

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. MIRA – Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Sciences Alimentaires
Filière : Sciences Alimentaires
Spécialité : Conservation des aliments et emballage



جامعة بجاية
Tasdawit n Bgayet
Université de Béjaïa



Réf:.....

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

MASTER

Thème

**Etude des propriétés d'un
Emballage (contenant) - Produit alimentaire (contenu)**

Présenté par :

LAHLAH SELMA & SLIMANI SAFA

Soutenu le : **01/07/2025**

Devant le jury composé de :

Mme. BENMERAD CHADIA

MCA

Présidente

Mme. SIDANE DJAHIDA

MCB

Promotrice

Mme. BRAHMI NABILA

MCA

Examinatrice

Année universitaire : 2024 / 2025



Remerciements

Au nom d'**Allah**, le plus grand des mercis lui revient de nous avoir accordé le courage, la patience et la volonté nécessaires pour mener à bien ce travail, sans sa guidance et ses bénédictions, la réalisation de ce projet n'aurait pas été possible.

Au terme de la réalisation de ce travail, on tient à exprimer notre profonde gratitude à notre promotrice Madame **SIDANE DJAHIDA** pour son encadrement qui nous a permis de mener à terme ce projet de mémoire.

Nous voudrions exprimer nos sincères remerciements à Madame **BENMERAD CHADIA** et Madame **BRAHMI NABILA**, d'avoir accepté d'être parmi le jury de notre soutenance et d'examiner notre travail.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à monsieur **BOUCHETA ABDELMALEK**, notre encadrant à l'entreprise « **CEVITAL** » ainsi qu'à monsieur **MORAD** et monsieur **ACHOUR**, pour leur accompagnement professionnel et leur confiance durant notre stage.

Nous tenons aussi à remercier monsieur **FERHAT ABDERRAHIM** de l'entreprise « **MERIPLAST** » pour son aide précieuse.

Nous tenons également à remercier vivement les ingénieurs du laboratoire Physico-Chimie des Aliments (PCA) du Département des Sciences Alimentaires, les ingénieurs des laboratoires d'Analyse Infrarouge du Département de Génie des Procédés et du laboratoire d'Analyse UV-Visible du Plateau Technique d'Analyses Physico-Chimiques pour leurs aides dans la réalisation des manipulations et des analyses.



Dédicace

Ce que **Dieu** veut pour toi est toujours meilleur que ce que toi tu veux pour toi-même.

Louange à **Dieu**, le tout-puissant, pour sa miséricorde, sa sagesse et son soutien constant tout au long
de mon parcours.

Je dédie ce travail, avant tout, à mes parents, les piliers de mon existence.

A **mon Père**, source de force et de sagesse exemple de droiture et de force silencieuse, dont le soutien moral et les sacrifices m'ont donné la stabilité nécessaire pour avancer sereinement.

A **ma Mère**, mon pilier, mon refuge, ma source inépuisable d'amour et de tendresse, dont les prières, les encouragements et la foi en moi ont été ma plus grande force.

Rien de tout cela n'aurait été possible sans eux.

A mes sœurs **NOURA, AMEL, NAOUAL**, et à mes frères **LEOUNAS, KARIM** et **MOHOU**, pour leur soutien, leur tendresse et leur présence essentielle dans ma vie.

A mes amies précieuses : **NADJET, AKILA, ASIA, HAKIMA, TIRIZA, MARBOUHA, RANIA, DJIDA, MELLESA** et **LEOUNAS**, merci pour vos encouragements, votre bienveillance et votre amitié fidèle.

A mes chères copines **TINHINAN** et **MINA**, pour leur écoute, leur complicité et leur présence constante.

Enfin, à toute **la promotion de Master II CAE**, avec qui j'ai partagé cette aventure universitaire faite d'efforts, de défis, d'apprentissage et d'amitié.

SELMA



Dédicace

En premier lieu je remercie le **Bon Dieu** le tout puissant qui m'a guidé et qui m'a donné le courage, la santé, la volonté et la patience pour réaliser ce modeste travail.

Je dédie ce travail :

A **mon Père**, mon premier héros, dont le silence éloquent m'a appris la persévérance et la force.

Merci pour vos sacrifices discrets et votre amour inconditionnel.

A **ma Mère**, mon cœur et ma lumière, dont les prières et les encouragements ont guidé chacun de mes pas, vous êtes ma source d'inspiration éternelle.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude et mes vifs remerciements à ma famille surtout mes frères **ADEM** et **FAHEM** et mes sœurs **ASMA** et **CHAHINEZ** pour leurs sacrifices pour que je puisse terminer mes études.

A mon fiancé **HOUSSEM**, mon roc et mon futur, merci pour votre patience, votre amour et vos mots qui m'ont redonné courage à chaque instant.

Enfin, à **tous mes enseignants**, de l'école primaire jusqu'à l'université, merci d'avoir éveillé ma curiosité, nourri mon esprit et cru en mon potentiel. Vous avez façonné la personne que je suis aujourd'hui.

SAFA

Sommaire

Liste des abreviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction 01

CHAPITRE I : Généralités sur les emballages alimentaires

I.1. Emballage alimentaire..... 02

I.1.1. Définition..... 02

I.1.2. Types d'emballages alimentaire..... 02

I.1.3. Transfert de matière dans les systèmes emballage-aliment 03

I.1.4. Matériaux utilisés pour l'emballage des huiles comestibles..... 04

I.1.5. Emballages plastiques..... 05

I.1.6. Synthèse du polyéthylène téréphtalate (PET)..... 06

I.2. Huiles végétales comestible-huile de tournesol..... 07

I.2.1. Généralités 07

I.2.2. Composition de l'huile de tournesol..... 07

I.2.3. Procédé de raffinage..... 08

I.3. Propriétés de PET (contenant) et de l'huile de tournesol (contenu)..... 10

I.3.1. Principales propriétés du PET..... 10

I.3.2. Caractéristiques de l'huile de tournesol..... 12

I.4. Interaction entre le contenant (PET) et le contenu huile de tournesol..... 14

I.4.1. Types d'interaction contenu contenant..... 14

I.4.2. Conséquences des interactions 16

Chapitre II : Organisme de déroulement du stage

II.1 Présentation de l'organisme d'accueil : « CEVITAL »..... 17

II.2. Unité de production et laboratoires d'analyses..... 18

II.2.1. Production de l'huile..... 18

II.2.2. Laboratoire de raffinage de l'huile..... 19

II.3. Unité de conditionnement..... 20

Chapitre III : Matériel et méthodes

III.1. Test d'immersion.....	21
III.1.1. Produits utilisés.....	21
III.1.2. Méthode d'immersion des éprouvettes en PET dans l'huile.....	24
III.2. Caractérisation physico-chimique des éprouvettes en PET et de l'huile.....	25
III.2.1. Mesure du taux de variation de masse.....	25
III.2.2. Test de rétraction.....	25
III.2.3. Mesure de l'indice d peroxyde.....	26
III.2.4. Mesure de l'indice d'acide.....	27
III.2.5. Mesure de la viscosité.....	28
III.3. Techniques d'analyse.....	29
III.3.1. Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	29
III.3.2. Analyse par spectroscopie Ultraviolet-Visible (UV-Vis).....	29

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1. Etude de la variation des propriétés physico-chimiques du système PET–Huile.....	30
IV.1.1. Taux de variation de la masse (TV) des éprouvettes en PET.....	30
IV.1.2. Indice de peroxyde de l'huile au contact des éprouvettes en PET.....	33
IV.1.3. Indice d'acide de l'huile au contact des éprouvettes en PET.....	34
IV.1.5. Viscosité de l'huile au contact des éprouvettes en PET.....	35
IV.1.6. Taux de rétraction.....	36
IV.2. Etude de l'interaction PET–Huile par spectroscopie IR et UV-Visible.....	37
IV.2.1. Spectres Infrarouge.....	37
IV.2.2. Spectres UV-Visible.....	44
Conclusion	47

Références bibliographiques**Annexes**

Liste des abréviations

ATP	Acide téréphtalique
AFNOR	Association Française De Normalisation
BHET	Bis-2-(hydroxyéthyle) téréphtalate
Bq	Becquerel, unité de radioactivité
CNE	Centre National de l'Emballage
CTAC	Centre Technique des Agro-industries
cSt	Centistokes
COV	Composés Organiques Volatils
CODEX	Code alimentaire
DMT	Téréphtalate de diméthyle
EG	Ethylène glycol
FTIR	Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
IP	Mesure de couleur basée sur une référence développée par Lovibond
IP	Indice de peroxyde
IS	Indice de saponification
II	Indice d'iode
IA	Indice d'acide
IR	radiation infrarouge
ISO	Organisation Internationale de Normalisation
JOCE	Journal officiel des communautés Européennes
Meq	Milléquivalent
mPa.s	Millipascal-seconde
Max	Maximum
MCPD	3-monochloropropanediol
ND	Non déterminé
ng	Nanogramme
PEHD	Polyéthylène Haute Densité
PEBD	Polyéthylène Basse densité
PP	Polypropylène
PS	Polystyrène
PVC	Polychlorure de vinyle
PC	Polycarbonate
PCB	Polychlorobiphényles
pg	Picogramme
ppm	Parties par million
SI	Système International d'unités
TV	Taux de variation de masse
UV-Vis	Analyse par spectroscopie Ultraviolet-Visible
u.a	Unité arbitraire
µg	Microgramme
Wijs	Réactif composé d'iode monoculture et d'acide acétique glacial

Liste des tableaux

Tableau I	Matières plastiques utilisées dans les emballages.....	05
Tableau II	Composition en acides gras, vitamine E, tocophérols et phytostérols de l'huile de tournesol.....	08
Tableau III	Propriétés générales du PET amorphe et du PET semi-cristallin...	10
Tableau IV	Avantages et inconvénients du PET liés à ses propriétés.....	11
Tableau V	Quelques caractéristiques physico-chimiques de l'huile de tournesol.....	13
Tableau VI	Composition et caractéristiques physico-chimiques de l'emballage en PET.....	21
Tableau VII	Caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques de l'huile de tournesol.....	22
Tableau VIII	Caractéristiques relatives aux contaminants.....	23
Tableau IX	Résidus de pesticides.....	23
Tableau X	Poids de la prise d'essai.....	28
Tableau XI	Résultats de la mesure de viscosité.....	35
Tableau XII	Résultats du test de rétraction.....	36
Tableau XIII	Groupes fonctionnels caractéristiques de la structure générale du PET.....	37

Liste des figures

Figure 1	Classification d’emballage alimentaire.....	02
Figure 2	Transferts de matière dans le système emballage–aliment	03
Figure 3	Schéma réactionnel de synthèse du PET	06
Figure 4	Etapes de raffinage d’une huile végétale brute.....	09
Figure 5	Interactions entre l’emballage, son contenu et le milieu extérieur.....	14
Figure 6	Organigramme général du complexe « CEVITAL ».	17
Figure 7	Organigramme des lignes A et B.....	18
Figure 8	Organigramme de la ligne C.....	19
Figure 9	Organigramme du la direction du conditionnement d’huile.....	20
Figure 10	Photo d’une bouteille en PET d’huile de tournesol comestible fournie par CEVITAL.....	21
Figure 11	Evolution de la masse des éprouvettes en PET en fonction du temps d’immersion dans l’huile à 20°C.....	30
Figure 12	Evolution de la masse des éprouvettes en PET en fonction du temps d’immersion dans l’huile à 40°C.....	31
Figure 13	Evolution de la masse des éprouvettes en PET en fonction du temps d’immersion dans l’huile à 40°C avec agitation.....	31
Figure 14	Comparaison des taux de variations des masses des éprouvettes en PET en fonction de la température et de l’agitation.	32
Figure 15	Comparaison des indices de peroxyde des éprouvettes en PET en fonction de la température et de l’agitation.....	33
Figure 16	Comparaison des indices d’acide des éprouvettes en PET en fonction de la température et de l’agitation.....	34
Figure 17	Spectre IR de l’éprouvette en PET	38
Figure 18	Spectres IR des éprouvettes en PET immergées dans l’huile à 20°C pour des temps d’immersion allant de 0 à 11 jours.	39
Figure 19	Spectres IR des éprouvettes en PET immergées dans l’huile à 40°C pour des temps d’immersion allant de 0 à 11 jours.	40
Figure 20	Spectres IR des éprouvettes en PET immergées dans l’huile à 40°C avec agitation pour des temps d’immersion allant de 0 à 11 jours.....	40
Figure 21	Spectres IR des éprouvettes en PET immergées dans l’huile à 20°C, 40°C et 40°C avec agitation pendant 1 jour.....	41

Figure 22	Spectres IR des éprouvettes en PET immergées dans l'huile à 20°C, 40°C et 40°C avec agitation pendant 3 jours.....	42
Figure 23	Spectres IR des éprouvettes en PET immergées dans l'huile à 20°C, 40°C et 40°C avec agitation pendant 7 jours.....	42
Figure 24	Spectres IR des éprouvettes en PET immergées dans l'huile à 20°C, 40°C et 40°C avec agitation pendant 11 jours.....	43
Figure 25	Spectres UV de l'huile de tournesol à 20°C et 40°C.....	44
Figure 26	Spectres UV de l'huile de tournesol après contact avec le PET à 20°C.....	45
Figure 27	Spectres UV de l'huile de tournesol après contact avec le PET à 40°C.....	45
Figure 28	Spectres UV de l'huile de tournesol après contact avec le PET à la température de 40°C sous agitation.....	46

Introduction

Les emballages alimentaires jouent un rôle essentiel dans la protection, la conservation et la commercialisation des produits alimentaires. Conçus pour préserver la qualité et la sécurité des denrées, ils constituent une barrière contre les facteurs externes tels que l'oxygène, l'humidité, la lumière et les contaminants microbiologiques. Les plastiques, et notamment le polyéthylène téréphtalate (PET), occupent une place prépondérante en raison de leurs propriétés mécaniques, leur légèreté et leur coût compétitif (**Roberston, 2005**). Cependant, l'interaction entre l'emballage et le produit alimentaire peut entraîner des modifications des propriétés des deux composantes, particulièrement sous l'effet de conditions sévères telles que la température, l'humidité, les contraintes mécaniques, le pH du milieu, etc. Ces facteurs peuvent affecter (**Arvanitoyannis et Bosnea, 2004**) :

- L'intégrité de l'emballage : dégradation, fragilisation, déformation, modifications structurales, etc.
- La qualité de l'aliment : altération des propriétés organoleptiques, nutritionnelles et de stabilité.

Dans ce contexte, il devient crucial d'étudier le comportement des matériaux d'emballage en conditions réelles ou accélérées, afin d'optimiser leur performance et d'assurer la sécurité des consommateurs.

Ainsi, ce présent travail a pour objectif d'étudier l'effet de certains paramètres, température et processus d'agitation, sur la variation des propriétés physico-chimiques d'un emballage alimentaire en interaction avec son contenu. Pour cela, nous nous sommes intéressés aux emballages destinés au conditionnement de l'huile alimentaire. L'emballage le plus répandu pour l'huile alimentaire de consommation sur le marché Algérien est la bouteille en plastique, précisément en polyéthylène téréphtalate PET, fabriquée et commercialisée par le complexe « CEVITAL » de Béjaia. Donc le système étudié ;

Emballage « contenant » – Produit alimentaire « contenu » est : PET – Huile de tournesol.

Ce mémoire est composé d'une partie bibliographique consacrée à des généralités sur les emballages, les huiles végétales comestibles et leur interaction et plus particulièrement, le PET et l'huile de tournesol. Le deuxième chapitre décrit l'organisme de déroulement du stage « CEVITAL », le troisième chapitre présente les modes opératoires réalisés ainsi que les différentes méthodes de mesure et techniques d'analyses utilisées durant notre étude. Le quatrième chapitre rassemble tous les résultats obtenus et leurs interprétations en relation avec les résultats de littérature existante. Enfin, nous terminons notre travail par une conclusion et quelques perspectives.

Chapitre I

Généralités sur l’emballage alimentaire : Propriétés et interactions

I.1. Emballages alimentaires

I.1.1. Définition

L'emballage est tout objet, quelle que soit la nature des matériaux dont il est constitué, destiné à contenir et protéger des produits ou marchandises, à permettre leur manutention et leur acheminement du producteur jusqu'au consommateur ou utilisateur, et à assurer leur présentation (CNE, 2015). L'emballage alimentaire est un élément essentiel pour une consommation alimentaire plus durable. Par son rôle central de préservation et conservation des aliments, il permet de limiter les pertes et gaspillages alimentaires (Guillard, 2022).

L'emballage alimentaire est conçu pour garantir plusieurs fonctions (Coles *et al.*, 2003) :

- **Protection et conservation** : préserver le produit contre les agressivités extrinsèques (choc, poussières, corrosion, moisissures) et prolonger sa durée de vie.
- **Manutention et distribution** : faciliter le transport, l'agencement et le stockage.
- **Information** : renseigner les consommateurs sur l'aliment (date de péremption, etc.).
- **Marketing** : inciter l'acheteur à acheter le produit grâce à son design.
- **Recyclage** : valoriser les déchets des emballages pour réduire leur impact sur l'environnement.

I.1.2. Types d'emballages alimentaires

La **figure 1** illustre les différentes classes d'emballages alimentaires (Multon, 1998).

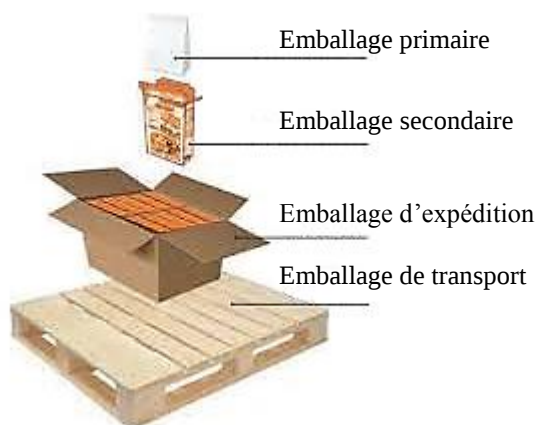


Figure 1 : Classification d'emballage alimentaire.

L'emballage de vente (emballage primaire) est en contact direct avec le produit qu'il contient. Il constitue un article de vente destiné au consommateur, par exemple : boîte métallique, canette de limonade, bouteille en plastique, etc. (Reyene, 1998).

L'emballage groupé (emballage secondaire) contient le produit emballé, son rôle est d'offrir une protection au produit. Il peut contenir un article ou plusieurs, par exemple : des céréales emballées dans un sachet plastique puis dans un carton. L'emballage d'expédition, par contre, est destiné à la manutention et la protection des contenants durant le transport. L'emballage de transport (emballage tertiaire) est dédié au déplacement, le stockage et la distribution du produit par lot, par exemple : les casiers à bouteilles, des caisses en carton épais, des palettes en bois, etc. (Reyene, 1998).

La famille des matériaux utilisés pour la fabrication d'emballages alimentaires inclue le plastique (jus, eau minérale, beurre, etc.), le papier et le carton (boîte de céréales, fromage, levure, etc.), le verre (boissons gazeuses, huile d'olive, etc.), le métal (boîte de conserve, canettes métalliques, etc.) et le bois (caisses, palettes, etc.) (Roberston, 2005).

I.1.3. Transfert de matière dans les systèmes emballage–aliment

Au cours du stockage, les compositions gazeuses dans l'environnement entourant l'aliment influencent fortement les réactions de dégradation des aliments, et leur durée de vie. L'emballage joue un rôle majeur en définissant, autour de l'aliment, une atmosphère spécifique favorable à sa conservation dont la composition est contrôlée par les transferts de matière au travers du matériau, entre l'atmosphère environnante et l'intérieur de l'emballage. Les transferts de vapeur d'eau, d'oxygène et/ou de gaz carbonique, sont responsables des réactions de dégradation des aliments (oxydation, développement microbien, réactions physiologiques, etc.) (voir la **figure 2**). Le transfert d'additifs contenus dans le matériau d'emballage vers l'aliment, peut aussi nuire à la qualité de ce dernier (Guillard, 2022).

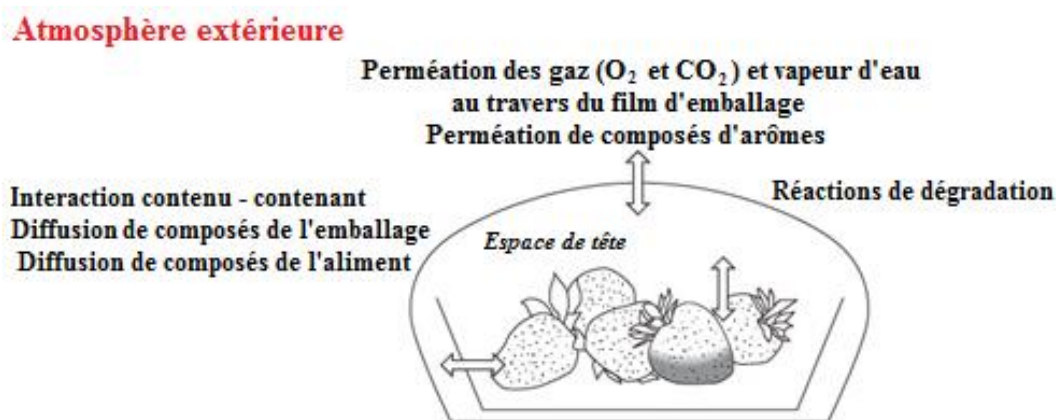


Figure 2 : Transferts de matière dans le système emballage–aliment

I.1.4. Matériaux utilisés pour l'emballage des huiles comestibles

Le matériau d'emballage pour les huiles comestibles influe significativement sur la qualité de l'huile, sa fraîcheur et sa durée de conservation. En général, les matériaux utilisés sont en verre, en métal et en plastique.

