fernandez et al. 1987**).

## II.2 Synthèse du polyéthylène téréphtalate

Copolymère est synthétisé en 3 étapes :

- Consiste en une poly estérification direct de l'acide téréphtalique (PTA) avec l'éthylène glycol, cette réaction s'effectue à des températures voisines de 250° sous pression atmosphérique, nous formons alors le bis hydroxy éthyle téréphtalate (BHET).cette voie de synthèse la plus utilisée.
- Consiste en la polycondensation des extrémités de chaines du BHET, qui va réagir entre elles pour former les chaines de PET et de l'éthylène glycol .cette réaction se déroule à des températures de l'ordre de 280c en présence des catalyseurs, la polycondensation amène la formation d'éthylène glycol qu'il faudra donc soutirer en continu.
- Consiste principalement en une étape de cristallisation celle-ci va permettre de maintenir les granulés pendant une vingtaine d'heures à des températures de l'ordre de 210\_ 220 ((sous vide, la masse molaire du PET va augmenter et celui-ci présentera alors des taux de cristallinité de l'ordre de 50à 60%.(**Bikales , 1988**).

### II.3 Propriétés du PET

Le PET possède une bonne résistance aux produits chimiques, une faible perméabilité aux gaz et à la vapeur d'eau, un faible poids moléculaire, une remarquable résistance aux chocs et un procédé de recyclage assez facile à mettre en œuvre.

- **Propriété physique et thermiques du PET**

La cristallinité va directement influencer les propriétés physiques et thermiques du PET, ainsi un PET amorphe ne se comporte pas de la même manière qu'un PET semi cristallin .Le tableau suivant nous présente quelques caractéristiques du PET variant suivant la structure cristalline considérée tableau 1 .

**Tableau I :** propriétés physiques et chimiques du PET. . (Rul ,1987).

Propriétés	PET amorphe	PET Semi cristallin
Masse volumique (g /m <sup>3</sup> )	1.335	1.455_1.515
Transition vitreuse (C°)	67	81_1250
Indice de réfraction	1.576(25C°)	1.64 (23c°)
Température de fusion à l'équilibre thermodynamique	–	280C°

- **Propriétés thermomécaniques du PET**

Le PET utilisé à température ambiante, se présente dans un état vitreux et apparait donc comme un matériau rigide. à la température de transition vitreuse (Tg) ses propriétés mécaniques chutent de façon importante.au dessus de la Tg, la mobilité plus importante des chaines permet, par

Exemple, l'étirage et l'orientation du polymère par soufflage lorsqu'il est amorphe.

Au-dessus de la température de fusion, la mobilité des chaines devient suffisamment importante pour que le polymère ait l'apparence d'un liquide visqueux .la mise en œuvre de ce polymère se fait généralement dans cet état (extrusion, injection).

### II.4 Mécanisme de dégradation du PET

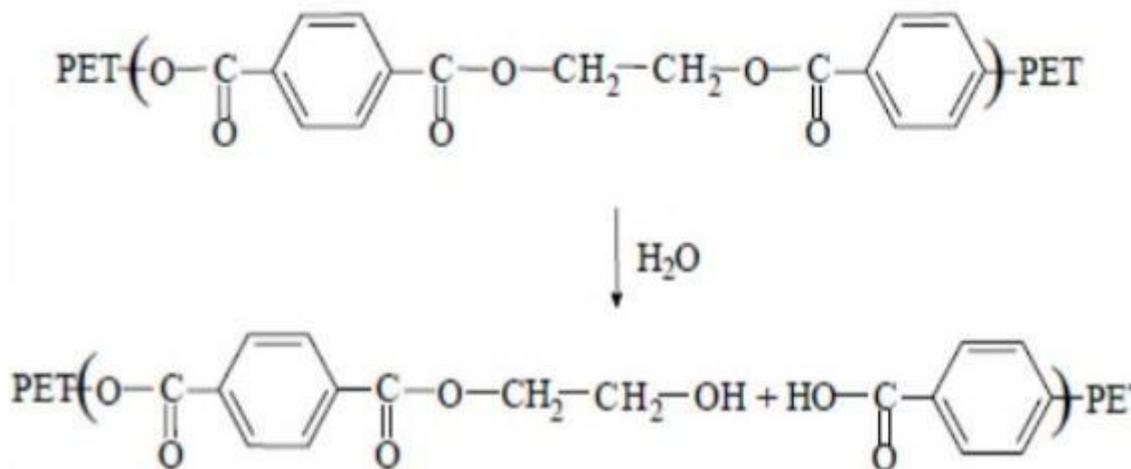
En présence d'eau dans le matériau ou de l'oxygène dans l'extrudeuse, les molécules, se dégradent plus rapidement par dégradation hydrolytique et termo\_oxydative respectivement

à ces réactions de dégradation viennent s'ajouter des décompositions par hydrolyse ou par oxydation dans l'aire.

## II.5 Décomposition par hydrolyse et par oxydation

### • Hydrolyse du PET

Est un processus réversible qui consiste en une coupure des liaisons esters de la chaîne du polymère en présence d'une molécule d'eau chaque scission de la chaîne entraîne la formation des groupements terminant d'acide carboxylique et hydroxyles



**Figure 03:** Dégradation du PET par hydrolyse (**Campanelli et al, 1993**).

Cette réaction est rapide dans le cas où le polymère est dans état fondu, c'est pour cela le phénomène d'hydrolyse du PET constitue un réel danger pour le matériau, beaucoup plus lors de la fabrication de la préforme car la présence d'eau a un effet de la plastification permettant une grande mobilité moléculaire pouvant induire une réduction du poids moléculaire et nous pouvant risquer d'avoir une cristallinité du polymère.

### • Dégradation oxydative du PET

Le mécanisme d'oxydation d'un polymère est schématisé comme suit : (**Verdu, 1990**).

- Amorçage : polymère ou impuretés  $\rightarrow$  P• (radicaux)
- Propagation : P• + O<sub>2</sub>  $\rightarrow$  PO<sub>2</sub>•
- PO<sub>2</sub>• + PH  $\rightarrow$  PO<sub>2</sub>H + P•
- Terminaison : PO• + PO•  $\rightarrow$  produits inactifs

Ce processus comprend des étapes suivantes :

Formation des radicaux libres par la scission de la chaîne moléculaire. Transformation des radicaux peroxyde en présence d'oxygène.

Arrangement d'un atome d'hydrogène sur le polymère pour former de groupements hydroxydes thermiquement instables.

Formation des produits inactifs qui est liée à la stabilité des hydro peroxydes et la vitesse de décomposition.

## **II.6 Migration potentiels à partir des bouteilles en PET**

Toute substance présente dans un matériau d'emballage peut migrer vers l'aliment cependant, seuls les migrants potentiels de masse molaires inférieure à 1000g/mol sont susceptible de poser un risque sanitaire .En effet, le Comité Scientifique de l'Alimentation Humaine (CSAH) a estimé que les molécules de masse supérieure sont peu assimilées par le tractus gastro-intestinal.

Pour faciliter l'évaluation du risque sanitaire on peut classer les migrants potentiels en trois catégories :

- Les réactifs et produits de polymérisation.
- Les additifs des polymères.
- Les migrants qui n'appartiennent à aucune des catégories précédente non prévisibles.

### **Les réactifs et produits de polymérisation :**

Les monomères sont utilisées dans la synthèse de polymères .des traces de monomères et d'oligomères peuvent subsister à la fin de la synthèse, et être retenus dans la matrice ou ils sont généralement très solubles.

Des catalyseurs ou des amorceurs sont également utilisés pour augmenter les rendements et les cinétiques de polymérisation. Ces substances à base de métaux ou de substances organiques sont susceptibles d'être présente dans l'emballage.

De plus, lors de polycondensation, des petites molécules peuvent être obtenues comme sous-produits de réaction. Par exemple, selon le type de polycondensation du PET, de l'eau ou du méthanol peuvent être générés .ce second produit est bien entendu toxique, et donc à éliminer par différents procédés industriels.

#### **Les additifs :**

Les additifs sont ajoutés aux polymères pour en préserver ou en modifier les propriétés depuis la mise en œuvre jusqu'à la fin de l'utilisation de l'emballage .les additifs sont la source majoritaire des migrants potentiels. Deux classes principales d'additifs sont à prendre en compte :

#### **Les stabilisants :**

Ces additifs permettent de conserver les propriétés physico-chimiques des polymères au cours du temps en réagissant à la place des polymères.

#### **Les adjuvants technologiques :**

Les adjuvants technologiques permettent de modifier les propriétés des polymères.

#### **Les migrants potentiels à caractère non prévisibles :**

Ces substances présentes dans l'emballage ne sont pas introduites de façon délibérée, ils peuvent provenir de plusieurs origines :

- De la dégradation du polymère.
- De la péremption de substances venant de l'extérieur de l'emballage (projection involontaire de liquide sur l'emballage ....).
- D'une pollution accidentelle avant recyclage (produits domestiques, essence, diluants, solvants, pesticides...) (**Baner et al., 1994 ;Feigenbauma et al., 1997**) .

## Chapitre III : Interaction contenu/contenant

## Introduction

L'emballage thermoplastique épouse le quotidien, sa multiplicité lui permet d'être présent dans tous les secteurs de l'industrie, au cours des dernières années, ces emballages ont pris un essor considérable. Ces matériaux thermoplastiques présentent l'avantage d'être peu coûteux, légers, résistants aux chocs et faciles à mettre en œuvre. Ils sont recyclables ou incinérables : ce qui permet d'éviter leur amoncellement dans les décharges publiques (Mougharbel, 2007).

### III.1 Critères d'utilisations des emballages

Pour qu'un plastique soit utilisé comme emballage alimentaire, il doit satisfaire certaines critères parmi ces dernières on cite

- Conditionnement qui maintient le produit en bon état et cela résulte des propriétés physiques et chimiques du contenant.
- Un poids et un volume optimisé pour faciliter la manutention et le stockage.
- Satisfaction des impératifs écologiques (recyclage, dégradation et valorisation).
- Adéquation du prix de revient.
- Conservation des propriétés organoleptiques des produits.
- Protection des aliments des agressions extérieure.
- Résistance aux conditions de température extrêmes d'utilisation.
- Présentation d'une qualité hygiénique adaptée aux exigences de sécurité alimentaire

(Reyne, 1991).

### III.2 Interaction contenu/ contenant

Le matériau au contact de l'aliment doit assurer sa protection et sa conservation, sans modifier ses caractéristiques organoleptiques ou physico-chimiques et sans altérer des défunts de qualité sur le plan toxicologique, c'est le principe d'inertie qui dépend en particulier des interactions contenu/contenant. Ce dernier doit être vérifié par des essais de migration (globale et spécifique) (Pennurun, 2001).

