

Université KASDI-MERBAH Ouargla

Faculté des sciences appliquées

Département de Génie des Procédés



Mémoire

Présenté pour l'obtention du diplôme de

MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences et Technologies.

Filière : Sciences et Génie de l'Environnement.

Spécialité : Génie des Procédés de l'Environnement.

Présenté par : CHAHBI Rayane et KATEB Yasmine.

Thème :

**Elaboration d'un plastique biodégradable renforcé par
des fibres végétale**

Soutenu publiquement le :

04 Octobre 2020

Devant le jury composé de :

Mr. CHAOUKI Mourad	MAA	Président	UKM Ouargla.
Mr. TABCHOUCHE Ahmed	Pr	Examineur	UKM Ouargla.
Mr. GOUDJIL ^{Med} Bilal	MCA	Rapporteur	UKM Ouargla.

Année universitaire : 2019/2020



Dédicace

À mes très chers parents pour leurs précieux conseils, leur soutien moral, leurs sacrifices et sans eux, je n'aurai pas aboutis à ce stade d'études.

À mes chers frères et sœurs.

À toute ma grande famille.

À mes amis.

À mon binôme Yasmine.

Rayane





Dédicace

A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études,

A ma chère sœur wiam pour l'encourager permanent, et le soutien moral,

A mes chers frères, bilal, adel, med amine, marwan, pour leur appui et leur encouragement,

A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire.

A mes amis.

A mon binôme.

Yasmine



REMERCIEMENT

Nous aimerons en premier lieu remercier ALLAH qui nous a donné la volonté et le courage pour la réalisation de ce modeste travail.

*Nous tenons à remercier notre encadreur **Dr. GOUDJIL Med Bilal** de nous avoir guidées. Nous tenons à lui exprimer notre profonde gratitude pour sa disponibilité, ses conseils tout au long de la réalisation de ce travail et particulièrement dans ces conditions de la pandémie du COVID-19.*

Nos remerciements aux membres de jury d'avoir accepté d'évaluer notre travail.

Merci également aux membres du laboratoire de génie des procédés de l'université Kasdi Merbah Ouargla de nous avoir accueillies.

Résumé:

Les dégâts et les problèmes causés par le plastique synthétique sont nombreux et l'objectif principal de cette étude est de développer un matériau composite à base de biopolymère (amidon et PLA) renforcé par des fibres végétales pour son faible coût et sa source renouvelable. Les résultats montrent que les fibres traitées par la soude (NaOH) ont amélioré les propriétés mécaniques du biopolymère. En plus, le test de biodégradabilité a montré que ce biopolymère se dégrade en peu de temps sans résidus nocifs.

Mots clés: Matériaux composites, Polymère biodégradable, Fibres végétales, Biodégradation.

Abstract:

The damages and problems caused by artificial plastics are numerous and the main objective of this study is to develop a composite material based on biopolymer (starch and PLA) reinforced with vegetable fibers for its low cost and its renewable source. The results showed that fibers treated with (NaOH) improved the mechanical properties of the polymer. In addition, the biodegradation test has shown that this biopolymer degrades in a short time without harmful residue.

Key words: Composite materials, Biodegradable polymer, Vegetable fibers, Biodegradation.

المخلص :

تتعدد الأضرار و المشاكل التي يسببها البلاستيك الاصطناعي و الهدف الرئيسي من هذه الدراسة هو تطوير مادة مركبة تعتمد على البوليمر الحيوي(النشاء و PLA) المقوى بألياف نباتية لتكلفتها المنخفضة و مصدرها المتجدد. أظهرت النتائج أن الألياف المعالجة بهيدروكسيد الصوديوم (NaOH) حسنت الخواص الميكانيكية للبوليمر الحيوي. بالإضافة إلى ذلك، اظهر اختبار التحلل البيولوجي أن هذا البوليمر الحيوي قابل للتحلل في وقت قصير بدون بقايا ضارة.

الكلمات المفتاحية : مواد مركبة، بوليمر قابل للتحلل، ألياف نباتية، تحلل حيوي.

Liste des tableaux :

Tableaux	Page
Tableau I : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales.	7
Tableau II : Teneur en amylose et amylopectine des amidons de différentes sources botaniques.	12
Tableau III : Différentes formulations de film d'amidon.	27
Tableau IV : Composition (Fraction en poids W%) des composites Amidon/fibres.	28
Tableau V : L'attribution des bandes de vibration observées pour le PLA pur et le composite.	33
Tableau VI : L'attribution des bandes de vibration observées pour le PLA pur et le composite.	34

Liste des figures :

Figures	Page
Figure I.1 : Un matériau composite.	3
Figure I.2 : Différentes bases pour classification des composites.	3
Figure I.3 : Les types de matrice.	4
Figure I.4 : Les types de renfort.	5
Figure I.5 : Classification des biocomposites.	6
Figure I.6 : Classification des fibres végétales selon l'origine.	6
Figure I.7 : Différents plastiques biodégradables et plastiques biosourcés.	7
Figure I.8 : Cycle de vie de polymères biodégradables et biosourcés.	8
Figure I.9 : Classification des matériaux polymères biodégradables.	9
Figure I.10 : Mécanisme de biodégradation des polymères.	11
Figure II.1 : (A) Structure chimique de l'amylose, (B) Hélice d'amylose.	13
Figure II.2 : Structure chimique de l'amylopectine.	13
Figure II.3 : Schématisation du mécanisme de plastification.	15
Figure II.4 : Structure moléculaire du PLA.	15
Figure II.5 : Les stéréo-isomères de l'acide lactique.	16
Figure II.6 : Les trois isomères du lactides.	16
Figure II.7 : Différentes parties d'un palmier dattier.	18
Figure II.8 : Schéma d'une palme.	18
Figure II.9 : Composition chimique des fibres de palmier (% en poids).	18
Figure II.10 : Schéma de molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène.	19
Figure II.11 : Exemple de Structure hémicellulose.	19
Figure II.12 : Représentation schématique de structure de la lignine.	20
Figure II.13 : Les méthodes de traitement des palmes.	21
Figure III.1 : Plan de travail expérimental.	22
Figure III.2 : Les folioles du palme « Djérid ».	23
Figure III.3 : Procédures de préparation des fibres.	23
Figure III.4 : Traitement et filtration des fibres.	24
Figure III.5 : Etuvage des fibres de palmes.	24
Figure III.6 : Re-broyage des fibres traitées.	25
Figure III.7 : FDP non traitées.	25

Figure III.8 : FDP traitées.	25
Figure III.9 : Acide lactique.	26
Figure III.10 : Acide poly lactique.	26
Figure III.11 : Amidon.	27
Figure IV.1 : Spectres FTIR des fibres (LF), matrice non renforcée (TPS) et les composites (H30-LF10%) et (H30-SF10%).	31
Figure IV.2 : Spectres FTIR des fibres (LF), la matrice non renforcée (TPS) et les composites (H30-LF10% et H30-SF10% (changements).	32
Figure IV.3 : Spectres FTIR des fibres, matrice non renforcée (PLA) et les composites (PLA-LF10%) et (PLA-SF10%).	33
Figure IV.4 : La biodégradation des différentes formulations des biocomposites (amidon -FT): (1) 0% FT, (2) 5% FT, (3)10% FT, (4)15% FT.	37
Figure IV.5 : La biodégradation des différentes formulations des biocomposites (amidon- FNT): (1) 5% FNT, (2) 10% FNT, (3) 15% FNT.	38
Figure IV.6 : La perte de poids des biocomposites de fibre de bambou / amidon de tapioca pour les FT et FNT.	39
Figure IV.7 : La perte de poids des biocomposites d'amidon /fibre de palme avec différents contenus en fibres.	39
Figure IV.8 : Biocomposites sans renforts.	41
Figure IV.9 : Biocomposites FT 3%.	41
Figure IV.10 : Biocomposites3% FNT.	42
Figure IV.11 : La perte de poids des biocomposites NTS/PLA.	43
Figure IV.12 : La perte de poidsdes biocomposites10TS/PLA.	44
Figure IV.13 : La biodégradation de la matrice non renforcée (PLA) et les composites (PLA-LF 15%).	45

Liste d'abréviations :

PA11	Polyamide 11
PBS	Poly(butylène succinate).
PCL	Poly(ϵ -caprolactone).
PE	Polyéthylène
PET	Poly (téréphtalate d'éthylène)
PES	Poly(éthylène succinate).
PGA	Acide polyglycolique.
PHB	Poly(hydroxy butyrate).
PLA	Acide polylactique.
THF	Tetrahydrofuran.
FDP	Fibres de palmier dattier.
FT	Fibres traitées.
FNT	Fibres non traitées.
Tf (°C)	Température de fusion.
Tg (°C)	Température de transition vitreuse.
Tc (°C)	Température de cristallisation.
UV	Rayonnement ultraviolet.
FTIR	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

Sommaire :

	Page
Dédicace	i
Remerciement	ii
Liste des tableaux	iii
Liste des figures	iv
Liste d'abréviations	v
Sommaire	vi
Introduction générale	I
Chapitre I : Notions et définitions	
I.1. Matériau Composite.....	3
I.1. Définition.....	3
I.1.2. Construction d'un matériau composite.....	4
I.1.2.1. Matrices.....	4
I.1.2.2. Les renforts.....	4
I.1.2.3. Les charges et les additifs.....	5
I.1.3. Les biocomposites.....	5
I.1.3.1. Les fibres végétales.....	6
I.1.4. Polymère biodégradable.....	7
I.4.1. Définition de polymère biodégradable.....	8
I.4.2. Les différents types de polymères biodégradables.....	8
I.4.3. Applications des biopolymères.....	9
I.3.4. La biodégradation.....	10
I.3.4.1. Définition.....	10
I.3.4.2. Les facteurs qui influencent sur la biodégradation.....	10
I.3.4.2.1. Les paramètres physico-chimiques du milieu de dégradation.....	10
I.3.4.2.2. Les paramètres microbiologiques du milieu de dégradation.....	10
I.3.4.2.3. La structure et les propriétés des polymères constituant le matériau	10
I.3.4.2.4. Le procédé de fabrication du matériau.....	11
I.3.4.3. Mécanismes de biodégradation.....	11
Chapitre II : Notions sur les matériaux utilisés	
II.1. L'amidon	12
II.1.1. Structure de l'amidon natif.....	12
II.1.1.1. L'amylose	13

II.1.1.2. Amylopectine.....	13
II.1.2. Propriétés de l'amidon	13
II.1.2.1. Propriétés hydro thermiques	13
II.1.2.1.1. La sorption	14
II.1.2.1.2. La gélatinisation.....	14
II.1.2.1.3. La rétrogradation.....	14
II.1.3. Plastification de l'amidon	14
II.2.L'acide poly lactique (PLA)	15
II.2.1. Définition	15
II.2.2. Obtention de PLA	16
II.2.3. Composition chimique	16
II.2.4. Propriétés du PLA	17
II.2.4.1. Propriétés thermique.....	17
II.2.4.2. Propriétés mécaniques	17
II.2.4.3. Autre propriétés.....	17
II.3. Les palmes.....	17
II.3.1. Composition chimique de la palme	18
II.3.1.1.Cellulose	19
II.3.1.2. Hémicellulose	19
II.3.1.3. Les lignines	19
II.3.2. Traitement des palmes	21
Chapitre III : Matériels et méthodes expérimentaux	
III. Matériels et méthodes.....	22
III.1.Préparation et traitement des fibres.....	23
III.1.1. Préparation des fibres de palmes	23
III.1.2. Traitement des fibres.....	23
III.1.2.1. Produits et Matériels utilisés.....	23
III.1.2.2. Méthode de traitement	24
III.2. Synthèse de PLA	25
III.2.1. Produits et Matériels utilisés	25
III.2.2. Méthode	25
III.3. Préparation de biocomposite	26
III.3.1.Le biocomposite (amidon-fibres)	26
III.3.1.1. Plastification de l'amidon	27
III.3.1.2. Préparation de biocomposites	27

III.3.1.2.1. Produits et matériels utilisés	27
III.3.1.2.2. Méthode	28
III.3.2. Le bio composite (PLA-fibres).....	28
III.3.2.1. Produits et matériels utilisés.....	28
III.3.2.2. Méthode	29
III.4. Caractérisation des biocomposites	29
III.4.1. Spectroscopie infrarouge	29
III.5. Tests de biodégradation	29
III.5.1. Biodégradation à l'air libre	29
III.5.2. Biodégradation par enfouissement dans le sol	29

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV. Résultats et discussion	31
IV.1. Caractérisation de biocomposite	31
IV.2. La biodégradation des matériaux biocomposites.....	35
IV.2.1. Biodégradation à l'air libre.....	35
IV.2.1.1. Le biocomposite (amidon-fibres).....	35
IV.2.2. Biodégradation par enfouissement dans le sol	39
IV.2.2.1. Le biocomposite (amidon-fibres).....	39
IV.2.2.1.1. Méthode 1(perte de poids)	39
IV.2.2.1.2. Méthode 2(observation optique).....	40
IV.2.2.2. Le biocomposite (PLA-fibres)	43
IV.2.2.2.1. Méthode 1(perte de poids)	43
IV.2.2.2.2. Méthode 2(observation optique).....	44
Conclusion générale	46
Références bibliographiques	47

*Introduction
générale*

Introduction générale :

Les polymères synthétiques sont apparus à la fin du dix-neuvième siècle vers les années 1860, mais ce n'est seulement qu'après la seconde guerre mondiale que "l'essor des plastiques" a vraiment commencé. Depuis, nous observons un accroissement progressif de leur production, qui atteint ces dernières années plusieurs millions de tonnes/an. Grâce à leurs nombreuses propriétés ils sont utilisés dans de nombreux secteurs tels que le packaging, l'automobile, et la santé. On estime même à plus de 8 milliards de tonnes la totalité des plastiques produits à ce jour (2018). Le plastique a été conçu à la base pour améliorer les conditions de vie de l'homme, mais aujourd'hui, il devient une véritable préoccupation environnementale [1].

En effet, avec l'avènement des déchets plastiques qui menacent gravement notre environnement, mais aussi et surtout la santé humaine et animale, les multiples difficultés pour la collecte, le transfert et l'élimination des déchets ont des impacts tant environnementaux par exemple (enlaidissement du paysage de la ville, infertilité des sols, bouchage des canalisations du réseau, stagnation et pollution des eaux) et sanitaires (propagation de maladies hydriques telles que le choléra, la typhoïde, le paludisme et la mortalité du bétail suite aux indigestions causées par l'ingestion accidentelle des déchets plastiques. En effet, les animaux marins (tortues, hippopotames, baleines,...) et terrestres (les animaux ruminants) qui les ingèrent, meurent étouffés ou intoxiqués. L'incinération des emballages non biodégradables dont la matière première est d'origine fossile, émet du dioxyde de carbone, qui est un gaz à effet de serre [2]. Ceci a conduit à élaborer un plastique biodégradable pour l'empêcher de s'aggraver.

Le sujet des polymères biodégradables a attiré une large attention au début des années 1970 [3]. Le développement de biocomposites à partir de polymères biodégradables et de fibres naturelles a reçu une plus grande attention dans la science des composites en raison du fait qu'ils pourraient être complètement dégradés dans le sol ou par le processus de compostage et ne produisent aucun composant toxique ou nocif. Parmi les polymères biodégradables le poly acide lactique (PLA) est de plus en plus demandé est produit à partir de ressources agricoles renouvelables [4], ainsi que l'amidon qui est une ressource agricole renouvelable aussi.

Ces biopolymères sont renforcés et enrichis de fibres, qui peuvent être d'origine végétale. Les fibres peuvent être les sous-produits des folioles des palmiers dattiers qui encouragent le concept de valorisation des déchets. Environ 18 millions de palmiers dattiers sont cultivés en Algérie sur une superficie totale estimée à 169.380 hectares. Cette grande quantité de palmiers dattiers produit énormément de déchets, qui peuvent être responsable de problèmes phytosanitaires des oasis et elle doit être éliminée pour réduire leur impact sur l'environnement [5].

L'objectif de ce travail est d'élaborer un plastique biodégradable à base d'amidon et PLA renforcé par des fibres végétales, des palmes du palmier dattier traitées par la soude et non traitées avec différents fractions en masse dans le but de voir l'efficacité du traitement alcali et le comportement des fibres dans les biopolymères. Ces derniers seront caractérisés par la spectroscopie infrarouge en premier lieu puis subiront le test de biodégradation.

Ce mémoire se compose de quatre chapitres :

- ❖ Le premier chapitre concernant les notions et définitions sur les composites, les fibres végétales et les polymères biodégradables.
- ❖ Le deuxième chapitre dans lequel on définit les matières utilisées, l'amidon, le PLA et les palmes du palmier dattier.
- ❖ Le troisième chapitre dans lequel on présente les matériels et les méthodes appliquées.
- ❖ Le quatrième chapitre concernant une présentation des résultats expérimentaux et les discussions sur les phénomènes observés.

Enfin, une conclusion générale permet de résumer les résultats ce travail.

Chapitre I :
Notions et définitions

I.1. Matériau Composite :

I.1.1. Définition :

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux matériaux de natures différentes, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont l'ensemble des performances est supérieur à celui des composants pris séparément. La phase discontinue, appelée renfort ou matériau renforçant, est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue, appelée matrice (figure I.1) [6]. Il existe une zone de liaison entre la matrice et le renfort appelée l'interface, les matériaux composites généralement sont hétérogènes et anisotropes [7]. La classification des matériaux composites se fait selon la nature de ces deux éléments constitutants (matrice, renfort) comme il est représenté dans la (figure I.2) [8].

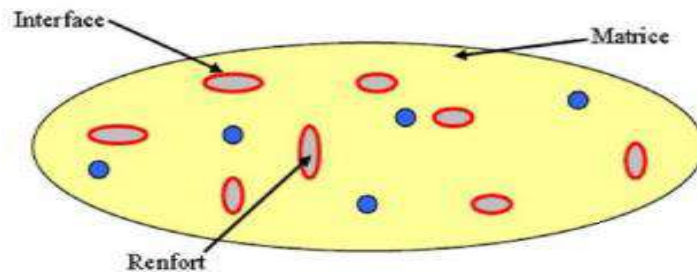


Fig I.1 : Un matériau composite [8].

