

N° d'ordre : .....FS / UMBB / 2023

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique et Populaire  
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
جامعة أمجد بووقرة بومرداس  
Université M'hamed Bougara de Boumerdès



**Faculté des Sciences - Département de Chimie**

**Domaine : Science de la matière**

**Filière : Chimie**

**Spécialité : Chimie des matériaux**

Mémoire de projet de fin d'études en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Présenté et soutenu par

**LAIB Amel**

Juillet 2023

**Thème**

**Elaboration et caractérisation des bioplastiques à base des déchets  
naturels**

M <sup>r</sup> OUAAD Kamel	Maitre de conférences A	FS-UMBB	Présidente
M <sup>me</sup> SEDDIKI Nesrinne	Maitre de conférences A	FS-UMBB	Promotrice
M <sup>me</sup> GUEMMOUR Hind	Maitre de conférences A	FS-UMBB	Examinatrice
Mme BOUTALEB Imene	Maitre de recherche	NAFTAL	Co-promotrice

**Année Universitaire : 2022/2023**

# Remerciement

*Je remercie en premier lieu Allah tout puissant de m' avoir accordé la puissance et la volonté pour achever ce travail.*

*Je tenue à remercier :*

*Mon encadreur madame **NESRINNE SEDDIKI** «Maître de conférence A », Université des Sciences **MHAMED BOUGARA**. Pour son aide précieux qu'elle nous a apportée, sa patience, ses conseils et ses encouragements, Sa vision critique nous a été très précieuse pour la réussite de ce travail de recherche.*

*Mon encadreur madame **BOUTALEB IMENE** « Maître de conférence B » pour sa disponibilité à toute épreuve, pour sa gentillesse et sa patience qui nous a encouragées en permanence pendant la réalisation de ce mémoire.*

*A tous les membres du jury pour leur gentillesse et pour avoir accepté de juger notre travail.*

*A tous les professeurs de l'université **UMBB** qui nous ont accompagnés, motivé, et épaulé pendant tout notre cursus universitaire ainsi que les membres de Jury d' avoir bien accepté d'évaluer ce travail, et nous profitons pour leur exprimer toute nos considérations.*

*A tout le personnel du Laboratoire Central de la Branche Carburants **NAFTAL**.*

# *Dédicace*

*Je dédie ce modeste travail comme un témoignage d'affection de respect et d'admiration :*

## *A mes très chers parents*

*avant tout à ceux qui ont tout le mérite et à qui je dois le plus grand respect, ceux qui m'ont donné l'amour, la compréhension, la tendresse, le courage et la volonté, à la femme dont l'affection, et la grandeur d'âme m'ont permis d'arriver à surmonter tous les obstacles pour pouvoir donner le meilleur de moi-même, à toi ma très chère **MAMAN**.*

*A celui qui a consacré toute son existence pour me chérir et m'épauler devant chaque épreuve difficile, celui qui m'a ouvert l'horizon de la vie, à mon très chère **PERE**.*

## *A mes frères et mes sœurs*

*Qu'ils puissent trouver dans ce modeste mémoire l'expression de mon attachement et de ma profonde reconnaissance.*

## *A toute ma famille et à tous mes ami(e)s*

*Qui ont partagé avec moi les moments les plus durs et les plus beaux de tous mon cursus universitaire,*

*Je présent dans ce travail l'expression de mon profond respect et reconnaissance a vous tous.*

## Liste des tableaux

<b>Tableau I.1:</b> Bioplastiques naturels	<b>07</b>
<b>Tableau I.2:</b> Teneur en amylose et amylopectine des amidons de différentes sources botaniques	<b>10</b>
<b>Tableau I.3 :</b> Degré de polymérisation de l'amylose dans différents amidons	<b>11</b>
<b>Tableau I.4:</b> Degré de polymérisation de l'amylopectine dans différents amidons.	<b>12</b>
<b>Tableau III.1:</b> Composition chimique des épluchures de pomme de terre	<b>36</b>
<b>Tableau III.2 :</b> Le rendement d'amidon	<b>37</b>
<b>Tableau III.3:</b> Rendement de la cellulose extraite	<b>37</b>
<b>Tableau III.4 :</b> Principales bandes d'absorption des spectres ATR des trois biofilms	<b>38</b>
<b>Tableau III.5 :</b> Taux d'humidité des épluchures de pomme de terre.	<b>40</b>
<b>Tableau III.6 :</b> Taux d'absorption d'eau de filme bioplastique.	<b>40</b>
<b>Tableau III.7 :</b> Angle de contact des films bioplastiques	<b>41</b>
<b>Tableau III.8 :</b> Valeurs d'Allongement à la rupture, contrainte à la rupture et module de Young (E) pour les biofilms.	<b>43</b>
<b>Tableau III.9 :</b> Evolution de la dégradation des films bioplastiques et de plastique au sol	<b>44</b>

## Liste des figures

<b>Figure I.1</b> : logo pour la norme NF EN 13432.	<b>05</b>
<b>Figure I.2</b> : sec biodégradable	<b>05</b>
<b>Figure I.3</b> : Classification des bioplastiques.	<b>06</b>
<b>Figure I.4</b> : Amidon.	<b>10</b>
<b>Figure I.5</b> : Structure moléculaire de l'amylose.	<b>11</b>
<b>Figure I.6</b> : Structure moléculaire de l'amylopectine.	<b>11</b>
<b>Figure I.7</b> : Représentation des biopolymères composant la matière lignocellulosique.	<b>12</b>
<b>Figure I.8</b> : Structure de la paroi végétale.	<b>13</b>
<b>Figure I.9</b> . Structure moléculaire de cellulose	<b>13</b>
<b>Figure I.10</b> : Schéma illustratif d'un matériau composite	<b>15</b>
<b>Figure I.11</b> : Types de renfort.	<b>16</b>
<b>Figure I.12</b> : Classification schématique des différents types de composites.	<b>18</b>
<b>Figure I.13</b> Schéma d'un matériau composite	<b>20</b>
<b>Figure I.14</b> : Classification des bio composites	<b>21</b>
<b>Figure II.1</b> : Schéma descriptive du protocole d'extraction d'amidon à partir d'éplucheur de Pomme de terre.	<b>24</b>
<b>Figure II.2</b> : la paille de blé.	<b>25</b>
<b>Figure II.3</b> : Schéma descriptive du protocole d'extraction de cellulose à partir de la paille.	<b>26</b>
<b>Figure II.4</b> : les films bioplastiques obtenus (simple, renforcé par la cellulose).	<b>27</b>
<b>Figure II.5</b> : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FT-IR).	<b>28</b>
<b>Figure II.6</b> : Microscope optique.	<b>29</b>
<b>Figure II.7</b> : image du goniomètre pour mesure angle de contact au CRTSE.	<b>30</b>
<b>Figure II.8</b> : représentation schématique de l'angle de goutte d'un liquide sur une surface Solide.	<b>31</b>
<b>Figure II.9</b> : Le comportement d'un matériau soumis à une contrainte mécanique.	<b>32</b>
<b>Figure II.10</b> : Machine de traction Zwick/Roell Z10	<b>33</b>
<b>Figure II.11</b> : la dégradation au sol d'un plastique et bioplastique	<b>34</b>
<b>Figure II.12</b> : Essai de la dégradation dans l'eau salée.	<b>35</b>
<b>Figure III.1</b> : Spectre ATR des films bioplastiques à base d'amidon de pomme de terre.	<b>38</b>

<b>Figure III. 2 :</b> Image microscope optique desfilms bioplastiques ( $\times 200$ ) : (a) : film d'amidon pure, (b) film Amidon/cellulose.	<b>39</b>
<b>Figure III.3 :</b> Image de la pénétration la goutte d'eau dans le film d'amidon.	42
<b>Figure III.4:</b> Image de la pénétration la goutte d'eau dans le film (amidon/cellulose)	<b>42</b>
<b>Figure III.5 :</b> Graphe de l'essai de traction des biofilms.	<b>43</b>
<b>Figure III.6 :</b> Comparaison entre les bio-films élaborés et sac en plastique.	<b>44</b>
<b>Figure III.7 :</b> Dégradation de film bioplastique et de plastique dans l'eau salée.	<b>45</b>

# Sommaire

<i>Remerciement</i> .....	
<i>Dédicace</i> .....	
<i>Liste des tableaux</i> .....	
<i>Liste des figures</i> .....	
<i>Sommaire</i> .....	
<i>Liste des abréviations</i> .....	
<b>INTRODUCTION GENERALE</b> :.....	<b>1</b>
<b>Chapitre I : Revue Bibliographique</b> .....	<b>3</b>
<b>INTRODUCTION</b> .....	<b>3</b>
<b>I. LES BIOPLASTIQUES</b> .....	<b>3</b>
<i>I.1. Définition des bioplastiques</i> :.....	<i>3</i>
<i>I.2. Historique de bioplastique</i> .....	<i>3</i>
<i>I.3. Caractéristiques de bioplastique</i> .....	<i>4</i>
<i>I.3.1. Biosourcés</i> .....	<i>4</i>
<i>I.3.2. Biodégradables</i> .....	<i>4</i>
<i>I.3.3. Compostables</i> .....	<i>5</i>
<i>I.4. Composition de bioplastique</i> .....	<i>5</i>
<i>I.5. Classification des bioplastiques</i> .....	<i>6</i>
<i>I.5.1. Les bioplastiques naturels issus directement de la biomasse</i> :.....	<i>6</i>
<i>I.5.2. Bioplastiques issus des microorganismes par fermentation microbienne</i> :.....	<i>7</i>
<i>I.5.3. Bioplastiques obtenus par synthèse de monomères renouvelables</i> :.....	<i>7</i>
<i>I.5.4. Bioplastiques pétrochimiques biodégradables</i> .....	<i>7</i>
<i>I.6. Utilisation de bioplastique</i> .....	<i>8</i>
<i>I.7. Plastique à basse d'amidon</i> .....	<i>8</i>
<i>I.8. Les polysaccharides</i> .....	<i>8</i>
<i>I.8.1. Classification des polysaccharides</i> .....	<i>8</i>
<i>I.8.2. Types des polysaccharides</i> .....	<i>9</i>
<i>I.8.2.1 Amidon</i> .....	<i>9</i>
<b>II- GENERALITES SUR LES COMPOSITES</b> .....	<b>14</b>
<i>II.1. Définition</i> :.....	<i>14</i>
<i>II.2. La matrice</i> .....	<i>15</i>
<i>II.3. Le renfort</i> .....	<i>15</i>
<i>II.4. Charges et additifs</i> .....	<i>16</i>
<i>II.5. Type de matériaux composites</i> .....	<i>16</i>
<i>II.5.1. Composites à grande diffusion</i> .....	<i>16</i>
<i>II.5.2. Composites hautes performances</i> .....	<i>17</i>
<i>II.6. Caractéristiques des matériaux composites</i> .....	<i>17</i>
<i>II.7. Domaines d'application</i> .....	<i>17</i>
<i>II.8. Classification des composites</i> .....	<i>18</i>
<i>II.8.1. Selon la géométrie</i> .....	<i>18</i>
<i>II.8.2. Selon la nature des constituants</i> .....	<i>20</i>
<i>II.9. Les Bio-composites</i> .....	<i>20</i>
<i>II.10. Applications</i> :.....	<i>21</i>
<i>II.11. Avantages et inconvénients des composites</i> .....	<i>22</i>
<b>Chapitre II : Matériels et Méthodes</b> .....	<b>23</b>

<i>I. INTRODUCTION</i> .....	23
<i>II. MATERIELS ET REACTIFS :</i> .....	23
<i>II.1. Choix de la matière première :</i> .....	23
<i>II.1.1. Extraction de l'amidon</i> .....	23
<i>II.1.2.Extraction de la cellulose</i> .....	25
<i>II.2.Elaboration des films bioplastiques</i> .....	26
<i>II.2.1.Film Bioplastique à base d'amidon</i> .....	26
<i>II.2.2.Film bioplastique renforcé par la cellulose</i> .....	26
<i>III.METHODES DE CARACTERISATION :</i> .....	27
<i>III.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformer de Fourier (FTIR)</i> .....	27
<i>III.2. Microscope optique :</i> .....	28
<i>III.3.Taux d'humidité</i> .....	29
<i>III.4. Absorption d'eau</i> .....	29
<i>III.5. Angle de contact :</i> .....	29
<i>III.6. Propriétés mécanique (essai de traction)</i> .....	31
<i>III.7. Etude de biodégradabilité</i> .....	33
<i>III.7.1.Etude de la dégradation au sol :</i> .....	34
<i>III.7.2.Etude de la dégradation dans l'eau salée</i> .....	35
<b>Chapitre III : Résultats et Discussion</b> .....	36
<i>INTRODUCTION</i> .....	36
<i>I.RESULTAS ET DISCUSSIONS</i> .....	36
<i>I.1.Compositions chimiques</i> .....	36
<i>I.2. Calcul de rendement</i> .....	36
<i>I.2.1. Rendement en Amidon</i> .....	36
<i>I.2.2. Rendement de la cellulose</i> .....	37
<i>III.3.Spectroscopie infrarouge en mode ATR</i> .....	37
<i>III.4.Microscope optique</i> .....	39
<i>III.5.Taux d'humidité</i> .....	40
<i>III.6.Absorbation d'eau</i> .....	40
<i>III.7. Angle de contact</i> .....	41
<i>III.8.Test mécanique (Essai de traction)</i> .....	42
<i>III.9.Etude de biodégradabilité :</i> .....	44
<i>III.9.1.Dégradation dans le sol</i> .....	44
<i>III.9.2. Dégradation dans l'eau salée</i> .....	45
<i>CONCLUSION GENERALE</i> .....	46
<i>Référence Bibliographique</i> .....	48
<i>Résumé</i> .....	54

## Liste des abréviations

**ASTM** : International, anciennement American Society for Testing and Materials.

**DGCCRF** : Direction générale de la concurrence, de la consommation et de la répression des Fraudes.

**PLA** : Polymères d'acides lactiques

**PHA** : Polyhydroxy alcanates

**PHA** : polyhydroxyalcanates

**PHB** : polyhydroxybutyrate

**C<sub>3</sub>** : trois carbones

**C<sub>6</sub>** : six carbones

**DP** : degré de polymérisation

**3D** : trois dimension

**ATR** : Infrarouge en mode Réflexion Totale Atténuée

**MOP** : Microscope optique

**R** : Rendement

**H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** : Acide sulfurique

**NaOH** : hydroxyde de sodium

**FT-IR** : Spectroscopie Infrarouge à Transformer de Fourier

**CO<sub>2</sub>** : dioxyde de carbone

# *Introduction Générale*

---

### **INTRODUCTION GENERALE :**

Dans notre époque le plastique est devenu l'un des produits de base indispensables et difficiles à substituer, il contribue à améliorer notre qualité de vie moderne. Leur utilisation dans l'industrie ne cesse d'augmenter en raison de leurs nombreuses propriétés et avantages, tels que le faible coût de production, la durabilité, la polyvalence, la résistance à la corrosion et la légèreté, ainsi que une isolation thermique et électrique hautement performante. [1]

Malheureusement, la nature paie un lourd tribut car les polymères dérivés de matières fossiles prennent plus de quatre siècles pour se dégrader à cause de leur problème d'élimination, ce qui a entraîné d'importants problèmes environnementaux, notamment la pollution des océans, la dégradation des écosystèmes terrestres, la destruction de la faune et de la flore, etc.

Faire face à cette constatation alarmante, des initiatives de développement durable ont été mises en place en vue de promouvoir l'utilisation de matériaux biodégradables issus de sources renouvelables. La chimie verte joue un rôle clé dans cette transition. Les polymères d'origine fossile sont remplacés progressivement par des matériaux respectueux de l'environnement, notamment des biopolymères fabriqués à partir de résidus agricoles, tels que les épluchures de pommes de terre et de matières lignocellulosiques tel que la paille. L'amidon contenu dans ces biomasses constitue un élément essentiel pour la synthèse des biopolymères. De plus, l'hydrolyse chimique de la paille permet d'obtenir des fibres de cellulose qui renforcent les propriétés des biopolymères. Par conséquent, ces matières premières offrent une voie intéressante pour la production de matériaux biodégradables capables de remplacer les plastiques traditionnels en termes de fiabilité et de performance.

