



République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université 20 Août 1955 Skikda

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés

Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de

Master

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie des polymères

Un projet pour obtenir le certificat d'une institution émergente dans le cadre de la résolution ministérielle 1275

Synthèse d'un biopolymère à base de styrène/gel de lin

Présentés par :

BELOUAHEM Kenza

SERRAT Asma

Soutenu le :

Devant le Jury composé de :

Président	SAADOUN Abd-El-Aziz	MAA	Université 20 Août 1955 Skikda
Encadreur	TABET Habiba	MAA	Université 20 Août 1955 Skikda
Examineur	BELLILI Nadira	MCA	Université 20 Août 1955 Skikda
Représentant de l'incubateur/maison de l'Entrepreneuriat	CHOUET Fairouz	MCB	Université 20 Août 1955 Skikda
Représentant des partenaires économiques	ALIDRAA Hanane	ING	Laboratoire de complexe CP2K Skikda

Année universitaire : 2022/2023

Résumé :

L'objectif de ce travail est de synthétiser un biopolymère à base de styrène et gel de lin par polymérisation radicalaire. Les mélanges élaborés ont été caractérisés par infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), par ultra-violet (UV-VIS), Calorimétrie Différentielle à Balayage (Differential Scanning Calorimetry, DSC), Analyse Thermogravimétrique (ATG) qui font détecter les températures (T_g , T_c , T_f , T_d) et celles-ci nous aideront à savoir de quel type s'agit-il notre polymère, ainsi qu'on tend à voir l'homogénéité et la meilleure dispersion gel/polymère avec la Microscopie Electronique à Balayage (MEB), La dégradation avec UV, et la viscosité cinématique, ainsi que les différentes valeurs de test physique nous aideront à comprendre le comportement des composites et d'en déduire par la suite l'amélioration qui s'est réalisée lors de l'addition.

Mots clés : PS, Polystyrène, Styrène, Lin, biopolymère.

Remerciements

*Tout d'abord c'est au bon Dieu Allah qui nous a donné la foi, le courage et la patience de
parvenir à finir ce modeste travail,*

*Un grand merci pour nos parents qu'ils nous ont encouragé toujours dans notre vie et nos
études moralement et matériellement,*

*On remercie notre encadrant M^{me} Tabet Habiba pour avoir encadré notre projet et le suivis,
sans oublier ses conseils précieux, tout au long de notre travail,*

*Aussi nos profonds remerciements au à tous les membres qui s'y trouve dans le laboratoire de
la Raffinerie-SKIKDA,*

On remercie également les membres de jury de bien vouloir Examiner notre travail.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

- ❖ *A ma chère famille, Pour les deux personnes qui, mon entouré par un grand amour, et m'encouragé jusqu'au bout du chemin, qui n'ont plus hésité de sacrifier leur temps et leurs moyens pour me rendre toutes les conditions de travail faciles, pour les deux personnes qui j'aime énormément **mama et papa**,*
- ❖ *A ma chère sœur **Manel**, qui me remonte le moral quand je me fatigue et que Je l'aime très fort sans oublier sa belle-fille **Mayane**,*
- ❖ *A mon cher frère **Aymen**, Pour leurs aides et supports dans les moments difficiles et sa belle-fille **Nour**,*
- ❖ *A m binôme **Asma**,*
- ❖ *A ma meilleure amie **Chafia** sans oublier ses enfants **Louai et Ishak**,*
- ❖ *A mes amis, **Oumaima, Chaima, Kawther, Amira, Mina** .*

Kenza.B

Je dédie cet humble et modeste travail avec grand amour, sincérité et fierté :

- ❖ *À l'homme mon précieux offre du Dieu, à mon support dans ma vie, qui m'a appris, m'a supporté et ma dirigé, **mon cher père**,*
- ❖ *À l'être le plus chère de ma vie, à la source d'amour incessible qui ma bénie avec ses prières, **ma mère** qui m'a arrosé de tendresse et d'espairs,*
- ❖ *À mes chers **frères et sœurs**, et à toutes les personnes de **ma famille**,*
- ❖ *À ma **binôme**,*
- ❖ *A tous ceux que j'aime.*

Asma.S

Sommaire

Introduction générale..... 1

Chapitre I : le polystyrène

I.1	Historique	3
I.2	Origine	3
I.3	Monomère constitutif	3
I.4	Différents types de polystyrène	4
I.4.1	Polystyrène standard (cristal)	4
I.4.2	Polystyrène choc	4
I.4.3	Polystyrène expansé (PSE).....	5
I.5	Propriétés du polystyrène	5
I.5.1	Propriétés électriques	5
I.5.2	Propriétés rhéologiques	5
I.5.3	Propriétés chimiques	5
I.5.4	Propriétés mécaniques.....	5
I.5.5	Comportement au feu	6
I.5.6	Vieillessement	6
I.5.7	Autres propriétés	6
I.6	Mode de synthèse	6
I.6.1	Le mécanisme de la polymérisation radicalaire du styrène.....	6
I.6.2	Le mécanisme de la polymérisation cationique du styrène.....	7
I.6.3	Le mécanisme de la polymérisation anionique du styrène.....	8
I.7	Utilisation du polystyrène.....	9
I.8	Conclusion.....	11

Chapitre II : le lin

II.1	Historique	12
II.2	Classification et morphologie	13
II.2.1	Classification.....	13
II.2.2	Morphologie et structure	13
II.3	Variétés de lin	14
II.3.1	<i>Convar. crepitans (Boenningh)</i>	14
II.3.2	<i>Convar elongatum</i>	15
II.3.3	<i>Convar mediterraneum</i>	15
II.3.4	<i>Convar usitatissimum</i>	15

Sommaire

II.4	Culture et récolte	16
II.5	Composition du lin	16
II.5.1	Lipides	16
II.5.2	Protéines	17
II.5.3	Glucides.....	18
II.5.4	Vitamines.....	18
II.5.5	Cendres et minéraux.....	18
II.5.6	Composés phénoliques	19
II.6	Applications de lin.....	19

Chapitre III : les biopolymères

III.1	Introduction	21
III.2	Définition.....	21
III.3	Classification	21
III.3.1	Biopolymères issus de la biomasse	22
III.3.2	Biopolymères de synthèse bactérienne	22
III.3.3	Biopolymères obtenus par synthèse chimique	22
III.4	Différentes familles des biopolymères	22
III.5	Propriétés des biopolymères	23
III.5.1	Biodégradabilité	23
III.5.2	Compostabilité	24
III.5.3	Biocompatibilité et biorésorbabilité	24
III.5.4	Propriétés chimiques	24
III.6	Applications des biopolymères.....	25
III.6.1	Application dans l’emballage.....	25
III.6.2	Applications médicales	25
III.6.3	Applications agricoles	26
III.7	Avantages et inconvénients des biopolymères	26
III.7.1	Principaux avantages des biopolymères.....	26
III.7.2	Inconvénients des biopolymères	27
III.8	Conclusion.....	27

Chapitre IV : matériaux et techniques

IV.1	Introduction	28
IV.2	Matériaux utilisés	28
IV.2.1	Styrène.....	28

Sommaire

IV.2.2	Graines de lin	29
IV.2.3	Peroxyde de benzoyle.....	29
IV.2.4	Les solvants	30
IV.3	Extraction liquide du gel des graines de lin.....	35
IV.3.1	Nettoyage	35
IV.3.2	Extraction par de l'eau bouillante	35
IV.3.3	Filtration	35
IV.4	Le mode opératoire de la synthèse du biopolymère	36
IV.4.1	Elaboration du PS pur	36
IV.4.2	Elaboration des copolymères	37
IV.5	Technique d'analyse et méthodes d'évolution.....	38
IV.5.1	Calcul de rendement.....	38
IV.5.2	Test de solubilité.....	38
IV.5.3	La densité	38
IV.5.4	Spectrométrie Ultra-Violet Visible (UV-VIS).....	39
IV.5.5	Spectroscopie infrarouge (FTIR)	40
IV.5.6	Calorimétrie Différentielle a Balayage (Differential Scanning Calorimetry...)	41
IV.5.7	Analyse Thermogravimétrique (ATG)	41
IV.5.8	Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	42
IV.5.9	Viscosité cinématique.....	43
IV.5.10	Dégradation photochimique	44