L'emballage à choisir doit **(Tawfik et Huyghebaert, 1999 ; Piergiovanni et Limbo, 2010) :**

- Empêcher la transmission de la lumière, car elle entraîne le rancissement de l'huile en provoquant le processus d'oxydation ce qui entraînerait une perte de saveur.
- Empêcher la transmission d'oxygène, d'odeurs et d'humidité.
- Prévenir la migration de substances du matériau d'emballage dans l'huile.

Les bouteilles en verre constituent une excellente barrière contre la lumière, l'oxygène et l'humidité. Le matériau n'interagit pas avec l'huile et contribue à préserver la saveur et la qualité. De plus, elles sont réutilisables et recyclables. Cependant, elles sont fragiles et lourdes, ce qui rend leur transport plus coûteux. En plus, les verres transparents entraînent la photooxydation de l'huile et réduisent sa durée de conservation **(Tawfik et Huyghebaert, 1999 ; Piergiovanni et Limbo, 2010).**

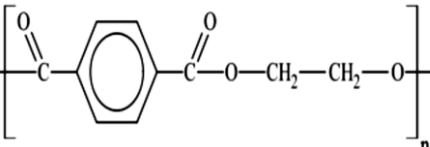
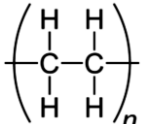
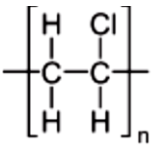
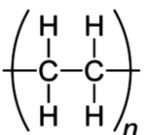
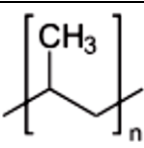
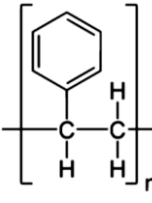
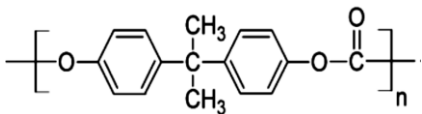
Les boîtes en fer-blanc sont couramment et largement utilisées pour l'emballage des huiles comestibles parce qu'elles offrent une excellente protection contre la lumière, l'oxygène, la vapeur d'eau et les micro-organismes. Cependant, si le revêtement qui protège la partie intérieure du contenant est usé, les boîtes en fer-blanc peuvent être sujettes à la corrosion. **(Tawfik et Huyghebaert, 1999 ; Piergiovanni et Limbo, 2010).**

En ce qui concerne les bouteilles et les récipients en plastique, il existe différents avantages et inconvénients selon le matériau choisi. En général, les bouteilles en plastique sont légères et faciles à transférer, résistantes aux chocs et ont un faible coût de production. Elles peuvent être conçues dans différentes formes et tailles et sont recyclables. Le principal inconvénient est que certains plastiques peuvent présenter une perméabilité à l'oxygène, entraînant une oxydation de l'huile au fil du temps. Donc Il est préférable de les utiliser pour une courte durée de conservation. Les matériaux d'emballage doivent offrir une barrière contre l'oxygène, la lumière et l'humidité et doivent aussi inclure une protection contre les UV pour éviter la dégradation de l'huile due à la lumière en ajoutant des absorbeurs d'UV **(Tawfik et Huyghebaert, 1999 ; Piergiovanni et Limbo, 2010).**

I.1.5. Emballages plastiques

Le **tableau I** montre quelques matières plastiques qui constituent les emballages alimentaires ainsi que leurs propriétés et champs d'applications (**CTAC, 2009**).

Tableau I : Matières plastiques utilisées dans les emballages.

Nomenclature Sigle	Formule	Champs d'applications	Propriétés clés
 PET Polyéthylène téréphtalate	 $(C_{10}H_8O_4)_n$	Bouteilles et flacons : boisson gazeuse, eau minérale, huiles comestibles sacs de cuisson.	Résistance thermique et aux chocs, transparence et brillance, recyclage optimisée.
 PE-HD Polyéthylène haute densité	 $(C_2H_4)_n$	Bouteilles de lait, détergents, contenants alimentaires réutilisables, doubleurs industriels.	Opacité, résistance aux chocs, barrière efficace contre l'oxygène (réduit l'oxydation).
 PVC Polychlorure de vinyle	 $(C_2H_3Cl)_n$	Bouteilles de miel, confitures, films thermorétractables,	Transparence optimale, rigidité ajustable, résistance aux graisses.
 PE-BD Polyéthylène basse densité	 $(C_2H_4)_n$	Sacs plastiques souples, films étirables pour palettes, emballages de produits surgelés.	Flexibilité, résistance aux déchirures, adapté aux aliments chauds (tasses).
 PP Polypropylène	 $(C_3H_6)_n$	Pots de yaourt, couvercles, récipients de micro-ondes, gourdes réutilisables.	Résistance à la chaleur (jusqu'à 120°C), inertie chimique, impermeabilité à l'humidité.
 PS Polystyrène	 $(C_8H_8)_n$	Gobelets jetables, barquettes de viande/ poisson, emballages de protection (styromousse).	Léger, isolant thermique, facile à mouler.
 Autres PC Polycarbonate	 $(C_{16}H_{18}O_3)_n$	Biberons, bonbonnes d'eau, contenants rigides pour produits laitiers.	Transparence, résistance mécanique.

Quelle que soit l'origine des matières premières, les monomères les plus utilisés dans le domaine de l'emballage sont : l'éthylène, le propylène et le benzène (**Chomon, 2018**). Les principaux sont les polymères semi cristallins tel que le polyéthylène téréphtalate (PET). Les bouteilles en PET offrent une bonne barrière contre les odeurs et l'oxygène, et elles ont une bonne transparence (**Tawfik et Huyghebaert, 1999 ; Piergiovanni et Limbo, 2010**).

I.1.6. Synthèse du polyéthylène téréphtalate (PET)

L'acide téréphtalique (ATP), le téréphtalate de diméthyle (DMT) et l'éthylène glycol (EG) sont les composés utilisés pour la synthèse du PET. Le produit intermédiaire formé dans les deux principaux mécanismes de synthèse est le bis-2-(hydroxyéthyle) téréphtalate (BHET). Les catalyseurs utilisés pour accélérer la réaction de polycondensation du PET sont à base d'antimoine Sb (Sb_2O_3). Le PET peut être préparé soit directement par réaction de l'éthylène glycol avec l'acide téréphtalique, c'est la voie dite d'estérification directe, soit avec le téréphtalate de diméthyle, c'est la voie dite de transestérification. La réaction d'estérification directe de l'éthylène glycol par l'acide téréphtalique conduit à la formation du monomère BHET et d'eau tandis que la poly transestérification du téréphtalate de diméthyle par l'éthylène glycol entraîne la formation du monomère BHET et de méthanol qui est éliminé par distillation. La polycondensation du BHET produit un excès d'éthylène glycol qui est éliminé sous vide (**Quentin, 2004 ; Bach, 2011**) selon le schéma réactionnel de la **figure 3**.

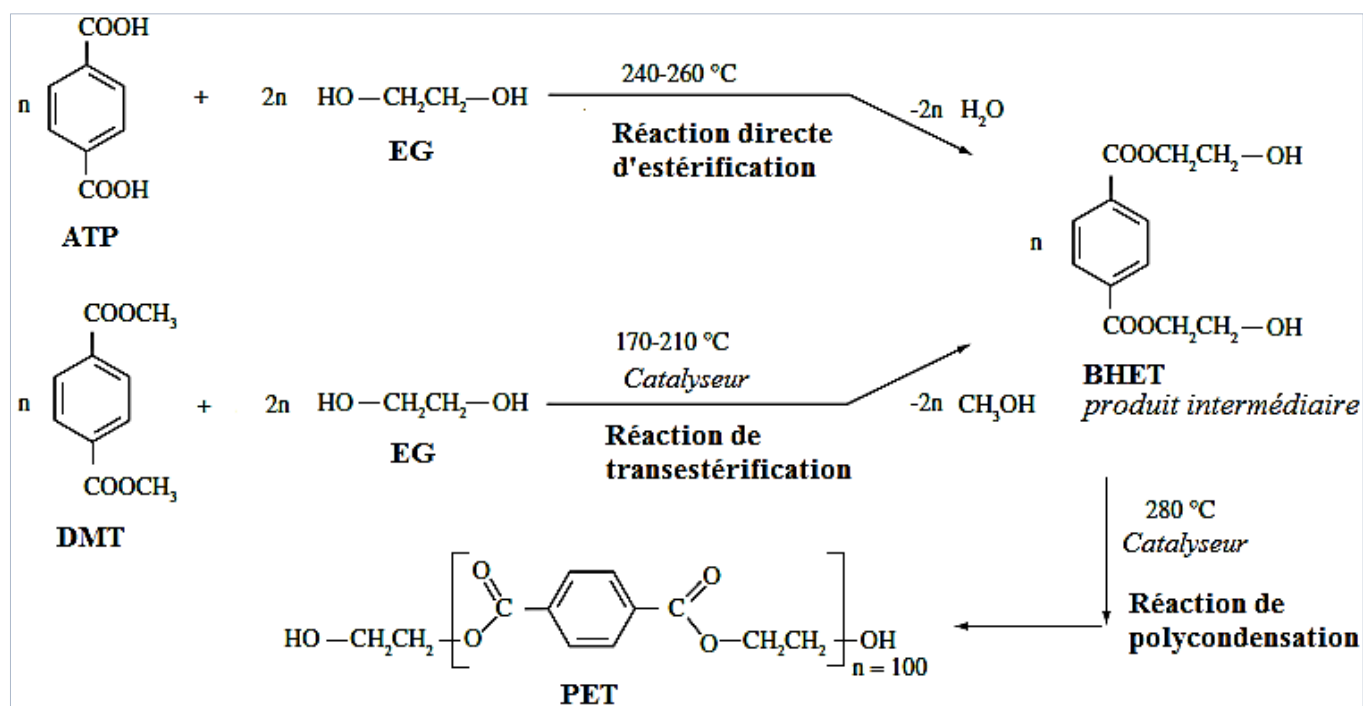


Figure 3 : Schéma réactionnel de synthèse du PET (**Romão et al., 2009**).

I.2. Huiles végétales comestibles - Huile de tournesol

I.2.1. Généralités

Les huiles végétales représentent un ensemble varié de corps gras d'origine, de composition, de qualité et de goûts différents. Elles se distinguent selon leur mode de fabrication, elles peuvent être consommées directement sous formes raffinée ou vierge (huile d'olive), ou indirectement via de nombreux produit transformés de l'industrie alimentaire (**Evrard et al., 2007 ; Pagès-Xatart-Parès, 2008**). La composition des huiles végétales n'est pas fixe car elle varie selon l'espèce végétale, les saisons, etc. Elle est définie essentiellement par rapport aux types d'acides gras qu'elles contiennent, on distingue les huiles riches en acides gras polyinsaturés, riches en acide alpha-linolénique, riches en acide oléique, riches en acide gamma-linolénique et riches en acides gras saturés. Parmi les plus courantes on retrouve les huiles de tournesol, de maïs, de colza, de soja, d'olive, d'arachide, etc. (**Evrard et al., 2007**). Les usages culinaires des huiles végétales alimentaires sont multiples (assaisonnement, friture, conserverie, pâtisserie, infusion, etc.). Elles sont également utilisées en tant qu'ingrédient dans l'industrie agroalimentaire. En fait, les huiles végétales possèdent deux fonctions principales : nutritive, puisqu'elles constituent une source d'acides gras divers et de vitamines et une fonction hédonique, en conférant saveur et goût aux aliments. Ainsi, les huiles végétales sont présentées selon leur mode de fabrication, leur composition et leurs caractéristiques physico-chimiques (**Lecerf a, 2011 ; Lecerf b, 2011**).

I.2.2. Composition de l'huile de tournesol

L'huile de tournesol est extraite des graines de tournesol. Elle est largement utilisée dans les secteurs de l'alimentation et de la confiserie, ainsi que dans la fabrication de biocarburants et de biomatériaux (**Hladni et Miladinović, 2019 ; Pilorgé et al., 2020**). L'huile de tournesol est composée principalement de triglycérides et de composés mineurs actifs plus ou moins bénéfiques sur le plan nutritionnel tels que les monoglycérides et diglycérides (produits de la dégradation des triglycérides par hydrolyse), les phospholipides et les insaponifiables (tocophérols et phytostérols) et d'autres composés qui sont naturellement présents ou résultent de l'évolution naturelle des huiles sous l'action d'enzymes ou autre. Ces composés mineurs bien qu'ils soient en faible quantité sont responsables, non seulement d'une partie des propriétés des huiles, mais également de leur goût et de leur trouble (**Pioch, 2018**).

D'autres composants mineurs peuvent également être introduits involontairement dans l'huile tout au long de la chaîne de production et de consommation. En plus, les huiles subissent sous l'effet de la lumière, l'oxygène et la température, des dégradations chimiques donnant par exemple des composés d'oxydation responsables de la rancidité (Pioch, 2018).

D'après le **tableau II**, nous remarquons que l'huile de tournesol est riche en acide linoléique et en vitamine E (Lecerf a, 2011 ; Konuskan et al., 2019).

Tableau II : Composition en acides gras, vitamine E, tocophérols et phytostérols de l'huile de tournesol. C : carbone ; 16, 18 : nombre d'atomes de C ; 0-3 : nombre de doubles liaisons.

Teneurs en acides gras (% des acides gras totaux).	Acides gras saturés	10 - 16
	– Acide palmitique (C16:0)	5 - 8
	– Acide stéarique (C18:0)	4 - 6
	Acides gras mono-insaturés	15 - 26
	– Acide oléique (C18:1)	15 - 25
	Acides gras polyinsaturés	62 - 70
	– Acide linoléique (C18:2)	62 - 70
	– Acide alpha-linolénique (C18:3)	< 0,2
Teneurs en vitamine E, tocophérols et phytostérols (mg/100 g).	Vitamine E (α-tocophérol équivalent)	45 - 110
	Tocophérols totaux	72
	– Alpha	69
	– Beta	3
	Phytostérols	100 - 500

L'huile de tournesol peut être obtenue en utilisant différentes méthodes d'extraction telles que le pressage, le pressage à froid et l'extraction avec des produits chimiques en utilisant un solvant approprié tel que l'hexane (Arianto et Cindy, 2019).

I.2.3. Procédé de raffinage

Le raffinage est un procédé de purification des huiles brutes qui peuvent contenir de nombreuses substances indésirables (Lecerf a, 2011) :

- Acides gras libres, phospholipides et cires conférant goût, fumée, trouble et instabilité.
- Pigments conférant couleur et instabilité.
- Métaux conférant sensibilité à l'oxydation et contaminants (pesticides, mycotoxines, etc.).

La figure ci-dessous décrit le processus de raffinage d'une huile brute (**Fraïsse, 2003**).

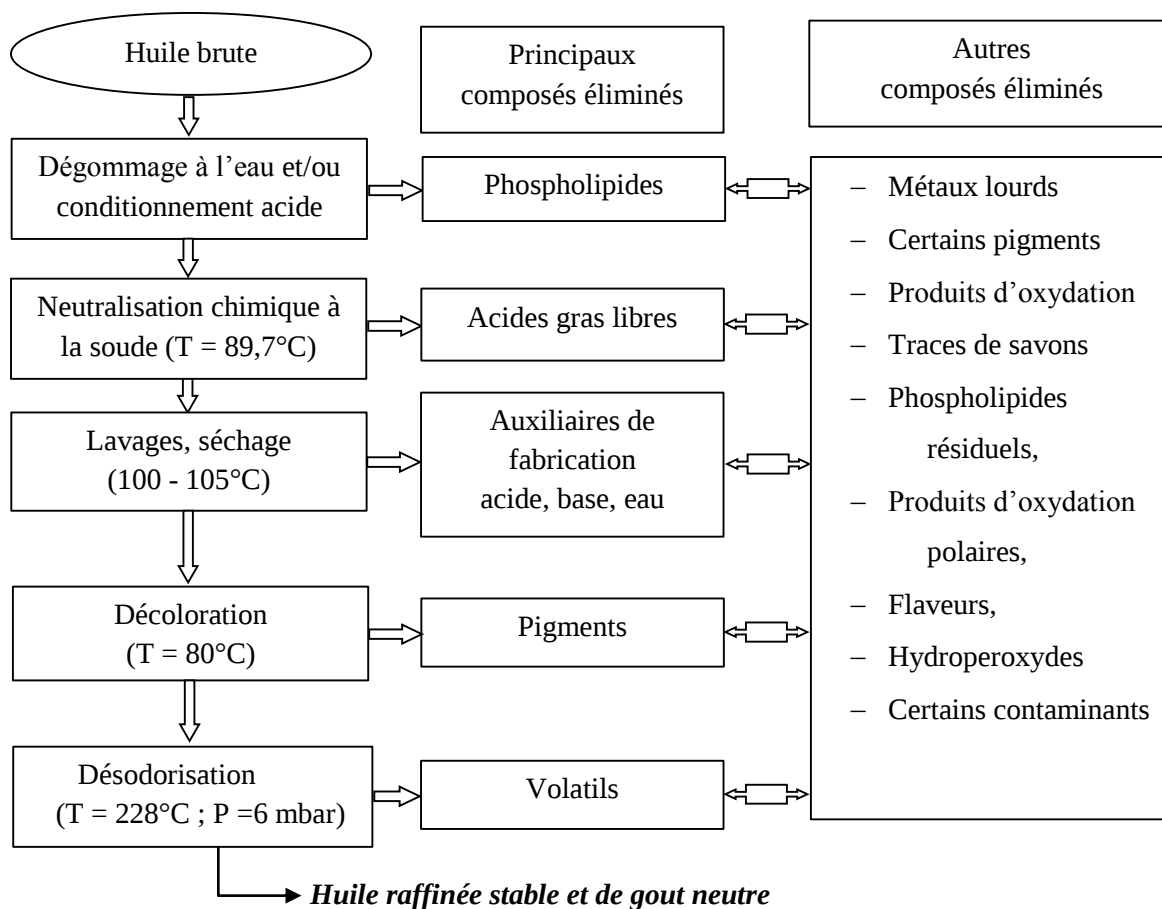


Figure 4 : Etapes de raffinage d'une huile végétale brute.

Le processus de raffinage de l'huile brute est une succession d'étapes clés visant à adapter l'huile aux normes alimentaires en optimisant sa qualité, sa stabilité et son innocuité. Il débute par un dégommeage à l'eau ou un conditionnement acide, permettant d'éliminer les phospholipides, et les impuretés insolubles. La neutralisation chimique à la soude intervient ensuite pour neutraliser les acides gras libres, générant des savons et des pâtes résiduelles riches en métaux et pigments. Les lavages et le séchage éliminent ces résidus, tandis que la décoloration, via une filtration sur terre activée retire les pigments résiduels, les produits d'oxydation polaires et certains contaminants. La désodorisation, étape critique, se déroule sous vide à haute température (180 - 230°C), avec injection de vapeur, pour extraire les composés volatils indésirables (hydroperoxyde, flaveurs) et les contaminants légers. Enfin, l'inertage stabilise l'huile en limitant l'oxydation, aboutissant à une huile raffinée aux propriétés organoleptiques uniformisées (**Fraïsse, 2003**).

I.3. Propriétés du PET (contenant) et de l'huile de tournesol (contenu)

I.3.1. Principales propriétés du PET

Le PET est un polyester thermoplastique linéaire. La structure du PET lui confère certaines caractéristiques physico-chimiques, telles que la réversibilité chimique, la thermoplasticité, l'aptitude à cristalliser et une bonne stabilité thermique (**Quentin, 2004**). Les propriétés du PET dépendent non seulement des conditions de synthèse et de mise en œuvre mais aussi de sa structure. La structure des polyéthylènes téréphthalates peut être amorphe ou partiellement cristalline. Le PET semi-cristallin a un comportement plus fragile que le PET amorphe à cause des caractéristiques organisationnelles de la phase cristalline (**Nait Ali-Kako, 2008**). En effet, le **tableau III** montre que l'état cristallisé améliore certaines propriétés par rapport à d'autres (**Vouyovitch Van Schoors, 2007**).

Tableau III : Propriétés générales du PET amorphe et du PET semi-cristallin.

Propriétés		PET Amorphe	PET Semi-cristallin
Physiques	Masse Volumique (g.cm ⁻³)	1,30 - 1,34	1,39 - 1,47
	Absorption d'eau (24h, 23°C) en %	21,9	21,9
Thermiques	Température de fusion (°C)	/	255
	Température de transition vitreuse (°C)	73	73
	Température maximale d'exploitation (°C)	115	/
	Température minimale d'exploitation (°C)	-40	/
Mécaniques	Contrainte au seuil (rupture) (MPa)	56 - 80	60 - 75
	Allongement au seuil (rupture) (%)	3 - 300	70 - 90
	Module de traction (GPa)	2 - 2,2	2,5 - 3
Résistance chimique	Acides dilués /Acides concentrés	++ / -	/
	Alcalins	--	/
	Alcools	++	/
	Graisses - Huiles	++	/
	Halogènes	++	/
	Hydrocarbures aromatiques	++	/
++ très bonnes / - passables / -- mauvaises			

Dans l'industrie alimentaire, le PET est utilisé pour la production de bouteilles (eau, boisson, huile) ce qui nécessite l'utilisation d'un PET à haut poids moléculaire afin d'obtenir des propriétés barrières suffisantes pour ce type d'application (**Bach, 2011**). Outre ses propriétés semi-barrières, le PET apporte une grande résistance à la déchirure et une bonne tenue mécanique et thermique lors du scellage. Il offre aussi un bel aspect brillant et une bonne qualité d'impression (**Multon et Bureau, 1998**). Le **tableau IV** récapitule les limites d'utilisation du PET selon ses propriétés (**Chrétien et Hatat, 1990**).

