



UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE FES



Projet de fin d'étude
Licence Sciences & Techniques
«Bioprocédés, Hygiène & sécurité alimentaires»

**Influence d'emballage verre et PET sur la
Concentration en CO₂ Dans l'eau minérale gazéifiée
Ain Saiss.**

Présenté par :

-Roumid Wijdane

Encadré par :

-Pr Rachida Chendid Tlemcani (FSTF)

-Mme Jamila el Amrani (Sotherma)

Soutenu le : 05/06/2018

Devant le jury composé de :

- **Mme Rachida Chendid Tlemcani**
- **Mlle Wifak bahafid**

**Année universitaire
2017/2018**

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

À mes parents

Source inépuisable de tendresse, de patience et de sacrifice. Vos prières et Vos bénédictions m'ont été d'un grand secours tout au long de ma vie. Que dieu vous accorde une longue vie.

À mes sœurs

Pour leurs affections et leurs encouragements.

À mes chers Oumayma et Achraf

*Qui n'ont pas cessé de m'encourager et m'aider
Lors de la réalisation de ce travail.*

*À tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la
réalisation de ce travail.*

Remerciement

*Tout d'abord, je félicite la direction de la **Société de Thermalisme Marocaine** pour le rôle qu'elle joue dans l'intégration des stagiaires.*

*Mes sincères remerciements s'adressent à mon encadrante de stage **Mme Jamila EL AMRANI** le responsable de management et de qualité à **SOTHERMA** pour la confiance qu'elle m'a accordé en acceptant d'encadrer ce travail, ses multiples conseils judicieux et son soutien.*

*Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à mon encadrante de stage et mon professeur **Mme Rachida el Tlemcani** qui m'a encadré et accompagné tout au long de cette expérience professionnelle avec beaucoup de patience et de pédagogie.*

*Je tiens à exprimer également mes profonds remerciements au professeur **Chagrone Said** pour son soutien, sa gentillesse.*

Mes sincères reconnaissances également à **Mr Aarab** le Chef de filière et à tous mes enseignants qui ont contribué à ma formation durant ma carrière scolaire.

Mes remerciements s'adressent également au jury : **Mlle Wifak Bahfid** d'avoir accepté de juger ce travail.

Enfin je tiens à remercier tous les membres de laboratoire de contrôle qualité de Sotherma.

Liste des tableaux

Tableau 1 : composition minéralogique de l'eau minérale Sidi Hrazem.

Tableau 2 : composition minéralogique de l'eau minérale Ain Saiss.

Tableau 3 : Les Articles De Sotherma.

Tableau 4 : les résultats des analyses réalisées sur les bouteilles en PET.

Tableau 5 : les résultats des analyses réalisées sur les bouteilles en verre.

Liste des figures

Figure 1 : Schéma du processus de production de l'eau minérale gazéifiée Ain Saïss.

Figure 2 : mise en forme de la bouteille en PET.

Figure 3 : teneur en CO₂ en g/l en fonction de temps dans les bouteilles en PET.

Figure 4 : teneur en CO₂ en g/l en fonction de temps dans les bouteilles en verre.

Figure 5 : teneur en CO₂ en g/l en fonction de temps en verre et en PET.

Figure 6 : Evolution de la morphologie du PET Préforme amorphe, bouteille élaborée par soufflage/étirage La même bouteille après Un maintien à 110°C pendant 1 heure.

Liste d'abréviations

DAS : Danone Ain Saiss.

EDTA : Ethylène Diamine tétra-Acétique.

ISO : Organisation internationale de normalisation

PET : Polyéthylène téréphtalate.

pH : Potentiel hydrogène.

SH : Sidi Harazem.

SNI : Société nationale d'investissement.

SOTHERMA : Société du thermalisme Marocain.

TH : Titre hydrotimétrique.

TA : Titre alcalimétrique simple.

TAC : Titre alcalimétrique complet.

Sommaire

A.	Introduction	9
B.	Première Partie : présentation de la société.....	10
B.1	Historique.....	10
B.2	Identité	10
B.3	Activités de Sotherma	10
B.4	Organigramme	11
B.5	Les certifications de la société	11
B.6	Eaux exploités	12
	Tableau 3 : Les Articles De Sotherma	13
C.	Procédé de production de l'eau gazéifiée.....	14
C.1	Processus de traitement de l'eau	14
C.1.1	Captage de l'eau minérale :.....	14
C.1.2	Filtration :	14
C.1.3	Stérilisation UV :.....	14
C.1.4	Refroidissement d'eau :.....	14
C.1.5	Désaération de l'eau :	14
C.1.6	Carbonatation :	14
C.2	Étapes e remplissage au niveau de la salle blanche.....	15
C.2.1	Rinçage :	15
C.2.2	Remplissage :	15
C.2.3	Vissage :	15
C.3	Étapes de fabrication des bouteilles PET	15
C.3.1	Réception préforme :	15
C.3.2	Chauffage :	15
C.3.3	Soufflage :	15
C.3.4	Convoyage des bouteilles :.....	15
C.4	Les étapes d'emballages :	16
C.4.1	Etiquetage et datage :	16
C.4.2	Emballage et palettisation :.....	16
	17	
D.	Troisième Partie : Contrôle de Qualité.....	18
D.1	Analyses physico-chimiques de l'eau :	18
D.2	Analyses microbiologiques :	20

D.3 Contrôle de la matière première :	21
E. Quatrième Partie : Etude Expérimentale	22
E.1 Généralités:	22
E.2 Partie expérimentale :	23
E.3 Résultats :	23
E.4 Discussion des résultats :	26
F. Conclusion :	27

A. Introduction

L'eau minérale naturelle est un trésor de la nature, qui est exploitée avec respect par une industrie. c'est un produit précieux et fragile, qu'il faut protéger de l'amont à l'aval depuis sa zone de filtration jusqu'à sa mise en bouteille, elle se définit par sa pureté originelle à la source : donc l'absence de tout polluant d'origine humaine, et la stabilité de sa composition minérale, l'absence de tout traitement ou l'addition des produits chimiques, le succès de l'eau minérale naturelle est lié à la découverte de ses propriétés bénéfiques pour la santé. L'exploitation des sources d'eaux minérales naturelles est un facteur de développement économique local dans les zones qui sont souvent isolées.