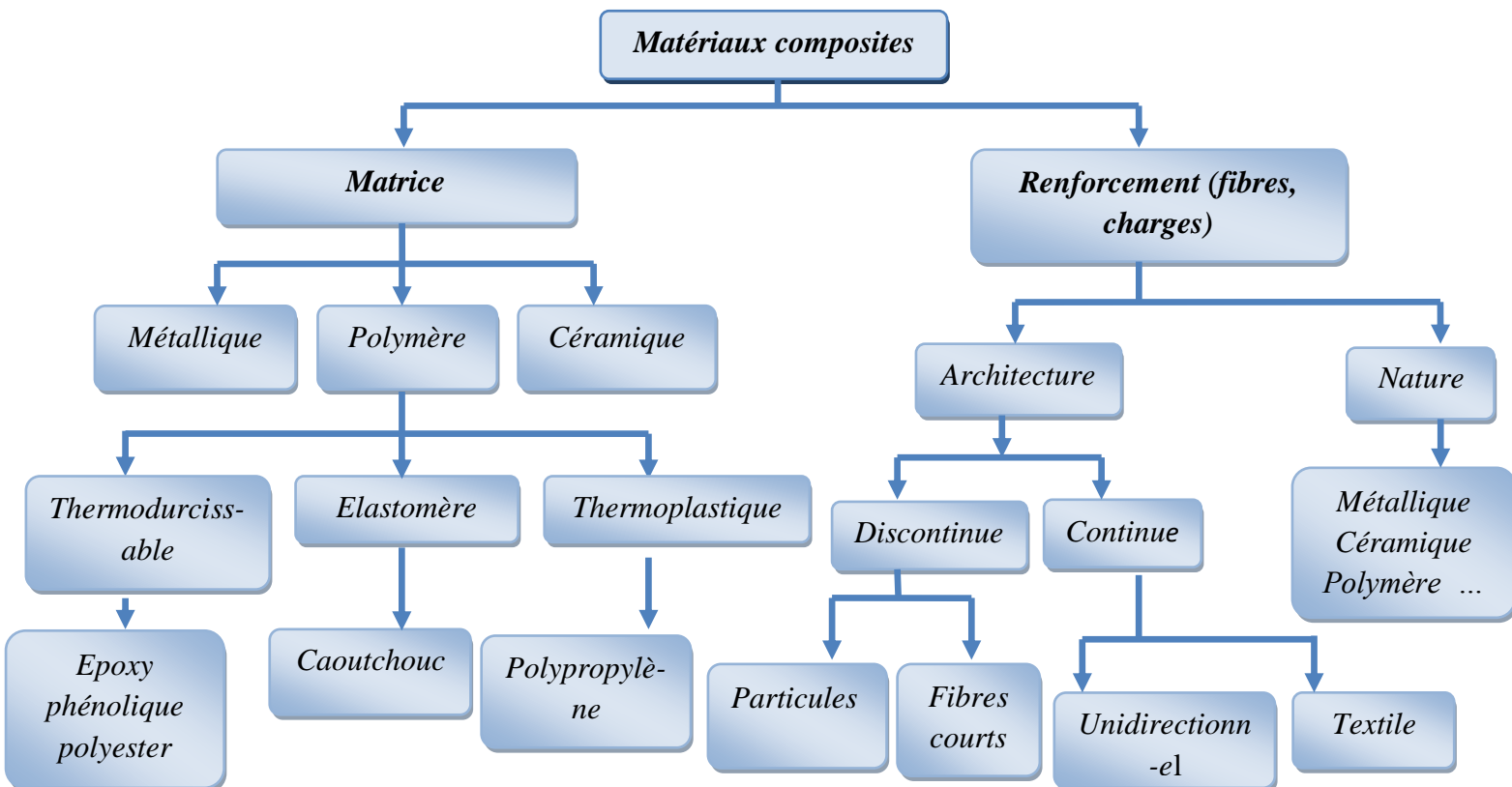


Fig I. 2 : Différentes bases pour classification des composites [8].

I.1.2. Construction d'un matériau composite :

I.1.2.1. Matrices :

Le terme matrice désigne la matière solide qui entoure les renforts pour former une masse compacte. Le premier rôle de la matrice est de maintenir les renforts dans une forme compacte et de donner la forme voulue au produit final. Elle sert également à protéger les fibres contre l'abrasion et un environnement agressif, contrôler le fini de surface et assurer le transfert de charges entre les fibres. La classification des types de matrices est schématiser dans la figure I.3 [9].

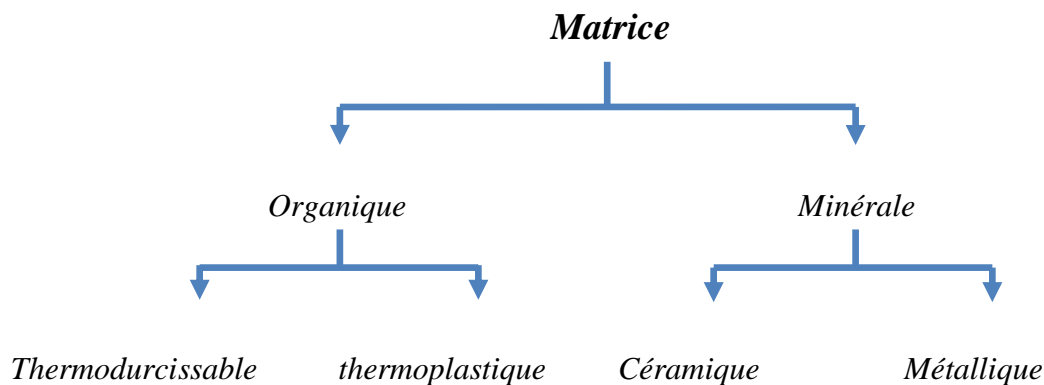


Fig I.3 : Les types de matrice [8].

I.1.2.2. Les renforts :

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 que les comportements au feu, la tenue en température (conservation des caractéristiques mécaniques à haute température) ou les propriétés électriques [9].

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) [10].

Les divers types des renforts sont schématisés et donnés par la figure I.4 au-dessous :

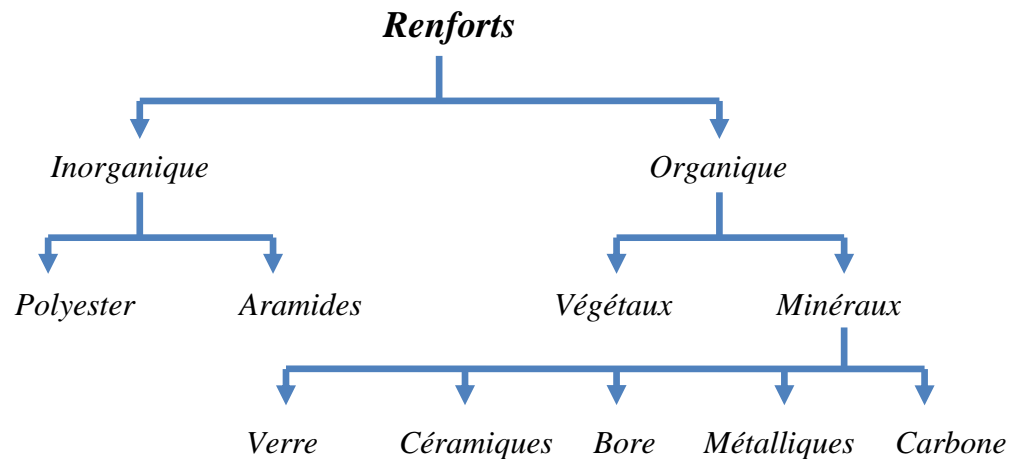


Fig I.4 : Les types de renfort [8].

I.1.2.3. Les charges et les additifs :

Les charges c'est toutes substances inertes, minérales ou végétales [11]. Sont incorporées essentiellement pour améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine (*charges renforçantes*) et peuvent être utilisées pour diminuer le coût de la résine ou d'améliorer certaines propriétés des résines (*charges non renforçantes*). Les additifs se trouvent en faible quantité (quelques % et moins) et interviennent comme : lubrifiants et agents de démoulage, pigments et colorants, agents anti-retrait et agents anti-ultraviolets [12].

I.1.3. Les biocomposites:

Les biocomposites deviennent des matériaux importants et répandus, comme ils l'étaient il y a des siècles, ils sont respectueux de l'environnement ainsi ils ont des bonnes propriétés mécaniques [13]. Il existe d'autres appellations proches comme "éco-composites" et "agro composites" qui s'inscrivent également pleinement dans les concepts émergents de chimie verte et de chimie durable. Ces matériaux fabriqués au moins à partir d'une matrice ou d'un renfort issus des ressources naturelles et renouvelables plus ou moins transformées mécaniquement et/ou chimiquement [14]. Un schéma de ces catégories de composites est présenté dans la (figure I.5). Les bio composites peuvent être utilisés dans différents secteurs et applications, par exemple : secteur d'emballage, secteur automobile, secteur agricole, domaine du sport et d'autres applications divers [10].

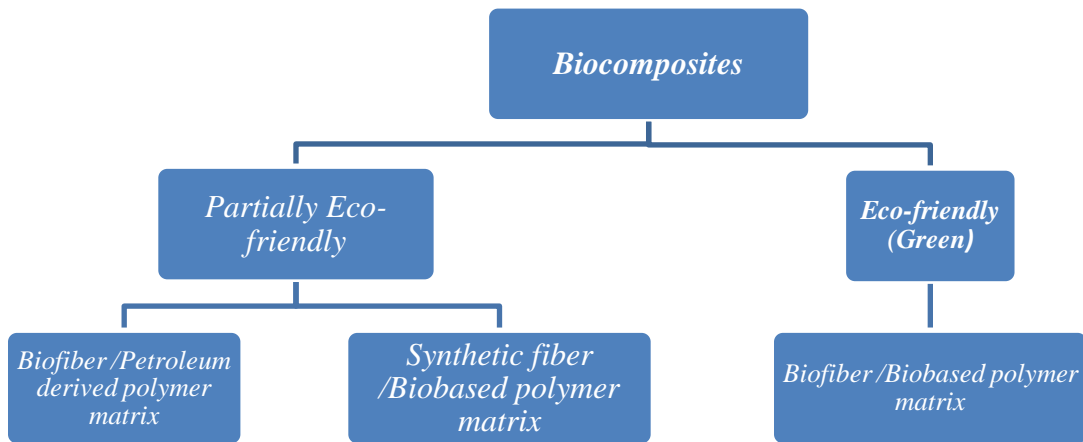


Fig I.5 : Classification des biocomposites [10].

I.2. Les fibres végétales :

Au cours des deux dernières décennies, les fibres naturelles à base de cellulose ont été matérialisées en tant qu'alternatives environnementales aux fibres synthétiques (verre, carbone, aramide ...) et ont remplacé les fibres synthétiques dans certains composés traditionnels dans les secteurs de fabrication industrielle car elles présentent des propriétés et avantages importants (Tableau I) [15].

En outre ces fibres sont classées selon l'origine en cinq types (figure I. 6) :

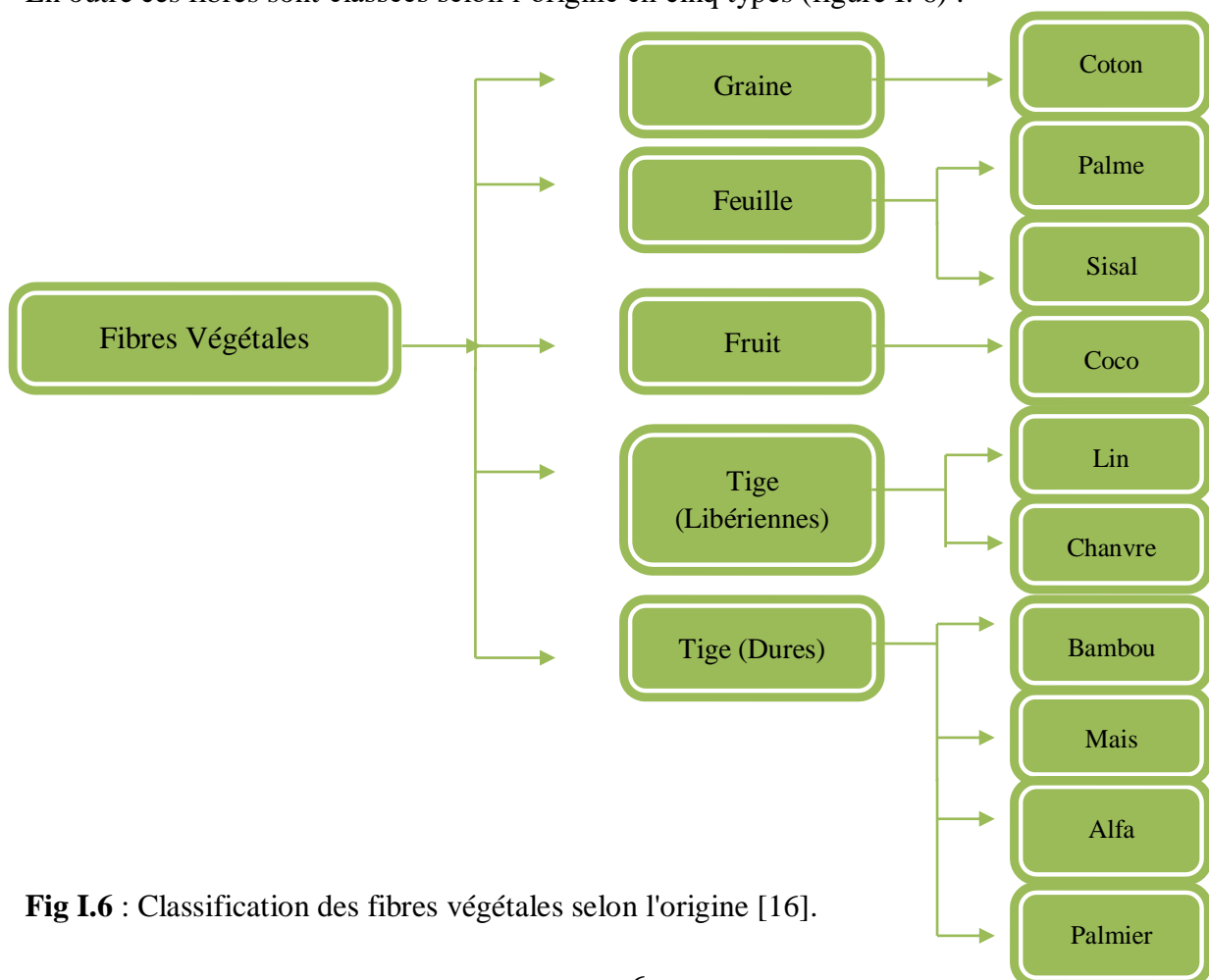


Fig I.6 : Classification des fibres végétales selon l'origine [16].

Tableau I : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales [16].

<i>Avantages</i>	<i>Inconvénients</i>
Faible couts.	Absorption d'eau.
Biodégradabilité (pour l'environnement).	Biodégradabilité (pour le matériau).
Neutre pour l'émission de CO ₂ .	Fibres anisotropes.
Pas de résidus après incinération.	Renfort discontinu.
Ressource renouvelable.	Faible tenue thermique (200 à 230°C max).
Propriétés mécaniques spécifiques importants (résistance et rigidité).	Variation de qualité en fonction du lieu, de croissance, des conditions météorologiques.
Demande peu d'énergie pour la production.	Pour des applications industrielles, nécessite de gestion d'un stock.
Non abrasif pour les outillages.	Faible stabilité dimensionnelle.
Pas d'irritation cutanée lors de manipulation des fibres.	

I.3. Polymère biodégradable :

L'utilisation excessive des polymères nocifs à base de pétrole conduit à un sérieux épuisement de la capacité de mise en décharge, ceci encourage à l'élaboration d'un plastique ou un polymère biodégradable et écologique [17]. La figure ci-dessous montre les différentes sources pour obtenir le plastique biodégradable où le polymère biodégradable n'est pas toujours biosourcé et le polymère biosourcé n'est pas forcément biodégradable [18] :

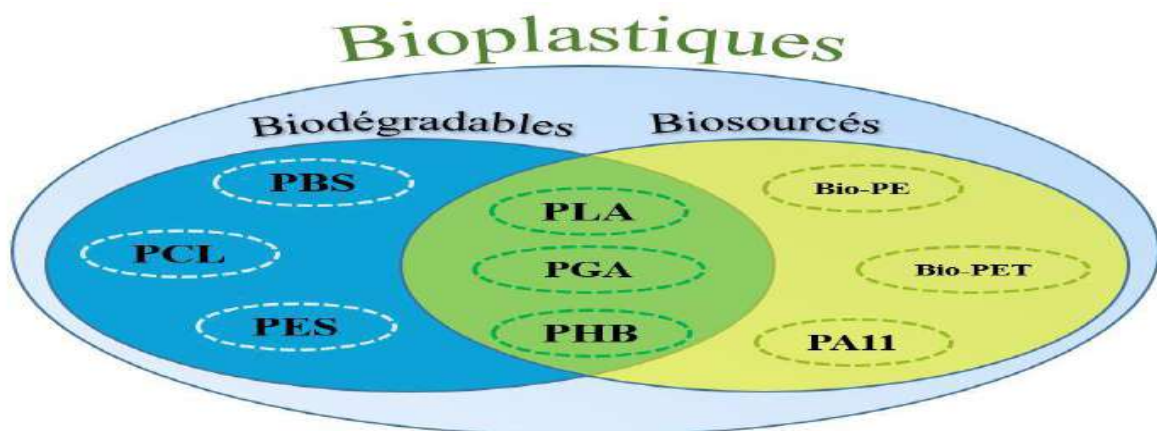


Fig I.7 : Différents plastiques biodégradables et plastiques biosourcés [18].

I.3.1. Définition de polymère biodégradable :

Les polymères biodégradables sont des matériaux qui peuvent être convertis en présence de microorganismes en (CO_2 et H_2O) dans un milieu aérobie et en (CH_4 et H_2O) dans le milieu anaérobie [19]. Une nouvelle biomasse non toxique pour l'homme et l'environnement [20].

Le cycle de vie des polymères biodégradables est représenté dans la figure suivante :

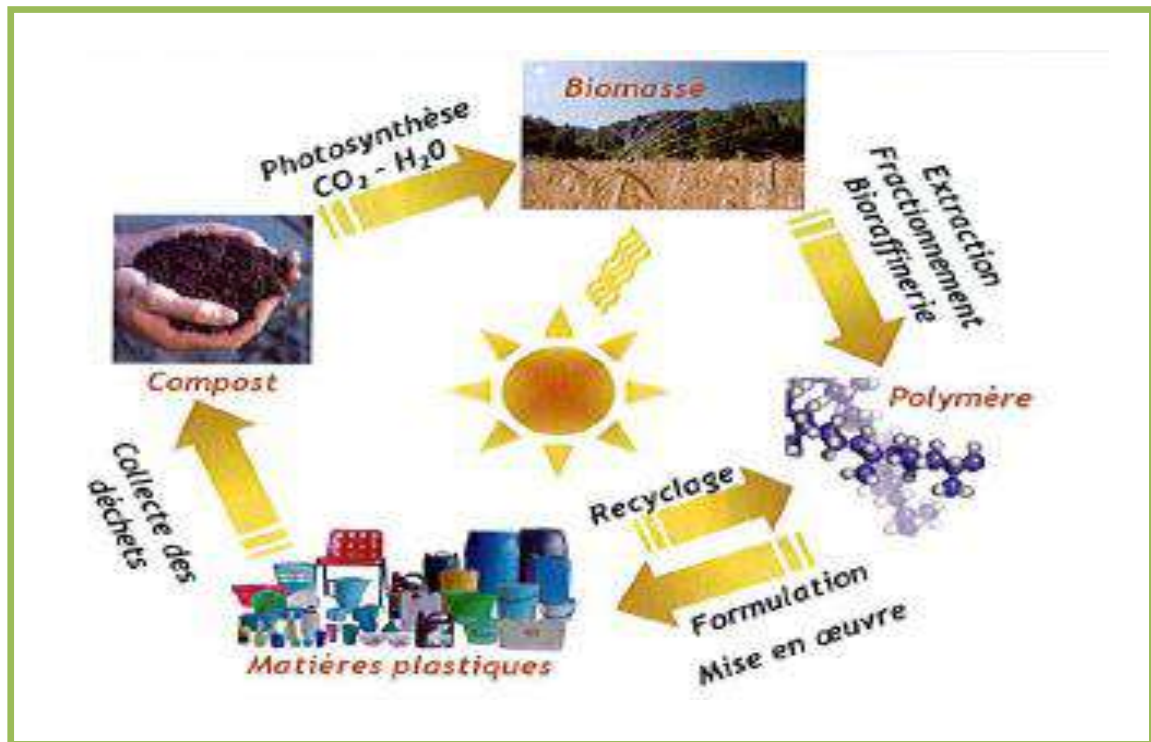


Fig I.8 : Cycle de vie de polymères biodégradables et biosourcés [21].

