



الشعبية الديمقراطية الجزائرية الجمهورية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

العلمي والبحث العالي التعليم وزارة

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

المدرسة الوطنية العليا للتكنولوجيا والهندسة - عنابة

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE TECHNOLOGIE ET D'INGENIERIE - ANNABA

Département Génie des Procédés et Energétique

MEMOIRE

En vue d'obtention du diplôme de MASTER

Domaine : Science et Technologie

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

Présenté par

TAHA OUGUESSAS

OUSSAMA BRAHMIA

**Elaboration d'un film plastique biodégradable à base de
« amidon/fibre naturelle »**

Encadré par

MCB. ZINEB SAADOUNE

ENSTI Annaba

Dédicace

À ma mère,

Pour son amour inconditionnel, ses sacrifices et sa foi inébranlable en mes capacités. Merci pour ta patience, ta compréhension et ton soutien constant. Ton exemple de force et de détermination m'a toujours guidé.

À mon grand frère Abdou,

Qui a été pour moi un père, un frère et un ami. Ta sagesse, ton soutien et tes conseils m'ont été inestimables tout au long de ce parcours. Merci d'avoir toujours été là pour moi, dans les moments de joie comme dans les moments difficiles.

À mon meilleur ami Youcef,

Pour ta présence indéfectible, ton amitié sincère et ton encouragement constant. Merci d'avoir cru en moi et de m'avoir motivé à donner le meilleur de moi-même.

A toutes les personnes qui conte pour moi et a tous qui ont participé à la réalisation de ce modeste travail de près ou de loin.

TAHA

Dédicace

A mes chers parents

Pour leur amour, affection et sacrifices.

*Je vous suis reconnaissant pour tous ce que vous avez fait
pour moi ;*

A mon frère Aimen

*A mes Oncles et
tantes, cousins et
cousines*

*Pour m'avoir encouragé dans mes études et pour leurs précieux conseils ;
A toute personne qui m'a soutenu d'une manière ou d'une autre ;*

Je dédie ce travail.

Oussama

Remercîment

En premier lieu, nous tenons à remercier DIEU le tout Puissant de nous avoir donné la force et le courage de mener à bien ce modeste travail.

Nous remercions infiniment nos parents, qui nous ont encouragés et aidés à arriver à ce stade avancé de notre formation.

Nous exprimons nos sincères remerciements au membre de jury pour nous avoir fait l'honneur de consacrer du temps à la lecture de ce manuscrit, et pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Ce travail, réalisé principalement dans les laboratoires pédagogiques du département Génie des Procédés de l'École Nationale Supérieure de Technologie et d'Ingénierie (ENSTI-Annaba), ne saurait être aussi riche et n'aurait pas vu le jour sans l'aide et l'encadrement de Madame Z. Saadoune.

Nous souhaitons exprimer notre profonde gratitude à Madame Saadoune pour ses précieuses remarques et ses encouragements constants. Son expertise et son soutien ont été essentiels à la réalisation de ce mémoire.

Je tiens à remercier Madame Kerboua, pour avoir créé cette spécialité et pour nous avoir accompagnés tout au long de notre formation. Son dévouement et son soutien ont été essentiels à notre réussite.

Enfin, je n'oublierai pas d'associer dans mes remerciements à l'ensemble des enseignants du département de génie des procédés et mes collègues.

ملخص :

في هذه الأطروحة، قمنا بدراسة تطوير فيلم بلاستيكي يعتمد على النشا والألياف الطبيعية من نبات أمبلوديسموس موريتانيكوس. يهدف هذا العمل إلى دمج الألياف الطبيعية بهدف تصنيع ملدن يتمتع بخصائص جيدة، بالإضافة إلى كونه قابل للتحلل الحيوي في الطبيعة.

لتحليل خصائص المدنات. (FT-IR) استخدمنا تقنيات التوصيف مثل مطياف الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه بالإضافة إلى ذلك، قمنا بتقييم امتصاص الأفلام في وسطين، الماء ومحلول كلوريد الصوديوم، عند ثلاث درجات حرارة مختلفة: 14 درجة مئوية، 50 درجة مئوية، و70 درجة مئوية. وأخيراً، قمنا باختبار قابلية تحلل الأفلام في التربة.

أظهرت نتائج هذه الدراسة أن دمج النشا والألياف الطبيعية من أمبلوديسموس موريتانيكوس يمكن أن ينتج أفلاماً بلاستيكية ذات خصائص جيدة وتحلل محسّن، مما يجعلها بديلاً واعدًا للبلاستيك التقليدي.

الكلمات المفتاحية

(FT-IR) أمبلوديسموس موريتانيكوس، نشا، ألياف طبيعية، فيلم بلاستيكي قابل للتحلل الحيوي، ملدن، مطياف الأشعة تحت الحمراء، امتصاص،

Résumé

Dans ce mémoire, nous avons étudié l'élaboration d'un film plastique à base d'amidon et de fibre naturelle de la plante *Ampelodesmos mauritanicus*. Ce travail vise à incorporer des fibres naturelles dans le but de fabrication d'un plastifiant de bonne caractéristique, tout en étant biodégradable dans la nature.

Nous avons utilisé des techniques de caractérisation telles que la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) pour analyser les propriétés des plastifiants. De plus, nous avons évalué l'absorption des films dans deux milieux, l'eau et une solution de chlorure de sodium à trois températures différentes : 14°C, 50°C et 70°C. Enfin, nous avons testé la biodégradabilité des films dans le sol.

Les résultats de cette étude montrent que la combinaison d'amidon et de fibres naturelles d'*Ampelodesmos mauritanicus* permet de produire des films plastiques ayant de bonnes propriétés et de dégradation améliorées, ce qui en fait une alternative prometteuse aux plastiques conventionnels.

Mots-clés : *Ampelodesmos mauritanicus*, Fibre naturelle, Plastifiant biodégradable, Spectroscopie FT-IR., Absorption

Abstract

In this thesis, we studied the development of a plastic film based on starch and natural fiber from the plant *Ampelodesmos mauritanicus*. This work aims to incorporate natural fibers with the goal of manufacturing a plasticizer with good characteristics, while also being biodegradable in nature.

We used characterization techniques such as Fourier-transform infrared spectroscopy (FT-IR) to analyze the properties of the plasticizers. Additionally, we evaluated the absorption of the films in two media, water and a sodium chloride solution, at three different temperatures: 14°C, 50°C, and 70°C. Finally, we tested the biodegradability of the films in the soil.

The results of this study show that the combination of starch and natural fibers from *Ampelodesmos mauritanicus* can produce plastic films with good properties and improved degradation, making them a promising alternative to conventional plastics.

Keywords: *Ampelodesmos mauritanicus*, Natural fiber, Biodegradable plastic film, Plasticizer, FT-IR spectroscopy, Absorption.

Table de matière

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale	1
Chapitre 1 : Description de l'entreprise du stage	2
1. Introduction Générale	2
2. Historique et Situation Géographique de l'Entreprise	2
3. Organisation de l'Entreprise	2
4. Processus de Production.....	2
4.3. Zone 1 : Atelier de Préparation.....	2
4.2. Zone 2 : Production (Façonnage)	3
4.3. Zone 3 : Parc de Stockage de Produits Finis.....	4
5. Expérience et Apprentissage.....	4
6. Conclusion.....	4
Chapitre 2 : revu bibliographique.....	5
1. Matières plastiques	5
2. La biodégradation	5
3. Polymère biodégradable.....	5
3.1. Les différents types de polymères biodégradables	5
3.2. Applications des biopolymères	6
4. L'amidon	7
5. Fibre végétale.....	7
5.1. Propriétés usuelles des fibres végétales	7
5.2. Modification des fibres naturelles	8
6. Synthèse de quelques travaux scientifiques	8
Chapitre 3 : Matériels et méthode expérimentale.....	10
1. Introduction	10
2. Préparation des fibres	10
2.1. Traitement chimique des fibres.....	10
2.2. Plastification de l'amidon	10
2.3. Fabrication du bioplastique à base d'amidon.....	10

2.4.	Préparation des films (amidon/fibre).....	11
3.	Caractérisation par spectroscopie d'absorption infrarouge	11
4.	Biodégradation en milieu solide	12
Chapitre 4 : Résultats et discussions		13
1.	Plastification de l'amidon.....	13
2.	Préparation des films (amidon/fibre)	13
3.	Caractérisation des films par spectroscopie d'absorption infrarouge	13
4.	Essai d'absorption des films	15
5.	Biodégradation en milieu solide	19
Conclusion		20
Références bibliographiques		21

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Différentes formulations de film d'amidon.	10
Tableau 3.4 : Caractéristique de différentes formulations de film d'amidon.	13
Tableau 4.4 : Composition des différents films préparés	13