Au sein de Sotherma il y'a mise en bouteille de deux types d'eau, AIN SAIS et Sidi Hrazem, qui diffèrent l'une par rapport à l'autre par leur composition minéralogique et leur dureté.

La société met à la disposition du consommateur de l'eau minérale Ain Saiss aromatisée (fraise, citron-citron vert, pomme et citron gingembre) et gazéifiée.

L'eau minérale gazéifiée Ain Saiss connaît un problème exprimé par la diminution de volume de CO₂ pendant sa durée de conservation, même si les fabricants dissolvent la même quantité de gaz carbonique dans leurs récipients quel que soit sa nature, ce problème est rencontré surtout dans les bouteilles en PET ce qui explique la réduction de sa durée de conservation qui est 6 mois par rapport au produit emballé en verre qui est 9 mois, alors pourquoi cette diminution ? Et quels sont les facteurs qui influencent sur cet échappement.

Mon projet de fin d'étude consiste à étudier le suivi de la teneur en gaz (CO₂) en fonction du temps de l'eau minérale gazéifiée en PET (polyéthylène téréphtalate) et en verre.

Ce mémoire sera présenté en trois parties :

-  Présentation de la société.
-  Contrôle de qualité et procédé de production de l'eau gazéifiée.
-  Partie expérimentale.

B. Première Partie : présentation de la société

B.1 Historique

Sotherma : Filiale du Groupe SNI est la première Société de Thermalisme Marocain à avoir commercialisé l'eau minérale naturelle au Maroc sous la marque Sidi Harazem en 1968. Depuis 2002, la société a signé un accord de partenariat avec la société DANONE, et a étendu son activité avec une nouvelle marque Ain Saïss.

En 2003 SOTHERMA a obtenu l'homologation d'Ain Saïss en tant qu'eau minérale naturelle, et a lancé en 2005 le nouveau produit Danone Ain Saïss aromatisé fraise, et Danone Ain Saïss citron, qui confirme la volonté d'apporter toujours aux consommateurs de nouvelles offres correspondant mieux à leurs attentes.

En 2010 SOTHERMA a complété sa gamme par la mise en bouteille d'une Eau Minérale Naturelle Gazéifiée, Ain Saïss Pétillante.