I.3. 2. Les différents types de polymères biodégradables :

Les polymères biodégradables peuvent être produits à partir de ressources renouvelables et fossiles. Ces deux grandes familles sont schématisées dans la figure I.11 [22] :

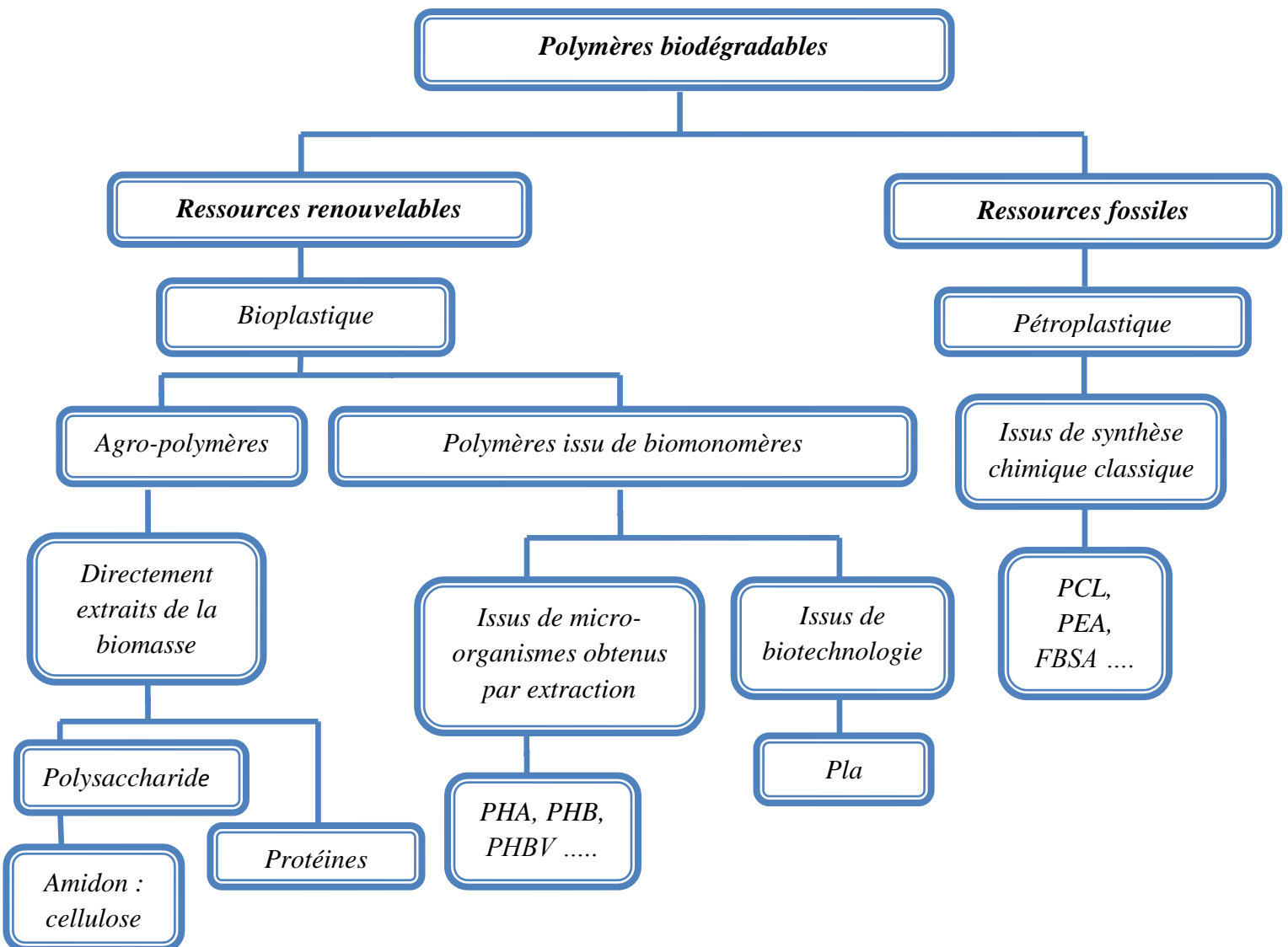


Fig I.9 : Classification des matériaux polymères biodégradables [22].

I.3.3. Applications des biopolymères :

Les bios polymères sont appliqués dans trois grands secteurs tel que : biomédical, l’agriculture et les emballages :

- Biomédical : ces matériaux libèrent les différents principes actifs utilisés dans les médicaments à des vitesses en relation avec leur susceptibilité d’être dégradés par les enzymes, aussi comme prothèse résorbable et fil de sutures. Ce matériau est biosourcé et réduit les risques de réactions indésirables avec l’organisme humain [22].
- L’agriculture : les biopolymères sont utilisés dans le secteur agricole comme régénérateurs du sol et comme un film dans la couverture des plantes, ce film est ensuite mélangé avec le sol pour agir comme un fertilisant en fin de son utilisation et il peut utiliser comme des sacs de stockage biodégradables pour les différents fertilisants et produits chimiques [22].

- L'emballage : dans le domaine de l'emballage alimentaire [22].

I.3.4. La biodégradation :

I.3.4.1. Définition :

La biodégradabilité est la propriété la plus importante pour caractériser l'impact d'un produit organique sur l'environnement. La biodégradabilité est un processus naturel de décomposition de la matière organique. Elle est due à la présence de liaisons facilement clivables comme les liaisons esters ou amides conduisant à la formation de molécules simple et de fragments de plus petite taille. Quatre éléments y concourent : avant tout, les micro-organismes sans lesquels aucune biodégradation ne serait possible, l'humidité, l'oxygène et la température. La durée nécessaire pour une biodégradation totale des matériaux, pour la bio-assimilation, est importante à considérer, puisqu'en fonction de l'utilisation du matériau, une durée trop courte ou trop longue n'a pas nécessairement d'intérêt [23].

I.3.4.2. Les facteurs qui influencent sur la biodégradation :

La biodégradation est influencée par un certain nombre des facteurs qui pourraient être regroupés en quatre catégories :

I.3.4.2.1. Les paramètres physico-chimiques du milieu de dégradation :

- La température qui favorise l'activité microbienne ;
- La teneur en eau du milieu qui doit être suffisante pour permettre aux fonctions des ; micro-organismes de s'exprimer
- Le pH [23].

I.3.4.2.2. Les paramètres microbiologiques du milieu de dégradation :

La présence de micro-organismes/enzymes spécifiques dans le milieu de dégradation va accroître le processus de dégradation. Les micro-organismes suivant le cas, donneront lieu à une dégradation aérobie ou anaérobie [23].

I.3.4.2.3. La structure et les propriétés des polymères constituant le matériau :

Le degré de polymérisation influence fortement la biodégradation. Un polymère faiblement cristallin et de masse molaire peu élevée est plus facile à dégrader. Par contre il sera difficile d'hydrolyser un polymère dont la structure est bien organisée (cristalline) [23].

I.3.4.2.4. Le procédé de fabrication du matériau :

- Le procédé de fabrication envisagé (extrusion, injection, thermoformage ...) ;
- Les conditions de mise en forme du matériau (température, pression, utilisation plastifiants, d'additifs) ;
- L'épaisseur du matériau [23].

I.3.4.3. Mécanismes de biodégradation :

Les processus mis en jeu lors de la biodégradation sont nombreux et complexes et font intervenir une suite de phénomènes qui, sommairement, sont les suivants :

- une première phase correspondant à une détérioration du produit, appelée désintégration. Elle est généralement provoquée par des agents extérieurs (mécanique comme le broyage, chimique comme l'irradiation UV, ou thermique comme la phase pasteurisation en compostage) [24].

Les micros organismes ou d'autres être vivants (vers de terre, insectes, racines, voire rongeurs) peuvent aussi fragmenter le produit : on parle alors de bio fragmentation. Cette première phase est très utile car elle a pour résultat le morcellement du matériau qui, ainsi, sera plus facilement accessible aux micros organismes (augmentation de la surface de contact) [24].

- une deuxième phase correspondant à la biodégradation proprement dite. Il s'agit ici de l'attaque du matériau par les micros organismes qui vont, grâce à leurs enzymes le transformer en métabolites qui seront assimilés dans les cellules, le résultat final étant la minéralisation qui correspond à la production de CO₂ et/ou CH₄ et d'eau. Cette deuxième phase est souvent concomitante à la première [24].

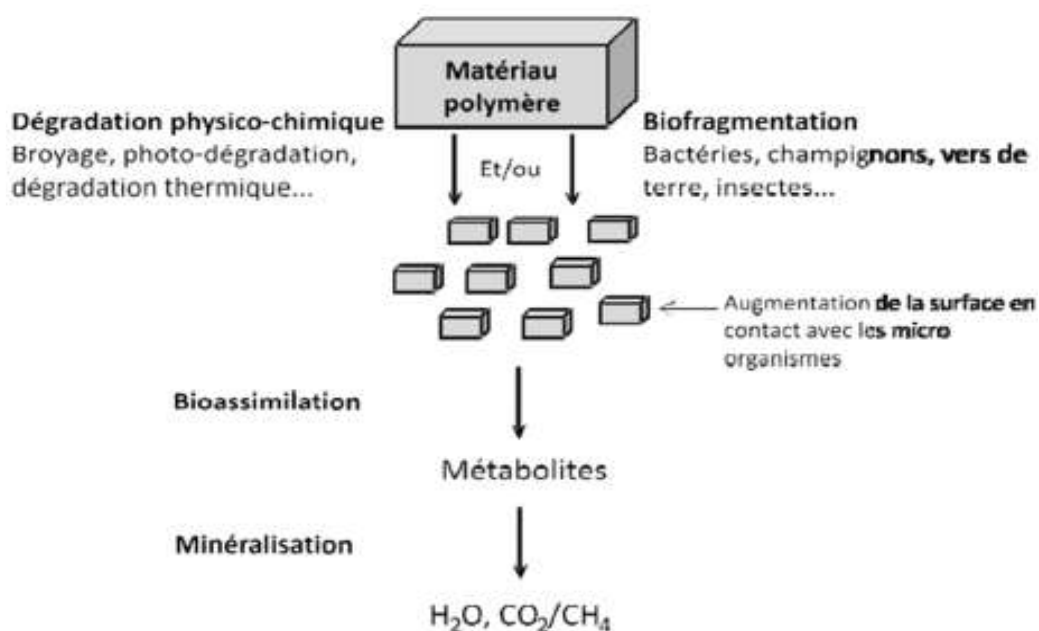


Fig I.10 : Mécanisme de biodégradation des polymères [23].

Chapitre II :
Notions sur les
matériaux utilisés

II.1. L'amidon :

L'amidon est un polysaccharide d'origine végétale composé d'unités glucose $C_6H_{12}O_6$. C'est la principale matière glucidique de réserve pour les végétaux et un constituant essentiel de l'alimentation humaine. Il représente une fraction pondérale importante de matières agricoles telles que les céréales (30 à 80 % de matières sèche), les tubercules (60 à 90%) et les légumineuses (25 à 50 %) [10]. C'est la plus importante source de glucides de l'alimentation humaine, il peut être produit principalement à partir du maïs ou d'autres cultures telles que la pomme de terre, le blé, l'orge, le riz et les légumes (pois, lentilles...) [10].

L'amidon est contenu dans les cellules des plantes sous forme de granules libres comme dans la pomme de terre où il se trouve dans le cytoplasme des cellules. Dans ce cas, son isolation est relativement simple : la plante est broyée provoquant la rupture des cellules, les granules libérés sont lavés à l'eau et laissés sédimenter à partir du "lait d'amidon" obtenu puis séchés. Pour les céréales, l'amidon est inclus dans une matrice protéinique qui nécessite un processus de séparation plus complexe. En effet, les graines doivent subir, avant le broyage, un ramollissement préalable dans des conditions bien définies telles que la température, le temps et le pH [10].

II.1.1. Structure de l'amidon natif :

Les granules d'amidon sont des particules blanches, semi-cristallines, insolubles dans l'eau à température ambiante et dont la taille varie entre 2 et 100 μm . La taille et la forme des granules sont spécifiques de chaque espèce végétale. Les constituants de l'amidon sont essentiellement représentés par des polyholosides (98 à 99 %), et la fraction non glucidique (1 à 2 %) étant donc minoritaire [25].

L'amylose et l'amylopectine sont les deux polymères de base constituant l'amidon, le tableau II indique les teneurs de ces deux polymères botaniques de certaines sources d'amidon [25].

Tableau II : Teneur en amylose et amylopectine des amidons de différentes sources botaniques [10].

<i>Source botanique</i>	<i>Amylose (%)</i>	<i>Amylopectine (%)</i>
Maïs normal	28	71–74
Pomme de terre	–	65–85
Blé	26	67,2–68,4

II.1.1.1. L'amylose :

L'amylose est une macromolécule linéaire, très peu ramifiée, constituée d'unités α -D-Glucose, liées par des liaisons de type α -(1-4) (Figure II.1). L'amylose native présente des degrés de polymérisation entre 500 et 6000 qui varient selon l'origine botanique de la molécule [25].

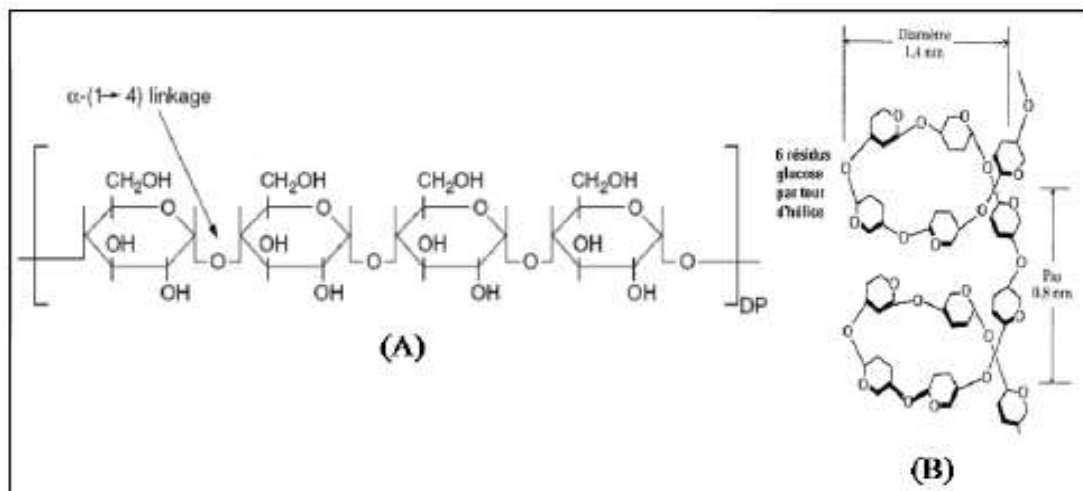


Fig II.1 : (A) Structure chimique de l'amylose, (B) Hélice d'amylose [10].

II.1.1.2. Amylopectine :

L'amylopectine est un polymère fortement branché constitué de résidus D glucopyranose liés par des liaisons α . Les liaisons glycosidiques sont de type α -(1-4) sauf aux points de branchement, représentant 5 à 6 % des liaisons, où elles sont de type α -(1-6) (Figure II.2) [25].

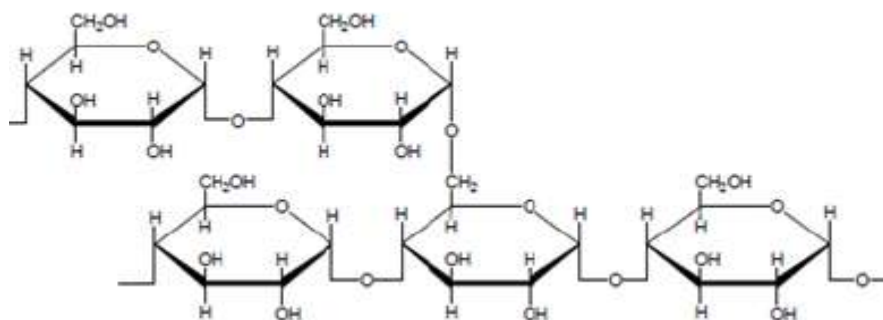


Fig II.2 : Structure chimique de l'amylopectine [10].

II.1.2. Propriétés de l'amidon :

II.1.2.1. Propriétés hydro thermiques :

En présence d'eau et à une température suffisante, les grains d'amidons vont gonfler, se gélifier et puis se rétrograder. Trois phénomènes peuvent être observés lors des études des propriétés fonctionnelles de l'amidon :

II.1.2.1.1. La sorption :

A cause de sa structure chimique, l'amidon est une molécule fortement hydrophile, les régions cristallines et amorphes réagissent de différentes manières. A température ambiante, l'eau pénètre plus facilement dans les régions amorphes des grains et interagit avec les molécules d'amidon par l'intermédiaire de liaisons hydrogène, conduisant à un léger gonflement des grains d'amidon; toutefois ce gonflement est réversible [26].

II.1.2.1.2. La gélatinisation :

En présence d'un excès d'eau et à des températures supérieures à 60°C, les grains d'amidon se gélatinisent, se gonflent irréversiblement et deviennent solubles. Elle est également définie comme la perte de la structure semi-cristalline de la granule d'amidon à la suite d'un traitement hydrothermique. La gélatinisation est accompagnée d'un gonflement de la granule d'amidon ainsi que de l'augmentation de la viscosité de la suspension d'amidon [26].

II.1.2.1.3. La rétrogradation :

La rétrogradation désigne les changements qui interviennent dans la structure des granules et dans leur milieu de dispersion au cours du refroidissement ou pendant la conservation des empois d'amidon à basses températures [26]. Ces changements sont les résultats d'une réorganisation de l'amylose et de l'amylopectine après la gélatinisation et tendent à conférer à ces derniers un nouvel équilibre conformationnel. Il en résulte un phénomène de synérèse, avec une exsudation de liquide et une chute de viscosité. L'amidon passe d'un état amorphe, dispersé à un état insoluble, agrégé et cristallin. C'est un phénomène irréversible [10].

II.1.3. Plastification de l'amidon :

Pour mettre en œuvre l'amidon, il est nécessaire qu'il perde sa structure granulaire native semi-cristalline et acquière un comportement proche de celui d'un thermoplastique fondu. L'amidon à l'état natif ne présente pas de comportement thermoplastique intrinsèque. Lors de l'extrusion, quatre phénomènes se produisent à différents niveaux : Fragmentation des grains d'amidon, rupture des liaisons hydrogène entre les molécules (déstructuration + plastification), fusion et dépolymérisation (rupture des chaînes macromoléculaires) partielle de l'amidon (figure II.3) [27].

