

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Ahmed Draïa Adrar



Faculté des Sciences et de la Technologie

Département d'Hydrocarbures et Energies Renouvelables

Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme de Master en :

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

**Thème :**

**Caractérisation d'une émulsion complexe à base d'huile  
de tournesol**

Préparé par :

M. Baalla Khayra

M. Hadj hammou Mokhtaria

Membres de jury d'évaluation :

M. Siham Dehmani	Président	MCB	Univ. Adrar
M. Samir Chadli	Encadreur	MCA	Univ. Adrar
M. Ahmed Tahri	Examineur	MRA	URER-MS. Adrar

Année Universitaire : 2021/2022

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
People's Democratic Republic of Algeria

Ministry of Higher Education and  
Scientific Research  
University Ahmed Draia of Adrar  
The central library



وزارة التعليم العالي و البحث العلمي  
جامعة أحمد دراية- آدرار  
المكتبة المركزية  
مصلحة البحث الببليوغرافي

## شهادة الترخيص بالإيداع

انا الأستاذة(ة) : شادلي سمير

المشرف مذكرة الماستر الموسومة بـ : Caractérisation d'une émulsion complexe à base d'huile  
de tournesol

Khayra Baalla

من إنجاز الطالب(ة): باعلا خيرة

Mokhtaria Hadj Hamou

و الطالب(ة): حاج حمو موختارية

كلية : العلوم والتكنولوجيا

القسم : المحروقات والطاقات المتجددة

التخصص : هندسة كيميائية

تاريخ تقييم / مناقشة: 08 جوان 2022

أشهد ان الطلبة قد قاموا بالتعديلات والتصحيحات المطلوبة من طرف لجنة التقييم / المناقشة، وان المطابقة بين  
النسخة الورقية والإلكترونية استوفت جميع شروطها.  
ويامكانهم إيداع النسخ الورقية (02) والإلكترونية (PDF).

- امضاء المشرف:

ادرار في : 1.9 جوان 2022

مساعد رئيس القسم:



و: خليفى سمير  
رئيس قسم المحروقات والطاقات المتجددة  
بكلية العلوم والتكنولوجيا

ملاحظة: لاتقبل أي شهادة بدون التوقيع والمصادقة.



## Remerciements

**Le Tout-Puissant a Allah < et qui remercie, puis se remercie >) Et son noble messager, que Allah le bénisse et lui accorde la paix, a dit «Quiconque ne remercie pas les gens ne remercie pas Allah Tout-Puissant." Je remercie beaucoup Dieu Tout-Puissant, un bon, béni, plein de cieux et de la terre pour l'achèvement de cette étude, ce qui, je l'espère, est satisfait. Merci, louange à Dieu, le plus élevé, pour lui. Nous remercions Dieu pour notre aide et notre éclaircissement pour réaliser ce souvenir et nous donner de la force et de la foi.**

**Je m'étends à mon pays, le superviseur de ce travail - le Dr. SAMIR CHADLI - avec merci et appréciation qu'aucun mot de sa droite ne sera accompli. Je remercie tous ceux qui ont contribué à l'achèvement de ce travail. Grâce à toute ma religion, la religion a été disciplinée de leurs mains à toutes les étapes de mes études**





# Graduation

## **Dédicaces**

*Je dédie ce modeste travail*

*« Je sais que les mots ne valent rien devant les sacrifices »*

### **Maman et papa**

*Un mot court et ses lettres sont peu nombreuses, mais il a des significations plus grandes que l'amour, la loyauté et le sacrifice, la fontaine de tendresse ....**ma mère** Qui m'a appris à gravir les échelons du succès avec sa sagesse et sa patience et m'a poussé sur le chemin du succès.*

*Je lui dédie et partage avec lui ma joie aujourd'hui, même si je ne partage pas avec lui sa souffrance et la fatigue de .....**mon père***

*Pour ceux dont mon cœur se souvient avant que ma plume ne les écrive, pour ceux qui partagent avec moi la douceur et l'amertume de la vie, et ils ont été pour moi des modèles parmi mes*

### **Frères et sœurs.**

*Pour les bourgeons, ils me manquent toujours*

*(**Salim - Asmaa - Abdul AlbassT - Douha - Musaibe - Maymouma**) Que Dieu les protège et prenne soin d'eux.*

*A qui je tiens à remercier un merci spécial, j'ai toujours reçu du soutien et de l'aide*

### **Mon fiancé**

*À tous ceux qui portent mon titre et au-dessus d'eux mes grands-pères, que Dieu ait pitié d'eux - mon oncle, que Dieu ait pitié de lui, mes tantes, mes oncles et mes tantes.*

*Qui nous avons marché ensemble, ensemble nous avons ouvert la voie du succès et de la créativité, avec qui nous nous sommes unis pour cueillir une fleur, nous avons appris*

### **Mes amis mes collègues**

*Pour ceux qui m'ont appris les lettres de Dahab et mon nom et les plus belles expressions savoir.*

### **Chers professeurs**

*Et à tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin, mille mercis*

*En fin de compte, je ne peux que remercier Dieu Tout-Puissant pour notre récompense et notre permission et pour nous avoir guidés vers le droit chemin.*

**KHAVRA**

A decorative scroll with a cream-colored center and a green border. The scroll is adorned with red roses and green leaves at the top and bottom corners. Small, colorful confetti dots are scattered throughout the green border. The scroll is unrolled, with the top and bottom edges showing the rolled-up part.

*Dédicaces*

*Je dédie ce mémoire*

*Ames chers parents ma mère et mon père*

*Pour leur patience, leur amour, leur  
soutien et leurs*

*Encouragements.*

*Ames frères.*

*Ames amies et mes camarades.*

*Sans oublier tous les professeurs que ce soit  
du*

*Primaire, du moyen, du secondaire ou de  
L'enseignement supérieur.*

*Mokhtaría*

## **Sommaire**

Remerciements.....	II
Dédicaces .....	III
Sommaire .....	V
Liste des figures .....	VIII
Liste des tableaux.....	IX
Liste des abréviations.....	X
Introduction générale .....	2

### **Chapitre I**

#### **Huile de tournesol**

Introduction.....	4
I.1 L’huile de tournesol.....	4
I.1.1 Graines de tournesol .....	4
I.1.2 Caractéristiques des graines de tournesol .....	4
I.1.2.1 Structure et composition des graines .....	4
I.1.2.2 Composition de la graine .....	5
I.1.3 Composition de l’huile de tournesol .....	5
I.1.4 Intérêt nutritionnel de l’huile de tournesol .....	6
I.1.5 Les différents types d’huile de tournesol.....	6
I.1.6 Utilisations de l’huile de tournesol .....	7
I.1.7 Les avantages et les inconvénients des huiles de tournesol .....	7
Conclusion .....	7

### **Chapitre II**

#### **Emulsion complexe**

Introduction .....	10
II.1 Les émulsions .....	10
II.1.1 Classifications d’émulsions. ....	10
II.1.1.1 Classification basée sur la nature de la phase dispersée.....	10
II.1.1.2 Classification basée sur la taille des gouttelettes.....	12
II.2 Les Tensioactifs .....	13
II.2.1 Définition.....	13
II.2.2 Classification des Tensioactifs .....	13

II.2.3 La Balance Hydrophile – Lipophile ou HLB .....	14
II.2.4. Principales caractéristiques de tensioactif .....	16
II.3 Emulsion complexes.....	17
II.3.1 Applications dans l'industriel .....	17
II.3.1.1 Les émulsions dans l'agro-alimentaire .....	17
II.3.1.2 Domaine pharmaceutique et cosmétique.....	17
II.3.2 Définition .....	18
II.3.3 Les compositions d'émulsion complexe .....	18
II.3.4 Méthodes de préparations .....	19
II.3.5 Caractérisation.....	20
II.6 Techniques de stabilisation .....	22
Conclusion .....	22

## **Chapitre III**

### **Matériels et Méthodes**

Introduction.....	24
III.1. Matériels et produits utilisés .....	25
III.1.1 Produits utilisés .....	25
III.1.2 Matériels de utilisée .....	29
III .2 La Méthode utilisée.....	32
III.2.1. La préparation des émulsions.....	32
III.3 Caractérisation physico-chimiques des émulsions.....	35
III.3.1 Stabilité physique .....	35
III.3.2 Visualisation microscopique .....	35
III.3.3 Variation de PH.....	36
III.3.4 Variation conductivité.....	36
III.3.5 Variation de la viscosité : .....	37

## **Chapitre IV**

### **Résultats et discussions**

Introduction .....	39
IV.1 Caractéristique physio chimique.....	39
IV.1.1 Emulsion simple E/H .....	39
IV. 1.1.2 Analyse macroscopique .....	39

IV.1.1.3 Stabilité à la centrifugation .....	40
IV.1.1.4 Analyse microscope .....	40
IV.1.1.5 Sen de l'émulsion.....	41
IV.1.1.6 Analyses PH (E/H) .....	42
IV.1.1.7 Viscosité émulsion E/H .....	42
IV.1.2 Emulsion double E/H/E .....	44
IV.1.2.1 Analyse macroscopique .....	44
IV.1.2.2 Analyse microscope.....	45
IV.1.2.3 Sen de l'émulsion.....	46
IV.1.2.4. Analyses PH d'ému(E/H/E) .....	47
IV.1.2.5 Viscosité d'émulsion E/H/E.....	48
Conclusion .....	49
Conclusion générale .....	51
Références bibliographiques .....	53
Résumé .....	56



## Lise des figures

<b>Figure I.1 :</b> Photographies du tournesol a : Plante, b : Graines	5
<b>Figure II.1</b> Émulsion huile dans eau (a.1) et émulsion eau dans huile (a.2)	12
<b>Figure II.2</b> Dessin schématique de différents types d'émulsions	13
<b>Figure II.3</b> Schéma simplifié d'une molécule de tensioactif	14
<b>Figure II.4</b> Schématisation des différents types de tensioactifs	15
<b>Figure II.5</b> Propriétés des tensioactifs en fonction de leur nombre HLB	16
<b>Figure II.6</b> Courbe de la tension de surface en fonction de la concentration de tensioactifs en solution	17
<b>Figure II.7</b> Schémas d'émulsions doubles	19
<b>Figure II.8</b> Schéma du procédé d'obtention en deux étapes des émulsions multiples E/H/E	21
<b>Figure III.1</b> Huile de tournesol	26
<b>Figure III.2</b> Formule chimique de span80	27
<b>Figure III.3</b> Span80	27
<b>Figure III.4</b> Formule chimique de tween20	27
<b>Figure III.5</b> Tween20	28
<b>Figure III.6</b> Gamme arabe	28
<b>Figure III.7</b> Gélatine de vache	28
<b>Figure III.8</b> Chlorure de sodium (Na Cl)	30
<b>Figure III.9</b> Benzoate de sodium	31
<b>Figure III .10</b> Formule chimique de Benzoate de sodium	31
<b>Figure III.11</b> Microscope optique	32
<b>Figure III.12</b> PH mètre	32
<b>Figure III.13</b> Conductimètre	33
<b>Figure III.14</b> Centrifugeuse	34
<b>Figure III.15</b> Viscosimètre	34
<b>Figure III.16</b> Schéma présentant la composition du viscosimètre	36
<b>Figure III. 17</b> Principe des étapes préparées d'une émulsion primaire eau dans huile (E/H)	37
<b>Figure III.18</b> préparation Benzoate de sodium	38

<b>Figure III.19</b> analyse microscopique	39
<b>Figure III.20</b> Photo mesure de PH d'émulsion	39
<b>Figure III.21</b> photo mesure de conductivité	39
<b>Figure IV.1</b> Photo aspect des Emulsion simple E/H	42
<b>Figure IV.2</b> Photos microphotographiques des échantillons d'émulsions simple E/H	44
<b>Figure IV.3</b> Photos microphotographiques des échantillons d'émulsions simple E/H	44
<b>Figure IV.4</b> variation de viscosité en fonction de vitesse de l'émulsion E/H	46
<b>Figure IV.5</b> variation de viscosité en fonction de vitesse de l'émulsion E/H par le temps	47
<b>Figure IV.6</b> l'émulsion initiale E/H (F3)	48
<b>Figure IV.7</b> Photo aspect des Emulsion simple E/H /E	49
<b>Figure IV.8</b> Photos microphotographiques des échantillons d'émulsions simple E/H	49
<b>Figure IV.9</b> Analyse microscope	50
<b>Figure IV.10</b> Variation de viscosité en fonction de vitesse dès l'émulsion E/H/E	52
<b>Figure IV.11</b> variation de viscosité en fonction de vitesse de l'émulsion E/H/E par le temps	53

#### Liste des tableaux

<b>Tableau I.1</b> Composition en acides gras de l'huile de tournesol	6
<b>Tableau I.2</b> Composition en insaponifiable de l'huile de tournesol	7
<b>Tableau II. 1</b> Classification basée sur la taille des gouttelettes	13
<b>Tableau II.2</b> Taille des gouttes et aspect des émulsions	22
<b>Tableau III.1</b> caractéristiques Chlore sodium (Na Cl)	29
<b>Tableau III.2</b> caractéristiques Benzoate de sodium	30
<b>Tableau III.3</b> Différences la composition des émulsions simple E/H	35
<b>Tableau III.4</b> Différences la composition des émulsions double E/H/E	37
<b>Tableau IV.2</b> Mesure de Conductivité	43
<b>Tableau IV.3</b> Analyses de PH (E/H)	45
<b>Tableau IV.4</b> Viscosité émulsion E/H	46
<b>Tableau IV.5</b> mesure de Conductivités	51
<b>Tableau IV.6</b> Analyses de PH (E/H/E)	51
<b>Tableau IV.7</b> Viscosité d'émulsion complexe E/H/E	58

## Liste des abréviations

<b>E/H</b>	eau-dans huile.
<b>H/E</b>	huile-dans-eau.
<b>E/H/E</b>	eau-dans huile -dans-eau
<b>H/E/H</b>	huile-dans-eau-dans huile.
<b>HLB</b>	Balance Hydrophile –Lipophile
<b>W/O</b>	water in oil
<b>O/W</b>	oil in water
<b>W/O/W</b>	water in oil in water.
<b>O/W/O</b>	oil in water in oil.
<b>L/H</b>	lipophile-dans-hydrophile
<b>C8-C10</b>	carbone8- carbone10.
<b>C12-C18</b>	carbone12- carbone18.
<b>CMC</b>	concentration micellaire critique.
<b>Na Cl</b>	Chorde sodium
<b>GA</b>	Gamme arabique
<b>tr /min</b>	tours/minute
<b>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>COONa.</b>	benzoate de sodium.
<b>pH</b>	Potentiel d'hydrogène
<b>Fla</b>	Flacon
<b>NaOH</b>	Hydroxyde sodium
<b>T</b>	Température

## *Introduction générale*



En raison de l'importance des émulsions dans notre vie quotidienne, ils sont omniprésents dans les industries alimentaires, cosmétiques et médicales, Ainsi, l'étude des émulsions est complexe, mais elle est nécessaire dans tous les domaines pour assurer la stabilité des émulsions pour un temps plus grand. Les émulsions complexes (doubles) comprennent deux types, l'une est directes E/H/E et autre est inversées H/E/H qui peuvent être de même nature et de compositions différentes. Grâce à cette microstructure particulière et à leur accessibilité, les émulsions doubles présentent un intérêt important dans l'industrie alimentaire. Par conséquent, la stabilité avec le temps des émulsions complexes présente un problème majeur pour les formulateurs d'émulsion. L'ajout des tensioactifs aux compositions d'émulsion permet la suspension d'une phase à l'autre, ce qui augmente la stabilité avec le temps.

Cette étude vise à formuler une émulsion stable et caractériser leur propriété physiques-chimiques, et rhéologique, ainsi l'influence de tensioactifs sur la stabilité (Floculation, Mûrissement d'Ostwald Coalescence...).

Dans notre étude, nous nous intéresserons à la formulation et à la caractérisation d'émulsions complexes stables à base d'huile de tournesol extraite aux graines de tournesol, elle est souvent utilisées en cuisine et en cosmétique...