Tableau IV : Avantages et inconvénients du PET liés à ses propriétés.

Avantages	Inconvénients
- Transparence et propriétés électriques. - Bonnes résistances en traction et en déchirure (à l'état cristallin et orienté). - Résistance aux huiles, graisses, solvants organiques, et hydrocarbures. - Résistance au frottement et à l'usure.	- Reprise d'humidité importante (séchage poussé avant transformation) - Résistance limitée : - A la vapeur d'eau - Aux acides et bases fortes - Tenue thermomécanique (70°C)

De plus, le PET peut être utilisé dans d'autres applications d'emballage alimentaire, telles que les barquettes pour légumes et autres produits frais ou lors des traitements thermiques conventionnels grâce à sa résistance aux températures élevées. Cependant, des analyses montrent que le PET contient de faibles quantités d'oligomères de faible poids moléculaire. La principale substance chimique volatile présente dans le PET à des concentrations allant de 0,06 % à 1 %, selon le type de PET, est l'acétaldéhyde qui peut avoir un effet sur l'odeur du produit (**Lau et Wong, 2000 ; Arvanitoyannis et Kotsanopoulos, 2014**).

Des substances appelées adjuvants ou additifs sont ajoutées aux emballages pour modifier ou améliorer leurs performances et propriétés telles que leur résistance, leur flexibilité, leur durabilité, leur capacité à protéger les produits, etc. tout en assurant la sécurité alimentaire et la conformité réglementaire. Les adjuvants sont des composés organiques ou organométalliques, de faible masse moléculaire par rapport à celle du polymère, utilisés en faible concentration, on cite : les **plastifiants, stabilisants, lubrifiants, colorants, agents antichocs, antistatiques, antioxydants, anti-UV**, etc. Les adjuvants des polymères permettent de modifier les propriétés des polymères mais peuvent aussi polluer l'environnement, et migrer dans les aliments. Dans certains cas, des adjuvants sont ajoutés à la matrice de PET afin de permettre, par exemple, la coloration et la stabilité, de modifier les propriétés de surface de films (charges minérales), etc. (**Pennarun, 2001**).

I.3.2. Caractéristiques de l'huile de tournesol

Les huiles appartiennent à la classe des lipides puisqu'elles contiennent près de 100 % de lipides et ne renferment pas d'eau, contrairement aux autres corps gras (beurre, margarine). Elles se présentent à l'état solide à température ambiante et sont insolubles dans l'eau mais très solubles dans les solvants organiques (hydrocarbures). Mises à part les caractéristiques organoleptiques propres aux huiles, le choix d'utilisation des huiles alimentaires est orienté par leur stabilité au cours du stockage et de la cuisson (**Lecerf a, 2011 ; Pioch, 2018**).

a. Caractéristiques physiques

Densité : la densité relative à une température de 20°C d'une huile ou d'une graisse est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile ou à une température donnée par la masse du même volume d'eau à 20°C (**JO n° 66- 2012**).

Couleur : les méthodes les plus utilisées comparent visuellement la couleur de l'échantillon à des étalons conventionnels, la méthode Lovibond consiste à comparer avec un jeu de verres colorés jaunes et rouges (**Ollé, 2002**).

Indice de réfraction : L'indice de réfraction des huiles varie en fonction de leur insaturation. C'est le rapport de la vitesse de la lumière à une longueur d'onde définie dans le vide à sa vitesse dans la substance. En pratique, la vitesse de la lumière dans l'air est utilisée à la place de celle dans le vide (**JO n° 65 - 2012**).

Viscosité : il n'existe pas de méthode particulière pour mesurer la viscosité des corps gras. On utilise les méthodes par écoulement, etc. La viscosité diminue en fonction de l'insaturation ainsi qu'avec le chauffage et augmente avec l'oxydation. Pour la plupart des corps gras, elle est comprise entre 50 et 80 mPa.s à 20°C et diminue jusqu'à 6 à 8 mPa.s à 100°C, exception faite pour l'huile de ricin (**Ollé, 2002**).

b. Caractéristiques chimiques

Indice de peroxyde (IP) : en présence de l'oxygène de l'air, les acides gras insaturés entrant dans la composition des corps gras s'oxydent en donnant des peroxydes. Ce phénomène a lieu au cours du stockage des corps gras : c'est le rancissement. L'indice de peroxyde est généralement exprimé en milliéquivalents (meq) d'oxygène actif par kilogramme d'huile, mais il peut également être exprimé (en unités SI) en millimoles (mmol) d'oxygène actif par kilogramme d'huile (**JO n° 64 - 2011**).

Indice de saponification (IS) : c'est une caractéristique des acides gras libres et estérifiés. C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour saponifier 1 g de matière grasse (**JO n° 64 - 2011**). L'indice de saponification rend compte de la longueur des chaînes hydrocarbonées des acides gras (**Ollé, 2002**).

Indice d'iode (II) : c'est le nombre en gramme d'iode fixé par 100g de corps gras. L'indice d'iode est une appréciation de l'insaturation des acides gras (et de leurs esters). En présence d'un large excès d'halogénure d'iode, l'iode est fixé sur les doubles liaisons en une heure. L'iode non consommé est ensuite dosé par le thiosulfate (**Ollé, 2002**).

Indice d'acide (IA) : c'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1 g de corps gras. L'**acidité** est l'expression conventionnelle du pourcentage d'acides gras libres (acide oléique) (**JO n° 68 - 2012**).

Le **tableau V** montre les caractéristiques physico-chimiques de quelques huiles de tournesol et celles fixées par les normes (**Codex Alimentarius ; JOCE 2000/C 312**) mais il est important de noter que les normes spécifiques peuvent varier selon le type d'huile (raffinée, vierge, etc.) et l'étape de production.

Tableau V : Quelques caractéristiques physico-chimiques de l'huile de tournesol.

	Alhadithi et al., 2025	Khairuddin et al., 2024	Machate et al., 2022	Normes
	<i>Huile raffinée</i>	<i>Huile raffinée</i>	<i>Huile brute</i>	
Densité relative à 20°C	0,9178	0,9211	0,92	0,916 - 0,923
Viscosité (mPa.s)	40,82 à 25 °C	28,13 à 40°C	-	-
Indice de réfraction à 25°C	1,4722	1,475	-	1,46 - 1,475
Indice de peroxyde (meq O₂/kg)	2,5		16,61	≤ 10
Indice d'iode (g I₂/100 g)	-	118,01	131,53	118 - 141
Indice d'acide (mg KOH/g)	-	0,14	0,54	0,6
Acidité (%)	1	0,072	-	0,15
Indice de saponification (mg KOH/g)	-	190,37	141,8	187 - 194

I.4. Interaction entre le contenant (PET) et le contenu (Huile de tournesol)

I.4.1. Types d'interactions contenu–contenant

Lors du conditionnement, le produit alimentaire présente un certain nombre de caractéristiques qui sont mesurables, activité de l'eau, indice de peroxyde, couleur, texture, composition aromatique, etc. Pour chacune d'entre elles, il est possible de déterminer une valeur limite à partir de laquelle le produit sera considéré comme dégradé. Cette dégradation a lieu aux interfaces produit/film et milieu extérieure/film/milieu intérieure (**Multon et Bureau, 1998**). Donc, trois principaux types d'interaction sont possibles entre l'emballage et l'aliment : sorption, perméation et migration (**figure 5**). Ces interactions peuvent compromettre à la fois la qualité (altérations organoleptiques, risques toxicologiques) et l'intégrité structurelle de l'emballage (**Pennarun, 2001 ; Bach, 2011**).

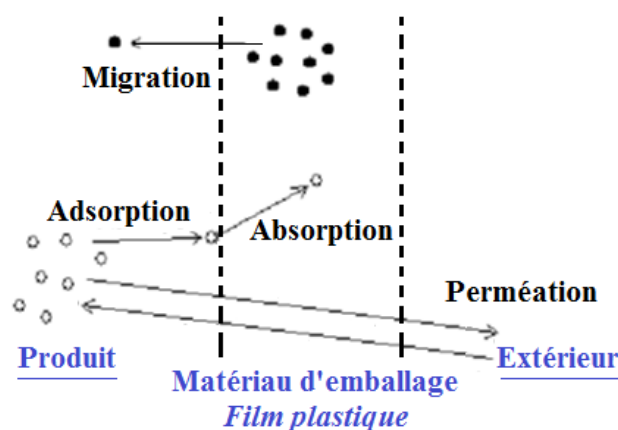


Figure 5 : Interactions entre l'emballage, son contenu et le milieu extérieur.

a. Sorption

La sorption est un processus qui s'effectue en deux étapes. Dans un premier temps, les composants de l'aliment se fixent à la surface de l'emballage plastique par adsorption, puis pénètrent progressivement dans la structure du polymère par absorption (**Chomon, 2018**). Ce processus entraîne une altération de la qualité du produit, notamment une diminution des composés aromatiques, tout en provoquant des modifications physico-chimiques du matériau d'emballage, telles qu'une dégradation de sa résistance mécanique ou de sa stabilité thermique. Les emballages plastiques tels que le PET sont particulièrement sujets à la sorption à cause de leur affinité chimique avec les substances lipophiles contenues dans les aliments riches en matières grasses (**Pennarun, 2001 ; Bach, 2011**).

En effet, les emballages en plastique peuvent absorber différents composés alimentaires tels que les arômes, les pigments, les acides organiques, etc. La sorption est un terme utilisé pour décrire la perte de qualité d'un aliment emballé due à l'absorption par exemple de ses arômes volatils par l'emballage ou à l'absorption par l'aliment d'arômes indésirables provenant du matériau d'emballage. (**Tawfik et Huyghebaert, 1999 ; Piergiovanni et Limbo, 2010**).

b. Perméation

Des composés volatils peuvent être absorbés par les matériaux d'emballage, affectant ainsi l'emballage lui-même, notamment sa perméabilité, sa barrière et ses propriétés mécaniques, ou provoquant le délaminage des emballages multicouches (**Tawfik et Huyghebaert, 1999 ; Piergiovanni et Limbo, 2010**). La perméation désigne un processus de transferts moléculaires gazeux à travers la paroi de l'emballage, régis par les lois de diffusion et de solubilité des gaz. Ce phénomène inclut principalement la diffusion du dioxygène (O_2) vers la matrice alimentaire, l'évacuation du dioxyde de carbone (CO_2) hors du système emballé, et l'infiltration de composés organiques volatils (COV) vers l'aliment. Ces transferts altèrent les propriétés organoleptiques (oxydation lipidique, dégradation pigmentaire) et compromettent la stabilité microbiologique (développement microbien aérobie) ou physico-chimique (dégradation de la pression de CO_2 dans les boissons effervescentes, désorption des arômes). Par exemple, une perméabilité élevée à l' O_2 favorise la prolifération de *Pseudomonas* spp, tandis qu'une perte de CO_2 réduit la durée de vie sensorielle des boissons gazeuses (**Bach, 2001 ; Gillet, 2008**).

c. Migration

La migration des substances issues des matériaux d'emballage vers les aliments constitue un enjeu majeur de sécurité sanitaire, en raison des transferts physico-chimiques susceptibles de survenir au contact (**Pennarun, 2001**). La migration est un aspect de sécurité important à prendre en compte lors du choix des matériaux d'emballage alimentaire. Les additifs plastiques et les monomères ou oligomères résiduels ne sont pas liés chimiquement aux molécules polymères et peuvent donc se déplacer librement dans la matrice polymère. Par conséquent, à l'interface entre le matériau d'emballage et l'aliment, ils peuvent se dissoudre dans le produit alimentaire et en altérer la saveur et l'acceptabilité (**Tawfik et Huyghebaert, 1999 ; Piergiovanni et Limbo, 2010**).

I.4.2. Conséquences des interactions

Les interactions entre le contenu et son contenant peuvent influencer la qualité sensorielle et la durée de vie du produit et même conduire à une perte totale de l'odeur ou à un changement du caractère de l'arôme. Les transferts de matière (sorption de certaines molécules de l'aliment ou migration d'adjuvants par les matériaux polymères) peuvent provoquer le vieillissement physique des polymères qui se traduit par une altération lente et irréversible de ses propriétés. Cette altération peut concerner la structure chimique de ses molécules, la composition du matériau ou son état physique **(Kaushc, 2005)**.

Ces interactions sont liées à la composition du produit emballé (volatilité, concentration des molécules, etc.) et à la nature du matériau d'emballage. En effet, la nature chimique du matériau d'emballage a une influence notable sur la qualité de l'huile. Les huiles peuvent contenir des substances de contamination provenant des emballages plastiques **(Piocch, 2018)**.

Les monomères du matériau de base ou les additifs incorporés au polymère peuvent se transférer, avec des conséquences sur les plans organoleptique et/ou toxicologique. Pour la fabrication d'emballages alimentaires en PET, il est important de choisir des adjuvants qui ne migrent pas dans les aliments et qui sont conformes aux réglementations en vigueur. Le polyéthylène téréphtalate est l'un des plastiques les plus inertes et, ces dernières années, le conditionnement de l'huile en bouteilles en PET a augmenté. Néanmoins, les monomères, oligomères (trimères cycliques, pentamères, heptamères), plastifiants, colorants, stabilisants, catalyseur à base d'antimoine et divers additifs utilisés pour la flexibilité du PET sont tous sujets à la migration. La migration de l'acétaldéhyde des bouteilles en PET constitue un problème majeur, car sa présence peut affecter les propriétés organoleptiques de l'huile **(Tawfik et Huyghebaert, 1999 ; Piergiovanni et Limbo, 2010)**.

A cet égard, ce travail porte sur l'étude de l'influence de la variation de quelques paramètres physiques, température et processus d'agitation, sur le comportement d'échantillons représentatifs d'un emballage alimentaire en interaction avec son contenu. L'interaction entre l'emballage, bouteille en PET, et son contenu, huile de tournesol raffinée et comestible, est mise en évidence par immersion d'éprouvettes en PET dans une quantité d'huile pendant des intervalles de temps différents. L'évaluation de l'aspect physique et de la structure chimique des éprouvettes en PET et de l'huile est réalisée par mesure de leurs caractéristiques physico-chimiques.

Chapitre II

Organisme de déroulement du stage

II.1. Présentation de l'organisme d'accueil : « CEVITAL »

Créée en 1998 et implantée au sein du port de Bejaia, Cevital Agro-industrie dispose de plusieurs unités de production ultramodernes de sucre, corps gras, eau minérale, boissons et sauces. Elle couvre les besoins nationaux et a permis de faire passer l'Algérie du stade d'importateur à celui d'exportateur pour les huiles, les margarines et le sucre.

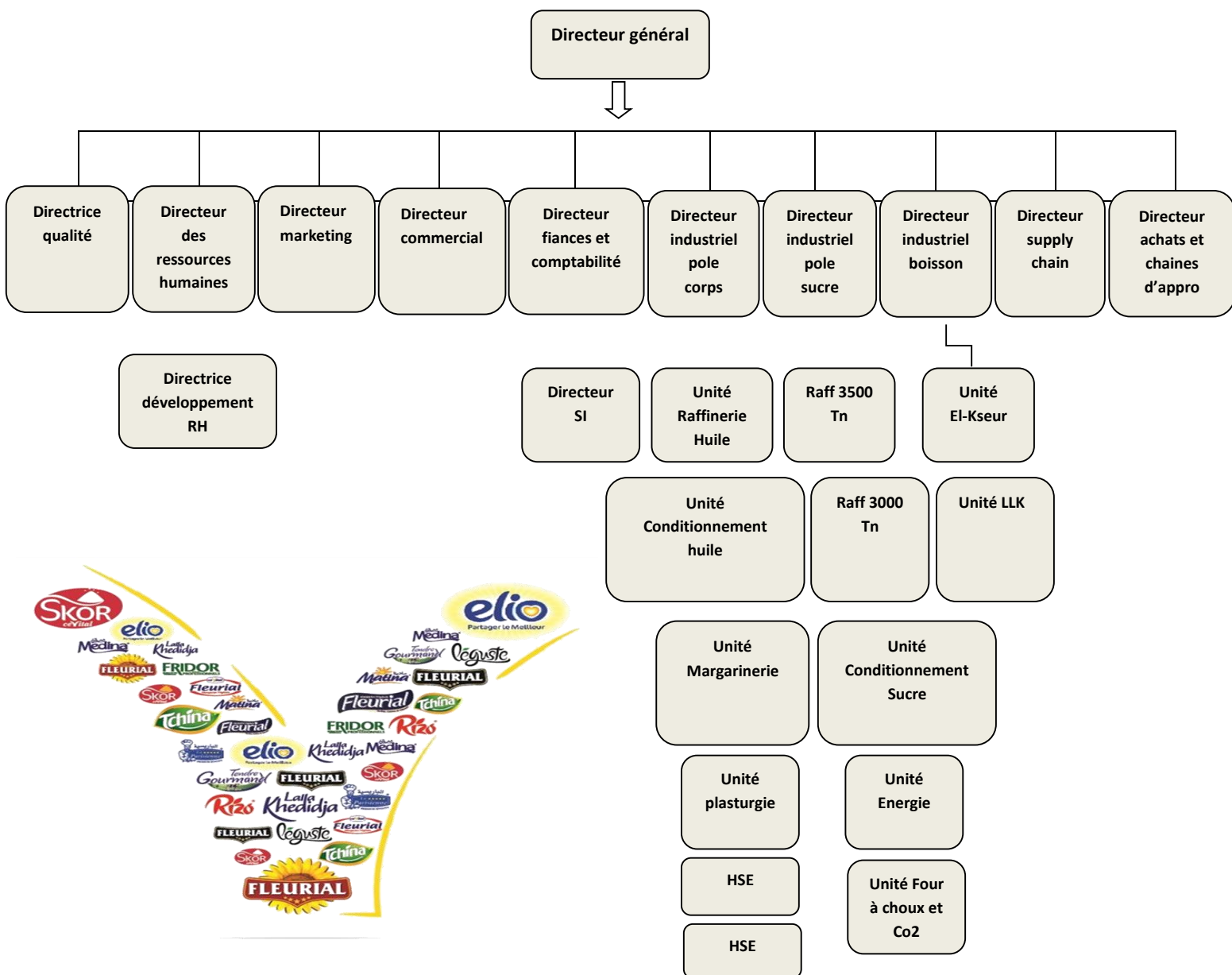


Figure 6 : Organigramme général du complexe « CEVITAL ».

II.2. Unité de production et laboratoires d'analyses

II.2.1. Production de l'huile

Afin d'optimiser le rendement de la production de l'huile, le complexe CEVITAL a procédé à l'installation de deux nouveaux bacs de grande capacité destinés au stockage de l'huile brute. Après le déchargement du navire, l'huile brute est transférée et stockée dans des réservoirs, ou elle demeure temporairement avant d'être acheminée vers la raffinerie où elle subit les différentes étapes de transformation pour devenir un produit fini, conforme à la consommation humaine.

a. Raffinerie d'huile

La capacité de production de la raffinerie est de 1800 tonnes par jour, elle est conçue pour traiter toutes les qualités d'huile comestible telles que : le colza, le tournesol, le soja, etc.

La raffinerie d'huile est subdivisée en trois lignes principales.

- Lignes de production de 400 tonnes par jour chacune : elles sont décomposées en trois sections principales enchainées tel que c'est représenté dans la **figure 7**.

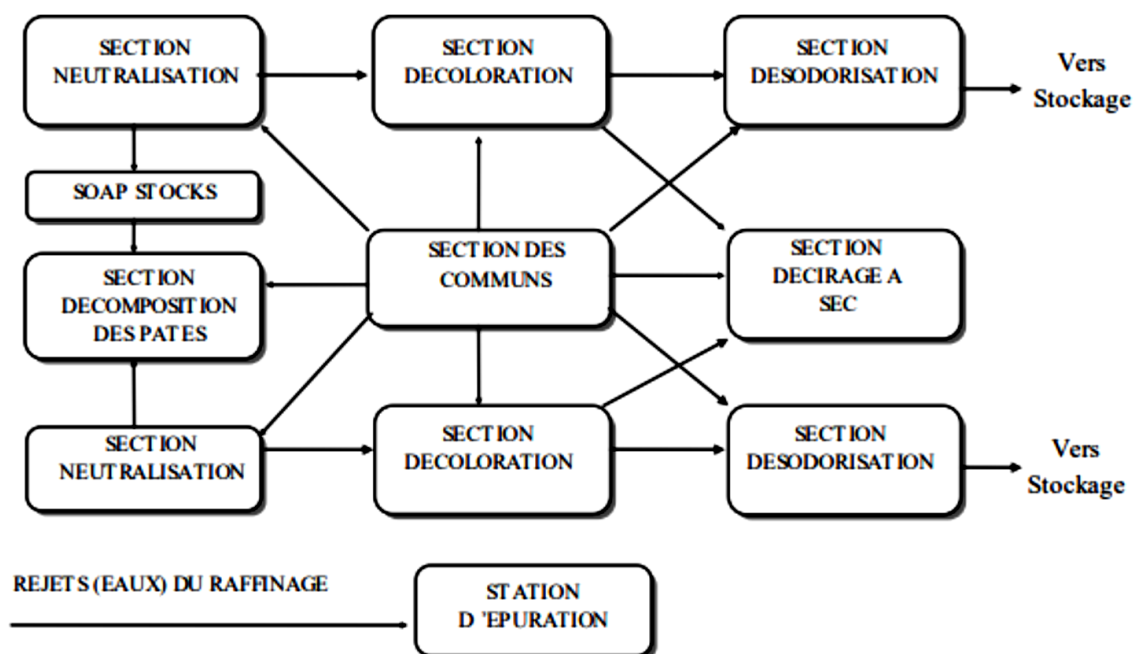


Figure 7 : Organigramme des lignes A et B.