Plusieurs types d'interactions existent entre un emballage et l'aliment qu'il contient lorsqu'un produit est mis au contact d'un matériau thermoplastique, des transferts de molécules se produisent (Reyne, 1991).

- Du matériau vers le produit : c'est le phénomène de migration.

- Du produit vers le matériau : c'est le phénomène de sorption.
- Du produit vers le milieu extérieur : c'est le phénomène de perméation.

### III.3 migration

La fabrication des emballages thermoplastiques nécessite la présence de certains additifs, ces additifs ont tendance à diffuser hors de l'emballage (contenant) et à se retrouver dans l'aliment (contenu). Mais il n'y a pas que les additifs qui peuvent migrer on trouve, aussi **(Riquet ,1998 ; Pennurun, 2001) :**

- Les monomères résiduels
- Les oligomères qui proviennent d'une polymérisation incomplète.
- Les produits issus de la dégradation du polymère ou de ses additifs sous l'action de la lumière, de l'oxydation... etc.

De ce fait, la réglementation européenne a mis en évidence des directives qui limitent le taux de migration de certaines substances et interdisent l'utilisation d'autre substances qui sont toxiques.

La migration consiste en un transfert des produits constituant l'emballage thermoplastique vers les produits conditionnés. Elle désigne la masse de ce qui migra dans l'aliment et s'exprime en mg/kg d'aliment ou en mg.dm<sup>-2</sup> De surface en contact avec l'emballage **(Champs, 1999).**

On envisage deux notions de migration **(Champs, 1999) :**

#### III.3.1 La migration globale

Elle est exprimée par la masse de l'ensemble de ce qui migre, sans prise en compte de la nature des différents éléments ayant migré. Sa limite de migration est fixée à 60 mg.kg<sup>-1</sup> d'aliment ou 10 mg. Dm<sup>-2</sup> de matériau en contact avec l'aliment.

#### III.3.2 La migration spécifique

Elle est exprimée par la masse d'un constituant connu et bien identifié, simple ou combiné, qui migre de la paroi dans l'aliment (ou son simulant) avec lequel il est en contact.

### III.4 Sorption

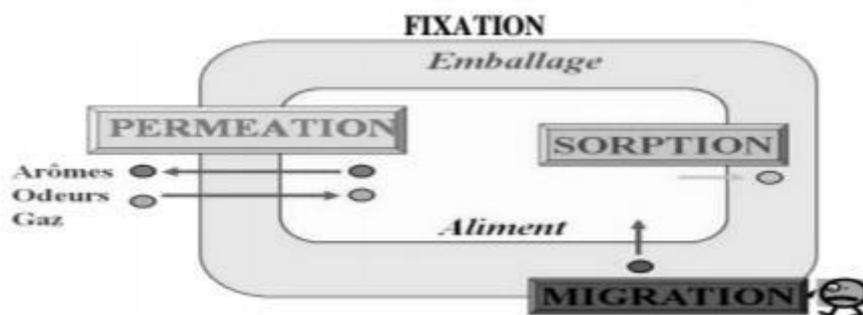
Le phénomène de sorption décrit le processus de pénétration et de dispersion des diffusants dans la matrice polymériques (**Zaki, 2008**).

La sorption de matière grasse sur le polymère permet de le gonfler donc modifier sa structure et de diminuer sa rigidité (**Boussoum, 2007**).

### III.5 Perméabilité

La perméabilité consiste en la diffusion de certains composés de l'aliment ou du milieu extérieur (vapeur, gaz, composés organique volatils) d'une zone où le composé est à une certaine concentration est plus faible. Ceci peut conduire à une détérioration physique ou chimique de l'aliment. Les propriétés de perméabilité dépendent des caractéristiques du polymère (résine) et de la substance migrante ainsi que la température du milieu (**Boussoum, 2007** ;

Ces différentes interactions sont schématisées dans la figure (Steve,)



**Figure 04** : Principales interactions contenu/contenant.

### III.6 Evaluation de la migration et réglementation

- **les tests de migration**

La directive 82/711/CEE, modelée par les directives 93/8/CEE et 97/48/CEE précise les conditions dans lesquelles les tests de migration doivent être effectués pour cela, des liquides simulant les principales catégories d'aliments sont définis et les conditions des tests (temps de contact et températures).

- milieu simulateur

Comme il n'est pas toujours possible d'utiliser des aliments pour tester des matériaux en contact avec les denrées alimentaires, ou a recours à des simulateurs d'aliments qui sont regroupés dans le tableau IV

**Tableau II** : Types d'aliments et leurs simulateurs pour les tests des migrations (97/48/CEE).

Type d'aliment	Classification conventionnel	Simulateur d'aliment	Abréviation
Aliments aqueux (PH4.5)	Denrées alimentaires pour les quelle l'essai avec simulateur A est seulement prescrit la directive 85/572/CEE du conseil modifie par la directive 2007/19/CE	Eau distillés ou eau de qualité équivalente	Simulation A
Aliments acides (PH<4.5)	Denrées alimentaires pour les quelle l'essai avec le simulateur B est seulement prescrit par la directive 85/752/CEE modifie par la directive 2007/19/CE	Acide acétique à 3M% (masse/volume)	Simulateur B
Aliments alcoolisés	Denrées alimentaire pour lesquelles l'essai avec le simulateur B est seulement prescrit par la directive 2007/19/par la directive 85/572/CEE modifie CE	Ethanol à 10% cette concentration doit être adaptée au titre alcoométrique réel de l'aliment s'il dépasse 10%	Simulateur C
Aliments gras	Denrées alimentaire pour lesquelles l'essai avec le simulateur D est seulement prescrit par la directive 2007/19/par la directive 85/572/CEE modifie CE	Huile d'olive raffinée ou autre d'aliments gras simulateur	Simulateur D
Aliments secs	/	Néant	Néant

### III.7 Conditions de contact

Les conditions de contact sont regroupées dans les tableaux III et IV selon la température et la durée de contact

**Tableau III :** Durée des tests de migration en fonction des conditions d'utilisation des matériaux entrant avec des denrées alimentaires. (OPOCE .1997).

Durée de contact	Durée de l'essai
$t \leq 0.5h$	0.5h
$0.5h < t \leq 1h$	1h
$1 < t \leq 2h$	2h
$2h < t \leq 4h$	4h
$4h < t \leq 24h$	24h
$t > 24h$	10j

**Tableau IV :** Durée et températures des tests de migration en fonction des conditions d'utilisation de matériaux entrant en contact avec des denrées alimentaires.

Température de contact	Température d'essai
$T < 5^{\circ}C$	$5^{\circ}C$
$5^{\circ}C < T \leq 20^{\circ}C$	$20^{\circ}C$
$20^{\circ}C < T \leq 40^{\circ}C$	$40^{\circ}C$
$40^{\circ}C < T \leq 70^{\circ}C$	$70^{\circ}C$
$70^{\circ}C < T \leq 100^{\circ}C$	$100^{\circ}C$
$100^{\circ}C < T \leq 121^{\circ}C$	$121^{\circ}C$
$121^{\circ}C < T \leq 130^{\circ}C$	$130^{\circ}C$
$130^{\circ}C < T \leq 150^{\circ}C$	$150^{\circ}C$
$T < 150^{\circ}C$	$175^{\circ}C$

### III.8 Facteurs influençant les transferts

Le transfert de particules de pont et d'autre de l'emballage est influencé par plusieurs facteurs tels que les conditions de contact, le paramètre structural e la molécule diffusante et sa concentration ainsi que la morphologie du polymère.

### III.9 Conditions de contact

La migration augmente avec la durée de contact, la température de stockage et l'agitation **(Riquet, 1998)**.

- **Influence d la forme et de la structure du diffusant**

La forme de la molécule diffusante influence fortement sa diffusion dans le polymère. Ainsi, pour un même volume moléculaire linéaires diffusent plus vite que celles qui présentent des ramifications, elle-même diffusent plus rapidement que celles forme sphérique **(Siddaramallah et Mallu ,1998)**.

- **Influence de la morphologie du polymère**

Les zones cristallines sont beaucoup plus denses que les zones amorphes. Elles sont donc pratiquement imperméables, ainsi la diffusion se produit principalement dans les régi ons amorphes du polymère ou des petits mouvements vibrations se produisent le long des chaines polymérique. Les mouvements microbrownies peuvent avoir comme conséquence la formation de trous pendant que les chaines micromoléculaires s'éloignes les unes des autres. Ces espaces deviennent des sites actifs pour les molécules diffusantes, qui viennent s'y loger **(Feldman, 2002; Zaki, 2008)**.

- **Conséquence des phénomènes de migration :**

L'étude de ces phénomènes a montré plusieurs conséquences sur le système matériau / produit, parmi lesquelles **(Feldman, 2002 ; Zaki ; 2008) :**

- ✓ Un changement de la cristallinité et un jaunissement du polymère.
- ✓ Une perte de résistance mécanique de l'emballage observée par une augmentation du « Stress Cracking».
- ✓ Un gonflement de l'emballage.
- ✓ Une diminution de l'intensité de composants aromatiques et de l'odorat :

Une augmentation de la perméabilité aux gaz due à une plastification, cette plastification peut entrainer un changement de la cristallinité et modifier la transparence du polymère.

## Chapitre IV : Matériel et méthodes d'analyses

### **Conduite expérimentale**

Notre étude a été faite sur un emballage destiné à emballer les huiles alimentaires qui s'agit de la matière plastique en polyéthylène téréphtalate (PET) et sur une huile de consommation courante en Algérie : l'huile de soja.

Huile qui été fournie par le complexe agroalimentaire des corps gras de la wilaya de Bejaia.

Nous avons choisi cette huile à cause de sa richesse en acide gras insaturés de l'huile de soja est de 61-95 %. Taux d'acide linoléique 4-8%. Comme nous avons choisi ce type de matériau plastique car c'est le seul type d'emballage utilisé pour les liquides alimentaires dans nos pays.

Le souci majeur qui nous a guidé a cette étude et a ce choix, est de déterminé l'effet de l'emballage sur la qualité de l'huile, en effet la stabilité des huiles peut être amélioré par le choix d'un meilleur emballage.

Les différentes analyses effectuées aussi bien sur l'huile que sur l'emballage sont :

- Caractérisation des bouteilles en plastiques destinées à emballer les huiles alimentaire par la mesure du poids et la détermination du taux de la matière volatile.
- Résultats d'un test d'absorption.
- Recherche de substance dissoute dans l'acide acétique.
- Caractérisation de l'huile ayant un contact avec l'emballage plastique par la détermination de quelques analyses de qualité qui s'agit : indice d'acide, indice de peroxyde, et la couleur.
- Et enfin la spectroscopie infrarouge à transformée en fourrier (IRTF) a été utilisée pour caractériser l'interaction du plastique avec l'huile alimentaire.