Chapitre V : résultats et interprétations
--

V.1	Introduction	45
V.2	L'infra-rouge à transformée de fourrier.....	45
V.3	Le rendement	49
V.4	Spectrométrie Ultra-Violet Visible (UV-VIS)	49
V.5	La densité.....	50
V.6	Viscosité cinématique	50
V.7	Calorimétrie Différentielle à Balayage (Differential Scanning Calorimetry, DSC)..	51
V.8	Analyse Thermogravimétrique (ATG).....	53
V.9	Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....	55
V.10	La solubilité.....	57
V.11	Dégradation photochimique	58
Conclusion générale		60
Perspectifs		61

Bibliographies

Liste des figures

Figure I- 1: Polymérisation du monomère styrène en polystyrène	3
Figure I- 2: Quelques objets en PS standard	4
Figure I- 3: Initiation du monomère styrène	7
Figure I- 4: Propagation du styrène.....	7
Figure I- 5: Initiation par tétrachlorure d'étain	8
Figure I- 6: Le mécanisme de la propagation cationique	8
Figure I- 7: Amorçage par le butyl lithium	8
Figure I- 8: Propagation anionique.....	9
Figure I- 9: Désactivation de l'anion	9
Figure I- 10: Types d'emballage de polystyrène post-consommation	10
Figure II- 1: Arrachage du lin, par un dignitaire et sa femme, Tombe de Sennedjem, Der El Medineh XIXème dynastie.....	12
Figure II-4: Aspect de la fleur de lin	13
Figure II- 3: Capsules de lin.....	13
Figure II- 2: Graines de lin.....	13
Figure II- 5: Représentation schématique de la graine (A), section longitudinale de la graine (B, C)	14
Figure II- 6 : Variétés de lin : capsules et grain.....	15
Figure II- 7: Les espèces de lin sauvages	16
Figure II- 8: Diagramme de domaine d'utilisation du lin	20
Figure IV - 1: Structure chimique du styrène.....	28
Figure IV - 2: Les grains de lin	29
Figure IV - 3: Structure chimique du peroxyde de benzoyle	30
Figure IV - 4: Structure chimique du chlorure de méthylène.....	30
Figure IV - 5: Structure chimique semi-développée de l'acétone.....	31
Figure IV - 6: Présentation stéréochimique du chloroforme.....	31
Figure IV - 7: Structure chimique d'éthanol.....	31
Figure IV - 8: Structure chimique du méthanol	32
Figure IV - 9: Structure chimique d'acétate d'éthyle	32
Figure IV - 10: Structure chimique du toluène	33
Figure IV - 11: Structure chimique du cyclohexane	33
Figure IV - 12: Les trois isomères du xylène : ortho-xylène $C_6H_4(CH_3)_2$, meta-xylène $C_6H_4(CH_3)_2$, para-xylène $C_6H_4(CH_3)_2$	34
Figure IV - 13: Schéma de Lewis de chlorure d'hydrogène	34
Figure IV - 14: : Structure chimique d'acide sulfurique	34
Figure IV - 15: Extraction du gel par ébullition des grains de lin.....	35
Figure IV - 16: Filtration du gel à travers une passoire.....	35
Figure IV - 17: Diagramme résumant la polymérisation du PS pur.....	37
Figure IV - 18: Dispositif de la synthèse de l'obtention du PS.....	38
Figure IV - 19: Appareil UV-VIS	40
Figure IV - 20: Dispositif de l'IR	41

Liste des tableaux

Figure IV - 21:Dispositif de DSC/ATG.....	42
Figure IV - 22:Viscosimètre selon la norme ASTM D445-21 ^{€2}	44
Figure IV - 23: Agents de réticulation UV, Bio-Link BLX.....	44
Figure V- 1:FTIR du PS _{100%}	45
Figure V- 2:FTIR du GEL _{100%}	46
Figure V- 3:FTIR du PS _{50%}	47
Figure V- 4:FTIR du PS _{70%}	47
Figure V- 5:FTIR du PS _{30%}	48
Figure V- 6: Comparaison de l'FTIR du GEL _{100%} et l'extrait	48
Figure V- 7 : Résultat de la viscosité cinématique du PS _{100%} et PS _{70%}	50
Figure V- 8: Evolution du flux de chaleur en fonction de la température (DSC) du PS _{100%}	51
Figure V- 9: Evolution du flux de chaleur en fonction de la température (DSC) du GEL _{100%}	52
Figure V- 10: Evolution du flux de chaleur en fonction de la température (DSC) du PS _{50%} .	52
Figure V- 11: Evolution du flux de chaleur en fonction de la température (DSC) du PS _{30%} .	52
Figure V- 13: Thermo gramme ATG du GEL _{100%}	53
Figure V- 14: Thermo gramme ATG du PS _{50%}	54
Figure V- 15: Thermo gramme ATG du PS _{30%}	54
Figure V- 16:EDX du GEL _{100%}	55
Figure V- 17 : Morphologie de surface du GEL _{100%} observé au MEB	56
Figure V- 18:EDX du PS _{50%}	56
Figure V- 19: Morphologie de surface du PS _{50%} observé au MEB	56
Figure V- 20:EDX du PS _{30%}	57
Figure V- 21: Morphologie de surface du PS _{30%} observé au MEB	57

Liste des tableaux

Tableau II- 2 : Composition chimique des grains de lin	16
Tableau II- 3: Les lipides contenus dans le grain de lin (g/100g)	17
Tableau II- 4: Composition des graines de lin en acides gras	17
Tableau II- 5 : La composition en acides aminés du grain de lin.....	17
Tableau II- 6: Les vitamines solubles du grain de lin	18
Tableau II- 7 : La composition en minéraux du grain de lin	18
Tableau III- 1:Grandes classes de biopolymères	23
Tableau III- 2: Applications des biopolymères dans l’emballage	25
Tableau III- 3: Les applications médicales des biopolymères.....	26
Tableau IV - 1: Propriétés physico-chimiques du styrène.....	28
Tableau V- 1:Résultat FTIR du PS _{100%}	46
Tableau V- 2: Résultat FTIR du GEL _{100%}	46
Tableau V- 3 : Résultat FTIR du PS _{50%}	47
Tableau V- 4: Résultat FTIR du PS _{70%}	47
Tableau V- 5:Résultat FTIR du PS _{30%}	48
Tableau V- 6:Le rendement des échantillons.....	49
Tableau V- 7: La longueur d’onde et l’Absorption des échantillons	49
Tableau V- 8:La densité des échantillons	50
Tableau V- 9:Les paramètres thermiques de DSC.....	52
Tableau V- 10 : Donnés obtenues lors la fusion des échantillons	54
Tableau V- 11:Les résultats de solubilité avec différents solvants de nos échantillons	57
Tableau V- 12:Résultats de la dégradation photochimique	58

Liste des abréviations

UIPAC: International *Union of Pure and Applied Chemistry*

ADEME :*Agence de l'Environnement et De la Maîtrise de l'Energie*

HIPS : High Impact Polystyrène

PSE : Polystyrène expansé

PSR : Polystyrène rigide

GPPS : General purpose polystyrène

PMG : Poids de mille grains

SDG : Secoisolaricoresinol diglucoside

PHA : Polyhydroalcanoates

PHB : Polyhydroxybutyrate

PHV : Polyhydroxyl-valerate

PLA : Polylactic Acid

PGA : Polyglycolides

UV : Ultra-Violet

FTIR : Infra-rouge à transformée de fourrier

DSC: Differential Scanning Calorimetry

ATG: Analyse Thermogravimetry

MEB : Microscopie Electronique à Balayage

Introduction générale

Au cours des 60 dernières années, les matériaux polymères synthétiques principalement basés sur l'industrie pétrochimique ont été progressivement développés et la production annuelle mondiale est d'environ 140 millions de tonnes. Durant cette période, les matériaux polymères ont envahi notre quotidien, et ils apparaissent dans divers domaines, à savoir l'emballage, le transport, les équipements électriques et électroniques, les loisirs, etc. Ce succès est principalement attribué à leur faible coût, leur répétabilité à grande vitesse, leurs excellentes propriétés mécaniques et leur durabilité (haute résistance au vieillissement et aux attaques biologiques).

Le principal inconvénient de ces plastiques est qu'ils proviennent de ressources non renouvelables et que leur extraction et leur utilisation génèrent des gaz à effet de serre comme le dioxyde de carbone qui contribuent au réchauffement climatique. De plus, la consommation accrue de plastiques fabriqués à partir de polymères dérivés du pétrole génère de grandes quantités de déchets non biodégradables difficiles à gérer dans les décharges car non compostables. L'incinération des plastiques à base de pétrole entraîne la libération de composés toxiques pour l'environnement.