Dans notre mémoire de fin d'études, nous avons opté pour l'élaboration de biopolymères renforcés par la cellulose à partir d'épluchures de pommes de terre et de paille. Ces deux matières premières ont été choisies en raison de leur abondance et de leur potentiel en tant que sources renouvelables.

Notre mémoire débutera par une étude bibliographique couvrant différents concepts théoriques pour une meilleure compréhension de notre travail. Cela inclura des informations sur les bioplastique, la classification des bioplastiques, ainsi que des notions générales sur les polysaccharides et les composites et nous terminerons par les avantages et les inconvénients.

Ensuite, nous présenterons dans le chapitre II la méthodologie utilisée, les protocoles expérimentaux ainsi que l'équipement mis en œuvre pour l'élaboration de nos bioplastiques. Nous présenterons également les analyses réalisées pour caractériser ces matériaux.

Le dernier chapitre de mémoire sera consacré à la présentation et à l'interprétation des résultats obtenus.

Enfin, nous concluons par des perspectives en vue de futures recherches dans ce domaine.

## *Chapitre I : Revue Bibliographique*

---

---

**Chapitre I : Revue Bibliographique****INTRODUCTION**

Ce chapitre offre une vue d'ensemble complète des bioplastiques et aborde différents concepts clés tels que les différents types de bioplastiques, leurs propriétés et leur impact sur l'environnement et sur les composites et leur importance pour fabriquer un matériau dur. Il présente également des informations générales sur l'amidon et la cellulose, qui sont souvent utilisés comme matières premières dans la production de bioplastiques. Ces matériaux renouvelables offrent une alternative plus durable aux plastiques dérivés du pétrole, contribuant ainsi à la réduction de la pollution environnementale.

**I. LES BIOPLASTIQUES****I.1. Définition des bioplastiques :**

Les bioplastiques peuvent être définis comme s matériaux qui sont biosourcés et/ou biodégradables. [2]

Les bioplastiques sont des nouveaux matériaux, d'un grand intérêt du 21ème siècle, leurs productions et leurs consommations sont en développement à travers le monde. Ces matériaux nécessitent d'être soigneusement évalués pour la gestion des déchets et la durabilité. Généralement, les « bioplastiques » sont fabriqués à partir de ressources renouvelables telles que le maïs, les sucres, les pommes de terre, etc.

Il convient de rappeler que les plastiques biosourcés ne sont pas toujours biodégradables, et les plastiques biodégradables ne sont pas toujours biosourcés. [3]

**I.2. Historique de bioplastique**

A la fin des années 80, avec l'émergence de la notion de développement durable, les questions de la gestion des déchets, et plus particulièrement du recyclage, deviennent prégnantes. On assiste alors à l'émergence de la notion de cycle de vie d'un produit et de l'éco conception et dans ce contexte, s'amorce le développement des bioplastiques. L'examen de l'utilisation du terme bioplastique au cours des dernières années permet de constater que son emploi n'est pas uniforme, l'emploi du terme dans des ouvrages scientifiques réfère parfois aux polymères biodégradables et à certains moments, il réfère plutôt aux polymères biodégradables et biosourcés. [4]

Le SBC est une organisation américaine qui promeut l'utilisation des produits biosourcés, définit par ailleurs les bioplastiques comme étant des plastiques dérivés à 100 % de carbone provenant

de l'agriculture, des forêts ou d'autres sources renouvelables. Très utilisé, le terme «bioplastique» peut prêter à confusion car il désigne des matériaux de nature et de propriétés différentes. [5]

Le préfixe « bio » peut en effet faire référence soit à l'origine biologique du plastique soit à sa fin de vie.

### **I.3. Caractéristiques de bioplastique**

#### ***I.3.1. Biosourcés***

Les bioplastiques sont des matériaux biosourcés, c'est-à-dire qu'ils sont fabriqués, en partie ou en totalité, à partir de matières végétales telles que le blé, le maïs ou la pomme de terre. Au minimum, ils contiennent 40% de matière d'origine végétale. Ils présentent l'avantage d'être issus de matières premières qui se renouvellent chaque année au rythme des récoltes.

En 2012, l'industrie mondiale des bioplastiques a mobilisé près de 150000 tonnes de pommes de terre et de céréales soit moins de 0,02 % de la production agricole mondiale. [6]

#### ***I.3.2. Biodégradables***

Les bioplastiques ont la propriété d'être biodégradables car ils peuvent au contact de microorganismes, être décomposés naturellement en matière organique et en eau dans des conditions de température, d'humidité et d'oxygénation adéquates. Cette biodégradabilité permet aux bioplastiques d'intégrer la filière de valorisation organique des déchets. Les trois facteurs qui contribuent à la biodégradabilité : La température, l'humidité et la présence d'oxygène. [7]

Il y a plusieurs mécanismes de dégradation, mais les bioplastiques biodégradables se dégradent généralement en deux phases :

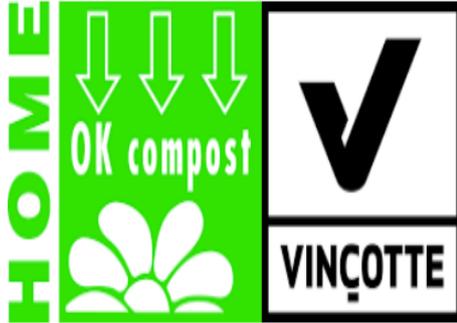
- La dégradation primaire où les chaînes moléculaires se scindent en plus petits fragments par hydrolyse ou oxydation.
- La biodégradation ultime ou l'assimilation par les microorganismes [8].

#### ***- Norme de la biodégradabilité***

La biodégradabilité est une propriété normée selon la norme ASTM D6400 « Se dit d'un plastique dégradable dont la dégradation résulte de l'action de microorganismes naturellement présents dans le milieu tels que les bactéries, les mycètes ou les algues ». [9]

Tous les bioplastiques sont conformes à la norme NF EN 13432 : 2000. Ils sont facilement identifiables par le label OK compost qui atteste de leur biodégradabilité de 90% en 6 mois au maximum (**Figure I.1**).

L'allégation « biodégradable » est définie par le guide pratique des allégations environnementales et est susceptible d'être contrôlée par la DGCCRF. Norme NF U 52-001 (agriculture).



*Figure I.1 : logo pour la norme NF EN 13432.*

*Figure I.2 : sac biodégradable.*

### ***1.3.3. Compostables***

La compostabilité des plastiques est aussi définie par des standards. Selon la norme (harmonisée EN 13432 : 2000), un plastique compostable est un plastique qui subit une dégradation par un processus biologique pendant le compostage, produisant du CO<sub>2</sub>, de l'eau, des composés inorganiques et de la biomasse. Elle ne génère aucun résidu toxique, visible ou reconnaissable. [10]

### **I.4. Composition de bioplastique**

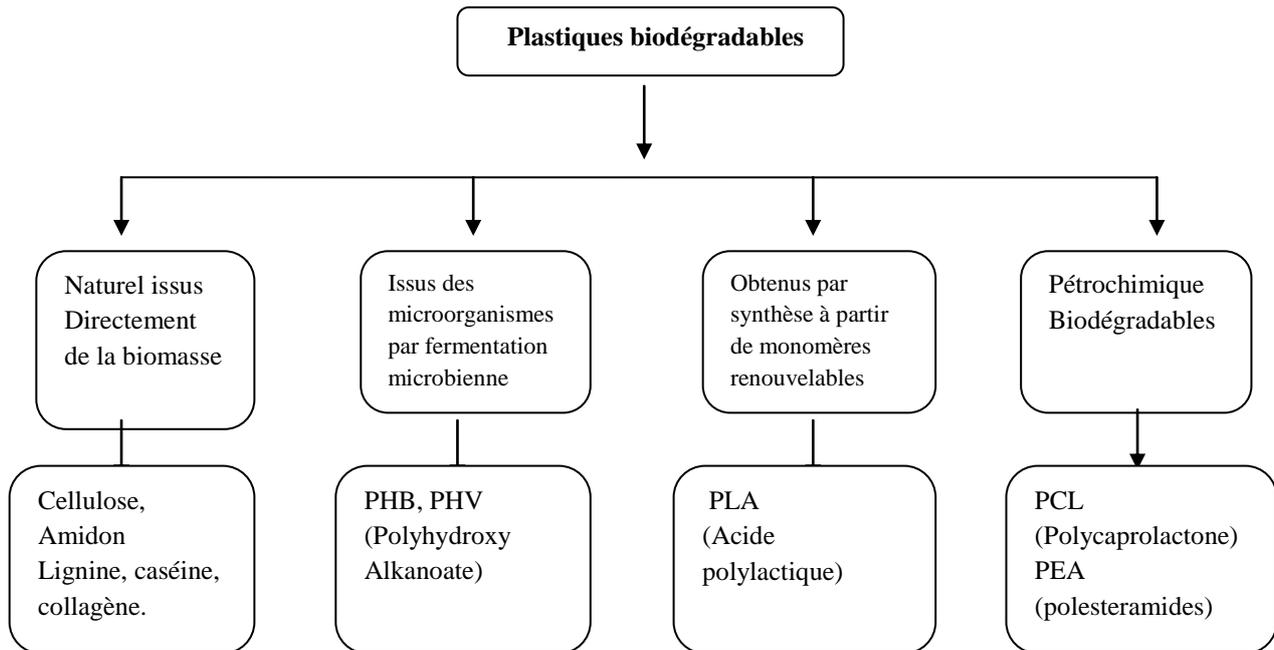
La composition des bioplastiques dépend des matières premières utilisées et des techniques de production employées. Néanmoins, en général, les bioplastiques sont constitués d'un mélange de polymères naturels tels que l'amidon, la cellulose, les protéines et les acides gras, et de polymères synthétiques [11].

En outre, il est possible de produire des bioplastiques à partir de matières premières non alimentaires telles que les déchets agricoles, les algues et les déchets de bois, réduisant ainsi la concurrence pour les terres arables et les ressources alimentaires.

Il est important de souligner que bien que les bioplastiques soient fabriqués à partir de sources renouvelables et soient biodégradables, ils ne sont pas toujours compostables à 100 % et peuvent nécessiter des conditions spécifiques pour se décomposer complètement. [12]

### I.5. Classification des bioplastiques

Les bioplastiques peuvent être catégorisés selon plusieurs méthodes. Ils peuvent entre autres être classifiés selon leurs compositions chimiques, leurs méthodes de synthèse, leurs procédés de fabrication, leurs importances économiques ou leurs applications [8]. Une classification selon l'origine des ressources (renouvelables ou non renouvelables) et la gestion en fin de (biodégradable ou non biodégradable). [13]



*Figure I.3 : Classification des bioplastiques.*

#### *I.5.1. Les bioplastiques naturels issus directement de la biomasse :*

Les bioplastiques naturels issus directement de la biomasse constituent les parois cellulaires des végétaux comme la cellulose et la lignine. On peut citer le cas de l'amidon. Ces polymères sont extraits directement à partir des plantes.

Des monomères simples peuvent être également obtenus à partir des plantes après transformations chimiques et/ou enzymatiques par polymérisation de ces monomères. Les différentes classes de polymères issus des plantes sont présentées dans le (tableau I.1). [14]

Tableau I.1: Bioplastiques naturels [14]

Polysaccharides (plantes/algues)	Polysaccharides (D'origine bactérienne)	Protéines	Polyphénols	Polyesters	Autres Polymères
amidon, cellulose, pectine, alginate, carraghénane, gomme	chitine, chitosan, levane, xanthane, polygalactosamine, curdlan, gellane, dextrane	Zéine Gluten Polyacides amines	Lignines Tannins Acides Humiques	Polymères d'acides lactiques (PLA), Polyhydroxy alcanoates (PHA)	Polymères synthétisés à partir d'huile (nylon), Polyisoprènes caoutchouc

### ***1.5.2. Bioplastiques issus des microorganismes par fermentation microbienne :***

Ce groupe de bioplastiques est constitué de la famille des polyhydroxyalcanoates (PHA), dont le polyhydroxybutyrate (PHB) et le polyhydroxybutyrate-valérate (PHBV) qui sont les plus communs [15]. Ces polyesters se sont avérés du mécanisme de survie de certains microorganismes qui les conservent et les accumulent comme source d'énergie et de carbone [16].

### ***1.5.3. Bioplastiques obtenus par synthèse de monomères renouvelables :***

Ces biopolymères sont transformés par synthèse chimique à partir de substances issues de matières premières agricoles. On les appelle également biopolyesters car ils ont de nombreuses caractéristiques communes avec les polyesters courants. Le principal groupe de biopolyesters inclut les polylactides (PLA), produits par synthèse chimique de l'acide lactique qui est extrait des produits agricoles ou bien de déchets de l'industrie alimentaire [17].

### ***1.5.4. Bioplastiques pétrochimiques biodégradables***

De nombreux bioplastiques biodégradables peuvent être obtenus à partir de ressources fossiles. Les premiers développements de ces matériaux datent du début des années 70, il s'agissait de développer des polymères combinant les bonnes propriétés d'usages des polymères conventionnels et la propriété d'être dégradée par les microorganismes [18].

### **I.6. Utilisation de bioplastique**

Les bioplastiques restent encore peu utilisés, représentant seulement 1 à 2 % du plastique total. Ils sont employés dans divers secteurs tels que l'emballage, l'automobile, l'électronique, la biomédecine, les textiles, la construction, l'agriculture et horticulture. Ces matériaux offrent des avantages écologiques, notamment dans la réduction des déchets plastiques et la durabilité des produits. Cependant, leur utilisation présente des défis, notamment en termes de dégradation et d'impact environnemental lié à leur production [19-20].

### **I.7. Plastique à basse d'amidon**

Une classe importante de matières plastiques est représentée par des matières plastiques à base d'amidon. À partir du début des années 1990, les développements de recherche et de technologie ont permis de compléter des polymères naturels comme l'amidon (de maïs, pommes de terre, etc.) avec des macromolécules biodégradables afin d'obtenir des matériaux innovants thermoplastiques et biodégradables à l'échelle industrielle [14].

### **I.8. Les polysaccharides**

Les polysaccharides qui sont appelés les polyosides ou les glucanes sont de longues chaînes polymères de monosaccharides liées entre eux par des liaisons glycosidiques pour avoir la configuration  $\alpha$  ou  $\beta$ , et sans taille moléculaire définie. Ces chaînes peuvent être linéaires ou ramifiées. Ils sont composés de plus de dix polysaccharides pouvant compter plusieurs milliers d'unités et avoir des poids moléculaires considérables [21-24].

Les polysaccharides sont présents dans la plupart des organismes vivants, ils se trouvent dans les algues, les animaux et principalement dans les végétaux. Ils sont divisés selon leurs fonctions en deux groupes : les polysaccharides homogènes et les polysaccharides hétérogènes. [24-26]

#### ***1.8.1. Classification des polysaccharides***

- **Les homopolysaccharides**

Les glucosanes (amidon, cellulose), ce sont des polysaccharides homogènes les plus importants, qui sont composés exclusivement d'enchaînement de molécules de glucose, et ils représentent les sucres de réserve et de structure, sont constitués aussi d'un seul type de monosaccharides [23, 25 - 28].

- **Les hétéropolysaccharides**

Les hétéropolysaccharides sont généralement formés que de quelques types de monosaccharides qui alternent selon une séquence répétitive. Ces hétéroglycane renferment deux groupes différents sont : les polysaccharides neutres et polysaccharides acides. [27]

- **Les hétéropolysaccharides neutres**

Les hétéropolysaccharides neutres sont fréquemment rencontrés dans les graines, les racines et le bois des végétaux supérieurs [29]. Parmi ces molécules on cite notamment les arabinoglucanes dont la chaîne principale est formée d' $\alpha$  (1-4) D-glucose ramifiée en C<sub>3</sub> ou C<sub>6</sub>, qui est semblable à la structure de l'amidon [30].