### **Echantillonnage**

Notre échantillonnage en bouteilles plastiques en PET destinées à emballer les huiles alimentaire a été effectué le 08/04/2019 au niveau de l'atelier plastique de l'entreprise Cevital.

Un prélèvement au hasard de trente (30) bouteilles de capacité d'un litre a été réalisé au niveau de la chaîne de production. Ces bouteilles ont été transportées à l'université pour l'analyse. Et conservées à l'abri de la lumière.

Les huiles ont été aussi fournies séparément dans les flacons en verre de 250 ml par l'entreprise Cevital.

### **IV.1 Caractérisation des bouteilles en plastiques vide**

Nous avons mesuré le poids moyen de douze (12) bouteilles en utilisant une balance de type RADWAG de précision de 0.001g et la dispersion des poids obtenus (la différence entre le poids le plus élevé et le poids le moins élevé) a été étudié

### **IV.2 Détermination de la matière non volatile**

La détermination du taux de la matière non volatile a été réalisée en utilisant la méthode normative **ISO 1625-1998**.

Par définition la matière non volatile est la quantité de résidus obtenus par évaporation dans des conditions spécifiées.

#### **IV.2.1 Principe**

Une prise d'essai est étalée dans une capsule à fond plat jusqu'à l'obtention d'une pellicule fine et régulière, puis est laissée à s'évaporer dans une étuve dans des conditions spécifiées de température et de temps, lesquelles sont fonction du matériau. La détermination est effectuée à la température ambiante

#### **IV.2.2 Mode opératoire**

Rendre capsule à fond plat.

Nettoyer et sécher à l'étuve.

Laisser refroidir à température ambiante dans le dessiccateur.

Peser 1 mg  $\pm 0.2$  de l'échantillon en PET dans la capsule et la répartir de façon homogène. Mettre la capsule avec la prise d'essai à l'étuve à 105 C° pendant une heure.

Laisser la capsule avec la prise d'essai dans un dessiccateur pour ce refroidir et prendre le poids à 1 mg de près.

### IV.3 Test d'absorption d'eau

La mesure de cette caractéristique permet d'évaluer l'éventuel comportement de la matière plastique utilisée en contact d'eau ou exposé à l'humidité (**Boukhatan et Messaoudi, 2008**)

#### IV.3.1 Principe

- Immersion complète des éprouvettes en plastiques dans l'eau à des températures déterminées (23°C) et (70°C)
- Détermination des variations massiques des éprouvettes en plastique avant, après— immersion et éventuellement après séchage.
- **Préparation des éprouvettes**

Les éprouvettes carrées de  $50 \pm 1$  mm de cotés sont découpées dans une même bouteille et sur les trois compartiments supérieurs, partie inférieure et intermédiaire pour avoir trois échantillons pour une bouteille.

#### IV.3.2 Mode opératoire

Les essais sont réalisés premièrement à la température ambiante environ  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  et deuxièmement à une température de  $70 \pm 2^\circ\text{C}$ .

- **Détermination de la masse initiale**

Détermination de la masse  $M_1$  de chaque échantillon à 0,0001 g près.

- **Immersion des éprouvettes:**

Placer chaque enjeu d'éprouvette dans un bécher et l'immerger complètement dans l'eau distillée en utilisant un poids si nécessaire.

- **Quantité de liquide d'essai**

La quantité du liquide d'essai doit être au moins 8ml par cm carré de surface totale de l'éprouvette afin d'éviter une concentration du liquide en produit d'extraction au cour de l'essai le liquide doit recouvrir les éprouvettes complètement.

- **Essai à 23°C**

Les bécher sont mis dans les conditions du laboratoire à température ambiante pendant 24heures.μ

- **Essai à 70°C:**

Les bécher sont mis dans une enceinte thermostat (bain marie) pour une durée de 24 heures.

- **Rinçage et essuyage des éprouvettes**

A la fin de la période d'immersion ramener si nécessaire la température des éprouvettes a la température ambiante en les transférant rapidement dans une nouvelle quantité d'eau distillée ou à la température du laboratoire en les y laissant pendant une durée de 15 à 30 minutes.

Essuyer les éprouvettes avec un papier filtre.

- **Mesurage immédiatement après immersion**

Placer chaque éprouvette rincer et essuyer dans un vase à peser et taré et déterminer la masse M2 a 0,0001g près.

- **Mesurage M2 après immersion et séchage**

Faire sortir les éprouvettes des vases à peser et les sécher à l'étuve à la température spécifique (en générale deux heure à 40C°±2) jusqu'à obtention d'une masse constante M3.

### IV.3.3 Expression des résultats

- **Quantité d'eau à utiliser**

Pour chaque centimètre carré de surface (S1) utiliser au moins un volume V1 d'eau = (V1=8ml). Dans ce cas utiliser un volume total V2 pour une surface S2 de 25 cm carré

- **Expression de masse des éprouvettes**

a) M1 masse des éprouvettes avant immersion

b) M2 masse des éprouvettes après immersion

c) M3 masse des éprouvettes après séchage

- **Pourcentage de variation de masse :**

Calcul de pourcentage de variation de masse selon la formule suivante:

$$P1 = 100 (M2 - M1) / M1$$

$$P2 = 100 (M3 - M1) / M1$$

P1 (%): Pourcentage de variation de masse après immersion. P2 (%): Pourcentage de variation

de masse après séchage.

#### **IV.4 Résistance de l'emballage aux agents chimiques (acide acétique)**

La mesure de cette résistance permet d'évaluer l'action de l'acide acétique sur la matière plastique utilisée pour le conditionnement ou stockage des liquides alimentaires.

##### **IV.4.1 Principe**

La méthode utilisée est celle décrite par ( **Jaulmes 1976**), qui consiste à découper une bouteille plastique en lanière, qu'on introduit dans un ballon d'un litre rempli d'acide acétique (N/10) pour déterminer le taux de matières dissoutes pendant une durée d'un mois à la température ambiante ou après l'ébullition pendant une heure au bain marie.

##### **IV.4.2 Mode opératoire**

La solution utilisée est une solution diluée de l'acide acétique à 5 % pour la préparation d'un litre utiliser 50 ml d'acide acétique ayant contact avec du plastique couper en petit morceaux.

Evaporer une quantité de 50 ml de l'acide acétique après avoir contact pendant 1 mois à une température de laboratoire.

Peser une deuxième fois la solution avec les résidus et déterminer la masse non volatile (résidus).

Le résultat est exprimé en mg/l.

#### **IV.5 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)**

L'analyse par spectrophotométrie infrarouge permet de distinguer les bandes caractéristiques des principales fonctions chimiques d'un matériau ; il s'agit d'un outil indispensable de suivi des modifications chimiques induites. Ainsi, un échantillon irradié par un faisceau infrarouge subit des vibrations moléculaires et absorbe une partie de l'énergie incidente. Son spectre infrarouge présente donc des bandes d'absorption dont les fréquences sont caractéristiques de la nature chimique du composé. L'appareil utilisé est un spectrophotomètre à Transformée de Fourier de marque Shimizu 204S. Le dépouillement du spectre est effectué dans la zone  $4000-400\text{ cm}^{-1}$  de nombre d'onde (60 scans, résolution  $1\text{ cm}^{-1}$ ) (Vandegans et *al.*, 1997)

## Analyse de l'huile

### IV.6 Indice d'acide

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour la neutralisation des acides libres contenus dans un gramme de corps gras. (**Hovaneissian et al., 2006**).

#### IV.6.1 Principe

Il consiste à neutraliser les acides libres par une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium titrée.

#### IV.6.2 Mode opératoire

- Peser 2g d'huile dans un erlenmeyer.
- Ajouter 75 ml d'éthanol à 95°.
- Neutraliser en présence de quelques gouttes de phénophtaléine à 1%.
- Agiter énergiquement et titrer avec la solution d'hydroxyde potassium (la solution éthanoïque titrée est à 0,1 N) jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante.
- On note le volume de la solution éthanolique de KOH ajoutée.

#### Méthode de calcul

L'indice d'acide est calculé selon la formule suivant (**Wolff, 1968**)

$$IA = 56.11 \times V \times N / p \quad (\text{mg de KOH/g d'huile})$$

Où :

P : Masse (g) de la prise d'essai.

56,11 : Masse molaire, exprimée en g/mole, d'hydroxyde de potassium. V : Volume en ml de KOH (0,1 N) nécessaire au titrage.

N : Normalité de la solution de potasse (0,1 N).

Le pourcentage en acide oléique est calculé selon la formule ci-dessous (**Wolff, 1968**)

% acide oléique =  $282 \times N \times V \times 100 / P \times 1000$  282 : Poids moléculaire de l'acide oléique.

V : Volume en ml de KOH (0,1 N) nécessaire au titrage. N : Normalité de la solution de potasse (0,1 N).

P : Masse (g) de la prise d'essai.

## IV.7 Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est une mesure permettant d'estimer la quantité de peroxydes présents dans une matière grasse. Les peroxydes sont des constituants caractéristiques de l'oxydation des acides gras insaturés, ils sont déterminés en se basant sur leur propriété de libérer l'iode de l'iodure de potassium dans les milieux acides. L'iode libéré est mesuré par la réaction avec le thiosulfate, sachant que 1ml de thiosulfate 0,01 N correspond à une quantité de 80 mg d'oxygène fixé sur les acides gras. (Sahbaz *et al.*, 2014).

### IV.7.1 Principe

Il est basé sur le traitement de l'huile en solution dans de l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), c'est le titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ).

### Préparation des solutions

- Préparation de la solution d'empois d'amidon : on pèse environ 1 g d'amidon et on le dissout dans 100 ml d'eau tiède.
- Préparation de la solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) à 0,01 N : dissoudre 2,48g de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5(\text{H}_2\text{O})$  dans un litre d'eau distillée.

### IV.7.2 Mode opératoire

- Dans un flacon peser exactement 2g d'huile d'olive.
- Ajouter 10 ml du chloroforme et dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant.
- Ajouter 15 ml d'acide acétique, puis 1ml de la solution d'iodure de potassium.
- Boucher aussitôt le flacon, l'agiter durant 1 mn et le laisser 5 mn exactement à l'abri de la lumière et à une température comprise entre 15 et 25°C.
- Ajouter ensuite 75 ml d'eau distillée.
- Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate en agitant vigoureusement en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon.
- Effectuer de la même Façon un essai à blanc.

### Méthode de calcul

$I_p = (p-p_0)/V \times 10$  en milliéquivalents/Kg  $I_p = (p-p_0)/V \times 5$  en milli moles/Kg

$I_p = (p-p_0)/V \times 80$  en microgrammes /Kg

Avec :

1 millimole/kg = 2 milliéquivalents/kg = 16 microgrammes/g.

V<sub>0</sub> : volume (ml) de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0,01 N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc. V : volume (ml) de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0,01 N) nécessaire pour titrer l'échantillon.