Liste des figures

Figure 1.2 : Classification des matériaux polymères biodégradables[5]	6
Figure 2.3 : Plastification de l'amidon	11
Figure 3.4 : Spectre IR du F1 élaboré.	14
Figure 4.4 : Spectre IR du F2 élaboré.	14
Figure 5.4 : Spectre IR du F3 élaboré.	15
Figure 6.4 : Cinétiques d'absorption d'eau des films immergés dans eau distillé à 14°C.....	16
Figure 7.4 : Cinétiques d'absorption d'eau des films immergés dans NaCl à 14°C.....	16
Figure 8.4 : Cinétiques d'absorption d'eau des films immergés dans eau distillé à 50°C.....	17
Figure 9.4 : Cinétiques d'absorption d'eau des films immergés dans NaCl à 50°C.....	17
Figure 10.4 : Cinétiques d'absorption d'eau des films immergés dans eau distillé à 70°C.....	18
Figure 11.4 : Cinétiques d'absorption d'eau des films immergés dans NaCl à 70°C.....	18
Figure 12.4 : Le pourcentage de biodégradation des films enfouis dans le sol.....	19

Liste des abréviations

FT-IR : Spectroscopie infra-rouge a transformé de Fourier

Introduction générale

Les plastiques synthétiques, produits à partir de dérivés du pétrole, sont omniprésents dans notre vie quotidienne en raison de leurs propriétés mécaniques exceptionnelles et de leur coût relativement bas. Cependant, leur utilisation massive et leur résistance à la dégradation naturelle ont conduit à une accumulation alarmante de déchets plastiques dans l'environnement, posant des problèmes écologiques majeurs. En réponse à cette crise, les chercheurs se sont tournés vers le développement de plastiques biodégradables, capables de se décomposer naturellement, réduisant ainsi leur impact sur l'environnement.

Les plastiques biodégradables offrent une alternative prometteuse aux plastiques traditionnels, en particulier lorsqu'ils sont élaborés à partir de ressources renouvelables. Parmi les matériaux végétaux potentiels, la cellulose, extraite de diverses plantes, se distingue par sa disponibilité, sa renouvelabilité et ses propriétés physico-chimiques avantageuses. *Ampelodesmus mauritanicus*, une plante herbacée appartenant à la famille des Poaceae, se révèle être une source particulièrement intéressante de cellulose en raison de sa croissance abondante et de sa capacité à prospérer sur des terrains arides et pauvres.

Dans le cadre de ce mémoire, nous nous focaliserons sur l'extraction de cellulose à partir de *Ampelodesmus mauritanicus* et son utilisation en tant que composant clé dans la formulation de plastifiants biodégradables. La cellulose obtenue sera mélangée avec un autre biopolymère tels que l'amidon pour élaborer des matériaux plastiques aux propriétés améliorées. L'amidon, un polysaccharide naturel largement disponible connu pour leur propriété complémentaire qui, lorsqu'il est combiné avec la cellulose, peuvent mener à des matériaux présentant une bonne résistance mécanique et une biodégradabilité accrue.

L'objectif de ce mémoire est de développer des formulations de plastifiants biodégradables en combinant cette cellulose avec l'amidon. Nous analyserons les propriétés des matériaux obtenus, leur comportement en termes de dégradation. Le présent manuscrit comprend :

Un premier chapitre est consacré à la description de l'entreprise du stage

Un deuxième chapitre est consacré à une synthèse bibliographique sur les matières plastiques, notion de la biodégradation des polymères, une généralité sur les fibres végétales

Une partie expérimentale dans laquelle nous abordons la méthode utilisée pour l'élaboration des films amidon/fibre puis on évalue la biodégradation des films plastiques.

À la fin une conclusion générale qui permet de résumer les résultats de ce travail.

Chapitre 1 : Description de l'entreprise du stage

1. Introduction Générale

Le rapport de stage effectué par BRAHMIA Oussama, BOUGUESSAS Taha étudiants à l'École Nationale Supérieure de Technologie et d'Ingénierie d'Annaba, s'est déroulé du 11 février 2024 au 26 avril 2024 au sein de l'entreprise Groupe Industriel Des Briqueterie El Amal, située dans la wilaya de El Tarf. Ce stage vise à compléter les connaissances théoriques avec une expérience pratique en milieu industriel, notamment dans le secteur de la production de briques.

2. Historique et Situation Géographique de l'Entreprise

La briqueterie El Amal a été créée en 1978 en tant qu'unité de la Société Nationale des Matériaux de Construction (SNMC). Elle a traversé une période difficile avant d'être reprise par le secteur privé en 2012, permettant ainsi sa réhabilitation et modernisation. Située stratégiquement à El Tarf, l'usine s'étend sur une superficie de 47 185 m², incluant des zones pour la préparation des matières premières, la production, et le stockage des produits finis.

3. Organisation de l'Entreprise

L'organisation de l'entreprise est structurée pour optimiser la production et l'exploitation des ressources. L'usine fonctionne en continu avec quatre équipes travaillant en rotation pour assurer une production ininterrompue. Les principaux produits fabriqués sont des briques creuses, avec diverses dimensions et poids pour répondre aux besoins du marché.

4. Processus de Production

Le processus de production des briques à El Amal se déroule en plusieurs étapes, réparties sur trois zones principales :

4.3. Zone 1 : Atelier de Préparation

4.1.1. Extraction

L'argile, matière première essentielle, est extraite de carrières situées à proximité de l'usine. Cette étape implique l'utilisation de pelles mécaniques et de camions pour transporter l'argile brute vers l'usine.

4.1.2. Stockage

L'argile extraite est stockée dans des hangars spécifiques pour la protéger des intempéries et permettre une homogénéisation initiale.

4.1.3. Broyage

L'argile stockée est ensuite acheminée vers des broyeurs où elle est broyée en particules plus fines. Ce broyage initial réduit la taille des morceaux d'argile pour faciliter les étapes suivantes.

4.1.4. Malaxage et Humidification

L'argile broyée est ensuite mélangée avec de l'eau dans des malaxeurs pour obtenir une pâte homogène. Le taux d'humidité est soigneusement contrôlé pour garantir une plasticité optimale pour le moulage.

4.1.5. Dosage et Mélange

Des additifs peuvent être ajoutés à l'argile malaxée pour améliorer certaines propriétés des briques, comme la résistance mécanique ou la couleur. Le mélange final est ensuite dosé pour obtenir des lots uniformes prêts pour le façonnage.

4.2. Zone 2 : Production (Façonnage)

4.2.1. Façonnage

L'argile préparée est extrudée sous forme de longues colonnes continues à l'aide d'une extrudeuse. Ces colonnes sont ensuite coupées en briques de dimensions spécifiques par des fils coupants.

4.2.2. Séchage

Les briques façonnées sont transportées vers des séchoirs où elles subissent un séchage lent et contrôlé. Le séchage élimine l'humidité excédentaire tout en évitant les fissures ou déformations. Cette étape peut durer plusieurs jours selon les conditions climatiques et les spécifications des briques.

4.2.3. Cuisson

Les briques séchées sont empilées sur des wagons et introduites dans un four tunnel. La cuisson se fait progressivement, atteignant des températures maximales de 1000°C. Cette cuisson permet de vitrifier les composants minéraux de l'argile, conférant aux briques leur dureté et résistance. La température et le temps de cuisson sont soigneusement contrôlés pour garantir une qualité uniforme.

4.3. Zone 3 : Parc de Stockage de Produits Finis

4.3.1. Refroidissement

Après la cuisson, les briques sont refroidies progressivement dans une zone de refroidissement avant d'être manipulées.

4.3.2. Contrôle de Qualité

Les briques refroidies passent par un contrôle de qualité rigoureux où elles sont inspectées pour détecter d'éventuels défauts tels que fissures, dimensions incorrectes ou imperfections de surface.

4.3.3. Emballage

Les briques conformes aux normes de qualité sont ensuite emballées. L'emballage se fait généralement par lots sur des palettes pour faciliter le transport et le stockage.

4.3.4. Stockage et Expédition

Les briques emballées sont stockées dans un parc de stockage, prêtes pour l'expédition. Le stockage est organisé de manière à optimiser l'espace et à protéger les briques des intempéries. Les commandes des clients sont préparées et expédiées selon les besoins du marché.

5. Expérience et Apprentissage

Au cours de ce stage, l'étudiant a pu mettre en pratique ses connaissances théoriques et acquérir des compétences pratiques dans le domaine de la chimie industrielle et de la production de briques. Il a appris les différentes techniques de production, la gestion des ressources humaines et matérielles, ainsi que les stratégies de résolution de problèmes techniques.

6. Conclusion

Ce stage a été une expérience enrichissante pour l'étudiant, lui permettant de renforcer ses compétences techniques et pratiques. L'exposition à un environnement industriel réel a également amélioré sa compréhension des défis et des exigences du secteur de la production de matériaux de construction. Ce rapport de stage témoigne de la valeur ajoutée d'une formation pratique pour préparer efficacement les étudiants à leurs futures carrières professionnelles.