L'exploitation intense de la matière plastique pétrolière pour des usages courants nécessite de trouver un moyen de remplacer les produits dérivés du pétrole par des substances naturelles et biodégradables.

Dans une perspective de respect de l'environnement et de gestion des ressources fossiles épuisables, la recherche dans l'industrie du plastique s'oriente davantage vers les biopolymères (amidon, protéine, lipide, cellulose, etc.) comme source de matières premières renouvelables pour la fabrication du plastique.

L'UIPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*) définit Les biopolymères comme étant des bio macromolécules synthétisées par des organismes vivants, et selon l'ADEME (*Agence de l'Environnement et De la Maîtrise de l'Energie*), les biopolymères sont des polymères naturels issus de ressources renouvelables de plantes, d'algues ou d'animaux.

Introduction générale

L'objectif de ce travail est la synthèse de biopolymères à base de styrène/ gel de lin. Diverses études ont été réalisées sur les échantillons obtenus : Spectrométrie Ultra-Violet Visible (UV-VIS), Spectroscopie Infrarouge FTIR, Analyse Thermogravimétrique (ATG), Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC), Microscopie Electronique à Balayage (MEB)...

Notre travail a été scindé en deux parties, une partie théorique qui comporte trois chapitres et partie expérimentale qui comporte deux chapitres.

Le **premier chapitre** est un rappel de généralités et de notions fondamentales sur le polystyrène, leurs classification et propriétés et les modes de synthèse.

Dans le **deuxième chapitre** nous avons présenté le lin en commençant par l'historique, leurs différentes classes, leurs variétés, sa composition et ses applications.

Le **troisième chapitre** concerne les biopolymères, nous avons commencé par donner une introduction et une définition, nous avons également fait leurs différentes familles ainsi que leurs différents propriétés et applications.

Le **quatrième chapitre** expérimental qui comporte les différents matériaux utilisés et aussi le mode opératoire pour l'élaboration de nos copolymères. Aussi les techniques d'analyses utilisées pour caractériser les échantillons : FTIR, UV-VIS, DSC, ATG, MEB et la viscosité cinématique.

Dans le **cinquième chapitre** nous avons tenté de donner les interprétations les plus probables en ce qui concerne les résultats que nous avons obtenus des essais qu'on a effectué.

Et enfin nous avons achevé notre travail par une conclusion générale dont nous avons déduit résultat que notre travail nous a menés.

Chapitre I

LE POLYSTYRENE

I.1 Historique

Le polystyrène a été découvert dès 1839, mais il n'a été développé à grande échelle en Allemagne et aux États-Unis qu'en 1933. Sa production industrielle a commencé en 1933 et son procédé n'a cessé de se perfectionner au cours des décennies suivantes. Le polystyrène expansé a été inventé par accident en 1944 par *Ray Mc Intire* (1919-1996), un chimiste travaillant pour *Dow Chemical*. Il est commercialisé sous le nom de *Styrofoam* et était à l'origine utilisé comme isolant dans les bâtiments [1].

I.2 Origine

Ce dernier est un matériau issu à l'origine de la pétrochimie. Plus de 90 % de la production de styrène provient de la déshydrogénation du benzène et de l'éthylène pour produire l'éthylbenzène, dont la formule chimique est $(C_8H_8)_n$. Il ne contient que du carbone et de l'hydrogène comme éléments chimiques [2].

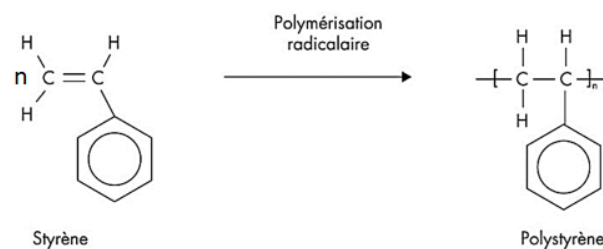


Figure I- 1: Polymérisation du monomère styrène en polystyrène [2]

I.3 Monomère constitutif

Le styrène, $C_6H_5CH=CH_2$, est le principal monomère des polymères styréniques. Il est formé en mélangeant de l'éthylène et du benzène, et l'éthylbenzène est déshydrogéné ou craqué pour obtenir du styrène. La polymérisation radicalaire du styrène seule produit des

homopolymères, du polystyrène cristallin standard, des produits amorphes, aléatoires, transparents et cassants.

La polymérisation catalysée par un métallocène produit du polystyrène syndiotactique, un produit opaque à structure cristalline qui a des propriétés techniques élevées mais qui est beaucoup plus cher que le PS standard. En raison de sa compatibilité avec de nombreux monomères et polymères, le styrène peut être modifié par copolymérisation pour apporter des propriétés spécifiques telles que la résistance aux chocs, une meilleure résistance à la chaleur, etc [2].

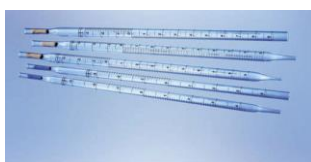
I.4 Différents types de polystyrène

Il existe trois formes de polystyrène : PS standard (cristal), le PS choc (*High Impact Polystyrène* (HIPS) et le PS expansé (PSE).

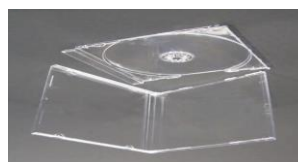
I.4.1 Polystyrène standard (cristal) [2]

Ce type de PS, également appelé polystyrène à usage général (GPPS) ou polystyrène rigide (PSR), est un polymère amorphe, transparent, brillant, rigide, cassant et colorable. En raison de son aspect transparent, il est souvent utilisé sous le nom de Cristal PS. Obtenu après polymérisation du PS. Toutes les autres formes de PS sont obtenues par modification de cette forme.

Crystal PS peut également être moulé par moulage par injection et formage de pièces telles que des gobelets transparents ou des boîtiers de disques numériques polyvalents (DVD). Dans ce cas, on parle d'injection de PS.



PIPETTE GRADUÉE



BOITIER POUR CD



GOBELET

Figure I- 2: Quelques objets en PS standard [2]

I.4.2 Polystyrène choc [3]

Le polystyrène appelé *Hips*, pour *High Impact Polystyrène*, est un type particulier de polystyrène car il est opaque et, surtout, il résiste aux chocs. Il est également connu sous le nom de polystyrène choc (SB).

Le styrène est l'élément de base pour la fabrication du polystyrène. Et sa compatibilité avec d'autres monomères et polymères permet d'imaginer de nombreux composés styréniques aux propriétés variées. Les hanches en font partie. Il intègre 15 à 25 % de polybutadiène, obtenu par greffage de polybutadiène lors de la production de polystyrène.

I.4.3 Polystyrène expansé (PSE) [4]

Il est obtenu à partir d'un mélange de polystyrène et de gaz, et c'est un matériau blanc et léger. Il est utilisé comme isolant thermique ou phonique. C'est un matériau isolant léger, rigide et fermé. Le polystyrène expansé est disponible dans une variété de résistances à la compression pour résister aux charges et aux forces de remblai. Cette structure à cellules fermées assure une absorption d'eau minimale et une faible persistance de la vapeur.

I.5 Propriétés du polystyrène

Le polystyrène est l'un des polymères les plus importants aujourd'hui, et sa popularité découle du fait qu'il possède de nombreuses propriétés.

I.5.1 Propriétés électriques

Les polymères styréniques possèdent de bonnes propriétés d'isolation électrique. Ils peuvent recevoir des additifs pour devenir antistatiques ou conducteurs.

I.5.2 Propriétés rhéologiques

Comme la majorité des thermoplastiques, les polymères styréniques à l'état fondu ont un comportement non newtonien et un caractère viscoélastique.

I.5.3 Propriétés chimiques

Le PS est soluble dans les solvants aromatiques et les halogènes, mais légalement soluble dans les éthers, les cétones et les esters. Il résiste aux solutions salines, aux alcalis et aux acides dilués. En présence de lumière UV et d'oxygène, le PS s'oxyde, jaunit et devient cassant. Faible absorption d'eau, bonne stabilité dimensionnelle, bonnes performances d'isolation, bonne résistance chimique, densité réelle de 1,03 à 1,05, le polystyrène est solide à 20°C, pâteux à 120°C et fond entre 150°C et 170°C [5].