- **Les hétéropolysaccharides acides**

Les hétéropolysaccharides acides sont des structures complexe et ramifiée contenant du : D-galactose, L-arabinose, les acides pectiques, et l'hémicellulose [29]. Cette dernière représente une chaîne constituée des unités D-xylopyranose reliées par des liaisons  $\beta$  (1-4) avec des branchements contenant l'acide uronique et par fois l'arabinose [25-29].

### *1.8.2 Types des polysaccharides*

#### *1.8.2.1 Amidon*

L'amidon est un polysaccharide d'origine végétale composé d'unités glucose C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>, il est l'un des meilleurs polymères biodégradables. C'est une substance glucidique de réserve des plantes supérieures. L'amidon représente une fraction pondérale importante des matières premières agricoles (**Figure I.4**).

L'amidon est également utilisé dans de nombreux secteurs industriels non-alimentaires : la production papetière, l'industrie pharmaceutique, cosmétique, textile...etc. Il est devenu également ces dernières années une matière première intéressante pour la production de matières plastiques bio basées et biodégradables [31].



*Figure I.4 : Amidon.*

- **Composition et structure moléculaire des amidons**

L'amidon est composé principalement de l'amylose, polymère linéaire (non branché) et L'amylopectine polymère fortement branché. L'amylopectine est le constituant principal de la plupart des amidons. [32] Généralement, l'amidon contient 20-25% d'amylose et 75-80% d'amylopectine. La teneur en chacun des constituants est différente suivant l'origine de l'amidon (**Tableau I.2**).

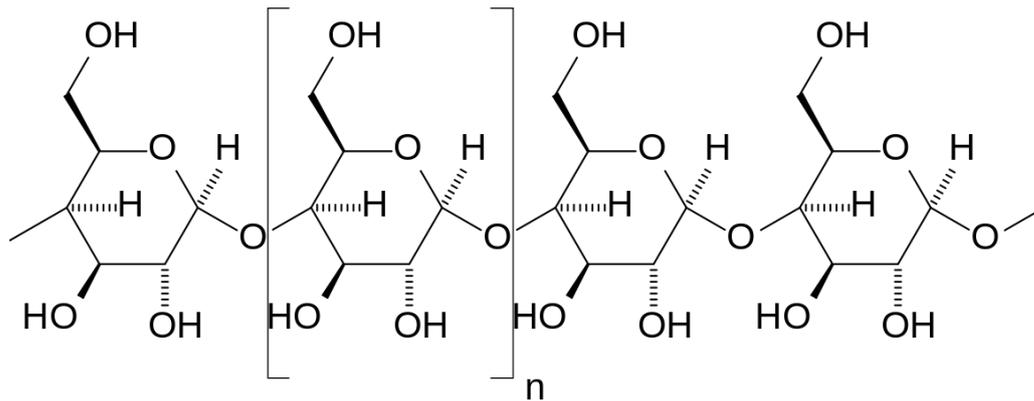
**Tableau I.2:**Teneur en amylose et amylopectine des amidons de différentes sources botaniques. [33]

Source botanique	Amylose (%)	Amylopectine (%)
Mais	28	72
Pomme de terre	21	79
Blé	28	72
Riz	17	83
Pois	35	65

Ces valeurs extrêmes sont obtenues pour des génotypes mutés, alors que la teneur en amylose des espèces sauvages telles que la pomme de terre, le blé et le pois lisse varie entre 18 et 35 %. L'amidon est constitué d'entités granulaires semi-cristallines qui résultent d'une organisation de ses deux constituants [33].

**a) Amylose**

L'amylose est un polymère linéaire constitué de résidus D –glucopyranose liés par des liaisons  $\alpha$ -1,4 (liaison avec l'oxygène glucosidique en position axial) (**Figure I.5**). Il constitue généralement 20 à 30% de l'amidon et sa masse moléculaire est 106 g/mol. [32]



**Figure I.5:** Structure moléculaire de l'amylose.

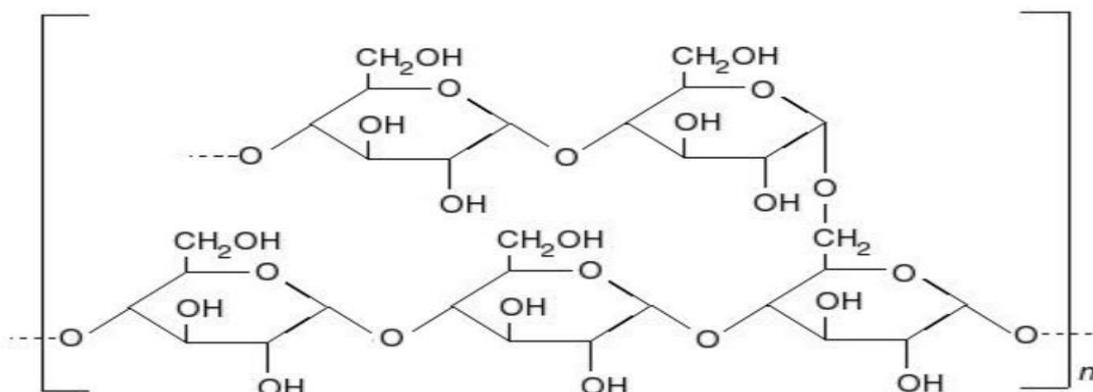
L'amylose native présente des degrés de polymérisation entre 500 et 6000 qui varient selon l'origine botanique de la molécule sont repris au **Tableau I.3** [34].

**Tableau I.3 :** Degré de polymérisation de l'amylose dans différents amidons. [34]

Céréale ou tubercule	Amylose
Riz	1100
Maïs	990
Pomme de terre	4920
Blé	1180

#### b) Amylopectine :

L'amylopectine est un polymère fortement branché constitué de résidus Dglucopyranose liés par des liaisons  $\alpha$ . Les liaisons glucosidiques sont 1,4 sauf aux points de branchement où elles sont 1,6 (**Figure I.6**). 5 à 6 % des liaisons glucosidiques sont  $\alpha$  1,6 [32].



**Figure I.6:** Structure moléculaire de l'amylopectine.

Les masses moléculaires se situent entre 107 et 108 g/mol. Les degrés de polymérisation (DP) de l'amylopectine pour certains amidons sont repris au **Tableau I.4** [34]

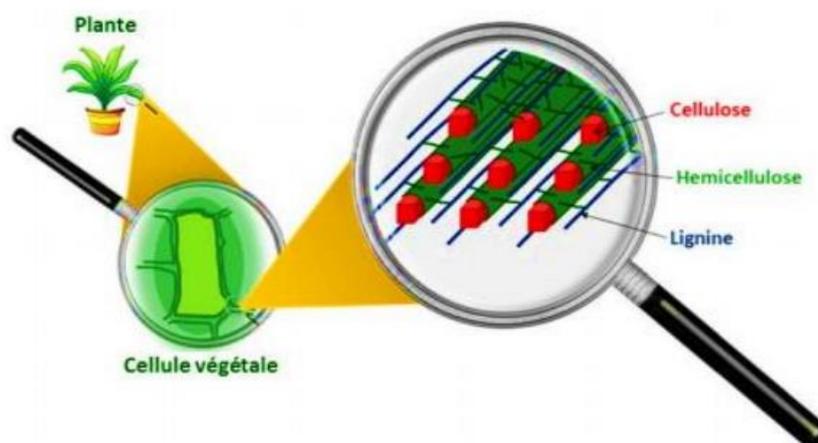
**Tableau I.4:** Degré de polymérisation de l'amylopectine dans différents amidons. [34]

Céréale ou tubercule	Amylopectine
Riz	13000
Maïs	7200
Pomme de terre	9800
Blé	0

### *I.8.2.2 La matière lignocellulosique*

La biomasse lignocellulosique offre un grand potentiel d'utilisation en tant que matière première renouvelable en abondance et facilement disponible sur notre planète pour la production de molécules d'intérêt de carburants et de matériaux. [35]

Composée de trois principaux biopolymères entremêlés (cellulose, hémicellulose et lignine) et formant une structure tridimensionnelle complexe et très résistante, la matière lignocellulosique est le constituant principal de la paroi cellulaire des plantes et de certaines algues [36] et d'après (**Figure I.7**) montre que la structure de cellule végétale.

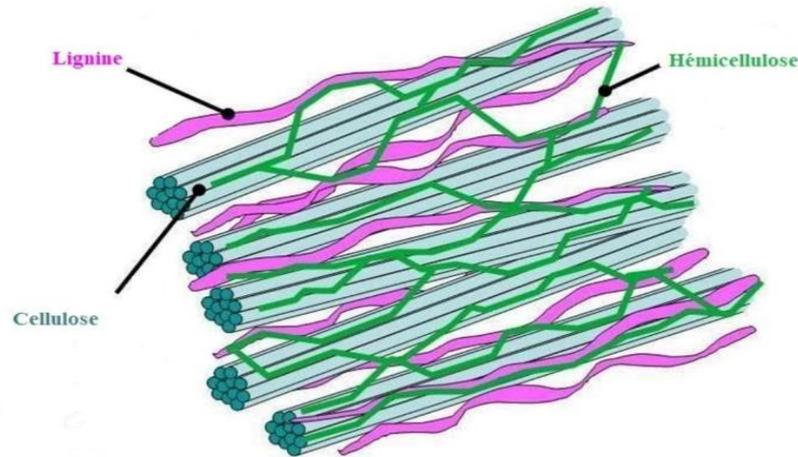


**Figure I.7 :** Représentation des biopolymères composant la matière lignocellulosique. [37]

Les ressources de biomasse lignocellulosique proviennent des résidus agricoles et forestiers ou des sous-produits de transformation du bois et des cultures (plantes ligneuses ou plantes herbacées) qui présente dans la figure I.8 de la structure de paroi végétale. La majeure partie de

la biomasse lignocellulosique contient de 30 à 50% cellulose, 25 à 45% d'hémicellulose et 10 à 25% de lignine [38].

Selon sa composition, la biomasse lignocellulosique peut être convertie en produits à valeur ajoutée, idéalement avec des propriétés similaires ou améliorées par rapport aux produits issus du pétrole [39].



*Figure I.8 : Structure de la paroi végétale.*

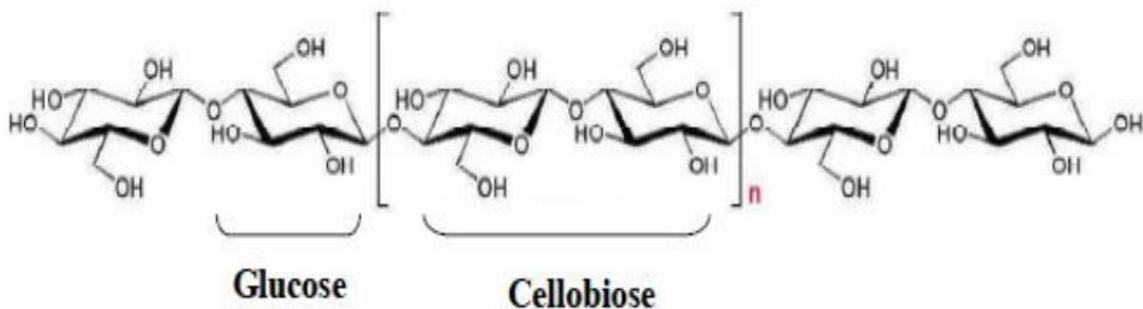
- **Structure et composition de la lignocellulosique**

- a) **Cellulose**

La cellulose est le composé majeur des parois végétales (40% en moyenne) et constitue le biopolymère le plus abondant sur terre [40 - 41]. Le rôle de la cellulose est essentiellement structural en assurant une partie de la rigidité de la plante et en contribuant à la taille et à la forme des végétaux [42].

- **Structure de la cellulose**

La cellulose est un homopolymère insoluble relativement stable, composé d'unités glucose (D-glucopyranose) liées par des liaisons  $\beta$ , 1-4 [43]. Le cellobiose est l'unité structurale de base de la cellulose montrée dans la **figure I.9** [44].



*Figure I.9. Structure moléculaire de cellulose [45]*

**b) Hémicelluloses**

Les hémicelluloses ont un rôle structural dans la flexibilité et la plasticité des parois cellulaires. Leurs concentrations varient de 15 à 40% de la matière sèche chez les graminées et de 8 à 15% chez les légumineuses. [42]

**c) Lignine**

La lignine est le constituant le plus abondant dans la biomasse végétale. Il a une nature aromatique et amorphe et sa structure présente dans la figure 5, varie selon l'espèce végétale dont il est issu [46].

**d) La Nanocellulose**

La nanocellulose est une nanostructure de cellulose. Elle existe sous trois formes :

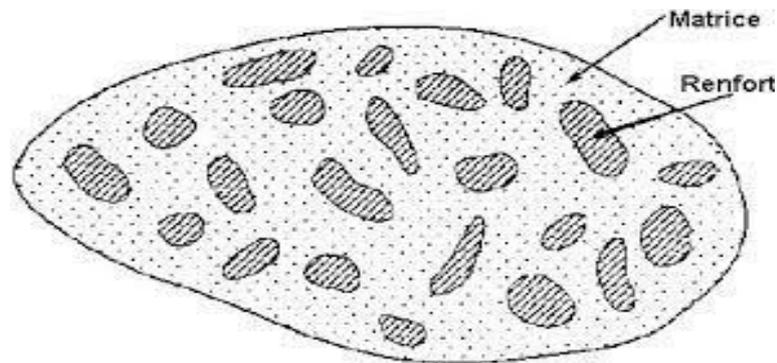
- nanofibre de cellulose ou nanofibrilles de cellulose ou cellulose nano-fibrillé (NFC / CNF) aussi appelée cellulose micro-fibrillé ou micro fibrille de cellulose (CMF / MFC), obtenue par traitement mécanique ;
- nanocellulose cristalline ou nanocristaux de cellulose (NCC) aussi appelée cellulose nanocristalline (CNC) et encore nanocellulosewhiskers ou nanowhiskers de cellulose (CNW / NCW), produite par procédé chimique ;
- nanocellulose bactérienne (BNC), synthétisée par des bactéries. [47]

**II- GENERALITES SUR LES COMPOSITES****II.1.Définition :**

Un matériau composite peut être défini comme l'assemblage de plusieurs matériaux de natures différentes. Les composites sont le plus souvent constitués d'une matrice dans laquelle nous dispersons de façon contrôlée ou non des renforts (fibres). La matrice maintient les renforts et assure les transferts de charge, tandis que les renforts apportent principalement leurs caractéristiques mécaniques élevées (modules et limites d'élasticité, résistance mécanique...) [48].

Cette association a pour but d'obtenir un matériau dont les propriétés spécifiques sont supérieures à celles des composants pris séparément. Le concept de matériau composite, par le choix des constituants et de leurs proportions respectives, ainsi que par le choix de la forme, des

dimensions et de la disposition des renforts, permet donc de concevoir un matériau présentant les caractéristiques spécifiques recherchées.



*Figure I.10 : Schéma illustratif d'un matériau composite [48].*

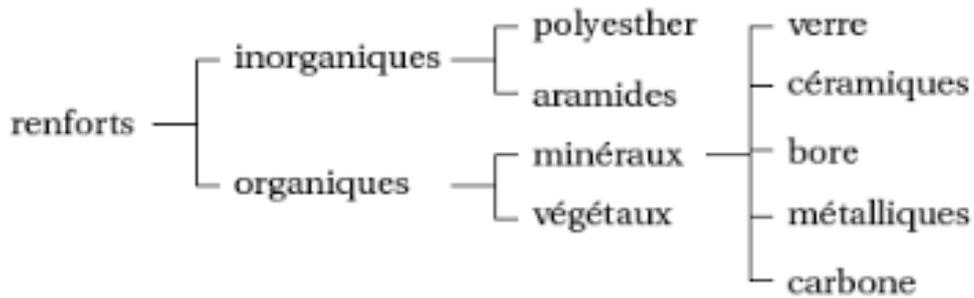
## II.2. La matrice

Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère. Les résines polymères existent en grand nombre et chacune à un domaine particulier d'utilisation [49]. Les matrices ont essentiellement pour rôle de transférer les contraintes apportées sur le matériau aux fibres, de les protéger contre les agressions extérieures et donnent la forme du matériau. Elles doivent être en outre assez déformables et présenter une certaine compatibilité avec le renfort pour pouvoir apporter aux matériaux composites des propriétés mécaniques assez élevées.