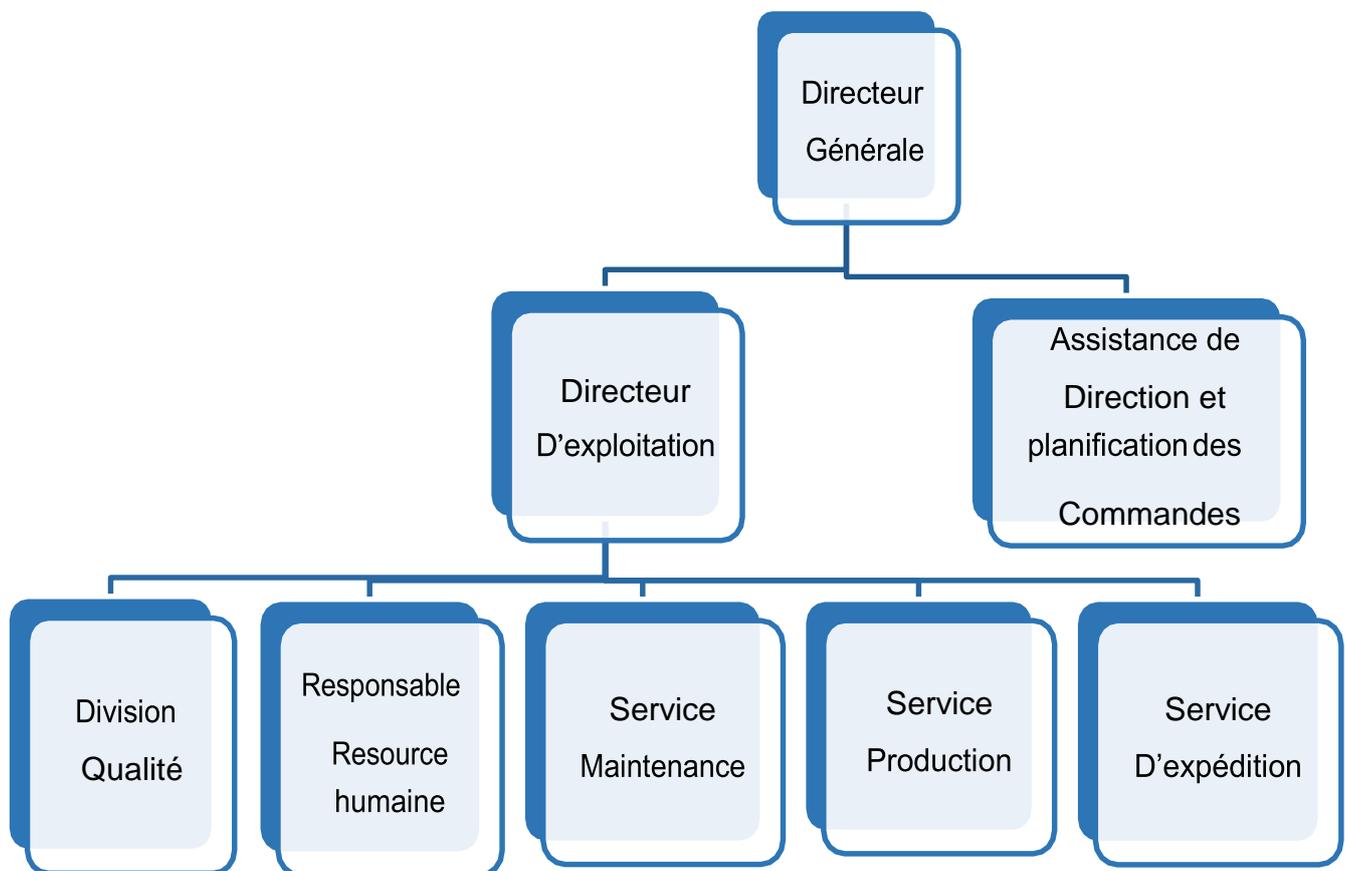
B.2 Identité

- Raison sociale : Société de Thermalisme Marocain (Sotherma)
- Date de mise en service 1968
- Adresse Km 15 ; Route de TAZA Sidi hrazem
- Statut juridique : société anonyme (S.A)
- Capital social : 3.000.000 DH
- Actionnariat ; Partenariat avec le groupe DANONE
- Effectif du personnel : 100 à 120 personnes
- Capacité de production installée : 24.500 bouteilles / heure
- Surface totale : 16.355 m²
- Surface couverte : 5672 m²

B.3 Activités de Sotherma

- Captage des eaux de source et de leur acheminement jusqu'à l'usine d'embouteillage.
- Soufflage des bouteilles, leur remplissage et leur conditionnement.
- Production des eaux aromatisés et gazeuses à base uniquement d'eau minérale Ain Saïss.
- Distribution de ces eaux à travers tout le Maroc ainsi que la commercialisation à l'export.

B.4 Organigramme



B.5 Les certifications de la société

- La certification ISO 9002, version 94 décerné par le ministre de l'industrie et de commerce.
- Le premier renouvellement du certificat selon les exigences de la norme iso 9001, version 2000 en juin 2002 par l'AFAQ.
- La mise en place et l'évaluation par l'AFAQ du système HACCP en juillet 2003.
- Le deuxième renouvellement du certificat « avec zéro écart » selon les exigences de la norme ISO 9001 version 2000 en juillet 2005 par l'AFAQ.

B.6 Eaux exploités

❖ Sidi Hrazem

Située à 15 Km de la ville de Fès, au milieu d'une vallée incluse dans l'angle délimité par la route de Taza et Oued Sebou. Il s'agit d'une eau plate bicarbonatée magnésienne, non gazeuse, peu minéralisée dont le forage artésien est exécuté sur une profondeur de 90 m.

L'eau minérale de Sidi Hrazem est recommandée pour les affections rénales, biliaires, la goutte, hépatiques ; l'uricémie et l'hypercholestérolémie. De plus, Sidi Hrazem peut servir à la consommation courante comme eau de table.

Tableau I : composition minéralogique de l'eau minérale Sidi Hrazem

Minéraux	Magnésium	Sodium	Potassium	Calcium	Nitrate	Bicarbonate	Sulfate	chlorures
Quantité en mg/l	40	120	8	70	4	355	20	220

❖ Ain Saïss

DANONE Ain Saïss (DAS), est une eau minérale naturelle captée par un forage de 750 m de profondeur rocheuse calcique, abritée par les montagnes du Moyen Atlas et du Rif au cœur de la plaine de Saïss.

Il s'agit d'une eau plate bicarbonatée magnésienne, non gazeuse, peu minéralisée. L'usine se trouve en contrebas par rapport au point de forage avec une distance de 14 km, ce qui donne une pression d'eau à l'arrivée de 4 bars. Le débit exploité est de 11 à 12 litre / seconde.

Tableau 2 : composition minéralogique de l'eau minérale Ain Saïss.

Minéraux	Magnésium	Sodium	Potassium	Calcium	Nitrate	Bicarbonate	Sulfate	chlorures
Quantité en mg/l	35.5	8	1	63.5	7	372	3.8	19.8

Tableau 3 : Les Articles De Sotherma

<p>5L</p>						
<p>3/2L</p>						
<p>1L (PET) 0.75L (verre)</p>						
<p>1/2L</p>						
<p>0.33L</p>						

C. Procédé de production de l'eau gazéifiée.

C.1 Processus de traitement de l'eau

C.1.1 Captage de l'eau minérale :

Dans un premier temps les eaux minérales naturelles Sidi Harazem et Danone Ain Saiss sont captées et acheminées via des canalisations inoxydables vers l'usine. Les eaux minérales naturelles sont entrées par l'arrivée usine et stockées dans le bac de réception avant de subir la filtration

C.1.2 Filtration :

C'est une opération importante, qui vise à séparer l'eau des particules solides en la faisant passer à travers des membranes poreuses, elle s'effectue en 3 étapes, en utilisant des différents types de filtres (10µm, 1µm, 0,2µm).

C.1.3 Stérilisation UV :

Le stérilisateur par ultra-violet est situé juste après la deuxième filtration. Le stérilisateur UV est un appareil ayant la particularité de détruire toute matière vivante et agissant contre les micro-organismes contenus accidentellement dans l'eau potable comme les bactéries, les virus, les champignons, les moisissures...

L'eau à stériliser circule entre la paroi interne de la chambre et la gaine en quartz de protection de la lampe UV qui n'est pas en contact direct avec l'eau. La géométrie de la chambre permet à l'eau de décrire un mouvement en spirale, ce qui a pour conséquence d'augmenter le temps d'exposition des micro-organismes aux UV, rendant l'action encore plus efficace.

C.1.4 Refroidissement d'eau :

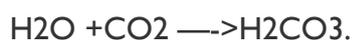
Au niveau de refroidisseur c'est une étape importante pour faciliter la fixation de gaz carbonique sur les molécules d'eau.