I.5.4 Propriétés mécaniques

Le PS cristal a le comportement d'un polymère très rigide mais fragile avec une résistance aux chocs d'environ 2 KJ.m⁻² (cassant). Cette résistance aux chocs augmente avec l'augmentation de la teneur en élastomère jusqu'à 12KJ.m⁻² [6]. Il convient de prêter attention à la facilité de mise en œuvre et à la possibilité d'obtenir différentes conceptions de PS.

I.5.5 Comportement au feu

Les polymères de styrène sont inflammables et dégagent une odeur sucrée. Lors de la combustion, ils se décomposent à environ 300°C, formant du dioxyde de carbone (CO₂) et de la vapeur d'eau, mais une combustion incomplète augmente le monoxyde de carbone (CO). Étant donné que l'air utilisé pour toutes les combustions à l'air libre est composé à 78 % d'azote en plus de l'oxygène, les oxydes d'azote sont toujours présents. Pour améliorer leur résistance au feu, des additifs ignifugeants sont ajoutés dans certaines applications, et la combustion ajoute des produits de décomposition de ces ignifugeants.

I.5.6 Vieillessement

Une exposition prolongée à l'extérieur peut entraîner l'oxydation du polymère de styrène. La surface de l'objet jaunit et s'effrite. Les propriétés anti-âges peuvent être améliorées par l'ajout d'agents protecteurs ou colorants. La combustion produit des produits de décomposition supplémentaires.

I.5.7 Autres propriétés

Le PS possède un pouvoir calorifique élevé compris entre 31 700 et 41 200 kJ/kg. Il est imperméable et a une très faible absorption d'eau. Comme tous les polymères basés sur une chaîne d'hydrocarbure, le PS est classé comme non biodégradable dans un horizon séculaire [2].

I.6 Mode de synthèse

I.6.1 Le mécanisme de la polymérisation radicalaire du styrène [7]

Le mécanisme de la polymérisation radicalaire repose sur trois étapes fondamentales séquentielles : initiation, propagation et terminaison.

Initiation

Cela implique la formation d'espèces de radicaux libres, généralement par chauffage, pour perturber les liaisons N-N dans les initiateurs azoïques. Ce radical libre va alors réagir avec le monomère styrène pour former un radical libre styrène.

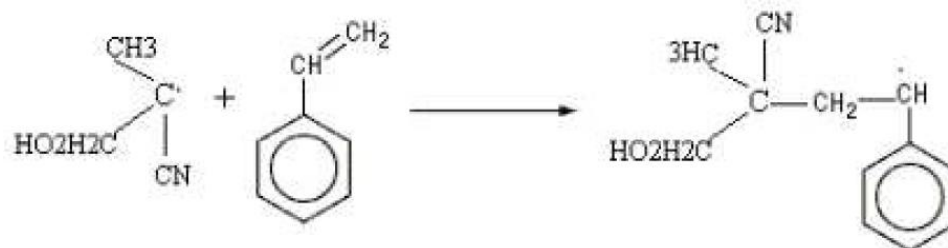


Figure I- 3: Initiation du monomère styrène

Propagation

Le radical styrène s'ajoutera à un autre monomère styrène, formant un dimère puis un trimère, il s'agit donc d'une continuation de la réaction en chaîne.

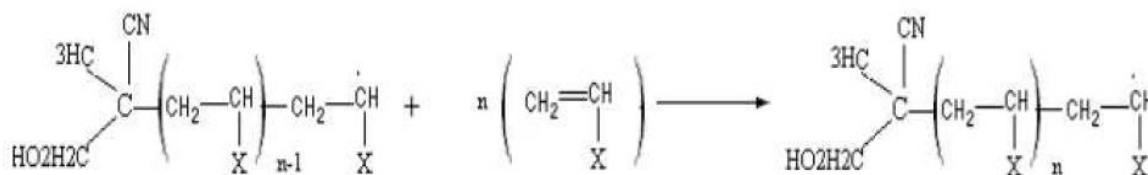


Figure I- 4: Propagation du styrène

Terminaison

Le mode de terminaison le plus courant est bimoléculaire, impliquant deux types de réactions :

- Combinaison : La réaction se termine avec deux radicaux libres réagissant pour former une seule molécule ;
- Dismutation : Formation de deux molécules par la réaction de deux radicaux libres.

I.6.2 Le mécanisme de la polymérisation cationique du styrène [8]

Ce fragment est un carbocation, dans lequel un atome de carbone a une charge positive associée à un contre-ion chargé négativement. Les monomères peuvent être :

- Oléfines (isobutylène) ;
- Éther vinylique $\text{CH}_2=\text{CHOR}$;
- Carbures insaturés (styrène, indène, benzofurane) ;
- Composés hétérocycliques (oxyde d'éthylène, tétrahydrofurane, cyclosiloxane) .

Le groupe R doit être un donneur d'électrons (isobutylène, éther vinylique) ou un cation stabilisé par résonance (styrène, indène).

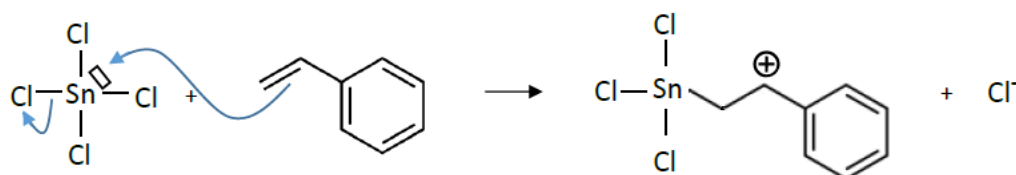
Initiation

Figure I- 5: Initiation par tétrachlorure d'étain

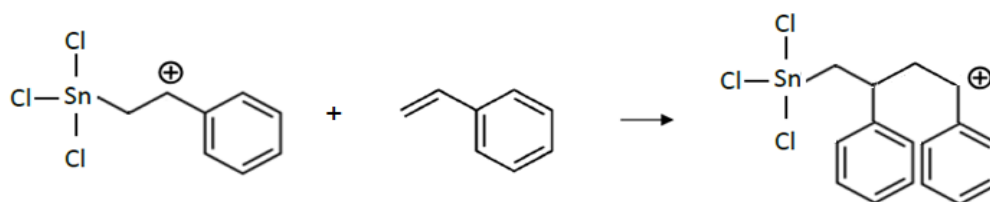
Propagation

Figure I- 6: Le mécanisme de la propagation cationique

I.6.3 Le mécanisme de la polymérisation anionique du styrène [9]

La fraction active est un carbanion (où un atome de carbone est chargé négativement) ou un oxyanion (où la charge négative est portée par un atome d'oxygène) en combinaison avec un contre-ion Me^+ , qui est chargé positivement et généralement métallique. La polymérisation peut être réalisée par ouverture de doubles liaisons (styrène, diène, acrylonitrile, vinylpyridine) ou de cycles (oxirane, lactone, lactame...).

Elle se fait en solution dans des solvants aprotiques (qui ne peuvent libérer de protons) : alcanes, cyclohexane, benzène, tétrahydrofurane, dioxane...

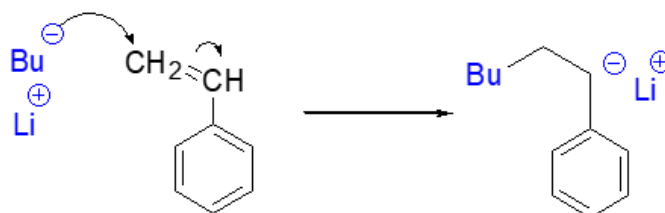
Amorçage par le butyl lithium

Figure I- 7: Amorçage par le butyl lithium

Propagation

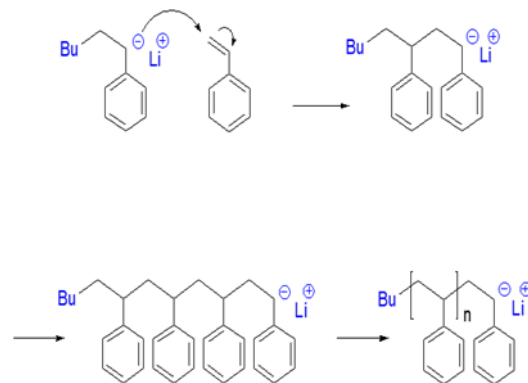


Figure I- 8: Propagation anionique

Désactivation de l'anion

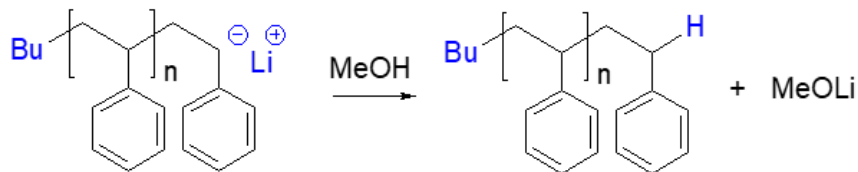


Figure I- 9: Désactivation de l'anion

I.7 Utilisation du polystyrène [2]

Les propriétés du PS et son faible coût d'achat lui permettent d'être utilisé dans de nombreuses applications et dans différents domaines.