## II.3. Le renfort

Souvent sous forme de fibres, le but des renforts dans les matériaux composites est essentiellement d'accroître leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.) et d'améliorer des propriétés physiques, tels les comportements au feu et à l'abrasion, la tenue en température ou les propriétés électriques. Les caractéristiques recherchées dans les renforts sont une masse volumique faible, une compatibilité avec les matrices et une facilité de mise en œuvre [50].

Les renforts constitués de fibres se présentent sous les formes suivantes : linéique (fils, mèches), tissus surfaciques (tissus, mats), multidirectionnelle (tresse, tissus complexes, tissage tri-directionnel) [51]. La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la **figure I.11**.



*Figure I.11 : Types de renfort.*

#### **II.4.Charges et additifs**

Les charges, généralement sous forme d'éléments fragmentaires, de poudres ou liquides, pour renforcer les propriétés mécaniques. Elles peuvent être minérales, organiques (végétales ou synthétiques) ou métalliques, et s'utilisent en générale de la même façon que dans les plastiques "traditionnels".

Des charges non renforçantes peuvent être également utilisées pour diminuer le coût des matrices. Des additifs, de type colorant ou agent de démoulage sont largement utilisés lors de la conception des structures constituées de matériaux composites [51].

#### **II.5.Type de matériaux composites**

Selon leur taux d'utilisation, les composites sont classés en deux grandes classes: les composites à grande diffusion et les composites hautes performances [52].

##### **II.5.1.Composites à grande diffusion**

Ils occupent une portion de 95% des composites utilisés. Ce sont en général des plastiques armés ou des plastiques renforcés, le taux de renfort est de 30%. Dans 90% des cas, l'anisotropie n'est pas maîtrisée car les renforts sont des fibres courtes. Les principaux constituants de bases sont les résines polyesters avec des fibres de verre. Dans ce cas le renfort et la matrice sont à des coûts voisins [52].

### **II.5.2. Composites hautes performances**

Ils sont principalement utilisés dans l'aéronautique et sont d'un coût élevé. Les renforts sont plutôt des fibres longues. Le taux de renfort est supérieur à 50%, et ce sont les renforts qui influent sur le coût. Les propriétés mécaniques (résistance mécanique et rigidité) sont largement supérieures à celles des métaux, contrairement aux composites à grande diffusion [52].

### **II.6. Caractéristiques des matériaux composites**

Les propriétés des matériaux composites dépendent de beaucoup de facteurs et sont différentes selon les divers types de matériaux composites. Ces propriétés résultent :

- des propriétés, de la nature et de la quantité des matériaux constitutifs.
- des constituants, de la géométrie et de la distribution du renfort
- de leurs interactions, de la nature de l'interface matrice-renfort, etc.

Les principales caractéristiques des pièces fabriquées en matériaux composites sont :

- le gain de masse,
- la bonne tenue en fatigue (durée de vie augmentée),
- l'absence de corrosion,
- l'absence de plasticité (leur limite élastique correspond à la limite de rupture)
- le vieillissement sous l'action de l'humidité et de la chaleur,
- tenue aux impacts et aux chocs très moyenne,
- très forte anisotropie [52].

### **II.7. Domaines d'application**

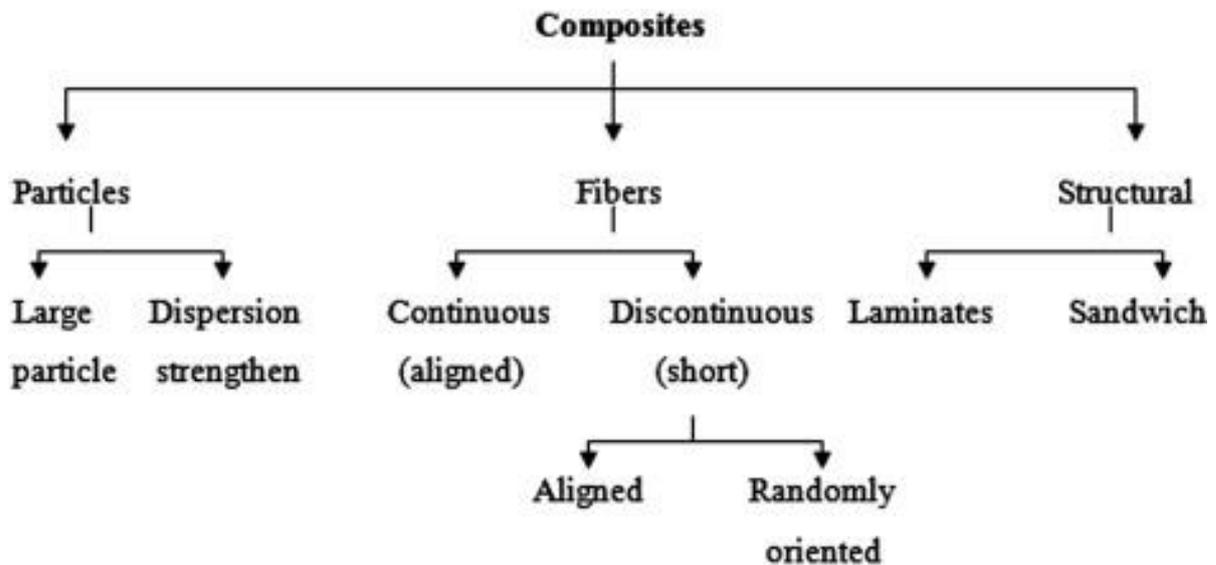
Les excellentes performances mécaniques des matériaux composites en termes de caractéristiques spécifiques en font des matériaux attrayants pour l'utilisation dans les structures. En outre, l'intérêt de ces matériaux réside dans leur anisotropie aisément contrôlable par le concepteur qui peut ainsi ajuster la rigidité et la résistance en fonction des sollicitations extérieures. Ainsi l'immense avantage des matériaux composites est de pouvoir être optimisé pour chaque application : on peut placer le renfort exactement où il est nécessaire. Cette optimisation résulte en une grande performance de ces matériaux, qui sont souvent de loin les plus légers pour une résistance mécanique spécifiée. Cependant ils restent très chers à fabriquer, d'où leurs domaines d'application :

- électricité et électronique,
- bâtiment et travaux publics,
- transports routiers, ferroviaires, maritimes, aériens et spatiaux (notamment militaire),
- santé (instrumentation médicale),
- sports et loisirs (skis, raquette de tennis, planche à voile, surf, club de golf, aviron,...) [52].

Ainsi on note que les matériaux composites sont surtout utilisés pour des applications où une haute performance est recherchée et où le prix n'est pas le facteur primordial.

## II.8. Classification des composites

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites qu'on peut classer soit selon la Forme des composants ou suivant la nature des composants [53].



*Figure I.12 : Classification schématique des différents types de composites.*

### II.8.1. Selon la géométrie

- **Composites à fibres**

Un matériau composite est un composite à fibres si le renfort se trouve sous forme de fibres. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de moduler à la carte les propriétés mécaniques des matériaux composites, pour

obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan. [54]

- **Composites à particules**

Un matériau composite est un composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée. Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc. Dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques. [54]

- **Composites structuraux**

La fabrication d'un renfort peut se faire avec des fibres dispersées au hasard ou orientées dans une ou plusieurs directions. Des axes de renforcement peuvent être définis par le croisement de fils (le tissage). Des structures 3D ont également été développées afin d'améliorer le renforcement du matériau et d'apporter une solution aux problèmes de délaminage. [54]

- **Les stratifiés**

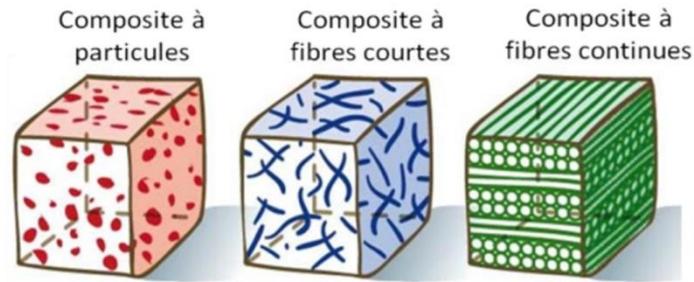
Un stratifié est constitué d'un empilement de monocouches ayant chacun une orientation propre à un référentiel commun aux couches et désigné comme le référentiel du stratifié. En jouant sur l'ordre et l'orientation de ces couches, il est possible d'adapter finement les propriétés mécaniques du stratifié aux sollicitations extérieures, et donc d'atteindre un haut niveau d'optimisation en mettant la matière là où elle est le plus utile. [54]

- **Les Composites tissés**

Dans ces structures, les fibres sont tressées ou alignées en "câbles" nommés torons ou simplement fils, comptant chacun quelques centaines ou milliers de fibres. Ces fils sont en suite tissés selon des motifs plus ou moins sophistiqués, les motifs du tissu peuvent être extrêmement variés selon les caractéristiques voulues du matériau. [54]

- **Les sandwiches**

Matériaux composés de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur enveloppant une âme (ou cœur) de forte épaisseur et faible résistance. L'ensemble forme une structure d'une grande légèreté. Le matériau sandwich possède une grande légèreté en flexion et c'est un excellent isolant thermique. [54]



*Figure I.13 Schéma d'un matériau composite*

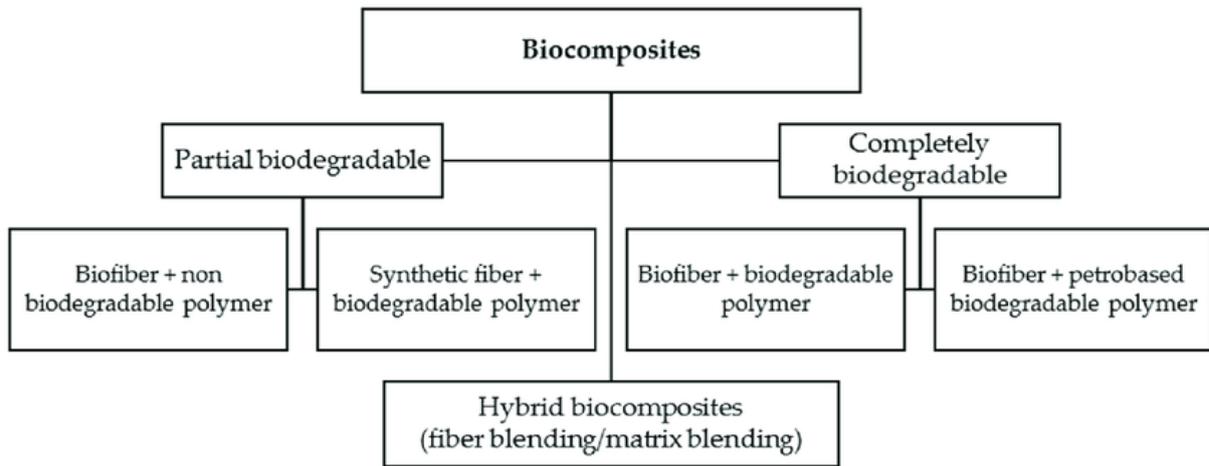
### II.8.2. Selon la nature des constituants

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés et divers renforts sont associés à ces matrices. Seules certaines associations entre matrices et fibres sont possibles et ont actuellement un usage industriel, d'autres faisant l'objet d'un développement dans les laboratoires de recherche.

- **Les composites à matrices organiques (CMO)** qui constituent, de loin, les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle.
- **Les composites à matrices céramiques (CMC)** sont réservés aux applications de très haute technicité et travaillant à haute température comme dans les domaines spatial, nucléaire et militaire.
- **Les composites à matrices métalliques (CMM).** [54]

### II.9. Les Bio-composites

De nos jours, le développement de biomatériaux attire de plus en plus les chercheurs et les industriels. Vu leurs nombreux avantages, ils entrent en forte compétition avec les matériaux traditionnels déjà existants sur la marché. Un biocomposite est un matériau composite dont l'une des parties au moins, renfort ou matrice, est issue de ressources renouvelables. Un schéma de ces catégories de composites est présenté dans la **figure I.14**. [55]



*Figure I.14 : Classification des bio composites [55]*

## II.10. Applications :

- **Le secteur des emballages** : sous forme d'emballage alimentaire, sacs-poubelles, sacs de caisse, sacs fruits et légumes, couverts, gobelets, boîtes etc.
- **Produits d'hygiène et cosmétiques** : des bioplastiques peuvent être incorporés dans des produits variés : cotons-tiges, couches et produits d'hygiène.
- **Applications agricoles** : utilisés comme de films de paillage biodégradables, pots de culture, agrafes pour les plantes et comme sacs à compost.
- **Secteur automobile** : les bioplastiques peuvent aussi servir de composant pour des pneumatiques de véhicules ou entrer dans la fabrication de pièces automobiles.
- **Applications diverses** : des applications à durées de vie variables, sont également disponibles, comme des liens de parachutes, des manches de couteaux suisses, des coques de téléphone... [55].

**II.11. Avantages et inconvénients des composites**

Les composites sont préférés à d'autres matériaux parce qu'ils offrent des atouts liés à :

- leur légèreté ;
- Grande résistance à la fatigue ;
- Faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion
- Insensibilité aux produits chimiques ;
- Possibilité de prendre plusieurs formes (pièces complexes) ;
- Bonne tenue au feu (attention aux dégagements toxiques) ;

Cependant certains inconvénients freinent leur diffusion :

- les coûts des matières premières et des procédés de fabrication ;
- La sensibilité à la chaleur ;
- la gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte [49].

## *Chapitre II : Matériels et Méthodes*

---

---

## Chapitre II : Matériels et Méthodes

### *I. INTRODUCTION*

Dans ce travail nous avons élaboré des bioplastiques à partir de résidus agricoles, renforcés par les fibres lignocellulosique (la paille). Cette approche vise à exploiter des matières premières d'origine renouvelable et à valoriser les déchets agricoles, contribuant ainsi à réduire la dépendance aux ressources fossiles et à minimiser l'impact environnemental.

Le présent chapitre décrit les protocoles opératoires pour l'extraction de l'amidon et la cellulose à partir des déchets naturelle (pomme de terre et la paille), par la suite nous avons renforcé les bioplastiques d'amidon par les fibres de cellulose. Les films bioplastiques ont été caractérisés par Infrarouge en mode Réflexion Totale Atténuée (ATR), Microscope optique en lumière polarisée (MOP), l'hydrophilité par mesure de l'angle de contact. Ensuite nous avons testé l'absorption de ces biofilm, des tests mécaniques en mode de traction ont été faite et nous terminons par des tests de biodégradation dans le sol et dans une solution salée. Les manipulations ont été réalisées au niveau de laboratoire central de NAFTAL.

### *II. MATERIELS ET REACTIFS :*

#### *II.1. Choix de la matière première :*

Nous avons opté pour l'utilisation de déchets agricoles, en l'occurrence les épluchures de pommes de terre et de la paille, en raison de la forte demande pour ces produits et de l'abondance des résidus de cette matière.

#### *II.1.1. Extraction de l'amidon*

- **Préparation des épluchures**

- Les épluchures sont préalablement lavées pour éliminer la saleté, elles sont ensuite découpées sous forme carrée.