P : prise d'essai (g) de l'échantillon.

## IV.8 Extinction spécifique

L'absorbance de la lumière Ultraviolet est liée à la présence de double liaisons dans la molécule étudiée, qu'il s'agisse de double liaisons carbone-carbone ou carbone-oxygène. La spectrophotométrie d'ultraviolet est basée sur le pouvoir que possèdent certaines substances d'absorber de l'énergie lumineuse.

L'échantillon à analyser est mis dans un solvant inerte du point de vue spectrophotométrie.

### IV.8.1 Mode opératoire

L'échantillon à analyser est mis en solution dans du cyclohexane à une concentration de 1%.

Les mesures sont faites dans une cuve en quartz de 1 cm de large avec du cyclohexane comme référence.

L'appareil utilisé spectrophotomètre.

Le balayage a été effectué de 200 à 400 nm le spectre est donné par l'appareil.

## IV.9 Détermination de la couleur (ISO 15305 1 ère édition, 1998)

La couleur d'un aliment, une des propriétés organoleptiques de celui-ci, joue un rôle important dans l'évaluation de sa qualité. La couleur d'un aliment est souvent liée à sa maturité, à la mise en œuvre appropriée ou défectueuse d'un traitement technologique, à une mauvaise condition d'entreposage ou à un début de détérioration. On utilise pour cette détermination un colorimètre électronique « Lovibond ». On verse l'échantillon d'huile à analyser dans une cellule en verre de cinq pouces et 1/4. La valeur de la couleur est lue directement sur « Lovibond ».

Les résultats sont déterminés en unités jaune (**J**) et rouge (**R**).

## Chapitre IV : Analyse et discussion des résultats

## A/ Emballage

L'étude de l'effet de l'emballage plastique sur la qualité d'une huile alimentaire au cours du stockage est très importante et assez difficile.

En effet nous avons utilisé un certain nombre de méthodes permettant d'apprécier l'incidence des facteurs du milieu sur la qualité d'emballage, en examinant, la compatibilité entre contenu-contenant dans ses deux aspects : protection du contenant et inertie du contenu.

## V. Caractérisation de l'emballage plastique vide

### V.1 Description de l'emballage

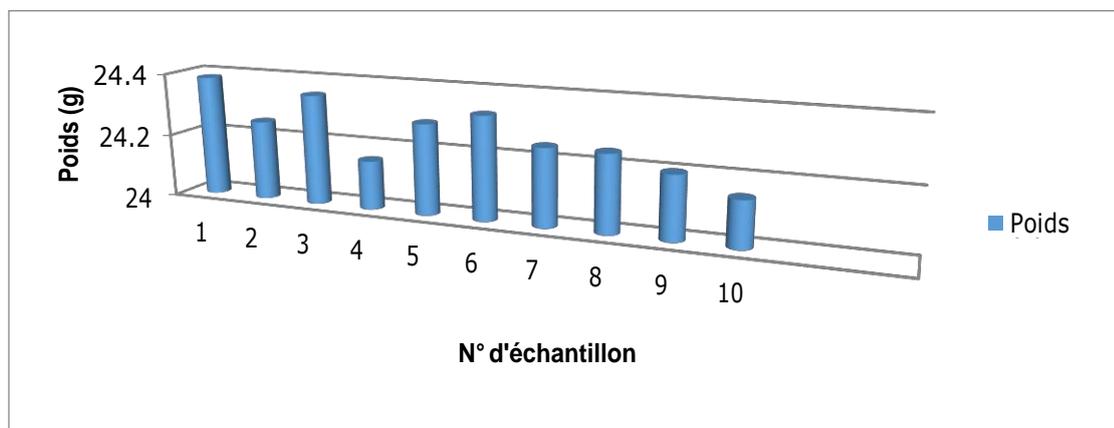
Les bouteilles en PET sont fabriquées par injection soufflage à partir des tubes transparents dits « préformes » (Voir annexe A1). C'est des bouteilles de capacité d'un litre destinées au conditionnement des huiles.

### V.2 La mesure du poids

Les valeurs relevées de la mesure du poids de dix bouteilles prises au hasard de la chaîne de fabrication, sont regroupées dans le tableau V(Figure 05).

**Tableau V** : Valeurs du poids des bouteilles plastiques exprimées en (g).

Bouteilles	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8	B9	B10
Poids (g)	<b>24.38</b>	24.25	24.35	24.15	24.28	24.32	24.24	24.24	24.2	<b>24.14</b>



**Figure 05** : Dispersion du poids des bouteilles plastiques en PET.

Nous constatons que le poids des bouteilles en PET marque des valeurs minimales et maximales, ces valeurs se situent autour de la valeur normalisée avec une moyenne de  $24.25 \pm 0.07$ . Ceci prouve que la production des bouteilles est très homogène.

### V.3 Détermination de taux des matières non volatiles

Le résultat de l'étude de la dispersion du polymère en PET est donné dans le tableau VI

**Tableau VI :** Taux des matières non volatiles de la matière plastique en PET.

Echantillons	M0 (g)	M1(g)	R(%)
1	1.1201	1.1157	99.6071
2	1.0548	1.0511	99.6492
3	0.9828	0.9792	99.6336

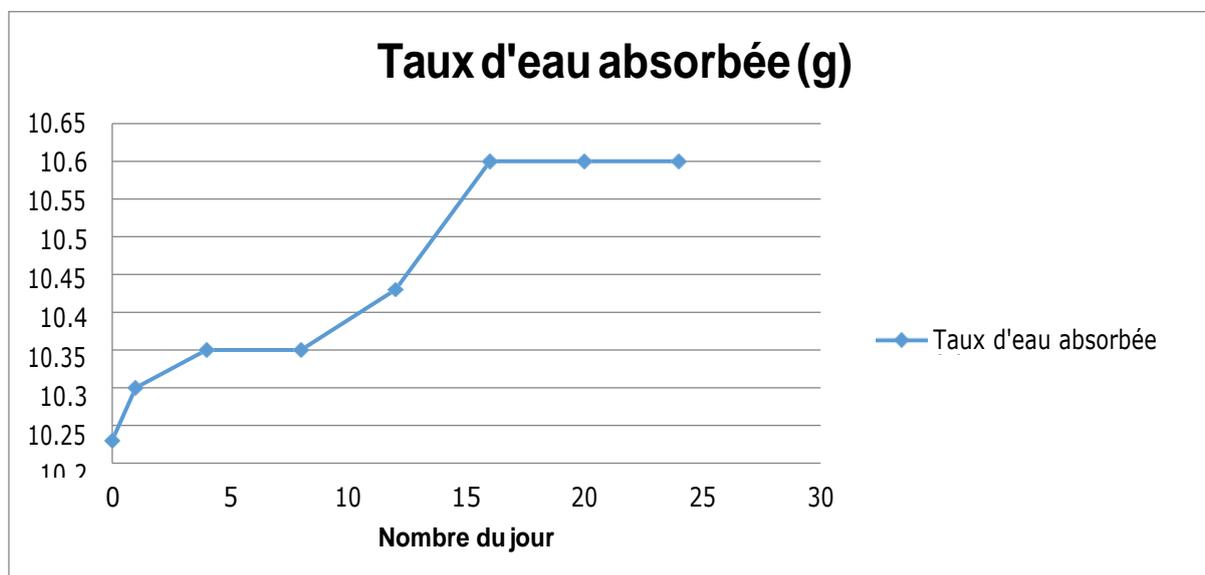
Nous constatons que la teneur en matière non volatile du matériau en essai est en moyenne de  $99.62 \pm 0.02$  %. A ce niveau, nous pouvons déduire le taux de résidu des dispersions du polymère (PET) qui est de 0.4%. Selon la norme internationale (**ISO 1625 : 1998**), nous pouvons conclure que le polymère en essai est constitué de faibles quantités de substances auxiliaires.

### V.4 Détermination de l'absorption d'eau

Une étude d'interaction eau-PET a été réalisée par la détermination du taux d'absorption d'eau après l'immersion de ce polymère dans de l'eau distillée à une température constante d'environ 23 °C. Un suivi de la détermination de ce taux a été maintenu sur une période de 4 jours pour définir le taux de saturation de la matière plastique étudiée. Ces résultats de variation du poids des éprouvettes sont donnés dans le tableau VII

**Tableau .VII** : Résultat du poids des éprouvettes des échantillons à 23 C°.

	Echantillon 01	Echantillon 02	Echantillon 03	M+E
poids avant l'immersion	10,2	10,3	10,2	10,24±0,05
après 04 heures	10,3	10,3	10,3	10,3±0,00
après 04 jours	10,3	10,3	10,4	10,3±0,07
après 08 jours	10,3	10,4	10,4	10,3±0,07
après 12 jours	10,3	10,4	10,6	10,45±0,21
après 16 jours	10,4	10,4	10,8	10,6±0,28
après 20 jours	10,4	10,5	10,8	10,6±0,28
après 24 jours	10,4	10,5	10,8	10,6±0,28

**Figure 06** : La cinétique de l'absorption de l'eau du PET.

La courbe de la figure montre la cinétique de l'absorption de l'eau du PET. La saturation du polymère (PET) est obtenue après 16 jours de contact avec l'eau à la température de 23 °C. Pour mieux comprendre le comportement de la matière plastique en PET en contact avec l'eau nous avons jugé nécessaire d'appliquer la méthode N°2 citée dans la norme internationale (**ISO-62 : 1999**) qui consiste à déterminer le taux d'absorption du polymère en eau à sa température d'ébullition. Les résultats obtenus de la variation en masse sont exprimés dans le tableau 01 (Voir l'annexe A2).

L'équation utilisée pour calculer le pourcentage de variation massique des éprouvettes des différentes bouteilles après l'immersion dans de l'eau bouillante en fonction du temps de séjour de l'échantillon à la température considérée (70°C) est formé selon la norme (**NA 150 : 1999**). Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau **VIII**.

**Tableau V.III:** Pourcentage de variation de masse d'eau absorbé à 70 °C.

éprouvettes	% en masse d'eau Absorbé à 70 °C ± 2 °C							% moyenne
	30 min	60 min	90 min	120 min	150 min	180 min	210min	
1	4,35	6,49	8,64	9,15	10,54	11,01	11,01	7,5
2	2,27	3,21	6,92	7,4	8,23	8,32	8,32	6,38
3	3,35	5,32	7,49	8,04	10,1	10,11	10,11	7,78

D'après les valeurs de variation de taux de masse obtenus dans des conditions de mesure, notamment en fonction de température et de temps, présentent une augmentation de celui-ci, nous pouvons parler alors d'un gain de masse ce qui signifie qu'il y a eu pénétration du milieu simulateur dans chaque enjeu d'éprouvettes du PET.