C.1.5 Désaération de l'eau :

Élimination d'O₂ pour minimiser la croissance des microorganismes aérobies

C.1.6 Carbonatation :

Le dioxyde de carbone est l'unique gaz approprié pour les boissons gazeuses, car il est inerte, non toxique, relativement peu coûteux et facile à liquéfier. Le processus de carbonatation consiste à ajouter du dioxyde de carbone à l'eau minérale Ain Saiss à basse température en utilisant des pressions élevées et il est injecté automatiquement dans la ligne du mélange carbonateur à froid à l'aide des pompes de surpression de grande capacité. La dissolution de CO₂ dans l'eau s'effectue selon la réaction suivante :



C.2 Étapes e remplissage au niveau de la salle blanche

C.2.1 Rinçage :

Un fois les bouteilles arrivent à la salle blanche elles subissent un rinçage avec de l'eau qui vient directement du bac de la troisième filtration pour éliminer les germes qui peuvent se trouver à l'intérieur des bouteilles.

C.2.2 Remplissage :

L'eau minérale gazéifiée Ain Saïss passe à l'étape de la mise en bouteilles dite de remplissage la machine de remplissage appelée souttireuse.

C.2.3 Vissage :

Passage des bouteilles dans une bouchonneuse afin que les bouchons soient serrés d'une façon étanche.

C.3 Étapes de fabrication des bouteilles PET

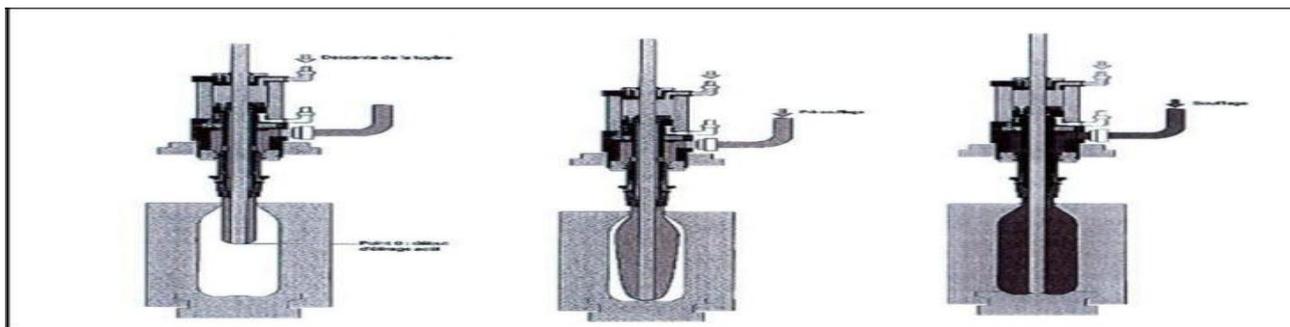


Figure 2: Mise en forme de la bouteille en PET

C.3.1 Réception préforme :

Les Préformes sont chargées dans une trémie qui alimente la souffeuse à l'aide d'un convoyeur à préformes.

C.3.2 Chauffage :

Afin de réaliser le soufflage et de stériliser en même temps les préformes, un dispositif complet constitué de lampes infrarouges et de ventilateur permet un chauffage de la préforme sur toutes ses zones, Le jet d'air du ventilateur favorise le transfert de chaleur vers la préforme.

C.3.3 Soufflage :

La préforme chauffée passe directement dans le moule ou il sera étirée à basse pression 7 bars par la tige d'étirage, après étirage la préforme par l'air désinfecté à pression 40 bars contre les parois de moule pour prendre la forme de la bouteille.

C.3.4 Convoyage des bouteilles :

Le Convoi des bouteilles vers la salle blanche est effectué par de l'air circulant à une certaine vitesse par des convoyeurs.

C.4 Les étapes d'emballages :

C.4.1 Etiquetage et datage :

Mettre des étiquettes à l'aide d'une étiqueteuse ainsi que la date de production et la date de péremption

C.4.2 Empaquetage et palettisation :

Une fois que les bouteilles étiquetées et datées, elles sont triées afin qu'elles soient empaquetées dans un film plastique, la machine responsable de l'empaquetage est appelée Fardeuse. Cette dernière est suivie d'un four qui fait que le film plastique se colle aux bouteilles.

Ensuite les fardeaux sont conduits vers le palettiseur robotisé qui est contrôlé par un ordinateur.