- **Trempage**

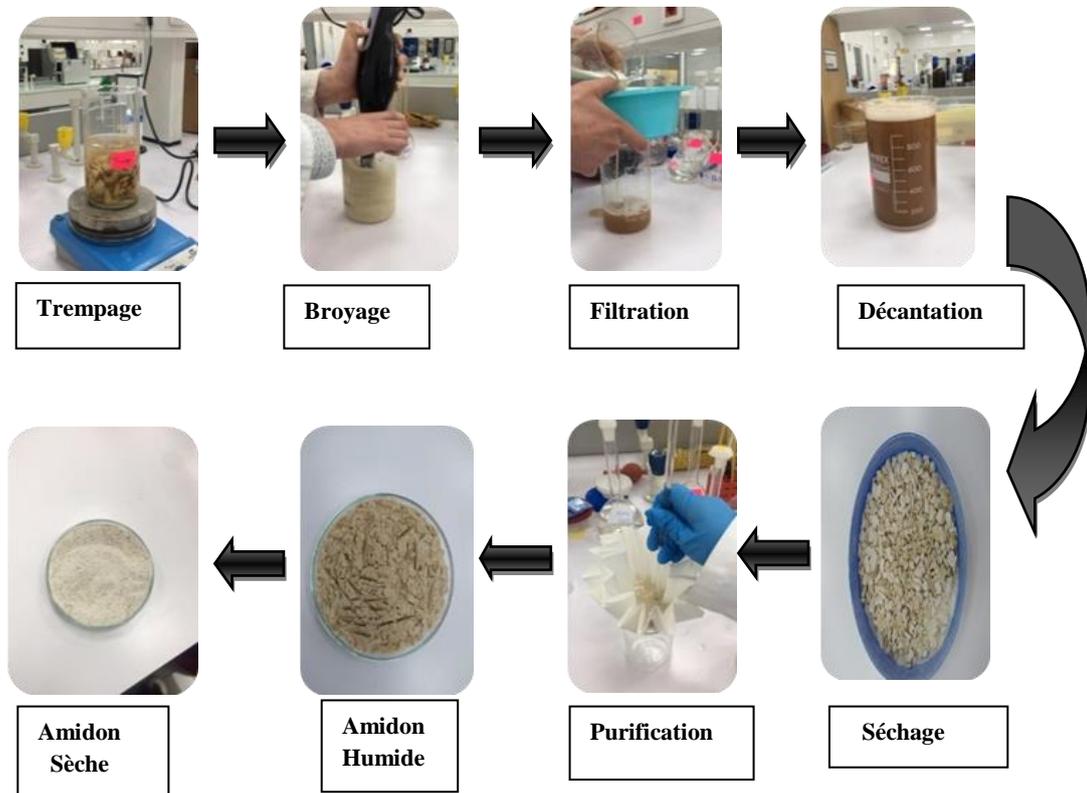
- Les épluchures préparées ont été trempées dans une solution de thiosulfate de sodium penta hydraté ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) [0,2 M], rapport (épluchures/solution de trempage) (1/6), sous agitation pendant 2 heures. [56]

- **Broyage**

- On retire les épluchures de pomme de terre de la solution sulfaté, rincé avec l'eau distillée. Après on fait broyage dans l'eau distillée à l'aide d'un mixeur.

- **Filtration et purification**

- On fait une filtration à l'aide d'une passoire,
- Laisser décanter pendant 2 heures, récupérer l'amidon
- Rincer avec l'éthanol pour éliminer toutes les impuretés restant,
- L'amidon est séché à l'air libre et conservé dans une boîte hermétique à 4°C.



**Figure II.1** : Schéma descriptive du protocole d'extraction d'amidon à partir d'épluchure de Pomme de terre.

Le rendement en amidon est calculé via l'équation (1).

$$R\% = \frac{m_{\text{expérimentale}}}{m_{\text{théorique}}} \times 100 \quad (1)$$

Avec :

$m_{\text{expérimentale}}$  : La masse de l'amidon extrait à la fin de l'expérience.

$m_{\text{théorique}}$  : La masse de l'épluchures de pomme de terre théoriquement obtenue.

### II.1.2.Extraction de la cellulose

La cellulose a été extraite à partir des déchets de la paille vu sa disponibilité et son abondance dans la nature.



*Figure II.2 : la paille de blé.*

#### ➤ *Protocole*

Les étapes de séparation de la cellulose des autres constituants de la paille (hémicellulose, lignine...etc.) sont décrites comme suivant :

- **Séparation de l'hémicellulose en milieu acide dilué**

- Les hémicelluloses sont les premiers constituants qui réagissent durant le prétraitement acide. On met 25g de la poudre de la paille dans 200ml d'une solution de  $H_2SO_4$  (2 % ), sous agitation dans un chauffage à reflux pendant 2h à  $100^{\circ}C$ .
- Après refroidissement, deux phases ont été observées (solide, liquide). La phase liquide contenant l'hémicellulose est évacuée par filtration tandis que la phase solide (résidu) est rincée à l'eau distillée, afin de subir d'autres phases de traitement. [57]

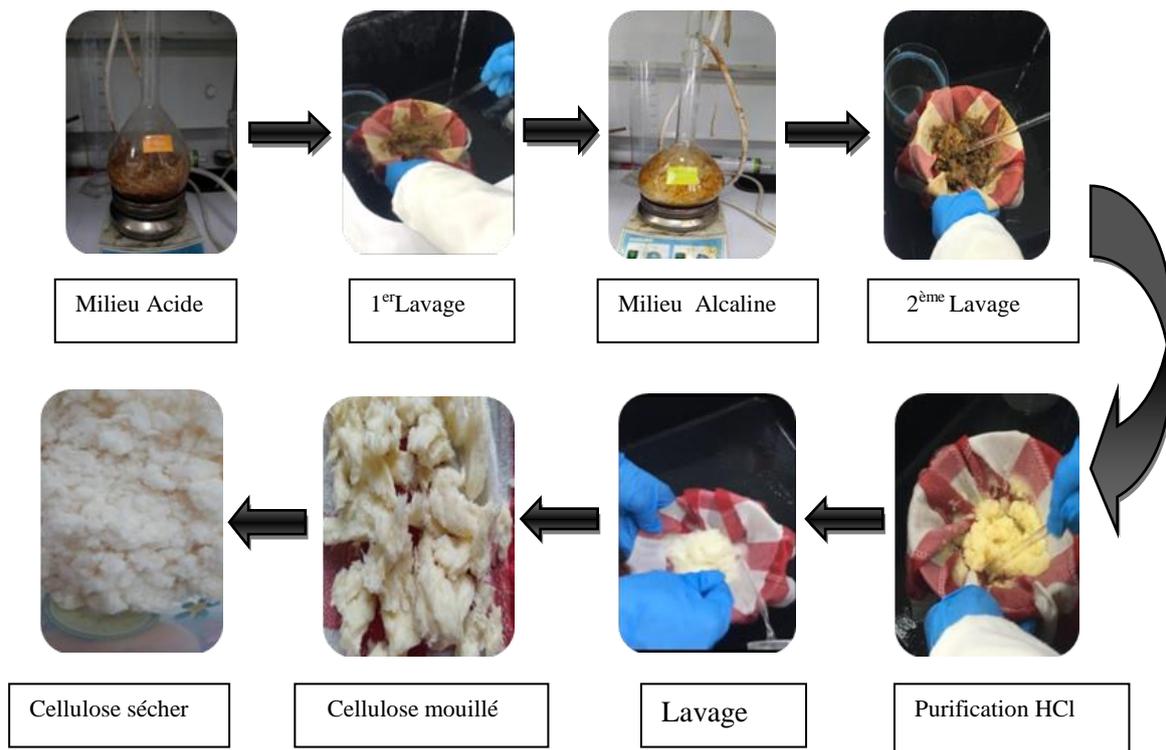
- **Séparation de la lignine de la cellulose en milieu basique**

- Mettre le solide récupéré dans une solution de NaOH (15%) sous agitation, à reflux pendant 2h à  $100^{\circ}C$ . Après refroidissement deux phases (solide, liquide) ont été obtenues. La phase solide composée de cellulose, récupérée par filtration puis rincée à l'eau distillée. La lignine est dans la phase liquide (filtrat). [57]

- **Purification de la cellulose séparée**

- La cellulose obtenue est de couleur jaune, pour éliminer cette couleur et pour la désinfection, on met la cellulose dans 100ml d'une solution javalisée à 2% , puis récupérée par filtration (Voir figure II-2). [58]

-



**Figure II.3 :** Schéma descriptive du protocole d'extraction de cellulose à partir de la paille.

## II.2.Elaboration des films bioplastiques

### II.2.1.Film Bioplastique à base d'amidon

- Mettre 10 g d'amidon dans une solution d'acide chloridrique (0.1 M)
- Ajouter 6 ml de glycérine (plastifiant) sous agitation
- Porté le mélange sous chauffage et sous agitation mécanique, la température ne doit pas dépasser 110 °C.
- Une fois la température maximale est atteinte, ajouter 6ml de d'hydroxyde de sodium (0.1 M), sous agitation jusqu'au l'épaississement de mélange.
- Verser le mélange sur une plaque en verre, bien étalé pour avoir même épaisseur.
- Sécher à l' Aire libre. [59]

### II.2.2.Film bioplastique renforcé par la cellulose

Pour la préparation des composites bioplastiques (Amidon/ cellulose), nous avons suivi le même protocole opératoire précédent.

- Nous avons fait varier la quantité (Amidon/ cellulose) en raison de (65/45) en masse.

Les bioplastiques élaborés sont présentés dans la figure suivante



*Figure II.4 : les films bioplastiques obtenus (simple, renforcé par la cellulose).*

### **III.METHODES DE CARACTERISATION :**

#### **III.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformer de Fourier (FTIR)**

La technique FT-IR utilisée pour déterminer les groupes fonctionnels présents dans les échantillons de bioplastique.

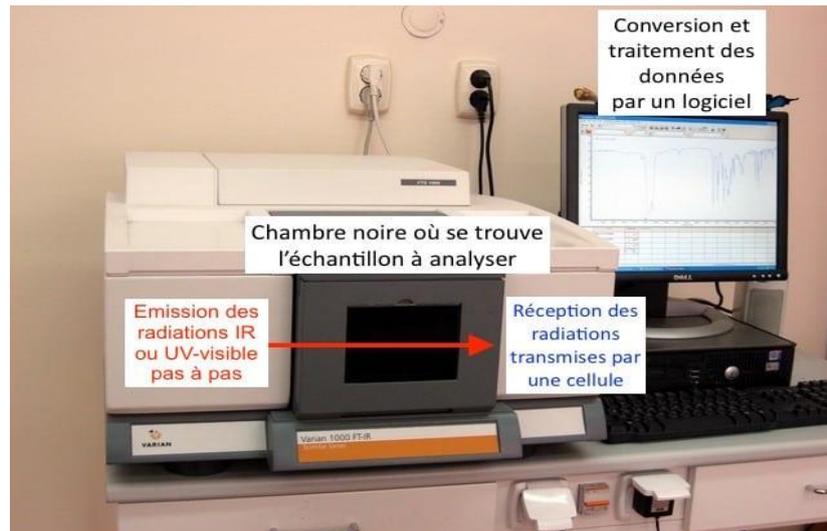
##### **- Principe de fonctionnement de la technique infrarouge (FT-IR)**

La spectroscopie infrarouge est beaucoup utilisée pour l'étude de la structure des molécules pour des applications chimiques, c'est une technique simple à mettre œuvre qui peut permettre d'obtenir des informations rapides sur tous types d'échantillons.

Cette technique est une spectroscopie vibrationnelle basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par l'échantillon. Toute molécule émet, à travers ses liaisons chimiques, des vibrations de différents types (élongation, déformation...), ces vibrations vont absorber le rayonnement infrarouge à des longueurs d'ondes différentes selon la nature de la liaison et le type de vibration.

La position (longueur d'onde convertie en nombre d'ondes) et la forme des bandes d'absorption d'un spectre sont donc caractéristiques des groupements chimiques d'où elles proviennent, ainsi un composé particulier (par exemple un polymère) donne une empreinte spectrale d'absorption dans l'infrarouge qui lui est propre et pourra être identifié.

Pour l'analyse, le faisceau infrarouge provenant de la source via un interféromètre (qui va moduler les longueurs d'onde du faisceau en interférogramme), est soit transmis à travers (en coupe, ou en couche mince sur un substrat transparent à l'infrarouge), soit réfléchi sur l'échantillon (par réflexion spéculaire ou par réflexion totale atténuée \_ ATR) jusqu'à un détecteur, ce dernier donne le signal sous forme d'interférogramme qui est converti en spectre infrarouge par transformée de Fourier. L'intensité de l'absorption est en principe proportionnelle à la quantitative (à partir de courbes d'étalonnage) [60].



*Figure II.5 : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FT-IR).*

### *III.2. Microscope optique :*

Pour effectuer notre caractérisation morphologique nous avons utilisé un microscope optique de type OXION EUROMEX, équipé de 3 objectifs de grossissement et deux oculaires avec un grossissement de 100 fois.

L'acquisition des micrographies a été effectuée au moyen d'une camera vidéo solidaire du microscope et reliée à un ordinateur contenant le logiciel d'acquisition (Eye'sCora) et de traitement des résultats (picedCora). Tout le dispositif est représenté dans la figure suivante. [61]



*Figure II.6 : Microscope optique.*

### **III.3. Taux d'humidité**

Pour déterminer le taux d'humidité, nous avons pesé les éplucheurs de pomme de terre( c'est la masse initiale( $m_0$ )), après les éplucheurs sont séchés dans l'étuve à 85 °C pendant 24h, peser la masse ( $m_1$ ). Le taux d'humidité est calculé comme suit [62] :

$$\mathbf{H\% = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100}$$

### **III.4. Absorption d'eau**

L'absorption d'eau des bioplastiques obtenus sont déterminées à partir de la méthode ASTM D570-98 légèrement modifiée. Les échantillons de bioplastique obtenus sont séchés dans un four à 85 °C pendant 24 heures pour permettre de mesurer leur poids sec ( $m_1$ ), puis, placer les échantillons dans un bécher de 50 ml d'eau distillée à température ambiante pendant 24 heures. Après le bioplastique est obtenu en filtrant l'eau, puis son poids est mesuré pour trouver son poids final ( $m_2$ ). L'absorption d'eau est trouvée en utilisant la formule suivante. [63]

$$\mathbf{\text{Taux Absorption d'eau \%} = \frac{M_2 - M_1}{M_1} \times 100}$$

### **III.5. Angle de contact :**

On appelle angle de contact, l'angle que forme la goutte d'eau avec la surface sur laquelle elle est déposée. Ses valeurs varient de 0 à 180°, en fonction de la nature de la surface (super hydrophile, hydrophile, hydrophobe, super hydrophobe) avec laquelle elle est en contact.

Le concept de mouillabilité se définit comme étant la capacité d'un liquide à s'étendre sur une surface solide [64]. Pour la mesure de l'angle de contact que forme une gouttelette d'eau avec notre bioplastique, nous avons utilisé un appareil de la marque digidropdigitizer of droplets, qui présenté dans la figure suivante.



*Figure II.7 : image du goniomètre pour mesure angle de contact au CRTSE.*

### Classification des surfaces :

La classification la nature des surfaces selon le calcul de l'angle de contact est comme suit :

- **Angle de contact est presque égale à 0°** : la surface sur laquelle repose la goutte d'eau est dite super hydrophile.
- **Angle de contact est inférieure à 90°** : la surface sur laquelle repose la goutte d'eau est dite hydrophile.
- **Angle de contact est compris entre 90° et 150°** : la surface est hydrophobe et la goutte d'eau sera bombée.
- **Angle de contact est compris entre 150° et 180°** : on dit que la surface est super hydrophobe et la goutte d'eau sera presque sphérique.