Chapitre 2 : revu bibliographique

1. Matières plastiques

Le terme « plastique » désigne une large gamme de matériaux et composés. Il existe environ 50 familles et des centaines de variétés de plastiques. La plupart de ces plastiques sont fabriqués à partir de simples molécules d'hydrocarbure (monomères) dérivées du pétrole ou du gaz. Notons que 4 % du pétrole brut est investi pour la fabrication du plastique. Après polymérisation, ces molécules forment des polymères plus complexes permettant la fabrication des produits. Des additifs permettent de donner aux plastiques des propriétés spécifiques [1]. La Matière plastique est formée de résine de base, des adjuvants et des additifs.

2. La biodégradation

La biodégradabilité est la propriété la plus importante pour caractériser l'impact d'un produit organique sur l'environnement. La biodégradabilité est un processus naturel de décomposition de la matière organique. Elle est due à la présence de liaisons facilement clivables comme les liaisons esters ou amides conduisant à la formation de molécules simple et de fragments de plus petite taille. Quatre éléments y concourent : avant tout, les micro-organismes sans lesquels aucune biodégradation ne serait possible, l'humidité, l'oxygène et la température. La durée nécessaire pour une biodégradation totale des matériaux, pour la bio-assimilation, est importante à considérer, puisqu'en fonction de l'utilisation du matériau, une durée trop courte ou trop longue n'a pas nécessairement d'intérêt[2]

3. Polymère biodégradable

L'utilisation excessive des polymères nocifs à base de pétrole conduit à un sérieux épuisement de la capacité de mise en décharge, ceci encourage à l'élaboration d'un plastique ou un polymère biodégradable et écologique[3].

Les polymères biodégradables sont des matériaux qui peuvent être converti en présence de microorganismes en (CO_2 et H_2O) dans un milieu aérobie et en (CH_4 et H_2O) dans le milieu anaérobie[4]. Une nouvelle biomasse non toxique pour l'homme et l'environnement.

3.1. Les différents types de polymères biodégradables

Les polymères biodégradables peuvent être produits à partir de ressources renouvelables et fossiles. Ces deux grandes familles sont schématisées dans la figure 1[5]

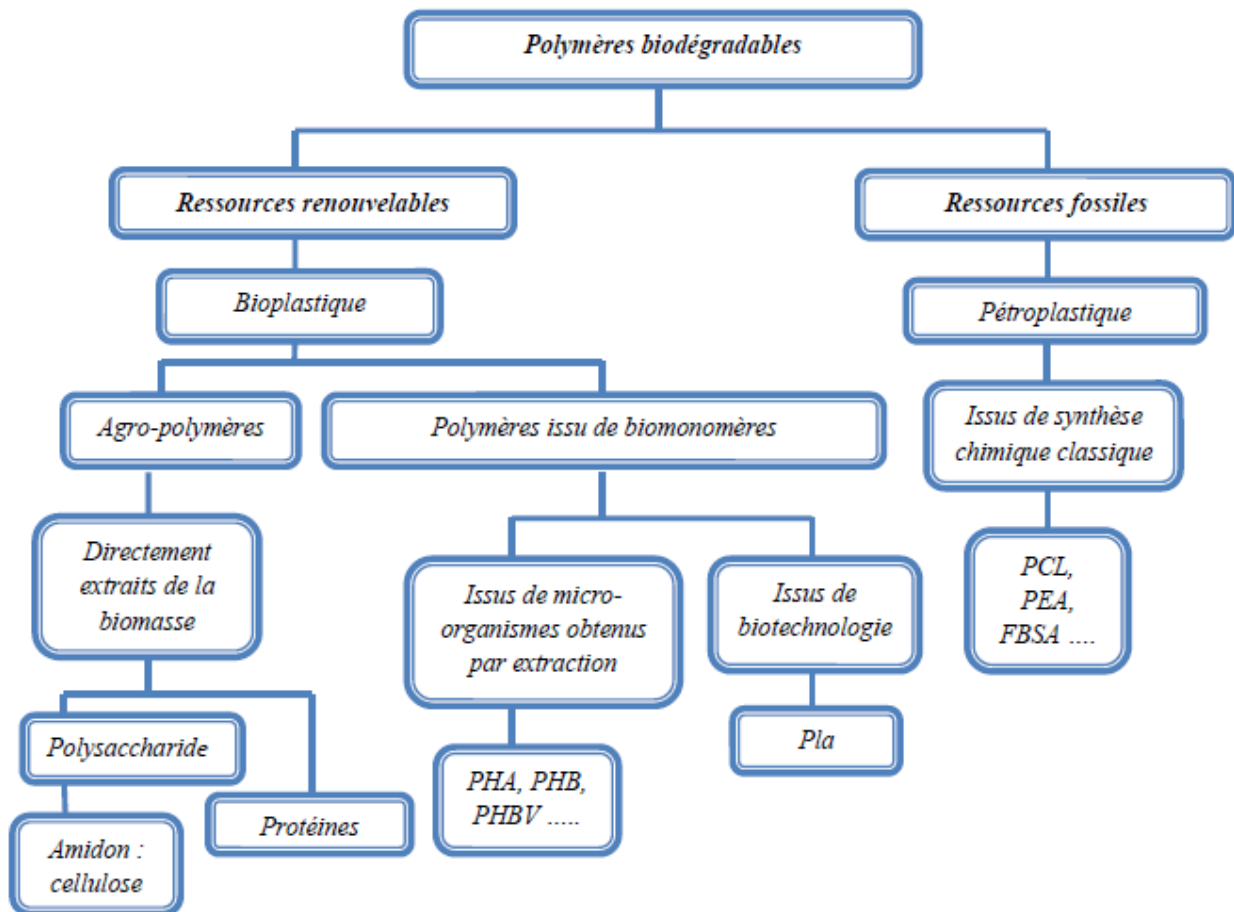


Figure 2.1 : Classification des matériaux polymères biodégradables[5]

3.2.Applications des biopolymères

Les biopolymères sont appliqués dans trois grands secteurs tel que : biomédical, l’agriculture et les emballages[5] :

- **Biomédical** : ces matériaux libèrent les différents principes actifs utilisés dans les médicaments à des vitesses en relation avec leur susceptibilité d’être dégradés par les enzymes, aussi comme prothèse résorbable et fil de sutures. Ce matériau est biosourcé et réduit les risques de réactions indésirables avec l’organisme humain
- **L’agriculture** : les biopolymères sont utilisés dans le secteur agricole comme régénérateurs du sol et comme un film dans la couverture des plantes, ce film est ensuite mélangé avec le sol pour agir comme un fertilisant en fin de son utilisation et il peut utiliser comme des sacs de stockage biodégradables pour les différents fertilisants et produits chimiques.
- **L’emballage** : dans le domaine de l’emballage alimentaire.

4. L'amidon

L'amidon est un glucide complexe provenant du maïs, de la pomme de terre, du blé et du riz. Il est composé de deux homopolymères : l'amylose et l'amylopectine (le composant principal). L'amylose, qui constitue 20 à 30 % du poids de l'amidon, est un polymère linéaire formé de 600 unités de D-anhydroglucopyranose liées par des liaisons α (1-4). En revanche, l'amylopectine, représentant environ 70 % du poids de l'amidon, est constituée d'unités glucosidiques également liées par des liaisons α (1-4), mais avec des ramifications connectées par des liaisons α (1-6). Comme la cellulose, l'amidon peut subir des transformations physico-chimiques et enzymatiques.[6]

1) Plastification de l'amidon

Pour mettre en œuvre l'amidon, il est nécessaire qu'il perde sa structure granulaire native semicristalline et acquière un comportement proche de celui d'un thermoplastique fondu. L'amidon à l'état natif ne présente pas de comportement thermoplastique intrinsèque. Lors de l'extrusion, quatre phénomènes se produisent à différents niveaux : Fragmentation des grains d'amidon, rupture des liaisons hydrogène entre les molécules (déstructuration + plastification), fusion et dépolymérisation (rupture des chaînes macromoléculaires) partielle de l'amidon[5] Concernant du plastifiant, l'eau est le plastifiant naturel le plus efficace de l'amidon. Cependant l'eau est un plastifiant volatil susceptible de s'évaporer pendant la mise en œuvre ou pendant le stockage ultérieur des matériaux obtenus, d'autres molécules moins volatiles sont donc utilisées. Il s'agit le plus souvent de composés comportant des groupements hydroxyles (polyols) favorisant la compatibilité avec l'amidon et diminuant l'intensité des interactions hydrogène entre chaînes. Parmi ceux-ci, le plus utilisé dans la littérature est le glycérol [5]

5. Fibre végétale

Les fibres végétales sont issues de la biomasse, elles peuvent être extraites du fruit, de la tige ou des feuilles d'une plante. Elles sont principalement composées de cellulose, d'hémicelluloses, de lignines et de pectines. Elles sont surtout utilisées pour leurs avantages inégalés : leur faible densité, leur pouvoir d'isolant thermique, leurs propriétés mécaniques, et notamment pour leur biodégradabilité et atouts écologiques [7]

5.1. Propriétés usuelles des fibres végétales

Les fibres végétales présentent de nombreux intérêts ;

5.1.1. Propriétés physiques

En général les fibres végétales sont caractérisées physiquement par leur longueur, leur diamètre, et leur densité.