- Ligne de production de 1000 tonnes par jour : nouvellement créée pour satisfaire la demande du marché national, ses trois sections principales sont enchainées tel que c'est représenté dans la **figure 8**.

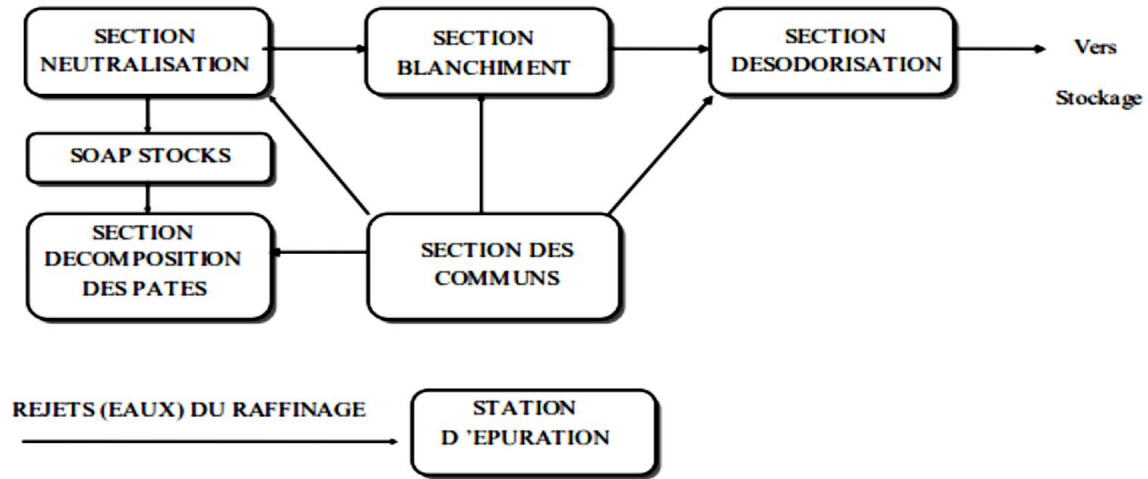


Figure 8 : Organigramme de la ligne C.

II.2.2. Laboratoire de raffinage de l'huile

Le laboratoire de la raffinerie de CEVITAL est une installation clé dédiée au contrôle qualité et au suivi des processus de raffinage des huiles alimentaires (comme l'huile de tournesol ou de soja) .

Mission principale : le laboratoire assure un suivi permanent des procédés de raffinage via des analyses physico-chimique rigoureuses, notamment :

- L'acidité : mesure de la dégradation des huiles.
- L'indice de peroxyde : évaluation de l'oxydation des lipides.
- Test visuel : inspection de la clarté et des impuretés.
- Couleur : utilisation d'un colorimètre pour standardiser la qualité.

Equipements techniques : le laboratoire est équipé d'instruments de pointe, tels que :

- Spectrophotomètres UV-Visible : utilisés pour des analyses spectrales précises.
- Etuves : utilisées pour des test de stabilité ou de séchage.
- Cold test : un appareil simulant les basses températures pour évaluer la résistance des huiles à la cristallisation (critique pour les huiles alimentaires).
- Colorimètres : utilisés pour mesurer la teinte des huiles selon des normes industrielles.

II.3. Unité de conditionnement

Cette direction est chargée du conditionnement, c'est-à-dire de la mise en bouteille de l'huile. Elle est composée de plusieurs services représentés dans la figure ci-dessous.

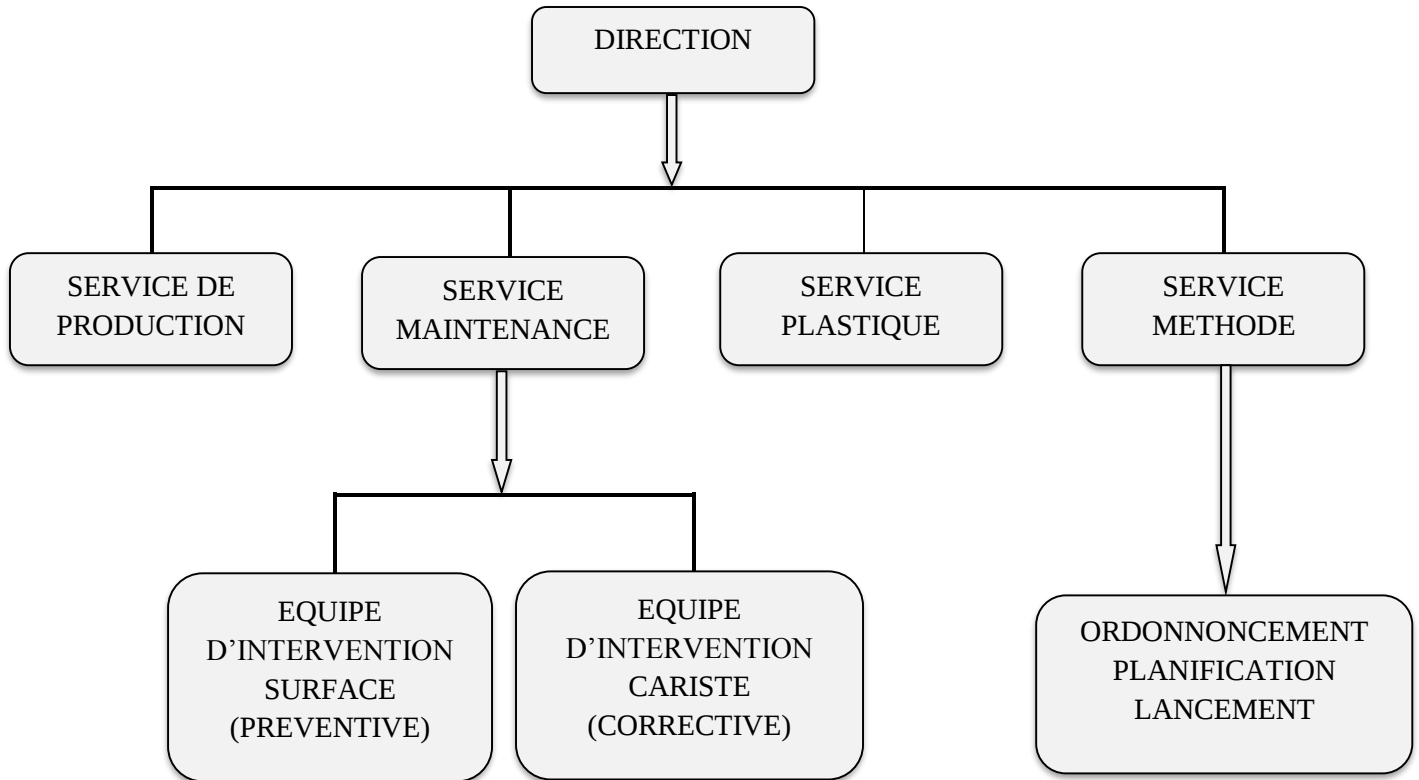


Figure 9 : Organigramme de la direction du conditionnement d'huile.

L'unité de conditionnement d'huile est composée de six lignes de production qui sont comme suit :

- Ligne SIPA, sur laquelle on peut produire Elio 5L, Fleurial 5L, Fridor 5L et Fridor 10L.
- Ligne 5L, sur laquelle on peut produire Elio 5L et Fridor 5L.
- Ligne 4L, sur laquelle on produit Fleurial 4L seulement.
- Ligne 2L, sur laquelle on produit Elio 2L.
- Ligne 1,8L, sur laquelle on produit Fleurial 1,8L.
- Ligne 1L, sur laquelle on produit Elio 1L.

Chapitre III

Matériel & méthodes

III.1. Test d'immersion

III.1.1. Produits utilisés

a. Emballage en polyéthylène téréphtalate

Les bouteilles en polyéthylène téréphtalate sont fabriquées au niveau du complexe industriel agroalimentaire CEVITAL de BEJAIA.

Nom du produit : Bouteille en PET d'une contenance de 2 L.

Description du produit : bouteille en polyéthylène téréphtalate destinée à contenir, protéger et transporter une huile alimentaire.



Figure 10 : Photo d'une bouteille en PET d'huile de tournesol comestible fournie par CEVITAL.

Tableau VI : Composition et caractéristiques physico-chimiques de l'emballage en PET.

Composition chimique		Quantité	
Polyéthylène téréphtalate (PET)		100%	
Propriétés physiques	Cible	Unité	Tolérance
Poids	42	g	± 0,3
Longueur	264,8	mm	± 1,5
Diamètre	113	mm	± 0,8
Couleur	Transparent	/	/

➤ **Caractéristiques microbiologiques :** Non applicable.

b. Huile de tournesol

L'huile brute de tournesol préparée à partir des graines de tournesol (*Hélianthus annuus* L) au niveau du complexe industriel CEVITAL de BEJAIA.

Origine : Divers pays (Argentine, Ukraine, États-Unis, etc.)

Méthode de conditionnement et de livraison : Vrac livré par bateau.

Conditions de stockage : bacs spécifiques à température ambiante.

Durée de vie : Non applicable.

Traitement préalable : Aucun.

Tableau VII : Caractéristiques physico-chimiques et organoleptiques de l'huile de tournesol.

Propriété	Unité	Normes
Acidité	% d'acide oléique	2 Max
Matières volatiles à 150°C	%	0,2 Max
Impuretés volatiles	%	0,05 Max
Indice de réfraction à 40°C	ND 40°C	1,467 - 1,470
Indice de peroxyde	meq O ₂ /kg huile	15 Max
Indice de saponification	mg KOH/g huile	188 - 194
Indice d'iode (Wijs)	-	118 - 141
Couleur Lovibond IP	Jaune Rouge	Non Applicable
Densité relative à 20°C	g/mL	0,918 - 0,923
Insaponifiables	%	1,5 Max
Phosphore	ppm	250 Max
Cuivre (Cu)	mg/kg	0,4
Fer (Fe)	mg/kg	5
Odeur	Caractéristique au produit et exempte d'odeur étrangère	
Couleur	Jaune /Rouge	
Saveur	Caractéristique au produit et exempte de saveur étrangère	

Tableau VIII : Caractéristiques relatives aux contaminants.

Contaminants		Unité	Normes
Arsenic		mg/kg	0,1 Max
Plomb		mg/kg	0,1 Max
Huile minérale		mg/kg	75 Max
Somme du 3-monochloropropanediol (3-MCPD) et ses esters d'acides gras, exprimée en 3-MCPD		µg/kg	1250 Max
Esters d'acide gras glycidol, exprimés en glycidol		µg/kg	1000 Max
Eléments radioactifs	Am241	Bq/kg	100
	Pu238		
	Pu239		
	Pu240		
Dioxine et PCB	Somme des dioxines	pg/g de graisse	0,75 Max
	Sommes 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
Hydrocarbures aromatiques polycycliques	Benzo(a)pyrène	µg/kg	2,0 Max
	Somme de benzo(a)pyrène, benz(a)anthracène, benzo(b)fluoranthène et chrysène	µg/kg	10 Max

Tableau IX : Résidus de pesticides.

Pesticide	Limite maximale de résidus
Prothioconazole	0,5 mg/Kg
Permethrin	1 mg/Kg
Clethodim	0,1 mg/Kg
Carbaryl	0,05 mg/Kg

III.1.2. Méthode d'immersion des éprouvettes en PET dans l'huile

a. Préparation des échantillons

Les éprouvettes en PET rectangulaire de dimensions 6 cm × 1,5 cm sont découpées manuellement à partir des parois du corps de la bouteille, à l'aide de ciseaux propres. Les échantillons sont ensuite nettoyés pour éliminer tout résidu, puis pesés avec une précision de $\pm 0,1$ mg afin de noter leur masse initiale à l'aide d'une balance analytique de précision de marque OHAUS.

➤ Calcul du volume d'huile utilisé

Afin de déterminer le volume d'huile correspondant à la masse initiale de chaque éprouvette, nous avons considéré un rapport volume/masse constant tel que :

Un volume de 20 mL d'huile de tournesol correspond à une masse de 0,3 g d'échantillon plastique. Ainsi, le volume V_i d'huile correspondant à une masse m_i est calculé selon la formule suivante :

$$V_i = \frac{m_i \times 20}{0,3} \text{ (mL)}$$

b. Immersion dans l'huile

Les éprouvettes en PET sont immergées dans des volume d'huile de tournesol bien déterminés contenue dans des tubes en verre couverts avec du papier aluminium (voir **Annexe I**). Chaque éprouvette en PET est attachée à un fil en acier inoxydable qui est réglé de manière à couvrir toute la surface de l'éprouvette avec l'huile et l'empêcher de se déposer au fond du tube. On définit 3 séries d'échantillons PET–Huile en contact pendant 11 jours selon trois conditions expérimentales :

- **Série A** : échantillons placés dans une cuve à eau maintenue à une température de $20 \pm 5^\circ\text{C}$ (vérifiée quotidiennement à l'aide d'un thermomètre).
- **Série B** : échantillon placés dans un bain-marie thermostaté à 40°C , sans agitation.
- **Série C** : échantillons placés dans un bain-marie thermostaté à 40°C , avec agitation.

L'ensemble des échantillons sont conservés à l'abri de la lumière tout au long de la période d'immersion. Durant cette période, chaque jour, on procède au prélèvement et stockage de l'huile à l'obscurité dans des flacons en verre ambré avec bouchon et au retrait des éprouvettes en PET. Les éprouvettes prélevées sont soigneusement essuyées pour éliminer l'huile résiduelle et pesées jusqu'à ce que la variation de masse devient négligeable.

III.2. Caractérisation physico-chimique des éprouvettes en PET et de l'huile

Après chaque prélèvement, les échantillons d'huile de tournesol et de PET sont analysés en utilisant différentes techniques afin de suivre l'évolution leurs propriétés en fonction des conditions expérimentales fixées (température et processus d'agitation) et du temps de contact PET–Huile.

III.2.1. Mesure du taux de variation de masse

La mesure du taux de variation de masse (TV) des éprouvettes est effectuée dans le but d'identifier la nature du phénomène se produisant lors du contact des éprouvettes avec l'huile.

$$TV = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100 \text{ (\%)}$$

m_t : masse finale de l'éprouvette prélevée au temps t .

m_0 : masse initiale de l'éprouvette avant l'immersion dans l'huile.

III.2.2. Test de rétraction

a. Principe

Lorsqu'il s'agit d'étudier les propriétés thermiques d'un film d'emballage en matière plastique, il est important de vérifier l'aptitude de ce dernier à subir un retrait sous l'action de la chaleur. Selon la norme AFNOR (**NF T54-115**) le test de rétraction ne s'applique pas nécessairement aux films complexes ou composites ou qualifié de "thermorétractable". Généralement, les propriétés thermiques d'un film plastique sont mesurées en tenant compte de la réponse du matériau dans le temps à une température donnée. Le test réalisé dans ce travail, selon une méthode interne à l'entreprise MERIPLAST, consiste à déterminer les variations dimensionnelles d'un film immergé dans une huile chaude. L'utilisation de l'huile de silicone permet de conserver les propriétés du film pendant sa rétraction.

Les échantillons considérés sont :

- Emballage sans modification (**D₀**).
- Emballage immergé dans l'huile à 20°C (**D₁**).
- Emballage immergé dans l'huile à 40°C (**D₃**).
- Emballage immergé dans l'huile à 40°C sous agitation (**D₄**).

b. Mode opératoire

- Chauffer l'huile de silicone dans un bain thermostat, série WBD-5 « Raypa, Espagne » à $100 \pm 3^\circ\text{C}$.
- Découper à l'aide d'un gabarit en métal des échantillons rectangulaires puis mesurer la longueur et la largeur (dimension transversale) de chaque échantillon et calculer la moyenne des dimensions initiales dans chaque direction.
- Plonger les échantillons perpendiculairement à la surface de l'huile sous l'action de leur propre masse et vérifier qu'ils ne sont ni collés ni pliés, les maintenir durant 120 ± 5 s.
- Extraire les échantillons avec précaution du bain à l'aide d'une pince, les déposer sur une feuille du papier filtre, jusqu'à refroidissement à la température de la salle.
- Mesurer les nouvelles dimensions des éprouvettes dans les deux sens.

Pour chaque échantillon, le test est réalisé 03 fois. Les caractéristiques de l'huile du bain et le rapport des tests sont présentés dans **Annexe I**.

c. Expression des résultats

Le taux de rétraction de variation dimensionnelle est obtenu par la formule suivante :

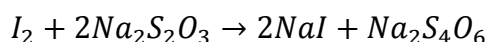
$$\text{Taux de rétraction} = \frac{(L_2 - L_1)}{L_1} \times 100 (\%)$$

L_1 : dimension de l'éprouvette initiale.

L_2 : dimension de l'éprouvette finale.

III.2.3. Mesure de l'indice de peroxyde**a. Principe**

Traitement d'une prise d'essai, en solution dans l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium, puis titrage de l'iode libéré par les peroxydes, à l'aide d'un indicateur à l'amidon et d'une solution étalon de thiosulfate de sodium.



Réactifs : Chloroforme, Acide acétique, solution aqueuse saturée d'iodure de potassium, solution aqueuse de thiosulfate de sodium à 0.01 N, solution d'empois d'amidon à 1%.

Matériel : Capsule en verre, Flacon bouché à l'émeri de 250 mL séché et rempli de gaz inerte (N_2), Burette de 25 mL.

b. Mode opératoire

- Peser à 0,001 g près dans un flacon 5g d'huile, ajouter 12 mL de chloroforme et 18 mL d'acide acétique puis 1 mL de solution saturée d'iodure de potassium.
- Boucher rapidement et agiter pendant une minute et laisser à l'obscurité à température entre 15°C et 25°C une autre minute.
- Ajouter 75 mL d'eau distillé et quelques gouttes d'empois d'amidon puis titrer avec la solution de thiosulfate de sodium et faire un essai à blanc dans les mêmes conditions.

c. Expression des résultats

L'indice de peroxyde IP est calculé selon la relation suivante :

$$IP = \frac{(V_1 - V_0) \cdot N}{M}$$

V_0 : volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en mL.

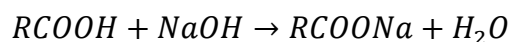
V_1 : volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai en mL.

N : normalité de thiosulfate de sodium.

M : masse de la prise d'essai en g.

III.2.4. Mesure de l'indice d'acide**a. Principe**

Nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1 g de corps gras.



Réactifs : Alcool éthylique ou isopropylique à 95%, neutralisé en présence de phénolphthaléine par la solution de KOH à 0,1 N. Solution aqueuse de KOH à 0,1 ou 1 N.

Matériel : Burette de 25 mL, Balance, Plaque chauffante.

b. Mode opératoire

Peser la prise d'essai et faire bouillir la quantité nécessaire d'alcool neutre puis la verser dans le bécher contenant la prise d'essai. Ajouter 1 mL de phénolphthaléine, agiter et titrer avec la solution de KOH jusqu'au virage rose de l'indicateur, coloration rose de la phénolphthaléine persistant durant au moins 10 secondes.

c. Expression des résultats

L'indice d'acide est calculé selon la relation suivante :

$$IA = \frac{56,1 \cdot N \cdot V}{P}$$

N : normalité de KOH. **56,1** : est la masse molaire, exprimée en gramme par mole, de KOH.

V : volume de la solution d'hydroxyde de potassium en mL.

P : masse de la prise d'essai, en gramme, indiquée dans le **tableau X**.

Tableau X : Poids de la prise d'essai.

Acidité présumée (%)	Prise d'essai (g)	Volume d'alcool (mL)	Normalité de KOH (N)
0 à 0,2	55	50	0,1
0,2 à 1	30	50	0,1
1 à 30	7	75	0,25
30 à 50	7	100	0,25 ou 1
50 et plus	3	100	1

III.2.5. Mesure de la viscosité

a. Objectif

La variation de la viscosité des huiles mises au contact des éprouvettes en PET à 20°C et 40°C est déterminée à l'aide d'un rhéomètre de type Vibro « Viscometer A&D SV10, Japon » fonctionnant selon le principe de vibration sinusoïdale (**Annexe I**).

b. Procédure expérimentale

La mesure est effectuée en plaçant environ 35 mL d'huile dans une cuve où elle subit des mouvements de vibrations grâce à deux plaques vibratoires menées d'une lame détectrice. La viscosité initiale est indiquée 15 secondes après avoir démarré la mesure. La surface de l'échantillon doit être ajustée au niveau du centre de la partie étroite des plaques de détection en réglant la hauteur du support élévateur. Avant et après chaque mesure, les lames du capteur à immerger dans l'échantillon sont nettoyées avec de l'eau distillée ou alcool dilué afin d'éliminer tout résidu. Lors de la mesure, pour assurer la stabilité des valeurs, l'environnement ambiant doit être exempt de vibrations et / ou de courants d'air.