La forme de la goutte déposée est le résultat de trois tensions différentes ( $\gamma_{SL}$ ,  $\gamma_{SV}$ ,  $\gamma_{LV}$ )

Décrites par l'équation de Young comme suit :

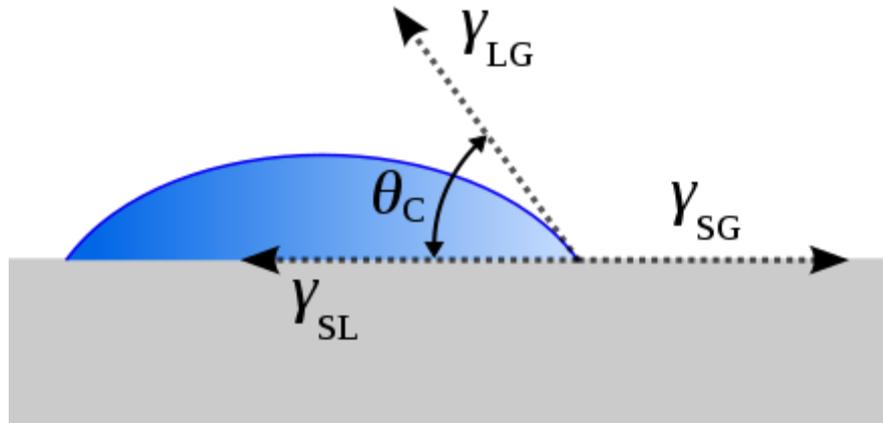
$$\gamma_{LV} \cdot \cos \Theta + \gamma_{SL} - \gamma_{SV} = 0$$

Avec : coefficient de tension superficielle.

$\gamma_{SL}$  : tension de l'interface solide liquide.

$\gamma_{SV}$  : tension de l'interface solide gaz.

$\gamma_{LV}$  : tension de l'interface liquide gaz.



**Figure II.8 :** représentation schématique de l'angle de goutte d'un liquide sur une surface Solide.

### III.6. Propriétés mécanique (essai de traction)

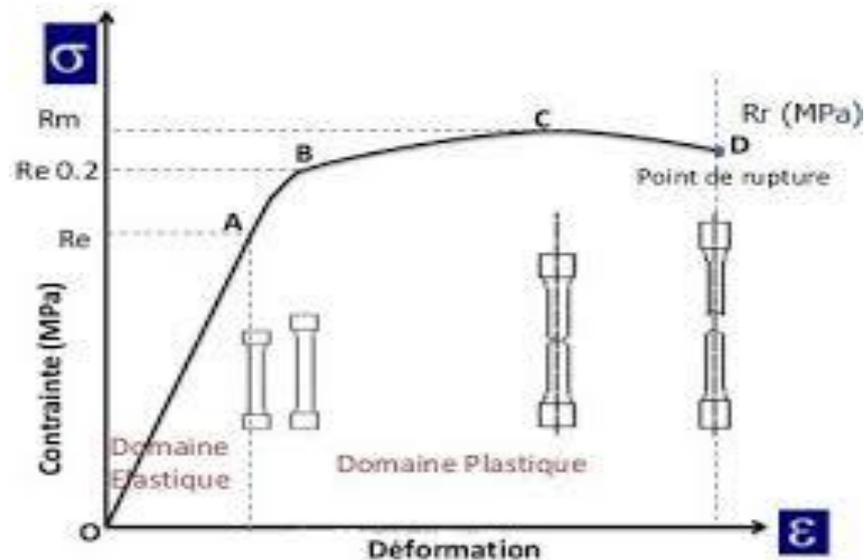
Le comportement en traction d'un matériau se déroulera selon les étapes suivantes :

**La zone 1** de la contrainte élongation est linéaire et correspond à une déformation élastique (déformation réversible), le matériau s'allonge sous l'action de la traction et reprend sa forme et ces dimension initiale lorsque la contrainte est interrompue. Le coefficient de proportionnalité est appelé module de Young ou module d'élasticité.

**La zone 2** est appelée zone de déformation plastique. La déformation est toujours élastique, mais la variation (contrainte déformation) n'est plus linéaire. Cette zone présente un maximum au-delà duquel le matériau subit une déformation irréversible.

L'arrête de la contrainte, le matériau ne retrouve pas sa forme initiale : il existe une déformation résiduelle permanente.

Au-delà d'une déformation critique une contraction du matériau s'opère en un point donné jusqu'à rupture. On aborde alors **la zone 3** de la courbe, dite zone de rupture. Si un matériau se casse dans son domaine élastique, c'est-à-dire sans subir de déformation plastique avant sa rupture, il considéré comme fragile. Par contre, il sera considéré comme ductile s'il peut subir de grandes déformations plastiques avant sa rupture.



*Figure II.9 : Le comportement d'un matériau soumis à une contrainte mécanique.*

Les propriétés mécaniques de différents films ont été évaluées à l'aide d'une machine de traction de marque Zwick/RoellZ10, au niveau de l'unité de recherche de l'université de Boumerdes. Des échantillons rectangulaire de film ont été préparés en utilisant un massicot de précision à double lame afin d'obtenir des éprouvettes de traction avec une largeur exacte et des cotés parallèles et sans défaut sur toute leur longueur.

Ces échantillon précondition ont été soumis à un essai de traction uniaxial à une vitesse constante de 2 mm/min jusqu'à rupture.

Les différents films ont été testés. A partir des courbes contrainte déformation enregistrées automatiquement (Forces(F) en N en fonction de l'allongement ( $\epsilon$ ) en %), nous avons calculé [65] :

- La contrainte maximale à la rupture  $\delta$  (MPa) :

$$\delta = \frac{F_{max}}{S}$$

Avec :

**S** est la section initiale de l'éprouvette ( $\text{mm}^2$ ) et égale au produit de l'épaisseur par sa largeur, et **Fmax**, la force maximale à la rupture (N).

- Le module d'élasticité ou module de Young E (MPa) correspond à la pente de la partie linéaire de la courbe (contrainte déformation) aux faible déformations :

$$E = \frac{\delta}{\epsilon}$$

Avec :

$\delta$  La contrainte (N/mm<sup>2</sup> ou MPa) et  $\epsilon$  la déformation (%).

- Le pourcentage de déformation nominale (allongement) du film au point de rupture % Il correspond au rapport entre l'allongement et la longueur de référence (initiale) :

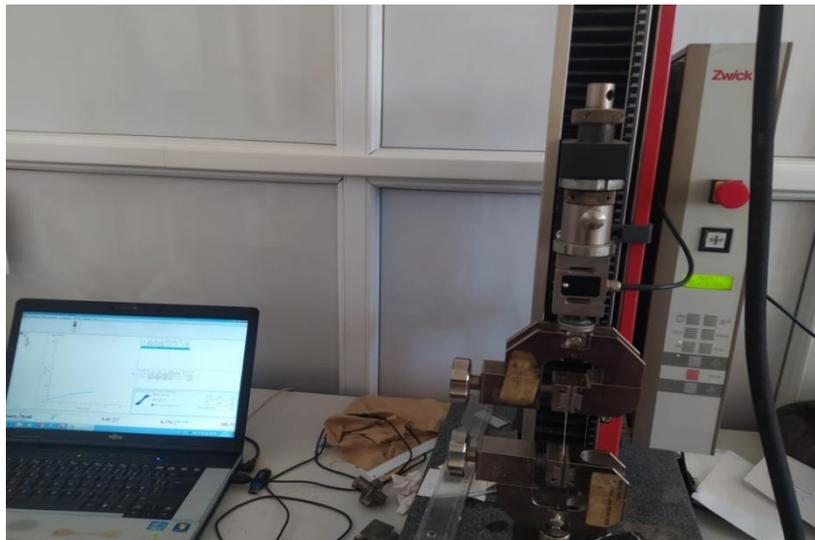
$$\epsilon_n = (\Delta L / L_0) \times 100$$

Avec :

$\Delta L = L - L_0$  : Allongement à rupture (mm).

$L_0$  : Longueur initial de l'éprouvette.

$L$  : Longueur final de l'éprouvette



*Figure II .10 : Machine de traction Zwick/Roell Z10*

### **III.7. Etude de biodégradabilité**

L'étude de la biodégradabilité d'un plastique se fait généralement avec plusieurs techniques, comme la mesure des taux de CO<sub>2</sub> émis par un compost contenant le plastique ou encore l'observation de la croissance bactérienne sur des échantillons de plastique. Ces mesures, couplées à des études d'écotoxicité, permettent d'établir si un plastique est réellement biodégradable.

Dans notre cas, il a été difficile pour nous d'effectuer ce genre de test en raison de sa complexité. En conséquence, nous avons établi d'autres moyens plus simples afin d'estimer uniquement la dégradabilité.

Pour se faire, nous avons réalisé des expériences avec les différents films mis dans de différents milieux afin d'observer leur dégradation en suivant l'évolution de leur perte de masse.

### ***III.7.1. Etude de la dégradation au sol :***

La biodégradabilité de l'échantillon a été évaluée en mesurant la perte de masse en fonction du temps, en effet deux échantillons (film bioplastique et plastique fossile) ont été pesé puis enterré à une profondeur de 11 à 15 cm dans des pots pour plantation voir la Figure II.11.

La perte de masse a été notée après deux mois, après lavage et séchage des deux échantillons. L'évaluation de la perte de masse a été calculée selon l'équation suivant :

$$\text{Test de biodégradabilité} = \frac{mf - mi}{mi} \times 100$$

Avec :

mf : La masse finale de l'échantillon testé.

mi: La masse initiale de l'échantillon testé.

Ce ratio est en général négatif en raison de la perte de poids [66]



***Figure II.11 : la dégradation au sol d'un plastique et bioplastique***

### III.7.2. Etude de la dégradation dans l'eau salée

Un échantillon film bioplastique ainsi qu'un autre échantillon de plastique ordinaire ont été exposés dans de l'eau salée (l'eau de mer) pendant 2 semaines, la perte de masse a été par la suite remarquée et interprétée.



*Figure II.12 : Essai de la dégradation dans l'eau salée.*

## *Chapitre III : Résultats et Discussions*

---

### Chapitre III : Résultats et Discussion

#### INTRODUCTION

Ce chapitre englobe l'ensemble des résultats d'analyses effectuées avec les interprétations appropriées, leur enchainement est respectif à celui de la méthodologie et aux protocoles adoptés dans le chapitre précédent.

#### I.RESULTAS ET DISCUSSIONS

##### I.1.Compositions chimiques

Les éplucheurs de pomme de terre contenant une proportion importante en amidon comme on peut le distinguer dans le Tableau III.1, ces déchets agricoles seraient donc une alternative prometteuse dans le cadre de la chimie verte et du développement durable.

**Tableau III.1:** Composition chimique des épluchures de pomme de terre (100g).

Constituants	Teneur(g)
Amidon	7,8
Lipides	0,1
Glucides	12,4
Eau	83,3
Protéine	2,6
Fibre alimentaire	2,5
Cholestérol	0,0
Sodium	< 0,1
Sucre	0,0

##### I.2. Calcul de rendement

###### I.2.1. Rendement en Amidon

La détermination du rendement en amidon récupéré en fin du protocole d'extraction émane du rapport de ce dernier sur la masse initiale des épluchures de pomme de terre utilisées, le tableau III.2, présente le rendement de l'amidon.

**Tableau III.2** : Le rendement d'amidon.

<b>Biomasse</b>	<b>Masse expérimentale (g)</b>	<b>Masse théorique (g)</b>	<b>Rendement (%)</b>
<b>Amidon extrait</b>	17,5	350	5

### ***I.2.2. Rendement de la cellulose***

Le tableau III.3 représente le rendement en cellulose extraite à partir de la paille

**Tableau III.3:** Rendement de la cellulose extraite

<b>Biomasse</b>	<b>Masse expérimentale (g)</b>	<b>Masse théorique (g)</b>	<b>Rendement (%)</b>
<b>Cellulose extrait</b>	17	50	34

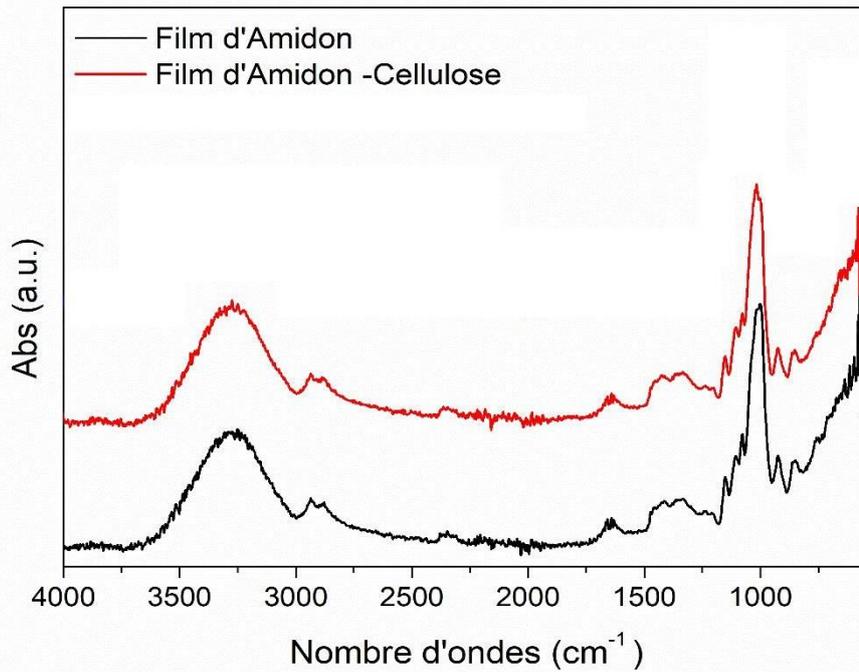
Le rendement en cellulose est considéré comme satisfaisant, car la conversion de 34% de la paille en matières biodégradables représente un taux important.

### ***III.3.Spectroscopie infrarouge en mode ATR***

Dans cette étude, les spectres infra-rouge ont été obtenus dans le domaine 4000 - 400  $\text{cm}^{-1}$  par un spectromètre à transformée de Fourier type PERKIN-Elmer. Les spectres enregistrés sont représentés sur la figure III.1

D'après cette figure, nous remarquons la même allure des 2 composés, ce qui signifie la présence des mêmes groupements fonctionnels.

Les deux bioplastiques sont de la même famille des polysaccharides, donc les spectres sont identiques.



**Figure III.1 :** Spectre ATR des films bioplastiques à base d'amidon de pomme de terre.

Les principales bandes dans le spectre pour les films sont représentées dans le tableau suivant :

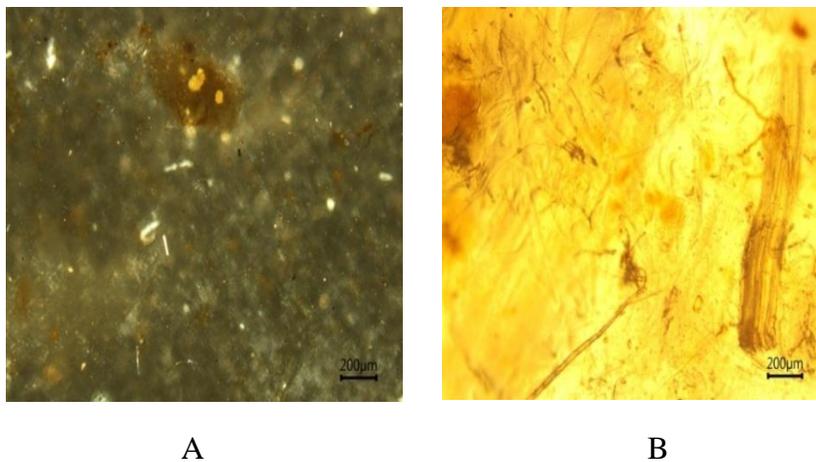
**Tableau III.4 :** Principales bandes d'absorption des spectres ATR des trois biofilms.