5.1.1. Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des fibres végétales sont induites par les caractéristiques intrinsèques de ces fibres (composition chimique ; cellulose, hémicellulose, lignine et pectines ; structure de la fibre : section, porosité, angle micro-fibrillaire, facteur de forme, rapport longueur/diamètre, etc.), par des caractéristiques anthropiques (type de défibrage, itinéraire technique, etc.) ou par des caractéristiques indépendantes et variables (taux d'humidité, localisation des fibres dans la tige, défauts naturels, conditions de croissance, etc.).

5.2. Modification des fibres naturelles

Les fibres de cellulose sont incompatibles avec les polymères hydrophobes. Or, la qualité de l'interface fibre-matrice est importante pour l'utilisation des fibres naturelles comme fibres de renfort pour les polymères. Il est donc très souvent nécessaire de modifier la surface des fibres pour optimiser cette interface. Les méthodes de modification sont différemment efficaces en ce qui concerne l'adhésion entre la matrice et les fibres[8] [9] Les fibres de renfort peuvent être modifiées par des méthodes physiques ou chimiques. Les méthodes physiques, telles que l'étirage, le calandrage, le traitement thermique, le laser, les rayons gamma, les UV, plasma, modifient les propriétés structurelles et de surface de la fibre et influencent ainsi les liaisons avec les polymères[9][10][11].

Les modifications chimiques comprennent des traitements avec de la soude, du silane (alcoxyde de silicium fonctionnalisé), de l'acide acétique, ou encore des molécules à base de benzoyle, d'isocyanate, de triazine ou d'imidazolidinone, etc.[8] [12]

La méthode de couplage chimique est l'une des méthodes chimiques importantes, qui permet l'amélioration de l'adhérence interrassiale. La composition chimique des agents de couplage leur permet de réagir avec la surface des fibres formant un pont de liaisons chimiques entre la fibre et la matrice. En général, les agents de couplage sont des molécules possédant deux fonctions, la première fonction réagit avec les groupes -OH de la cellulose et la seconde avec les groupes fonctionnels de la matrice[10]

6. Synthèse de quelques travaux scientifiques

L'élaboration de plastifiants biodégradables à partir de matières végétales, telles que la cellulose et l'amidon, représente une avancée significative dans la recherche de solutions écologiques pour l'industrie des plastiques. Plusieurs études ont montré que ces matières végétales, en raison de leur abondance et de leur renouvelabilité, sont des sources prometteuses pour le développement de plastifiants durables.

Une étude de S. K. Kim et al. (2017)[13] a démontré que les plastifiants à base d'amidon modifié peuvent améliorer la flexibilité et la durabilité des films plastiques tout en étant biodégradables et respectueux de l'environnement.

De même, des travaux de C. E. de Oliveira et al. (2020) ont exploré les propriétés de plastifiants à base de cellulose, révélant que ceux-ci peuvent être utilisés pour améliorer les performances mécaniques et la stabilité thermique des matériaux plastiques tout en réduisant leur impact environnemental.[14]

En outre, des recherches récentes ont mis en évidence les défis liés à la production de plastifiants à base de matières végétales, notamment la nécessité d'optimiser les procédés de modification chimique pour améliorer la compatibilité avec les matrices polymériques (J. P. L. R. dos Santos et al., 2021). Les avancées dans ce domaine incluent le développement de techniques de traitement enzymatique et de modification chimique qui améliorent les propriétés des plastifiants tout en réduisant les coûts de production.[15]

Liu et al. (2018) ont étudié l'incorporation de plastifiants dérivés de l'huile végétale dans les bioplastiques, démontrant une amélioration significative des propriétés mécaniques et de la biodégradabilité des produits finis.[16]

Wu et al. (2019) ont développé une nouvelle méthode de synthèse de plastifiants à partir de déchets de pomme de terre, montrant que ces plastifiants peuvent être utilisés efficacement dans les applications de films alimentaires et de sacs biodégradables.[17]

Chapitre 3 : Matériels et méthode expérimentale

1. Introduction

L'objectif de ce travail est d'étudier le rôle des renforts végétaux issus de la plante de Diss avec traitement pour élaborer un plastique biodégradable de meilleures caractéristiques. Les thématiques de ce travail ont été réalisées au laboratoire de Génie des Procédés au département Génie des Procédés et Energétique à l'Ecole Nationale Supérieure de Technologie et d'Ingénierie à Annaba.

2. Préparation des fibres

Le Diss est lavé à l'eau de robinet pour se débarrasser des substances étrangères collées à la surface, puis séchée dans une étuve à 50°C pendant 48 heures jusqu'à un poids constant, ensuite le matériau est broyée à l'aide d'un moulin à café.

2.1. Traitement chimique des fibres

On mélange une solution de soude (3N) avec une quantité des fibres dans un bain marie, sous agitation mécanique pendant 2h. Après refroidissement le mélange est filtré, puis lavé à l'eau distillée jusqu'à neutralité du filtrat, à la fin du traitement chimique les échantillons séchée 24h à 70°C.

2.2. Plastification de l'amidon

L'amidon de maïs utilisé est sous forme d'une poudre, de couleur blanche et inodore. Différentes formulations ont été réalisées (Tableau 1) pour étudier l'influence du taux du plastifiant (glycérol) sur les films d'amidon thermoplastique. Cette variation des proportions massiques de 0 à 50% se manifeste dans l'aspect, la rigidité et l'élasticité des films.

Tableau 3.1 : Différentes formulations de film d'amidon.

Echantillon	% Amidon	% Glycérol
E ₁	80	20
E ₂	70	30
E ₃	60	40
E ₄	50	50

2.3. Fabrication du bioplastique à base d'amidon

Nous avons suivi la méthode d'Aristote Matondo[18]. Une masse d'amidon de maïs et de glycérol sont dispersée dans 50 ml de l'eau distillée sous agitation à température 150°C, 3 ml

de HCl ont été ensuite ajoutés. Les solutions filmogènes sont laissées agiter pendant 45 min jusqu'à ce que les mélanges deviennent translucides. Vers la fin du chauffage, une quantité de 3 ml de NaOH a été ajoutée pour neutraliser l'acide et diminuer la viscosité des mélanges. Ces derniers sont ensuite refroidis, coulés dans des boîtes pétries puis séchés à température ambiante. La composition des différents films élaborés (E₁, E₂, E₃ et E₄) a été reportée sur le tableau 1.

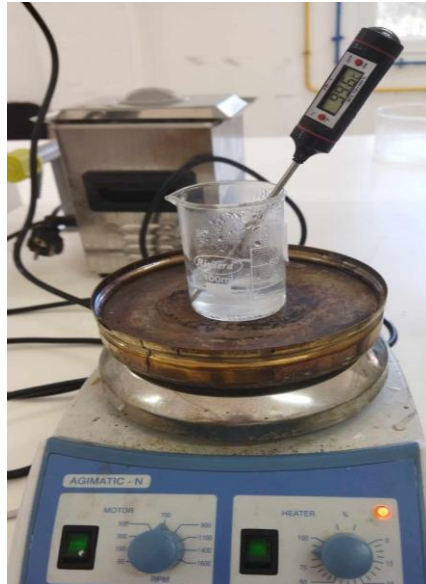


Figure 3.1: Plastification de l'amidon

2.4. Préparation des films (amidon/fibre)

On introduit dans un bécher une quantité d'amidon de maïs avec différentes masses de fibre de Diss traité (0.5 ; 0.75 ; 1g), 2 ml de glycérol (à 50 % en volume), 3 ml d'acide chlorhydrique 0.1 M. La solution est mise sous agitation sur une plaque chauffante (réglée à 150°C) pendant 15 minutes, de façon à ce que la solution ne soit pas à ébullition.

A la moitié du temps, on ajoute 1 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/L. On neutralise avec 2 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0.1 M restant pour diminuer la viscosité du mélange. On verse la solution dans une boîte de pétri en étalant avec une spatule, puis sécher à température ambiante.

3. Caractérisation par spectroscopie d'absorption infrarouge

La spectrométrie infrarouge permet de déterminer la nature chimique d'un produit par identification de bandes d'absorption caractéristiques sur un spectre infrarouge. Chaque bande d'absorption correspond à un mode de vibration (déformation, élongation) d'une liaison chimique interatomique, ionique ou entre groupements fonctionnels. La comparaison entre rayonnement incident et transmis (ou absorbé) à travers l'échantillon permet alors de

déterminer les principales fonctions chimiques présentes dans l'échantillon. L'analyse a été faite sur une plage de longueur d'ondes allant de 400–4000 cm^{-1}

Pour déterminer l'ensemble des changements de la structure causée par le traitement alcalin de la fibre on a effectué une analyse par IR

Les principales fonctions chimiques présentes à la surface des films d'amidon fibre ont été analysées par IR

Essai d'absorption des films

Les films plastiques ont été découpés en forme carrée de dimensions (20mm x 20mm) pesés initialement puis immergés dans les deux solvants l'eau distillée et une solution de NaCl(1g/L) à différentes températures (16,50 et 70 °C) contrôlées à l'aide d'une étuve. Pour chaque pesée on fait sortir les échantillons de bûcher à l'aide d'une pince, en éliminant, avec du papier absorbant, les gouttelettes de solvants restantes sur les surfaces.