La préparation d'émulsion passe par deux étapes, la première étape consiste à préparer une émulsion simple de type (E/H) dans laquelle, l'huile de tournesol avec l'émulsifiant Span 80 sont dispersés dans l'eau, qui contient différentes quantités de gélatine.

Dans la deuxième étape, une émulsion double est préparée par l'ajout de l'émulsion simple dans une phase aqueuse avec différentes proportions de gomme arabique. Le suivi de la stabilité des émulsions dans le temps comprend la détermination de leurs propriétés physiques, chimiques et rhéologiques, ainsi l'observation microscopique.

Notre mémoire est divisé en deux parties, l'une est purement théorique et l'autre partie comprend la partie expérimentale. La partie théorique comprend deux chapitres, le premier chapitre est consacré sur l'étude de l'huile de tournesol avec leur application dans le domaine alimentaire.

Le deuxième chapitre présente les types d'émulsions, plus particulièrement les émulsions complexes avec leurs propriétés physico-chimiques, avec le temps en présence de tensioactifs.

La partie pratique se compose aussi en deux chapitres, Le troisième chapitre décrit le matériel avec les produits utilisés dans la préparation. Les méthodes utilisées pour la caractérisation et le suivi de la stabilité. Le dernier chapitre (chapitre 4) présente les résultats obtenus avec la discussion sur la stabilité et la visualisation de la séparation des phases ainsi que les propriétés rhéologiques, le changement de pH et l'observation microscopique pour une période d'un mois. Enfin, nous terminons ce mémoire par une conclusion générale.

*Chapitre I*  
*Huile de tournesol*



## Introduction

Les huiles végétales ont un rôle essentiel dans notre vie quotidienne, car elles sont extraites des graines oléagineuses utilisées dans la production d'huile industriellement et sont cultivées dans ce but. Il est aussi consommé sous forme d'huiles raffinées ou indirectement Parmi les plantes cultivées pour son huile, on cite : l'arachide, l'olivier, le colza, Ricin, soja et tournesol ; c'est pourquoi nous pouvons mettre en avant l'huile de tournesol.

### I.1 L'huile de tournesol

Le tournesol est une plante oléagineuse annuelle dont le nom scientifique est *Tournesol*. Son nom vient de sa tendance à pointer vers le soleil pendant Aujourd'hui, alors que son nom scientifique fait référence à sa forme distinctive Inflorescence composée, ou capitule « fleurs sans tiges » : signifie en grec Hélios Le soleil et Athos signifie fleur, tandis que le nom espagnol, girasol, est le même que le nom français ; Sa période de récolte est du début de Septembre à début octobre (EVON, 2008)

#### I.1.1 Graines de tournesol

Les graines de tournesol sont en fait un fruit sec situé dans l'inflorescence appelée la tête et constituée de plusieurs composants Généralement l'amande et l'écorce ou écorce. (ROCHE, 2005)



**Figure I.1** : Photographies du tournesol **a** : Plante, **b** : Graines. (Amine, 2020/2021)

### I.1.2 Caractéristiques des graines de tournesol

#### I.1.2.1 Structure et composition des graines

L'enveloppe d'un tournesol, que l'on appelle habituellement "graine", est constituée d'un noyau et d'une enveloppe ou enveloppe. La taille de cette graine varie selon la variété, son poids varie entre 30 et 80 grammes pour 1000 graines. (KARTIKA, 2005)

L'akène complet contient :

- ✓ L'enveloppe représente 18 à 35 % du poids total de la graine. Le pourcentage d'enveloppe dans les graines de tournesol riches en huile ( $\pm 23$  %) est plus faible que dans les graines pauvres en huile ( $\pm 43$  %).
- ✓ Une amande, qui est formée par une membrane diaphane, un endosperme et un embryon comprenant deux cotylédons, dont les cellules sont remplies des globules d'huile et de corpuscules protéiques. La graine de tournesol est ainsi essentiellement constituée de lipides, de protéines, d'une fraction ligno-cellulosique et de polysaccharides non cellulosique. (KARTIKA, 2005)

### I.1.2.2 Composition de la graine

Les graines de tournesol et de lin sont constituées de matières grasses, protéines, glucides (cellulose comprise), d'eau et d'autres composés (DAGMEY A. , 2020)

L'huile contenue dans la graine est extraite selon deux méthodes :

- Extraction mécanique par pression.
- Extraction chimique par solvant

### I.1.3 Composition de l'huile de tournesol

Comme pour toutes les huiles végétales, l'huile de Tournesol se compose essentiellement de triglycérides (98 à 99%) et d'une faible proportion, de substances diverses (Amir, 2016/2017).

L'huile de tournesol est caractérisée par sa teneur importante en AG insaturés 87% contre 13% d'acides gras saturés (Tableau I.1)

**Tableau I.1** Composition en acides gras de l'huile de tournesol (Ikram, 2020/2021)

Acide gras	Nature	Pourcentage d'AG
Acide palmitique	C 16 :0	5-7
Acide palmitoléique	C 16 :1	<0.4
Acide stéarique	C18 :0	4-6
Acide oléique	C 18 :2	15-25
Acide linoléique	C18 :3	62-70
Acide linoléique	C16 :3	<0.2
Acide arachidonique	C20 :0	<1
Acide Gad oléique	C20 :1	<0.5
Acide bénéfique	C20 :2	<1



La teneur en insaponifiables de l'huile de tournesol est décrite dans le tableau II.

**Tableau I.2** Composition en insaponifiable de l'huile de tournesol. (Ikram, 2020/2021)

Insaponifiables	Concentration (mg/100g de cg)
-Teneur en stérols	325-5.5
-Teneur en tocophérols	44-120
-Teneur en hydrocarbures	15-20
-Teneur en alcools	100

#### I.1.4 Intérêt nutritionnel de l'huile de tournesol

Les vitamines liposolubles contiennent des propriétés antioxydants qui sont responsables de la stabilité oxydative.

L'huile de tournesol est une excellente source d'acide linoléique qui doit être apportée par l'alimentation car elle est dite « essentielle » et exerce une action sur la peau, les muqueuses, les glandes endocrines et le système nerveux. Son activité est particulièrement perceptible dans les cas d'hypercholestérolémie et d'athérosclérose, et en général dans toutes les maladies du cœur et des vaisseaux sanguins (Hadjer, 2020).

#### I.1.5 Les différents types d'huile de tournesol

Il existe deux types différents d'huile de tournesol sur le marché. Ceci est représenté dans l'huile de tournesol oléique et l'huile de tournesol linoléique.

##### I.1.5.1 Huile de tournesol linoléique

L'huile de tournesol linoléique est principalement composée de 67% d'acide linoléique. Il aide à prévenir certaines maladies cardiovasculaires. Il a donc un grand avantage nutritionnel (Yelouassi, 2021).

##### I.1.5.2 L'huile de tournesol oléique

L'huile de tournesol oléique est composée en grande partie d'acide gras oléique, cet acide est un gras mono insaturé qui n'est en aucun cas affecté par la chaleur. . Pour classer l'huile de tournesol comme oléique, la composition en graisses mono insaturées doit être d'au moins 75 %. Cette huile rivalise actuellement avec les meilleures huiles d'olive Sur le plan nutritionnel, l'huile de tournesol oléique est essentielle en tant qu'huile de friture simple ou composée. Sur le marché industriel, il est utilisé comme biolubrifiant ou bicarbonate grâce à sa biodégradabilité (Yelouassi, 2021).

### **I.1.6 Utilisations de l'huile de tournesol**

Un atout de l'huile de tournesol est la grande diversité de composition en acides gras de l'huile de tournesol et en coproduits de bonne valeur ajoutée (composés mineurs). Ceci conduit à des utilisations variées aussi bien en nutrition humaine que dans l'utilisation non alimentaire. Pour le secteur alimentaire, le développement de variétés de tournesol différemment enrichies en acides gras présente un réel intérêt pour l'alimentation humaine, avec de nombreux effets bénéfiques sur la santé. Dans le secteur non alimentaire, l'huile de tournesol peut être utilisée dans le domaine des lubrifiants, bio solvants pour la teneur en acide oléique, dans le domaine des peintures ou encore des produits cosmétiques ou pharmaceutiques pour les phytotrons ou certains acides gras saturés. Par ailleurs, le tourteau de tournesol est une source de matière riche en protéines utilisée pour l'alimentation animale (ROCHE, 2005).

### **I.1.7 Les avantages et les inconvénients des huiles de tournesol**

Le tournesol dans le contexte d'augmentation de la production mondiale d'oléagineux depuis plus de trente ans, s'inscrit dans un contexte mondial, national et régional. ; Mais les prévisions globales et régionales d'évolution de cette culture de tournesol dans les années à venir devront être ajustées en fonction de plusieurs phénomènes :

Les effets du changement climatique peuvent affecter, notamment sur les précipitations et la sécheresse, ces effets restent difficiles à discerner à ce jour, L'huile de tournesol est toujours considérée comme une excellente huile comestible.

La concurrence mondiale dans la production d'huiles, dont l'huile de tournesol, cependant, la concurrence d'autres huiles comme celle de colza, et surtout, la production d'huile de tournesol ces dernières années est devenue très faible, mais sa consommation ne cesse d'augmenter.

La qualité des huiles comestibles se distingue par ses propriétés physiques, nutritionnelles et sensorielles, et l'un des aspects qualitatifs les plus importants de l'huile est sa composition et sa stabilité à l'oxydation. En raison de sa richesse en acides gras mono insaturés.

### **Conclusion**

Les graines de tournesol sont une source de matières premières recherchées par l'industrie Aliments humains et animaux et pour des applications non alimentaires. Cependant, les semences sont utiles pour les transformations industrielles par l'adaptation des pratiques culturelles La formation des graines de tournesol est largement influencée par des facteurs génétiques et Environnemental. Notre approche vise une production abondante d'huile de tournesol.

L'huile de tournesol joue un rôle essentiel dans notre alimentation, elle garantit tout Une fonction nutritionnelle avant tout en contribuant à l'apport d'énergie, et en étant une source Parmi les acides

gras essentiels, en particulier l'acide linoléique et l'acide alpha-linolénique, ils sont Améliorer également la qualité organoleptique des produits, en leur donnant une texture crémeuse, Aspect brillant et saveur spéciale.

*Chapitre II*  
*Émulsions complexes*



## Introduction

Les émulsifiants sont omniprésents dans les domaines de l'alimentation, de la cosmétique et de la médecine, ils permettent d'obtenir certaines textures et propriétés dans le produit. Les gouttelettes de l'émulsion peuvent réagir avec d'autres composés pour créer de nouvelles structures, assurer la diffusion des principes actifs ou encore favoriser le transport de molécules hydrophobes.

Ainsi l'étude des émulsifiants est complexe mais nécessaire dans l'industrie, pour assurer des produits stables. Les émulsions sont généralement formées de trois composants : une phase aqueuse, une phase huileuse et un tensioactif. Les procédés d'émulsification les plus courants sont les émulsions complexes directes eau-dans-huile-dans-eau.

## II.1 Les émulsions

Les émulsions sont des liquides dans lesquels des gouttelettes d'un liquide se dispersent dans un autre liquide non miscible. Deux types d'émulsions sont identifiés, les émulsions directes huile-dans-eau (H/E) correspondant à une dispersion huile-dans-eau et les émulsions inverses eau-dans-huile (E/H) correspondant à une dispersion eau-dans huile (HAMMOU, 2016).mais ils sont d'autres types d'émulsions, de composition Plus complexes, comme les émulsions multiples et mixtes.

Émulsions huile-dans-eau-dans-huile (H1/W/H2) ou eau-dans-huile-dans-eau (E1/H/E2) sont des émulsifiants multiples. Les émulsions sont généralement obtenues en agitant des mélanges d'eau, d'huile et de tensioactifs. L'émulsion est thermodynamiquement instable, et ce sont les tensioactifs qui permettent de stabiliser le système dans le temps en abaissant la tension inter faciale entre la phase dispersée et la phase continue sous forme de petites gouttelettes dont les diamètres sont généralement supérieurs à 0.1µm. (LIGNEL, 2014).

### II.1.1 Classifications d'émulsions.

C'est la nature et la composition des deux phases de l'émulsion qui influencent sa classification. On parle de phase dispersée, discontinue ou interne pour désigner les globules et de phase dispersante, continue ou externe pour désigner la phase dispersée. On distingue des émulsions huile-dans-eau, lipophile-dans-hydrophile ou Oïl-in-water (H/E ou L/H ou O/W) et des émulsions eau-dans-huile (E/H ou H/L ou W/O). (Couteau, 2014).

#### II.1.1.1 Classification basée sur la nature de la phase dispersée

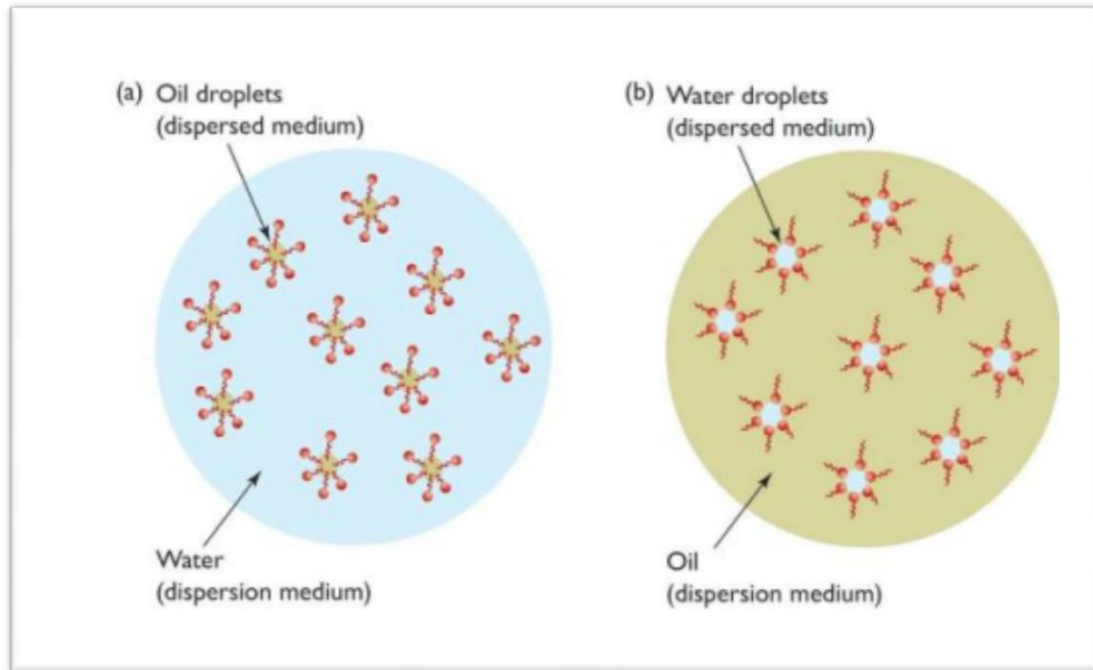
Les émulsions peuvent être classées selon la répartition spatiale relative de la phase huileuse et aqueuse :

##### a. Émulsions simple

a.1 Émulsion huile-dans-eau (H/E) : les gouttelettes d'huile sont dispersées dans une phase aqueuse

Figure II.1

a.2 Émulsion eau-dans-huile (E/H) : les gouttelettes d'eau sont dispersées dans une phase huileuse (Xie Y, 2016)



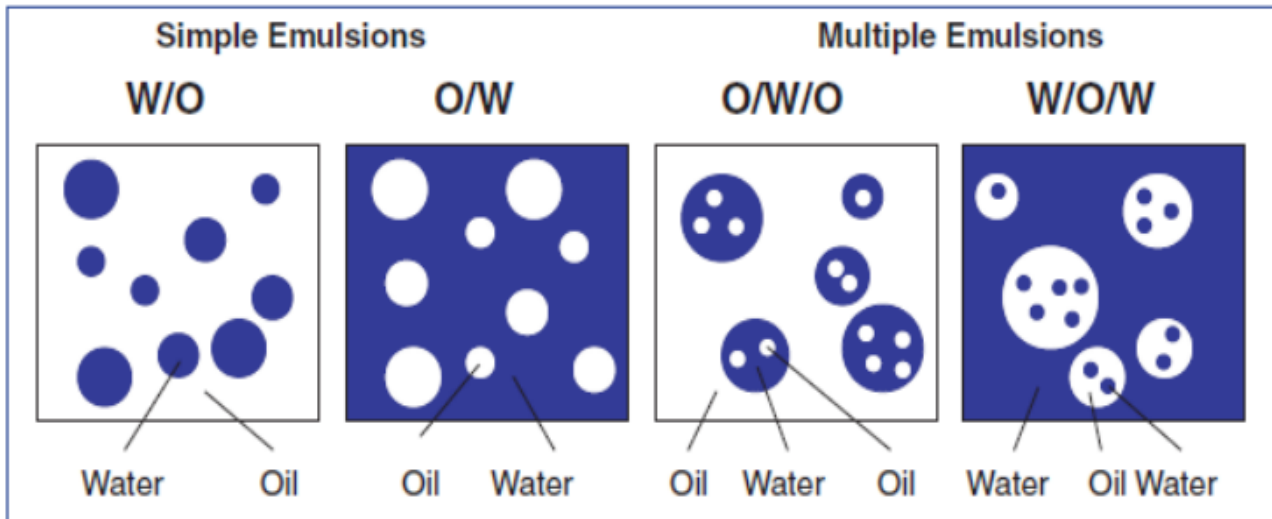
**Figure II.1** Émulsion huile dans eau (a.1) et émulsion eau dans huile (a.2) (Xie Y, 2016)

### b. Émulsions double

Les deux principaux types sont les émulsions eau-dans-huile-dans-eau (w/o/w) et huile-dans-eau-dans-huile (o/w/o) :

b.1 Eau-dans-huile-dans-émulsion aqueuse : de petites gouttelettes d'eau sont dispersées dans l'huile (émulsion primaire eau-huile (E/H)), et cette émulsion primaire est dispersée sous forme de grosses gouttelettes à l'intérieur d'une phase continue aqueuse (**Figure II.2**)

b.2 Émulsions huile-dans-eau-dans-huile : De petites gouttelettes d'huile sont dispersées dans l'eau (émulsion primaire huile-eau (H/E)), et cette émulsion primaire est dispersée sous forme de grosses gouttelettes dans une phase huileuse continue (**Figure.II.2**).