Certaines propriétés du PSE facilitent son utilisation dans diverses applications : il est très léger et composé à 98% d'air et 2% de matière solide, limitant ainsi d'autant l'impact sur le poids. Il est moins cher que d'autres types d'emballages et permet de protéger les produits fragiles suremballés. Ses propriétés isolantes gardent les aliments chauds ou froids. Le PSE est largement utilisé dans les emballages alimentaires, les conteneurs, les barquettes, etc...

La composition de ses cellules remplies d'air confère à l'EPS d'excellentes propriétés d'absorption des chocs. En tant que tel, il est utilisé dans les emballages de protection pour l'expédition d'appareils électroniques et d'autres articles fragiles, et pour l'emballage

d'équipements électroniques tels que les téléviseurs, les ordinateurs et les équipements audio. La stabilité, la durabilité et l'insensibilité du PSE à l'action de l'humidité facilitent sa large application dans les secteurs de l'isolation, de la construction, de la construction et de l'entreposage frigorifique (véhicules frigorifiques, glacières et chambres froides). Il est également utilisé en milieu agricole (conteneurs de semis et bacs à fleurs) car il permet une faible croissance des bactéries et des moisissures.

Le PS standard est utilisé pour les applications nécessitant transparence et rigidité. Il est utilisé dans des produits tels que les couverts, les tasses, les yaourts, les produits de boulangerie et les contenants de fruits et légumes. Les boîtes de Pétri et autres récipients de laboratoire, tels que les tubes à essai et les microplaques, sont également en PS.

Le PS est largement utilisé dans les jouets, les équipements de divertissement et les articles ménagers. Il est utilisé dans le monde de l'audiovisuel : boîtiers de disques compacts (CD) et de DVD, pièces de télévision, pièces de chaîne stéréo. La figure (figure I-10) montre différents produits selon le type de PS utilisé.



Figure I- 10: Types d'emballage de polystyrène post-consommation

Le PS choc est utilisé lorsqu'une résistance élevée aux chocs est recherchée. Les téléviseurs, dans les modèles les plus récents, sont constitués d'environ 20 % en poids de

plastique et de 90 % de PS choc non ignifugé. On le retrouve également dans les électroménagers.

I.8 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons donné un aperçu général sur le polystyrène : l'historique, leur origine et les modes de synthèse, ses types, leurs propriétés et leur utilisation. Nous pouvons dire que ce matériau est très utilisé dans divers domaines, et cela à cause de leurs propriétés (physiques, chimiques et mécaniques) qui répondent aux différentes exigences, tels que la légèreté de leurs poids, leurs états de surface et leurs coûts de revient.

Chapitre II

LE LIN

II.1 Historique

Les cultures de lin existent depuis les temps les plus reculés de l'homme, et cette culture a souvent trouvé le succès dans les terres fraîches et légères. Le lin est une plante médicinale depuis 5000 avant JC, cultivé comme source de fibres, et est maintenant cultivé pour son huile utile [10]. Le lin est la troisième culture de fibres naturelles et est disponible dans plus de 50 pays.

En effet, le Canada est le principal producteur de lin, suivi de la Chine, des États-Unis et de l'Inde [11].

Le lin est originaire d'Asie, de l'Ouest de la Méditerranée. Mais ainsi découvert dans des cités lacustres suisses.

L'Égypte de Pharaon a élargi l'utilisation du lin et certaines des momies du pharaon ont été enveloppées dans des bandes de lin de 1 000 mètres. Par ailleurs, les fresques trouvées dans les pyramides témoignent de la culture du lin (Figure II.1) [12].



*Figure II- 1: Arrachage du lin, par un dignitaire et sa femme, Tombe de Sennedjem, Der El Medineh
XIXème dynastie*

II.2 Classification et morphologie

II.2.1 Classification

Le lin est une plante de la famille des *Linaceae*, elle est géographiquement très répandue (300 espèces environ) réparties en 15 genres.

II.2.2 Morphologie et structure

Le lin est un dicotylédone autotridactyle dont la racine pivotante a la forme d'une tige fibreuse. La hauteur des plantes varie de 20 à 150 cm. Ses feuilles sont simples, alternes et lancéolées, allant de 3 à 13 mm de largeur et de 15 à 55 mm de longueur. Elles sont disposées en panicules et toutes les branches des pousses se terminent par des fleurs [13].



Figure II- 4:Graines de lin



Figure II- 4: Capsules de lin



Figure II-2: Aspect de la fleur de lin

Les cinq pétales sont obovales et varient en couleur du blanc, bleu (plus communément), rose et violet. Les cinq étamines sont jointes à leurs marges de base. Les étamines et cinq anthères ont la même gamme de couleurs que les pétales. Les anthères peuvent également être de couleur orange ou jaune. Les cinq carpelles produisent un fruit de type capsule, de 6–9 mm de large. Chaque carpelle forme deux cloisons qui divisent la capsule contenant dix grains au maximum [13].

Les graines de différentes variétés de lin sont de forme ovale (2,5mm×5mm×1mm), poids moyen 3 ~ 13 mg. Les graines peuvent varier en couleur du jaune au brun, avoir une texture croquante et caoutchouteuse et avoir une agréable saveur de noisette. Il se compose de deux parties principales : l'embryon et membrane protectrice maternelle appelée téguments ou testa (coque/spermodermes) [14]. Ces enveloppes protègent l'embryon des attaques pathogènes et des dommages mécaniques) [15]. Différentes assises cellulaires composent le tégument (en partant de l'intérieur vers l'extérieur) (Figure II-5) :

- Une couche de pigments, contenant les tanins responsables de la couleur de la graine (du jaune au marron) ;
- Deux assises cellulaires de fibres (longitudinales et transverses) ;
- Une couche de cellules rondes ;
- Une assise mucilagineuse, contenant le mucilage est située sur la couche la plus externe de la graine de lin [16] .

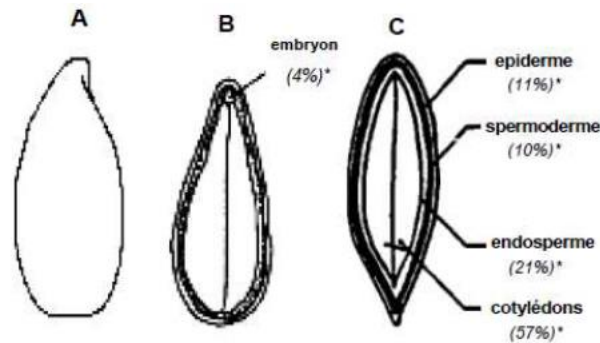


Figure II- 5: Représentation schématique de la graine (A), section longitudinale de la graine (B, C) [22]

II.3 Variétés de lin

Le développement industriel a conduit à la sélection de deux familles de lin, l'une pour les graines riches en huiles polyinsaturées, notamment en acide linoléique (lin oléagineux), et l'autre pour les fibres contenues dans leurs tiges ("fibres" de lin) [13] .

Contrairement au lin fibreux, le lin oléagineux a un taux plus élevé de ramification de la tige, ce qui augmente le rendement en grain. Les variétés de lin oléagineux sont divisées en variétés de printemps et d'hiver. Le lin de printemps, semé en mars et le lin d'hiver en septembre, a des rendements en graines plus constants car la variété est plus rustique et moins sensible aux stress environnementaux [17] .