Le pourcentage d'absorption d'eau des matériaux a été calculé par l'équation suivante :

$$M = \frac{m(t) - m_s}{m_s}$$

Où : $m(t)$: La masse de l'échantillon immergé dans l'eau à l'instant 't;

m_s : La masse de l'échantillon sec.

4. Biodégradation en milieu solide

La biodégradabilité peut se produire dans divers environnements tels que le sol et l'eau ou par le compostage ou le rejet[19]

Le but de cette partie est de présenter les différents matériaux utilisés, le processus expérimental et la méthode employée pour l'évaluation du taux de biodégradation des films d'amidon/fibre après enfouissement dans les milieux solides, cela est réalisé en calculant la perte de masse des résidus de dégradation au fil du temps

Nous avons suivi le principe et la méthode d'Aristote Matondo [18] avec quelques modifications. Les films plastiques ont été enterrés dans le sol de 10 cm de profondeur durant différentes périodes 7, 14, 21 et 28 jours à la température ambiante dans des pots. L'addition de l'eau de robinet a été effectuée une fois chaque semaine pour maintenir l'humidité du sol constante pendant la phase expérimentale. Après chaque période spécifiée, les échantillons ont été retirés et nettoyés pour éliminer tous résidus.

La mesure du poids a été effectuée par une balance analytique avant et après les tests de biodégradation à chaque intervalle de temps régulier. La perte de poids (P%) des échantillons a été estimée avec l'équation suivante :

$$P\% = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100$$

Avec : m_i : masse des films avant la biodégradation.

m_f : masse des films après la biodégradation.

Chapitre 4 : Résultats et discussions

1. Plastification de l'amidon

Différentes formulations ont été réalisées (Tableau 4.1) pour étudier l'influence du taux du plastifiant (glycérol) sur les films d'amidon thermoplastique.

Tableau 4.1: Caractéristique de différentes formulations de film d'amidon.

Echantillon	%Amidon	%Glycérol	Apparence
E ₁	80	20	Cassant
E ₂	70	30	Élastique
E ₃	60	40	Caoutchouteux
E ₄	50	50	Collant

D'après diverses études, la quantité idéale de glycérol devrait être comprise entre 20 et 35%. [20]. Dans notre cas, la formulation avec une teneur en glycérol de 30% est la plus adaptée à nos critères de matrice.

2. Préparation des films (amidon/fibre)

La composition des différents films élaborés a été reportée dans le tableau 4.2.

Tableau 1.2: Composition des différents films préparés

Films	%Amidon	%Glycérol	Masse de fibre (g)
F ₁	70	30	0.5
F ₂	70	30	0.75
F ₃	70	30	1

3. Caractérisation des films par spectroscopie d'absorption infrarouge

L'analyse des films par spectroscopie infrarouge (IR) a été réalisée à l'Université de Blida, afin d'identifier le plus complètement possible les principales fonctions chimiques présentes à la surface des films d'amidon/ fibre.

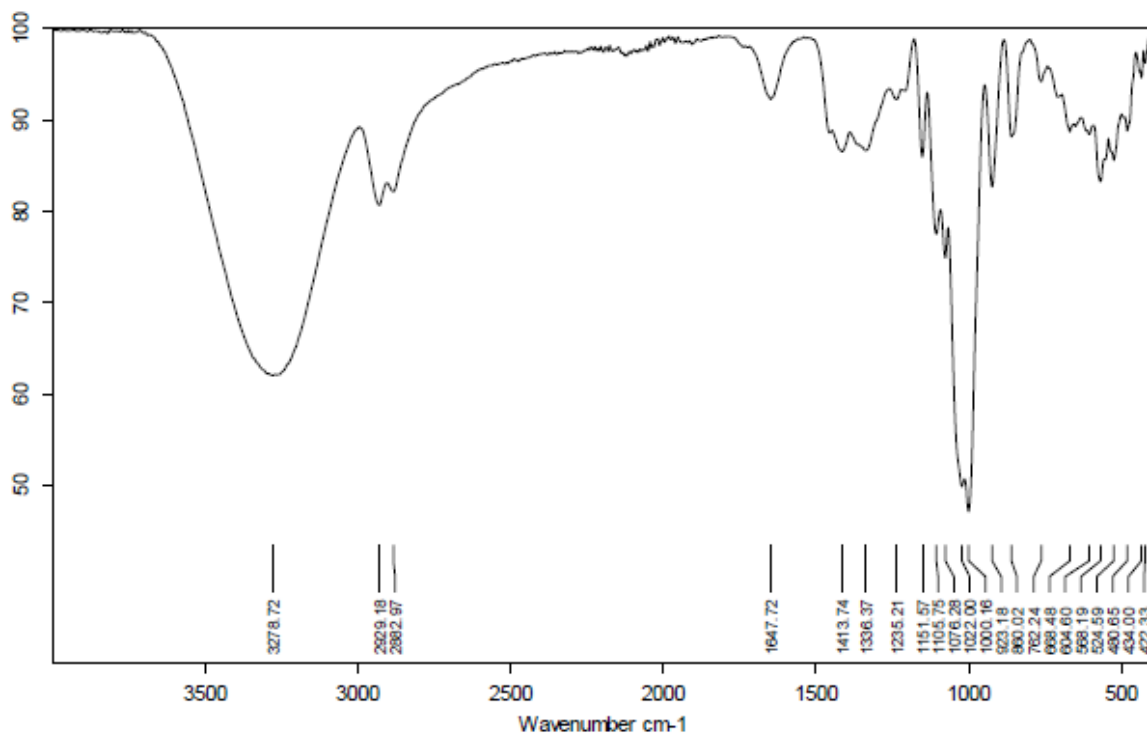


Figure 4.1 : Spectre IR du F1 élaboré.

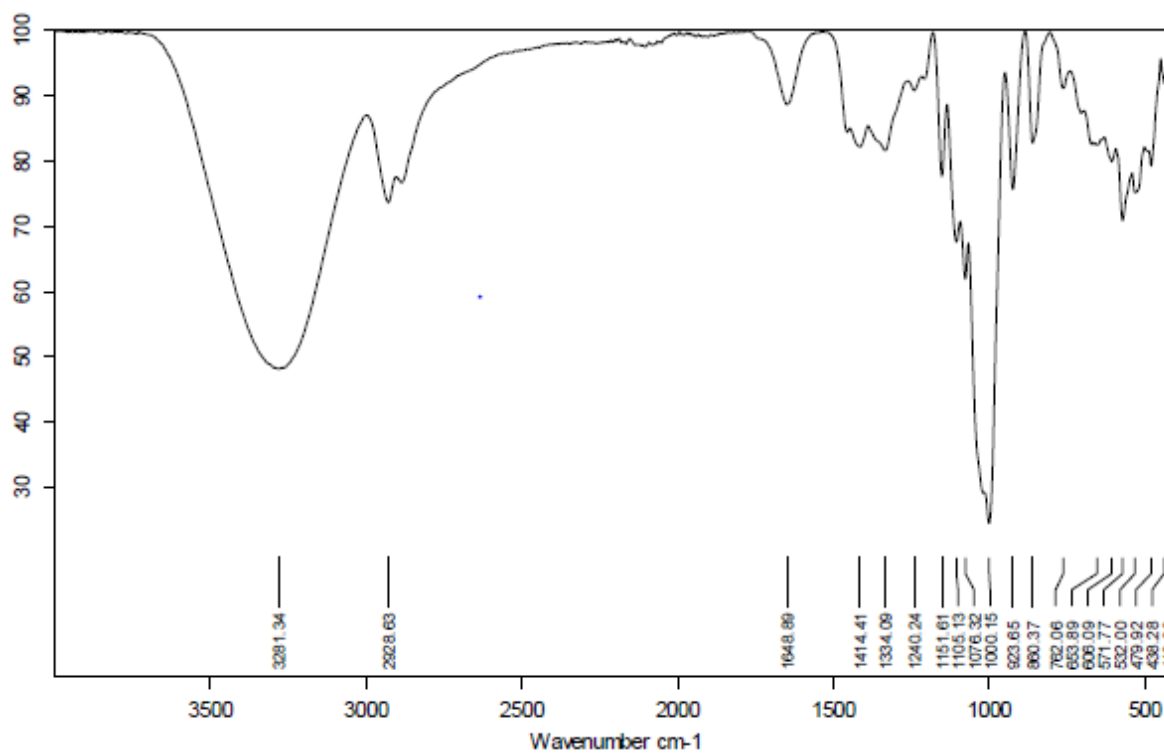


Figure 1.2 : Spectre IR du F2 élaboré.