Nous avons constaté que le taux de variation de masse est plus important après 60 min dans l'eau bouillante qu'à 30 min cela signifie une augmentation après plusieurs fois d'immersion chaque fois pendant 30 min, jusqu'à la stabilité de taux de masse à la 210 min.

La pénétration des molécules d'eau dans le PET dépend fortement du taux de cristallinité du polymère. L'état structural relatif du PET engendre une sensibilité aux molécules d'eau ; gouvernant ainsi le phénomène d'absorption en outre la présence d'eau en contact avec le matériau. Entraîne une dégradation hydrolytique (**Severin et al., 2011**).

L'absorption des molécules d'eau est basée sur l'existence d'une reptation entre les microcavités ou les vides des phases des polymères semi-cristallins créés par le paramètre de la température par le réarrangement de la structure de cette dernière en suite cela provoque le déplacement de molécules piégées dans ces espaces (**Severin et al 2011 ; Bacha et Campa, 2011**).

## V.5 Détermination de la résistance aux agents chimiques

L'objectif de la recherche de substances cédées par le poly éthylène téréphtalate à une solution d'acide acétique N/10 à une température de 100°C pendant une heure. Ces résultats correspondent à une durée de stockage d'un an en moyenne à la température ambiante.

### II.5.1 Action d'acide acétique

L'action de l'acide acétique sur le polymère étudié est traduite à travers la détermination du taux d'impuretés (tableau..) présents après l'évaporation du solvant de contact.

**Tableau IX :** Taux d'impuretés d'acide acétique (solubilité du PET).

Bouteilles	PET dans l'acide acétique pendant un mois		
B1 B2 B3	Poids avant (g)	Poids après évaporation (g)	
	59.7624	59.7802	0.0178
	61.2939	61.3027	0.0088
	59.5237	59.5290	0.0053
B1 B2 B3	PET dans l'acide acétique à l'ébullition pendant 1 heure		
	105.4977	105.5168	0.0191
	103.1346	103.1493	0.0147
	99.3254	99.3810	0.0556

- **Après un mois d'immersion dans l'acide acétique**

D'après les résultats obtenus des taux d'impuretés (solubilité PET) nous constatons que l'immersion des éprouvettes dans l'acide acétique pendant un mois, induit l'élévation du taux d'impuretés résultat de l'interaction du PET après l'évaporation de 50 ml d'acide acétique après le contact pour les trois échantillons; cela est remarqué sur l'évaluation du poids des bouteilles avant et après l'évaporation. Cette différence estimée à  $0.0106 \% \pm 0.0064 \%$  est peut-être due à l'action de l'acide acétique sur le polymère par solubilisation des substances susceptibles de réagir avec l'acide et de migrer ensuite (**Lox et Pascat, 1998**)

Ces substances peuvent être issus aussi de la dégradation du polymère à ces conditions et qui se trouvent emprisonner dans la matrice du polymère.

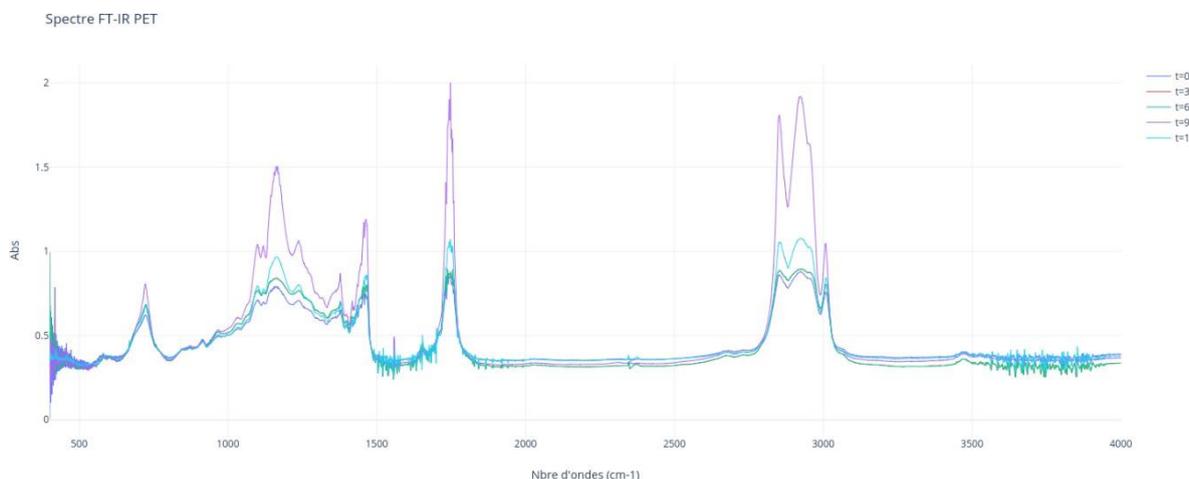
- **Après 1 heure d'immersion dans l'acide acétique**

Les résultats obtenus du taux d'impuretés produits lors de l'ébullition de l'acide acétique et le PET pendant une heure montrent une augmentation remarquable de masse après l'évaporation dans les trois échantillons estimée à raison de  $0.0298 \pm 0.0224 \%$ .

La température est en relation proportionnelle avec la diffusion, le taux de résidu obtenu explique la solubilité du polyéthylène téréphtalate au contact avec de l'acide acétique.

## V.6 Infrarouge a transformé en fourrier

Les spectres obtenus du balayage effectué dans l'infrarouge par l'utilisation de la FT-IR des échantillons de l'huile de soja raffinée ayant un contact de (0,1,3,6,9,12) mois de contact avec un emballage plastique en PET sont présentés dans la figure suivante :



**Figure 07 :** Superposition, des spectres des Cinq échantillons analysés

L'examen des spectres de la figure 07 nous montre que les spectres des quatre huiles analysées se superposent à l'exception de l'huile ayant un contact de 9 mois avec l'emballage plastique à la température ambiante. Cette variabilité s'observe sur les bandes suivantes :

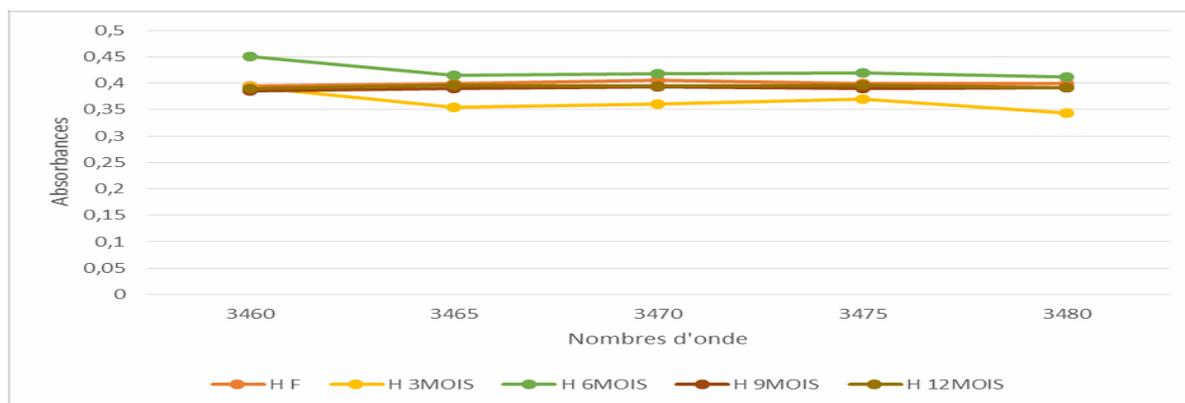
-[1300-1500]  $\text{cm}^{-1}$  qui correspondent aux vibrations de déformation des groupes  $\text{CH}_2$  et  $\text{CH}_3$ .

-[3000-2800]  $\text{cm}^{-1}$  cette partie du spectre est caractéristique des vibrations d'élongation du  $\text{type C-H}$ .

Et enfin, il y a lieu de signaler la présence d'une bande très intense à  $1750 \text{ cm}^{-1}$ , ce qui mène à confirmer que l'huile étudiée est une huile riche en acide gras à longue chaîne et possède plus de double liaisons.

En se basant sur les travaux de **(Guillén et Goicoechea, 2007)** qui suggèrent que la stabilité de l'huile pourra être confirmée à travers l'étude spectrale sur la zone [3460-3480]  $\text{cm}^{-1}$ .

Cependant, les intensités d'absorption de nos huiles à cette zone sont reportées et représentées sur la figure 08.



**Figure 08:** Schéma des spectres obtenus des 5 échantillons de l'huile obtenus dans la région  $[3460-3480] \text{ cm}^{-1}$

L'interprétation de nos résultats obtenus corrobore avec ceux de Guillén et Goicoechea (2007), ce qui nous mène à conclure l'absence d'oxydation dans notre huile.

## B/ Huile

### V.7 Etude de l'évolution de la qualité de l'huile de soja ayant un contact avec un emballage plastique en PET

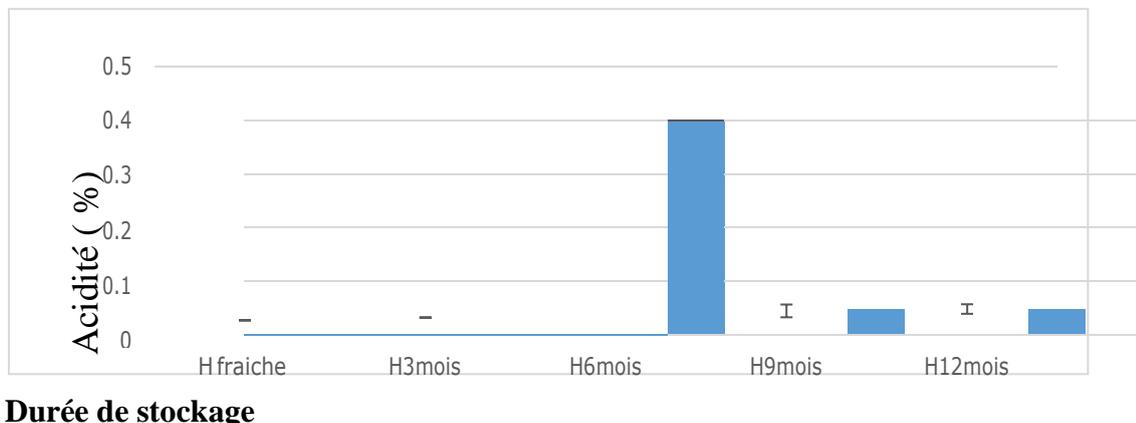
Il est bien connu qu'à la suite d'une certaine période de stockage ou d'un contact avec l'emballage, avec l'air et d'une exposition à la lumière, les corps gras perdent peu à peu leurs caractéristiques.