Le lin a plusieurs noms. Ces noms font référence à des expériences avec le lin en tant que plante cultivée. Selon que la capsule s'ouvre ou reste fermée (déhiscente ou non) à maturité, la hauteur de la plante, le poids de mille graines, on distingue [18] :

II.3.1 *Convar. crepitans (Boenningh)*

Les capsules se sont ouvertes et les graines sont tombées au sol. Cette race s'appelle *Springlein*. L'éclatement de la capsule produit un son, c'est pourquoi la variété est également connue sous le nom de lin sonore (Figure II-6) [18].

Chez *Johann Conrad Freyenmuth* (1827) on trouve un autre nom pour cette variété, qu'il appelle lin solaire, car lorsqu'elle est séchée et exposée au soleil, les capsules se rompent d'elles-mêmes et libèrent les graines. Le lin *Springlein* a toujours été cultivé pour ses fibres longues.

II.3.2 *Convar elongatum*

Il désigne les textiles de lin typiques. Plantes de plus de 70 cm de long, avec des branches latérales jusqu'au tiers supérieur de la tige. Le lin a un poids de mille grains (PMG) entre 4 et 7 grammes. Les capsules ne s'ouvrent pas ou ne se séparent que légèrement pendant la maturation. Les graines ne se cassent pas facilement (Figure II-6) [19].

II.3.3 *Convar mediterraneum*

Les plantes mesurent moins de 70 cm et leurs branches s'étendent au-delà du tiers supérieur. Généralement, la tige principale de la plante ne se ramifie pas à partir de la base. PMG supérieur à 9. Les capsules sont donc plus grosses. Ce lin est originaire de la région méditerranéenne et pousse long [18].

II.3.4 *Convar usitatissimum*

Les plantes mesurent moins de 70 cm et sont ramifiées dans le cinquième supérieur. Le PMG pèse moins de 9 grammes et les tiges sont souvent ramifiées à la base. C'est le type de lin le plus répandu dans le monde, y compris le lin à double usage cultivé pour la fibre et les oléagineux (Figure II-6) [18].

Outre les espèces cultivées, il existe d'autres graines de lin sauvages (Figure II-7) : *Linum angustifolium* ; *Lin album* ; *Linum grandiflorum*, originaire d'Afrique, à grandes fleurs rouges, et *Linum perenne*, originaire des régions tempérées d'Europe et d'Asie [20].



Figure II- 6 : Variétés de lin : capsules et grain [19]



Figure II- 7: Les espèces de lin sauvages [20]

II.4 Culture et récolte

Le lin est une très bonne culture de rotation puisqu'il a de très faibles besoins en azote et n'appauvrit donc pas le sol. Il aime pour sa culture, une terre légère et fraîche. La récolte du lin s'effectue à sa parfaite maturité, on l'arrache, on le fait sécher en plein air ou à l'abri, on bat les tiges pour en détache les graines. Une soufflée d'air chaud termine le séchage et élimine les fibres ou le feuille restantes [21].

II.5 Composition du lin

La graine de lin est riche en lipides, dont la composition chimique varie considérablement d'une variété à l'autre et dépend également des conditions environnementales dans lesquelles les plantes sont cultivées [22].

Les graines de lin contiennent environ 40 % de lipides, 30 % de fibres alimentaires, 20 % de protéines, 460-520 Kcal/100 g d'énergie et une petite quantité d'amidon [23].

Les téguments sont composés majoritairement de polyphénols et de composés glucidiques (mucilage), alors que l'embryon est composé majoritairement d'huile et de protéines [24]. Le tableau suivant (tableau II-2) montre le taux de chaque composant contenu dans la graine de lin.

Tableau II- 1 : Composition chimique des grains de lin [25]

Humidité	Protéines	Lipides	Fibres	Cendres
4-8%	20-25%	30-40%	20-25%	3-4%

II.5.1 Lipides

Les graines de lin contiennent 35 à 45% d'huile, ce qui permet de classer le lin dans la catégorie des oléagineux. Une partie de l'huile se trouve dans la cuticule (10%), cependant la majorité est localisée au niveau des cellules des cotylédons (78%) et de l'endosperme (12%)

[10]. La teneur en acides gras et en lipides des grains de lin est présentée dans les tableaux (tableau II-3) et (tableau II-4) respectivement.

Tableau II- 2: Les lipides contenus dans le grain de lin (g/100g) [22]

Stérols	Cholestérol	Lipides complexes	Glycolipides	Phospholipides
2,9	0-0,09%	1,8	2,9	2,3

Tableau II- 3: Composition des graines de lin en acides gras [26]

Acides gras	Quantité en % des acides gras
Acides gras saturés	6-10
Palmitique	4-6
Stéarique	2-4
Acides gras monoinsaturés	11-23
Acides gras polyinsaturés	70-80
Linoléique	12-18
Alpha-linolénique	54-71

II.5.2 Protéines

La teneur en protéines des graines de lin est comprise entre 20% et 30%. Ils sont limités à 20% d'albumine et 80 % de globuline (légumineuses) [27].

Les graines sont constituées de protéines de réserve (10 à 30 %) accumulées dans les cotylédons (76 %) et dans une moindre mesure dans l'endosperme (16 %). Ces protéines sont synthétisées au stade de maturité [28].

La protéine de lin a une composition en acides aminés similaire à celle de la protéine de soja (tableau II-5) [29].

Tableau II- 4 : La composition en acides aminés du grain de lin [27]

Acide aminé	Quantité(g/100g)	Acide aminé	Quantité(g/100g)
L'acide glutamique	19,6	Phénylalanine/valine	4,6
L'acide aspartique	9,3	L'isoleucine/lysine	4,0
L'arginine	9,2	Thréonine	3,6
Leucine	5,8	Cystine	1,1
Méthionine	4,6	Tryptophane	1,8

II.5.3 Glucides

Les graines de lin peuvent contenir un faible pourcentage de sucres solubles, probablement moins de 2 %. La plupart des glucides présents dans les graines de lin appartiennent au groupe résistant à l'action des enzymes digestives humaines [30].

Deux types de sucres entrent dans la composition de la graine de lin :

- Amidon (composant de réserve des graines) : présent en très faible quantité dans le germe et l'enveloppe des graines de lin.
- Les fibres alimentaires sont plus importantes (25-32%), elles comprennent les fibres solubles (4,3-8,6 mg/g) et les fibres insolubles (12,8-17,1mg/g) [31]. Ils sont principalement constitués de mucilage (soluble), mais aussi de cellulose et de lignine (insoluble) [32].

II.5.4 Vitamines

De par sa teneur en vitamines B et certains minéraux, la graine de lin est proche de celle des cultures. Ils contiennent de la vitamine E sous forme de gamma-tocophérol (9,2 mg/100 g de graines) et de petites quantités de vitamine K sous forme de phylloquinone. Les teneurs en vitamines sont présentées dans le (tableau II-6).

Tableau II- 5: Les vitamines solubles du grain de lin [22]

Vitamine	Teneur (mg/100g)	Vitamine	Teneur (mg/g)
Acide ascorbique (C)	1,3	Acide pantothenique (B5)	1,5- 7
Thiamine (B1)	0,03- 0,6	B6	0,4- 10
Riboflavine (B2)	0,1- 0,3	Folate	278
Niacine (B3)	1,4- 5,5	Cyan cobalamine (B12)	0,5

II.5.5 Cendres et minéraux

La graine de lin contient les composés suivants : potasse, soude, oxyde de magnésium, oxyde de fer, acide phosphorique, acide sulfurique, chlore, silice [33], carbonate de calcium, aluminium et de petites quantités de cadmium [22]. Le tableau suivant (tableau II-7) présente le profil minéral du grain de lin.

Tableau II- 6 : La composition en minéraux du grain de lin [22]

Composé minéral	(mg/g de grain)	Composé minéral	(mg/g de grain)
Potassium	5,5-10,6	Zinc	38,2-93,6

Magnésium	3,2-4,1	Manganèse	13-42,8
Calcium	2-4,4	Aluminium	2,2-9,5
Sodium	0,2- 0,6	Nickel	0,8-2,8
Phosphore	4,4-7,6	Sélénium	0,6

II.5.6 Composés phénoliques

II.5.6.1 Polyphénols

La graine de lin est également composée de polyphénols. Ces molécules protègent les plantes des rayons UV, des agents pathogènes et des insectes. Les polyphénols de lin sont constitués de faibles niveaux d'acides phénoliques (8 à 10 g/kg de lin), de flavonoïdes, de tanins et de niveaux élevés de lignanes, en particulier de SDG (*secoisolaricoresinol diglucoside*) [34].