**Figure II.2** Dessin schématique de différents types d'émulsions (Callizo, 2016).

### II.1.1.2 Classification basée sur la taille des gouttelettes

En fonction de la taille moyenne des gouttelettes de la phase dispersée, différentes émulsions peuvent être distinguées selon le **tableau (1)** ci-dessous (Rondel, 2009)

**Tableau II. 1** : Classification basée sur la taille des gouttelettes. (ISSAM, 2016)

Type d'émulsion	Taille des gouttelettes	Caractéristiques
Macro émulsion	1 à 10 $\mu\text{m}$	Un liquide immiscible dispersé dans un autre liquide sous forme de gouttes, une émulsion grossière à aspect blanc laiteux.
Microémulsion	0.1 à 1 $\mu\text{m}$	Emulsion blanche dont le diamètre varie entre 0.5-1 $\mu\text{m}$ . Emulsion grise dont le diamètre varie entre 0.1-0.5 $\mu\text{m}$ .
Nano-émulsion	$\leq 0.1\mu\text{m}$	La dispersion est doté d'une thermodynamique stable, transparente à semi-transparente

## II.2 Les Tensioactifs

### II.2.1 Définition

Un tensioactif ou agent de surface est un composé qui a tendance à s'agréger à l'interface, plutôt que dans le volume de la solution, lorsqu'il est mélangé à un solvant polaire ou apolaire. Cette propriété tient au fait que les composés tensioactifs sont des molécules amphiphiles, c'est-à-dire qu'elles présentent deux parties de polarité différente, l'une lipophile et apolaire, l'autre hydrophile et polaire (voir la figure1).

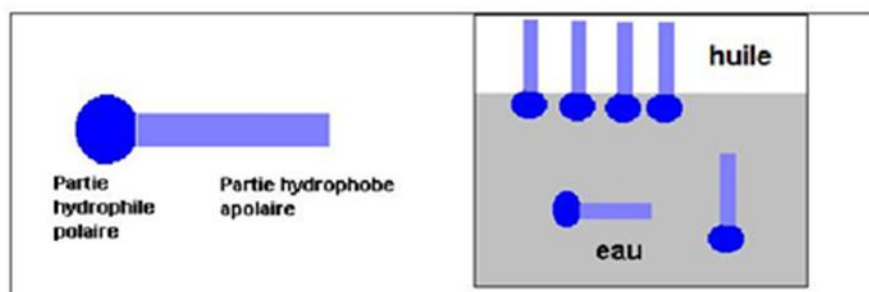


Figure II.3 Schéma simplifié d'une molécule de tensioactif (PIERAT, 2010)

Un tensioactif est composé de deux parties :

- ❖ Une partie qui s'accroche à l'eau : Partie hydrophile (ou encore lipophile).
- ❖ Une partie qui s'accroche à l'organique : Partie lipophile (ou encore hydrophobe).

Cette dualité de structure est à l'origine de leur activité de surface, de leur pixellisation et de leurs capacités de solubilisation qui rendent possibles leurs multiples applications (détergence, étalement, émulsification, dispersion, agent de moussage,...etc.) (MAYOT, 2007).

### II.2.2 Classification des Tensioactifs

Tout comme les émulsions, la classification des tensioactifs est basée sur plusieurs caractères à savoir :

- La nature de la tête polaire (non ionique, anionique, cationique ou amphotère) Il s'agit du classement le plus rationnel utilisé.
- La longueur de la partie lipophile, permet de différencier les agents mouillants (c8-c10), les détergents (c12-c18), et les émulsionnants ou adoucissants.
- L'origine : naturelle ou synthétique.

Selon la structure des tensioactifs (figure 3) la molécule du tensioactif se compose d'une tête polaire et hydrophile dont la nature nous permet de classer les tensioactifs en quatre classes (ISSAM, 2016)

- ✓ **Anioniques** : Où les groupes polaires courants sont des carboxylates, sulfates, sulfonâtes ou phosphates. (Ihem, 2017/2018)

- ✓ **Cationiques** : La plupart des tensioactifs cationiques sont à base d'atomes d'azote, en particulier ammoniums quaternaires (Ilhem, 2017/2018)

**Non ioniques** : Les composés tensioactifs non ioniques sont le plus souvent polyfonctionnels ; polyéthers (tensioactifs polyéthoxylés) ou polyols. Les polyéthers ont typiquement un groupe polaire constitué de 4 à 10 unités d'oxyde d'éthylène. Les tensioactifs à base de polyols les plus courants sont les esters de sorbitane, les alkyl glucosides et les poly glycérols esters. Les tensioactifs non ioniques, les plus utilisés dans l'industrie alimentaire et pharmaceutique sont les esters de sorbitane, aussi appelés Spann et Tween. (Ilhem, 2017/2018)

- ✓ **Zwitterioniques** : Ils comportent deux groupements ioniques de charges opposées. Ils sont par conséquent parfois classés comme non ioniques. (Ilhem, 2017/2018).

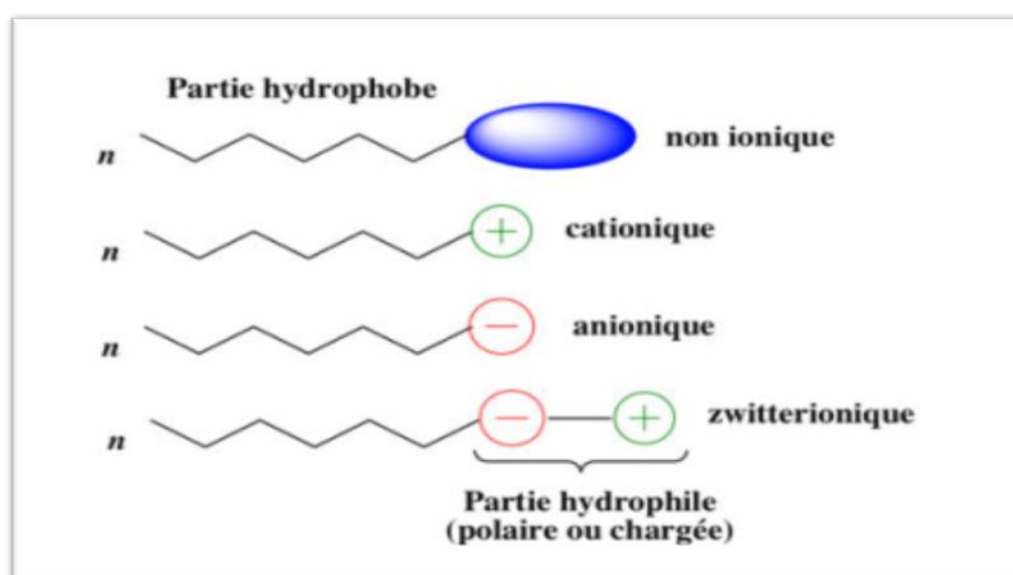


Figure II.4 Schématisation des différents types de tensioactifs (LIGNEL, 2014)

### II.2.3 La Balance Hydrophile – Lipophile ou HLB

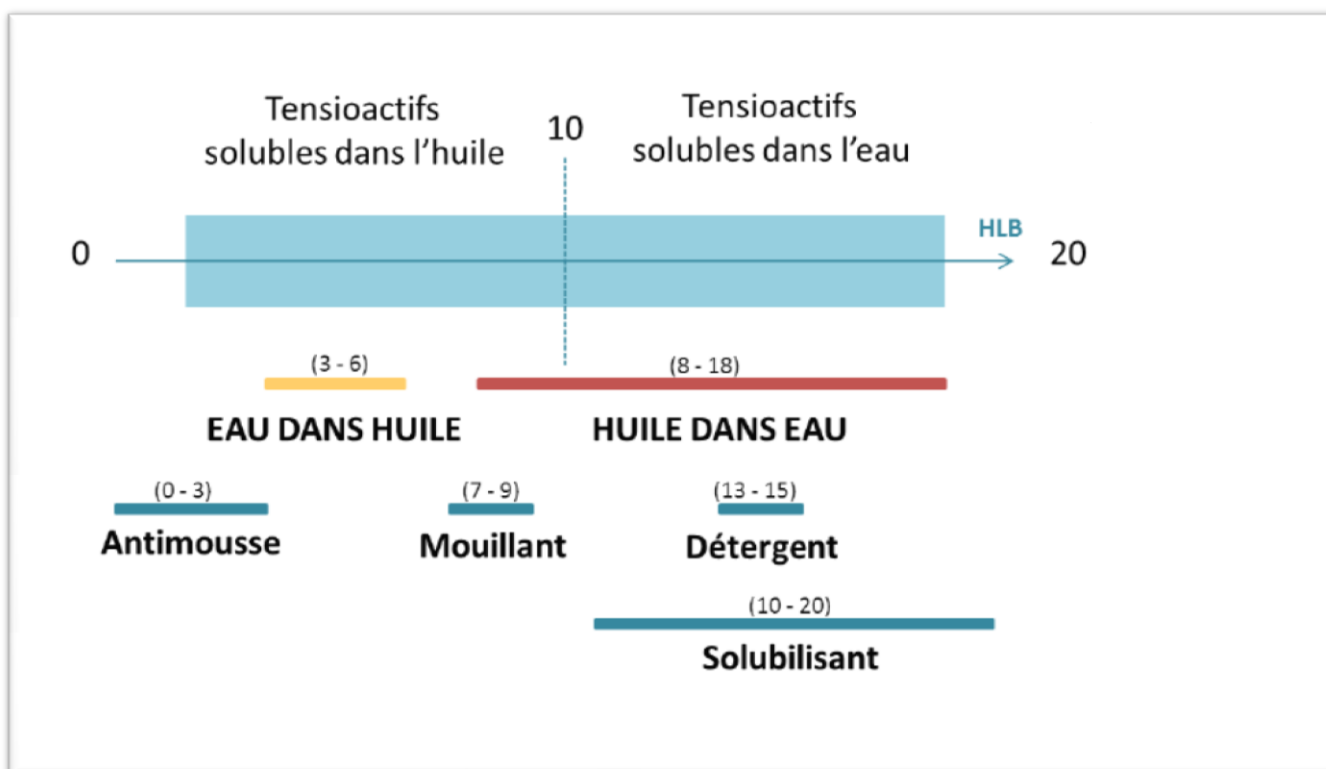
Afin de quantifier la règle de Bancroft et de faciliter le choix du tensioactif pour former un type d'émulsion donné, Griffin a développé en 1949 la notion de balance hydrophile – lipophile (HLB). Cette méthode, basée sur la classification des tensioactifs selon leur affinité pour l'eau, permet l'utilisation de règles de calcul simples pour prédire le comportement de tensioactifs ou mélanges de tensioactifs. Ainsi, Griffin classe les tensioactifs non ioniques sur une échelle de HLB allant de 0 à 20 selon l'équation (1)

$$HLB = 20 \frac{\text{masse moléculaire de la partie hydrophile}}{\text{masse moléculaire totale}} \quad \text{II. (1)}$$

Les tensioactifs possédant une HLB élevée stabiliseront préférentiellement les émulsions directes et inversement. De façon plus générale, Davies a attribué à chaque groupement chimique un nombre

HLB d'autant plus élevé que le groupement est hydrophile. La HLB du tensioactif est alors calculée à l'aide de l'équation : (2) (Protat, 2017)

$$HLB = 7 + \sum HLB \text{ hydrophile} + \sum HLB \text{ lipophile} \quad \text{II (2)}$$



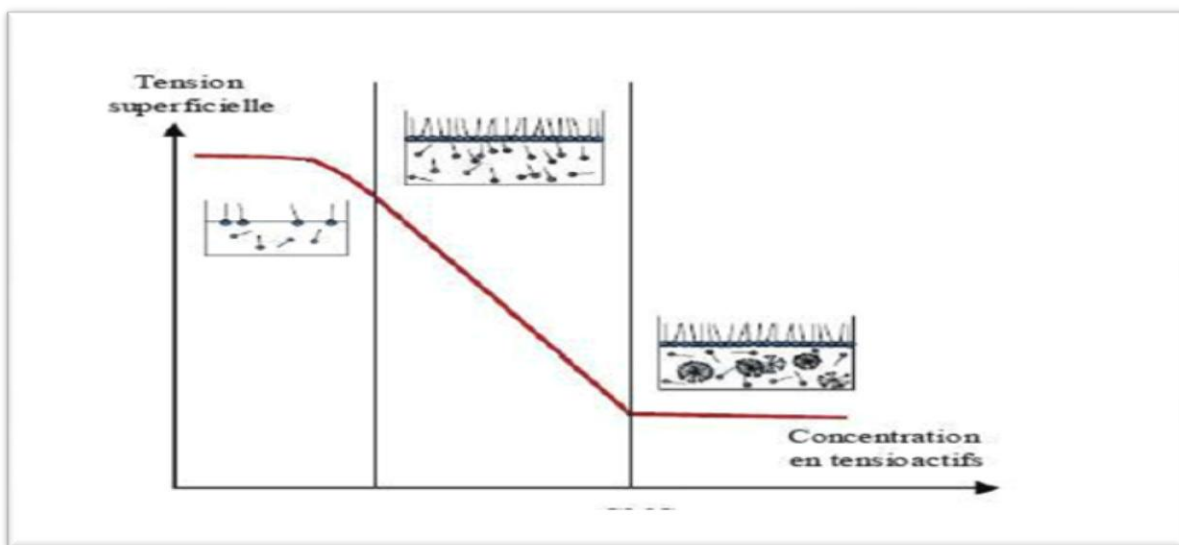
**Figure II.5** Propriétés des tensioactifs en fonction de leur nombre HLB. (DavinaDesplan, 2019)

Plusieurs valeurs ont été testées expérimentalement en recherchant un émulsifiant ayant une valeur de HLB Suffisant, déterminant ainsi la stabilité optimale d'une seule émulsion contenant de l'huile. Les valeurs HLB sont additives et sont très utiles lors de l'utilisation de mélanges d'émulsifiants et pour la qualité des émulsions et les propriétés stabilisantes des émulsions. Presque tous les produits commercialisés contiennent des mélanges (au moins deux) de tensioactifs. Cependant, la notion de HLB ne prend pas en compte certains facteurs tels que : l'état d'ionisation des molécules en fonction du pH, la température de formulation, la concentration (concentration) de la ou des émulsion(s), les éventuelles interactions avec d'autres molécules et enfin les concentrations des phases continue et dispersée. En pratique, la texture (et les propriétés physiques et chimiques associées) sont essentielles à un émulsifiant qui guide le choix de la nature de la phase lipidique et des émulsifiants (DavinaDesplan, 2019).