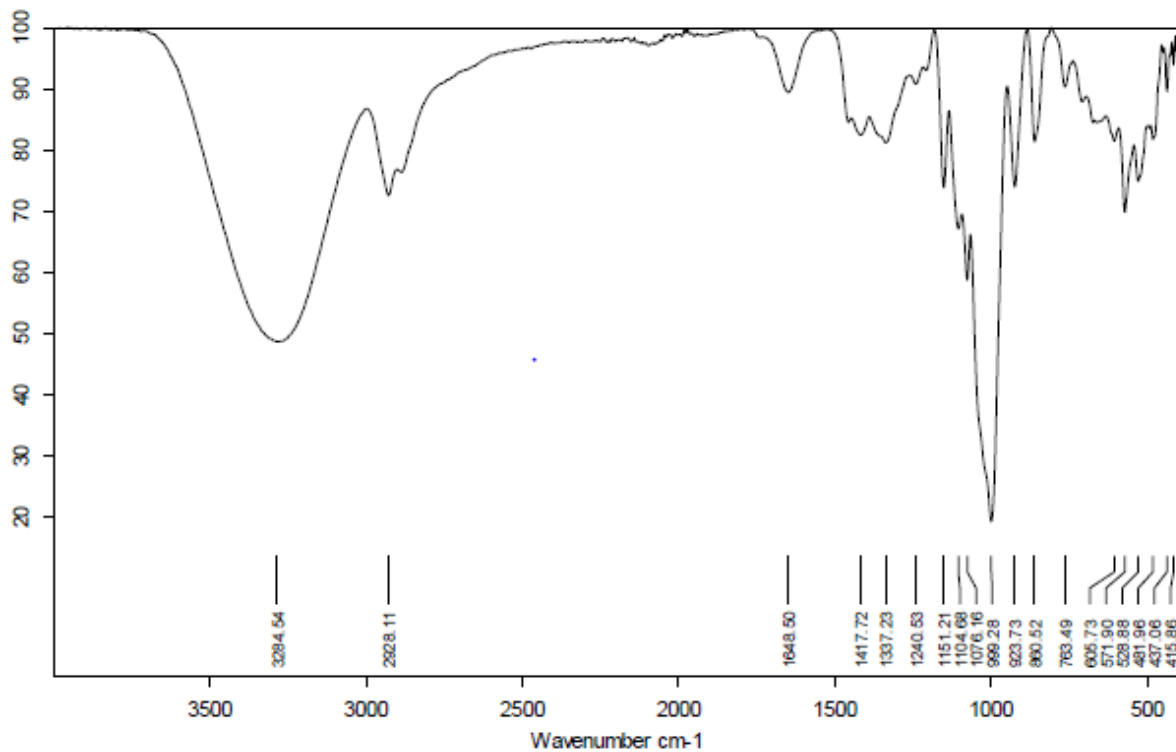


Figure 4.3 : Spectre IR du F3 élaboré.

On remarque que les spectres IR obtenus sont presque identiques pour tous les échantillons étudiés.

La bande d'absorption se trouvant à 3281 cm^{-1} est essentiellement dues aux vibrations de la liaison OH présente dans l'amidon, glycérol et les fibres.

La bande se trouvant à 2928 cm^{-1} correspond aux vibrations élongation νCH_2 présent dans l'amidon et les fibres

On note également 'une bande d'absorption à 1648 cm^{-1} qui traduit la vibration des liaisons O-H correspondant à l'eau liée contenue dans la matrice

Les bandes d'absorptions trouvé dans 1414 à 1334 cm^{-1} qui peut être attribuée à la liaison de déformation dans le plan des groupements $-\text{CH}_2$ et $-\text{CH}_3$, contenus dans les structures des fibres.

4. Essai d'absorption des films

L'absorption d'eau, c'est une propriété importante pour les matériaux à base d'amidon et de fibres végétales. Pour cela on relèvera la masse des échantillons pendant l'exposition au solvant (immersion) à différents intervalles de temps jusqu'à la stabilisation du poids.

L'influence de la masse des fibres et la nature du solvant sur la sorption des films est illustrée sur les figures suivantes.

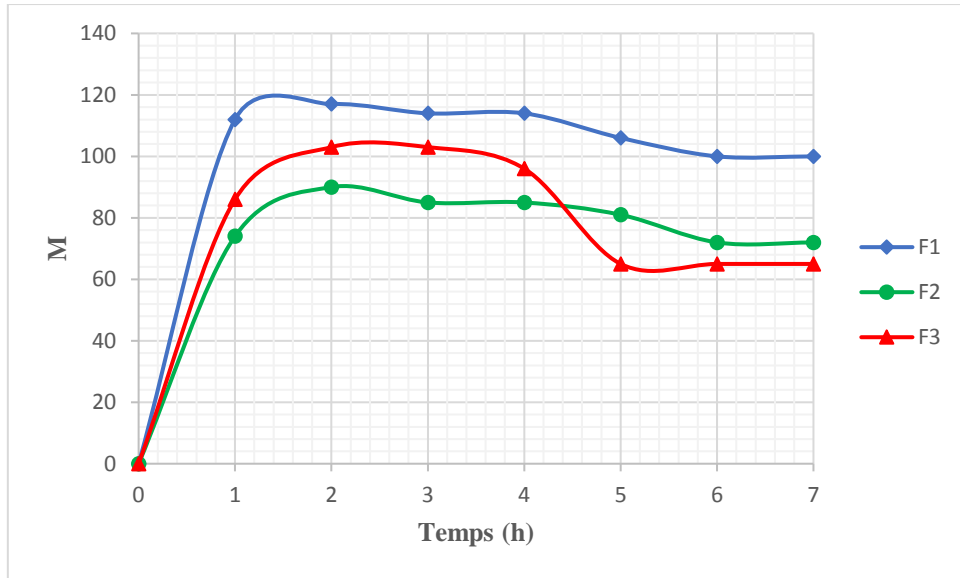


Figure 4.5 : Cinétiques d'absorption d'eau des films immergés dans eau distillé à 14°C

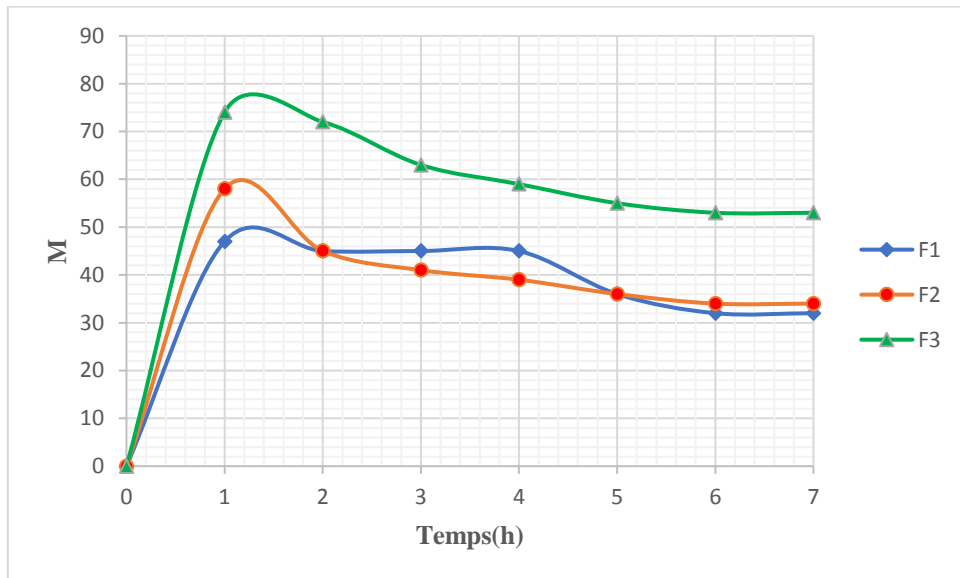


Figure 4.6 : Cinétiques d'absorption d'eau des films immergés dans NaCl à 14°C

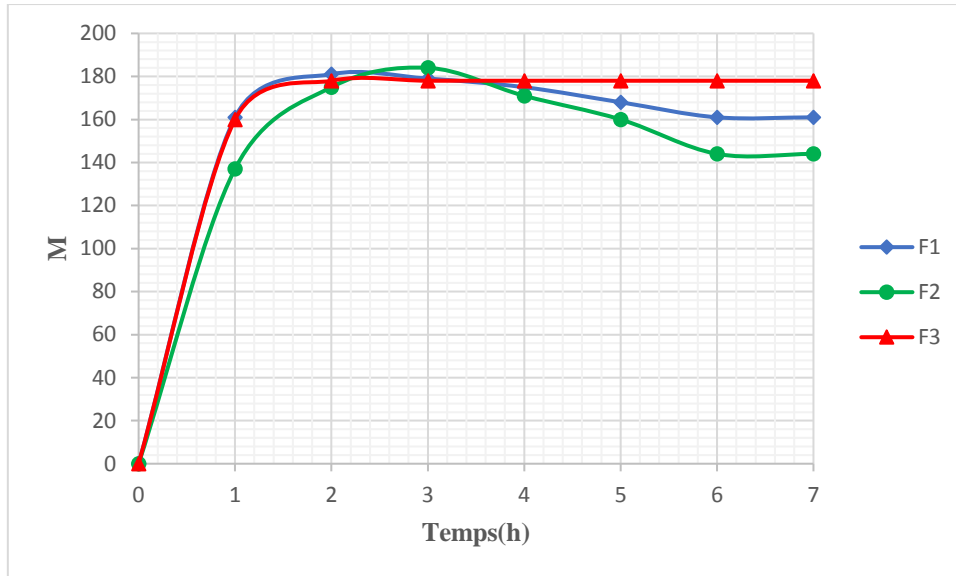


Figure 4.7 : Cinétiques d'absorption d'eau des films immergés dans eau distillé à 50°C