C'est pourquoi, dans l'objectif de contrôler la qualité de notre huile durant leur contact avec l'emballage plastique, nous avons réalisé une analyse chimique pour la détermination des indices de qualité classiques par des méthodes normalisées, ainsi qu'une analyse spectroscopique pour l'évaluation de leur extinction spécifique après chaque mois de stockage.

## Evolution des caractéristiques de l'huile au cours du stockage

### V.7.1 L'indice d'acide

L'acidité rend compte de l'altération hydrolytique. Les résultats de la détermination de l'indice d'acide de l'huile « soja » au cours de stockage, sont représentés sur la figure 09.

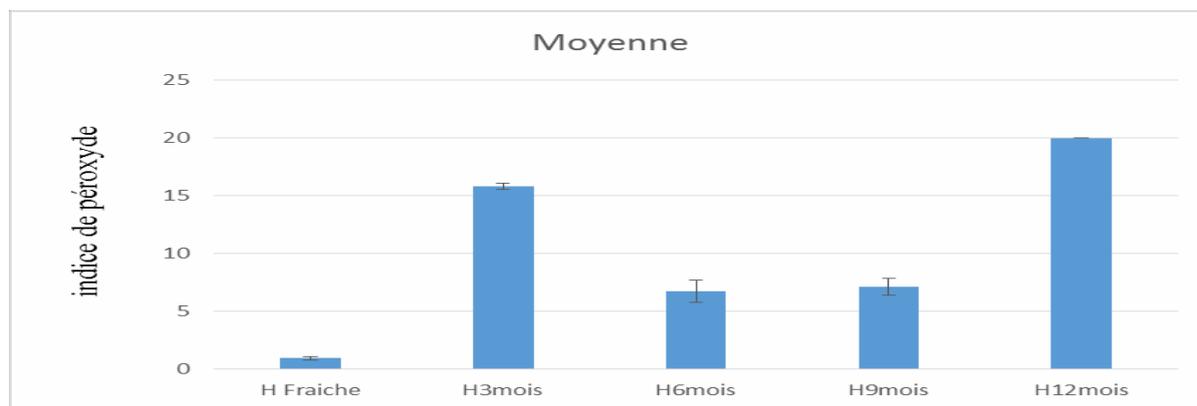


**Figure 09 :** Evolution de l'indice d'acide de l'huile « Soja » au cours de stockage.

Selon, la figure 10 les valeurs trouvées de l'indice d'acide indiquent qu'à la température ambiante, l'huile de soja emballée dans des bouteilles en PET marque une augmentation d'indice d'acide sur une période de six mois de contact sans aboutir à la valeur limite fixée par la norme (ISO 660 :1977) qui est de 0.4 mg/g d'huile et la valeur adoptée par l'entreprise qui est de 0.6%. Cette augmentation de l'acidité peut s'expliquer par le phénomène d'hydrolyse qui conduit à la formation des glycérides partiels (mono et di glycérides) et des acides gras libres. En revanche, la diminution de l'indice d'acide constatée à partir du 9<sup>ème</sup> mois de contact avec l'emballage plastique peut être expliquée par la dégradation de ces acides gras par voie oxydative et que la vitesse de la réaction de dégradation est plus importante que celle de l'hydrolyse (Allen etvHamilton, 1999).

### V.7.2 L'indice de peroxyde

La figure 10 illustre l'évolution de l'indice de peroxyde de l'huile de soja au cours du stockage.



**Figure 10:** Evolution de L'indice de peroxyde de l'huile « Soja » au cours du stockage.

De manière générale, la figure 11 montre une évolution de l'indice de peroxyde en fonction de la durée de stockage, les valeurs enregistrées restent toujours inférieures à la norme fixée par l'entreprise (10 meqO<sub>2</sub>/Kg d'huile).

Dans le cas des échantillons H fraîche, H 6mois, H 9mois, l'évolution de l'indice de peroxyde en fonction du temps de stockage est faible, ceci est dû :

Soit, ils sont aux premiers stades de l'oxydation et que la vitesse de l'oxydation est très faible (H fraîche), car les conditions de la réaction est à la basse température, donc l'énergie d'activation est insuffisante pour déclencher le processus oxydatif, ainsi que la vitesse de dégradation de ces hydro peroxydes est plus importante (diminution de l'indice de peroxyde) (**Pokorny, 2003**).

Ou bien, L'état d'oxydation de l'huile est tellement développé que les hydro peroxydes sont déjà décomposés et transformés en molécules de deuxième génération, veut dire que la vitesse de formation et dégradation des hydro peroxydes est très importante (H6mois, H9mois).puisque l'énergie d'activation du processus d'oxydation est insuffisante (**Allen et Hamilton, 1999**).

Les échantillons H3mois, H12mois, présentent des indices de peroxydes plus importants au cours du temps, sous l'effet de différentes conditions de stockage.

La cinétique de l'indice de peroxyde de l'échantillon H3mois montre bien l'influence de la température élevée (thermo-oxydation).

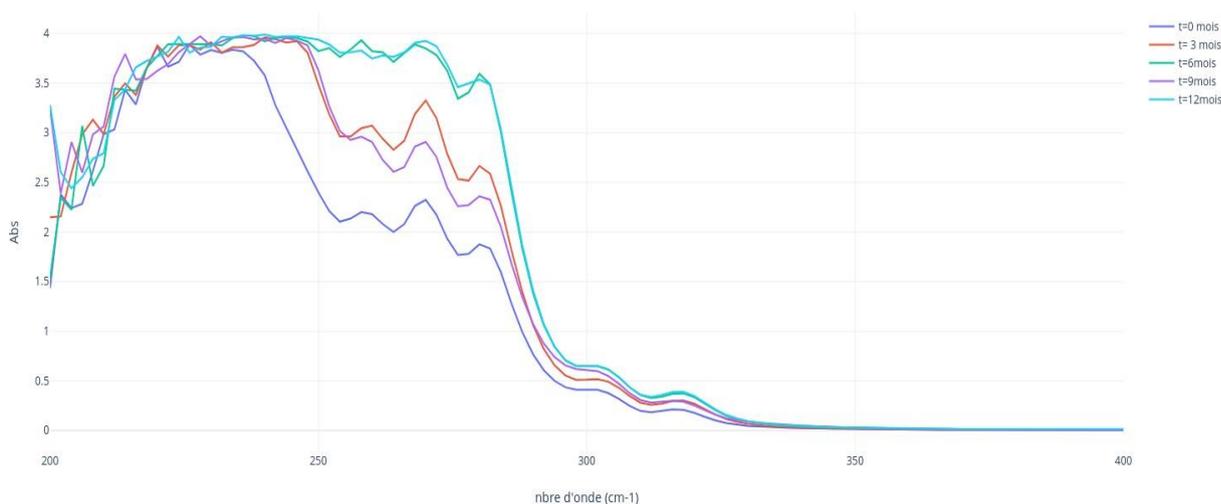
Bien que l'indice de peroxyde soit un critère très utile pour apprécier les premières étapes d'une détermination oxydative, il demeure cependant insuffisant pour avoir une image exacte

de l'oxydation de l'huile car un corps gras peut être rance sans pour cela avoir peroxyde élevé.

Néanmoins, la mesure de l'extinction spécifique au voisinage de 232 nm et 270 nm peut donc nous renseigner d'une façon précise sur l'état d'oxydation de l'huile ; mais ne nous permet pas de mettre en évidence la différence entre les produits d'oxydation, de ce qui reste dans l'huile et celle qui se forme postérieurement durant le stockage (**Wolf, 1994**).

## V.8 Extinction spécifique

L'absorption spécifique à une longueur d'onde  $\lambda=232$  nm des huiles doit se produire durant la phase d'oxydation primaire, elle correspond au réarrangement des doubles liaisons des acides gras polyinsaturés, suite à une fixation d'oxygène sur des doubles liaisons. La configuration de ces diènes conjugués résultants donne un spectre unique avec un maximum à  $\lambda=232$  nm. Si le contenu en peroxyde est élevé, les réactions secondaires suivront un autre chemin en produisant des composés caractérisés par une absorbance dans leur majorité à une longueur d'onde d'ordre  $\lambda=270$  nm. C'est la raison pour laquelle nous avons jugé intéressant d'analyser notre huile stockée et emballée dans des bouteilles plastiques en PET en réalisant un balayage dans l'UV-VIS pour mieux comprendre les variations observées sur les résultats des indices chimiques obtenus (voir figure 11).



**Figure 11** : Superposition des spectres des échantillons analysés.

La superposition des spectres obtenus de l'étude de l'extinction spécifique de l'huile nous montre clairement qu'entre 200 et 240  $\text{cm}^{-1}$  les spectres sont très proches, ceci nous confirme

que l'évolution de l'extinction spécifique à 232 nm d'huile est très lente entre l'huile à l'état fraîche et l'huile de 12 mois de contact avec son emballage, par contre, une divergence des spectres commence à apparaître à partir de 240  $\text{cm}^{-1}$ . A ce niveau, un décalage des spectres se marque dans la bandes d'absorption à [260, 268, 281]  $\text{cm}^{-1}$  qui correspondent aux produits de dégradation des hydroperoxydes : les cétones, les dicétones et les triènes conjugués qui peuvent résulter de la décomposition terminale des peroxydes.

Les résultats de la détermination de l'extinction spécifique confirment que notre huile à 6 mois de contact avec l'emballage plastique et à la température ambiante a montré un accroissement notable des valeurs de E 270  $\text{cm}^{-1}$ .

## V.9 Couleur

L'évolution de la couleur de l'huile « soja » au cours de stockage est présenté sur le tableau, ci-dessous.

**Tableau X :** L'évaluation de la couleur (J/R) de l'huile « Soja » au cours du stockage.

Echantillons	H fraîche	H 3mois	H 6mois	H 9mois	H 12mois
couleur	10/1	19/1.9	15/1.4	15/1.3	13/1.3

L'évolution des couleurs de l'huile « soja » au cours de son stockage à différentes conditions, montre les variations suivantes :

La couleur rouge est généralement stable, elle varie de 1 à 1.9. Cette dernière commence à diminuer à partir du 6 mois de contact de l'huile avec l'emballage plastique en PET et à la température ambiante.

La couleur jaune de l'huile s'accroît jusqu'au trois mois de stockage ainsi la plus grande valeur enregistrée est de 19 unités. A partir de six mois de stockage, la couleur jaune de l'huile marque une baisse d'intensité de 4 à 6 unités.

D'après les travaux de (Barrera-Arellano et al.,1997) qui ont conclu que tout changement de couleur de l'huile signifie un changement de composition, par la formation des polymères issus des réactions de polymérisation des produits d'oxydation, la Co oxydation des pigments (essentiellement le  $\beta$ -carotène) et les vitamines (particulièrement les tocophérols et les tocotriénols) et que ces réactions sont étroitement liées à la variation de température, nous pouvons conclure qu'un changement de la composition de l'huile commence à mois de contact avec l'emballage plastique en PET.