### II.2.4. Principales caractéristiques de tensioactif

Les propriétés essentielles des composés tensioactifs qui permettent de comprendre les phénomènes observés et qui déterminent leurs domaines d'application sont :

- \* l'adsorption aux interfaces qui provoque une diminution des tensions inter faciales. Cette propriété est responsable des phénomènes de mouillage, de dispersion, de détergence et d'émulsification ;
- \* La propriété principale des tensioactifs est de pouvoir s'auto organiser. Cette tendance est d'habitude caractérisée par la concentration micellaire critique (CMC). En dessous de la CMC, le tensioactif forme une couche en surface du liquide et le reste est dispersé dans la solution. Lorsqu'on augmente la quantité de tensioactif, sa concentration augmente de manière proportionnelle jusqu'à atteindre une valeur limite : la CMC. À partir de cette dernière le tensioactif ajouté forme des micelles sphériques. La CMC est donc la concentration totale en tensioactif pour laquelle un nombre constant et petit de molécules de surfactant sont sous forme agrégées, selon Corin. Ce phénomène gouverne les propriétés de solubilisation et d'émulsifications. (p.nMoulai\_mostefa, 2013/2014).



**Figure II.6** Courbe de la tension de surface en fonction de la concentration de tensioactifs en solution (Mostefa, 2013/2014)



## II.3 Emulsion complexes

### II.3.1 Applications dans l'industriel

#### II.3.1.1 Les émulsions dans l'agro-alimentaire

Les émulsifiants ont été largement étudiés pour l'industrie alimentaire. Les émulsifiants directs sont utilisés pour encapsuler des composés lipophiles, tels que des acides gras insaturés pour éviter l'oxydation, ou des substances actives pour augmenter leur stabilité et faciliter leur transport et leur utilisation dans les produits.

Les émulsions multiples E/H/E ont également de nombreuses applications potentielles pour encapsuler et protéger des composés hydrophiles, pour améliorer la sensibilité de certains aliments, ainsi que pour masquer le goût désagréable de certains aliments. Il peut également être utilisé dans le développement de produits faibles en gras, car les in-waters permettent de réduire la quantité d'huile utilisée tout en conservant la texture. Les protéines permettent de stabiliser des émulsions de ce type sur de longues durées.

#### II.3.1.2 Domaine pharmaceutique et cosmétique

Les émulsions doubles ont très vite suscité un vif intérêt dans la recherche industrielle. Pour ne citer que les émulsions E/H/E, de nombreuses études ont prouvé leur capacité d'encapsulation d'espèces d'intérêt cosmétique ou pharmaceutique.

Dans le domaine pharmaceutique, les émulsions doubles présentent un réel intérêt puisque, tout comme les liposomes et contrairement aux microparticules, leurs compartiments aqueux internes rendent possible le transport de principes actifs hydrophiles. Il est important de rappeler que la majorité des principes actifs dans le traitement des cancers sont hydrophiles. L'équipe de Higashi travaille ainsi depuis plusieurs années sur l'incorporation de principe actif anticancéreux dans les émulsions doubles W/O/W (GUERY, 2006)

Les émulsifiants sont utilisés depuis toujours dans l'industrie cosmétique car ils permettent d'obtenir une large gamme de textures et d'améliorer Produits contre les allergies. Pour les crèmes par exemple, les émulsions multiples E/H/E évitent la sensation de gras sur la peau tout en conservant les propriétés hydratantes des émulsions inverses. De plus, ils peuvent être utilisés pour encapsuler et libérer des ingrédients actifs de manière contrôlée pour des applications topiques. (PROTAT, 2016)

### II.3.2 Définition

Les émulsions doubles sont des dispersions complexes de liquides obtenues en présence de deux tensioactifs de solubilité différente : l'un hydrosoluble et l'autre liposoluble. Selon la nomenclature conventionnelle, il existe deux types d'émulsions doubles, déterminés selon plusieurs paramètres tels que la nature des tensioactifs, la température ou encore les conditions de cisaillement (G, 2007). Le cas le plus couramment rencontré est celui des émulsions doubles de type Eau-dans-Huile-dans-Eau (E/H/E). Dans ce cas, une phase aqueuse continue contient une dispersion de gouttes d'huile, contenant elles-mêmes des gouttes d'eau (Figure II .7).

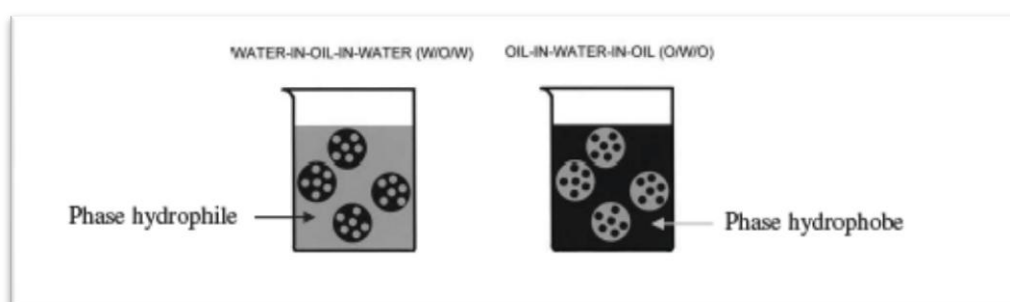


Figure II.7 Schémas d'émulsions doubles (Kaci, 2018)

La seconde classe d'émulsions doubles, beaucoup moins répandue, est de type Huile-dans-Eau-dans-Huile (H/E/H). Dans ce cas, une phase continue huileuse contient une dispersion de gouttes d'eau contenant elles-mêmes des gouttes d'huile. Dans le cadre de cette étude, nous nous concentrerons sur les émulsions de type E/H/E (Goibier, 2018).

### II.3.3 Les compositions d'émulsion complexe

Les émulsions complexes sont composées d'une phase interne, d'une phase intermédiaire, d'une phase externe et de divers excipients permettant d'assurer la stabilité du système.

La plupart des solvants lipophiles utilisés dans les émulsions simples peuvent entrer dans la composition des phases huileuses. Il est nécessaire de prendre en compte la densité et la viscosité de ces solvants.

Pour le choix des agents de surface, il vaut mieux privilégier les agents non ioniques. Ces surfactants doivent répondre à deux impératifs :

- Respecter un équilibre des concentrations entre les agents hydrophiles et lipophiles afin d'empêcher qu'ils se solubilisent et déstabilisent ainsi l'émulsion ;
- Garder une valeur de HLB limitée afin d'éviter l'inversion de phase.

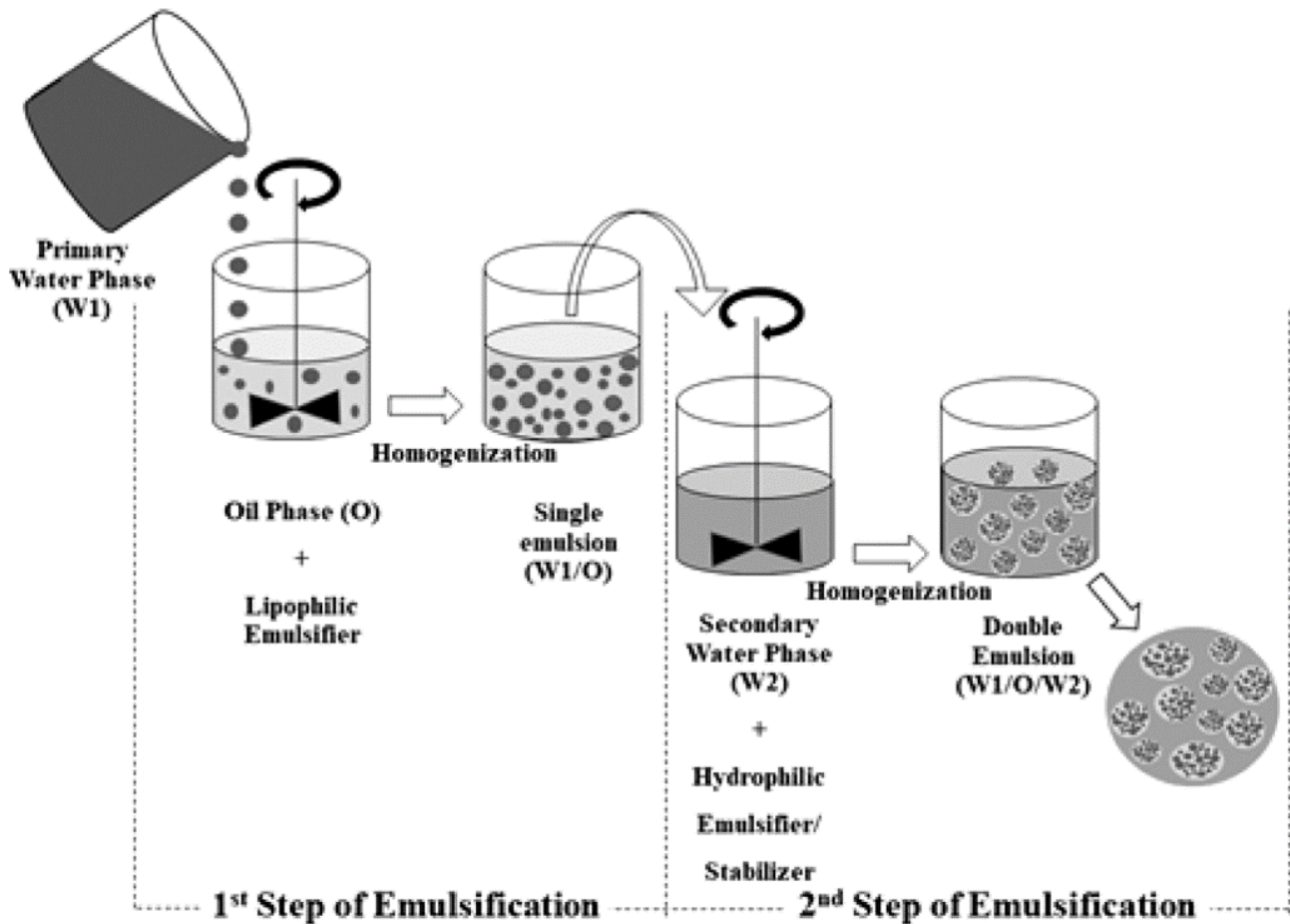
Les phases aqueuses sont toujours constituées d'eau. Il est possible d'y ajouter des sels ou des sucres afin de servir de traceur. Le suivi du passage de ces molécules dans la phase externe nous renseigne sur la stabilité de l'émulsion. (STAUFFER, 2014).

### II.3.4 Méthodes de préparations

Des émulsions multiples sont généralement produites en utilisant une procédure en deux étapes. Dans les études fondamentales, les émulsions multiples sont mentionnées comme W1/O/W2 ou O1/W/O2 pour faciliter la procédure. Les émulsions multiples sont généralement utilisées dans les applications agro-alimentaires sous forme W1/O/W2. Parce que de nombreuses émulsions alimentaires comprennent une phase aqueuse continue et sélectionnent des agents émulsifiants hydrophiles appropriés pour être utilisés dans les aliments (ÖZTÜRK1, 2013). Dans un premier temps, une émulsion de type E/H est fabriquée à l'aide d'un tensioactif lipophile. Le plus souvent, cette émulsion primaire est obtenue à fort cisaillement, à l'aide d'un appareil de type rotor-stator, ou par homogénéisation haute pression.

Dans un second temps, cette émulsion primaire est dispersée dans la phase aqueuse externe contenant un tensioactif hydrophile. Les conditions d'émulsification appliquées pour cette seconde étape sont généralement douces » : il s'agit d'éviter un cisaillement trop intense qui entraînerait une instabilité de l'émulsion primaire et la libération des gouttes internes (Meltem SERDAROĞLU\*1, 2013)

## Two-Step Emulsification of Double Emulsions



**Figure II.8** Schéma du procédé d'obtention en deux étapes des émulsions multiples E/H/E (Ezgi Tekin Pulatsü, 2017)

Un procédé sans transvasement est proposé par Salader et al en utilisant deux hélices dont la hauteur va déterminer le type d'émulsion obtenue. Ainsi, en plaçant une petite turbine dans la phase huile, la phase aqueuse est d'abord aspirée et dispersée dans la phase huile jusqu'à ce que la phase aqueuse soit hors de portée de la turbine. Une seconde hélice placée dans la phase aqueuse va ensuite entraîner un mouvement radial et axial sous agitation lente afin de disperser l'émulsion E/H dans la phase aqueuse. L'émulsion finalement obtenue est de type E/H/E.

### II.3.5 Caractérisation

#### II.3.5.1 Aspect

L'aspect des émulsions est un caractère organoleptique dépendant de :

- La taille des gouttelettes de phase dispersée.
- La concentration de l'émulsion.

- Le rapport d'indice de réfraction entre les phases.

L'aspect de l'émulsion dépend du rapport entre lumière transmise et lumière diffusée. Plus la taille des gouttelettes est grosse, plus la diffusion est importante et plus l'émulsion présentera un aspect opalescent, blanc. Le Tableau II nous montre l'aspect des émulsions en fonction de la taille des globules (STAUFFER, 2014)

**Tableau II.2 :** Taille des gouttes et aspect des émulsions (STAUFFER, 2014)

Taille des gouttelettes	Aspect de l'émulsion
> 100 $\mu\text{m}$	Gouttes visibles
10 – 100 $\mu\text{m}$	Blanc laiteux
0,1 – 10 $\mu\text{m}$	Opalescent
< 0,1 $\mu\text{m}$	Translucide

### II.3.5.2 Granulométrie

La granulométrie correspond à la taille des gouttelettes de la phase dispersée : distribution de taille et diamètre moyen. La distribution granulométrique est généralement monomodale, dans certains cas, on observe des distributions bimodales. Si la distribution est resserrée, on parle d'émulsion homogène ou mono disperse, sinon d'émulsion hétérogène ou poly disperse (Ilhem, 2017/2018)

### II.3.5.3 Viscosité

Le comportement rhéologique d'une émulsion est souvent complexe en raison de l'influence de nombreux paramètres inhérents à la structure (tailles et organisation des gouttes) ou aux composés chimiques utilisés. De nombreux modèles existent dans la littérature qui relie la viscosité d'une émulsion à ses caractéristiques, mais ils sont pour la plupart de nature empirique et limités à des cas bien précis (Ilhem, 2017/2018)

### II.3.5.4 Conductivité

La nature de la phase externe et type d'émulsion peuvent être détectés par différentes techniques, notamment mesure de sa conductivité. Dans le cas d'une émulsion type H/E, la conductivité est directement liée à la conductivité et à la fraction volumique de la phase aqueuse continue (Ilhem, 2017/2018)

### II.3.5.5 Stabilité

Les émulsions, sont thermodynamiquement instables car leur décomposition résulte d'une diminution d'énergie libre. Cependant les mécanismes cinétiques impliqués dans la démixtion des phases peuvent être si lents que l'émulsion peut être considérée comme stable. La stabilité d'une formulation revêt plusieurs aspects : physiques, chimiques et microbiologiques.

- **La stabilité physiquement**, l'émulsion ne doit pas montrer de démixtion, qui peut être provoquée soit par de la coalescence, soit par un phénomène de crémage/sédimentation. La

stabilité physique inclut aussi une invariance du comportement rhéologique et de la granulométrie.