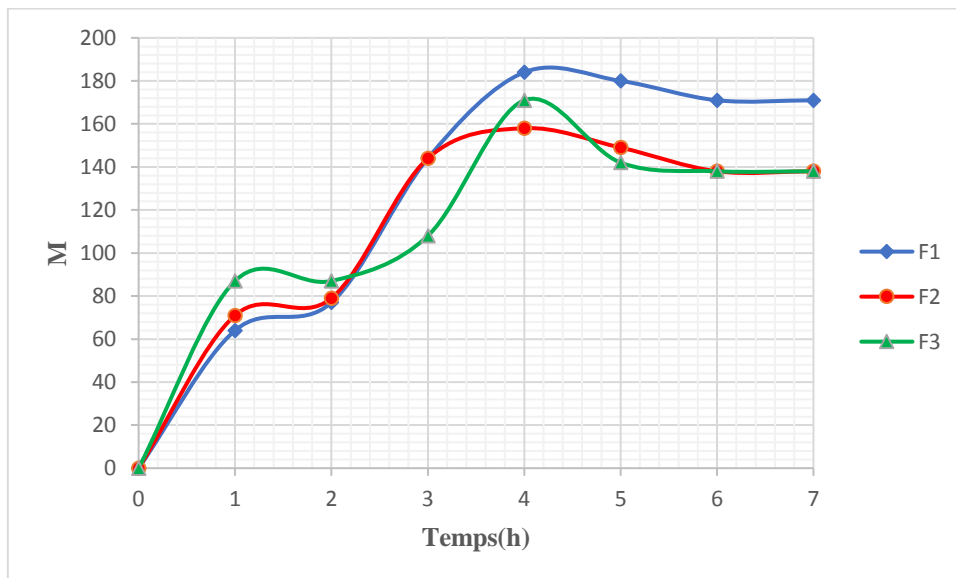


Figure 4.8 : Cinétiques d'absorption d'eau des films immergés dans NaCl à 50°C

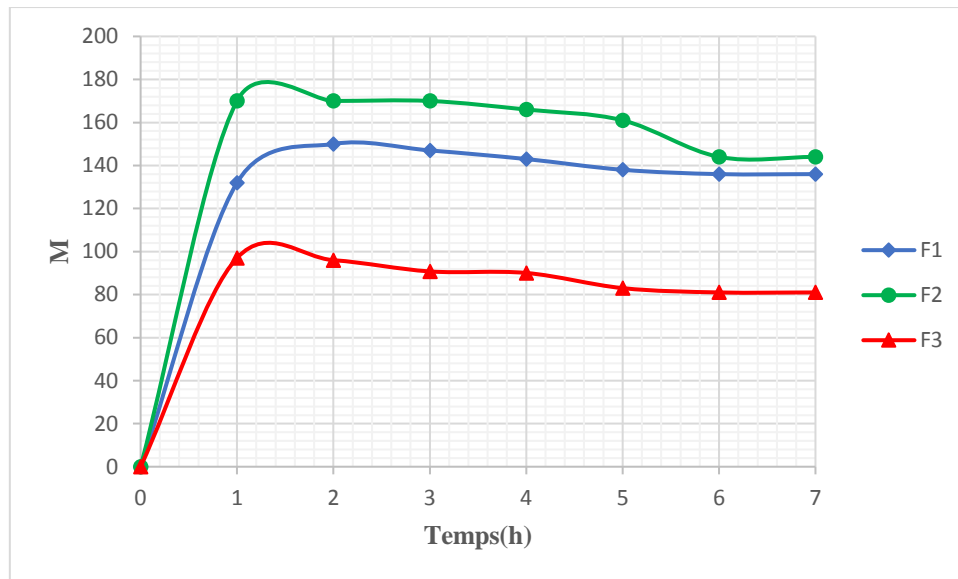


Figure 4.9 : Cinétiques d'absorption d'eau des films immergés dans eau distillé à 70°C

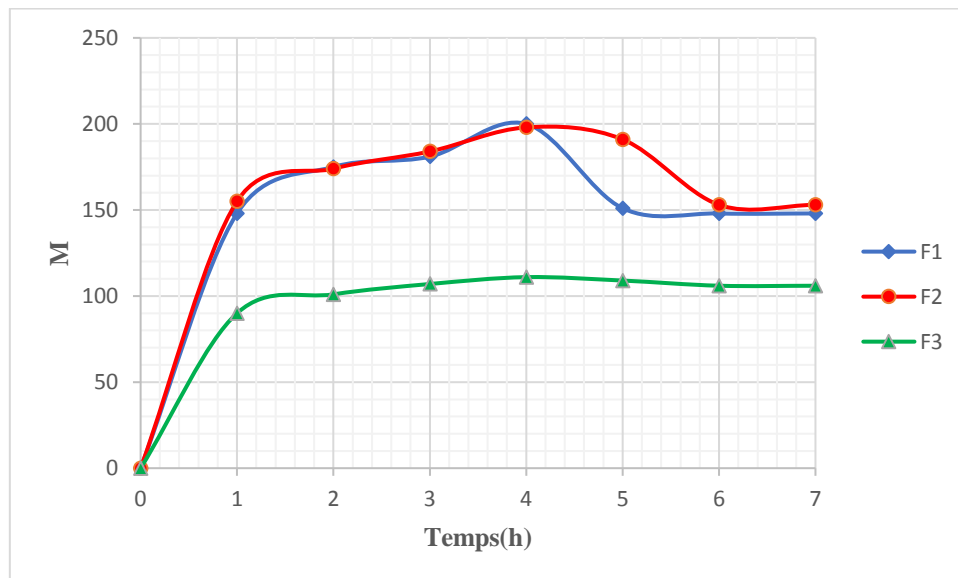


Figure 4.10 : Cinétiques d'absorption d'eau des films immergés dans NaCl à 70°C

On remarque que l'absorption d'eau des films est rapide au départ, puis ralentit progressivement jusqu'à saturation puis une diminution de la courbe. La température a une forte influence sur la cinétique d'absorption. En effet, plus la température est élevée, plus l'absorption initiale est rapide et plus le plateau de saturation est atteint rapidement.

On constate que le taux d'absorption d'eau augmente avec la durée d'immersion pour l'ensemble des échantillons, ce comportement peut être expliqué par le caractère hydrophile de la matrice

On peut conclure que la présence des fibres induit une augmentation de la quantité d'eau absorbée et un accroissement du taux de gonflement.

5. Biodégradation en milieu solide

L'évaluation du taux de biodégradation des films d'amidon/fibre après enfouissement dans les milieux solides est réalisée en calculant la perte de masse des résidus de dégradation au fil du temps. Les résultats sont représentés sur la figure 4.11.

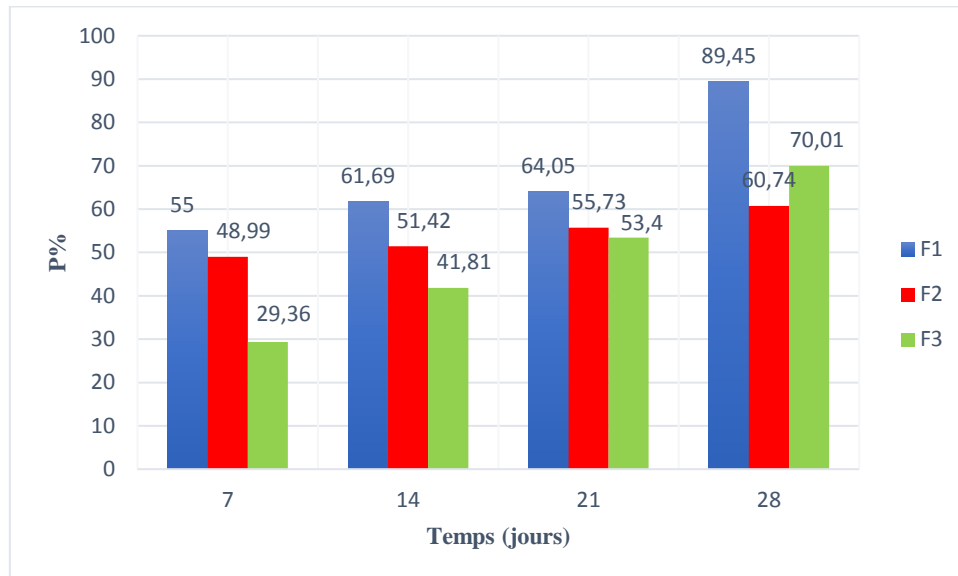


Figure4.11 : Le pourcentage de biodégradation des films enfouis dans le sol

Les différentes données expérimentales obtenues indiquent clairement que le pourcentage de perte de masse des films augmente en fonction du temps pour tous les polymères enterrés dans le sol.