Echantillons	Bandes	Absorption (cm <sup>-1</sup> )
<b>Film Amidon</b>	L'eau	3442
	CH <sub>2</sub>	2930
	L'eau	1650
	CH <sub>2</sub>	1459
	CH <sub>2</sub> , CH	1420
	CH <sub>2</sub> , CH	1371
	C-O-C α -1 ,4 liaison	1159
	Glucose	1082
	C-O-C unité glucose	1020
	C-O-H	929 -526
<b>Film Amidon-Cellulose</b>	O-H	3331,4
	C-O	1028,6

- La région du spectre la plus impactée par la présence d'eau dans la fibre est la large bande comprise entre 3 600 et 3 100  $\text{cm}^{-1}$ . [67-69]
- Il apparaît sur le spectre la plupart des bandes caractéristiques d'amidon. La bande à 3442  $\text{cm}^{-1}$  est attribuée à la liaison (OH). Les bandes successives à 1159 et à 1020  $\text{cm}^{-1}$ , 1082  $\text{cm}^{-1}$  sont caractéristiques C-O-C  $\alpha$ -1,4 liaison glucose, C-O-H, C-O-C unité glucose. La bande à 2930  $\text{cm}^{-1}$  correspond à l'élongation des  $\text{CH}_2$ . [70]
- Dans le spectre de la cellulose, la bande à 3331,4  $\text{cm}^{-1}$  peut être attribuée à la liaison (O-H), la bande à 1028,6  $\text{cm}^{-1}$  correspond à l'absorption de la liaison C-O. [71]

#### III.4. Microscope optique

L'étude morphologique de nos échantillons a été faite avec un microscope optique.



**Figure III. 2 :** Image microscope optique des films bioplastiques ( $\times 200$ ) : (a) : film d'amidon pure, (b) film Amidon/cellulose

La figure III. 2 regroupe les images des films bioplastiques, qui sont prises par le microscope optique avec un agrandissement ( $\times 200$ ).

Nous remarquons que le film bioplastique simple possède une surface transparente, non uniforme, contient des bulles d'air, avec la présence des petites particules.

Pour les films bioplastiques renforcés par la cellulose, le microscope optique permet de visualiser la distribution et l'orientation des fibres de cellulose présentes dans la matrice polymère. Les fibres de cellulose apparaissent comme des structures allongées et alignées, ce qui confère au matériau une résistance et une rigidité supplémentaires.

Ces informations jouent un rôle essentiel dans l'évaluation des performances et des propriétés des films bioplastiques, et peuvent fournir des indications précieuses pour leur conception et leur développement ultérieur.

**III.5. Taux d'humidité**

Le taux d'humidité est illustré dans le tableau III.5

**Tableau III.5 :** Taux d'humidité des épluchures de pomme de terre.

	Masse initiale(g)	Masse finale(g)	Taux d'humidité(%)
<b>Epluchures de pomme de terre</b>	5,10	0,85	83,3

Nous constatons un taux d'humidité très élevé, un mauvais conditionnement de la biomasse risque donc une éventuelle formation de moisissures, ce qui affectera la qualité d'amidon extrait, une addition de conservateurs ou l'utilisation immédiate de la biomasse est donc préférable.

**III.6. Absorption d'eau**

Le tableau III.6 regroupe les résultats obtenus de l'essai d'absorption d'eau des films trois bioplastiques,

Rappelons que nous avons immergé nos échantillons dans l'eau distillée pendant 24H après les avoir laisser sécher dans un dessiccateur pendant 24 h.

**Tableau III.6 :** Taux d'absorption d'eau de filme bioplastique.

Echantillons	M <sub>1</sub> (g)	M <sub>2</sub> (g)	Taux d'absorption d'eau (%)
<b>Amidon</b>	0,78360	1,10301	<b>40,76</b>
<b>(Amidon/cellulose)</b>	1,07349	1,27910	<b>16,07</b>

Nous observons que le film bioplastique simple présente un taux d'absorption d'eau très élevé par rapport aux autres bios films.

La mesure du taux d'absorption d'eau est importante car elle permet d'évaluer les propriétés hygroscopiques du film bioplastique. Un taux d'absorption d'eau élevé indique une capacité accrue à absorber l'humidité, ce qui peut être indésirable dans certaines applications.

Par exemple, si le film bioplastique est utilisé pour l'emballage d'aliments, une forte absorption d'eau peut altérer les propriétés de conservation des aliments ou entraîner une dégradation prématurée du matériau lui-même.

D'un autre côté le film renforcé par la cellulose représente un faible taux d'absorption d'eau est généralement préférable dans des applications où l'étanchéité ou la résistance à l'humidité est essentielle. Cela peut inclure des applications telles que les emballages pour des produits électroniques sensibles à l'humidité ou les films utilisés dans l'agriculture pour protéger les cultures de l'excès d'humidité.

### ***III.7. Angle de contact***

Les figures III.3 et III.4 regroupent les images prises par la caméra du goniomètre lors de la pénétration de la goutte d'eau dans les films plastiques. Le tableau III.7 regroupe les résultats de l'angle de contact des films plastiques.

**Tableau III.7 :** Angle de contact des films bioplastiques

<b>Echantillons</b>	<b>Film Amidon pure</b>	<b>Film (amidon/cellulose)</b>
<b>Angle de contact</b>	43,7	28,2



*Figure III.3 : Image de la pénétration la goutte d'eau dans le film d'amidon pure.*



*Figure III.4: Image de la pénétration la goutte d'eau dans le film (amidon/cellulose)*

D'après les résultats regroupés dans le tableau III. 4 nous constatons que :

- **Pour le bioplastique d'amidon pure** : Angle de contact est de  $43,7^\circ$  qui sont inférieur à  $90^\circ$  : la surface sur laquelle repose la goutte d'eau est dite hydrophile.
- **Film bioplastique (amidon/cellulose)** : Angle de contact est de  $28,2^\circ$  qui sont inférieur à  $90^\circ$  : la surface sur laquelle repose la goutte d'eau est dite hydrophile.

### *III.8. Test mécanique (Essai de traction)*

Les propriétés mécaniques ont été étudiées par les essais de traction sur les trois films, les essais permettent de déterminer le module de Young et l'allongement à la rupture. Les valeurs de l'allongement et la contrainte à la rupture sont représentés dans le **tableau III.8**

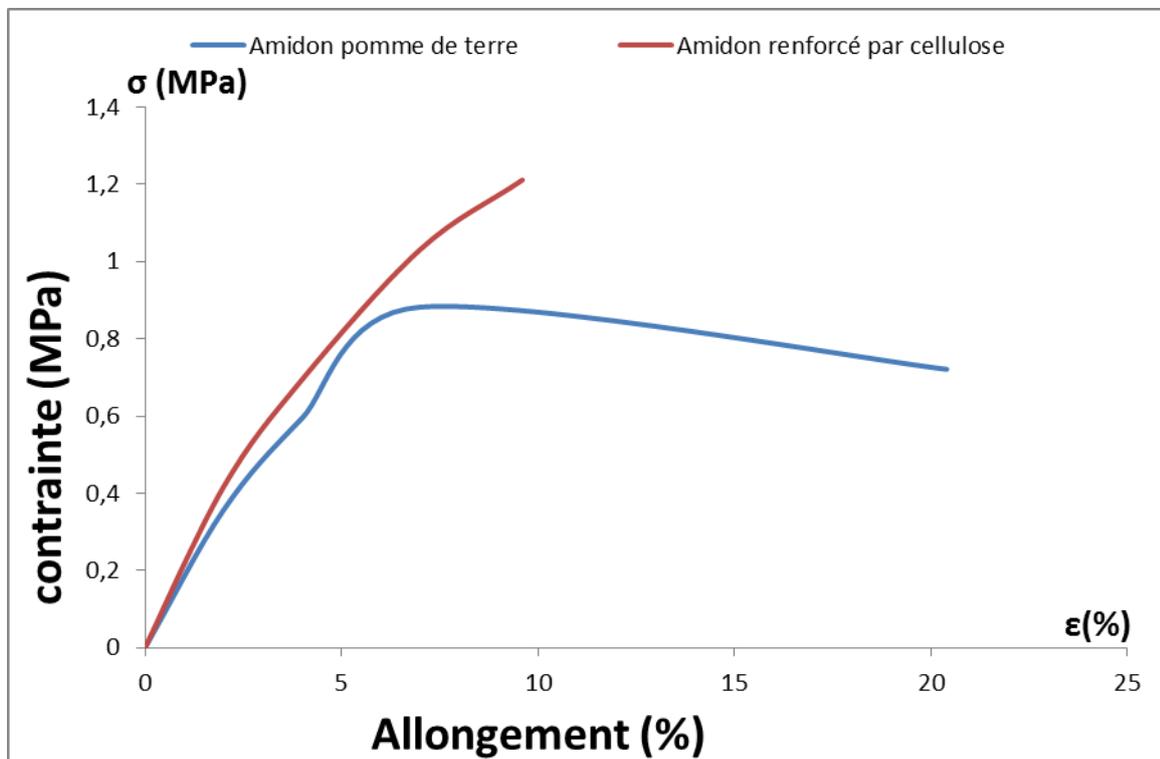
**Tableau III.8** : Valeurs d'Allongement à la rupture, contrainte à la rupture et module de Young (E) pour les biofilms.

Échantillons	$\epsilon(\%)$	$\delta(\text{MPa})$	E(MPa)
Film amidon	20,4	0,721	0,035
Film (amidon/cellulose)	9,6	1,211	0,126
Sachet en plastique	61,58	24,097	0,39

Les courbes de l'allongement à la rupture sont illustrées dans les figures III.5 et III.6.

D'après les résultats obtenu on constate que :

- L'Allongement à la rupture le plus important avec un module d'élasticité élevé est observé pour les films d'amidon pur.
- La flexibilité et la résistance des films augmentent lorsque le module d'élasticité diminue, le film d'amidon de pomme de terre il a le meilleur allongement et contrainte à la rupture.



*Figure III.5* : Graphe de l'essai de traction des biofilms.

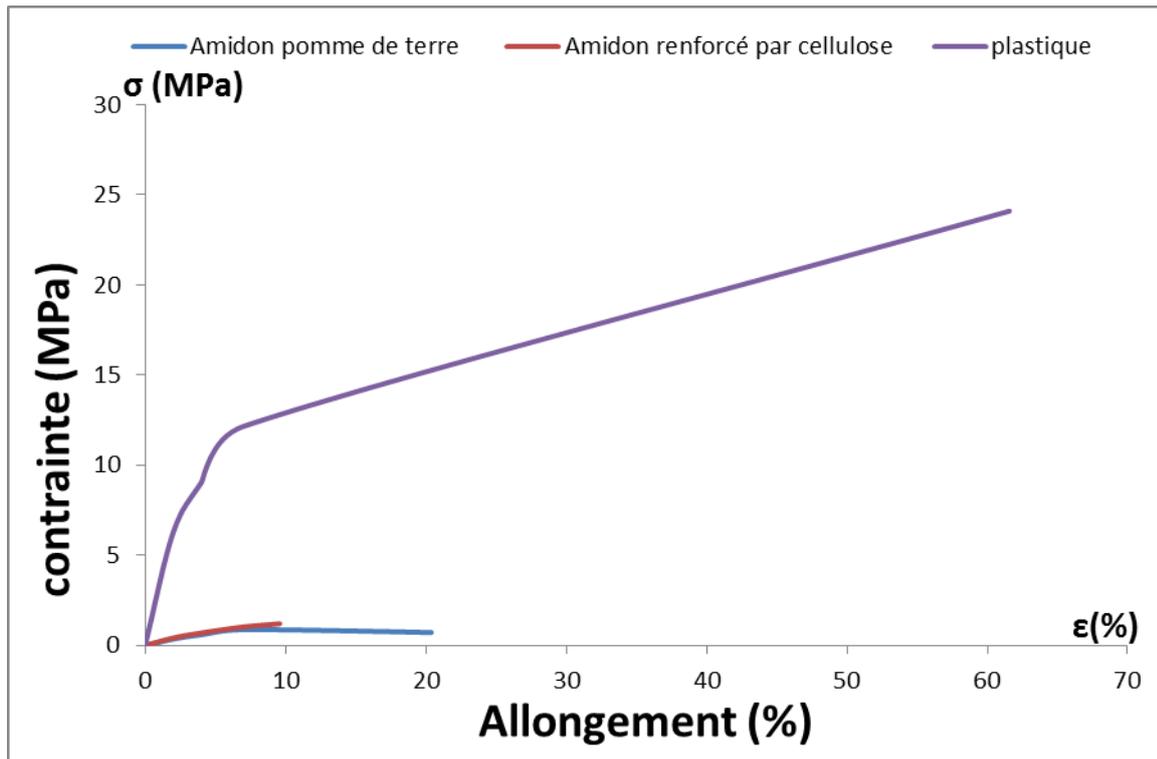


Figure III.6 : Comparaison entre les bio-films élaborés et sac en plastique.

D'après cette figure, une différence très remarquable dans les propriétés mécaniques de film plastique et les films bioplastiques.

### III.9. Etude de biodégradabilité :

#### III.9.1. Dégradation dans le sol

D'après le tableau III.9, nous observons une importante dégradation des biofilms élaborés par rapport au sac plastique.

Tableau III.9 : Evolution de la dégradation des films bioplastiques et de plastique au sol

	Masse initiale (g)	Masse finale (g)	Perte de masse (%)
<b>Film bioplastique</b>	2.21	0.70	68.32
<b>Plastique (PEHD)</b>	2.22	2.22	0

- Une dégradation de 70% des biofilms élaborés, ceci confirme d'avantage leur respect envers l'écosystème.
- En outre, aucune perte de masse n'a été enregistrée sur le film plastique (PEHD).

### III.9.2. Dégradation dans l'eau salée

D'après les tests effectués dans l'eau de mer, nous remarquons que le film bioplastique se dégrade facilement et rapidement dans l'eau salée (eau de mer), une dégradation de 50% après une semaine d'exposition, une dégradation de 100% a été enregistrée lors de la seconde semaine. Contrairement aux plastiques traditionnels qui nécessitent plus de 400ans ou plus pour se dégrader totalement.



*Figure III.7 : Dégradation de film bioplastique et de plastique dans l'eau salée.*

## **Conclusion Générale**

---

## CONCLUSION GENERALE

Les bioplastiques offrent un large spectre de propriétés et d'applications et constituent aujourd'hui un matériau important pour de nombreuses branches industrielles. La demande mondiale ne cesse d'augmenter, ce qui s'applique également aux exigences posées au potentiel de rendement de ce groupe de matières.

L'objectif de ce travail est d'élaborer des films bioplastiques décomposés dans la nature à base d'amidon et essayer d'améliorer les propriétés de chacun et dans l'objectifs de valoriser les déchets agricoles.

Après l'extraction d'amidon des déchets de pomme de terre et la cellulose de la paille, nous avons préparé des films bioplastiques pour améliorer les propriétés mécaniques, thermique de ces derniers.

La caractérisation a été faite par plusieurs méthodes physique, chimique et mécanique.

Pour les différents films élaborés, des tests d'absorption, de mesure de taux d'humidité et d'hydrophilité ont été envisagé.

Afin de confirmer les structures élaborées, nous avons caractérisé nos bioplastiques par spectroscopie infrarouge en mode ATR et par image de microscope optique.

Dans l'objectifs d'améliorer les propriétés mécaniques des films élaborés, des tests de traction ont été réalisés.

Les conclusions suivantes peuvent être formulées :

- Les structures élaborées ont été confirmé par infrarouge en mode ATR ou on a obtenu les groupements fonctionnels caractéristiques des polysaccharides
- Un bon rendement d'amidon qui est de 5% à partir des déchets de pomme de terre
- Un taux d'humidité élevé peut altérer les matériaux pendant la conservation ou l'utilisation.
- Pour le test de l'hydrophilité, tous les angles de contact sont inférieurs à 90°, ce qui confirme que les films bioplastiques sont hydrophiles.
- L'évaluation de la qualité du produit élaboré, vis-à-vis les propriétés mécaniques telles que la traction montrent clairement une amélioration de film d'amidon simple, la flexibilité et la résistance des films augmentent lorsque le module d'élasticité diminue, le meilleur allongement est observé pour les films d'amidon pur.