II.5.6.2 Lignanes

Les lignanes sont définis comme un groupe de polyphénols [35]. La graine de lin est la source la plus riche en lignanes du règne végétal [27]. Il fournit 800 fois plus de lignanes que la plupart des autres aliments [36].

Les lignanes glycosides présents dans les graines de lin sont le SDG, le mateol, le pinorésinol et le larchol [37]. Principalement SDG, qui représente plus de 1 % de la masse des graines et 5 % de la masse du tégument [27].

II.5.6.3 Flavonoïdes

Les flavonoïdes sont les pigments responsables de la coloration des graines. Ils sont divisés en plusieurs groupes : flavonoïdes, flavonols, flavanones, anthocyanes, flavanols. La graine de lin contient 35 à 71 mg/100 g de flavonoïdes, principalement des flavonols [38].

II.6 Applications de lin

Le lin est utilisé de diverses manières, avec des utilisations industrielles, notamment la fabrication de peintures, de vernis, d'aliments nutritionnels et d'aliments pour animaux, et comme ingrédient dans les aliments transformés. L'utilisation du lin est résumée dans le diagramme suivant [39] :

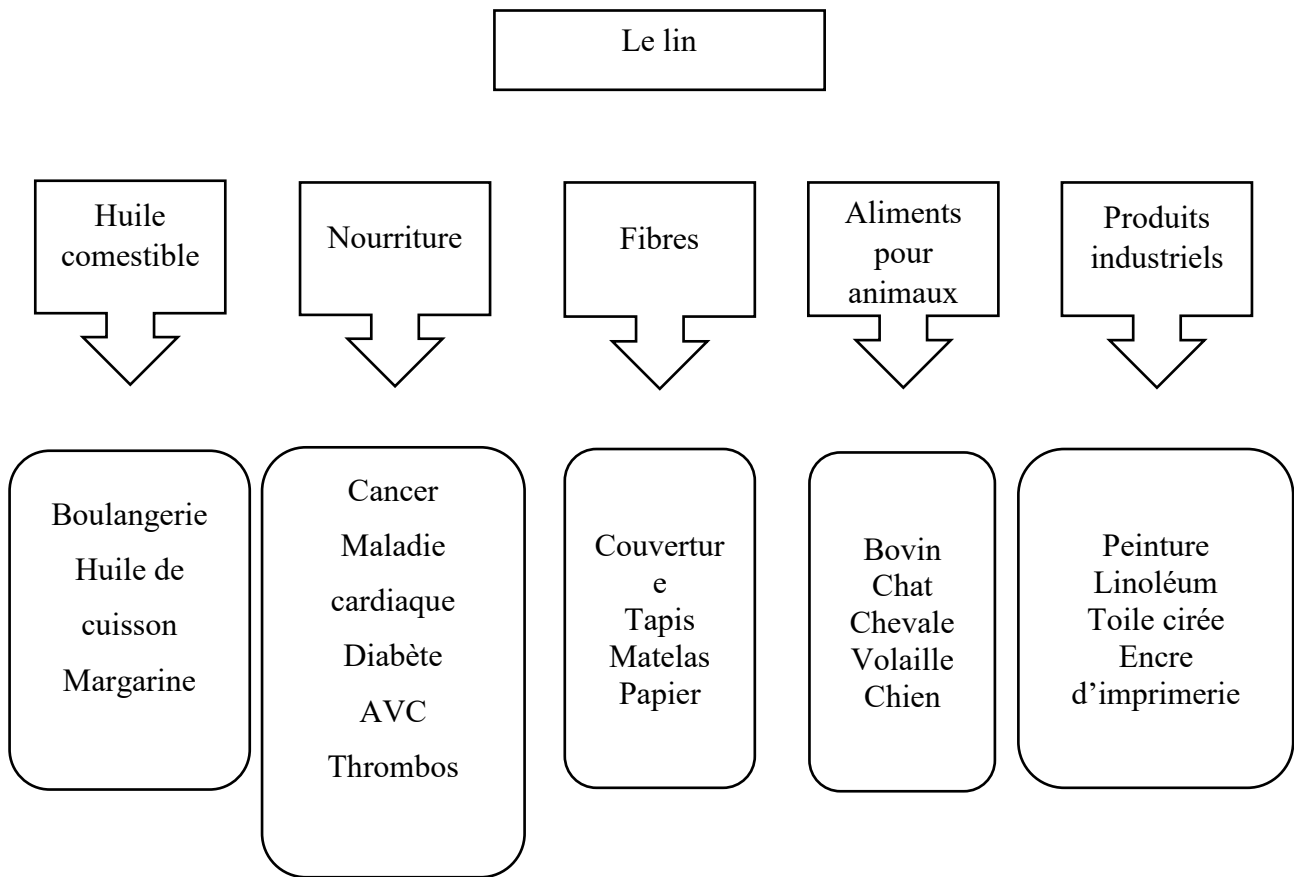


Figure II- 8: Diagramme de domaine d'utilisation du lin [39]

Chapitre III

LES BIOPOLYMERES

III.1 Introduction

Ces dernières années, l'intérêt pour les biopolymères s'est accru du fait de la réduction des stocks de pétrole à moyen terme, mais aussi en raison des problèmes de recyclage des polymères dérivés du pétrole. Le recyclage de la biomasse est donc une solution bien pensée pour répondre aux besoins du marché des plastiques. Deux voies peuvent être envisagées : l'utilisation de la biomasse comme source de matières premières pour l'industrie chimique et l'utilisation de la biomasse comme charge dans la production des matériaux composites [40].

III.2 Définition

Les polymères intéressants pour l'industrie des composites sont ceux qui se dégradent en quelques années et qui ont des propriétés mécaniques suffisantes pour être utilisés dans des composants techniques, car ils fonctionnent comme une matrice dans la plupart des cas. Les biopolymères sont obtenus à partir de polymères naturels (biodégradables), de polymères synthétiques susceptibles d'être attaqués par des micro-organismes, ou de mélanges de ces deux familles. Les micro-organismes sont des organismes de taille microscopique. Il est présent dans toute la nature et peut être utilisé en biotechnologie. Il existe deux groupes principaux :

- Procaryotes de quelques micromètres de taille, ils peuvent être aérobies ou anaérobies (bactéries, cyanobactéries).
- Eucaryotes, organismes dont le noyau est séparé du cytoplasme et qui contiennent de l'ADN. Ils comprennent les protozoaires, les algues unicellulaires, les champignons [41].

III.3 Classification

Le qualificatif "biologique" peut faire référence à différents concepts et peut semer la confusion dans l'esprit des gens. Parlant de « biopolymères », parlez-vous de « biodégradabilité », de « biofragmentation », de « biocompostabilité », d'agriculture biologique, de « biosourcing » ... ?

Les biopolymères sont divisés en 3 catégories selon le mode de production :

- Polymères issus directement de la biomasse ;
- Polymères synthétisés par des microorganismes ou bactéries génétiquement modifiés ;
- Polymères produits par synthèse chimique à partir de monomères d'origine naturelle .

III.3.1 Biopolymères issus de la biomasse

Cette catégorie comprend les polysaccharides (amidon, chitosan, lignine, cellulose...), les protéines (animales comme le collagène ou la caséine ou végétales telles que le gluten) et les résines naturelles. Les biopolymères issus de la biomasse sont présents naturellement dans l'environnement.

III.3.2 Biopolymères de synthèse bactérienne

Ce sont en général des polyesters et ils sont utilisables en l'état. On trouve par exemple les polyhydroalkanoates (PHA), le polyhydroxybutyrate (PHB), l'hydroxyl-valérate (PHV), mais aussi la cellulose bactérienne ou le xanthane.

III.3.3 Biopolymères obtenus par synthèse chimique

Ils sont obtenus par synthèse chimique à partir de monomères d'origine naturelle renouvelable. L'exemple le plus connu est le polylactique Acid (PLA), qui, comme son nom l'indique, est un polymère d'unités d'acide lactique [42].