III.3. Techniques d'analyse

Des techniques d'analyse physico-chimiques sont utilisées afin de mettre en évidence les interactions ayant lieu entre l'emballage en PET et l'huile alimentaire.

III.3.1. Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé et la mesure des longueurs d'onde absorbées et des intensités d'absorption. L'absorption d'une radiation infrarouge (IR) aura pour effet de faire vibrer la molécule en modifiant les angles et les longueurs des liaisons. On distingue deux modes de vibrations : vibrations d'élongation (ou allongement) et vibration de déformation. Ainsi, en détectant les vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, elle permet d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau. Cette technique de mesure permet d'identifier les modifications de structure chimique d'un matériau, notamment des évolutions de groupements fonctionnels (**Rouessac et al., 2004**).

Les analyses sont réalisées avec un spectrophotomètre « IRAffinity-1S 2008, Shimadzu, Japon », relié à un ordinateur. Les éprouvettes en PET sont directement placées dans le porte échantillon de l'appareil. L'analyse est effectuée dans un intervalle de nombres d'onde allant de 400 cm^{-1} à 4000 cm^{-1} avec une résolution de 4 cm^{-1} , en mode transmittance.

III.3.2. Analyse par spectroscopie Ultraviolet-Visible (UV-Vis)

Le spectre d'absorption d'un composé est obtenu en mesurant l'absorbance d'une solution du composé à différentes longueurs d'onde dans la région ultraviolette ou visible qui s'étend d'environ 200 à 800 nm. On y retrouve habituellement une ou deux bandes d'absorption maximum. On choisit la longueur d'onde d'absorption maximum pour faire le dosage du composé (**Boukhatem, 2019**).

L'huile de tournesol est d'abord diluée dans un solvant, hexane (**Annexe I**), qui présente une bonne affinité pour les huiles végétales afin de réduire la concentration et éviter la saturation du spectre. Un balayage dans la zone UV est réalisé dans le but d'identifier les bandes d'absorption caractéristiques de l'huile. Les échantillons dilués sont placés dans des cuves en quartz. L'appareil utilisé pour cette analyse est de marque « Thermo Scientific, Evolution 220, Etats-Unis ».

Chapitre IV

Résultats & Discussion

IV.1. Etude de la variation des propriétés physico-chimiques du système PET–Huile

IV.1.1. Taux de variation de la masse (TV) des éprouvettes en PET

La méthode la plus fréquemment utilisée pour évaluer l'interaction entre l'emballage alimentaire et son contenu est l'essai gravimétrique. Le simulant du produit alimentaire est soit évaporé ou éliminé (cas des huiles), et la substance résiduelle, ou le matériau après contact, est pondéré afin de calculer par soustraction, le taux de variation de masse (**Arvanitoyannis et Kotsanopoulos, 2014**). Les valeurs des taux de variation de masse des éprouvettes pendant 11 jours d'immersion sont récapitulées dans **Annexe II**. Ces taux de variations indiquent soit des pertes en masse (en signe moins converti en valeurs positives sur le graphe) ou bien des gains en masse. Un taux de variation positif peut indiquer un gonflement du volume de l'éprouvette dû à la sorption d'huile dans le PET et un taux de variation négatif indique une diffusion de substances initialement présentes dans le polymère vers l'huile (**Caner, 2018**). Il est à signaler aussi, qu'une augmentation de la masse peut être due à la présence de traces d'huile résiduelles à la surface des éprouvettes et la diminution peut être liée à une modification superficielle du PET (passage des débris produits lors de la coupe des éprouvettes vers l'huile).

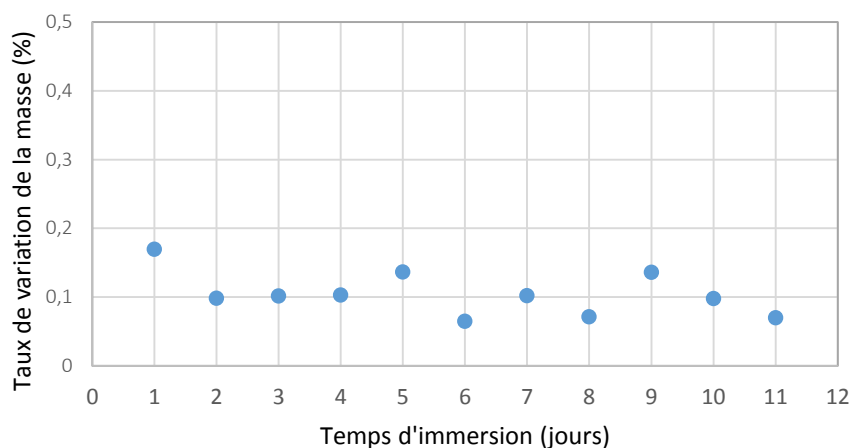


Figure 11 : Evolution de la masse des éprouvettes en PET en fonction du temps d'immersion dans l'huile à 20°C.

La **figure 11** représente le taux de variation des masses des éprouvettes en PET à 20°C. On note une très faible variation du taux de masse durant 11 jours d'immersion, avec des valeurs inférieures à 0,2%. Cette très faible variation indique que le PET n'a presque pas interagi avec l'huile à une température voisine de celle de l'ambiance et conserve ainsi sa stabilité dans ces conditions expérimentales. Donc, ces résultats traduisent la bonne résistance du PET au contact prolongé avec l'huile à température ambiante.

La **figure 12** représente les taux de variation des masses des éprouvettes en PET à 40°C.

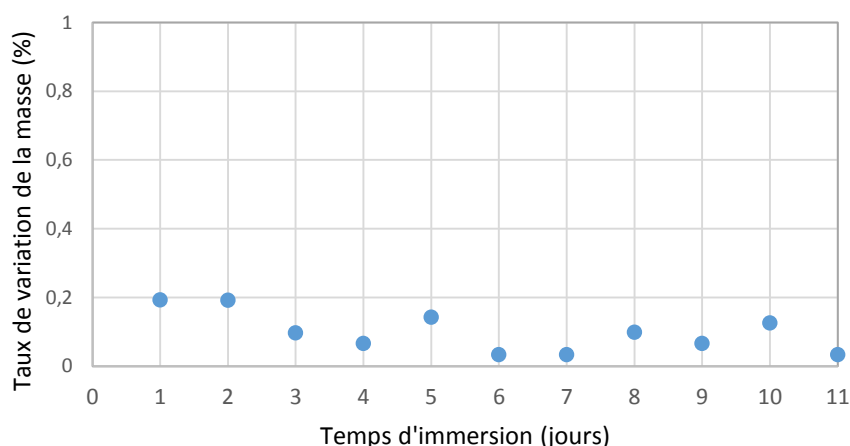


Figure 12 : Evolution de la masse des éprouvettes en PET en fonction du temps d'immersion dans l'huile à 40°C.

D'après la **figure 12**, nous constatons également une faible variation de la masse des éprouvettes qui atteint 0,2% dès les premiers jours puis fluctuent entre 0,04% et 0,2%. Cela indique que les effets de l'interaction du PET avec l'huile sont très limités même après 11 jours d'immersion. Ces résultats suggèrent que, malgré l'exposition prolongée du PET à l'huile chauffée à une température plus élevée que 20°C, le matériau ne subit pas de modifications de masse importantes.

La **figure 13** représente la variation de la masse des éprouvettes en PET dans l'huile chauffée à 40°C sous agitation.

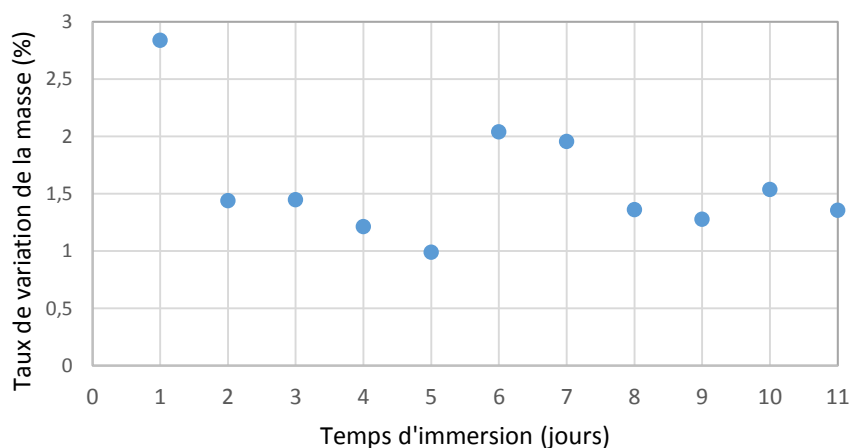


Figure 13 : Evolution de la masse des éprouvettes en PET en fonction du temps d'immersion dans l'huile à 20, 40°C et 40°C avec agitation

Le taux de variation est plus important au début (~3%), ensuite, une diminution du taux de variation est observée jusqu'au cinquième jour (1%), traduisant une possible stabilité mais on note une augmentation brusque du taux de variation au sixième jour (jusqu'à 2%) puis il diminue et augmente légèrement jusqu'au onzième jour. Ces résultats indiquent qu'il existe une certaine interaction entre le PET et l'huile chauffée à 40°C sous agitation.

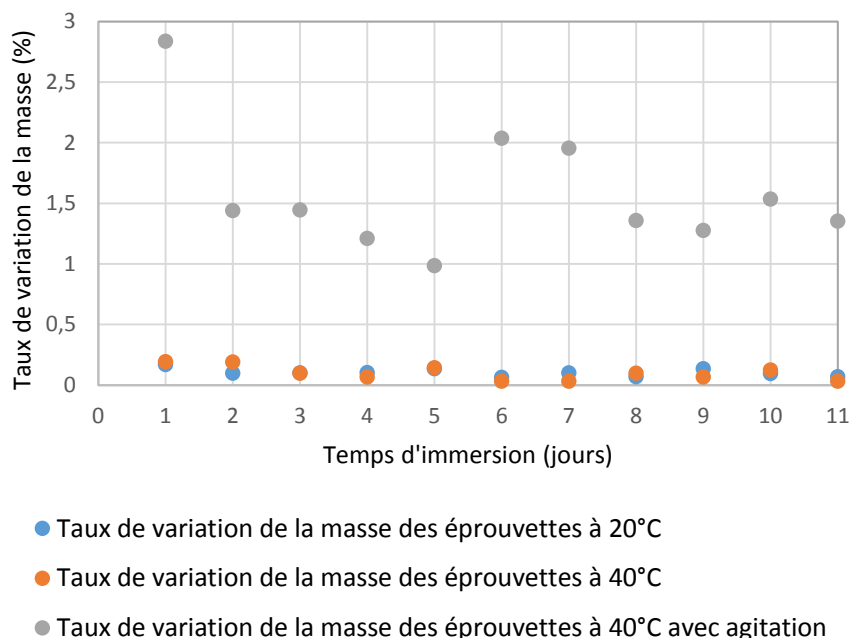


Figure 14 : Comparaison des taux de variations des masses des éprouvettes en PET en fonction de la température et de l'agitation.

La **figure 14** regroupe les résultats des taux de variation de masse des éprouvettes en PET immergées dans l'huile à 20°C et 40°C avec et sans agitation. On remarque que le taux de variation de masse est plus faible à 20°C, avec une stabilisation rapide, traduisant une interaction limitée entre le polymère et l'huile à température ambiante. Ce qui est favorable à son utilisation comme matériau d'emballage en milieu lipidique. A 40°C, la variation de masse est modérée, mais plus marquée qu'à 20°C. Enfin, l'agitation combinée à la chaleur accentue encore les phénomènes d'interaction et favorisent la diffusion des substances du PET vers l'huile par désorption (voir **Annexe II**).

Les résultats de ce test montrent clairement que c'est à 40°C avec agitation que la variation de masse est plus prononcée, dépassant 1% après plusieurs jours d'immersion, ce qui peut être dû aux transferts de matière entre l'huile et le PET. Cela démontre l'importance des conditions de stockage et de transport sur la stabilité des emballages en PET.

IV.1.2. Indice de peroxyde de l'huile au contact des éprouvettes en PET

Les valeurs des IP des huiles mises au contact des éprouvettes en PET à 20°C et 40°C avec et sans agitation pendant 1, 3, 7 et 11 jours sont rassemblées dans **Annexe II**. La figure ci-dessous montre les IP des huiles récupérées après immersion des éprouvettes.

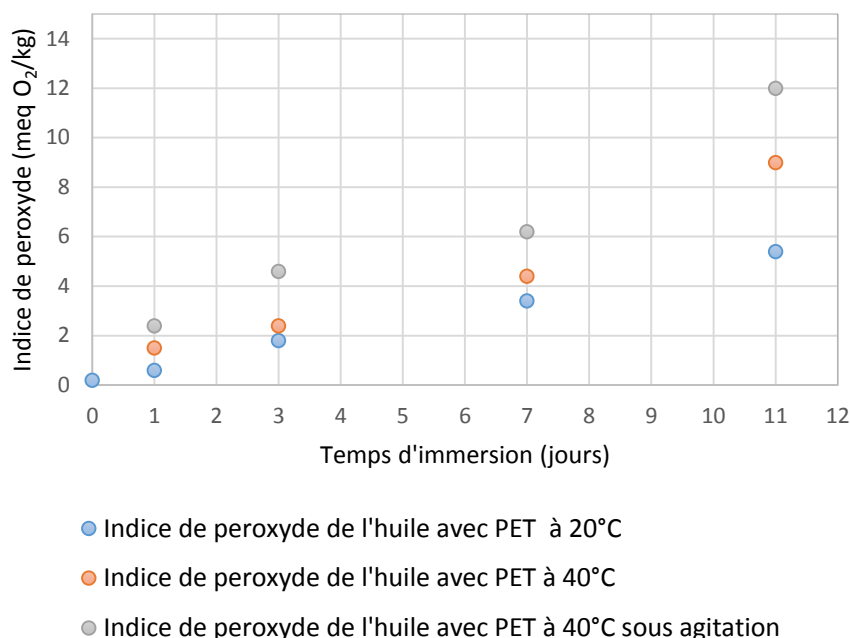


Figure 15 : Comparaison des indices de peroxyde des éprouvettes en PET en fonction de la température et de l'agitation.

La valeur initiale de l'indice de peroxyde de l'huile testée est très basse, elle est de 0,2 meq O₂/kg propre à une huile de consommation. On constate que l'IP reste relativement faible à 20°C, avec une légère augmentation au fil du temps jusqu'à atteindre 5,4 meq O₂/kg après 11 jours d'immersion, indiquant une oxydation limitée de l'huile dans ces conditions. En revanche, à 40°C sans agitation, l'IP augmente de manière plus marquée (9 meq O₂/kg après 11 jours) ce qui traduit une accélération de l'oxydation due à la température élevée. L'effet est encore plus accentué à 40°C avec agitation, où l'indice de peroxyde atteint 12 meq O₂/kg après 11 jours. Cette forte augmentation peut s'expliquer par l'activation des phénomènes de dégradation oxydative en présence de chaleur et de mouvement. Ces résultats indiquent que les conditions de stockage dynamique et à haute température peuvent fortement compromettre la stabilité oxydative des huiles végétales en contact avec les emballages en PET. Par rapport à la norme suivie dans l'entreprise (15 meq O₂/kg maximum) on peut dire que l'IP mesuré pour toutes les huiles se situe dans la limite autorisée. Cependant, les deux normes (**Codex Alimentarius ; JOCE 2000/C 312**) fixent sa valeur à 10 meq O₂/kg ce qui exclue l'huile chauffée à 40°C sous agitation. En plus les huiles végétales fraîches ont des IP inférieurs à 10 meq O₂/kg.

Les huiles dont l'indice de peroxyde est supérieur à 9 meq O₂/kg causent des problèmes de santé indésirables. Par conséquent, elles ne doivent pas être produites et certaines réglementations doivent être respectées pour la vente d'huiles de cuisson fortement oxydées. En général, les huiles dont les IP sont supérieurs à 10 meq O₂/kg sont considérées comme moins stables et ont une courte durée de conservation (**Konuskan et al., 2019**).

IV.1.3. Indice d'acide de l'huile au contact des éprouvettes en PET

Les valeurs de IA des huiles contenant les éprouvettes en PET pendant 1, 3, 7 et 11 jours à 20°C et 40°C avec et sans agitation sont présentées dans **Annexe II**.

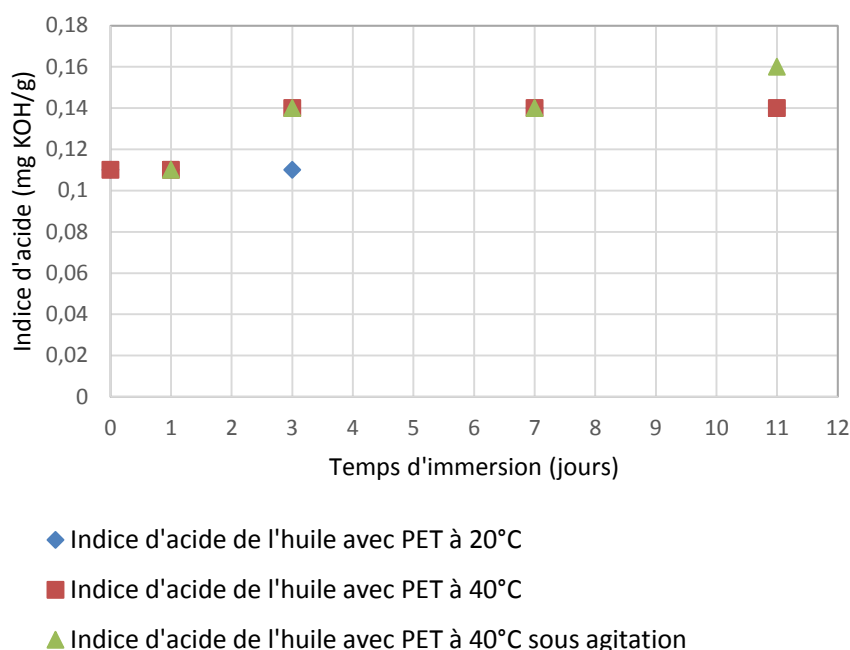


Figure 16 : Comparaison des indices d'acide des éprouvettes en PET en fonction de la température et de l'agitation.

Les résultats de la **figure 16** montrent que l'indice d'acide n'a pas beaucoup changé par rapport à la valeur initiale (0,11 mg KOH/g) mais qu'un changement est observé le dernier jours d'immersion du PET dans l'huile chauffée à 40°C sous agitation (0,16 mg KOH/g). L'agitation assure la dispersion de l'huile autour des éprouvettes et par conséquent elle favorise le transfert de matière entre les deux éléments. En effet, certains acides gras, se décomposent sous l'action de la chaleur, ce qui entraîne une augmentation de l'acidité (**Alhadithi et al., 2025**). La réglementation des huiles végétales (**Codex Alimentarius ; JOCE 2000/C 312**) a fixé l'index d'acide de l'huile à 0,6 mg de KOH/g donc les valeurs obtenues dans ce travail se situent dans les limites autorisées.

IV.1.5. Viscosité de l'huile au contact des éprouvettes en PET

Les données ci-dessous montrent la viscosité de l'huile après 1, 3, 7 et 11 jours de contact avec les éprouvettes en PET à 20°C et 40°C avec et sans agitation.

Tableau XI : Résultats de la mesure de viscosité.

PET–Huile à 20°C					
Temps (jours)	0	1	3	7	11
Viscosité (mPa.s)	69,6	63,2	66,5	65,6	65,4
PET–Huile à 40°C					
Temps (jours)	0	1	3	7	11
Viscosité (mPa.s)	38,5	63,5	64,4	65,6	67
PET–Huile à 40°C sous agitation					
Temps (jours)	0	1	3	7	11
Viscosité (mPa.s)	38,5	55,8	64,8	65,5	67,5

La viscosité initiale de l'huile est de 69,6 mPa.s à 20°C et 38,5 mPa.s à 40°C. Ces valeurs sont conformes avec celles rapportées dans la littérature, 50 et 80 mPa.s à 20°C, et diminue jusqu'à 6 à 8 mPa.s à 100°C (Ollé, 2002, Khairuddin *et al.*, 2024 ; Alhadithi *et al.*, 2025).

Les huiles portées à 20°C contenant le PET présentent des viscosités comprises entre 63,2 et 66,5 mPas, ces valeurs sont légèrement inférieures à la valeur initiale. La stabilité des mesures indique que, dans ces conditions, le fluide maintient une viscosité relativement élevée et presque constante. Pour les échantillons d'huile chauffée à 40°C avec et sans agitation, la viscosité a augmenté de façon marquée par rapport à la valeur initiale, et atteint la valeur de 67 mPas. Cette hausse importante suggère une interaction significative entre le PET et l'huile sous l'effet combiné de la chaleur et de l'agitation bien que la température seule semble suffisante pour entraîner des changements notables dans la viscosité. A 20°C, la viscosité de l'huile est presque stable pendant toute la durée d'immersion, tandis qu'à 40°C, une augmentation marquée de la viscosité est constatée. Effectivement, la viscosité de l'huile de tournesol diminue en fonction de l'insaturation ainsi qu'avec le chauffage et augmente avec l'oxydation (Ollé, 2002). Donc, les résultats obtenus suggèrent que l'immersion des éprouvettes en PET dans l'huile chauffée à 40°C a provoqué l'oxydation de celle-ci et par conséquent une augmentation de sa viscosité (prise en masse).