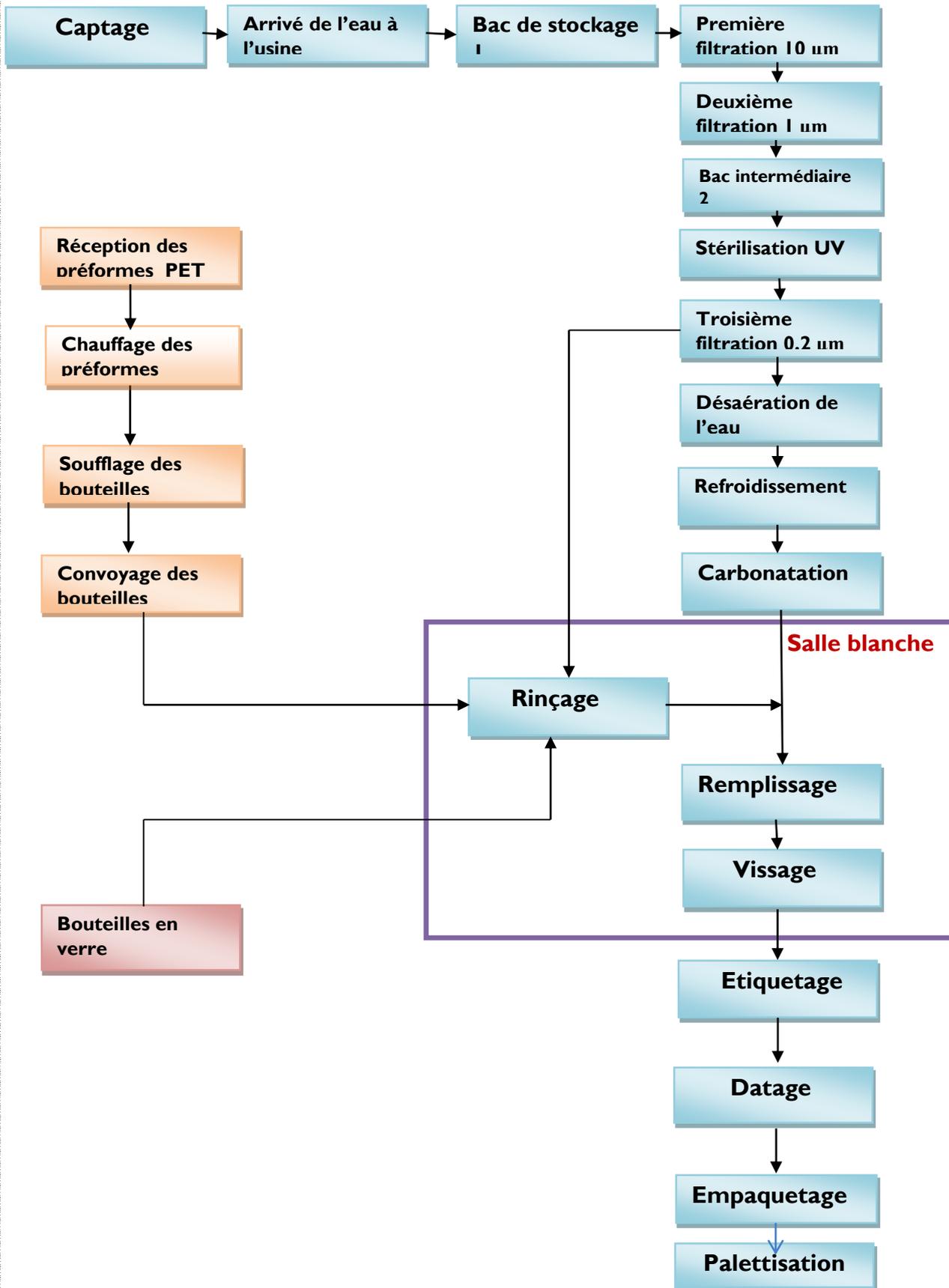


Figure I: Schéma du processus de production de l'eau minérale gazéifiée Ain Saïss.

D. Troisième Partie : Contrôle de Qualité

Pour s'assurer de la conformité de la matière première utilisée au sein de la société (préformes, bouchons, les cartons, étiquetage) ainsi que les deux types de l'eau minérale destinés au consommateur, plusieurs contrôles sont effectués au sein du laboratoire de la société.

D.I Analyses physico-chimiques de l'eau :

Les analyses physico-chimiques ont un but d'identifier les minéraux qui se trouvent dans l'eau, au sein de Sotherma les analyses effectuées sont les suivantes :

Mesure de pH : potentiel hydrogène qui exprime le niveau d'acidité de l'eau, le pH est mesuré à l'aide d'un multi-paramètre qui donne à la fois la valeur de pH et de la conductivité.

Conductivité : La conductivité mesure la capacité de l'eau à conduire le courant entre deux électrodes, la mesure de la conductivité permet donc d'apprécier la quantité des sels dissous dans l'eau, elle est exprimée en micro-siemens par centimètre ($\mu\text{S}/\text{cm}$).

Titre hydrotimétrique (TH) : ou dureté de l'eau est l'indicateur de la minéralisation de l'eau, elle est due uniquement aux ions chlorures de sodium comme il est indiqué dans le tableau (tableau I : composition minéralogique de l'eau minérale Ain Saiss)

Mode opératoire :

Il consiste à :

- prélever à l'aide d'une éprouvette 100ml de l'eau à contrôler et a les verser dans un erlenmeyer de 250ml
- ajouter 5ml de la solution tampon $\text{pH}=10$
- ajouter 2 gouttes de l'indicateur coloré noir Eriochrome T :
si la solution vire au bleu la valeur de TH est égale à 0
si la couleur vire au violet, on effectue une titration par EDTA (0.04N) jusqu'à ce que coloration devienne bleu soit VI le volume versé

Résultats :

- ✓ TH est exprimé en degré français $^{\circ}\text{F}$, est alors égale à :

$$\text{TH} = \text{VI} * 2$$

La norme exige que la valeur de TH soit située dans l'intervalle 32.2-33.5 $^{\circ}\text{F}$

Le titre alcalimétrique (TA) : d'une eau permet de connaître sa concentration en carbonates (CO_3^{2-}) et en bases fortes, autrement dit son alcalinité

Titre alcalimétrique complet (TAC) : d'une eau correspond à la présence d'espèces basiques telles que les ions hydroxyde (OH^-), les ions carbonates (CO_3^{2-}) Les ions hydrogencarbonates (HCO_3^-)

Mode opératoire :

Consiste à :

- prélever à l'aide d'une éprouvette 100ml de l'eau à contrôler, les verser dans un erlenmeyer de 100ml.
- ajouter deux gouttes de phénolphtaléine si :
 - ✓ l'eau reste incolore : elle est donc exempte de carbonates, il faut passer directement à la détermination du TAC.
 - ✓ l'eau se colore en rose : elle contient donc des carbonates que l'on dose avec de HCL 0.1N verser jusqu'à décolorations de la phénolphtaléine, noter le volume V2 de l'acide versé.

Ajouter au contenu de l'erlenmeyer précédent 2 gouttes d'Hélianthine (méthyl orange), il se produit une coloration jaune, l'eau contient des ions bicarbonates et des ions hydroxydes, poursuivre la titration avec la solution HCL 0.1N jusqu'à ce que la coloration vire de jaune orange au rouge brique soit V3 le volume versé en ml d'acide versé et utilisé au total.

Expression des résultats :

$$\text{TA} = \text{V2} * 5 \text{ mg/l}$$

$$\text{TAC} = \text{V3} * 5 \text{ mg/l}$$

Les bicarbonates sont déduits du TAC :

$$\text{HCO}_3^- = \text{TAC} * 12.2 \text{ mg/l}$$

[Ca⁺⁺] : dosage pour décrire les étapes de la détermination de la dureté calcique et magnésienne de l'eau

Mode opératoire :

Consiste à :

- introduire dans un erlenmeyer 20ml de l'eau à contrôler.
- ajouter 3a 4 ml de KOH et une pincée de l'indicateur coloré murexide en poudre, l'eau se colore en rose.
- et on réalise un titrage avec EDTA.
- on note le volume versé V4.