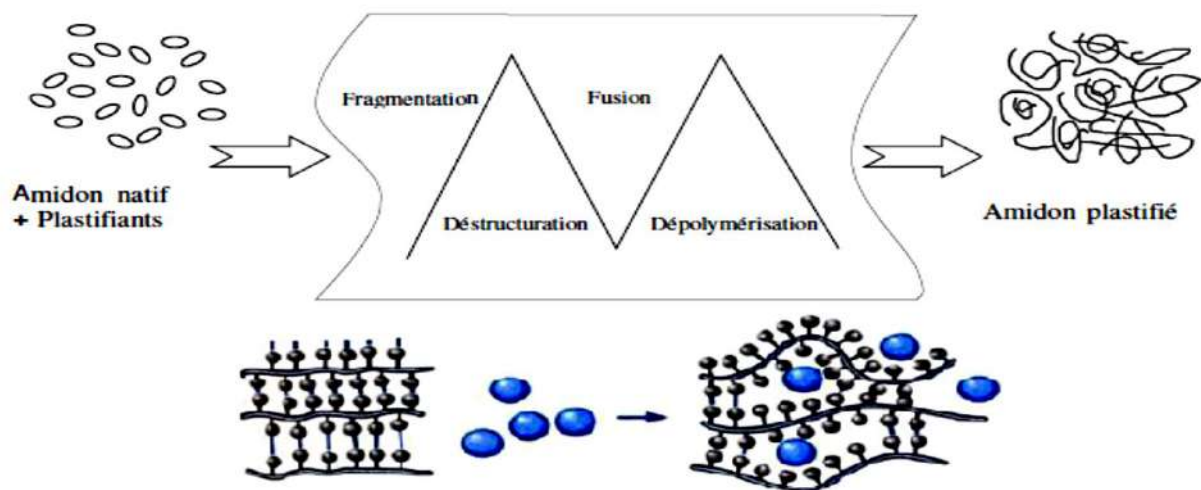


Fig II.3 : Schématisation du mécanisme de plastification [10].

Concernant du plastifiant, l'eau est le plastifiant naturel le plus efficace de l'amidon. Cependant l'eau est un plastifiant volatil susceptible de s'évaporer pendant la mise en œuvre ou pendant le stockage ultérieur des matériaux obtenus, d'autres molécules moins volatiles sont donc utilisées. Il s'agit le plus souvent de composés comportant des groupements hydroxyles (polyols) favorisant la compatibilité avec l'amidon et diminuant l'intensité des interactions hydrogène entre chaînes. Parmi ceux-ci, le plus utilisé dans la littérature est le glycérol [27].

II.2. L'acide polylactique (PLA) :

II.2.1. Définition :

L'acide polylactique, désigné sous l'acronyme PLA provenant du terme anglais « polylacticacid », est une matière plastique créée par une synthèse classique, comme pour les matières plastiques synthétiques. Il s'agit en fait d'un polymère créé à partir du monomère d'acide lactique produit grâce à un processus de fermentation du glucose. Ce n'est qu'à partir des années 1990 que ce polymère connut un succès grandissant et fut produit industriellement. Il est devenu le premier polyester biosourcé fabriqué de manière industrielle en raison de la chute de ses coûts de production, de sa disponibilité commerciale et de ses applications potentielles [23].

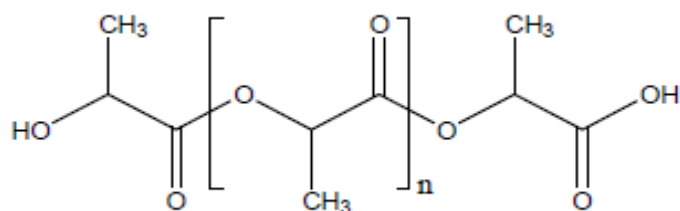


Fig II.4 : Structure moléculaire du PLA [23].

II.2.3. Obtention de PLA :

Le monomère de PLA peut être synthétisé par deux méthodes ; soit par voie biologique ou chimique [28]. La méthode de polymérisation par formation de lactide est la méthode la plus utilisée car elle permet d'avoir un polymère avec un haut poids moléculaire. À partir de la fermentation du glucose, le L-acide lactique, le D-acide lactique ou un mélange des deux sont pré-polymérisés pour obtenir un poly (acide lactique) intermédiaire à faible masse moléculaire. Il est ensuite transformé catalytiquement en mélange de lactides. Le lactide peut exister sous trois formes selon les isomères d'acide lactique : L-lactide (deux molécules de L-acide lactique), D-lactide (deux molécules de D-acide lactique) et meso-lactide (une molécule de L acide lactique et une molécule de D-acide lactique). Enfin, une polymérisation par ouverture de cycle des lactides est effectuée et permet d'avoir un PLA avec un poids moléculaire contrôlé [29].

II.2.4. Composition chimique :

L'acide lactique (acide 2-hydroxypropanoïque), $\text{CH}_3\text{-CH(OH)-COOH}$, possède un carbone asymétrique et peut donc exister sous la forme de deux stéro-isomères : la forme lévo-lactique (L+) qui est présente dans de nombreux organismes et la forme dextro-lactique (D-) qui est très rare dans la nature [28].

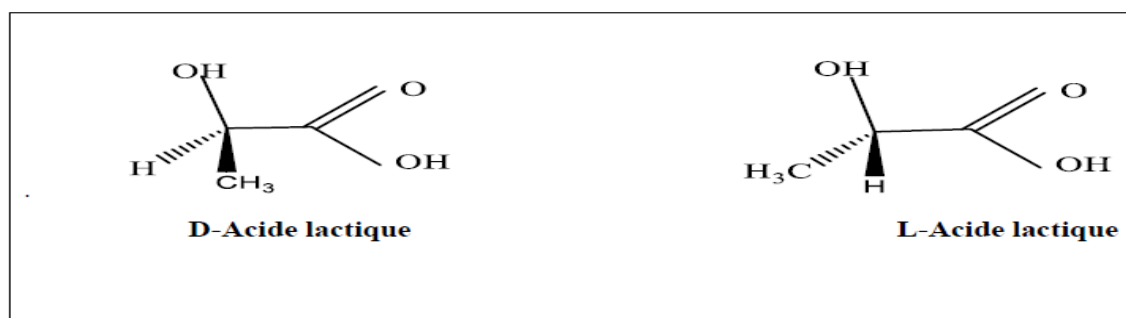


Fig II.5 : Les stéréo-isomères de l'acide lactique [30].

Etant donné qu'il y'a deux formes actives de l'acide lactique, il peut exister sous la forme de trois stéréoisomères : le L-lactide (L-LA), le D-lactide (D-LA) et le mésolactide [28].

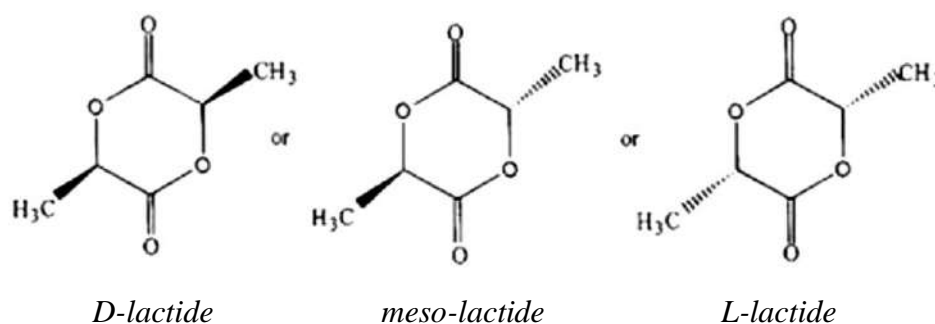


Fig II.6 : Les trois isomères du lactides [28].

II.2.5. Propriétés du PLA :

II.2.5.1. Propriétés thermique :

Le PLA est un thermoplastique, quand il est énantiomériquement pur celui-ci est semi-cristallin avec une température de transition vitreuse (T_g) d'environ 60°C , et une température de fusion (T_f) d'environ 152°C pour tous les PLA et une température de cristallisation (T_c) de 110°C . Le PLA est stable thermiquement jusqu'à 300°C . A des températures supérieures, la dégradation du PLA entraîne la formation d'espèces volatiles et d'un résidu carboné qui serait composé principalement de carbones insaturés [28].

II.2.5.2. Propriétés mécaniques :

- Relativement fragile mais possède une bonne rigidité.
- Les propriétés mécaniques des PLA de masse molaire plus élevée sont légèrement meilleures que celles des PLA de plus faible masse molaire [28].

II.2.5.3. Autre propriétés :

- Une rigidité importante.
- Une très bonne propriété optique en termes de transparence et de brillance.
- De bonnes propriétés barrières aux graisses, aux huiles et aux arômes.
- Bonnes barrières aux gaz (O_2 , CO_2), ce qui lui permet d'être intermédiaire aux différents polymères de grande diffusion.
- Une faible tension superficielle permettant une impression facile.
- Soluble dans la majorité des solvants organiques communs comme le THF, l'acétone, le chloroforme [28].
- Le PLA est sensible à la combinaison de l'humidité, et de la température. Il est recommandé de sécher le polymère avant utilisation [28].

II.3. Les palmes :

Le palmier dattier est considéré par les arabes comme arbre noble, ils lui ont donné le nom «Nakhla» qui signifie le pur, le meilleur ou l'essentiel. C'est un arbre offre de larges possibilités d'adaptation, c'est une espèce thermophile [31], contient des différentes parties représentées dans la (figure II.7). Existe en Algérie et il se concentre principalement dans les wilayas Sud- Est et Sud-Centre [16]. La palme ou « Djérid » est une feuille pennée dont les folioles sont régulièrement disposées en position oblique le long du rachis qui s'étend au pétiole. Les segments inférieurs sont transformés en épines, plus ou moins nombreuses [32], et plus ou moins longues. Le pétiole (Kornaf) est dur et relativement rigide. La palme a une durée de vie allant jusqu'à 7ans. Leur structure change suivant la variété, l'âge et les conditions environnementales

et présentent 3 segments différents: le pétiole, le segment à épines et le segment à folioles (figure II.8) [31].

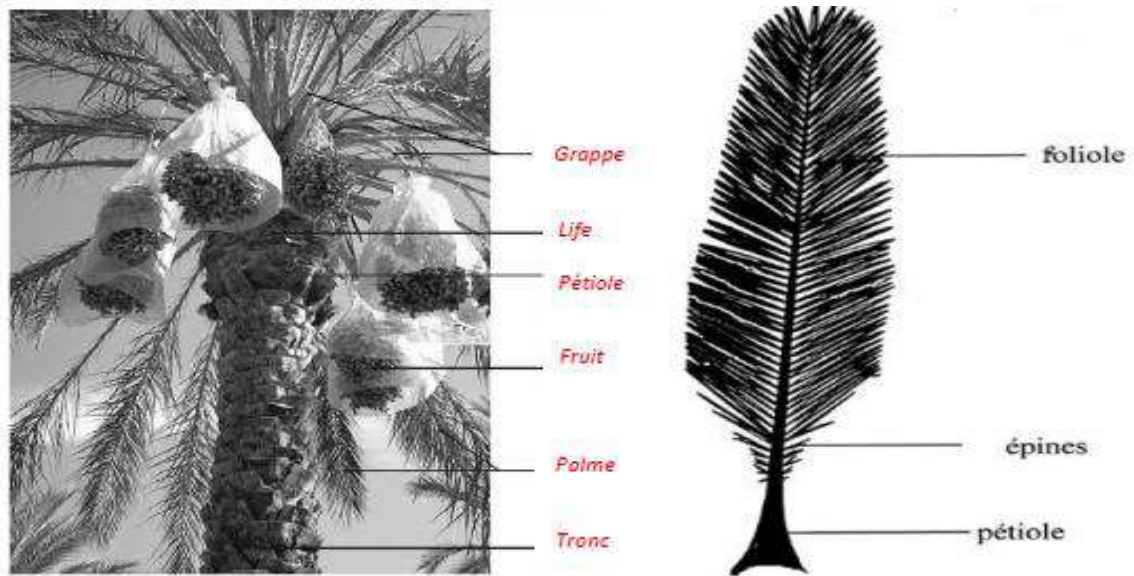


Fig II.7 : Différentes parties d'un palmier dattier [32]. **Fig II.8 :** Schéma d'une palme [31].

II.3.1. Composition chimique de la palme :

La cellulose, l'hémicellulose et la lignine sont les constituants principaux des fibres végétales ou les fibres lignocellulosiques. Leurs proportions varient en fonction de l'origine botanique de la fibre étudiée (figure II.9) [33].

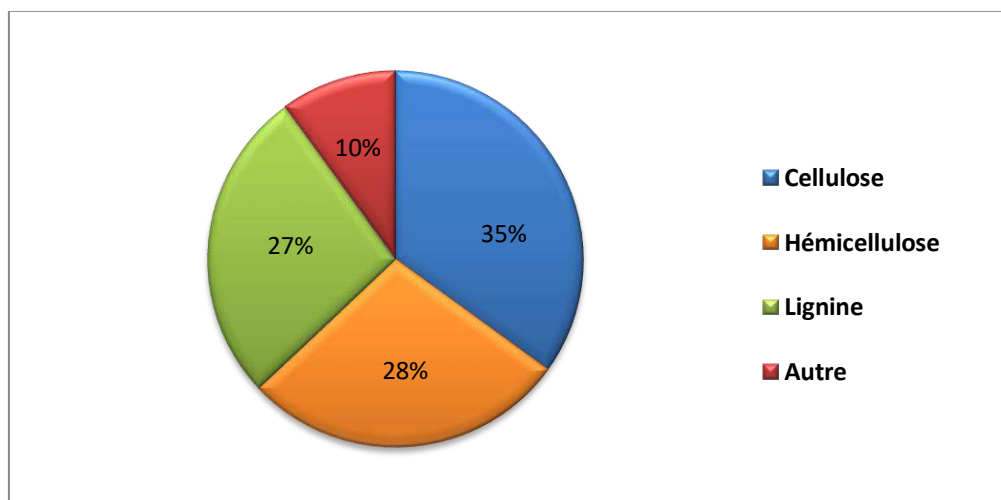


Fig II.9 : Composition chimique des fibres de palmier (% en poids) [16].

II.3.1.1. Cellulose:

La cellulose est une macromolécule constituée par une très longue chaîne stéréo régulière composée de maillons de glucose $C_6H_{12}O_6$ (figure II.10). Le motif de répétition est le dimère cellobiose. Le nombre de motifs de répétition ou le degré de polymérisation varie suivant l'origine de la cellulose [34].

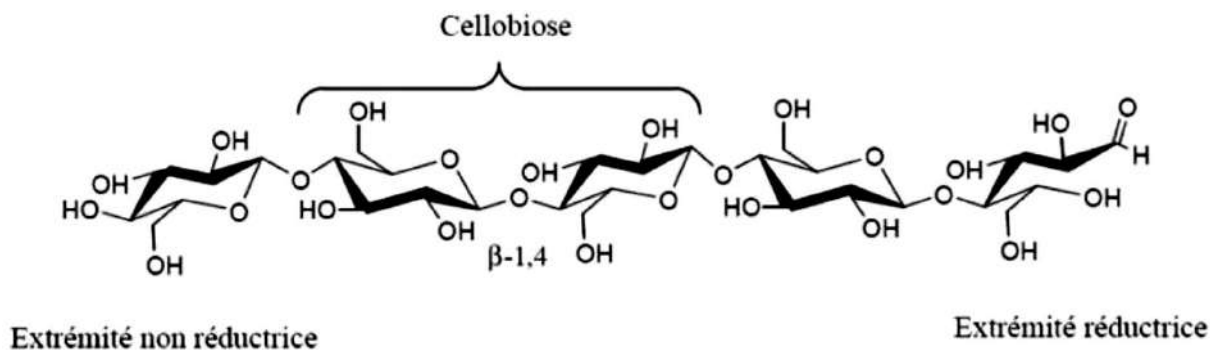


Fig II.10 : Schéma de molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène [34].

II.3.1.2. Hémicellulose :

Contrairement à la cellulose, l'hémicellulose est un polysaccharide formé d'unités saccharidiques de nature différente. Elle est composée principalement de xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose et d'acide uronique (Figure II.11). Sa structure diffère selon l'origine végétale [35]. Aussi l'hémicellulose a une structure non-cristalline, et présente un degré considérable de ramifications de chaîne, tandis que la cellulose est strictement un polymère linéaire et le degré de polymérisation de l'hémicellulose est de 10 à 100 fois plus faible que celui de la cellulose native et elle est très hydrophile, soluble en milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides [34].

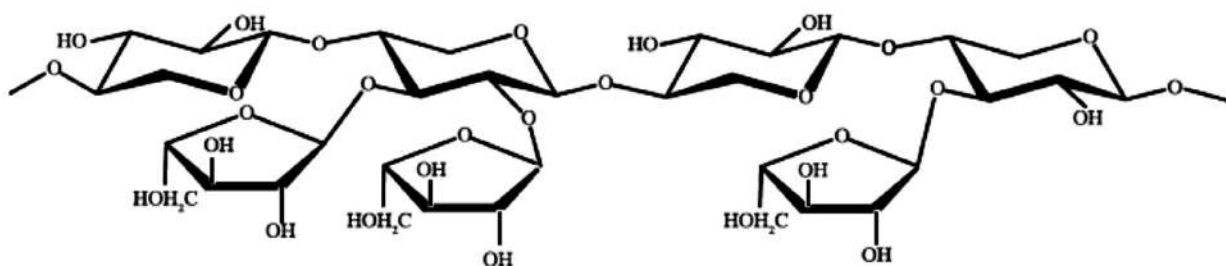


Fig II.11 : Exemple de Structure hémicellulose [34].

II.3.1.3. Les lignines :

Les lignines sont des polymères d'hydrocarbures complexes avec des constituants à la fois aliphatiques et aromatiques (figure II.12) qui sont : l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique. La lignine participe à la rigidité structurale des parois cellulaires et protège les plantes contre l'attaque des organismes pathogènes. Ses propriétés mécaniques sont

plus faibles que celles de la cellulose. Elle est totalement amorphe et de nature hydrophobe. C'est le composé qui donne de la rigidité à la plante. De même la lignine est considérée comme un polymère thermoplastique, présentant une température de transition vitreuse d'environ 90°C et une température de fusion de l'ordre de 170°C. Elle n'est pas hydrolysée par les acides, mais soluble dans les solutions alcalines, elle s'oxyde facilement et aisément condensable avec du phénol [34].

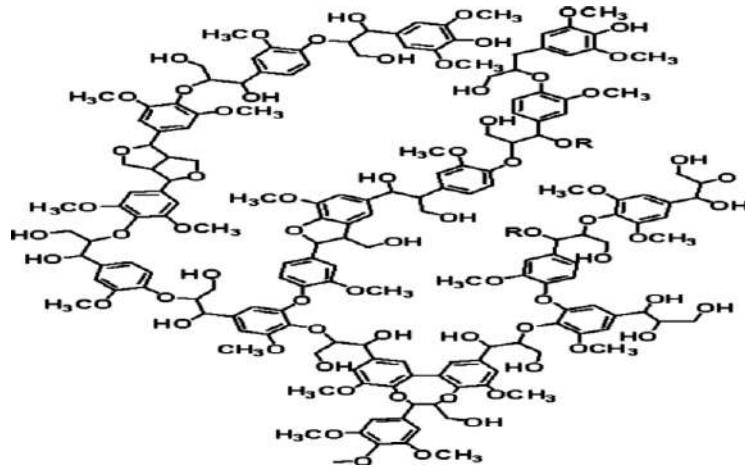


Fig II.12 : Représentation schématique de structure de la lignine [34].