- **La stabilité chimique** repose sur le fait qu'aucun des composants de l'émulsion ne doit participer à une réaction chimique pouvant soit modifier de manière grave la stabilité physique, soit perturber les propriétés applicatives (aspect, couleur, odeur, efficacité).

Enfin, la formulation, pour être stable microbiologiquement, ne doit pas être un milieu de culture pour levures, moisissures, et germes bactériens (**Pierat, 2010**)

## II.6 Techniques de stabilisation

Il est de nombreuses solutions ont été envisagées afin de ralentir la destruction des émulsions doubles :

- ❖ l'utilisation de tensioactifs longs afin de limiter leur diffusion à travers l'huile et limiter les phénomènes de coalescence goutte-globule ;
- ❖ l'utilisation de deux espèces afin d'équilibrer les potentiels chimiques de l'eau interne et de l'eau externe, espèces qui doivent présenter un faible coefficient de perméabilité à travers la membrane afin de limiter le mûrissement de composition ;
- ❖ augmenter la viscosité de la phase huile afin de ralentir les processus d'échange d'eau et de soluté vers le milieu continu . (**GUERY, 2006**)

## Conclusion

Les émulsifiants sont largement produits et utilisés dans les industries alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques, produisant principalement un mélange de tensioactifs chimiques et naturels pour maintenir la texture et la stabilité du produit. Les émulsions doubles sont des systèmes avec un grand potentiel d'application dans un environnement industriel en raison de leur capacité à encapsuler des espèces solubles dans l'eau à des taux d'encapsulation élevés. Ces émulsions sont des systèmes stationnaires. A ce titre, sa stabilisation nécessite généralement des tensioactifs.

***Chapitre III***  
***Matériel et méthodes***



## Introduction

Les émulsions doubles sont des systèmes complexes et les gouttelettes en phase dispersée ont une petite taille de gouttelettes dispersées. Il existe deux types d'émulsions doubles, l'eau dans l'huile dans l'eau (E/H/E) et l'huile dans l'eau dans l'huile (H/E/H). En raison de la structure multi-sections, les systèmes ont de nombreuses applications dans les domaines pharmaceutique, industriel, cosmétique et alimentaire. L'objectif de cette étude est de former une double émulsion stable qui est préparée par un procédé en deux étapes. L'émulsion initiale est obtenue en incorporant la phase huileuse dans la phase aqueuse contenant le tensioactif hydrophile (gélatine). Span80 un tensioactif lipophile à l'étape suivante, l'émulsion E/H initiale est incorporée dans la phase aqueuse (E2) contenant tensioactifs gamme arabique, tween, ces derniers atteignent une stabilité physique et une variation de taille des particules dans le temps. Les propriétés rhéologiques dépendent de la concentration initiale de l'émulsifiant en plus de la concentration du tensioactif qui est caractérisée par des mesures rhéologiques (viscosité...). Les analyses rhéologiques qui ont été menées ont permis de mettre en évidence la relation entre la structure interne et le comportement des différentes émulsions.

### III.1. Matériel et produits utilisés

#### III.1.1 Produits utilisés

Les produits utilisés dans la formulation d'émulsion complexe sont : L'huile de tournesol, des agents émulsionnants, des produits de consistances et de conservation.

##### a- L'huile de tournesol

L'huile de tournesol est une huile végétale 100% naturelle achetée chez super-markité Made in Alegria. Cette huile est utilisée dans les industries alimentaires et cosmétiques.



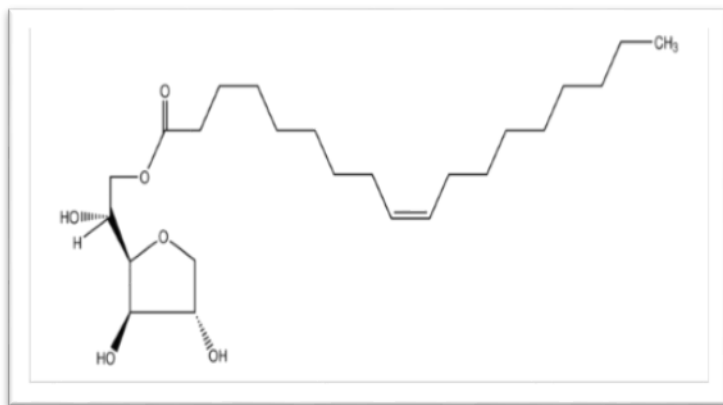
**Figure III.1** Huile de tournesol.

##### b-Agents émulsionnants

Les émulsifiants sont des composés qui agissent comme des inhibiteurs d'émulsifiants, dont certains sont lipophiles et d'autres hydrophiles, par exemple :

##### Span80

Est une série d'esters de sorbitan de tensioactifs. Il est produit par estérification d'un ou plusieurs groupes hydroxyle du sorbitan avec un acide gras. Il est de nature hydrophobe. Ce tensioactif non ionique peut être utilisé pour former des émulsions huile dans l'eau et, en combinaison avec des tensioactifs à faible HLB, peut former des émulsions eau dans l'huile. Dispersant de déversement d'huile approuvé par l'EPA.



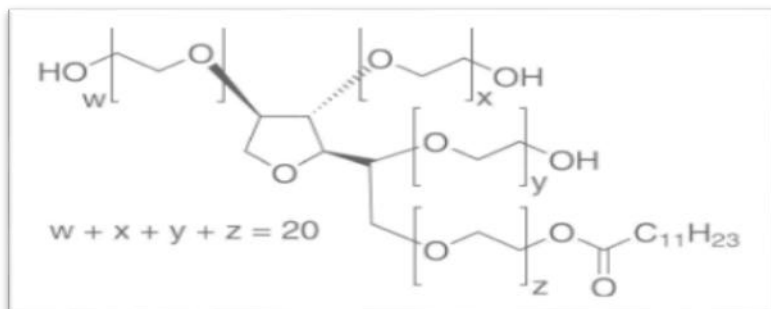
**Figure III.2** Formule chimique de span80



**Figure III.3** Span80

### Tween20

Est un agent tensioactif non ionique et un émulsifiant souvent utilisé dans les aliments et les cosmétiques. Ce composé synthétique est un liquide jaune visqueux soluble dans l'eau. C'est un émulsifiant de type huile / eau ayant une valeur HLB = 16.7



**Figure III.4** Formule chimique de tween 20



**Figure III.5** Tween 20

### Gomme arabique (GA)

Également appelée gomme d'Acacia, est un polysaccharide complexe. Elle est produite par l'exsudation des arbres du genre Acacia. De nos jours, la GA est principalement utilisée comme émulsifiant dans les industries agroalimentaires et pharmaceutiques. Elle est considérée comme la meilleure gomme à utiliser dans des systèmes émulsionnés de type huile-dans-eau. C'est aussi un agent d'encapsulation efficace en raison de sa haute solubilité dans l'eau et de sa faible viscosité, même à forte concentration.



**Figure III.6** Gomme arabique

### **Gélatine de vache**

La gélatine est un aliment sain et naturel issu d'une longue tradition. Grâce à ses multiples propriétés, cette protéine pure présente de nombreuses vertus et occupe une place importante dans l'industrie alimentaire d'aujourd'hui. On peut l'utiliser pour gélifier, épaissir, stabiliser, émulsifier et donner une consistance crémeuse. Mais ce n'est pas tout : ce produit polyvalent est utilisé dans divers secteurs d'activité et s'intègre dans une large gamme de produits. La gélatine ne contient ni conservateurs ni additifs et est exempte de matière grasse, de cholestérol et de composés d'acide urique.



**Figure III.7** Gélatine de vache

### **Chlore sodium (Na Cl)**

Le chlorure de sodium est un composé chimique ionique de formule Na Cl. On l'appelle plus communément sel de table ou sel de cuisine, ou tout simplement sel dans le langage courant.

Ces caractéristiques sont :

**Tableau III.1** caractéristiques Chlore sodium (Na Cl)

Nom	Formule	Masse volumique	Masse molaire	Point de fusion	Paramètres de maille
Sodium chlore	Na Cl	2,16 g/cm <sup>3</sup>	58,44 g/mol	801 °C	a = 5,640 Å

**Solubilité :** Eau, Ammoniac, Éthanol, Méthanol, Glycérol, Acide méthanoïque, Propylène glycol, Formicidé

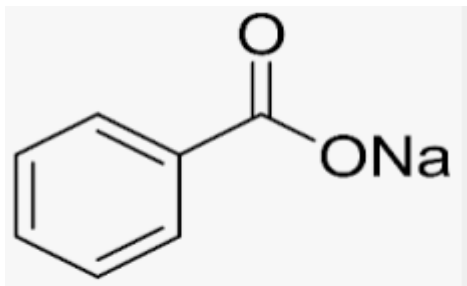
**Figure III.8** Chloride sodium (Na Cl)

### Benzoate de sodium

Le benzoate de sodium provient de l'acide benzoïque. L'acide benzoïque est naturellement présent dans les fruits ou dans la fermentation du lait. Le benzoate de sodium est utilisé comme conservateur.

**Tableau III.2** caractéristiques Benzoate de sodium.

Formule	Masse molaire	Masse volumique	Point de fusion	Point d'ébullition	Solubilité
C <sub>7</sub> H <sub>5</sub> NaO <sub>2</sub>	144,11 g/mol	1,5 g/cm <sup>3</sup>	410 °C	249,3 °C	Dans l'eau à 20 °C : 630 g•l <sup>-1</sup> pKa : 4,2

**Figure III.9** Benzoate de sodium**Figure III .10** Formule chimique de Benzoate de sodium

### III.1.2.Le Matériel utilisé

- Les béchers
- Le balance électronique
- Barreau Magnétique
- Mixeur
- Spatule
- Les tubes
- Agitateur
- Pissette
- Thermomètre
- Verre de montre

### Microscope optique

La microscopie optique est une technique d'observation directe qui permet d'obtenir des informations qualitatives sur les systèmes colloïdaux. Dans le cas des émulsions doubles, cette technique permet d'évaluer des méthodes qualitatives, et la microscopie optique permet d'estimer la taille moyenne des gouttelettes, de visualiser sa forme et d'identifier certaines instabilités telles que la floculation ou la fusion. Les émulsions ont été observées à l'aide d'un microscope optique dans la figure suivante :

**Figure III.11** Microscope optique

**PH mètre**

Le pH-mètre est un instrument utilisé pour mesurer l'acidité ou l'alcalinité d'une solution, également appelée pH. Le pH est l'unité de mesure qui décrit le degré d'acidité ou d'alcalinité. Elle est mesurée sur une échelle de 0 à 14.



**Figure III.12** PH mètre

**Conductimètre**

Un conductimètre est un ohmmètre alimenté par un courant alternatif, permettant de mesurer la capacité d'une solution à conduire le courant entre deux électrodes. La cellule de mesure est constituée de deux plaques de platine parallèles, de surfaces  $S$  et distantes d'une longueur  $l$ , dont le rapport permet de définir la constante de cellule.



**Figure III.13** Conductimètre

**Centrifugeuse**

La centrifugation est une technique qui utilise la force centrifuge pour séparer les différents composants d'un fluide





**Figure III.13** Centrifugeuse

### Viscosimètre

Un appareil viscosimètre à fluide qui mesure la force nécessaire pour faire un objet (en mouvement) immergé dans un fluide. Pour une viscosité donnée la résistance visqueuse, indiquée par le degré de compression du ressort interne, est proportionnelle à la vitesse de rotation de l'aiguille. . La résistance augmente la viscosité entraînera une augmentation de la pression du ressort interne. Utilisation de plusieurs broches.



**Figure III.14** Viscosimètre

Le viscosimètre est composé de plusieurs sous-ensembles mécaniques. Voir figure pour une vue schématique des composants principaux du viscosimètre analogique. Le moteur d'entraînement et la transmission multi vitesse sont situés sur la partie supérieure de l'appareil à l'intérieur du boîtier sur lequel est fixée la plaque d'identification.

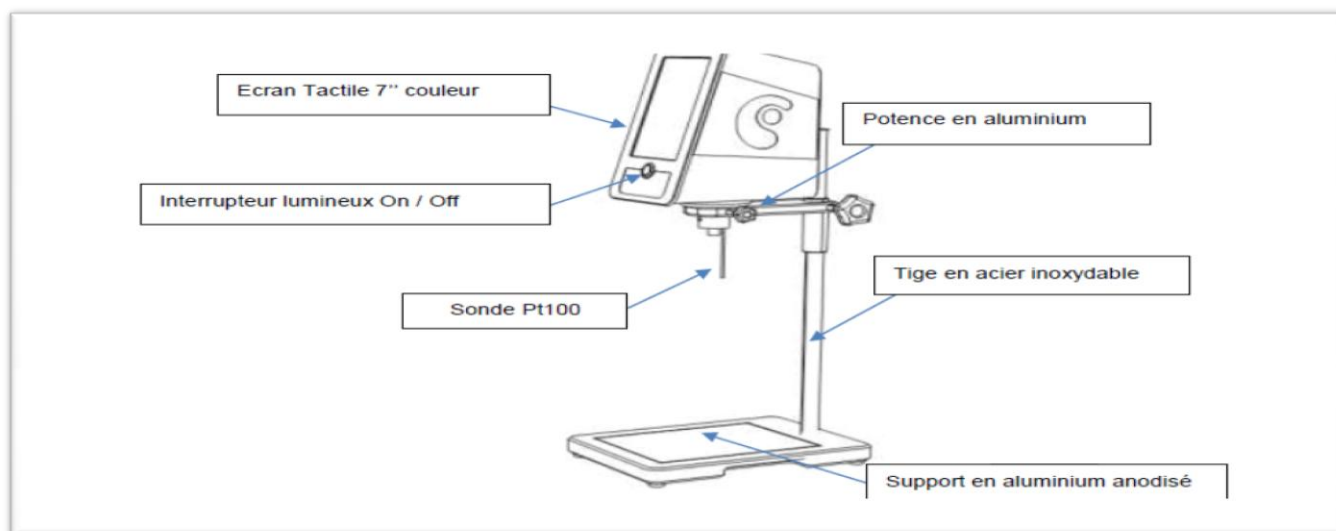


Figure III.15 Schéma présentant la composition du viscosimètre.

## III .2 La Méthode utilisée

### III.2.1. La préparation des émulsions

#### ➤ Protocole expérimental

La Méthode choisi pour faire ce type de formulation est le two-step qui consiste à réaliser une première émulsion eau dans huile (E/H).

❖ **Partie 1** : formulation des émulsions primaires de type E/H.

✓ **Phase aqueuse** : est consistée par deux solutions, la première est préparée interne (E1) contenant de la gélatine de vache (0%, %5 ou 6%) et NaCl (5%) sous agitation pendant 30 min suivi de mélange à 60°C.