On constate que les taux de biodégradation des polymères sont variables selon le pourcentage des fibres ajouté au film.

On note que la biodégradation de film 1 se manifeste d'une manière considérable, qui atteint une valeur maximale de 89.25% au bout de 28 jours

La différence dont le taux de biodégradation des films pourrait s'expliquer par l'hétérogénéité de la structure des films, ainsi que par la densité des microorganismes qui existe dans le milieu solide.

Conclusion

Ce travail se concentre sur le développement d'un plastifiant biodégradable en utilisant de la cellulose extraite d'*Ampelodesmus mauritanicus* et de l'amidon, pour créer des films plastiques aux propriétés améliorées. Plusieurs expériences ont été menées pour évaluer les caractéristiques et la biodégradation de ces matériaux.

A la lumière de nos résultats on peut conclure que :

- La meilleure formulation pour les films d'amidon thermoplastique contient 30% de glycérol, offrant un équilibre optimal entre flexibilité et résistance mécanique.
- Les spectres IR des échantillons étudiés montrent des similarités marquées. Qui confirment la présence des composants principaux (amidon, glycérol et fibres) dans la matrice.
- Les films plastiques démontrent une absorption d'eau rapide au début, qui décélère progressivement jusqu'à saturation, suivie d'une diminution. La température exerce une influence significative sur cette cinétique d'absorption, accélérant l'absorption initiale à des températures élevées. Les films enrichis en fibres végétales absorbent davantage d'eau, augmentant ainsi leur taux de gonflement et soulignant un caractère hydrophile plus prononcé. Ces observations soulignent l'impact combiné de la composition des films et des conditions environnementales sur leurs propriétés d'absorption d'eau et de gonflement.
- La biodégradation varie significativement en fonction de la quantité de fibres incorporées dans les films. Les différents taux de biodégradation observés reflètent l'influence de la structure hétérogène des films et de la densité des microorganismes présents dans le sol.

Les résultats de ce mémoire démontrent que l'utilisation d'*Ampelodesmus mauritanicus* et de l'amidon pour la fabrication de films plastiques biodégradables est prometteuse. Les matériaux produits présentent une capacité de biodégradation considérable, réduisant ainsi leur impact environnemental.

En conclusion, ce travail pose les bases pour le développement de bioplastiques à partir de ressources renouvelables, offrant une alternative viable et écologique aux plastiques conventionnels. L'innovation dans ce domaine est cruciale pour répondre aux défis environnementaux actuels et futurs.

Les résultats expérimentaux obtenus sont encourageants pour la poursuite de ce présent travail. Comme perspectives à réaliser dans le futur, on peut citer

- ✓ Effectuer une caractérisation thermique des amidon/fibre par l'analyse thermogravimétrique (ATG).
- ✓ Tester sur d'autre type de sol comme le sable et à différents pH.

Références bibliographiques

- [1] M. A. Temgoua Zemo *et al.*, “Environmental Consequences of Unregulated Sanitation Practices in Urban Watercourse Neighborhoods in Sub-Saharan Africa: A Case Study of Yaoundé City Cameroon,” *Acad. J. Interdiscip. Stud.*, vol. 13, no. 2, p. 37, 2024, doi: 10.36941/ajis-2024-0034.
- [2] D. S. D. Amina, “Elaboration et caractérisation d’un nanobiocomposite à base de PLA et de silice pyrogénée,” 2019, [Online]. Available: [https://dspace.univ-guelma.dz/jspui/bitstream/123456789/4132/1/mémoire fin d’étude.pdf](https://dspace.univ-guelma.dz/jspui/bitstream/123456789/4132/1/mémoire%20fin%20d%27étude.pdf)
- [3] M. P. Ho *et al.*, “Critical factors on manufacturing processes of natural fibre composites,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 43, no. 8, pp. 3549–3562, 2012, doi: 10.1016/j.compositesb.2011.10.001.
- [4] U. W. Ł. Awski, D. D. E. L. Universite, D. E. W. Ł. Aw, S. Du, N. Et, and D. U. Chrome, “Effets de synergies entre montmorillonites organophiles (OMMT) et graphène dans les nanocomposites à base de polymères biodégradables,” 2007.
- [5] M. D. E. Master, “Dédicace,” 2014.
- [6] L. Sambha, “To cite this version : HAL Id : tel-00703992 Présentée à : L ’ UNIVERSITE DE HAUTE ALSACE Pour l ’ obtention du titre de DOCTEUR EN CHIMIE DES MATERIAUX Par LIONEL SAMBHA ’ A CONTRIBUTION A L ’ ETUDE DE LA STRUCTURE ET DE LA TEXTURE DU PLA . EFFET DE LA D,” 2012.
- [7] M. Mabrouk, “Remerciements,” 1945.
- [8] X. Li, L. G. Tabil, and S. Panigrahi, “Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: A review,” *J. Polym. Environ.*, vol. 15, no. 1, pp. 25–33, 2007, doi: 10.1007/s10924-006-0042-3.
- [9] N. M. Barkoula, B. Alcock, N. O. Cabrera, and T. Peijs, “Flame-Retardancy Properties of Intumescent Ammonium Poly(Phosphate) and Mineral Filler Magnesium Hydroxide in Combination with Graphene,” *Polym. Polym. Compos.*, vol. 16, no. 2, pp. 101–113, 2008, doi: 10.1002/pc.
- [10] A. K. Bledzki and J. Gassan, “Composites reinforced with cellulose based fibres,” *Prog. Polym. Sci.*, vol. 24, no. 2, pp. 221–274, 1999, doi: 10.1016/S0079-6700(98)00018-5.
- [11] K. H. Wang, M. H. Choi, C. M. Koo, Y. S. Choi, and I. J. Chung, “Synthesis and characterization of maleated polyethylene/clay nanocomposites,” *Polymer (Guildf.)*, vol. 42, no. 24, pp. 9819–9826, 2001, doi: 10.1016/S0032-3861(01)00509-2.
- [12] D. Nabi Saheb and J. P. Jog, “Natural fiber polymer composites: A review,” *Adv. Polym. Technol.*, vol. 18, no. 4, pp. 351–363, 1999, doi: 10.1002/(SICI)1098-2329(199924)18:4<351::AID-ADV6>3.0.CO;2-X.
- [13] D. R. Lu, C. M. Xiao, and S. J. Xu, “Starch-based completely biodegradable polymer materials,” *Express Polym. Lett.*, vol. 3, no. 6, pp. 366–375, 2009, doi: 10.3144/expresspolymlett.2009.46.
- [14] N. Stocks, “濟無No Title No Title No Title,” pp. 1–23, 2016.
- [15] V. Gupta, D. Biswas, and S. Roy, “A Comprehensive Review of Biodegradable Polymer-Based Films and Coatings and Their Food Packaging Applications,” *Materials (Basel)*, vol. 15, no. 17, 2022, doi: 10.3390/ma15175899.
- [16] P. Jia, H. Xia, K. Tang, and Y. Zhou, “Plasticizers derived from biomass resources: A short review,” *Polymers (Basel)*, vol. 10, no. 12, 2018, doi: 10.3390/polym10121303.

- [17] D. Merino, U. C. Paul, and A. Athanassiou, "Bio-based plastic films prepared from potato peels using mild acid hydrolysis followed by plasticization with a polyglycerol," *Food Packag. Shelf Life*, vol. 29, no. June, p. 100707, 2021, doi: 10.1016/j.fpsl.2021.100707.
- [18] Aristote matondo, "Fabrication d ' un sextant," no. February, pp. 1–4, 2018.
- [19] F. Masmoudi, A. Bessadok, M. Dammak, M. Jaziri, and E. Ammar, "Biodegradable packaging materials conception based on starch and polylactic acid (PLA) reinforced with cellulose," *Environ. Sci. Pollut. Res.*, vol. 23, no. 20, pp. 20904–20914, 2016, doi: 10.1007/s11356-016-7276-y.
- [20] H. L. Boudjma, "Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables," *Univ. d'Oran 2*, p. 163, 2016.