Résultats :

La quantité de calcium en mg/l :

$$[Ca^{++}] = V4 * 2 * 20 \text{ mg/l}$$

A partir de cette résultat on déduit la quantité de magnésium :

$$^{\circ}F \text{ (TH)} - ^{\circ}F \text{ (calcium)} = ^{\circ}F \text{ (magnésien)}$$

D.2 Analyses microbiologiques :

La qualité microbiologique de l'eau minérale est évaluée en mesurant la présence des bactéries, moisissures. L'eau ne doit pas contenir des germes pathogènes qui ont un effet xnocif pour la santé, généralement la méthode utilisée est la filtration sur membrane et aussi ensemencement en profondeur.

Les germes recherchés sont :

Les FMAT : la flore mésophile aérobie totale représentant la teneur moyenne en bactéries d'une source naturelle. Ces germes n'ont pas d'effets directs sur la santé, mais sous certaines conditions, ils peuvent générer des problèmes. Ce sont des indicateurs qui révèlent la présence possible d'une contamination bactériologique.

Le milieu de culture utilisé est le PCA (plat count agar) La norme à ne pas dépasser est de 20 colonies/ml à 37° et 100 colonies/ml à 22°.

Les CT et CF : ce sont des bactéries capables de fermenter le lactose avec production d'acide et de gaz respectivement à la température de 37°C et à 44°C, Ils peuvent exister dans les matières fécales et dans certains milieux naturels (sol , eau ..).

Le milieu de culture utilisé est le TERGITOL TTC 0/250ml.

Pseudomonas Aeruginosa: C'est une bactérie que l'on trouve partout dans la nature , très résistante face aux traitement antibiotiques , responsable de multiples infections notamment urinaires

La gélose au cétrimide est un milieu permettant l'isolement sélectif de ces derniers 0/250ml.

Les streptocoques fécaux : C'est un groupe de streptocoques qui ne sont pas tous d'origine fécale. Toutefois, leur recherche associée à celle des coliformes fécaux constitue un bon indice de contamination fécale.

Le milieu de culture utilisé est SLANETZ 0/250ml.

Les anaérobies sulfito-réducteurs: Le groupe des anaérobies sulfito-réducteurs regroupe différentes bactéries se multipliant en l'absence d'air. Certaines bactéries anaérobies strictes se retrouvent dans l'environnement. D'autres ont pour habitat les cavités naturelles de l'homme et des animaux. Elles deviennent pathogènes quand elles pénètrent accidentellement dans l'organisme par voie cutanée ou intestinale et y produisent leur toxine qui va ensuite altérer les fonctions de défense de l'organisme.

Le milieu de culture utilisé est viande de foie 0/50ml.

Les levures et les moisissures :

On compte actuellement plusieurs dizaines de milliers d'espèces connues de moisissures et de levures, les deux groupes appartenant à la famille des champignons. Omniprésents dans l'environnement, les champignons sont des saprophytes primaires, c'est-à-dire qu'ils utilisent la matière organique morte comme source nutritive pour leur croissance et leur reproduction.

Le milieu de culture utilisé est OGA (oxytétracycline glucose agar).

D.3 Contrôle de la matière première :

Ce contrôle s'applique à toutes les réceptions des cartons, des étiquettes, des préformes, des bouchons. Les différents types de contrôles sont :

- Le contrôle visuel.
- Control dimensionnel.
- Des essais industriels.

E. Quatrième Partie : Etude Expérimentale

E.I Généralités:

Eau minérale naturelle : ou eau plate est une appellation qui désigne une catégorie d'eau vendue en bouteille. Elle est définie par un certain nombre de caractéristiques selon les réglementations.

Les eaux minérales naturelles contiennent des sels minéraux qui se retrouvent dans l'eau sous forme d'ions. Ces ions sont :

- ions constitutifs : H_3O^+ et OH^-
- ions principaux : Ca^{2+} , Mg^{2+} , HCO_3^- , SO_4^{2-} , Cl^- .
- ions secondaires : Na^+ , K^+ , Fe^{2+} , NO_3^- , Mn^{2+} , Cu^{2+} , etc.

Eau minérale gazéifiée : ou eau pétillante est une eau plate à laquelle on ajoute du dioxyde de carbone qui se trouve dissous dans l'eau. Parmi les bienfaits de l'eau minérale gazéifiée sa capacité de réduire le risque des maladies cardiovasculaires surtout chez les femmes, et son effet sur la vidange gastrique et le confort intestinal.

Polyéthylène téréphtalate (PET) : est un polymère de de synthèse facilement recyclable, est produit par polycondensation de l'éthylène glycol avec l'acide téréphtalique cette matière plastique est principalement utilisé pour la fabrication des bouteilles, des films, et des pots.

E.2 Partie expérimentale :

Durant la période que j'ai passé au sein de Sotherma le temps n'était pas suffisant pour réaliser un suivi efficace puisque elle était une courte durée mais j'ai réussi à trouver des échantillons (des bouteilles en verre et des bouteilles en PET) dans le stock sur lesquels j'ai réalisé des essais .