II.3.2. Traitement des palmes :

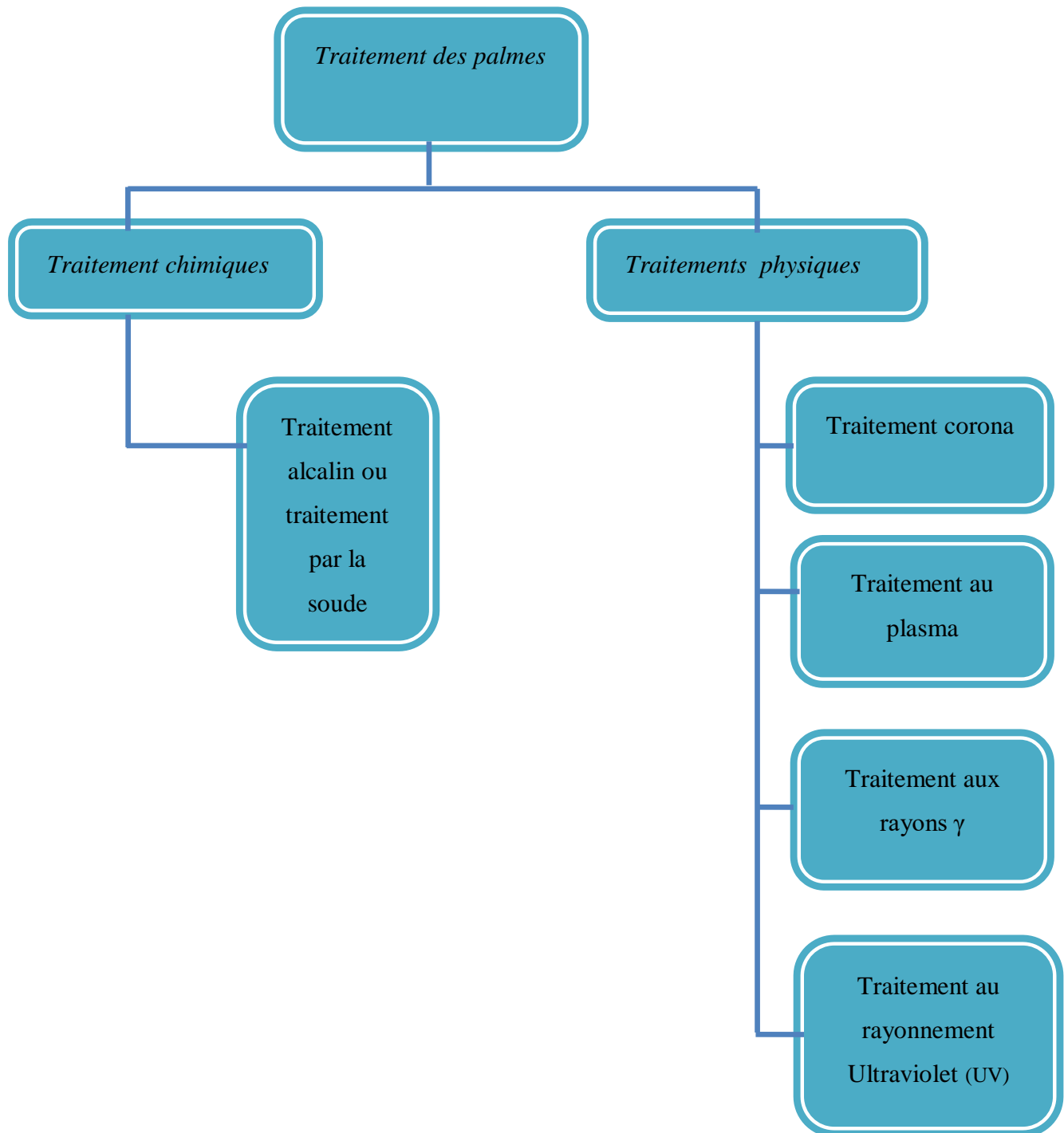


Fig II.13 : Les méthodes de traitement des palmes [36].

Chapitre III :
Matériels et méthodes

III. Matériels et méthodes :

L'objectif de ce travail est d'étudier le rôle des renforts végétaux issus des palmes dans les matériaux composites et de voir son efficacité sans et avec traitement pour élaborer un plastique biodégradable de meilleures caractéristiques. Les thématiques de ce travail ont été réalisées au laboratoire de recherche de génie des procédés de la faculté des sciences appliquées de l'université d'Ouargla.

Les différentes étapes de ce chapitre sont récapitulées dans l'organigramme suivant : (Figure III.1)

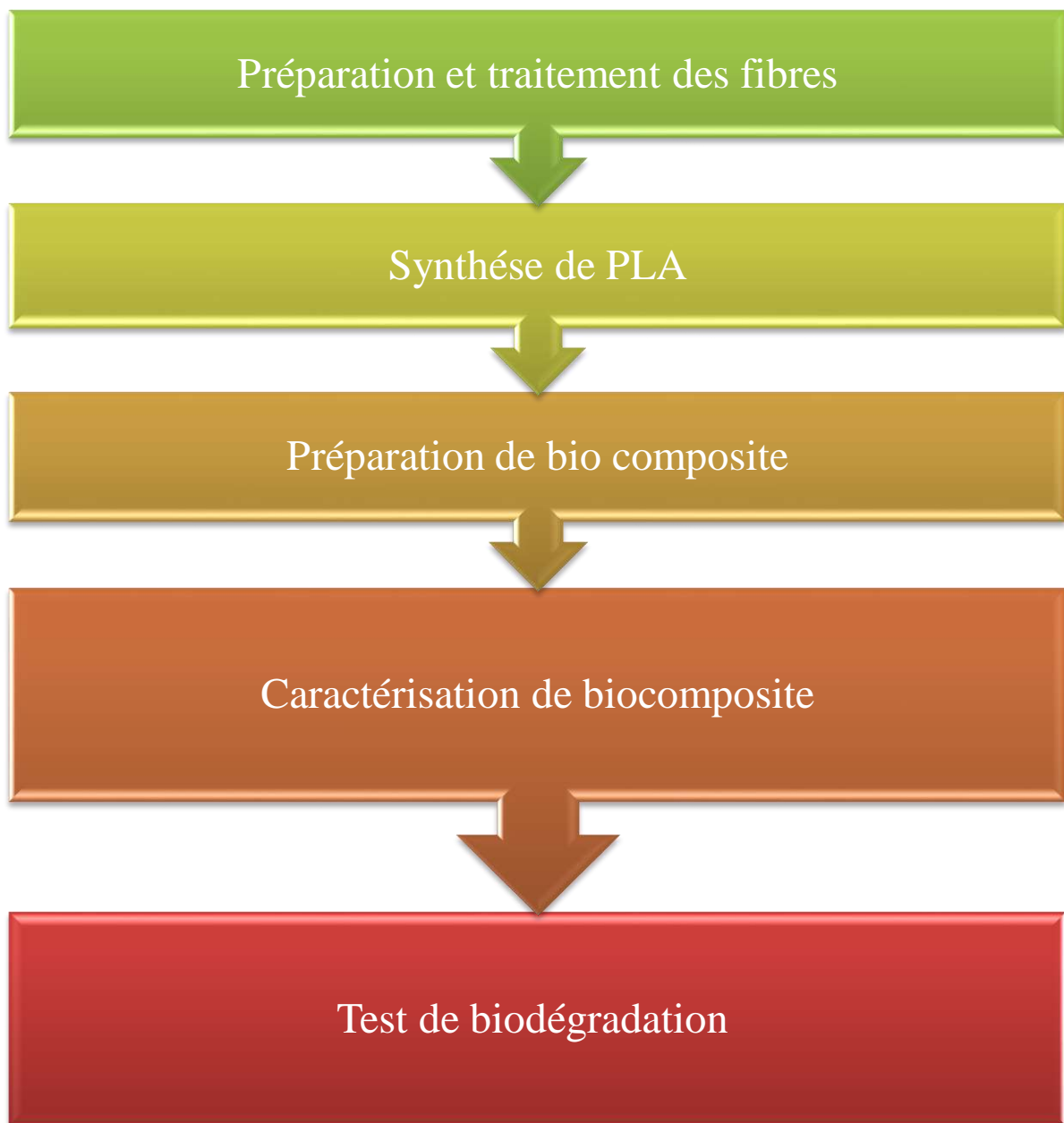


Fig III.1 : Plan de travail expérimental.

III.1. Préparation et traitement des fibres :

Les folioles du palme ont été récoltées ou ramassées en mois de février 2020 dans la wilaya d'Ouargla de la variété du palmier d'El ghers.



Fig III.2 : Les folioles du palme « Djérid ».

III.1.1. Préparation des fibres de palmes :

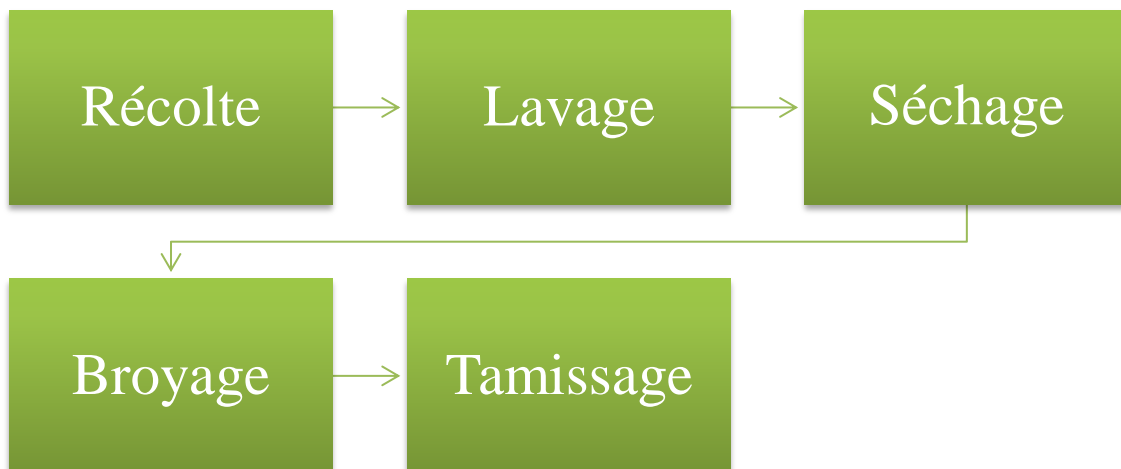


Fig III.3 : Procédures de préparation des fibres [37].

Le séchage été fait à l'air libres et à l'ombre.

III.1.2. Traitement des fibres :

III.1.2.1. Produits et Matériels utilisés :

- **Produits** : Hydroxydede sodium (NaOH), eau distillée et acide acétique (CH₃COOH).
- **Matériels** : Bécher, agitateur, papier filtre, entonnoir, erlenmeyer et étuve.

III.1.2.2. Méthode de traitement :

Nous avons suivi la méthode d'Abdelhamid Belgacem et Kerrouchi Ali [7] avec petite modification dans la durée de traitement.

Les fibres, après le premier lavage, sont immergées dans le bécher contenant la solution de NaOH (1M) sous agitation à température ambiante pendant cinq heures. Ensuite, les fibres récupérées soumise à un deuxième lavage puis des gouttes d'acide acétique sont ajoutées afin de neutraliser le milieu [7].



A) Au début de traitement. B) A la fin de traitement. C) Filtration des fibres.

Fig III.4 : Traitement et filtration des fibres.

Avant l'utilisation de la fibre, celle-ci est étuvée à 60 °C pendant 24 heures.



Fig III.5 : Etuvage des fibres de palmes.

Afin de diminuer la taille des particules des fibres, on a procédé à un deuxième broyage en utilisant un mortier de laboratoire.



Fig III.6 : Re-broyage des fibres traitées.



Fig III.7 : FDP non traitées.



Fig III.8 : FDP traitées.

III.2. Synthèse de PLA :

III.1.2. Produits et Matériels utilisés :

- **Produits :** Acide lactique ($C_3H_6O_3$), acide sulfurique (H_2SO_4).
- **Matériels :** Bécher, thermomètre, plaque chauffante.

III.1.2. Méthode :

Pour réaliser cette synthèse, il est nécessaire de travailler à température de $110^{\circ}C$ en présence d'un catalyseur, l'acide sulfurique concentré [38].

Introduire environ 10 ml d'acide lactique pur dans un bécher. Ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique. Chauffer en portant progressivement la température à $110^{\circ}C$. Agiter régulièrement pendant 30 min. Laisser refroidir. Le mélange se solidifie, il est transparent [38].



Fig III.9 : Acide lactique.



Fig III.10 : Acide poly lactique.

III.3. Préparation de biocomposite :

III.3.1. Le biocomposite (amidon-fibres) :

L'amidon de maïs utilisé est sous forme d'une poudre, de couleur blanche (figure III.11) et inodore.



Fig III.11 : Amidon.

III.3.1.1. Plastification de l'amidon :

Différentes formulations ont été réalisées (tableaux III) pour étudier l'influence du taux du plastifiant (glycérol) sur les films d'amidon thermoplastique. Cette variation des proportions massiques de 0 à 50% se manifeste dans l'aspect, la rigidité et l'élasticité des films. Selon plusieurs travaux la teneur optimale en glycérol devrait être de 20 à 35%. Dans notre cas la formulation contenant 30% de glycérol en poids correspond le mieux à nos critères de matrice [10].

Tab.III : Différentes formulations de film d'amidon.

<i>Echantillon</i>	<i>% eau</i>	<i>% Amidon</i>	<i>% Glycérol</i>	<i>Apparence</i>
H20	95	80	20	Cassant
H30	95	70	30	Elastique
H40	95	60	40	caoutchouteux
H50	95	50	50	collant

III.3.1.2. Préparation de biocomposites :

Pour la fabrication du bioplastique à base d'amidon nous avons suivi la méthode d'Aristote Matondo [39]. Concernant le bioplastique à base de PLA et l'incorporation des fibres dans ces bioplastiques nous avons suivi la méthode de Boudjema Hayet Latifa [10].

III.3.1.2.1. Produits et matériels utilisés :

- **Produits** : Amidon, glycérol($C_3H_8O_3$), eau distillée, colorant alimentaire et les fibres (traitées et non traitées).
- **Matériels** : Bécher, balance, agitateur, éprouvette, plaque chauffante, thermomètre.

III.3.1.2.2. Méthode :

- Peser 3 g d'amidon de maïs et le placer dans un bécher et ajouter dans le bécher 1.28 mL de glycérol incolore.
- Ajouter quelques gouttes de colorant alimentaire (vert) puis ajouter enfin 10 mL d'eau distillée.
- Mettre le mélange sur l'agitateur magnétique et le chauffer.
- Surveiller la température avec le thermomètre, quand la température est de 100°C, continuer le chauffage et l'agitation encore pendant 15 minutes [39]. Quand le mélange est complètement gélatinisé, les quantités appropriées de fibres de cellulose sont ajoutées et l'agitation est maintenue pendant 3 à 5 min jusqu'à l'obtention d'une solution homogène [10].
- Les préparations sont ensuite versées et laissées sécher à air libre pendant 48 heures à la température ambiante [10].

Les différentes formulations sont rapportées dans le (tableau. IV)

Tab. IV : Composition (Fraction en poids W%) des composites Amidon/fibres [10].

<i>W(%) de fibres</i>		<i>W(%) d'amidon</i>
<i>Fibres traitées (FT)</i>	<i>Fibres non traitées (FNT)</i>	
0%	0%	100%
5%	5%	95%
10%	10%	90%
15%	15%	85%

III.3.2. Le bio composite (PLA-fibres) :

Le PLA utilisé est d'un état visqueux et un peut solidifie, transparent comme elle a montre la (figure III.10) et inodore.

III.3.2.1. Produits et matériels utilisés :

- *Produits* : PLA, dichlorométhane (CH_2Cl_2) et les fibres (traitées et non traitées).
- *Matériels* : Becher, barreau magnétique, chauffage, boites Pétri.

III.3.2.2. Méthode :

Les composites à base de PLA sont préparées de la même façon que les films à base d'amidon. Le PLA est bien soluble dans le dichlorométhane CH_2Cl_2 . Une quantité de 2g de PLA est dissoute dans 80 ml de CH_2Cl_2 , puis est agitée à l'aide d'un barreau magnétique sans chauffage

pendant 30 min jusqu'à dissolution complète du PLA, ensuite des quantités de fibres de cellulose à des taux variant de 0, 5, 10 et 15 % sont ajoutées et agitées pendant 3 à 5 min supplémentaires jusqu'à l'obtention d'une solution homogène [10]. Les préparations sont ensuite versées dans des boîtes Pétri et laissées à l'air libre jusqu'à évaporation totale du solvant. Les différentes formulations des composites PLA-fibres sont effectuées comme indiqué dans le tableau IV [10].

III.4. Caractérisation des biocomposites :

III.4.1. Spectroscopie infrarouge :

La spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier « FTIR » est une technique couramment utilisée pour la caractérisation des polymères, elle permet notamment de mesurer le degré d'avancement d'une polymérisation ou encore les modifications chimiques des systèmes polymères et la détermination des bandes caractéristiques [40]. Les vibrations moléculaires sont à l'origine de l'absorption du rayonnement infrarouge (IR) par la matière, car les niveaux d'énergie moléculaires vibrationnels sont séparés par des énergies qui tombent dans le domaine infrarouge du spectre électromagnétique. La mise en œuvre de l'interaction d'un rayonnement infrarouge avec un échantillon, puis la détection et l'analyse spectrale (par transmission ou par réflexion) de ce rayonnement après qu'il ait interagi avec la matière est l'objet de la spectroscopie infrarouge [41].

III.5. Tests de biodégradation :

III.5.1. Biodégradation à l'air libre :

Consiste à exposer les biocomposites de toutes les formulations à l'air libre dans la température ambiante et suivre les changements observés pendant une durée de temps.

III.5.2. Biodégradation par enfouissement dans le sol :

La biodégradabilité peut se produire dans divers environnements tels que le sol et l'eau ou par le compostage ou le rejet [42].

Nous avons suivi le principe et la méthode de Yu Dong et al avec quelques modifications, les échantillons ont été coupés dans des dimensions égales, pesés et enfouis dans une couche profonde de milieu fertilisant. De l'eau est constamment ajoutée quotidiennement dans le bac à compost pour une bonne activité microbienne. Après chaque période spécifiée, les échantillons ont été retirés et nettoyés pour éliminer tous résidus [43].

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

$$WL (\%) = \frac{W_0 - W_t}{W_0} \times 100$$

Où W_0 était la masse sèche initiale avant dégradation, W_t était la masse sèche résiduelle après dégradation à un temps d'exposition t [44].

Chapitre IV :
Résultats et discussion

IV. Résultats et discussion :

Le travail de cette thématique été réalisé au période de janvier - mars a raison de la maladie contagieuse (virus covid-19). Pour cela, une partie de résultat est complètement fini et une autre partie terminer par les résultats d'études d'autres chercheurs qu'ont bien citer dans les travaux.

IV.1. Caractérisation de biocomposite :

Le but de l'analyse infrarouge montre les différents changements dans la matrice pure et après l'incorporation, des fibres cellulosiques extraites à partir de la plante d'atriplex Halimus qui réalisé par B.hayet Latifa [10].

La figure IV.1 montre le spectre FTIR de la matrice à base d'amidon, les fibres d'atriplex Halimus et deux types de composite, où il y a :

TPS (H30) : l'amidon thermoplastique (TPS) non renforcé contenant 30% de glycérol en poids

H30-LF10% et H30-SF10% : composites contenant 30% de glycérol en poids et 10% en poids de fibres longues (LF) et 10% en poids de fibres courtes (SF) [10].

Dans cette étude on se base que sur les spectres FTIR de la matrice non renforcée TPS (H30) et le composite (H30-LF 10%).