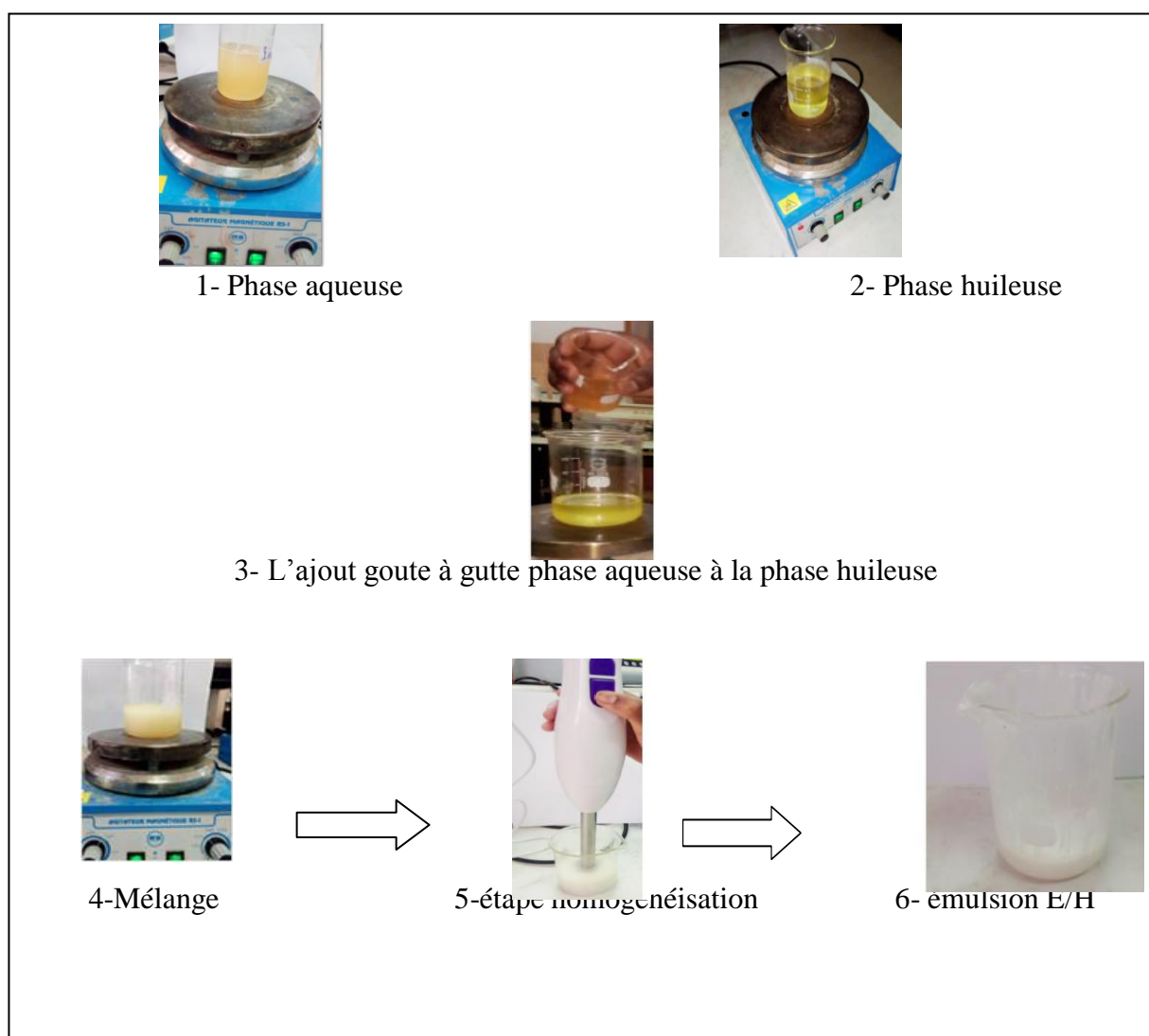
✓ **Phase huileuse** : est consistée par à l'huile de tournesol et une quantité despan80. Sous agitation Pendant 15 min et T=60°C.

Les émulsions primaires ont été préparées dans différentes proportions comme indiqué dans le tableau suivant :

**Tableau 1** Différences la composition des émulsions simple E/H.

Echantillon	Eau distillé	Gélatine de vache	NaCl	Huile tournesol	Span80
<b>Fla1</b>	45%	5%	5%	55%	0.5%
<b>Fla2</b>	45%	5%	5%	55%	0.32%
<b>Fla3</b>	45%	6%	5%	55%	0.5%
<b>Fla4</b>	45%	00%	5%	55%	0.5%

Les émulsions initiales ont été préparées en ajoutant progressivement la phase aqueuse (eau distillée) à la phase huileuse, en agitant pendant 10 minutes à l'aide d'un agitateur. Le mélange est réalisé manuellement (mélangeur) 2 à des vitesses 200 W après obtention d'une masse dense et homogène. En fin, l'émulsion obtenue a été immédiatement refroidi dans un bain-marie.

**Figure III.16** Principe des étapes préparées d'une émulsion primaire eau dans huile (E/H).

❖ **Partie 2** : Formulation des émulsions double E/H/E

Dans la deuxième étape de l'émulsification, une double émulsion s'est formée en utilisant de la émulsion primaire (E1 /H) à la phase d'eau secondaire (E2) contenant de la gomme arabique et tween était et elle a été formée par Mélange 20 g d'émulsion primaire (E1 / H) et précédemment préparée (E2). Et cela à l'aide d'un agitateur magnétique sous vitesse 40 tours pendant 24 huer après 24h on à ajute 0.2% de benzoate de sodium et émulsion (E/H) homogénéisation en vitesse . Les différentes concentrations dans le tableau suivant :

**Tableau 2** Différences la composition des émulsions double E/H/E.

<b>Echantillon</b>	<b>Fla1</b>	<b>Fla2</b>	<b>Fla3</b>	<b>Fla4</b>
<b>Emulsion E/H</b>	20%	20%	20%	20%
<b>Benzoate de sodium</b>	0,2%	0,2%	0,2%	0,2%
<b>Tween20</b>	1%	1%	1%	1%
<b>Gamme arabique</b>	1%	3%	6%	0%
<b>Eau</b>	78%	75.8%	72.8%	63.04%

**Préparation Benzoate de sodium**

Le benzoate de sodium est préparé comme suit :

Mettre l'eau distillée dans le bêcher et y ajouter une quantité de benzoate de sodium sous agitation et ajouter (NaOH) progressivement tout en mesurant le pH, et on sèche pendant vingt-quatre heures dans une étuve chauffante. La solution obtenue est :



**Figure III.17** Photos Préparation Benzoate de sodium

### III.3 Caractérisation physico-chimiques des émulsions

Il est important de déterminer des propriétés telles que la viscosité et également d'examiner leur apparence pour pouvoir comparer plusieurs échantillons d'émulsion différents.

Toutes les mesures doivent être effectuées immédiatement après la préparation de l'émulsion E/H/E, ainsi qu'après un certain laps de temps. La caractérisation des échantillons comprend l'apparence visuelle (caractéristiques sensorielles), les observations microscopiques, la détermination du pH et de la conductivité, l'analyse de la taille des particules, les études de stabilité et les mesures rhéologiques

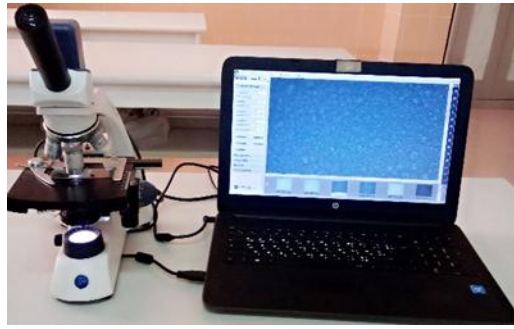
#### III.3.1 Stabilité physique

##### Stabilité à la centrifugation

Les émulsions préparées ont été soumises à une série de vitesses de centrifugation allant de 1000 à 3000 tours/minute, pendant 10 minutes.

#### III.3.2 Visualisation microscopique

La microscopie a été réalisée avec un microscope optique à un grossissement de 100 fois immédiatement après la fixation. Pour obtenir une meilleure dispersion de l'émulsion, l'échantillon a été placé entre une lame et le fond d'une boîte. Les images ont été prises avec un modèle CE de microscope Leica Microsystems. Les résultats sont lus sur l'écran de l'ordinateur lorsque l'écran est stable



**Figure III.18** Photo Analyse microscopique

### III.3.3 Variation de pH

Pour mesurer le pH, on prélève un échantillon de l'émulsion, puis on met dans l'échelle de pH. Ce processus est effectué pour toutes les émulsions.



**Figure III.19** Photo de mesure de pH d'émulsion

### III.3.4 Variation conductivité

De la manière dont nous dépendons de la connaissance du type d'émulsion, la conductivité de l'émulsion est directement liée à la conductivité de la phase continue. Que dans le temps de 1 à 20 jours



**Figure III.20** photo mesure de conductivité

### III.3.5 Variation de la viscosité

Ce test consiste à étudier la variance de viscosité apparente ( $\eta$ ) en fonction du taux de cisaillement. Les mesures de viscosité sont réalisées à l'aide d'un viscosimètre à tige (LV4), d'une durée de 10 secondes à vitesse variable

Nous prélevons un échantillon de l'émulsion préparée et le plaçons dans la position de la tête jusqu'à ce que la broche atteigne le sujet souhaité. Après avoir cliqué sur le bouton de démarrage, la mesure du couple s'affiche sur l'écran de l'appareil avec un manomètre, ce que le manomètre est toujours propre.



## *Chapitre IV*

### *Résultats et discussions*

## Introduction

Les émulsions doubles ont une grande importance, pour assurer et évaluer la stabilité et les propriétés souhaitées de différents échantillons d'émulsion à base du protocole expérimentale présenté au chapitre précédent. En présentant dans ce chapitre, les résultats de préparation et de caractérisation des émulsions pour chaque test, il faut déterminer leur phase de séparation, visualiser la taille des gouttelettes de la phase de dispersion ainsi que l'évolution du pH et de la viscosité.

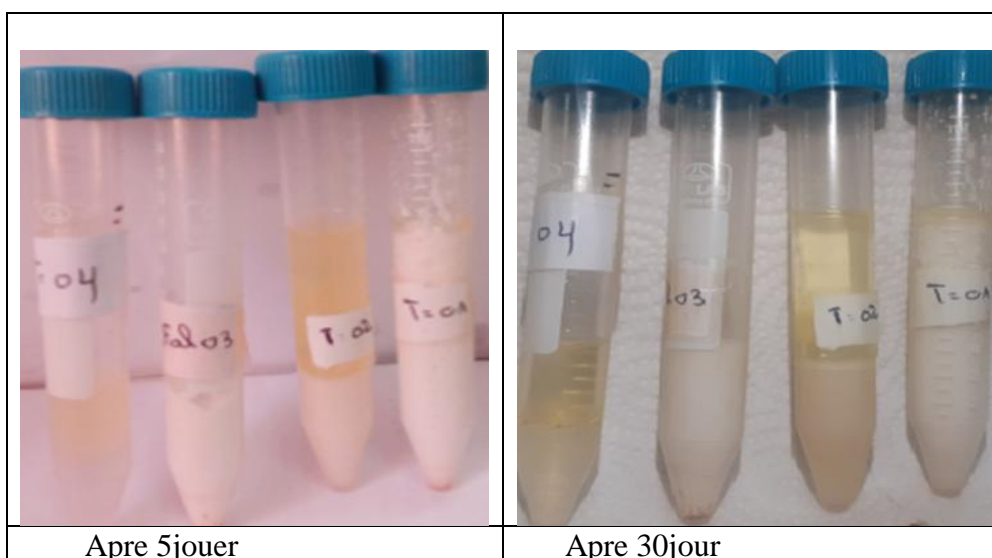
### IV.1 Caractéristique physio chimique

#### IV.1.1 Emulsion simple E/H

La stabilité de l'émulsion est déterminées en observant et en discutant les propriétés physiques et chimiques et nous notons cela à travers chaque étape et en discutons

#### IV. 1.1.2 Analyse macroscopique

Les émulsions formulées directement ont un aspect identique et homogène, sauf pour les échantillons Fla 2 et Fla 4 qui présentent un net déphasage et ont deux couleurs différentes blanc et jaune et après un mois d'observation des échantillons tous les échantillons sont stables avec des volumes différents, ce déphasage est probablement dû au mécanisme d'instabilité de ces émulsions. Et une différence dans les proportions de span80 et de gélatine, comme le montre les photos :



**Figure IV.1** Photo aspect des émulsions simple E/H

### IV.1.1.3 Stabilité à la centrifugation

Après préparation de l'émulsion, les échantillons ont été placés dans une centrifugeuse et les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

**Tableau IV.1** stabilité l'émulsion E/H.

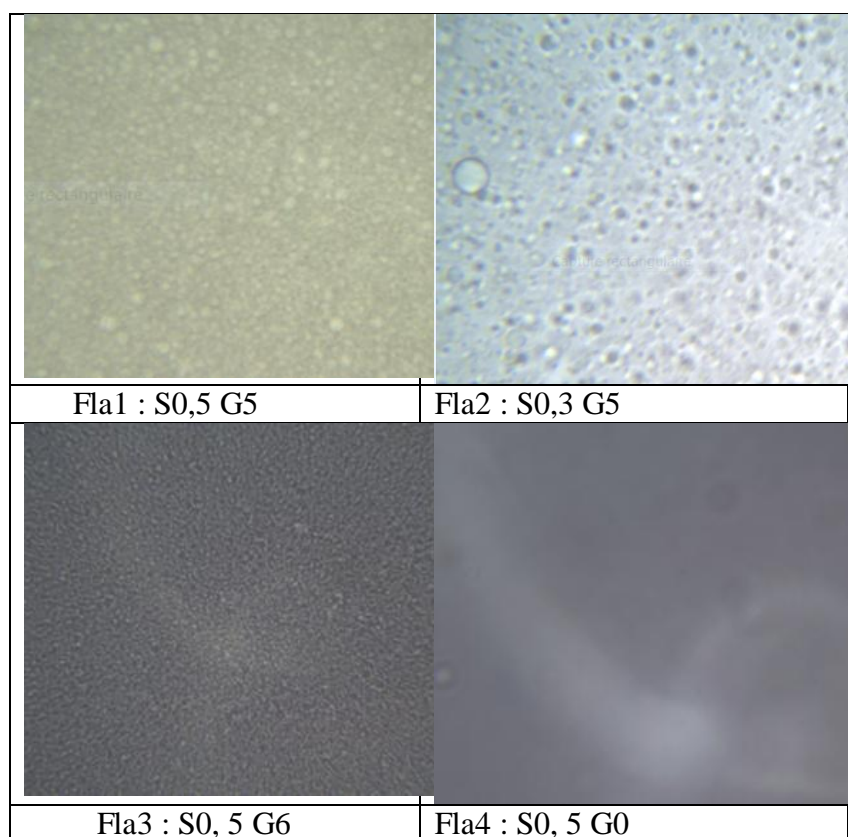
Echantillons	Fla1	Fla2	Fla3	Fla4
1000	+	-	+	-
2000	+	-	+	-
3000	+	-	+	-

(+) stable (-) séparation

L'analyse de ce calendrier montre que les émulsions FLA1 et FLA3 ont maintenu une bonne stabilité dans différentes vitesses centrifuges, à l'exception du format FLA2 et FLA3, qui est due aux effets tensioactifs.

### IV.1.1.4 Analyse microscope

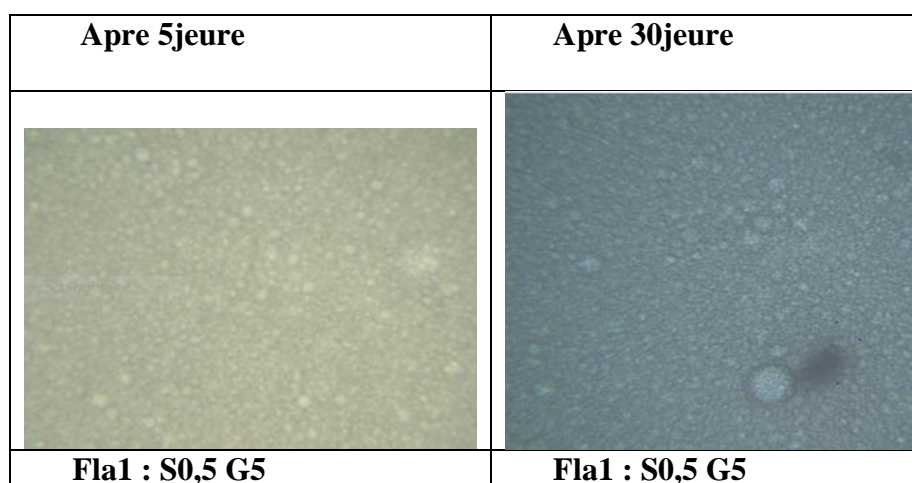
Les images de différents échantillons des émulsions préparées qui sont mettre au microscope optique sont illustrées à 100 fois selon le calibre du microscope. Les compositions microscopique des émulsions peut être observée dans tous les échantillons, la figure suivante montre que :



**Figure IV.2** Photos microphotographiques des échantillons d'émulsions simple E/H

Aucune différence n'a pu être observée dans les micrographies de l'échantillon Fla1 et Fla3, qui montraient de petites gouttelettes de taille, tandis que l'échantillon Fla2 montrait une différence de taille de gouttelettes et dans l'échantillon Fla4 qui n'avait pas de taille de gouttelettes. Cette différence est due aux concentrations de gélatine

- **Analyse microscope âpre le temps**

**Figure IV.3** Photos microphotographiques des échantillons d'émulsions simple E/H

Pour l'échantillon fla1, après un mois de préparation, la taille des gouttes est devenue plus grosse et moins homogène

#### IV.1.1.5 Sen de l'émulsion

La conductivité de l'émulsion est directement liée à la conductivité de la phase continue.