- Nous pouvons conclure que les films bioplastiques renforcés sont fragiles par rapport au film d'amidon pur, pas d'amélioration dans les propriétés mécanique cela peut être :
- Le choix de renfort lignocellulosique, n'est pas adéquat (même famille des polysaccharides).
- Mauvaise dispersion de renfort dans la matrice
- Granulométrie hétérogène (n'est pas homogène)
- Les proportions proposées ne sont pas étudiées.

### En perspectives

- Effectuer l'analyse thermogravimétrique ATG pour déterminer la stabilité thermique des bioplastiques élaborés
- Effectuer la microscopie électronique à transmission pour voir la distribution de renfort au sein de la matrice.
- De valoriser autres déchets naturels, tel que les coquilles des œufs pour renforcer les films bioplastiques d'amidon pure, ou introduire comme renfort une argile naturel.

## *Référence Bibliographique*

---

### Référence bibliographique

- [1] COM(2018) 28 final, Une stratégie européenne sur les matières plastiques dans une économie circulaire (COMMISSION EUROPÉENNE, Bruxelles, (le 16.1.2018))
- [2] (2016). Making bio plastics: an investigation of material \_ productrelationships (Doctorale dissertation,
- [3] (2016), Introduction to Bioplastics Engineering. Willian AndreW.
- [4] Ondoa .A, 2019, Elaboration des bioplastiques, thèse de master, Université de DOUALA, Cameroun, 75p.
- [5] Mulot .R, 2007, La vérité sur les plastiques biodégradables, Sciences et avenir, N°725, p. 8-17.
- [6] Álvarez-Chávez .C.R, 2012, Sustainability of bio-based plastics: general comparative analysis and recommendations for improvement, Journal of Cleaner Production, N°1, p. 47-56
- [7] Kale, G., Kijchavengkul, T., Auras, R., Rubino, M., Selke, S.E. and Singh, S.P, 2007, Compostability of Bioplastic Packaging Materials: An Overview, Macromolecular Journals, p. 255-277.
- [8] Smith .R, 2005, Biodegradable polymers for industrial applications, Cambridge, Woodhead Publishing Limited, 531p.
- [9] American Society for Testing and Materials (ASTM), 2012, Standard Specification for Labeling of Plastics Designed to be Aerobically Composted in Municipal or Industrial Facilities. West Conshohocken, ASTM International, 3p. (D6400-12).
- [10] Recyc-Québec et Éco Entreprises Québec, 2010, La caractérisation des matières résiduelles du secteur résidentiel au Québec.
- [11] EHMANN, Nanci et AREA, Maria Cristina. Bioplastics are revolutionizing the packaging industry. *BioResources*, 2021, vol. 16, no 3, p. 4663.
- [12] SIDEK, IzathulShafina, DRAMAN, SarifahFauziah Syed, ABDULLAH, SitiRozaimah Sheikh, *et al.* Current development on bioplastics and its future prospects: an introductory review. *INWASCON Technology Magazine*, 2019, vol. 1, p. 03-08.
- [13] Preventpack, 2012, Dossier Biopackaging.
- [14] Rabetafika, H. N., Paquot, M., & Dubois, P. (2006). Les polymères issus du végétal: matériaux à propriétés spécifiques pour des applications ciblées industrie plastique. *Biotechnologie, agronomie, société et environnement*, 10(3), page 186.
- [15] Yezza .I, 10 octobre 2010, Biodegradable Plastics – PaperBoard Applications, Innovations and Trends, Présentation à Cascades Sonoco, Kingsey Falls.

- [16] Yu .L, 2009, Biodegradable Polymers Blends and Composites from Renewable Ressources, New Jersey, John Wiley & Sons, 487p.
- [17] Véronique. Van Hoof et Theo Geerken (2012). Bioplastiques : Définitions, normes, possibilités d'application, impact sur l'environnement. Page 21
- [18] Feuilloley P., Cesar G., Benguigui L., Grohens Y., Pillin H., Bewa S., Jamal M., Degradation of polyethyleneused for agricultural purposes, J. Polym. Environ..13: 349- 355, (2005).page 24.
- [19] bioplastiques > e-book. « Bioplastiques Durables ». WWW.INTERTECHPIRA.COM.Pages 47-54.
- [20] Tonuk, D., Shove, E., &Suchman, L. (2016). Makingbioplastics: an investigation of material-productrelationships (Dissertation de doctorat, Université de Lancaster). Page 8
- [21] Robyt J. F. (1998). Essentials of carbohydrates chemistry. Éd: C.R .Cantor: Springer. PP: 399
- [22] Hennen. G. (2006). Biochimie. Approche bioénergétique et médicale. Éd : Dunod. PP : 14-1
- [23] Moussard. C. (2006). Biochimie structurale et métabolique. les glucides : structure et propriétés. Éd : De Boeck Université. PP : 74-77.
- [24] Bruneton J. (2009). Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. Composés du métabolisme primaire. Éd : Lavoisier. PP : 42-79.
- [25] Luisot .P. (1983).Biochimie Générale Et Médicale Structurale, Métabolique, Séméiologique.  
Ed : Simep. pp:1000
- [26] Merghem R. (2009). Éléments de biochimie végétale. Biochimie/microbiologie .Ed : université Mentouri Constantine .PP : 15-15.
- [27] Voet. D & Voet. J. G. (2005). Biochimie. Sucres et polysaccharides. Éd: All rights reserved. De Boeck université, paris. PP: 356-858.
- [28] Yves R. (2008). Biopolymère Dynamique : OLIGO université louis pasteur Strasbourg. PP : 44-48.
- [29] Lehninger A. L. (1989). Glucides : structure et fonction biologique. Biomolécules principe de biochimie. Ed : Flammarion, Paris. PP : 277-301.
- [30] Flandroy L. (1996). Histoire stimulante des Sucres. Glycobiologie. J : Biofutur. Vol : 159. PP : 35-41.
- [31] Davidovie .A, 2006, Matériaux biodégradable à base d'amidon expansé renforcé de fibres s naturelles application a naturelles application à l'emballage alimentaire, thèse Doctorat, spécialité physicochimie du polymère, université du Sud Toulon var, France, 201 p.

- [32] Jean-Luc .W, Cécile .H, du Pr. Aurore .R et du Pr. Patrick .G, 2016, Polymères biobasés : amidon, PLA, PHA, PE et PET, ValBiom, 13p.
- [33] Wertz .J.L, 2011, L'amidon et le PLA: deux biopolymères sur le marché, Note de synthèse, Document FARR-Wal.
- [34] Fabien .T, 2011 Formulation et morphologies de mélanges de polymères thermoplastiques à base d'amidon, INSA de Lyon, 15-23p.
- [35] Habibi., Youssef., Lucian A., Rojas., Orlando J. 2010. Cellulose nanocrystals: chemistry self-assembly and applications, vol. 110, Chemical reviews, pp. 3479-3500.
- [36] Lebo S. E., Gargulak J. D., McNally T. J., Wiley J., Sons., Hoboken N. J. 2001. Lignin In KirkOthmer Encyclopedia of Chemical Technology, pp 1–32.
- [37] Chatel G., Rogers R. D. 2013. Oxidation of Lignin Using Ionic Liquids An Innovative Strategy To Produce Renewable Chemicals. ACS Sustainable Chemistry and Engineering 2(3):322–339.
- [38] Taarning., Esben., Osmundsen., Christian M., YANG., Xiaobo. 2011. Zeolite-catalyzed biomass conversion to fuels and chemicals, vol. 4, Energy & Environmental Science, pp. 793-804.
- [39] Clark J. H., Deswarte F. 2015. Introduction to chemicals from biomass, 2nd-Ed, Wiley ,UK, p.344.
- [40] Schwarz W. 2001. The cellulosome and cellulose degradation by anaerobic bacteria , vol. 56, no 5-6, Applied microbiology and biotechnology, pp. 634-649.
- [41] Nishino T., Matsuda I., Hirao K. 2004. All-Cellulose Composite, Macromolecules 37:7683-7687.
- [42] Mirande C. 2009. Dégradation des fibres pariétales et système xylanolytique de *Bacteroides xylanisolvens* XB1AT et *Roseburia intestinalis* XB6B4, espèces bactériennes du microbiote intestinal humain. Thèse de doctorat. Université Blaise Pascal-Clermont- Ferrand II.
- [43] Moon R. J., Martini A., Nairn J., Simonsen J., Youngblood J. 2011. Cellulose Nanomaterials : Structure, Properties and Nanocomposites, Chem. Soc. Rev. 40 :3941-3994.
- [44] Brown J.R., Malcolm R., Saxena., Inder M. 2000. Cellulose biosynthesis: a model for understanding the assembly of biopolymers, vol. 38, no1-2, Plant Physiology and Biochemistry, pp. 57-67.
- [45] Mohan D., Pittman C. U., Steele P. H. 2006. Pyrolysis of wood biomass for bio-oil: A critical review, Energy Fuels 20(3):848–889.
- [46] Duval A., Lawoko M. 2014. A review on lignin-based polymeric micro-and nanostructured materials. React. Funct. Polym 85:78–96.

- [47] <https://fr.wikipedia.org/wiki/Nanocellulose> (consulté le 21 juillet 2019)
- [48] Berthelot JM. Matériaux composites / comportement mécanique et analyse des structures. 4ème édition. Paris : Lavoisier ; 2005.
- [49] Sandali A, Rabhi N. comportement au choc des stratifiées composites renforcées par des fibres naturelles, mémoire de master, université Kasdi Marbah de Ouargla, 2013.
- [50] El Hadji Babacar LY. Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose, thèse de doctorat, institut national polytechnique de Grenoble, 2008.
- [51] Gornet L. Généralités sur les matériaux composites. cel-00470296, version 1 - 6 Apr 2010.
- [52] <http://thesis.univ-biskra.dz/2282/3/ChapI.PDF>
- [53] Gay D. Matériaux composites. 3ème édition. Paris : Hermès ; 1991.
- [54] <file:///C:/Users/moh/Downloads/These.pdf>
- [55] Cutter AG. Development and Characterization of Renewable Resource-based Structural Composite Materials, mémoire de Master, université de Californie, San diego, 2008.
- [56] : A.H. Mistry, S.J. Schmidt, S.R. Eckhoff and J.W. Sutherland, 'Alkali Extraction of Starch from Corn Flour', Starch - Stärke, Vol. 44, N°8, pp. 284 - 288, 1992
- [57] Nag, A. (2008). Raffinage et performances des biocarburants. Éducation McGrawHil
- [58] Abdou Alio, M. (2020). Production de bioéthanol à partir d'une biomasse lignocellulosique multi-ressources locale par prétraitement Organosolv et hydrolyse enzymatique (Doctoral dissertation, Université Clermont Auvergne (2017-2020)).
- [59] Djetouiet, Z. PREPARATION D'UN POLYMERE THERMOPLASTIQUE BIODEGRADABLE A BASE D'AMIDON DE MAIS. (2012). Laboratoire des matériaux Polymérique Multiphasique (LMPMP), Faculté de technologie, Département de génie des procédés. Université de Farhat Abbas, Setif.
- [60] Science et surface – Centre scientifique Auguste Moirux – Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier FTIR.
- [61] RAHOUI MOHAMED, BENYAHIA SAID (Mémoire de Master) « Etude du comportement du PVC, PRC et PVC/PRC/10% sous contrainte thermique et du bombardement gamma ( $\gamma$ )  $^{60}\text{Co}$  », (Le 17 Juillet 2021)
- [62] MODECOM, (1993). « Méthode de caractérisation des ordures ménagères. ADEME (Angers). Déchets manégés et assimilés.
- [63] American Society for Testing and Materials (Filadelfia). (2006). Standard Test Method for Water Absorbtion of Plastic. ASTM.

- [64] American Society for Metals, Handbook (18) : Friction, Lubrication and wear, ASM International, 1992
- [65] BENBETTAIEB Nasreddine, Influence de traitements de réticulations sans solvant les propriétés de film à base de gélatine et chitosan encapsulant ou non des antioxydants naturels : caractérisations physico-chimiques et applications, THESE de doctorat, l'université de Carthage, 2015.
- [66] Chin-San Wu, July 2011, Preparation, Characterization and Biodegradability of Renewable Resource Based Composites from Recycled Polylactide Bioplastic and Sisal Fibers: Wiley Online Library, 349 P.
- [67] Fengel D. (1992). Characterization of Cellulose by Deconvoluting the OH Valency Range in FTIR Spectra. *Holzforschung*, vol. 46, p. 283-288.
- [68] Hinterstoisser B., Salmén L. (1999). Two-dimensional step-scan FTIR: a tool to unravel the OH-valency-range of the spectrum of Cellulose I. *Cellulose*, vol. 6, p. 251-263.
- [69] Nelsson M.L., O'Connor R.T. (1964). Relation of Certain Infrared Bands to Cellulose Crystallinity and Crystal Lattice Type. Part I. Spectra of Lattice Types I, II, III and of Amorphous Cellulose. *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 8, p. 1325-1341.
- [70] <http://dspace.univ-tlemcen.dz/bitstream/112/1058/10/CHAPITRE4.pdf>
- [71] [https://www.researchgate.net/figure/Fourier-transform-infrared-FT-IR-spectra-of-cellulose-black-Bz-Cell-blue-and\\_fig2\\_327756823](https://www.researchgate.net/figure/Fourier-transform-infrared-FT-IR-spectra-of-cellulose-black-Bz-Cell-blue-and_fig2_327756823)

## Résumé

Le développement de matériaux biodégradables représente une alternative prometteuse aux polymères synthétiques, dont l'utilisation a un impact environnemental majeur en raison de problèmes d'élimination. Cette étude se concentre sur la valorisation des épluchures de pomme de terre et la cellulose extraite à partir de la paille, un déchet agricole, en extrayant l'amidon pour fabriquer des films plastiques biodégradables. Diverses analyses chimiques, mécaniques et de biodégradabilité sont utilisées pour identifier et caractériser les bioplastiques élaborés, telles que la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier, l'observation au microscope optique, l'essai de traction, ainsi que l'étude de la dégradation dans le sol et l'eau de mer. Ces analyses permettent d'évaluer les propriétés et les performances du bioplastique à base d'épluchures de pomme de terre et de la cellulose extraite des pailles, contribuant ainsi à la recherche de solutions durables dans le cadre du développement durable et de la préservation de l'environnement.

## ملخص

التطوير القائم على المواد القابلة للتحلل الحيوي يمثل بديلاً واعداً للبوليمرات الاصطناعية التي تتسبب في تأثير بيئي كبير بسبب مشاكل التخلص منها. تركز هذه الدراسة على تحسين قيمة قشور البطاطس واستخلاص السليلوز من القش الزراعي، من خلال استخراج النشاء لصنع أفلام بلاستيكية قابلة للتحلل الحيوي. يُستخدم تحليل كيميائي وميكانيكي وقابلية التحلل الحيوي لتحديد وتوصيف البلاستيك الحيوي المصنوع، مثل الطيفية الأشعة تحت الحمراء بالتحويل فورييه والمراقبة تحت المجهر البصري واختبار الشد، بالإضافة إلى دراسات الاضمحلال في التربة والمياه المالحة. تتيح هذه التحاليل تقييم خصائص وأداء البلاستيك الحيوي القائم على قشور البطاطس والسليلوز المستخرج من القش، مما يساهم في البحث عن حلول مستدامة في إطار التنمية المستدامة والحفاظ على البيئة.

## Abstract

The development of biodegradable materials represents a promising alternative to synthetic polymers, which have a major environmental impact due to disposal issues. This study focuses on the valorization of potato peelings and cellulose extracted from straw, an agricultural waste, by extracting starch to manufacture biodegradable plastic films. Various chemical, mechanical, and biodegradability analyses are employed to identify and characterize the developed bioplastics, such as Fourier-transform infrared spectroscopy, observation under an optical microscope, tensile testing, as well as degradation studies in soil and seawater. These analyses allow for the evaluation of the properties and performance of the bioplastic based on potato peelings and straw-extracted cellulose, thereby contributing to the search for sustainable solutions within the framework of sustainable development and environmental preservation.