## Conclusion

## Conclusion

L'étude de la comptabilité des matières plastiques avec les denrées alimentaires constitue actuellement une priorité, puisque c'est l'élément de base pour le choix matériau de conditionnement. Les caractéristiques des matières plastiques ont fait d'elles des matériaux intéressent d'un point de vue économique et écologique dans le domaine alimentaire, cela est insuffisant à cause du transfert de masse qui peuvent avoir lieu entre l'aliment et son emballage (migration, sorption, perméation). Les transferts de masse peuvent altérer les caractéristiques organoleptiques de l'aliment ainsi que les propriétés psycho-chimiques de l'emballage.

Dans ce contexte, le présent travail s'est penché sur les différents phénomènes d'interaction contenus /contenant susceptible d'avoir lieu entre l'emballage en polyéthylène téréphtalate (PET) et l'huile de soja fabriquée et commercialisée par le complexe agroalimentaire CEVITAL, les principale conclusions sont portées :

- Les résultats obtenus partir des essais de variation de mase, ont montré que les phénomènes d'interaction existent.
- Un suivi des indices de qualité ( indice d'acide, indice de peroxyde, l'extinction spécifique et la couleur) de l'huile de soja a permis de voir l'influence du contact sur ces derniers et d'avoir une idée sur l'effet de l'emballage durant le stockage des huiles (huile fraiche, huile à 3 mois, huile à 6 mois huile à 9 mois et huile à 12 mois) à des conditions ambiantes.
- L'analyse spectroscopie d'infrarouge de nos échantillons a permis d'avoir des spectres très riche en informations sur la composition des denrées alimentaires et sur la conformation des molécules biologique, même très complexes.

Les résultats de notre étude contenu /contenant s'avèrent être fort satisfaisant aux exigences des organismes normatifs.

Afin d'enrichir cette étude, il serait intéressant de suivre le profil en acides gras de l'huile au cours du stockage et d'étudier leur dégradation possible. Il serait également intéressant de vérifier la conformité de ce type d'emballage par rapport au taux de migration globale.

## Références bibliographiques

## Références bibliographiques

- ACIA .(1996) .** (: Agence Canadienne d'inspection des Aliments (ACIA).(1996).la biologie du glycine max (L) Merr .(soja) Document de biologie Bio 10,p 1\_12.
- Allen J.C. et Hamilton R.J. (1999).**Rancidity in foodsed.Aspenpublishers, Inc.New York, USA.p.-26.ISNB :0-8342-1287-0.
- Bikales .M,(1988).** Oenges ,Encyclopedia of polymer science and Engineering , 2 éme Edition ,vol .12.127.
- BanerA ,Franz R.et pringero O.(1994),** « Alternative methode for the determinationand evaluation of migration potentiel frompolymericfood contact materials »Deutsche Lebensmittel Rundschau,Vol.90,181\_185.
- Boussoum M.O.(2007).**Etude et optimisation d'un procédédeptrempage pour diminuer la migration à partir du polychlorure de vinyle .Thèse de magister en génie de l'environnement ,école national polytechnique ,Alger,n° 105.
- Boukhatan, N. Messaoud, Z. (2008).** « Contrôle de qualité des emballages plastique en polyéthylène téréphtalate », mémoire de fin de de cycle université A.MIRA bejaia pp 29\_30.
- Bacha C. et Campa,.( 2011).** « Evolution de la migration dans les constituants de l'emballage en polyéthylène téréphtalate ver l'eau des facteurs influençant et du potentiel toxique des migras « thèse de doctorat .Institut national polytechniques alimentaires »édition afssa pp43
- Barrera-Arellano D., Marquez-Ruiz G. et Dobarganes M. O. 1997.**A simple procedure to evaluate the performance of fats and oil satfrying temperatures. Grasses y Aceites vol.48,n° 4,p.
- Cossut J et al. (2002)** les corps gras .entre tradition et modernité ,Institut agro \_alimentaire de Lille ,,p\_9\_29.
- Companelli,J.R .,kamel .,M.R.,Cooper,D.G.1993 , « kineticstudy of the hydrolytyiedgradation of polyetheneteréptalateat hight tempperature »*journal of Applied polymer science.*,48,3,p,443-451.
- Champs F.DE. (1999).**plastique au contact de l'eau, des aliments et pour la santé.technique de l'ingénieur,Am3840,pp1-4.

**Debruyne I.** (2001).soja : transformation et aspect industriels techniques de l'ingénieur, F6030 :1.12.

**Fernandez MR, J.CMerino JM.Pastor.**(1987).,polymEng.sci ., 40,95 (2000). SA Jabarin, J ,Appl.Polym.Sci, 34,85.

**Feldman D.**, (2002). Polymer barrier films. Journal of polymers and the environment, 2(2), pp 49-55.

**Feigenbauma A.,Metois P .,Hamdani M.,SchollerD.,Vergnaud J., CottierS.,Riquet A.M.**(1997). « Uses of the model pf infinite packaging in the area of migration : applications to QM\_SLM Relationship and to functionalbarrière »,packagingtechnology and science.

**Guillén MD.et Goicoechea E** ( 2007) direction of primary and secondry products by fourier transform infrared spectroscopie ( FT IR) and H nuclear magnitic resonance ( NMR) in sunflower oil during storage. J.agric .food Chem.55.10729-10736.

**Havaneissian ,M.,etal.**(2006).Contribution de la chimie analytique à l'étude des exsudats végétaux styrax, et benjoin. Compte rendus chimie, 9(9) :p.1192\_1202.

**Jaulmes P.,** (1976). Essais des matières plastiques utilisées pour l'emballage du vin. Rev. Ext. Trav. Soc. De pharmacie de Montpellier, T.32, Fasc.4, 8p.

**Mogharbel.A,**(2007). Etude des phénomènes de transfert aux interfaces emballage - aliment ; modification des propriétés de surface par traitement plasma, Thèse de doctorat en chine, Université de Reims Champagne –Ardenne, Reims, n°183.

**Pennurun,p-y.**(2001).Migration à partir des bouteilles en PET recyclé .Elaboration et validation d'un modèle applicable aux barrièresFonctionnelles,Thèse de doctorat en chimie,université de Reims,185p.

**Pokorny J. (2003)**,problèmes de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides.

**Rule .M.**(1987). Polymer Handbook.

**Reyne.M.**(1991). les plastiques dans l'emballage :polymères,technologie de mise en forme, recycleg.paris France :Eds Reims,185p.

**Riquet A.M.**(1998). Emballage alimentaire et sécurité du consommateur, INRA.

**RIZZO V.,TORRI, LICCIARDELLO F., PIER GIOVANNI L., MURATORE G** .,(2014) « Quality change of extra virgen olive oil packaged in colured polytethylene

terephthalate bottles stored under different lighting conditions ». *packaging technology and science*, 27,437-448.

**Sahbaz,A.,** Ersan, and S.Aydin .(2014). Effet of Nigellesativaöl on postop  
,40(2) :p.532\_537.

**Siddaramalah, P.Mllu .**(1998). Sorption and diffusion of Aledhydes and KetonesThrough Castor Oil-BasedInterpenetratingPolymers Networks of PU-PS.Journal of Appliedpolymerscience ,Vol 67,pp,2047-2055

**Servina I,A\_M.Riquet ,M.C Chagona.**(2011). Evaluation et Gestion des Risques \_matériaux d'emballage à contact alimentaire, Cahier de nutrition et diététique,46,pp59\_66.

**Verdu, J,** (1990). « Traité des matières plastiques : Vieillessement Chimique ».Techniques de l'ingénieurA3150.

Migration à partir de bouteilles en PET recyclé. Elaboration et validation d'un modèle applicable aux barrières fonctionnelles.

**Vandegans, J,** Mersabiec,A,Moenin,G.(1997). « Spectroscopie Infrarouge a Transformé de Fourier »technique de l'ingénieur PE28825 pp1\_42.

**Writ.** (2007).le soja est-il une alternative idéal à la viande et ou lait de vache .Rubrique blog 1\_2.

**Wolf J.P.,** (1968). Analyse quantitative des corps gras. Ed. Lavoisier, Paris, 438p.

**Zaki.O. (2008).**contribution à l'étude et à la modélisation de l'influence des phénomènes de transferts de masse sur le comportement mécanique de flacons en polypropyléne ,thèse de doctorat en génie de procédés université de paris \_Est ,paris , n °185.

**Office de la publication** officielles de la communauté européenne, CONSLEG : 1982L0711\_01/09/1997,11p.

**NORME INTERNATIONALE ISO 1625, 1998,** « Détermination de la matière non volatile des corps gras ».

**NORME INTERNATIONALE ISO 15305 1ere édition 1998,** « Détermination de la couleur des corps gras ».

**NORME ALGERIENNE 150/1999** « la cinétique de l'absorption d'eau du PET ».

**NORME INTERNATIONALE ISO 660,1977** « Evolution de l'indice d'acide de l'huile de soja ».

# Annexes

## **Annexe 01**

### **I.1 Présentation de l'organisme d'accueil :**

Le complexe CEVITAL a été créé par des fonds privés en 1998 avec une raison sociale « société par action "s.p.a" d'un capital total de 970, 000, 000,00 DA. Lancé en Mai 1998, le complexe CEVITAL a débuté son action par la mise en bouteille et conditionnement le 12 décembre 1998. En février 1999, les travaux de génie civil de la raffinerie d'huile ont débuté. Le complexe CEVITAL s.p.a est implanté dans l'enceinte portuaire de Bejaia et s'étend sur une superficie de 45000 m<sup>2</sup>. CEVITAL vise à s'imposer dans le marché national, en offrant une large gamme de produits de qualité. Le complexe CEVITAL agroalimentaire est composé de plusieurs unités de production :

- Raffinerie d'huile capacité 5710 tonnes/an, soit 140 % des besoins du marché national
- Raffinerie de sucre : 600.000 tonnes/an, soit 60 % des besoins du marché national extension à 1.600.000 tonnes/an en 2007
- Margarinerie: 180.000 tonnes/an soit 120 % des besoins du marché national
- Fabrication d'emballage plastique en P.E.T et conditionnement des huiles
- Station d'épuration des eaux
- Station de traitement des pâtes de neutralisation
- Raffinerie de sucre liquide
- Silos portuaire: 182.000 tonnes de capacité.

L'approvisionnement en huiles brutes utilisées dans la fabrication des différents produits se fait par des bateaux de gros tonnage avec des quantités de 3000T, 6000T et 9000T de certains pays tels que la Malaisie, l'Indonésie, l'Ukraine, Argentine, la Chine et USA. Les huiles brutes sont stockées dans des bacs de 47000 tonnes de capacité.

La raffinerie d'huile du complexe CEVITAL est entièrement automatique, c'est l'une des plus modernes au monde. En outre, CEVITAL est doté d'une chaîne de raffinage physique et enzymatique.