Après avoir effectué diverses mesures de conductivité dans le temps, les résultats sont présentés dans le tableau

**Tableau IV.2** Mesure de Conductivité

Echantillons	Fla1	Fla 2	Fla 3	Fla 4
<b>Conductivités (<math>\mu\text{s}</math>) âpre la préparation</b>	30	5	31 .3	5.3
<b>Conductivités (<math>\mu\text{s}</math>) âpre 30 jour</b>	36,7	1654	35,3	00

Le tableau représente l'évolution de la conductivité des émulsions eau dans huile. Après 5 journée de préparation, on remarque que la conductivité est faible dans tous les échantillons (fla1, fla2, fla3,

fla4), mais après un mois de préparation, les échantillons sont dans le même sens indiquant que ces émulsions sont diélectriques, donc la phase dominante est La phase huileuse E/H, sauf pour l'échantillon fla2 qui a changé de sens , la phase prédominante est la phase aqueuse, ce qui est dû à l'effet des différentes proportions de gélatine

#### IV.1.1.6 Analyses du pH des émulsions (E/H)

Après avoir effectué les mesures de pH de l'émulsion, on note les résultats suivants dans le tableau :

**Tableau IV.3** Analyses de PH (E/H)

Echantillons	pH
<b>Fla1</b>	6,32
<b>Fla2</b>	6,37
<b>Fla3</b>	6,35
<b>Fla4</b>	6, 61

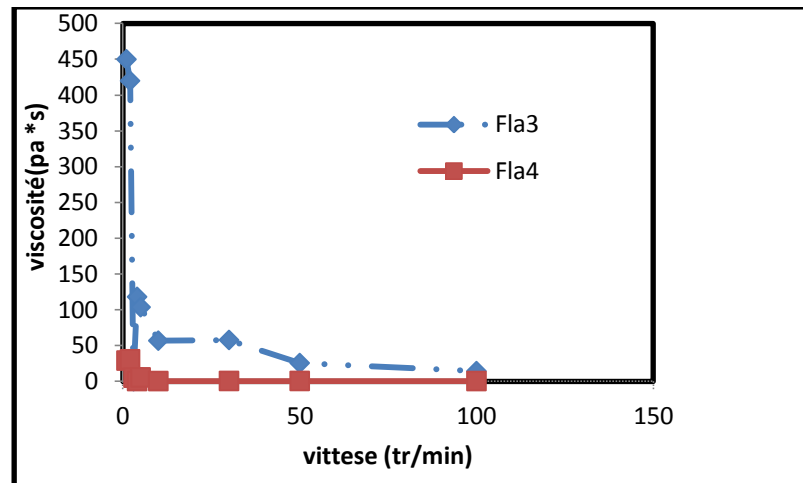
Nous concluons du tableau que les valeurs de pH sont proches, allant de 6,32 à 6,62. Preuve que la gélatine n'a aucun effet sur l'émulsifiant

#### IV.1.1.7 Viscosité émulsion E/H

**Tableau IV.4** Viscosité émulsion E/H

Vitesse (tr/min)	Viscosité Fla 3 (Pa*S)	Viscosité Fla 4(Pa*S) après 5 jure	Viscosité Fla 4(Pa*S) après 30 jure
1	449,710	28,840	1991,0330
2	419,710	30,060	38 ,040
3	95,210	4,900	156 ,470
4	117,850	0,197	33,670
5	103,440	5,310	70,110
10	56,620	0,183	64,960
30	57,600	0,336	37,460
50	25,360	0,318	12,750
100	14,070	0,200	2 ,700

En s'appuyant sur le tableau d'évolution de la viscosité en fonction de la vitesse, on obtient la courbe suivante :



**Figure IV.4** variation de viscosité en fonction de vitesse de l'émulsion E/H

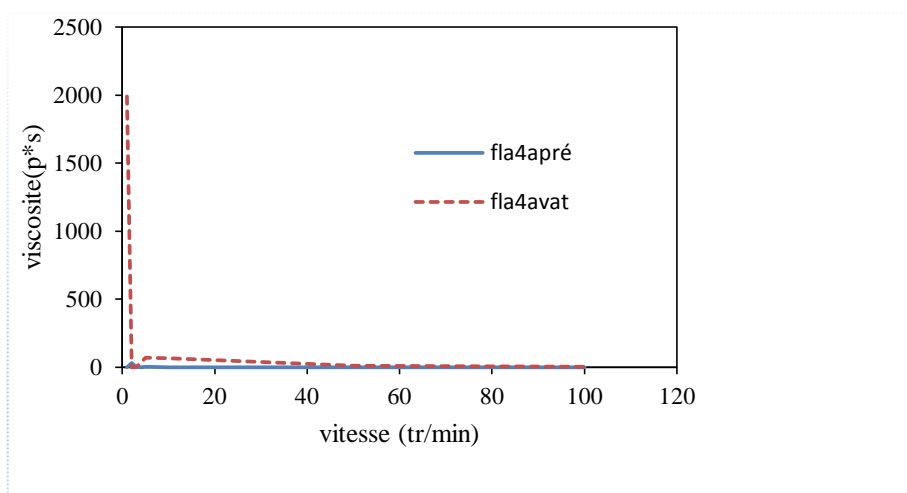
La courbe représente l'évolution de la viscosité en fonction de la vitesse, et on remarque que les courbes sont différentes où :

Fla 3, plus la viscosité est faible, plus l'émulsion présente une stabilité rapide car cet échantillon contient de grandes proportions de gélatine et s'étire, de sorte que le débit de l'émulsion chute fortement avec un volume décroissant et devient plus visqueux (plus crémeux) lorsque la pression constante est faible, et cette Preuve d'un comportement non newtonien

Fla 4, il n'y a pas de changement de viscosité malgré l'augmentation de la vitesse, ce qui signifie qu'il s'agit d'un comportement newtonien et prouve d'un manque de gélatine

Il existe deux types de fluides, newtoniens et non newtoniens

### Comparaison des résultats de viscosité dans le temps



**Figure IV.5** variation de viscosité en fonction de vitesse de l'émulsion E/H par le temps

La courbe représente l'évolution de la viscosité de l'échantillon 4 en termes de vitesse dans le temps. Après 30 jours de préparation, une différence significative de hauteur de viscosité a été observée, preuve de l'instabilité de l'émulsion.



**Figure IV.6** Photo l'émulsion initiale E/H (Fla 3)

L'émulsion Fla 3 présentée à la figure IV.6 est utilisée par la suite pour la préparation des émulsions doubles (E/H/E) à cause de sa stabilité.

#### **IV.1.2 Emulsion double E/H/E :**

##### **IV.1.2.1 Analyse macroscopique**

Les émulsions obtenues ont le même aspect. Tous les échantillons ont l'apparence du lait et la séparation des phases. A l'exception de l'échantillon 4, le volume d'émulsion est ajusté après 15



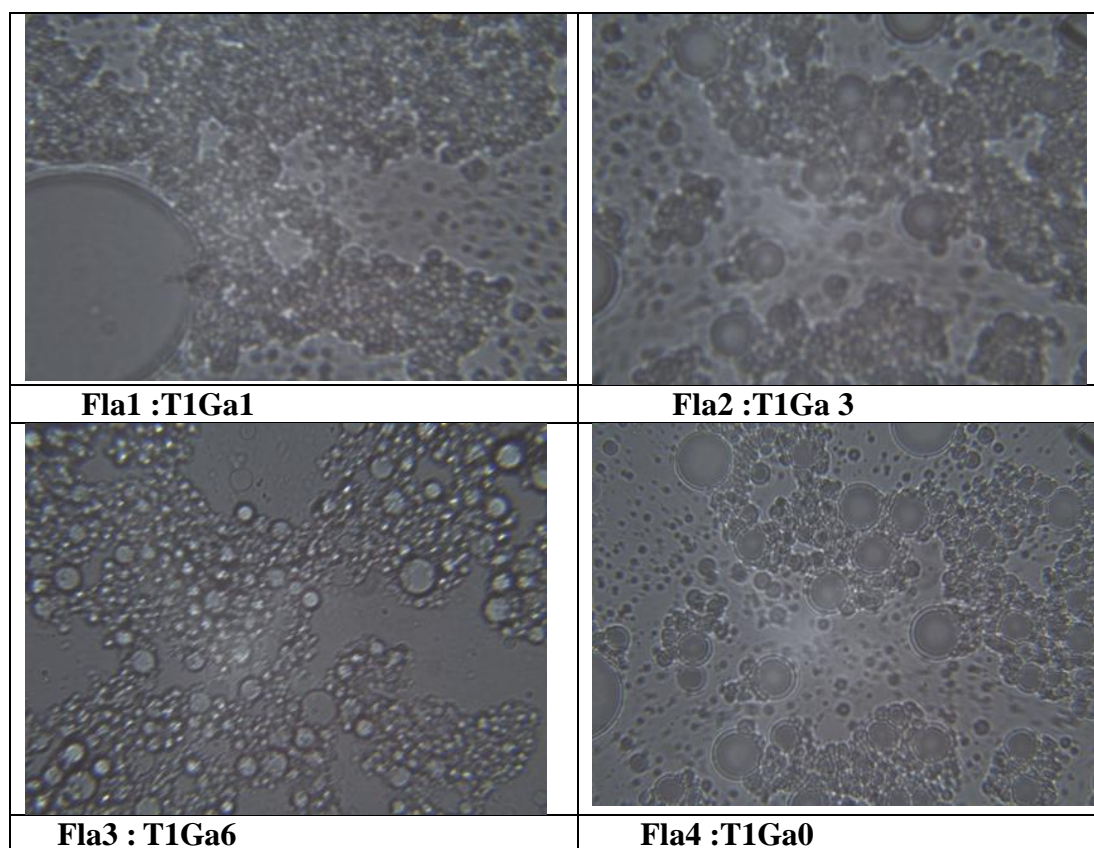
jours indiquant l'effet de la gomme arabique sur la stabilité de l'émulsion. Comme le montre la figure suivante :



**Figure IV.7** Photo aspect des Emulsion simple E/H /E

**IV.1.2.2 Analyse microscope**

Les images de différents échantillons les émulsions pressés vois le microscope optique sont illustrées à 100 fois sella le calibre du microscope. Les compositions microscopique des émulsions peut être observée dans tous les échantillons, la figure suivante montre que :



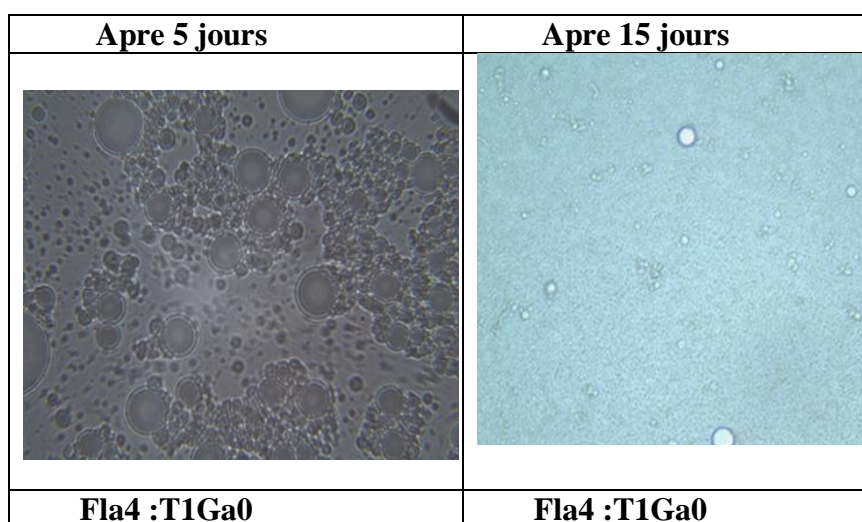
**Figure IV.8** Photos microphotographiques des échantillons d'émulsions simple E/H



Nous notons que la taille des gouttelettes diminue avec l'augmentation de la concentration d'émulsion de gomme arabique, ainsi GA réduit la tension inter faciale entre l'huile et l'eau et réduit ainsi l'instabilité thermodynamique du système. En revanche, on constate que plus la concentration de l'émulsion n'est faible, plus la taille des gouttelettes n'est importante.

On peut dire que la stabilité de l'émulsion dépend de la quantité d'émulsifiant ajouté, plus la quantité est élevée, plus la performance de stabilité est élevée

**Analyse microscope**



**Figure IV.9** Photo Analyse microscope

Nous notons que la taille des gouttelettes diminue après 15 jours de préparation comme preuve de l'effet de GA et réduit ainsi l'instabilité thermodynamique du système

**IV.1.2.3 Sen de l'émulsion**

La conductivité de l'émulsion est directement liée à la conductivité de la phase continue.

Emulsion E/H/E Après avoir effectué diverses mesures de conductivité dans le temps, les résultats sont présentés dans le tableau :

**Tableau IV.5** mesure de Conductivités

<b>Echantillons</b>	<b>Fla1</b>	<b>Fla2</b>	<b>Fla3</b>	<b>Fla4</b>
---------------------	-------------	-------------	-------------	-------------

<b>Conductivités (<math>\mu</math>s)âpre préparation</b>	15 ,80	15,58	2,55	1301
<b>Conductivités (<math>\mu</math>s) âpre15jour</b>	1728	47 ,2	14,59	6.41

Le tableau représente l'évolution de la conductivité des émulsions doubles dans le temps

On note que la conductivité des échantillons (Fla1, Fla2, Fla3) après préparation est faible sauf pour l'échantillon Fla 4 qui indique que la propriété prédominante est aqueuse contrairement aux autres échantillons.

Après 15 jours de préparation, la conductivité élevée de l'échantillon 1 est la preuve qu'il a changé de direction, tout comme l'échantillon 4 qui a changé de direction malgré la diminution, quant aux échantillons Fla3 et Fla4 ils ont conservé leur orientation.

#### IV.1.2.4. Analyses PH (E/H/E)

Après avoir effectué les mesures de pH de l'émulsion, on note les résultats suivants dans le tableau :

**Tableau IV.6 Analyses de PH (E/H/E)**

<b>Echantillons</b>	<b>PH</b>
<b>Fla 1</b>	<b>6.71</b>
<b>Fla 2</b>	<b>6.30</b>
<b>Fla 3</b>	<b>5.42</b>
<b>Fla 4</b>	<b>6.58</b>

En analysant le pH, on constate que le pH des émulsions varie entre (5,42 à 6,71) ce qui indique que la caractéristique dominante est acide, ainsi que la stabilité est faible.