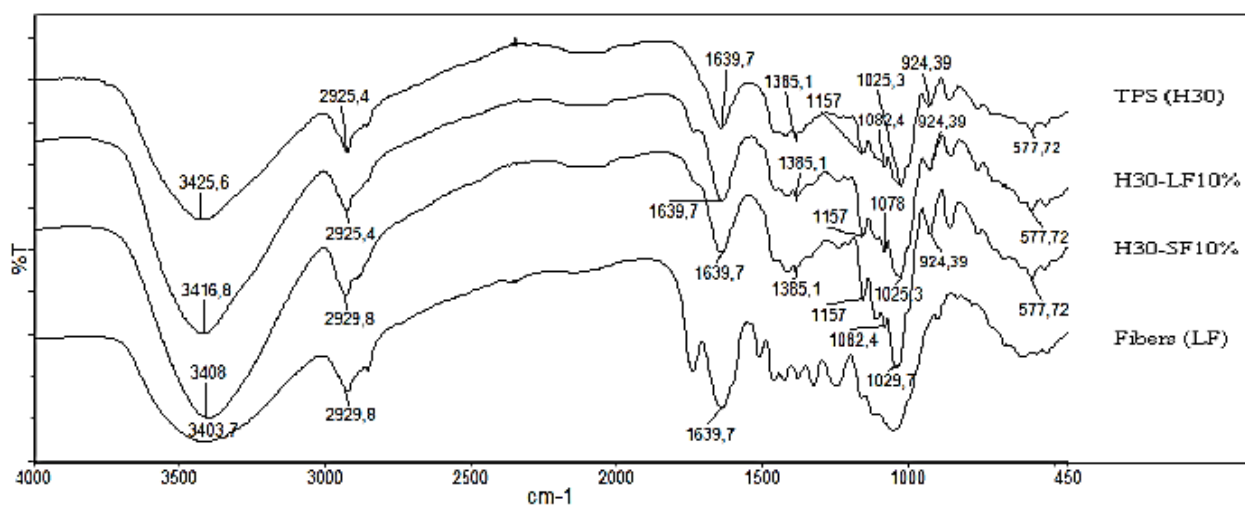


Fig IV.1 : Spectres FTIR des fibres (LF), matrice non renforcée (TPS) et les composites (H30-LF10%) et (H30-SF10%) [10].

Les spectres des composites à base d'amidon ont la même allure que celui de l'amidon seul qui confirme la bonne adhérence entre la matrice et les renforts [10].

Le spectre d'amidon présent :

- Une bande localisée en 924 et 577 cm^{-1} dues aux vibrations de la chaîne cyclique du pyranose présente dans le glucose ;
- Les pics en 1025 et 1157 cm^{-1} sont attribués aux vibrations du C-O dans le groupement C-O-C présent dans la chaîne anhydroglucose et dans le groupement C-O-H ;

- Les nombres d'onde en 1385 et 1639 cm^{-1} sont désignés respectivement pour la déformation dans le plan du groupe CH_2 dans la chaîne polysaccharide et aux liaisons O-H correspondant à l'eau liée contenue dans la matrice ;
- Le pic aux environs de 2925 cm^{-1} est associé aux vibrations d'élongation C-H et la large bande spectrale en 3425 cm^{-1} est attribuée aux liaisons O-H dans la matrice (TPS) [10].

Dans le spectre de composite : on se trouve un décalage par la présence des fibres. Ce phénomène est observé dans le cas de compatibilité entre le polymère et les fibres ou nous remarquons une augmentation de nombre de liaisons intermoléculaires O-H [10].

Les changements observés dans le spectre du film d'amidon après l'ajout des fibres sont présentés dans la figure IV.2 dans laquelle on observe l'apparition de nombreux nouveaux pics dans les spectres des matériaux composites. Les pics à 1328 et 1740 cm^{-1} totalement absents dans le spectre de la matrice apparaissent clairement dans les spectres des différents composites. Ils correspondent respectivement aux vibrations de déformation du CH_2 dans la chaîne de cellulose et aux vibrations d'élongation de la liaison C-O (du groupement ester) présente dans de la lignine et l'hémicellulose [10].

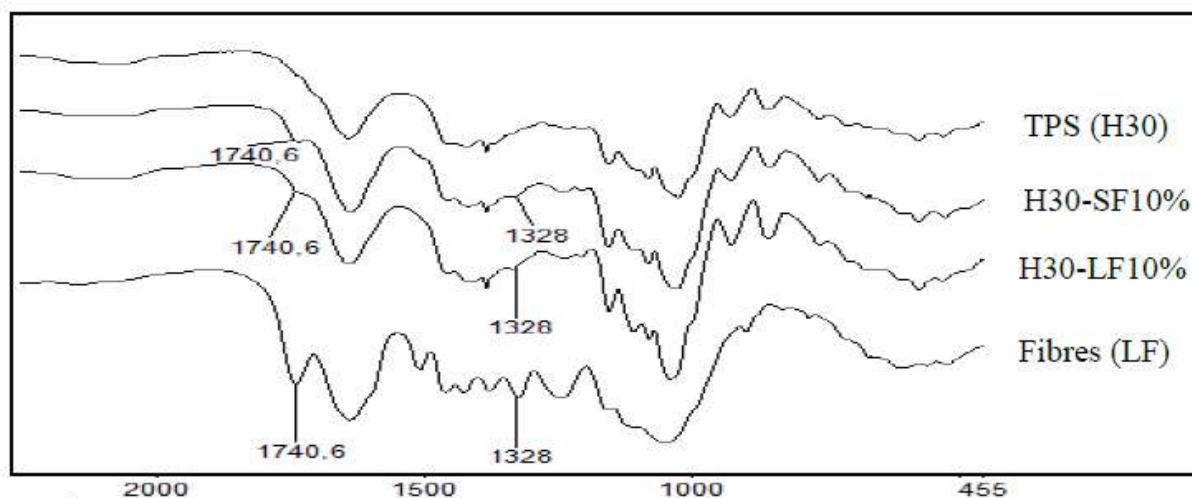


Fig IV.2 : Spectres FTIR des fibres (LF), la matrice non renforcée (TPS) et les composites (H30-LF10% et H30-SF10% (changements) [10].

La lecture des ondes Spectres FTIR est présente dans le tableau ci-dessous :

Tableau V : L'attribution des bandes de vibration observées pour la matrice seule et le composite [10].

Groupe fonctionnel	H30	H30-SF10%
O-H	3425,6	3408
C-H	2925,5	2929,5
O-H (liaison glucidique)	1639,7	1639,7
OH (H2O liée)	1385,1	1385,1
C-O-H	1157	1157,7
C-O-C	1025,3	1029,1
C-O-C (chaîne cyclique du pyranose)	924,1	924,39
	557,72	557,72
CH2 (mouvement de la chaîne de cellulose)	---	1328
C-O (liaison ester dans de la lignine et l'hémicellulose)	---	1740,6

La figure .IV.3 représente le spectre FTIR des biocomposites à base de PLA et le PLA pur et les fibres cellulosique extraites à partir de la plante *Atriplex Halimus*. Dans cette étude on se base que sur les spectres FTIR de PLA et le composite contenant 30% de glycérol en poids et 10% en poids de fibres longues (LF) et (LF 10%).

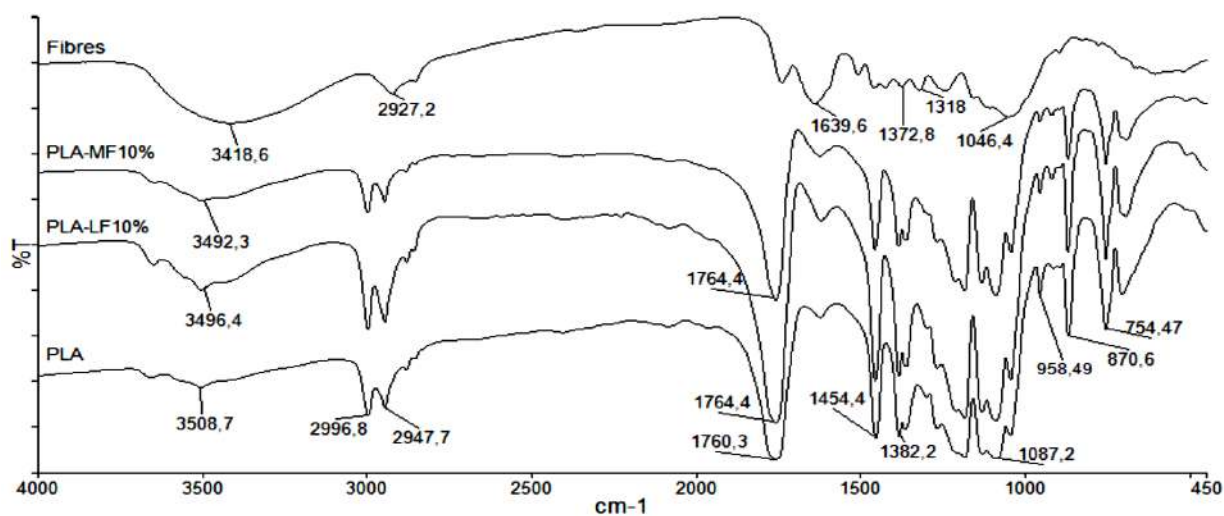


Fig IV.3 : Spectres FTIR des fibres, matrice non renforcée (PLA) et les composites (PLA-LF10%) et (PLA-SF10%) [10].

Le spectre PLA présent :

- Un pic à 3512 cm^{-1} est attribué aux liaisons O-H libres ;
- Deux pics caractéristiques des vibrations d'élongation et de déformation du C-H qui apparaissent à 2996 et 2943 cm^{-1} ;
- Les vibrations d'élongation du C=O apparaît à 1760 cm^{-1} alors que les vibrations d'élongation de la liaison C-O du groupe ester apparaissent à 1383 cm^{-1} et ceux de la liaison C-O-C apparaissent à 1088 cm^{-1} ;
- Le pic à 1457 cm^{-1} correspond à la bande du CH_3 ;
- A 957 cm^{-1} et 913 cm^{-1} , nous détectons les bandes caractéristiques des vibrations du squelette C-C ;
- Deux autres bandes apparaissent à 864 et 753 cm^{-1} , qui peuvent être attribuées aux phases amorphes et cristallines du PLA, respectivement [10].

En comparant le spectre des composites obtenus avec celui du PLA pur, nous remarquons qu'ils ont la même allure sauf quelques changements qui indiquent les interactions entre la matrice en PLA pur et les fibres cellulosiques [10].

Dans le spectre de composite la bande d'absorption correspondante aux liaisons O-H qui apparaît à 2499 cm^{-1} (pour le PLA à 3500 cm^{-1} et pour les fibres à 3417 cm^{-1}) est dû aux liaisons intermoléculaires qui se forment entre les groupes (OH) libres des fibres et les groupes carboxylique (COOH) du PLA. Nous observons également une augmentation significative du pic aux environs de 1756 cm^{-1} présent dans la matrice en PLA qui s'est amplifiée suite à l'estérification entre les groupes (OH) des fibres et les groupes carboxylique (COOH) présents dans l'acide poly lactique [10].

La lecture des ondes Spectres FTIR est présente dans le tableau ci-dessous :

Tab VI : L'attribution des bandes de vibration observées pour le PLA pur et le composite [10].

<i>Groupe fonctionnel</i>	PLA	PLA-LF10%
O-H	3512	3418
C-H	2996 2943	2997 2947
C=O	1760	1764
CH₃	1454	1457
C-O	1383	1376

C-O-C	1087	1094
C-C	958	955
(squelette du PLA)	917	920

IV.2. La biodégradation des matériaux biocomposites :

IV.2.1. Biodégradation à l'air libre :

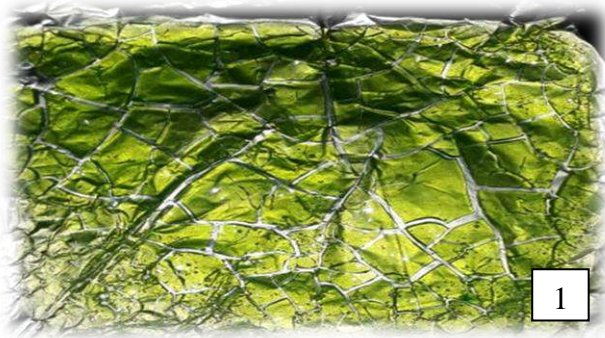
IV.2.1.1. Le biocomposite (amidon-fibres) :

Les figures ci-dessous (IV.4 et IV.5) montrent une observation optique sur l'aspect et les modifications des différentes formulations des biocomposites réalisées à base d'amidon et les fibres traitées et non traitées exposées à l'air libre.

Le 1^{er} jour :



Le 4^{ème} jour :



Le 6^{ème} jour :



Le 8^{ème} jour :

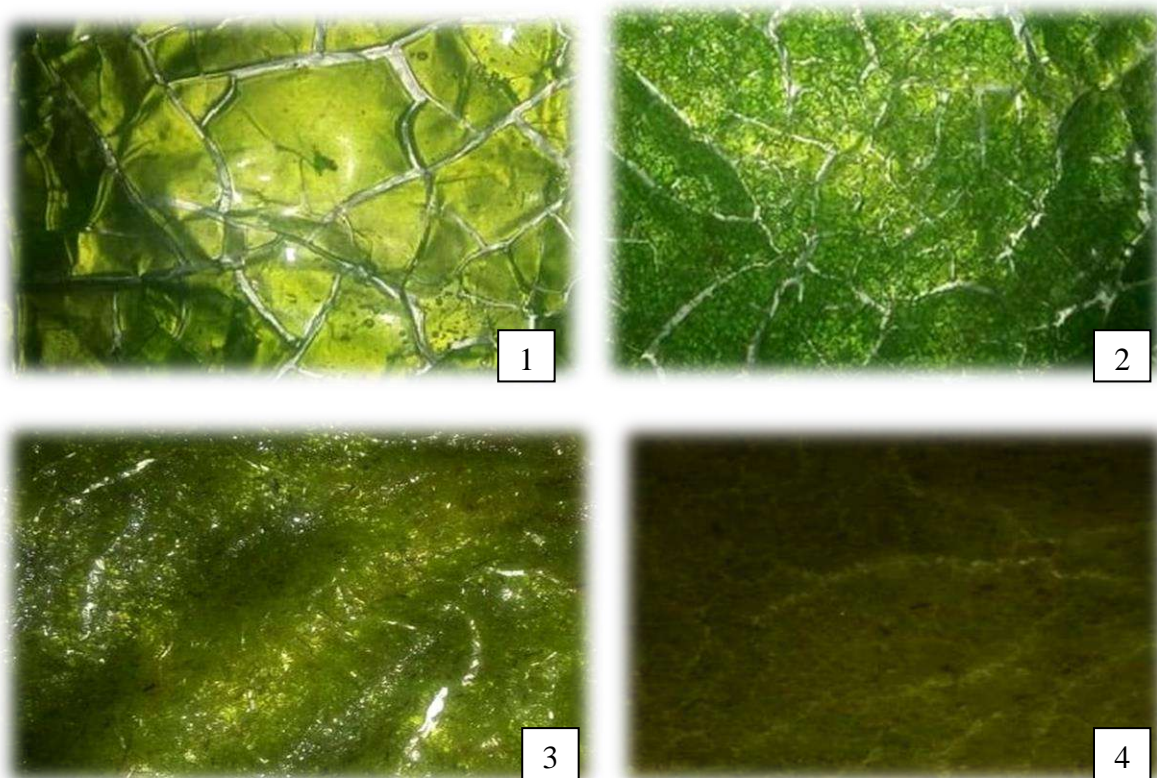
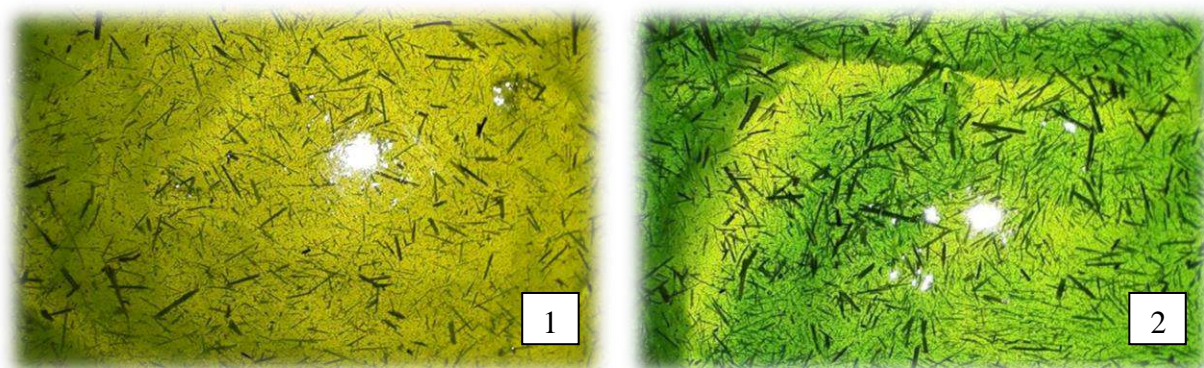


Fig IV.4 : La biodégradation des différentes formulations des biocomposites (amidon-FT) :
(1) 0% FT, (2) 5% FT, (3)10% FT, (4)15% FT.

Les figures des biocomposite issus d'amidon et fibres non traitées

Le 1^{er} jour :





Le 8^{ème} jour :



Fig IV.5 : La biodégradation des différentes formulations des biocomposites (amidon-FNT) :

(1) 5% FNT, (2) 10% FNT, (3) 15% FNT.

D'après les figures (IV.3 et IV.4), on observe que les biocomposites renforcées par les fibres traitées sont plus homogènes que celles renforcées par les fibres non traitées, ceci grâce au traitement alcali qui élimine les cires et les huiles de la surface des fibres [45] et augmente la rugosité de surface, ce qui conduit à un meilleur enchevêtrement mécanique [46], la surface d'origine des fibres est lisse grâce à une couche cireuse [47] . On note également que les fibres ont d'importantes propriétés mécaniques, plus la W% (fraction en poids) des fibres est élevée plus la rigidité et la dureté du biocomposite augmentent au cours du temps.

IV.2.2. Biodégradation par enfouissement dans le sol :

IV.2.2.1. Le biocomposite (amidon-fibres) :

IV.2.2.1.1. Méthode 1 (perte de poids) :

La figure IV.6 montre les résultats de Yusof, F.M. et al, (2019) pour la perte de poids des biocomposites à base d'amidon et renforcés par des fibres de bambou cellulosiques, traitées et non traitées [48].

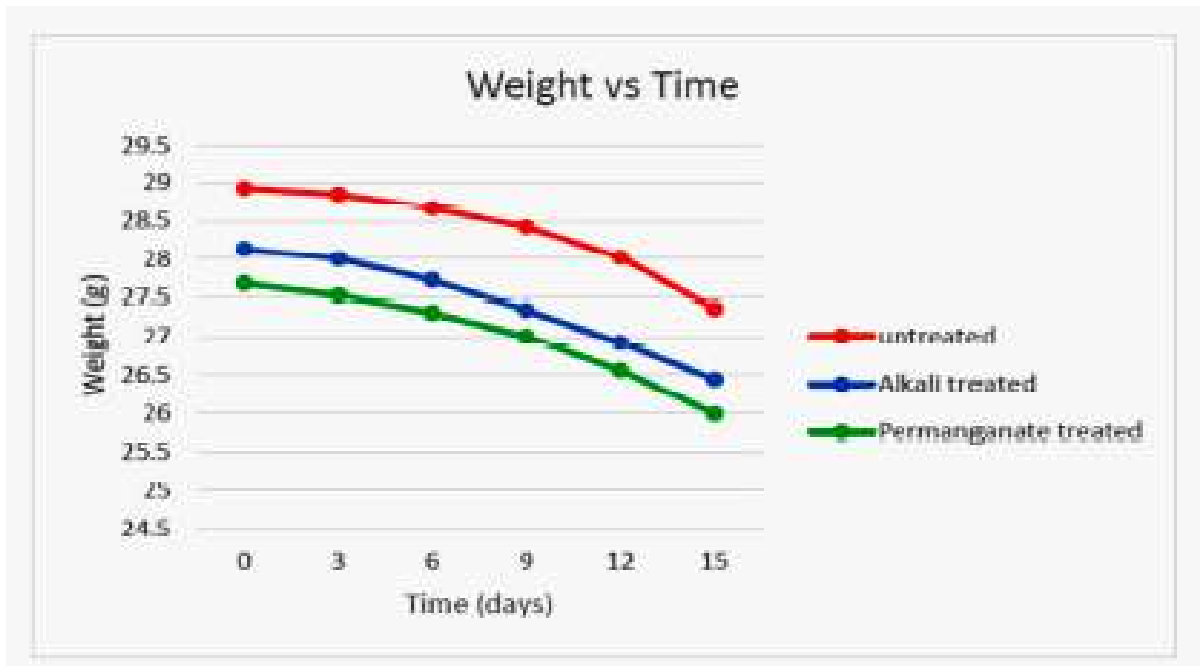


Fig IV.6 : La perte de poids des biocomposites de fibre de bambou / amidon de tapioca pour les FT et FNT [48].