Le contrôle de qualité se fait de l'arrivée de la matière première (huile brute) jusqu'à la commercialisation du produit fini. Pour cela, le complexe CEVITAL est doté de quatre laboratoires dont :

- Deux laboratoires pour les huiles.
- Un laboratoire pour la margarine.
- Un laboratoire pour le sucre.

Le complexe CEVITAL depuis sa création à lancer jusqu'à ce jour plusieurs produits :

- Fleurial : 100% végétal-100% tournesol
- Oléol : 100% tournesol
- Soya : 100% soja
- Canola : 100% colza
- Elio : Mélange de soja et tournesol
- Elio 2 : Mélange d'huile
- Elio 3 : 55% tournesol, 40% soja et 5% olive
- Olivia : 100% huile d'olive
- Fridor : 100% tournesol
- Fleurial plus : 100% tournesol enrichi en vitamines A et D
- Margarine la Parisienne : 100% végétale à base d'huile hydrogénée et d'huile végétale raffinée
- Rania : Margarine 100% végétale, présentée en plaquette de 250g et en barquettes hermétiques de 400g
- Matina : Mélange de margarine et de beurre
- Graisse végétale : Pour les exigences des professionnels et industriels
- Medina : Smen 100% huile végétale

Ci-dessous l'organigramme du complexe CEVITAL

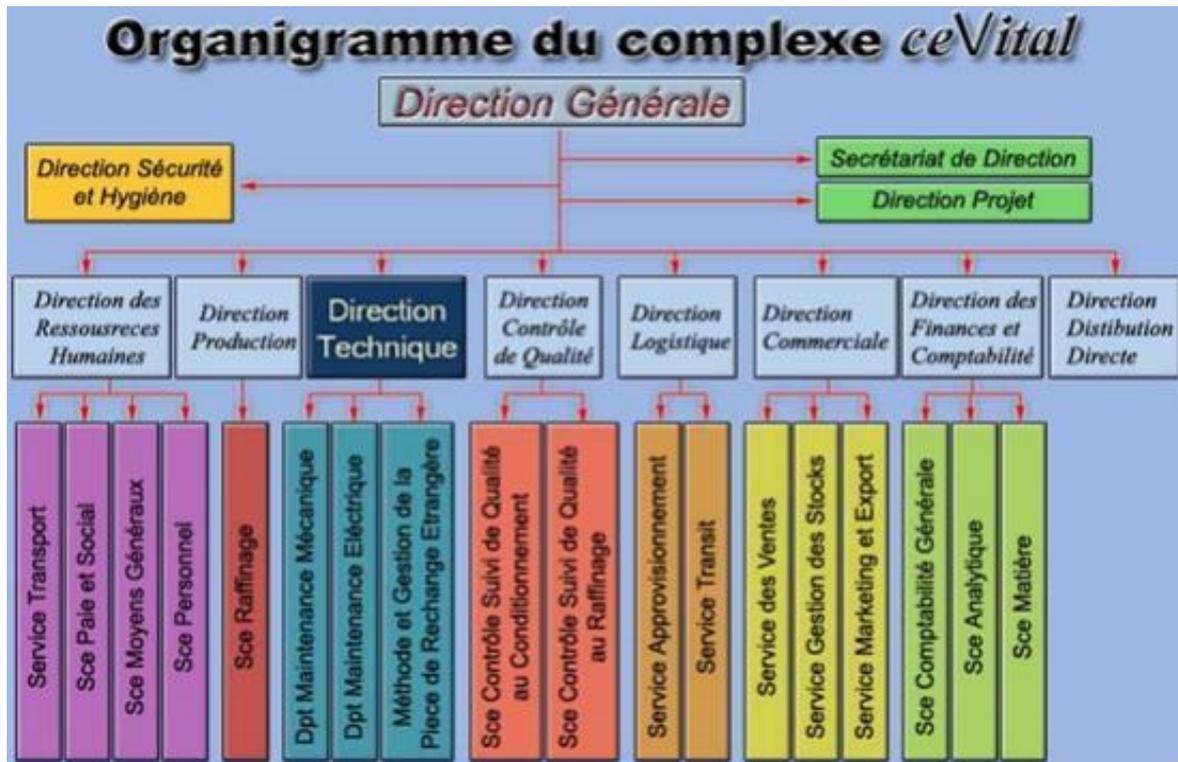


Figure 11 : Organigramme du complexe CEVITAL spa

## Annexe 02

**Tableau 01** : Résultats des poids des éprouvettes des échantillons à  $70\text{C} \pm 2\text{C}^\circ$

PET	Poids avant l'immersion (Mg)	Poids après L'immersion à $70\text{C} \pm 2\text{C}^\circ$						
		30 min	60 min	90 min	120 min	150 min	180 min	210 min
1 ère partie (Tête)	142,02	148.26	151.24	154.24	155.2	157.66	157.66	157.66
2 -ème partie (Milieu)	118,26	122.06	126.49	127.02	128.0	128.10	128.10	128.11
3 -ème partie (Base)	131.8	136.03	139.67	140.69	144.15	145.95	145.95	145.95
Moyenne générale (Mg)	130.69	135.08	137.65	140.49	142.12	143.91	143.91	143.91

## Annexe 03



COMPLEXE AGROALIMENTAIRE DE BEJAIA,  
DIRECTION RECHERCHE & DEVELOPPEMENT  
Nouveau Quai Port de Béjaia, Béjaia 06000 - Algérie. Tél : + 213 (0)34 20 20 00 Fax : +213 (0)34 22 07 22

### FICHE TECHNIQUE HUILE DE SOJA RAFFINEE

#### 1- Caractéristiques physicochimiques

Analyses	Unité	Norme	Méthode d'essai
Indice d'Acidité	mg KOH/g MG	0.6 Max	ISO 660 Troisième édition 2009-06-15
Indice de peroxydes	Méq gO <sub>2</sub> /kg huile	10 Max	ISO 3960 Quatrième édition 2007-07-15
Matières volatiles à 105°C	%	0.2 Max	ISO 662 Deuxième édition 1998-09-15
Impuretés insolubles	%	0.05 Max	ISO 663 Quatrième édition 2007-03-01
Oléate de sodium	%	0.005 Max	A.O.C.S. Recommended Practice Cc 17-95 Changed 1995
Indice de réfraction à 25°C	-	1.472 – 1.475	ISO 6320 Quatrième édition 2000-03-15
Densité apparente à 20°C	g/ml	0.912 – 0.925	ISO 6883 Quatrième édition 2007-05-01
Couleur (Iovibond) 5p&1/4		J : 16 R : 1.6	ISO 15305 Première édition 1998-09-15
Fer (Fe)	mg/kg	1.5 Max	A.O.C.S. method off Ca 18b-91 (03)
Cuivre (Cu)	Mg/Kg	0.1 Max	A.O.C.S. method off Ca 18b-91 (03)

#### Composition en acides gras (%): Méthode d'essai (AOAC 17 Ed: 969.33)

Acides Gras	C12 :0	C14 :0	C16 :0	C16 :1	C18 :0	C18 :1	C18 :2	C18 :3	C20 :0	C20 :1	C22 :0	C22 :1	C24 :0
(%)	ND-0.006	ND-0.004	10 – 23	ND	4 - 5	23-33	34 -54.0	4 - 8	0.06-0.12	ND	ND	ND-0.1	ND



## 2- Caractéristiques relatives aux contaminants

Contaminants	Unités	Normes	
Arsenic	mg/kg	0.1 Max	
Plomb	mg/kg	0.1 Max	
Solvant Organique (Hexane)	mg/kg	1 Max	
Dioxines & PCB	Somme des dioxines	Pg/g de graisse	0.75 Max
	Somme des dioxines et PCB de type dioxine	Pg/g de graisse	1.25 Max
	Somme des PCB 28, PCB 52, PCB 101, PCB 138, PCB 153 et PCB 180	Ng/g de graisse	40 Max

## 3- Information sur les Allergènes

Liste des allergènes	Produit	Usine	Observation
Lait et produits à base de lait (y compris le lactose)	abs	abs	
Fruits et coque	abs	abs	
Œufs et produits à base d'œufs	abs	abs	
Soja et produits à base de soja	abs	abs	Le soja entièrement raffiné n'est pas un allergène selon la directive 2007/68/CE
Moutarde et produits à base de moutarde	abs	abs	
Crustacés et produits à base de crustacés	abs	abs	
Poissons et produits à base de poissons	abs	abs	
Céleri et produits à base de céleri	abs	abs	
Graines de sésame et produits à base de graines de sésame	abs	abs	
Arachides et produits à base d'arachides	abs	abs	
Céréales contenant du gluten	abs	abs	
Anhydrides sulfureux et sulfites	abs	abs	
Lupin et produits à base de lupin	abs	abs	
Mollusques et produits à base de mollusques	abs	abs	

Directeur recherche et développement



## Résumé

Notre étude effectuée au niveau du complexe agroalimentaire Cevital de Bejaia a pour but d'étudier l'interaction entre un emballage (contenant) et le produit emballé (contenu).

Le polyéthylène (PET) est utilisé pour le conditionnement des différents aliments en particulier les huiles végétales. L'évaluation de l'inertie de ce matériau plastique en contact des denrées alimentaires est régie par des normes internationales telles que, le règlement européen N°10/2011 qui permet d'assurer la sécurité sanitaire de matériaux en contact d'aliment.

L'objectif de ce travail de recherche est de discerner les phénomènes d'interaction étudiés en se basant sur la variation de masse des éprouvettes en PET, la variation des indices de qualité de l'huile végétale soja « Elio » action chimique de l'acide acétique et la détermination de taux de matières volatiles ainsi que le test d'absorption du polymère, l'infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) et la couleur des résultats d'analyses obtenus au cours du stockage de l'huile de soja « Elio » raffinée est conforme aux normes adaptées par l'entreprise.

**Mots-clés :** Huile, Soja, Emballage, PET, Interactions contenu / contenant, Normes Internationales.

## Abstract

Our study, conducted within Cevitalagro-food complex, aims to study the interaction between a package (container) and the packaged product (content). Polyethylene (PET) is used for packaging different foods, especially vegetable oils.

The assessment of the inertia of this plastic material in contact with foodstuffs is governed by international standards such as the N°10/2011 European Regulation, which ensure food safety.

The determination of the studied interaction phenomena was based on the PET mass variations, the variation of the soy vegetable oil quality indices, the chemical action of the acetic acid and the determination of the non-volatile material, as well as the polymer absorption test. The results of the Fourier transform infrared (FTIR) analysis and the results of the color analysis obtained during the storage of the oil are in accordance with the company-adapted standards.

**Key-words:** oil, soy, packaging, PET, container-content, interactions, international standards.