IV.1.6. Taux de rétraction

Les moyennes des dimensions initiales et finales dans les deux sens de la longueur et transversal des éprouvettes avant (**D₀**) et après interaction avec l'huile maintenue à 20°C (**D₁**), chauffée à 40°C (**D₂**) et chauffée à 40°C avec agitation (**D₃**) sont présentées dans **Annexe II**.

Le pourcentage de réduction dimensionnelle et le retrait des éprouvettes sont exprimées sous forme de taux de rétraction et les résultats de calcul de ces taux dans le sens longitudinal (Long.) et transversal (Transv.) sont regroupés dans le **tableau XII**.

Tableau XII : Résultats du test de rétraction.

Eprouvette PET	D₀		D₁		D₂		D₃	
Taux de rétraction (%)	<i>Long.</i>	<i>Transv.</i>	<i>Long.</i>	<i>Transv.</i>	<i>Long.</i>	<i>Transv.</i>	<i>Long.</i>	<i>Transv.</i>
	30,29	32,64	26,56	34,21	26,29	21,62	29,88	32,43

D'après le **tableau XII**, nous remarquons que le taux de rétraction de chaque éprouvette varie dans les deux sens et diffère d'une éprouvette à une autre selon les conditions d'immersion de chacune d'elle dans l'huile. Donc, cette différence dépend des propriétés de chaque éprouvette qui sont modifiées sous l'action de la chaleur.

Les résultats du test thermique de retrait montrent pour les éprouvettes D₀ et D₁, des valeurs du taux de rétraction les plus élevées que ce soit dans le sens longitudinal ou transversal. Tandis que les éprouvettes D₂ et D₃, présentent des valeurs des taux de rétraction longitudinal et transversal inférieures. Donc, l'éprouvette en PET immergée dans l'huile à 20°C possède une même stabilité dimensionnelle que l'éprouvette en PET non immergée dans l'huile et se contractent mieux que les éprouvettes en PET immergées dans l'huile chauffée et agitée. En général, un film plastique avec un taux de rétraction plus élevé est préférable, car il permet un emballage plus serré et sécurisé, offrant une meilleure protection des produits pendant le transport et le stockage. La diminution du taux de rétraction dans le cas des éprouvettes immergées dans l'huile chauffée et agitée peut être due à la variation de leur épaisseur et de leur structure sous action de la température et de l'agitation.

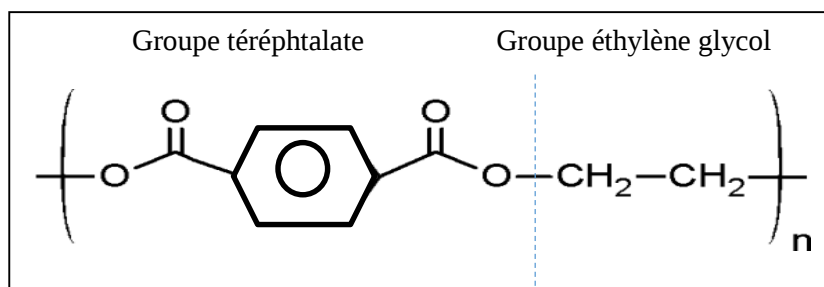
IV.2. Etude de l'interaction PET–Huile par spectroscopie IR et UV-Visible

IV.2.1. Spectres Infrarouge

a. Structure chimique du PET

La structure du polyéthylène est formée par la combinaison de deux monomères :

Acide téréphthalique $\text{HOOC}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COOH}$; **Ethylène glycol** : $\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$



Le PET est constitué d'unités répétitives de groupes éthylènes et téréphthalates reliées entre elles par des liaisons esters. Le PET est un polyester semi-aromatique, à enchaînements para.

D'après la littérature, les différentes bandes d'absorption infrarouge correspondantes au polymère PET sont listés dans le **tableau XIII** (Edge *et al.*, 1996 ; Silverstein *et al.*, 2005 ; Chen *et al.*, 2013 ; Santos Pereira *et al.*, 2017 ; Bhattarai *et al.*, 2024).

Tableau XIII : Groupes fonctionnels caractéristiques de la structure générale du PET.

<i>Bandes d'absorption</i>	<i>Groupes fonctionnels correspondants</i>
3432 et 3412 cm^{-1}	groupes OH (hydroxyle)
3054, 2969, 2908 et 2850 cm^{-1}	liaisons CH, CH_2 et CH_3
2100, 2350 cm^{-1}	déformation de la liaison $\text{C}=\text{O}$
1730 cm^{-1}	élongation du groupe $\text{C}=\text{O}$ d'acide carboxylique
1577 et 1504 cm^{-1}	vibrations du cycle aromatique avec élongation $\text{C}=\text{C}$
1453, 1410 et 1342 cm^{-1}	modes vibrationnels des liaisons C-O, O-H et des liaisons C-H d'éthylène glycol
1240 et 1124 cm^{-1}	groupe téréphthalate ($\text{OOC}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}$)
1096 et 1050 cm^{-1}	groupe méthylène et vibrations de la liaison ester C-O
972, 872 et 848 cm^{-1}	cycles aromatiques 1, 2, 4, 5 ; tétra substitué
1960 et 795 cm^{-1}	élongations C-H aromatiques et vibrations impliquant les atomes d'hydrogène adjacents dans les composés para-substitués
712 cm^{-1}	interaction des groupes esters polaires et des cycles benzéniques

Les analyses FTIR ont permis d'identifier les groupes fonctionnels présents dans la structure du PET. La **figure 17** montre le spectre IR d'une éprouvette en PET découpée à partir du corps de la bouteille. Dans le cas de la bouteille en PET, de nombreuses bandes moyennes et faibles sont attribuées à la configuration des chaînes et sont sensibles à la nature amorphe, orientée ou cristalline de l'échantillon **Chen et al., 2013**).

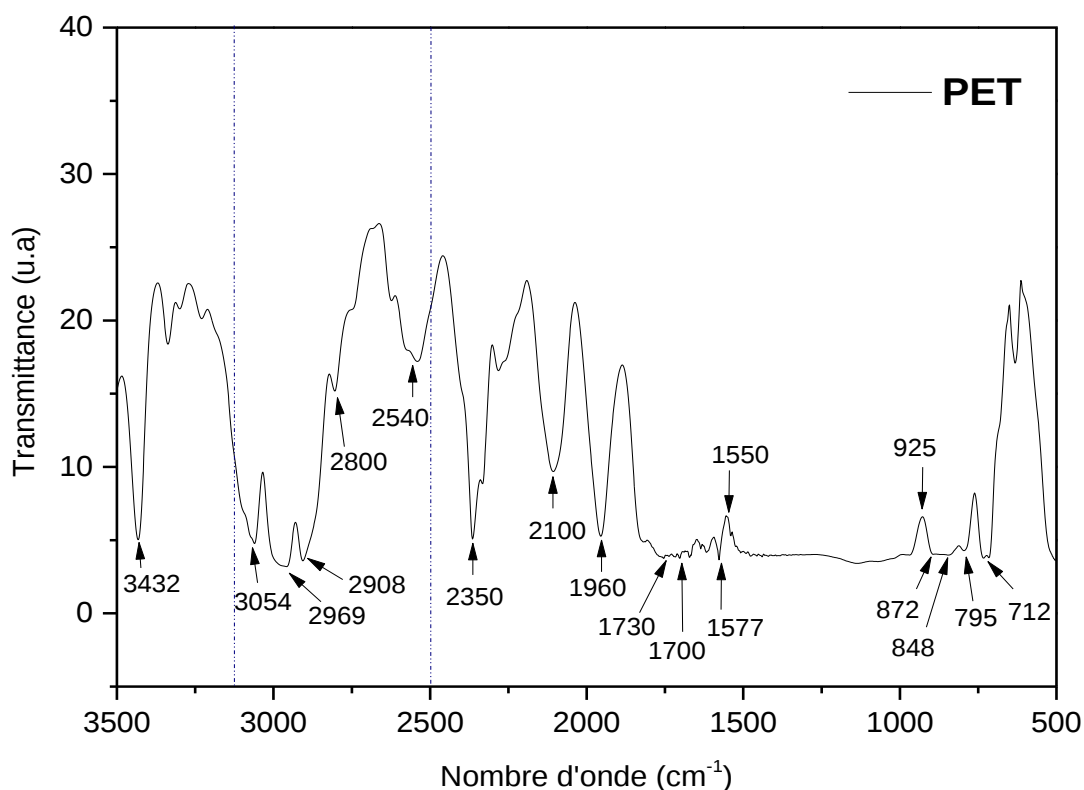


Figure 17 : Spectre IR de l'éprouvette en PET.

Dans la **figure 17** et en se référant au **tableau XIII**, on observe les bandes caractéristiques des liaisons OH et CO de l'acide carboxylique entre 2500 et 3100 cm^{-1} (OH d'alcool lié), à 1700 cm^{-1} (liaison C=O) et à 1342 cm^{-1} (liaison C-O). La bande à 2800-3100 cm^{-1} est attribuée aux liaisons CH aromatiques et aliphatiques. De plus, les bandes relatives à l'élongation du groupe C=O et les la liaison C=C du cycle aromatique sont observées respectivement à 1730 et 1577 cm^{-1} . La bande large à 925-1550 cm^{-1} caractérise les modes vibrationnels des liaisons C-H de l'éthylène glycol, l'élongation du groupe ester, groupe méthylène et les vibrations de la liaison ester C-O. La bande d'absorption situées à 848-872 cm^{-1} est caractéristique des cycles aromatiques substitués. La bande à 1960 et le faible épaulement situé à 795 cm^{-1} sont liées au nombre d'hydrogène du cycle aromatique. La bande d'absorption à 712 cm^{-1} caractérise les composés aromatiques et la bande située à 3432 cm^{-1} correspond aux groupes hydroxyles. Les bandes à 2100 et 2350 sont attribuées à la déformation de la liaison C=O.

b. Effet du temps de contact PET–Huile

Les **figures 18, 19 et 20** montrent les spectres IR des éprouvettes en PET avant (0 jour) et après immersion dans l'huile pendant, 1, 3, 7, et 11 jours à 20°C, 40°C et 40°C avec agitation. La modification de la structure du PET suite à son immersion dans l'huile pendant 11 jours peut être illustrée par des changements au niveau de l'intensité, la largeur et la position des bandes d'absorption ou encore par apparition de nouvelles bandes. Toute modification de la structure du réseau du PET influence directement les liaisons ($=CO$, $-CHO$, $-OH$, etc.) du PET (**Prasad et al., 2011**). Cette modification influe par affaiblissement ou renforcement de la liaison correspondant à un groupe fonctionnel. En fait, l'affaiblissement et le renforcement d'une liaison décalent le nombre d'onde du pic d'absorption correspondant vers des valeurs respectivement plus basses et plus élevées. La variation d'intensité d'une bande d'absorption correspondant à un groupe fonctionnel donnée est corrélée à sa proportion dans le matériau (**Prasad et al., 2011**).

D'après la **figure 18**, le spectre IR des éprouvettes en PET immergées dans l'huile à 20°C pendant 11 jours n'illustre aucune différence significative de ses bandes d'absorption.

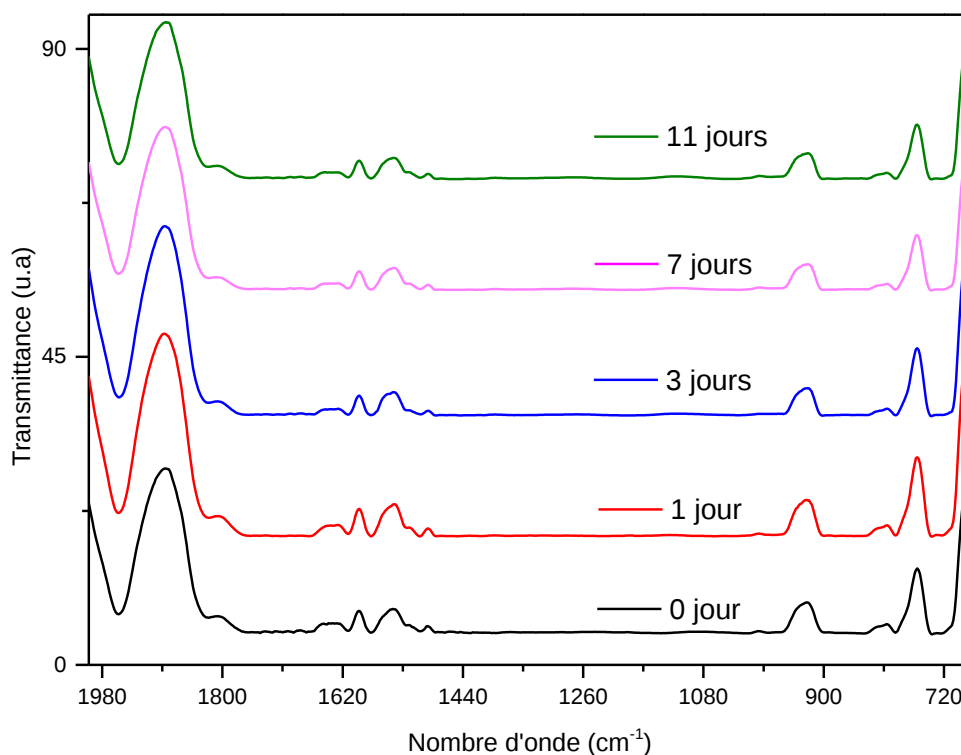


Figure 18 : Spectres IR des éprouvettes en PET immergées dans l'huile à 20°C pour des temps d'immersion allant de 0 à 11 jours.

Nous observons un changement de la forme du spectre des éprouvettes immergées dans l'huile chauffée à 40°C avec et sans agitation (**figures 19 et 20**).

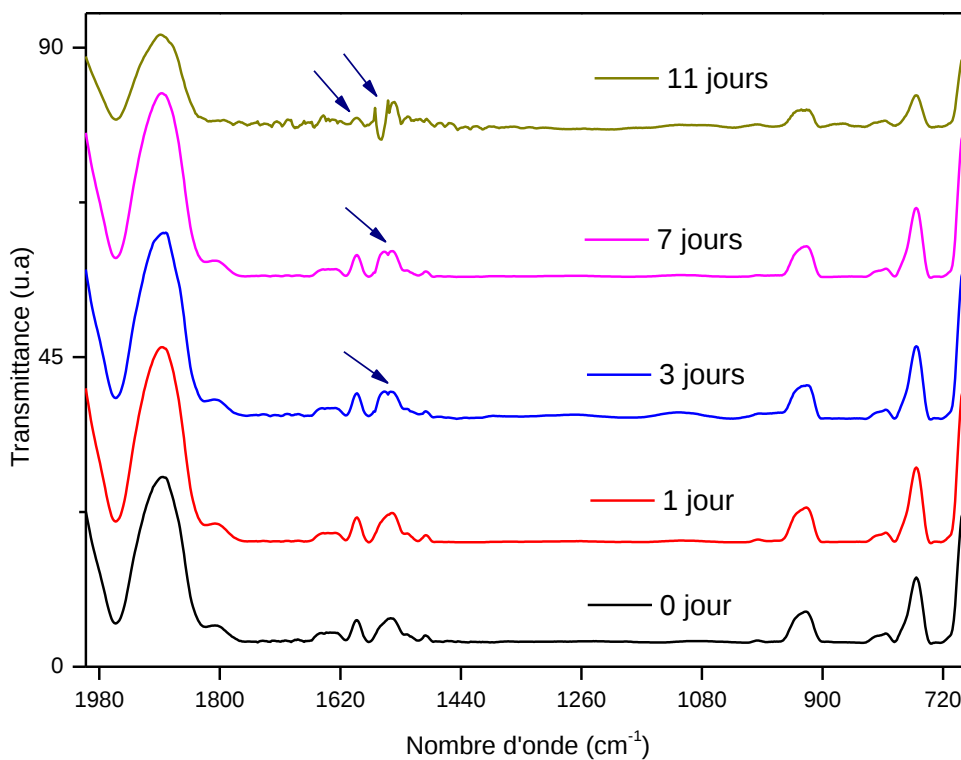


Figure 19 : Spectres IR des éprouvettes en PET immergées dans l'huile à 40°C pour des temps d'immersion allant de 0 à 11 jours.

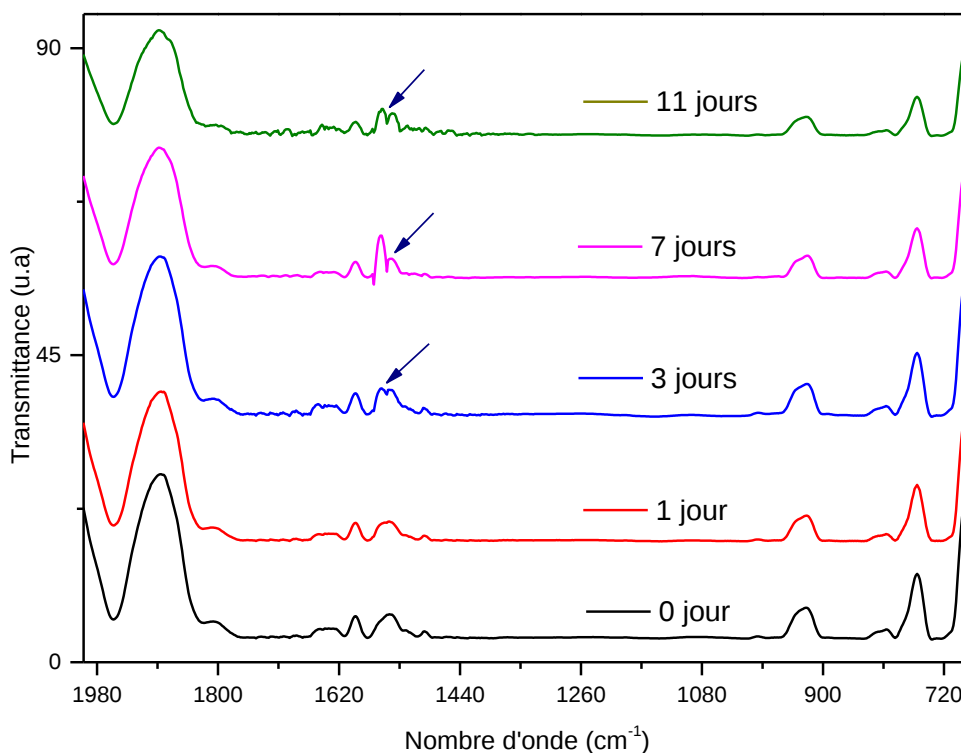


Figure 20 : Spectres IR des éprouvettes en PET immergées dans l'huile à 40°C avec agitation pour des temps d'immersion allant de 0 à 11 jours.

Contrairement aux spectres IR des éprouvettes mises au contact d'huile portée à 20°C, les éprouvettes immergées dans l'huile chauffée à 40°C montrent une diminution de l'intensité des bandes situées à 1577 cm⁻¹, 1960 cm⁻¹, et 700-730 cm⁻¹ avec développement d'un petit pic d'absorption à 1530-1579 cm⁻¹ à partir du troisième jour.

La **figure 20** représente des changements similaires mais plus accentués dans la forme et les intensités relatives aux bandes principales du spectre IR des éprouvettes immergées dans l'huile à 40°C sous agitation. L'intensité de toutes les bandes enregistrées dans ce spectre diminue progressivement avec le temps d'immersion dans l'huile.

c. Effet de la température et de l'agitation de l'huile

Les **figures 21, 22, 23 et 24** montrent les spectres IR superposés des éprouvettes immergées dans l'huile non chauffée et chauffée avec et sans agitation en considérant pour chaque figure un même temps d'immersion (1, 3, 7 et 11 jours). D'après les **figures 21, 22 et 23** pour des temps d'immersion respectivement de 24 heures, 3 et 7 jours, le chauffage de l'huile à 40°C n'a pas une influence significative sur le spectre IR des éprouvettes en PET par rapport à l'huile portée à 20°C puisque leurs spectres se coïncident. En revanche, le spectre des éprouvettes immergées dans l'huile chauffée à 40°C et maintenue sous agitation présente des bandes d'absorption plus intenses.

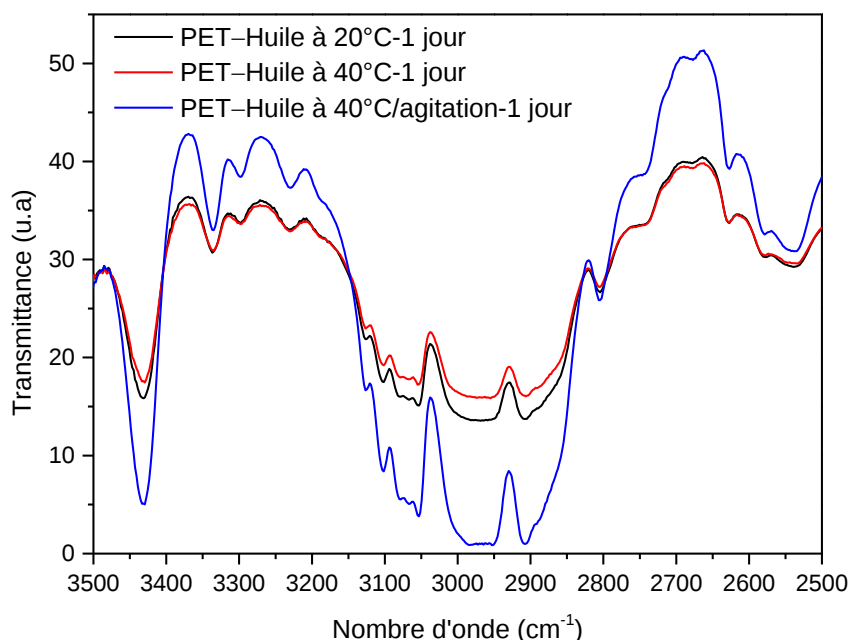


Figure 21 : Spectres IR des éprouvettes en PET immergées dans l'huile à 20°C, 40°C et 40°C avec agitation pendant 1 jour.