#### IV.1.2.5 Viscosité d'émulsion E/H/E

Le résultat de test de viscosité de différentes émulsions complexes est présenté au tableau IV.7

Tableau IV.7 Viscosité d'émulsion complexe E/H/E

Vitesse (tr/min)	Viscosité Fla 1(Pa*S)	Viscosité Fla 2(Pa*S)	Viscosité Fla 3(Pa*S)	Viscosité Fla 4(Pa*S) AP	Viscosité Fla 4(Pa*S)A 15j
1	133,350	376,510	255,260	303,280	626,570
2	73,290	67,970	175,540	313,420	392,440
3	93,650	42,610	99,400	141,330	230,890
4	38,230	15,510	34,370	87,860	157,710
5	3,790	83,760	15,8170	71,460	66,940
10	42,400	17,230	30,700	56,370	72,270
30	0,836	5,750	9,870	16,150	21,400
50	4,560	0,741	5,200	9,770	10,500
100	0,109	3,780	3,690	4,660	6,400
200	0,0899	0,132	0,776	1,880	2,86

En s'appuyant sur le tableau d'évolution de la viscosité en fonction de la vitesse, on obtient la courbe suivante :

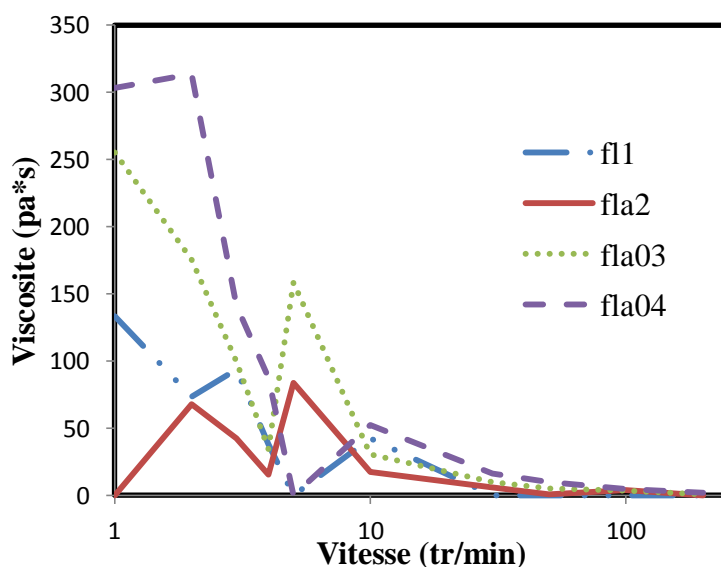
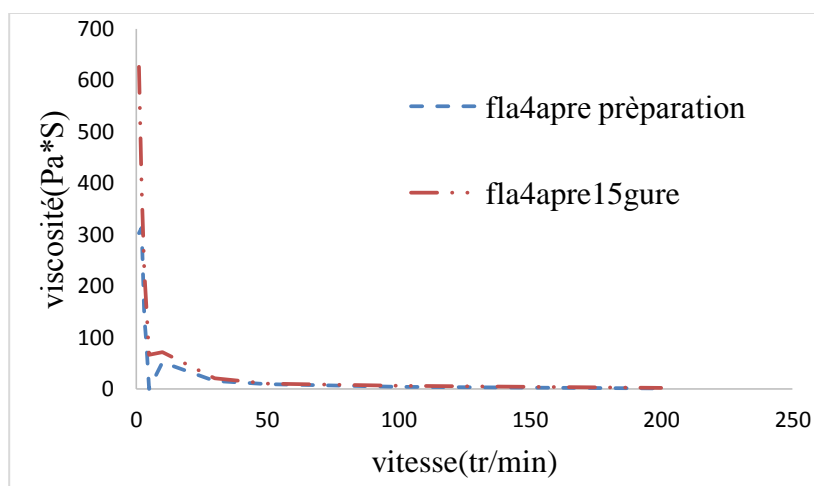


Figure IV.10 Variation de viscosité en fonction de vitesse dès l'émulsion E/H/E

A travers les courbes représentant l'évolution de la viscosité en fonction de la vitesse, on peut voir que la viscosité dans toutes les courbes (fla1, fla2, fla3, fla4) diminue avec l'augmentation de la vitesse dans le champ [1-4] et l'augmentation de la valeur du champ de viscosité [4-10] et [10-30]. Une légère diminution de la viscosité est observée jusqu'à sa disparition complète à la valeur 100. Par conséquent, on peut conclure que les émulsions obtenues sont de type liquide non newtonien.

#### Comparaison des résultats de viscosité dans le temps



**Figure IV.11** variation de viscosité en fonction de vitesse de l'émulsion E/H/E par le temps

La courbe représente l'évolution de la viscosité de l'échantillon 4 en termes de vitesse dans le temps. Après 15 jours de préparation, une différence significative de hauteur de viscosité a été observée, indiquant l'instabilité de l'émulsion.

#### Conclusion

D'après notre étude, nous avons constaté que la modification de la nature de la stabilité de l'émulsion est due à l'effet important des tensioactifs par exemple (gélatine, Span80, Tween20 et gamme arabique) aux propriétés physicochimiques et notes microscopiques.

## *Conclusion générale*

## Conclusion générale

Nous concluons à travers les étapes expérimentales et les études que nous avons menées pour la formation et l'étude d'un groupe d'émulsions, nous sommes arrivés à dire que :

Les émulsions complexes préparées avec la gomme arabique sont instables et ont révélé une séparation de phases hétérogènes, sauf l'émulsion qui ne contient pas la gomme arabique, alors, ce produit a un effet inverse sur la stabilité d'émulsion car il n'est pas compatible avec le Tween 20.

Les observations microscopiques étaient différentes dans la taille des gouttelettes et la diffusion d'une phase à l'autre

Des études rhéologiques nous ont permis de connaître le comportement d'émulsions non newtoniennes complexes

Grâce à la simple caractérisation de l'émulsion, il est évident que l'échantillon contenant 6 g de gélatine présente une bonne stabilité et consistance dans le temps.

La gomme arabique donne l'effet inverse de la stabilisation des émulsions complexes.

L'objectif était de chercher à comprendre les facteurs impliqués et les obstacles impliqués dans le processus de formation d'une émulsion stable à base d'huile de tournesol.

Enfin, pour obtenir des émulsions plus stables, des tensioactifs et des concentrations appropriées doivent être sélectionnés.

## *Références bibliographiques*

## Références bibliographiques

- Amine, H. I. (2020/2021).** Contrôle qualité de deux huiles alimentaires tournesol et soja au cours du raffinage au sein de l'industrie CEVITAL. *Memoir*, 19.
- Amir, B. K. (2016/2017).** Caractérisation Physico-chimique des huiles. *memoir*, 19.
- Bernadette Delplanque, I. (2000).** Intérêt nutritionnel des huiles de tournesols : tournesol linoléique et tournesol à haute teneur en.
- Callizo, C. (2016).** FORMULATION AND CHARACTERIZATION OF BIFONAZOLE MULTIPLE EMULSION. *article*, p 09.
- Callizo, C. (2016).** FORMULATION AND CHARACTERIZATION OF BIFONAZOLE MULTIPLE EMULSION . *live*, p16.
- Couteau, C. a. (2014).** La formulation cosmétique à l'usage des professionnels et des amateurs 2014: Le Moniteur des pharmacies. *thése*.
- DAGMEY, A. (2020).** Enrichissement d'huiles alimentaires riches en acides gras polyinsaturés, par des composés phénoliques d'origine naturelle, afin de les protéger de la peroxydation lipidique, en vue d'une encapsulation pour augmenter la durée de conservation de ces huiles. *These*, p 15.
- DAGMEY, P. A. (2020).** Enrichissement d'huiles alimentaires riches en acides. *articl*, 13.
- Davina Desplan. (2019).** Caractérisation rhéologique multi-échelles des émulsions cosmétiques pour leur stabilité et leur conservation. *article*, p28.
- EVON, M. P. (2008).** NOUVEAU PROCÉDÉ DE BIORAFFINAGE DU TOURNESOL PLANTE ENTIÈRE PAR FRACTIONNEMENT THERMO-MÉCANO-CHIMIQUE EN EXTRUDEUR. *These*.
- Ezgi Tekin Pulatsü, S. S. (2017).** Characterization of different double emulsion formulations based on food grade emulsifiers and stabilizers. *Articl*, p2.
- Ezgi Tekin Pulatsü, S. S. (2017).** Characterization of different double emulsion formulations based on food grade emulsifiers and stabilizers. *articl*, p2.
- G, M. (2007).** Multiple emulsions for food use. *articl*, p72.
- Goibier, L. (2018).** Techniques de structuration et d'émulsification de la matière grasse laitière . *THÈSE*, p46.
- GUERY, J. (2006).** EMULSIONS DOUBLES CRISTALLISABLES: STABILITE, ENCAPSULATION ET RELARGAGE . *THESE DE DOCTORA*, 61.
- GUERY, J. (2006).** EMULSIONS DOUBLES CRISTALLISABLES: STABILITE, ENCAPSULATION ET RELARGAGE. *articl*, p 61.



## Références bibliographiques

- Hadjer, T. N. (2020).** Elaboration d'une recette de mayonnaise en utilisant le plan de mélange. *MEMOIRE*, 12.
- Ikram, M. (2021).** Contrôle qualité de deux huiles alimentaires tournesol et soja. *memoir*, 10.
- Ilhem, M. S. (2018).** Contribution à la formulation d'une émulsion à base d'eau thermale: Etude de l'effet de Xanthane sur ses propriétés rhéologiques et structurale. *mémoir*, 13.
- ISSAM, M. R. (2016).** *THESE*, 08.
- ISSAM, M. R. (2016).** FORMULATION D'UNE EMULSION A BASE D'HUILE D'ARGAN EN UTILISANT UN PLAN DE MELANGE . *these*, 16.
- KACI, M. M. (2015).** Développement et caractérisation d'un nouveau procédé d'émulsification. *these*, 10.
- KARTIKA, I. A. (2005).** NOUVEAU PROCEDE DE FRACTIONNEMENT DES GRAINES DE TOURNESOL :expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration. *These*, 10.
- LIGNEL, S. (2014).** Emulsions eau-dans-huile générées par un procédé microfluidique : contribution à l'étude de la congélation de l'eau dispersée en émulsion. *these*, 09.
- MAYOT, E. (2007).** AMPHIPHILES : VERS DES SYSTEMES CATIONIQUES A. *thèse*, 19.
- Meltem SERDAROĞLU\*1, A.K. (2013).** MULTIPLE EMULSIONS AND THEIR APPLICATIONS IN FOOD. *articl*, 236.
- Mostefa, M. S. (2013/2014).** FORMULATION ET CARACTÉRISATION DES ÉMULSIONS MULTIPLES E/H/E STABILISÉES PAR DES BIOPOLYMÈRES. *memoire*, 6.
- ÖZTÜRK1, M. S. (2013).** MULTIPLE EMULSIONS AND THEIR APPLICATIONS IN FOOD . *article*, 263.
- p.nMoulai\_mostefa, M. e. (2013/2014).** FORMULATION ET CARACTÉRISATION DES ÉMULSIONS MULTIPLES E/H/E STABILISÉES PAR DES BIOPOLYMÈRES. *mémoir*, p,6.
- PIERAT, N. (2010).** PREPARATIONS D'EMULSIONS PAR INVERSION DE PHASE INDUITE PAR AGITATION. *these*, p,24\_26.
- Pierat, N. (2010).** Préparations d'émulsions par inversion de phase induite par agitation . *these*, p, 23-24.
- PIERAT, N. (2010).** Préparations d'émulsions par inversion de phase induite par agitation . *these*, p9.
- Protat, M. (2016).** Formation d'émulsions multiples stimulables en une seule étape d'émulsification: effet de l'usage et l'évolution. *these*, p10.
- PROTAT, M. (2016).** Formation d'émulsions multiples stimulables en une. *these doctora*, 11.

## Références bibliographiques

- Protat, M. (2016).** Formation d'émulsions multiples stimulables en une seule étape d'émulsification: effet du sel et évolution des architectures biocompatibles. *THESE*, p10.
- Protat, M. (2017).** Formation d'émulsions multiples stimulables en une étape d'émulsification: effet du sel et évolution. *article*, p18.
- ROCHE, J. (2005).** Composition de la graine de tournesol (*Helianthus annuus L.*) sous l'effet conjugué des contraintes agri-environnementales. *these*, p10.
- ROCHE, J. (2005).** LE TITRE DE DOCTEUR DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE. *These*, p13.
- Rondel, C. (2009).** Synthèses et propriétés de mélanges de nouvelles molécules polyfonctionnelles lipopeptidiques tensioactives. *these*.
- STASSE, M. (2018).** Encapsulation d'espèces lipophiles actives par émulsion double. *thèse*, p24.
- STAUFFER, F. (2014).** La préparation d'émulsions doubles par un système microfluidique. *these*, p4.
- STAUFFER, F. (2014).** La préparation d'émulsions doubles par un système microfluidique. *these*, p18.
- Xie Y, C. J. (2016).** The research about microscopic structure of emulsion membrane in O/W emulsion by NMR and its influence to emulsion stability. *articl.*
- Yelouassi, E. (2021, décembre 30).** Huile de tournesol: Utilisations, Bienfaits et Contre-indications. Récupéré sur <https://www.informationhospitaliere.com>

## ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو انتاج وتوصيف مستحلب معقد (مزدوج). من نوع الماء في الزيت في الماء وهذا المستحلب مخصص لاستخدامات الغذائية. تمر عملية تحضير المستحلب عبر خطوتين: تتمثل الخطوة الأولى في تحضير مستحلب بسيط من نوع الماء في الزيت، يتم فيه ادخال زيت عباد الشمس في الماء. اما بالنسبة للخطوة الثانية يتم فيها تشتت هذا المستحلب الناتج في الطور المائي الثاني، وقد تم تحضير أربع (04) عينات من المستحلب الفردي اعتمادًا على كمية من الجيلاتين وتحضر أربع (04) عينات أخرى من المستحلب المزدوج اعتمادًا على كمية الصمغ العربي. تكون مراقبة استقرار المستحلبات بمرور الوقت مع تحديد الخصائص الفيزيائية والكيميائية والريولوجية، بالإضافة إلى الملاحظة المجهرية تظهر نتيجة توصيف المستحلب البسيط أن العينة التي تحتوي على 6 غرام من الجيلاتين تتمتع بثبات واتساق جيد بمرور الوقت. من ناحية أخرى، يعطي الصمغ العربي تأثيرًا معاكسًا لاستقرار المستحلب المعقد. لذلك، فإن عينة المستحلب المركب بدون الصمغ العربي تظهر ثباتًا جيدًا.

**الكلمات المفتاحية:** مستحلب معقد، زيت عباد الشمس، مواد الخافضة للتوتر السطحي، الخصائص الريولوجية، الاستقرار.

## Résumé

Le but de cette étude est de formuler et caractériser une émulsion complexe (double) de type Eau-Huile-Eau (E/H/E) stable. Cette émulsion a usage alimentaire. La préparation de cette émulsion passe par deux procédés. La première étape consiste à préparer une émulsion stable de type (E/H) où l'huile de tournesol est introduite dans l'eau, cette émulsion est dispersée par la suite dans une phase aqueuse. Quatre (04) échantillons d'émulsion simple sont préparés en fonction de la quantité de gélatine, et quatre (04) autres échantillons d'émulsion double sont préparés en fonction de la quantité de la gomme arabique. Le suivi de la stabilité des émulsions avec le temps consiste à déterminer les propriétés physico-chimiques et rhéologiques, ainsi l'observation microscopique. Le résultat de la caractérisation d'émulsion simple montre que l'échantillon qui contient 6g de gélatine présente une bonne stabilité et consistance avec le temps. Par contre la gomme arabique donne un effet inverse pour la stabilité d'émulsion complexe. Par conséquent, l'échantillon d'émulsion complexe sans la gomme arabique présente une bonne stabilité.

**Mots clé :** émulsion complexe ; huile de tournesol ; tensioactif caractérisations rhéologique ; stabilité.

## Abstract

The objective of this study is to formulate and characterize a complex (double) emulsion of the stable Water-Oil-Water (W/O/W) type. This emulsion is for food use. The preparation of this emulsion involves two processes. The first step consists to prepare a stable emulsion of (W/O) type, where the sunflower oil was dispersed in water; this emulsion was then dispersed in an aqueous phase. Four (04) single emulsion samples were prepared as a function of the amount of gelatin, and four (04) other double emulsion samples were prepared as a function of gum Arabic. Monitoring the stability of emulsions over time consists of determining the physic-chemical and rheological properties, as well as microscopic observation. The result of the simple characterization of the emulsion shows that the sample, which contains 6 g of gelatin, has good stability and consistency over time. On the other hand, gum Arabic gives an opposite effect for the stability of the complex emulsion. Therefore, the complex emulsion sample without gum Arabic shows good stability.

**Keywords:** complex emulsion; sunflower oil; surfactant; rheological characterizations; stability.