Le mode opératoire consiste à :

- prendre une bouteille de l'eau minérale gazéifiée la placer sur le support de manomètre et bien visser pour éviter les fuites de pression.
- enfoncez l'aiguille de façon à percer le bouchon en maintenant la purge ouverte.
- fermer la purge et secouer la bouteille jusqu'à atteinte de la pression maximale.
- relever la pression, purger le manomètre et prendre rapidement la température de la bouteille.
- sur la table de correspondance on effectue la lecture de la teneur en CO₂ par l'intersection de la température et la pression.
-

E.3 Résultats :

Pour les bouteilles en PET et les bouteilles en verre les résultats sont décrits dans les tableaux suivants :

Tableau 4 : les résultats des analyses réalisées sur les bouteilles en PET :

Produit: 1L Eau gazéifiée Ain SAISS (PET)		
Date de production: 22/03/2018		
Date de péremption: 22/09/2018		
Teneur Initiale en CO₂: 7.6g/l		
Date de contrôle	Teneur en CO₂ en g/L	Remarques et dégustations
J0	7.6	Rien à signaler
J36	6.92	Rien à signaler
J51	6.36	faible teneur en CO ₂
J58	6.22	faible teneur en CO ₂
J65	6,00	faible teneur en CO ₂

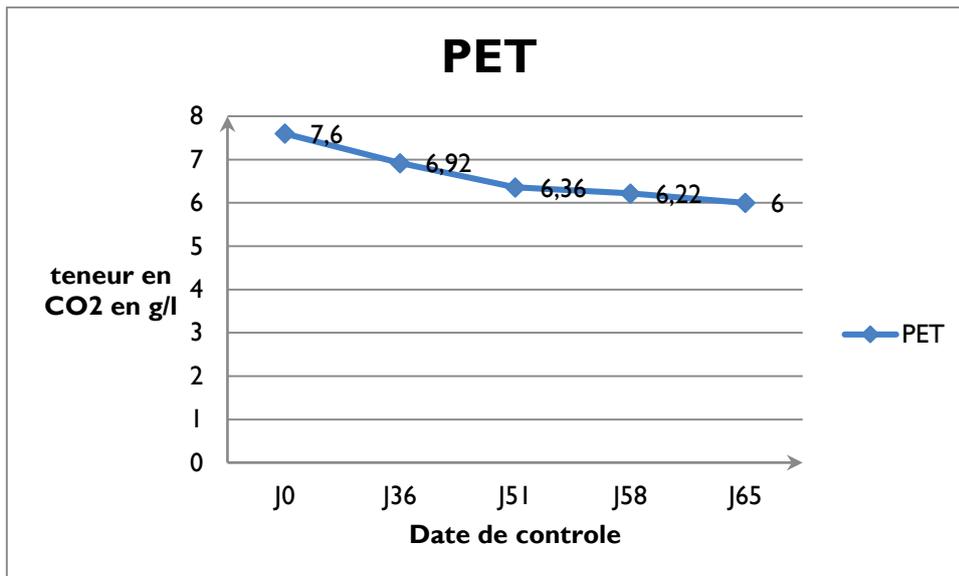


Figure 3 : teneur en CO2 en g/l en fonction de temps dans les bouteilles en PET.

D'après le graphe présenté ci-dessus on remarque une diminution de volume de CO2 en fonction de temps : à J0 de la production la valeur est de 7.6g/l, deux mois après la valeur a passée à 6g/l.

Tableau 5 : les résultats des analyses réalisées sur les bouteilles en verre :

Produit: 0.75L Eau gazéifiée Ain SAISS (verre)		
Date de production: 08/02/2018		
Date de péremption: 08/11/2018		
Teneur Initiale en CO2: 7.6g/l		
Date de contrôle	Teneur en CO2 en g/L	Remarques et dégustations
J0	7.6	Rien à signaler
J68	7.6	Rien à signaler
J72	7.58	Rien à signaler
J79	7.6	Rien à signaler
J86	7.56	Rien à signaler

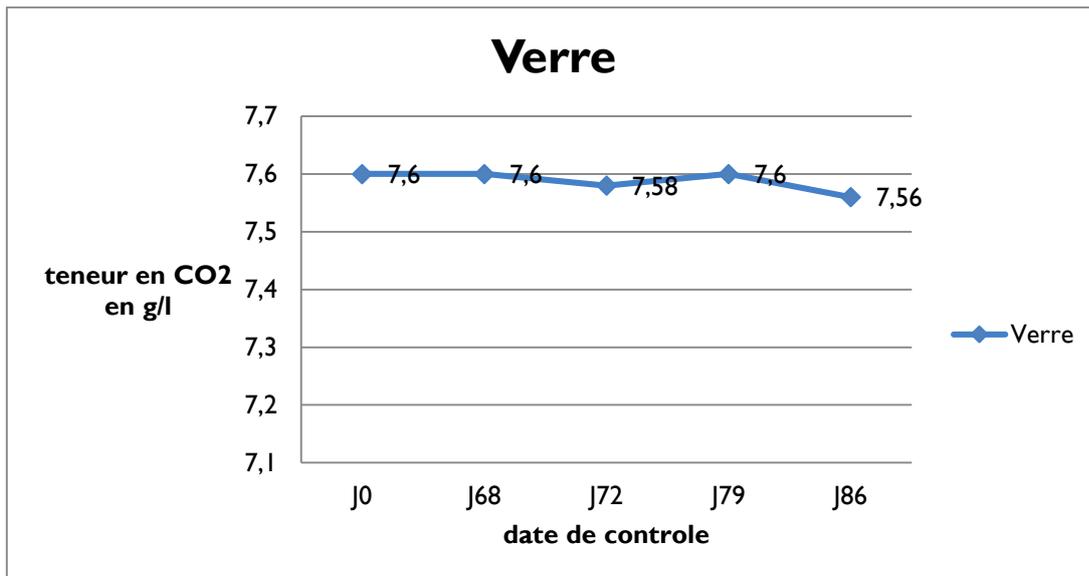


Figure 4 : teneur en CO2 en g/l en fonction de temps dans les bouteilles en verre.

D'après le graphe présenté ci-dessus on remarque une stabilité de la teneur en CO2 en fonction de temps : la teneur est toujours dans les environs de la valeur injectée au moment de la production qui est 7.6g/l, on peut conclure que le verre n'a pas d'influence sur l'échappement de CO2.