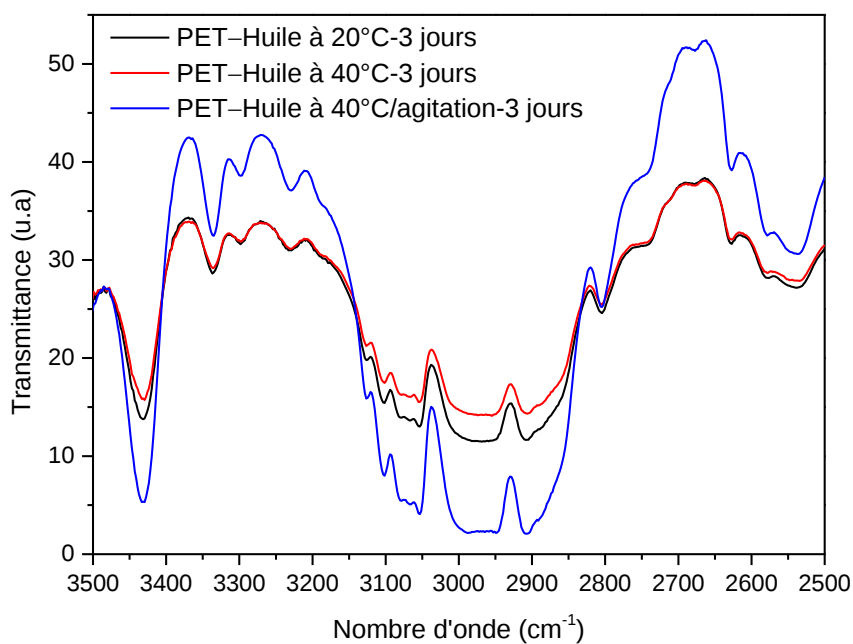


Figure 22 : Spectres IR des éprouvettes en PET immergées dans l'huile à 20°C, 40°C et 40°C avec agitation pendant 3 jours.

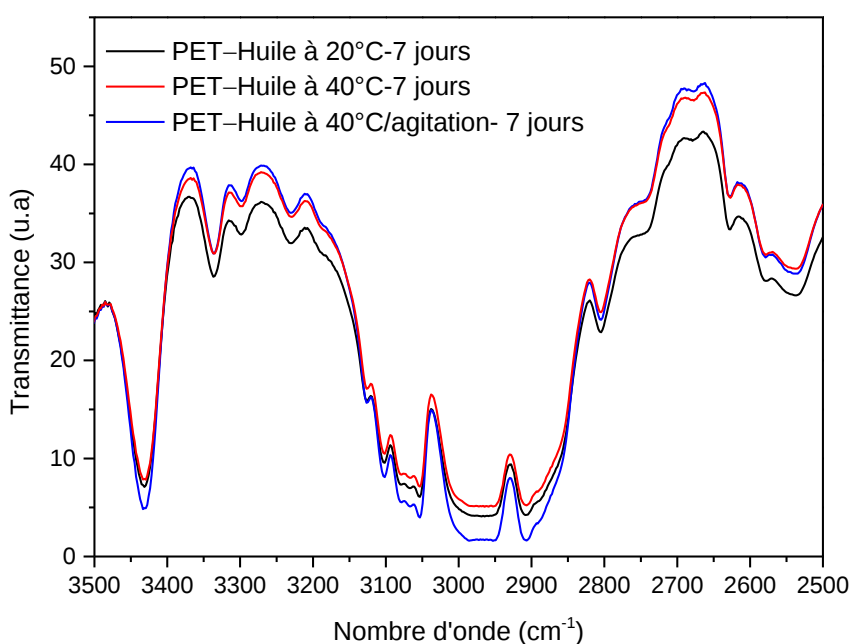


Figure 23 : Spectres IR des éprouvettes en PET immergées dans l'huile à 20°C, 40°C et 40°C avec agitation pendant 7 jours.

Après 7 et 11 jours de contact PET-Huile (**figures 23 et 24**) nous remarquons une augmentation de l'intensité des bandes du spectre de l'huile chauffée par rapport à l'huile portée à la température de 20°C. Nous pouvons aussi noter une diminution des bandes d'absorption des éprouvettes immergées dans l'huile chauffée à 40°C sous agitation.

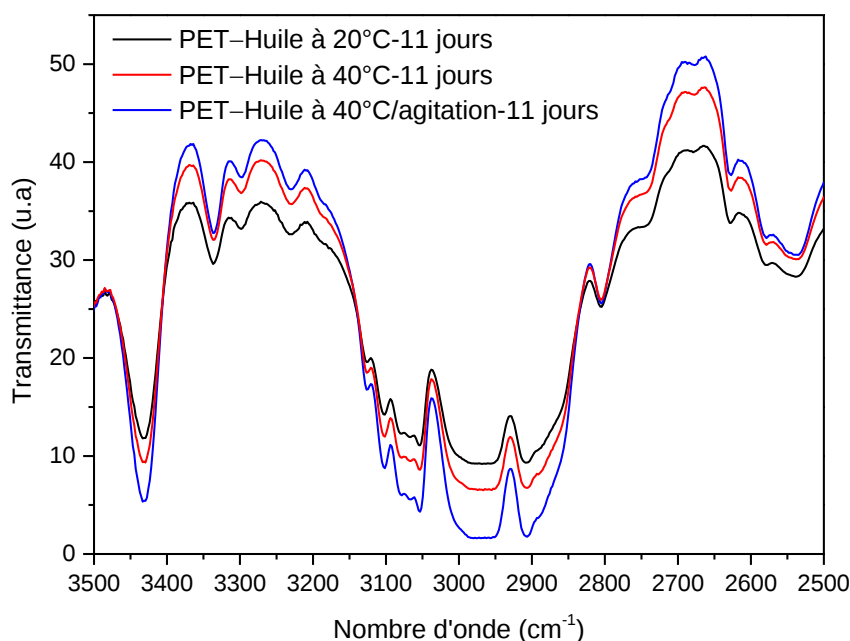


Figure 24 : Spectres IR des éprouvettes en PET immergées dans l'huile à 20°C, 40°C et 40°C avec agitation pendant 11 jours.

La variation de l'intensité des bandes relatives aux éprouvettes immergées dans l'huile chauffée à 40°C avec et sans agitation par rapport aux éprouvettes mises en contact avec l'huile à 20°C peut être due au phénomènes de sorption et désorption que nous avons démontrés en-dessus. Cette variation est marquée dans le cas de éprouvettes immergées dans l'huile chauffée et agitée. Dans le domaine 2500-3500 cm^{-1} , la variation de l'intensité des bandes des OH et CH indique la présence de certains composés de l'huile (acides gras, etc) dans la structure des éprouvettes en PET.

En analysant le spectre FTIR dans la région 600-2000 cm^{-1} , nous pouvons voir que toutes les éprouvettes ont les mêmes bandes d'absorption ce qui implique qu'elles présentent toutes les mêmes groupes fonctionnels. Cependant, dans le cas des éprouvettes immergées dans l'huile chauffée avec et sans agitation pendant 7 et 11 jours leur spectres diffèrent par l'apparition d'un petit pic près de 1545 cm^{-1} . Dans la région 2500-3500 cm^{-1} la bande d'absorption à 3432 cm^{-1} et celle entre 2800-3100 cm^{-1} sont significativement intenses dans le cas des éprouvettes immergées dans l'huile chauffée et agitée, notamment, durant les 3 premiers jours. La bande d'absorption à 3432 correspond au groupe hydroxyle présent dans les monomères et les oligomères (**Chinchillas et al., 2019**) et la bande entre 2800-3100 est attribuée aux liaisons CH aromatiques et aliphatiques associées à une élimination ou modification de la structure de l'éthylène glycol et du cycle aromatique (**Bhattarai et al., 2024**).

Le chauffage et l'agitation sont des paramètres qui peuvent induire une dégradation, y compris une coupure de chaîne d'un polymère. De plus, ces modifications au niveau des bandes d'absorption peuvent être associées à un changement de cristallinité (**Bhattarai et al., 2024**). Donc nous pouvons supposer que la diminution de l'intensité des bandes d'absorption des éprouvettes immergées dans l'huile chauffée et agitée est due à une réduction de leur cristallinité et ductilité. D'ailleurs, par un simple test au toucher de ces éprouvettes, nous avons constaté qu'elles sont devenues moins rigides.

IV.2.2. Spectres UV-Visible

Dans la **figure 25** sont présentés les 2 spectres UV de l'huile de tournesol portée à 20°C et 40°C.

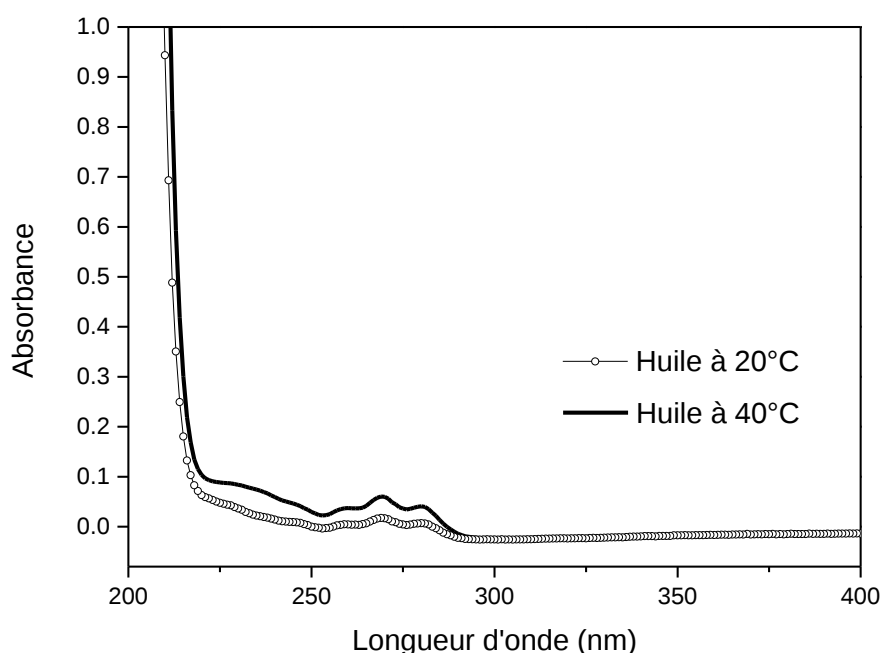


Figure 25 : Spectres UV de l'huile de tournesol à 20°C et 40 °C.

D'après **Machate et al., 2022** deux principales régions d'absorption sont distinguées : 223-236 nm, 250-400 nm. La première bande d'absorption est attribuée aux phytostérols et aux tocophérols. La seconde zone correspond aux acides gras insaturés (acides linoléique et oléique). L'interaction de l'huile de tournesol avec le PET peut être illustrée par spectroscopie UV-Visible, qui permet de détecter les produits de dégradation, tels que les composés carbonylés, par comparaison des spectres UV-Visible de l'huile seule et de l'huile mise au contact du PET. L'observation des changements d'absorbance dans des régions de longueurs d'onde spécifiques permet d'évaluer l'impact du PET sur l'huile.

Lorsque l'huile de tournesol s'oxyde, les acides gras insaturés sont transformés en hydroperoxydes par fixation d'oxygène dans la chaîne aliphatique lipidique (**Dridi, 2016**).

Les **figures 26** et **27** montrent que les échantillons d'huile au contact du PET à 20 et 40 °C pendant 1, 3, 7 et 11 présentent des valeurs maximales d'absorption à 232 nm et 270 nm spécifiques aux produits d'oxydation primaires et secondaires, tels que les peroxydes, les cétones, les acides et les aldéhydes (**Oetterer et al., 2006**).

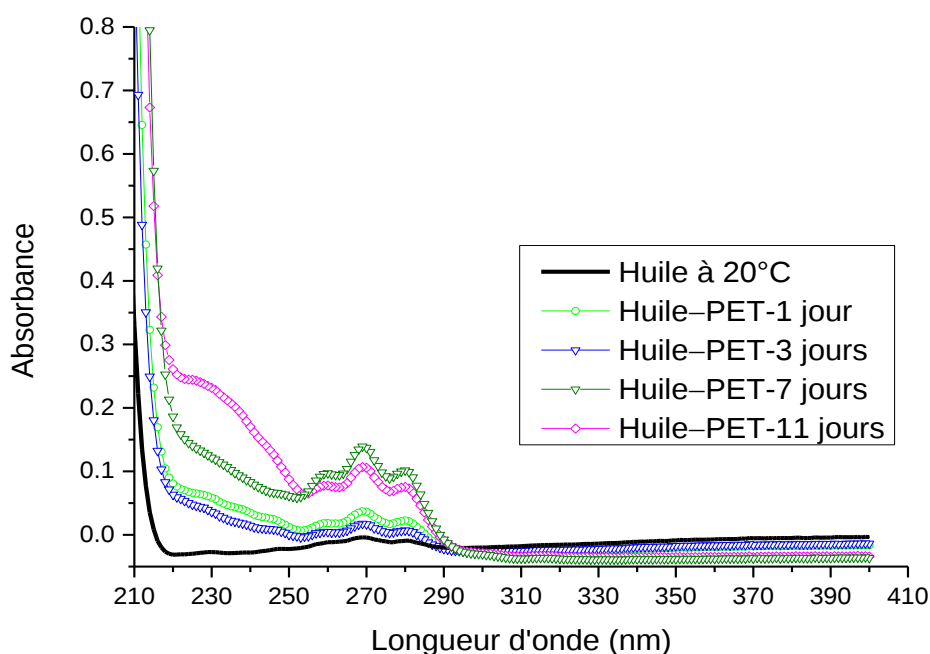


Figure 26 : Spectres UV de l'huile de tournesol après contact avec le PET à 20°C.

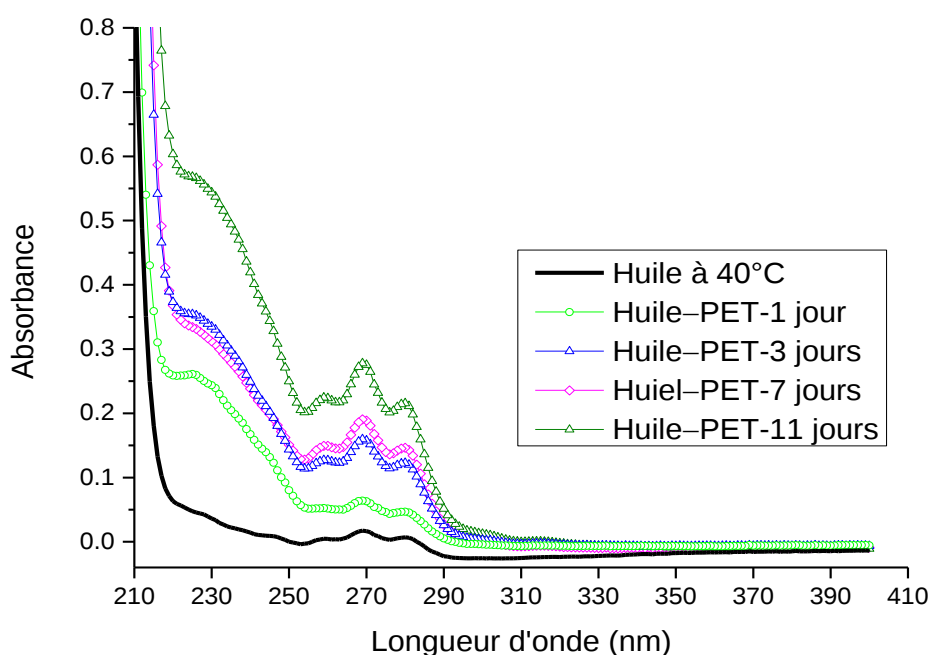


Figure 27 : Spectres UV de l'huile de tournesol après contact avec le PET à 40°C.

Les variations des absorbances pour les différents temps d'immersion, 1, 3, 7 et 11 jours, des éprouvettes en PET sont clairement visibles dans le cas des huiles portées à 40°C avec et sans agitation (**figures 27 et 28**).

Par exemple, de la **figure 28**, il est observé que l'absorbance maximale de l'huile seule à 40°C et de l'huile au contact du PET à 40°C avec agitation pendant 1 jour, 3, 7 et 11 jours sont respectivement de 0,03 ; 0,25 ; 0,33 ; 0,4 et 0,58 à 230 nm et de 0,019 ; 0,12 ; 0,12 ; 0,14 et 0,16 à 270 nm. Ces longueurs d'onde sont attribuées à des groupements carbonyles ou composés carbonylés. De manière générale, on note une augmentation de l'absorbance avec l'élévation du temps d'immersion sauf dans le cas de l'huile à 20°C où les spectres se confondant durant les 3 premiers jours puis évoluent légèrement.

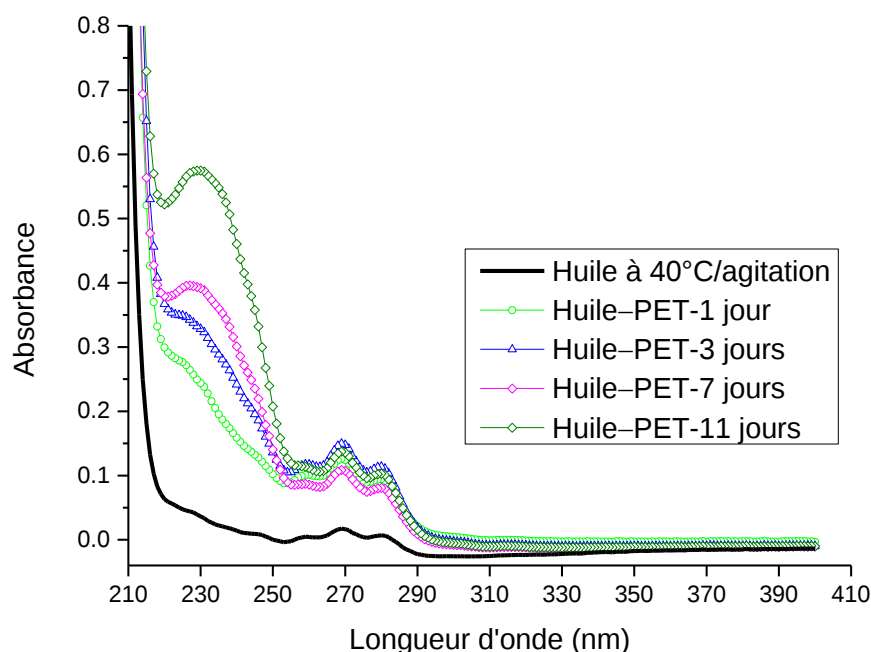


Figure 28 : Spectres UV de l'huile de tournesol après contact avec le PET à la température de 40°C sous agitation.

Ces résultats sont en accord avec l'évolution des indices de peroxyde mesurés. Cependant, il est important de s'assurer que l'oxygène n'est pas le facteur limitant de la réaction d'oxydation. D'après **McClements et Decker**, l'oxygène est environ trois fois plus soluble dans les huiles que dans l'eau, et donc il y a toujours une quantité d'oxygène suffisante dans l'huile pour assurer l'oxydation des lipides.

Les résultats des analyses de spectroscopies FTIR et UV-visible suggèrent qu'il y a un phénomène de transfert de masse entre le PET et l'huile de tournesol qui est accentué par l'effet de la température et du processus d'agitation du système PET-Huile.

Conclusion

En conclusion, cette étude démontre que les emballages en PET, bien qu'efficaces pour le conditionnement de l'huile de tournesol, ne sont pas inertes et peuvent interagir avec leur contenu sous certaines conditions et entraîner ainsi des modifications de leurs propriétés physico-chimiques. Ces interactions, bien que faibles, peuvent compromettre à la fois la qualité de l'huile et l'intégrité de l'emballage. Il est donc essentiel d'optimiser les conditions de stockage et de manutention (température, agitation, durée) afin de minimiser ces effets et garantir la sécurité et la qualité des produits alimentaires.

Les tests d'immersion ont révélé des variations de masse minimales tout au long du temps d'immersion qui, à 20°C et 40°C, sont négligeables par rapport aux éprouvettes immergées dans l'huile à 40°C sous agitation. Donc un transfert de substances entre le PET et l'huile ne peut avoir lieu que sous des conditions agressives (effet combiné de la température et de l'agitation). Ce qui démontre l'impact des facteurs environnementaux et des contraintes mécaniques sur la stabilité du système emballage-contenu.

Les analyses des indices de peroxyde et d'acide ont montré que l'huile subit une oxydation progressive au contact du PET, particulièrement notable à 40°C avec agitation et après 11 jours. Bien que ces valeurs restent dans les limites normatives, elles soulignent l'importance de contrôler les conditions de stockage pour préserver la qualité de l'huile.

Les résultats de mesure de la viscosité suggèrent aussi que l'immersion des éprouvettes en PET dans l'huile chauffée à 40°C a provoqué son oxydation illustrée par l'augmentation de sa viscosité.

La diminution du taux de rétraction dans le cas des éprouvettes immergées dans l'huile chauffée et agitée peut être due à la variation de leur épaisseur et de leur structure sous action de la température et de l'agitation.