Les résultats de Hamdy Ibrahim et al, (2014) illustrent la biodégradation des biocomposites à base d'amidon renforcé par les fibres traitées de palmes par différents W% dans La figure IV.7 [49].

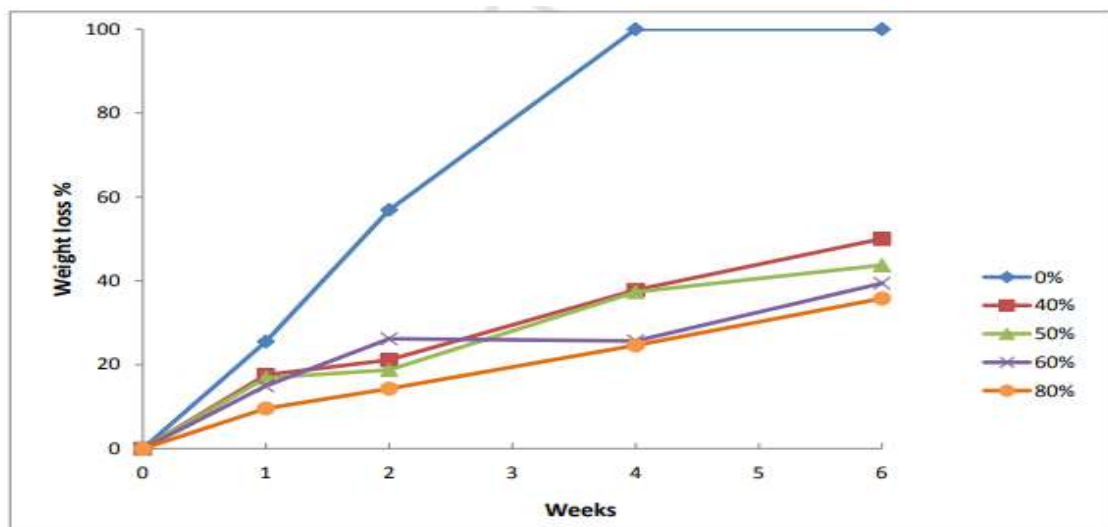


Fig IV.7 : La perte de poids des biocomposites d'amidon / fibre de palme avec différents contenus en fibres [49].

Dans la (figure IV.6) tous les échantillons montrent une valeur de diminution du poids à mesure que le temps augmente et pas beaucoup de différence en termes de taux de biodégradation entre les échantillons, en 15 jours, les échantillons non traités perdent environ 5,44% de leur poids initial et 5,97% pour les échantillons traités à l'alcali [48].

L'augmentation des fibres de palmier dattier a réduit le taux de dégradation des composites (figure IV.7), qui peut être attribué au taux de dégradation plus faible des fibres de palmier dattier (cellulose) par rapport à la matrice glucidique (amidon). Par exemple, 50% en poids de fibres composites ont perdu environ 40% de leur poids initial par la quatrième semaine tandis que la matrice (amidon) a perdu environ 60% de son poids initial par la deuxième semaine et a complètement disparu avant la quatrième semaine [49].

L'amidon à des liaisons acétal qui se dégradent très facilement. L'ampleur de cette réduction de masse était due à la composition bioplastique était un matériau naturel qui est facilement digéré par les microbes [50]. D'un point de vue microbien, la décomposition est facile pour les polymères naturelles contenant le groupe hydroxyle (-OH) [50].

IV.2.2.1.2. Méthode 2(observation optique):

L'ensemble des figures IV.8, IV.9 et IV.10 montrent la biodégradation de trois biocomposites (base d'amidon et fibres de bois cellulosique) différents et leurs changements au cours de temps, ces résultats réalisés par B.Ibtissem et B. karima [51].

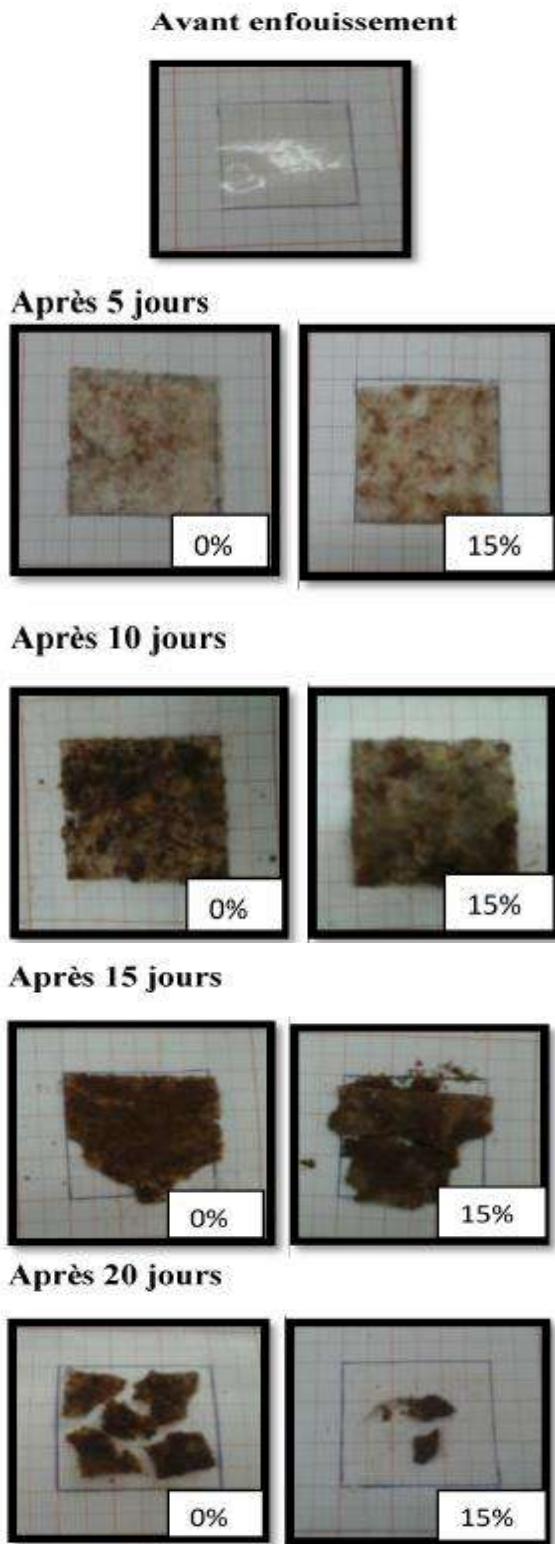


Fig IV.8: Biocomposites sans renforts [51].

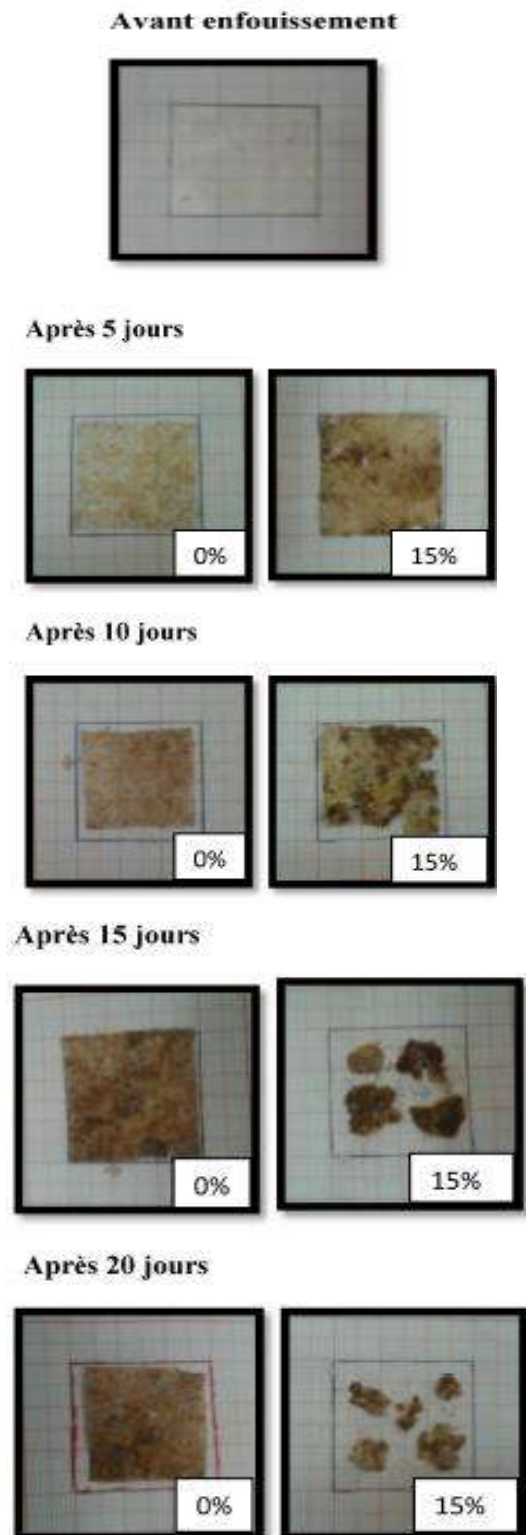


Fig IV.9: Biocomposites FT 3% [51].

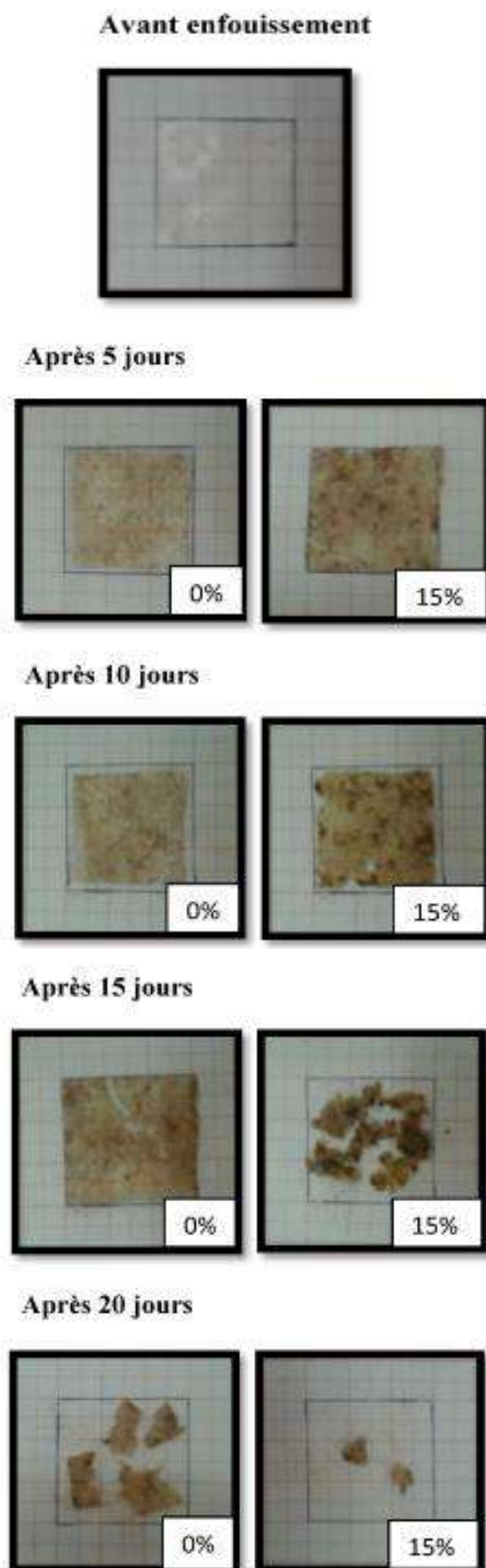


Fig IV.10: Biocomposites3% FNT [51].

(0%) et (15%) : La fraction en masse des boues contents dans le sol.

D'après les figures IV.8, IV.9 et IV.10 on constate que tout les biocomposites se dégradent mieux en présence des microorganismes. Le taux et le mécanisme de biodégradation des matériaux plastiques sont fortement influencés par la température, l'oxygène, l'humidité et les conditions microbiennes des matériaux polymères [50]. On outre les biocomposites renforcés résistent plus que ceux non renforcés. La biodégradation des biocomposites renforcés par les fibres non traitées est rapide que celles à fibres traitées.

IV.2.2.2. Le biocomposite (PLA-fibres) :

IV.2.2.2.1. Méthode 1(perte de poids) :

La perte de poids réduit par la biodégradation par enfouissement dans le sol des biocomposites à base de PLA et les fibres de sisal, brut et traitées en différents fractions de poids W% de Rajesh.G et al montré dans la figure IV.11 et IV.12, où (NTS) : fibres de sisal non traitées et (10TS) : traité sisal alcalin (10% de NaOH) [52].

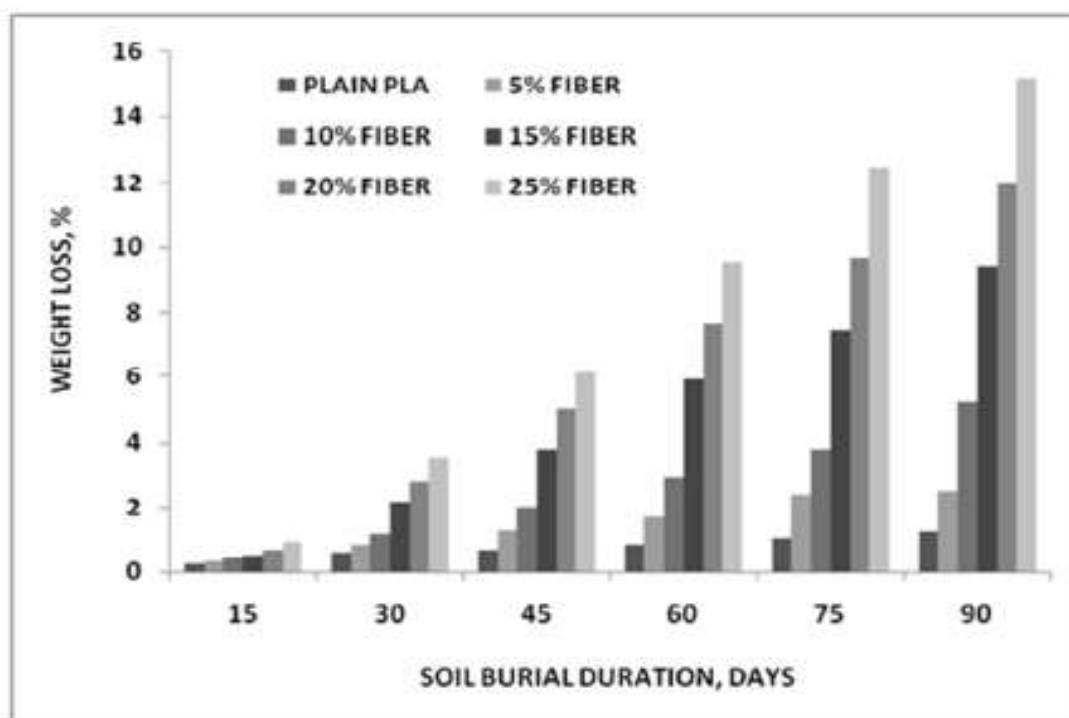


Fig IV.11: La perte de poids des biocomposites NTS/PLA [52].

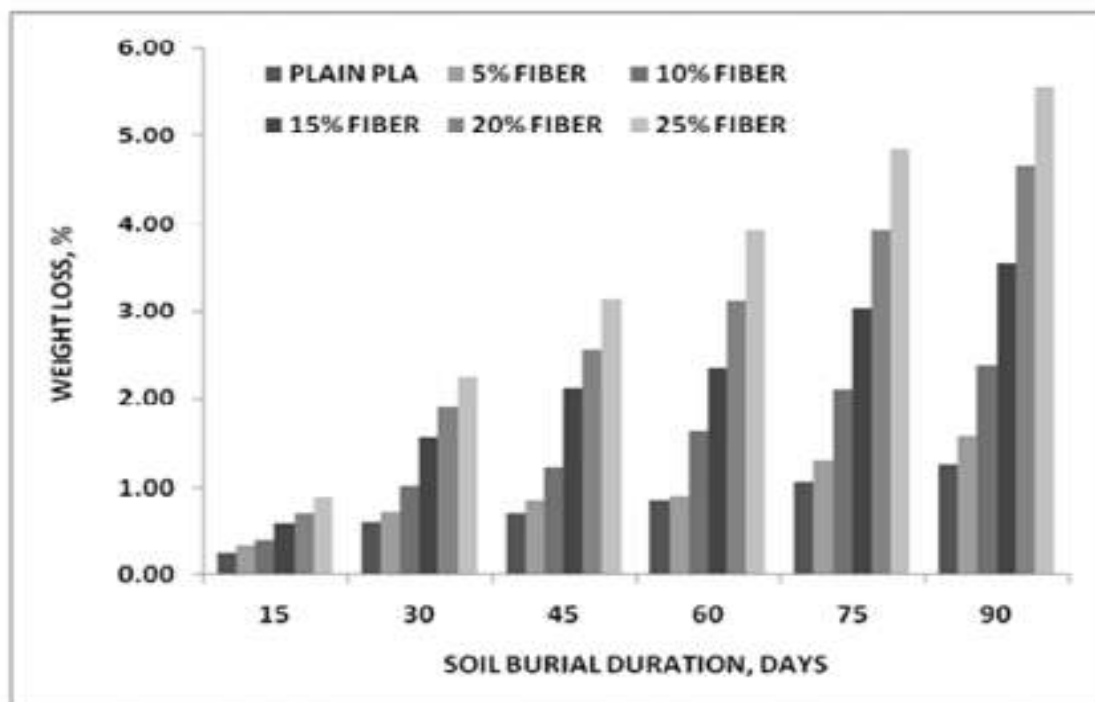


Fig IV.12: La perte de poids des biocomposites 10TS/PLA [52].

Le pourcentage de perte de poids dans tous les composites après enterrement pendant environ 90 jours dans le sol contre l'incorporation de fibres courtes (non traitées et traitées) dans la matrice de PLA a été représenté sur les figures IV.11 et IV.12 respectivement. À partir de la figure, il a été décrit que la fraction de perte de poids dans tous les types de composites présentés dans le travail augmentait régulièrement avec l'augmentation des jours d'enfouissement du sol. 1,26% de perte de poids a été observée en PLA ordinaire et 15,20% pour l'NTS / PLA avec une charge de fibres de 25%. La réduction de poids pour le composite 10TS / PLA était de 5,56% avec une charge de fibres de 25% [52].