Les résultats de deux graphes sont décrits dans le graphe suivant :

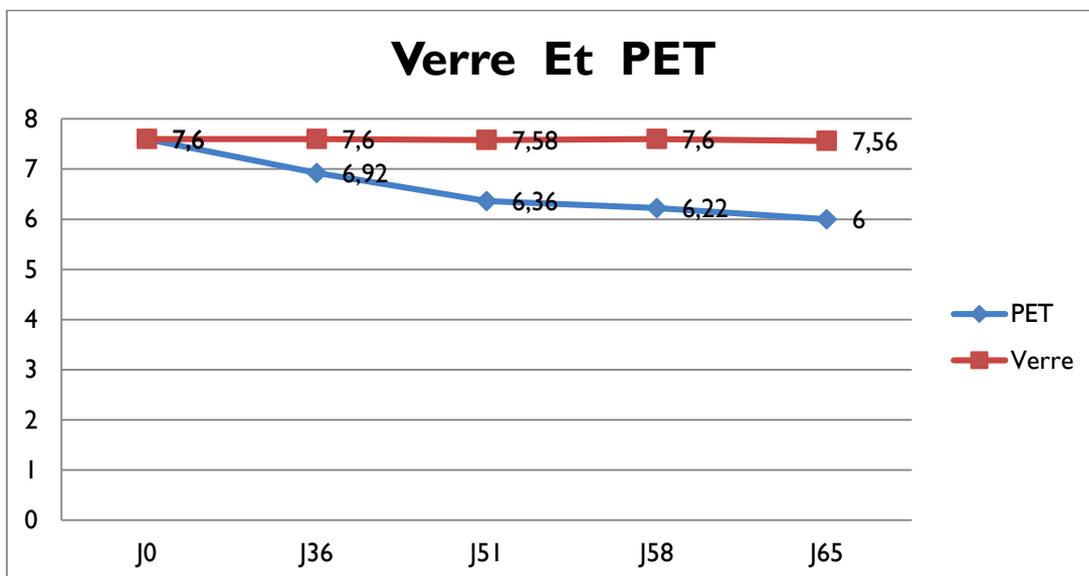


Figure 5 : teneur en CO2 en g/l en fonction de temps en verre et en PET.

A partir de la figure 3, on constate que l'échappement de gaz est largement accéléré dans les bouteilles en PET que dans les bouteilles en verre.

E.4 Discussion des résultats :

D'après les résultats obtenus on remarque que le problème traduit par la diminution de la teneur en CO₂ est rencontré surtout dans les bouteilles en PET, les fabricants dissolvent la même quantité du gaz carbonique dans leurs récipients quel que soit la nature du récipient, mais le PET est perméable au CO₂ que le verre ce qui veut dire que le gaz s'échappe plus vite d'une bouteille en PET.

Un scientifique de la section de Genève m'explique que le PET est un polymère qui est un peu comme une grosse éponge c'est-à-dire qu'il n'est pas complètement étanche il laisse donc un peu de molécules de gaz s'échapper pendant la durée de stockage, par contre le verre est infranchissable quand on ouvre la bouteille le CO₂ ne peut s'échapper que par le bouchon donc Le PET est plus poreux ce qui rend l'échappement facile ce qui confirme que le PET est perméable au gaz.

La perméabilité ou Les propriétés barrière du PET dépendant de la texture microstructurale et du taux de cristallinité du produit fini induit par étirage au cours de soufflage. Ces caractéristiques peuvent être modifiées.

Un réglage optimal de mise en forme des bouteilles lors de soufflage qui est effectué par bi-étirage radial et axial sous pression ($30 < P < 40$ bars) à des températures comprises entre 100°C et 125°C (chauffage par des lampes IR) est la clé pour que la bouteille atteigne des bonnes propriétés barrières (impermeabilité aux gaz), optiques (transparence) et mécaniques (rigidité, résistance au choc, à l'écrasement).

Plus le polymère est cristallin, plus son imperméabilité augmente puisque la disposition des macromolécules laisse que peu d'espace aux molécules de gaz pour pénétrer ou traverser le polymère.



Figure6 : Evolution de la morphologie du PET
Préforme amorphe, bouteille élaborée par soufflage/étirage
La même bouteille après
Un maintien à 110°C pendant 1 heure.

« La température élevée pendant une longue durée pendant le stockage entraine une perte de la densité de la phase amorphe ce qui implique une forte perméabilité au Gaz. »

F. Conclusion :

La perméabilité de gaz dans les polymères est un champ d'investigations qui fait l'objet des enjeux industriels très importants puisqu'il est parmi les matériaux les plus utilisés pour l'emballage alimentaire due à ses propriétés physiques comme la transparence, la légèreté, et sa facilité de recyclage. On distingue plusieurs voies pour améliorer les propriétés barrières du PET:

1 - La sélection d'une température optimale pour le soufflage des bouteilles est essentielle pour atteindre des bonnes propriétés barrières. En effet la température trop élevée lors du soufflage des bouteilles entraîne une perte de densité de la phase amorphe ce qui implique une augmentation de la perméabilité au gaz (O₂ et CO₂).

2 La copolymérisation est une autre possibilité pour améliorer l'effet barrière, est réduire la perméabilité au Gaz.

3- Une autre alternative est la fabrication des bouteilles multicouche. La perméabilité s'avère renforcée par une fine couche de polymère intercalée entre deux couches de PET. Les polyamides (PA), le copolymère d'alcool vinyle éthylène (EVOH).

Il est aussi possible de déposer dans la couche extérieure des préformes des composés organiques (époxy-amines) et inorganiques (généralement composés à base de carbone ou silice) avant le soufflage de la bouteille pour réduire la perméabilité aux gaz des bouteilles en PET.

Référence :

- Livre: Emballage et conservation des produits alimentaires.
- Thèse par François Faure: Etude par simulation moléculaire de la solubilité et de la diffusion de gaz dans des matrices polymères.
- Thèse par Cristina BACH CAMPA :
Evaluation de la migration des constituants de l'emballage en Polyéthylène téréphtalate (PET) vers l'eau , des facteurs d'influence et du potentiel toxique des migrants
- https://fr.wikipedia.org/wiki/Eau_gazeuse
- https://www.oieau.fr/ReFEA/fiches/AnalyseEau/Physico_chimie_PresGen.htm