Les spectres IR et UV-Visible ont mis en lumière des altérations au niveau des groupes fonctionnels du PET et des composés de l'huile, indiquant des interactions chimiques potentielles. Ces modifications sont plus prononcées sous l'effet combiné de la température et de l'agitation.

Comme perspectives et afin de compléter ce travail, il est recommandé de faire une analyse par chromatographie en phase gazeuse et en couche mince pour mieux analyser les interactions, prolonger la durée de contact au-delà de 11 jours pour simuler des conditions de stockage plus proches de la réalité industrielle, et compléter l'étude par des analyses sensorielles pour évaluer l'impact du contact sur la qualité organoleptique de l'huile.

Références bibliographiques

A

Alhadithi, H.J.M., Khashan, B.A. and Morgab, M.A.H. 2025. Study of the physical and chemical properties and essential fatty acids of sun flower oil used for frying for a period of (1-5) hours. *Journal of Neonatal Surgery*, 14: 704–711.

Arianto, A. and Cindy, C. 2019. Preparation and evaluation of sunflower oil nano emulsion as a sunscreen. *Macedonian Journal of Medical Sciences*, 7: 3757–3761.

Arvanitoyannis, I.S. and Bosnea, L. 2004. Migration of substances from food packaging materials to foods. *Critical reviews in food science and nutrition*, 44: 63–76.

Arvanitoyannis, I.S. and Kotsanopoulos, K.V. 2014. Migration phenomenon in food packaging. Food-package interactions, mechanisms, types of migrants, testing and relative legislation-A review. *Food and Bioprocess Technology*, 7: 21–36.

B

Bach, C. 2011. Evaluation de la migration des constituants de l'emballage en poly (éthylène téréphtalate) (PET) vers l'eau, des facteurs d'influence et du potentiel toxique des migrants. Thèse de Doctorat en Chimie. Institut National Polytechnique de Lorraine, France.

Bhattarai, B., Kusano, Y., Cederberg, TL., Jensen, L.K., Granby, K., and Pedersen, GA. 2024. Chemical characterization of virgin and recycled polyethylene terephthalate films used for food contact applications. *European Food Research and Technology*, 250: 533–545.

Boukhatem, M.N., 2019. Techniques d'analyses biologiques : Cours et Exercices Corrigés, Amazon Fulfillment. Pologne. 241 pages.

C

Caner, C. 2018. Fundamentals of the Sorption (Scalping) Phenomena in Packaged Foods. Reference Module in Food Science, 1: 1–12.

Chen, Z., Hay, J.N., and Jenkins, M.J. 2013. The thermal analysis of poly(ethyleneterephthalate) by FTIR spectroscopy. *Thermochimica Acta*, 552:123–130.

Chinchillas M.J., Orozco-Carmona, V.M., Alvarado-Beltran, C.G., Almaral-Sanchez, J.L., Sepulveda-Guzman, S., E. Jasso-Ramos, L.E., and Castro-Beltran, A. 2019. Synthesis of Recycled Poly(ethylene terephthalate)/Polyacrylonitrile/ Styrene Composite Nanofibers by Electrospinning and Their Mechanical Properties Evaluation. *Journal of Polymers and the Environment*, 27: 659–669.

Chomon, P. 2018. Emballages plastiques - Polymères utilisés. Editions, Techniques de l'Ingénieur, AM3575: 1–23.

Chrétien, G. and Hatat, D. 1990. Initiation aux plastiques et aux composites. 2nd Edition, Lavoisier TEC & DOC. Paris, France. 174 pages.

CNE. 2015. L'emballage, acteur important de la logistique des produits.

Codex Alimentarius Commission.1999. Standard for Named Vegetable Oils. Codex Standard CXS 210-1999.

Coles, R., McDowell, D. and Kirwan, M.J. 2003. Food Packaging Technology. Editions, Blackwell, CRC Press. Oxford, England. 362 pages.

CTAC. 2009. Guide de l'emballage alimentaire. Conseil de la transformation agroalimentaire et des produits de consommation.

D

Dridi, D. 2016. Influence de la formulation sur l'oxydation des huiles végétales en émulsion eau-dans-huile. Thèse de Doctorat en Chimie-Physique. Université de Bordeaux (France), Université de Carthage (Tunisie).

E

Edge, M., Wiles, R., Allen, N.S., McDonald, W.A., and Mottock, S.V. 1996. Characterization of the species responsible for yellowing in melt degraded aromatic polyesters-I: Yellowing of poly(ethylene terephthalate). Polymer Degradation and Stability, 53:141–151.

Evrard, J., Pages-Xatart-Pares, X., Argenson, C. and Morin, O. 2007. Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. Cahiers de Nutrition et de Diététique, 42: 13–23.

F

Fraisse, A. 2003. Les dioxines et le PCB « type-dioxine » dans les aliments gras. Oléagineux Corps gras Lipides, 10: 280–286.

G

Guillard, V. and Angellier-Coussy, H. 2022. Emballages issus d'agro-ressources. Editions, Techniques de l'Ingénieur, AG6288: 1–28.

H

Hladni, N. and Miladinović, D. 2019. Confectionery sunflower breeding and supply chain in Eastern Europe. Oilseeds and fats, Crops and Lipids, 26: 26–29.

J

Journal Officiel de la République Algérienne. 2011, 2012, 2013. Méthodes officielles d'analyses physico-chimiques relatives aux corps gras d'origine animales et végétales. Direction des Laboratoires d'Essais et d'Analyses de la Qualité, Ministère du Commerce.

Journal Officiel des Communautés Européennes. 2000. Communication de la Commission relative aux caractéristiques des produits à fournir au titre de l'aide alimentaire communautaire [conformément à l'article 5 du règlement (CE) no 2519/97 de la Commission du 16 décembre 1997]. JOCE 2000/C 312.

K

Kausch, H.H. 2005. The Effect of Degradation and Stabilization on the Mechanical Properties of Polymers Using Polypropylene Blends as the Main Example. Macromolecular Symposia, 225: 165–178.

Khairuddin, M.M., Abdullah, A. and Nor, N.M. 2024. Physicochemical properties, fatty acids composition and characterization of *Helianthus Annuus* seed oil. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 28: 1258–1269.

Konuskan, D.B., Arslan, M. and Oksuz, A. 2019. Physicochemical properties of cold pressed sunflower, peanut, rapeseed, mustard and olive oils grown in the Eastern Mediterranean region. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 26: 340–344.

L

Lau, O. and Wong, S. 2000. Contamination in food from packaging material. *Journal of Chromatography A*, 882: 255–270.

Lecerf, J.M. 2011a. Les huiles végétales : particularités et utilités. *Médecine des maladies Métaboliques*, 5: 257–262.

Lecerf, J.M. 2011b. Les aliments. In : “Nutrition clinique pratique” Schlienger, J.L., (Ed.). Elsevier Masson, Issy-les-Moulineaux, France. pp. 21–43.

M

Machate, D.J. 2022. Oxidative stability and elemental analysis of sunflower (*Helianthus annuus*) edible oil produced in Brazil using a domestic extraction machine. *Frontiers in Nutrition*, 9: 977813.

McClements, D. J., and Decker, E. A. 2000. Lipid Oxidation in Oil-in-Water Emulsions: Impact of Molecular Environment on Chemical Reactions in Heterogeneous Food Systems. *Journal of Food Science*, 65: 1270–1782.

Multon, J.L. and Bureau, G. 1998. L’emballage des denrées alimentaires de grande consommation. 2nd Edition, Lavoisier TEC & DOC. Paris, France. 1000 pages.

N

Nait Ali-Kako, L. 2008. Le PET recyclé en emballages alimentaires : approche expérimentale et modélisation. Thèse en Science des matériaux, Université de Montpellier.

O

Oetterer, M., D’Arce, M. A. B. R., and Spoto, M. (2006). *Fundamentos de Ciência e Tecnologia de Alimentos*. Editions, Barueri: Manole Ltda, São Paulo, Brazil. 612 pages.

Ollé, M. 2002. Analyse des corps gras : Mesure de l’altération. Editions, Technique de l’Ingénieur, P3325: 1–15.

P

Pagès-Xatart-Parès, X. 2008. Technologies des corps gras : huile et graisses végétales. Editions, Technique de l’Ingénieur, F6070: 1–18.

Pennarun, P.Y. 2001. Migration à partir de bouteilles en PET recyclé. Elaboration et validation d’un modèle applicable aux barrières fonctionnelles. Thèse de Doctorat en Chimie. Université de Reims - Champagne Ardenne, France.

Piergiovanni, L. and Limbo, S. 2010. Packaging and the shelf life of vegetable oils. In: "Food packaging and shelf life: A Practical Guide". Robertson G.L. (Ed.). CRC Press. Boca Raton, USA.

Pilorgé, E., Inovia, T., and Brétignières, Av L. 2020. Sunflower in the global vegetable oil system: situation, specificities and perspectives. *Oilseeds and fats, Crops and Lipids*, 27: 1–11.

Pioch, D. 2018. Les huiles végétales : diversité d'usages et filières en compétition. In: "Le Déméter". Club Déméter. Paris. France. pp. 55–66.

Prasad S.G., De, A., and De, U. 2011. Structural and Optical Investigations of Radiation Damage in Transparent PET Polymer Films. *International Journal of Spectroscopy* volume, 2011: 1–7.

Q

Quentin, J.P. 2004. PET ou polyéthylène téréphtalate. Editions, Techniques de l'Ingénieur, J6488: 1–12.

R

Reyene, M. 1998. Aspect technico-économique de l'utilisation des emballages. Editions, Technique de l'Ingénieur, AM3020: 1–12.

Robertson, G.L. 2005. Food packaging: principles and practice. 2nd Edition, Taylor and Francis Pub. Boca Raton, USA. 550 pages.

Romão, W., Spinacé, M.A.S., and De Paoli, M.A. 2009. Poly(ethyleneterephtalate), PET: A review on the synthesis processes, degradation mechanisms and its recycling (Portuguese). *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, 19: 121–132.

Rouessac, F., and Rouessac, A. 2004. Analyse chimique : Méthodes et techniques instrumentales modernes - Cours et exercices corrigés. Editions, Dunod. Paris, France. 462 pages.

S

Santos Pereira, A.P., Prado da Silva, M.H., Pereira Lima Júnior, E., Santos Paula A.D., and Tommasini, F.J. 2017. Processing and Characterization of PET Composites Reinforced With Geopolymer Concrete Waste, *Materials Research*, 20: 411–420.

Silverstein, R.M., Webster, F.X., and Kiemle, D.J. 2005. Spectrometric Identification of Organic Compounds. 7th Edition, John Wiley & Sons, INC., New York.

T

Tawfik, M.S. et Huyghebaert, A. 1999. Interaction of packaging materials and vegetable oils: oil stability. *Food Chemistry*, 64: 451–459.

V

Vouyovitch Van Schoors, L. 2007. Vieillissement hydrolytique des géotextiles polyester (polyéthylène téréphtalate) - État de l'art.

Annexes

Annexe I

A. Test d'immersion



**Immersion de l'échantillon
de PET dans l'huile.**



Eau maintenue à $20 \pm 5^\circ\text{C}$.



Eau chauffée à 40°C avec et sans agitation.

Figure 01 : Images descriptives de la procédure expérimentale du test d'immersion.

B. Rapport de test - Taux de rétraction dans l'huile de silicone

Produit de test

- Type : Huile de silicone
- Viscosité cinématique à 25°C : 330-370 cSt
- Masse volumique : 0,966 - 0,972 g/cm³

Conditions de test

- Température du bain : 100 ± 3°C
- Durée d'immersion : 2 minutes
- Mode d'essai : immersion complète dans le bain thermostatique
- Dimensions mesurées :
 - Sens de la longueur : Long. initial, Long. final.
 - Sens transversal : Transv. initial, Transv. Final.

Calcul du taux de rétraction

Taux de rétraction = [(Dimension finale - Dimension initiale) / Dimension initiale] × 100

Données récapitulées

Echantillon	Long. initial (cm)	Transv. initial (cm)	Long. final (cm)	Transv. final (cm)
D0	12,84	1,93	8,95	1,30
D1	12,80	1,90	9,40	1,25
D2	12,55	1,85	9,25	1,45
D3	12,55	1,85	8,80	1,25

C. Bain thermostat

Le bain utilisé dans cette étude appartient à la série WBD. Il est doté d'un système de régulation de température précis associé à une sonde. Il comprend également une minuterie programmable, un thermostat de sécurité, ainsi qu'une cuve en acier inoxydable munie d'un robinet de vidange. Les paramètres de température sont programmés via un écran tactile, avec un affichage graphique en temps réel des cycles et des alarmes de sécurité intégrées.



Figure 02 : Bain thermostat série WBD-5¹.

¹R.Espinar, S.L.(s.d.). *Thermostatic baths WBD Series (brochure technique)*. Raypa. consulté sur www.raypa.com

D. Viscosimètre vibrant à onde sinusoïdale

Le viscosimètre détecte le courant électrique de commande nécessaire pour maintenir l'amplitude constante (moins de 1 mm) en disposant d'une unité composée de deux plaques minces (lamelles) de capteur de manière à avoir une amplitude uniforme.

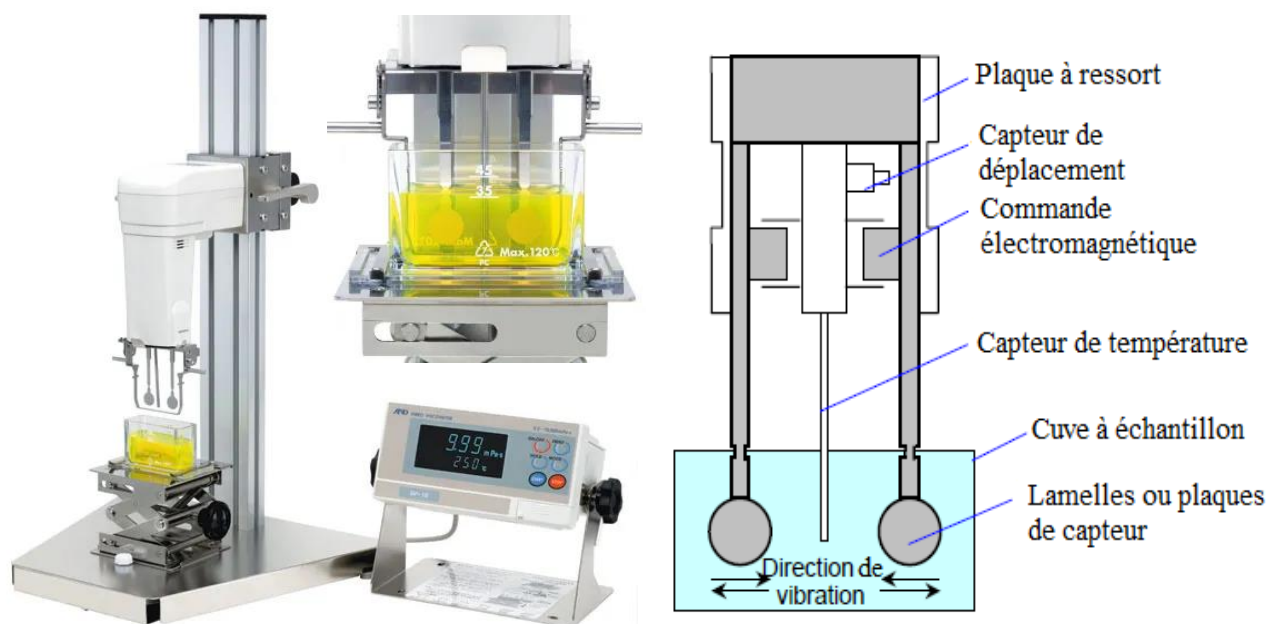


Figure 03 : Principe de fonctionnement d'un viscosimètre vibrant à onde sinusoïdale SV10².

E. Préparation des dilutions pour analyse UV-Vis

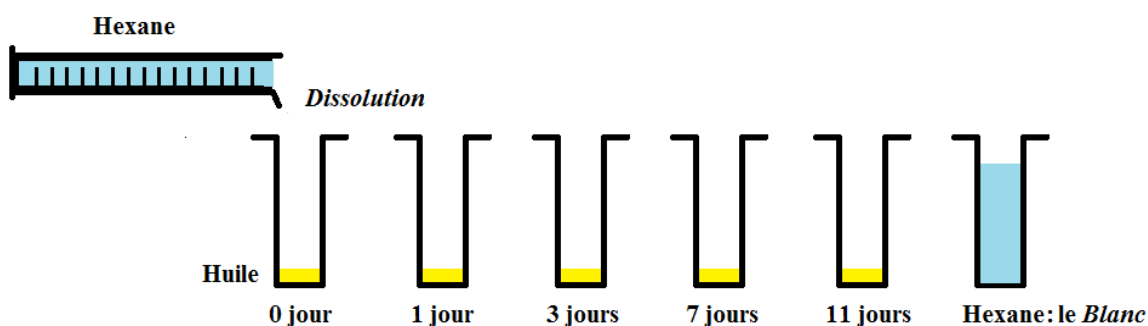


Figure 04 : Schéma de principe de préparation des dilutions pour analyse UV-Vis.

² Sine-wave Vibro Viscometer SV Series Users' Handbook Ver.1.11/12E. 2006. International Div., A&D Company, Limited. <https://www.laboandco.com/viscosimetre-sv10-cod-sv10?ref=AND-SV10>.

Annexe II

A. Taux de variation (TV) de la masse des éprouvettes PET dans l'huile

Temps d'immersion (jours)	TV (%) à 20°C	TV (%) à 40°C	TV (%) à 40°C avec agitation
1	0,169606513	-0,193735873	-2,838709677
2	-0,098231827	-0,192431046	-1,440261866
3	0,101660454	-0,097911227	-1,446945338
4	0,103092784	0,06655574	-1,211525868
5	0,136332652	-0,142857143	-0,987890376
6	0,064892927	-0,034083163	-2,038865881
7	0,101867572	-0,033990483	-1,957070707
8	0,071250445	0,098911968	-1,360318514
9	0,135961931	0,067046597	-1,277258567
10	0,097592713	0,126742712	-1,537496078
11	0,069686411	0,033738192	-1,354401806

B. Huile à 20°C

Temps d'immersion (jours)	Indice de peroxyde (meq O ₂ /kg)	Indice d'acide (mg KOH/g)
1	0,6	0,11
3	1,8	0,11
7	3,4	0,14
11	5,4	0,14

C. Huile à 40°C

Temps d'immersion (jours)	Indice de peroxyde (meq O ₂ /kg)	Indice d'acide (mg KOH/g)
1	1,5	0,11
3	2,4	0,14
7	4,4	0,14
11	9	0,14

D. Huile à 40°C avec agitation

Temps d'immersion (jours)	Indice de peroxyde (meq O ₂ /kg)	Indice d'acide (mg KOH/g)
1	2,4	0,11
3	4,6	0,14
7	6,2	0,14
11	12	0,16

Résumé

Ce travail vise à étudier l'impact de l'interaction d'un emballage alimentaire en polyéthylène téréphtalate (PET) avec son contenu, huile de tournesol commercialisée par le complexe CEVITAL de Béjaia, sur la variation de leurs propriétés physico-chimiques. Pour ce faire, des éprouvettes en PET sont immergées dans l'huile de tournesol pendant 11 jours selon trois conditions : 20°C, 40°C, et 40°C avec agitation. Le suivi de la masse des éprouvettes avant et après immersion a indiqué de faibles taux de variation tandis que les résultats d'analyse de l'huile ont montré une augmentation des indices de peroxyde, d'acide, et de la viscosité après 11 jours de contact. Ces effets sont accentués à température de 40°C avec agitation : le taux de variation de masse a atteint 1,5%, l'indice de peroxyde est de 12 meq O₂/kg, l'indice d'acide est de 0,16 mg KOH/g, la viscosité a atteint 67,5 mPa.s et le taux de rétraction est d'environ 29,88% sur la longueur et 32,43% dans le sens transversal. L'analyse par infrarouge a révélé des modifications chimiques dans la structure du PET, et les spectres UV-Visible ont mis en évidence la formation de composés oxydés dans l'huile. Ainsi, le PET présente des interactions notables avec l'huile de tournesol en conditions agressives ou accélérées (effet combiné de la température et d'agitation).

Mots-clés : PET, huile de tournesol, emballage alimentaire, interaction, propriétés physico-chimiques, immersion, température, agitation, spectroscopie.

Abstract

This work aims to study the physicochemical properties change of a food product, marketed by the CEVITAL complex in Béjaia, due to the interaction of the polyethylene terephthalate (PET) packaging with its sunflower oil content. To do this, PET samples cut into rectangular shapes are immersed in sunflower oil for 11 days under three conditions: 20°C, 40°C, and 40°C with stirring. Monitoring the mass of PET samples before and after immersion indicated low rates of variation while the oil analysis results showed an increase in peroxide and acid indices, and viscosity after 11 days of contact. These effects are accentuated at a temperature of 40°C with agitation: the mass change rate reached 1.5%, the peroxide value was 12 meq O₂/kg, the acid value was 0.16 mg KOH/g, the viscosity reached 67.5 mPa.s, and the shrinkage rate was approximately 29.88% along the length and 32.43% in the transverse direction. Infrared analysis revealed chemical changes in the PET structure, and UV-Visible spectra highlighted the formation of oxidized compounds in the oil. Thus, PET exhibits significant interactions with sunflower oil under aggressive or accelerated conditions (combined effect of temperature and agitation).

Keywords : PET, sunflower oil, food packaging, interaction, physicochemical properties, immersion, temperature, agitation, spectroscopy.