La perte de poids la plus élevée en NTS / PLA a été obtenue peut être due à une faible liaison entre la fibre et la matrice qui a entraîné une augmentation du taux de dégradation. De plus, l'incorporation de fibre de sisal pourrait avoir favorisé une dégradation supplémentaire car la fibre de sisal absorbe facilement l'humidité et affaiblit les liaisons entre les fibres [52].

IV.2.2.2.2. Méthode 2(observation optique) :

La biodégradation de PLA été effectué par B.hayet latifa sur la matrice PLA non renforcé et les biocomposites PLA/fibre Atriplex Halimus au cours de 9 mois dans la figure IV.13 [10].

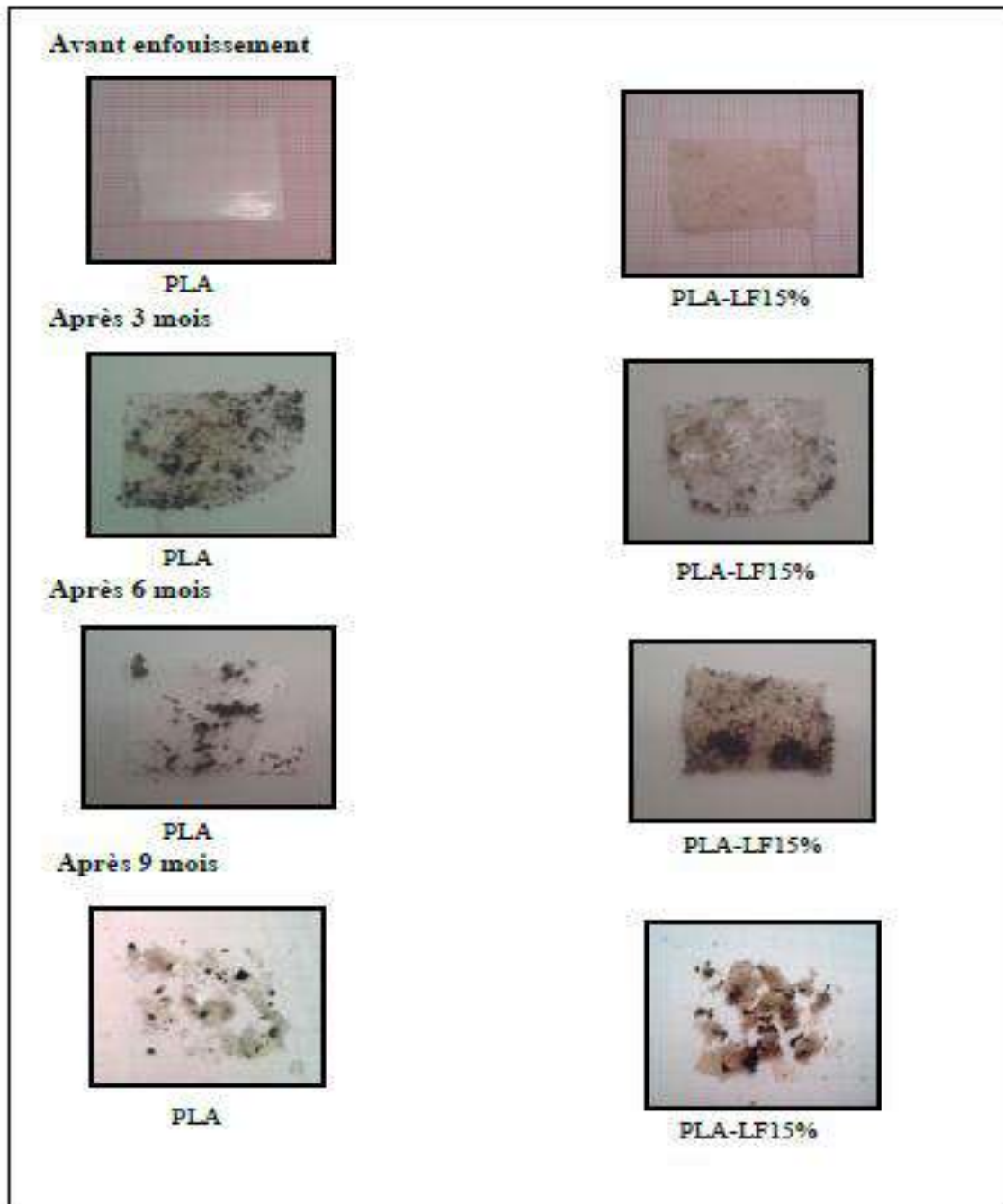


Fig IV.13: La biodégradation de la matrice non renforcée (PLA) et les composites (PLA-LF 15%) [10].

La figure IV.13 montre la biodégradation de la matrice PLA non renforcée et renforcée, ce dernier se décompose rapidement que la matrice du PLA non renforcé. Cela s'explique par le fait que les fibres sont plus hydrophiles que le PLA, ce qui accélère l'étape d'hydrolyse [10], ou peut être dû à l'existence de NaOH résiduel pour briser les chaînes polymériques PLA conduisant à un taux de dégradation plus rapide dans les tests d'enfouissement du compost, c'est ce que Yu Dong et al ont dit [43].

*Conclusion
générale*

Conclusion générale :

Dans notre travail l'amidon et le PLA sont utilisés comme des matrices dans le but d'élaborer un polymère biodégradable renforcé par les fibres de palme du palmier dattier, pour qu'il soit totalement naturel, afin de préserver notre environnement des dégâts causés par le plastique synthétique et valoriser les déchets du palmier dattier. La matrice est renforcée par des différents contenants en masse par deux types de fibres (fibres brutes et fibres traitées par la soude (NaOH)).

La spectroscopie infrarouge FTIR indique la compatibilité entre les matrices pures et les composites renforcées par les fibres cellulosiques et cela montre qu'il ya une bonne adhésion entre eux.

Les échantillons montrent que plus la W% (contenants en masse) des fibres est élevée plus la rigidité et la dureté du biocomposite augmentent au cours du temps.

Les biocomposites renforcés par les fibres traitées paraissent d'une homogénéité et d'une résistance au cours du temps que celle non traitées.

L'amidon est un thermoplastique qui se dégrade facilement, l'ajoute des fibres traitées permet d'avoir des bonnes caractéristiques mécaniques.

Le test de biodégradation par enfouissement dans le sol montre que les biocomposites à base du PLA se dégrade plus lent que l'amidon.

Ce bioplastique peut être réalisé et répond aux besoins du consommateur après une étude élargie.

Références bibliographiques :

- [1]. Koumba, Gaele Bissagou. Fragmentations chimique et physique de plastiques et microplastiques en eau douce sous irradiation UV-visible. [Thèse de doctorat]. Clermont-Ferrand : Université clermont auvergne ecole doctorale des sciences fondamentales; 2018.
- [2]. Ben Boubakary. L'expérimentation des emballages biodégradables au Cameroun: un vecteur du développement durable? Revue marocaine de recherche en management et marketing. 2018; 10(2): p.58-77.
- [3]. Jiang, Long, Zhang, Jinwen. Biodegradable and biobased polymers. In: Applied plastics engineering handbook. (2^{ème} éd). William Andrew Publishing; 2017.
- [4]. Rajesh, Gunti, Prasad, AV Ratna, Gupta, Avssks. Mechanical and degradation properties of successive alkali treated completely biodegradable sisal fiber reinforced poly lactic acid composites. Journal of Reinforced Plastics and Composites. 2015; 34(12): p. 951-961.
- [5]. Bouziane, Nacira, Abdelli, Nassima, Abbad, Ahmed, et al. Valorisation de la matière lignocellulosique des déchets de palmier dattier (*Phoenix dactylefera* L.) comme fertilisant organique. [Thèse de doctorat]. Adrar : Université Ahmed Draia-Adrar, Faculté des sciences et de la technologie; 2017.
- [6]. Mohamed, Bouamama. Etude du comportement dynamique et stabilité des poutres en FGM. Diss. [Thèse de doctorat]. Sidi Bel Abbès : Université Djillali Liabès de Sidi Bel Abbès, Faculté de Technologie; 2019.
- [7]. Ben Abdelhamid Belgacem, Kerrouchi Ali. Elaboration d'un filtre composite à base d'une matrice polymère PVC et l'étude de sa capacité pour la filtration des eaux polluées. [Mémoire de Master]. El Oued : Université Echahid Hamma Lakhdar El Oued, Faculté de la Technologie; 2018.
- [8]. Yahiaoui, Khaled et Serraye, Rabah. Élaboration et caractérisation des matériaux composites stratifiés hybrides. [Thèse de doctorat]. Bouira : Université Akli Mouhend-Oulhadj de Bouira, Faculté des Sciences et Des Sciences Appliquées; 2018.
- [9]. Yahi, Fatima Zahra. Caractérisation physique d'une fibre végétale le DISS. [Thèse de doctorat]. M'sila : Université Mohamed Boudiaf de M'sila, Faculté des Sciences 9; 2016.
- [10]. Boudjema, Hayet Latifa. Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables. [Thèse de doctorat]. Université d'Oran 2 Mohamed Ben Ahmed; 2016.
- [11]. Kerbiche Chahrazed née Cerbah. Matériaux composites à base de déchets végétaux : Élaboration, caractérisation et propriétés thermiques. [Mémoire de master]. Tizi-Ouzou : Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, Faculté du génie de la construction; 2019.

- [12]. Abdallaoui Hicham, Saddek Abdessalam. Caractérisation et élaboration d'un matériau composite jute (déchet)/polystyrène. [Mémoire de master]. M'sila : Université Mohamed Boudiaf - M'sila, Faculté de technologie; 2019.
- [13]. Błędzki, A. K., Jaszkiwicz, A., Urbaniak, M., & Stankowska-Walczak, D. Biocomposites in the Past and in the Future. *Fibres & Textiles in Eastern Europe*. 2012.
- [14]. Raphaël Kueny. Biocomposites : composites de hautes technologies en renfort de fibres naturelles et matrice de résines naturelles. [Thèse de doctorat]. Lorraine : Université de Lorraine; 2013.
- [15]. Güven, O., Monteiro, S. N., Moura, E. A. B., & Drelich, J. W. Re-Emerging Field of Lignocellulosic Fiber – Polymer Composites and Ionizing Radiation Technology in their Formulation. *Polymer Reviews*. 2016; 56(4): p.702–736.
- [16]. Djoudi Tarek. Elaboration et caractérisation de composites bio-sourcés à base de fibres de palmier dattier. [Thèse de doctorat]. Biskra : Université Mohamed Khider – Biskra, Faculté des Sciences et de la technologie; 2019.
- [17]. Mei-poHo, HaoWang, Joong-HeeLee, Chun-kitHo, Kin-takLau, JinsongLeng, DavidHui. Critical factors on manufacturing processes of natural fibre composites. *Composites Part B: Engineering*. 2012; 43(8): p.3549-3562.
- [18]. Marie Bayart. Élaboration et caractérisation de biocomposites à base d'acide polylactique et de fibres de lin: compatibilisation interfaciale par dépôt de revêtements à base d'époxy, de dioxyde de titane, de lignine ou de tanin. [Thèse de doctorat]. Québec : Université de Sherbrooke, Faculté de Génie; 2019.
- [19]. Kerouani, Samira. Etude de la biodégradation du polyéthylène thermo-oxydé. [Thèse de doctorat]. Sétif : Université Ferhat Abbas Sétif-1, Faculté de Technologie; 2019.
- [20]. Ardjoum Nadjet et Amri Fouzia. Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base d'une matrice biodégradable renforcée par la fibre de bois issus de des déchets de miniseries. [Mémoire de master]. Université A.mira de Bejaia, Faculté de Technologie; 2016.
- [21]. Avérous, Luc. Les polymères biodégradables et biosourcés : des matériaux pour un futur durable. *L'Actualité Chimique*. 2013; p. 83-90
- [22]. Bouakaz, Boubkeur Seddik. Effets de synergies entre montmorillonites organophiles (OMMT) et graphène dans les nanocomposites à base de polymères biodégradables. [Thèse de doctorat]. Bejaia : Université A.mira-Bejaia, Faculté des Sciences et de la Technologie; 2017.
- [23]. Douafer Amina et Djidel Sarra. Elaboration et caractérisation d'un nanobiocomposite à base de PLA et de silice pyrogénée. [Mémoire de Master]. Guelma : Université 8 Mai 1945 Guelma, Faculté des Sciences et de la Technologie; 2019.

- [24]. Khelili Siham et Hannou Hakima. Etude d'un nouveau polymère biodégradable issue de l'huile de tournesol. Khemis Miliana : [Mémoire de Master]. Université de Khemis Miliana, Faculté des Sciences et de la Technologie; 2016.
- [25]. Thieblesson, Lydie Marcelle. Élaboration et caractérisation de matériaux issus de ressources locales recyclées ou biosourcées. France : [Thèse de doctorat]. Université de Rennes 1; 2018.
- [26]. Victor Rakotondrapiera Mamitiana. Propriétés fonctionnelles de l'amidon et capacité antioxydante des graines de cinq (5) espèces légumineuses du sud de Madagascar. [Mémoire de Master]. Madagascar : Université d'Antananarivo, Faculté des sciences; 2017.
- [27]. Zerkak, Toufik. Effet du type de montmorillonite sur les propriétés des nanocomposites pp/amidon plastifié/montmorillonite. Sétif : [Thèse de doctorat]. Université de Sétif, Faculté de Technologie; 2015.
- [28]. Aissaoui Randa et Khallef Asma. Effet de l'ajout des nanocharges d'argile sur les propriétés du Poly (acide Lactique) (PLA). Guelma : [Mémoire de master]. Université de Guelma, Faculté des Sciences et de la Technologie; 2019.
- [29]. Margot Chauvet. Extrusion assistée par CO2 supercritique appliqué eau moussage d'un biopolymère, le poly (acidelactique), seul ou en mélange à de l'amidon : étude expérimentale et modélisation. Toulouse : [Thèse de doctorat]. Université de Toulouse; 2017.
- [30]. Beloufa Abdelmonaim. Amélioration des propriétés thermomécaniques des biopolymères à base de poly (acide lactique) PLA et de poly(butylène succinate) PBS. [Mémoire de Master]. Tlemcen : Université Aboubekr Belkaid – Tlemcen, Faculté des sciences; 2019.
- [31]. Fadlaoui, Soumaia. Application de la technique de modélisation de l'architecture du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) pour la caractérisation des cultivars. [Thèse de doctorat]. Biskra : Université Mohamed Khider-Biskra, Faculté des sciences exactes et des sciences de la nature et de la vie; 2017.
- [32]. Tlijani, Mohamed. Contribution à la caractérisation thermophysique de matériaux bio-isolants: valorisation des déchets de bois de palmier. [Thèse de doctorat]. France : Université Paris Est - Créteil; 2016.
- [33]. Lepetit, Amaury. Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène. [Thèse de doctorat]. Université du Québec à Trois-Rivières; 2017.
- [34]. Essabir, Hamid. Bio-composites à base de coque de noix d'arganier : Mise en œuvre, caractérisation et modélisation du comportement mécanique. [Thèse de doctorat]. Université Ibn Zohr; 2015.

- [35]. Debabi Zahra et Bouguerra Afaf. Effet des traitements chimiques sur la morphologie structurale des fibres végétales utilisées dans un matériau composite. [Mémoire de master]. M'sila : Université Mohamed Boudiaf - M'sila, Faculté des sciences; 2019.
- [36]. Harracha Rabia. Elaboration et Caractérisations des Composites à Matrice Polymère et à Renforts Végétal et Nanométrique Lamellaire. Sétif : [Mémoire de magister]. Ferhat Abbas Sétif-1- Faculté de Technologie; 2015.
- [37]. Bouhank Salim. Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne : Formulations et caractérisations. Sétif : [Thèse de doctorat]. Université Ferhat Abbas –Sétif 1, Faculté de Technologie; 2017.
- [38]. Oudjet Djamilia. Polymérisation de l'acide lactique et sa valorisation dans le lactosérum [Mémoire de Master]. Boumerdès: Université M'hamed Bougara, Faculté des sciences de l'ingénieur; 2017.
- [39]. Aristote Matondo. Fabrication d'un Bioplastique. 2018.
- [40]. Bouzid Soumia. Détermination de la constante de temps de gonflement de réseaux de polymères interpénétrés. Tlemcen : [Mémoire de master]. Université Abou-Bekr Belkaid – Tlemcen, Faculté des sciences; 2016.
- [41]. Bessi Assia. Synthèse et caractérisations d'un composite à base de polymère. [Thèse de doctorat]. Biskra : Université Mohamed Kheider- Biskra, Faculté des Sciences Exactes et Sciences de la Nature et la Vie; 2019.
- [42]. Masmoudi, F., Bessadok, A., Dammak, M. et al. Biodegradable packaging materials conception based on starch and polylactic acid (PLA) reinforced with cellulose. *Environmental Science and Pollution Research*. 2016; 23(20): p. 20904–20914.
- [43]. Dong, Yu, Ghataura, Arvinder, Takagi, Hitoshi, et al. Polylactic acid (PLA) biocomposites reinforced with coir fibres: Evaluation of mechanical performance and multifunctional properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2014; 63: p. 76-84.
- [44]. ShanshanLv, Yanhua Zhang, JiyongGu, Haiyan Tan. Biodegradation behavior and modelling of soil burial effect on degradation rate of PLA blended with starch and wood flour. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. 2017; 159: p. 800-808.
- [45]. SenthamaraiKannan, P., saravanakumar, S. S., Sanjay, M. R., et al. Physico-chemical and thermal properties of untreated and treated *Acacia planifrons* bark fibers for composite reinforcement. *Materials Letters*, 2019; vol. 240: p. 221-224.
- [46]. Luo, Honglin, Zhang, Chuanyin, Xiong, Guangyao, et al. Effects of alkali and alkali/silane treatments of corn fibers on mechanical and thermal properties of its composites with polylactic acid. *Polymer Composites*, 2016; 37(12): p. 3499-3507.

- [47]. Dos Santos, Júlio Cesar, Siqueira, Renato Luiz, Vieira, Luciano Machado Gomes, et al. Effects of sodium carbonate on the performance of epoxy and polyester coir-reinforced composites. *Polymer Testing*. 2018; 67: p. 533-544.
- [48]. Yusof, Fauziah Md, Wahab, Nor'Aini, Rahman, Noor Leha Abdul, et al. Properties of treated bamboo fiber reinforced tapioca starch biodegradable composite. *Materials Today: Proceedings*, 2019; 16: p. 2367-2373.
- [49]. Ibrahim, Hamdy, Farag, Mahmoud, Megahed, Hassan, et al. Characteristics of starch-based biodegradable composites reinforced with date palm and flax fibers. *Carbohydrate polymers*, 2014; 101: p. 11-19.
- [50]. Nissa, R. C., Fikriyyah, A. K., Abdullah, A. H. D. et al. Preliminary study of biodegradability of starch-based bioplastics using ASTM G21-70, dip-hanging, and Soil Burial Test methods. In: *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*. IOP Publishing, 2019; 277: p. 012007.
- [51]. Boudiaf Ibtissem et Bouhalili Karima. Elaboration d'un composite biopolymère et fibre naturelle. Mostaganem : [Mémoire de master]. Université Abdalhamid Ibn Badis Mostaganem, Faculté des sciences et de la technologie; 2019.
- [52]. Rajesh, Gunti, Prasad, AV Ratna, et Gupta, Avssks. Soil Degradation Characteristics of Short Sisal/PLA Composites. *Materials Today: Proceedings*, 2019; 18: p. 1-7.