III.4 Différentes familles des biopolymères

On dénombre cinq types différents de biopolymères que l'on peut regrouper en trois classes :

- **Polymères de synthèse** : ce sont des polymères d'origine fossile ;
- **Polymères biodégradables** : ce sont des polymères d'origine fossile (issus du pétrole) auxquels est ajouté un additif qui permet de favoriser leur dégradabilité ;
- **Biopolymères de biomasse** : ce sont les polymères issus de la biomasse ; il en existe trois sortes :
 - Biopolymère issus de la faune et de la flore : cette famille comprend par exemple l'amidon, la cellulose, les protéines, etc ;
 - Biopolymères produits par polymérisation chimique : cette famille est essentiellement constituée des PLA ;
 - Biopolymères produits par des micro-organismes génétiquement modifiés : comme par exemple, le PHA, le PHV, le PHBV ;

Tableau III- 1:Grandes classes de biopolymères [43]

Classes	Descriptions	Exemples de biopolymères
Polysaccharides (Plantes/animaux)	Glucides ou sucres complexes constitués de plusieurs monosaccharides (glucides ou sucres simples) liés entre eux	Amidon, Cellulose, Alginate, Chitosane, Agar, Pectine, Gommages, Carraghénane
Polysaccharides (Issus des bactéries)		Xanthane, Dextrane, Gellane, Curdlan, Pullulane, Elsinane
Protéines et polypeptides	Macromolécules biologiques composées d'une ou plusieurs chaînes d'acides aminés liés entre eux par des liaisons peptidiques	Polyacide aminé, Collagène, Gluten, Caséine, Soja, Glycoprotéine, Zéine
Polyesters (synthétisés par des bactéries)	Polymères dont les motifs répétitifs de la chaîne principale contiennent la fonction ester	Poly (acide lactique) PLA Polyhydroxyalcanoate PHA
Polyphénols	Molécules présentant plusieurs groupements phénoliques	Lignines, Tanins, Acides humiques
Polynucléotides et nucléotides	Molécules composées de plusieurs nucléotides. Certains nucléotides forment la base de l'ADN et l'ARN	Adénosine-5'-triphosphate ATP Adénosine-5'-monophosphate AMP

III.5 Propriétés des biopolymères

De par leur structure chimique, les biopolymères présentent des propriétés particulières et intéressantes pour des applications bien spécifiques en industrie plastique. Parmi ces propriétés, on cite :

III.5.1 Biodégradabilité

La biodégradabilité est la propriété la plus importante caractérisant l'impact environnemental des produits biologiques. La biodégradation est le processus naturel de décomposition de la matière organique. Cela est dû à la présence de liaisons facilement clivables, telles que des liaisons ester ou amide, entraînant la formation de molécules plus simples et de fragments plus petits [44].

Quatre facteurs y contribuent : le plus important, la biodégradation est impossible sans micro-organismes, humidité, oxygène et température. Le temps nécessaire pour qu'un matériau se biodégrade complètement, soit bioassimilé, est une considération importante, car un temps trop court ou trop long n'est pas nécessairement intéressant selon l'utilisation prévue du matériau [45].

Cependant, dans certains cas, la biodégradabilité peut être très utile sans compostage, comme c'est le cas pour certaines applications agricoles comme le paillage.

III.5.2 Compostabilité

Le compostage est la mise en œuvre contrôlée et optimisée du processus naturel de biodégradation. De plus, les matériaux biodégradables sont toujours, par définition, compostables. La solution de la compostabilité offre l'avantage de mieux contrôler le processus, en intervenant sur la quantité d'air, le pourcentage d'humidité et la température [46].

L'optimisation du système peut réduire le temps de compostage de 6 mois à seulement 45 jours. Par conséquent, selon les normes ASTM, les matériaux compostables doivent pouvoir se biodégrader pour former du compost.

III.5.3 Biocompatibilité et biorésorbabilité

Un matériau biocompatible est un matériau qui fournit une fonctionnalité avec une réponse appropriée et qui n'affecte pas de manière négative l'environnement biologique dans lequel il doit fonctionner [46]. En plus de la biocompatibilité, des applications médicales spécifiques sont également étudiées pour les matériaux bio absorbables qui peuvent se décomposer naturellement dans le corps humain et être ensuite remplacés par des tissus vivants. Les biopolymères se dégradent naturellement dans le corps humain par hydrolyse (enzymatique) et libèrent des molécules résorbables et non toxiques.

III.5.4 Propriétés chimiques

La présence de fonctions chimiques sur les molécules leur confère des propriétés particulières et une facilité de réaction avec d'autres molécules. Leur réactivité est due à la présence de fonctions alcool, acide, amine ou aldéhyde, qui réagissent facilement du fait de leurs sites nucléophiles et électrophiles [47].

La présence de certains groupes insaturés et groupes hydroxyles sur les chaînes alkyles des triglycérides permet leur fonctionnalisation et conduit à la formation de polyuréthanes,

polyamide ou polyester. Ainsi, les propriétés physiques et mécaniques des polymères et leurs applications peuvent être modifiées.

III.6 Applications des biopolymères

En raison des propriétés ci-dessus, certains domaines et industries utilisent des biopolymères. Les principaux domaines d'application concernent l'emballage, la médecine et l'agriculture.

III.6.1 Application dans l'emballage

Les propriétés physiques souhaitées d'un emballage dépendent du contenu de l'emballage et de ses conditions de stockage. Les matériaux biosourcés sont des matériaux extraits de ressources renouvelables et utilisés dans l'industrie agroalimentaire [48].

Les applications des biopolymères dans les emballages sont résumées dans le tableau (tableau III-2) suivant :

Tableau III- 2: Applications des biopolymères dans l'emballage [48]

Biopolymères	Applications
Amidon	Emballages films alimentaires et produit d'hygiène, sacs de pomme de terre, Couverts jetables, emballages de calage, plateaux de légumes, filets.
Cellulose	Emballages films alimentaires, emballages films divers.
Poly lactide (PLA)	Raviers et pots, bouteilles d'eau et de lait, gobelets jetables, divers emballages alimentaires, fenêtres transparentes d'emballage de pain, emballage film divers, blisters, etc..
Polyhydroxycanoates	Emballages cosmétiques, emballages films, raviers et couverts jetables.

III.6.2 Applications médicales

L'utilisation des biomatériaux dans ce secteur nécessite une très bonne maîtrise de la technologie thérapeutique. Ainsi le choix de l'utilisation d'un matériau biosourcé dans un corps vivant doit être accompagné d'une connaissance approfondie de la relation contrôlée entre les propriétés mécaniques et le temps de dégradation [49]. On peut trouver ces biopolymères dans les fils de sutures chirurgicales, le greffage vasculaire, les peaux artificielles et comme système de libération contrôlée de médicaments [50].

Tableau III- 3: Les applications médicales des biopolymères [48]

Biopolymères	Applications médicales
Polyhydroxyalcanoates (PHA)	Fil de suture, galénique, implant vasculaire, vêtement et accessoire médicaux, ostéosynthèse.
Polyglycolides (PGA)	Fil de suture, clip, agrafe et adhésif.
Polyacides (PLA) PLLA	Fixation orthopédique attache, vis et broche, ligament et tendon artificiels, matrice de régénération de tissu, galénique.
Polyglactine (PLA PGA) Polydioxanone	File de suture, fixation orthopédique, vis et broche, ligament, tendon et vaisseau artificiel.
Cellulose	Encapsulation de médicaments, membrane d'hémodialyse.
Alginate	Encapsulation de médicaments, implantation cellulaire.
Polyaspartates	Encapsulation de médicaments, fil de suture, peau artificielle.
Poly lysine	Encapsulation de médicaments, biosenseur, bactéricides.

III.6.3 Applications agricoles

En agriculture, il est important de comprendre les enjeux économiques et environnementaux. Les biopolymères utilisés doivent répondre à certains critères, tels que la biodégradabilité et la durée de conservation [51]. Les applications incluent les films plastiques pour la protection des semences qui se dégradent dans le sol après la germination et l'enracinement des graines. Les biopolymères sont également utilisés dans de nouvelles technologies telles que la libération contrôlée d'engrais.

III.7 Avantages et inconvénients des biopolymères

III.7.1 Principaux avantages des biopolymères

Les principaux avantages, que présentes les biopolymères sont [52] :

- Neutralité en termes de cycle CO₂ ;
- Gestion de fin de vie facilitée par le compostage ;
- Panel varié de biopolymères disponibles ;
- Issus de ressources abondamment renouvelables ;
- Transformables par les processus traditionnels (extrusion, extrusion gonflage, injection, thermoformage) ;
- Haute valeur ajoutée.

III.7.2 Inconvénients des biopolymères

- Propriétés physique parfois limitées ;
- Flou normatif et législatif concernant la notion de biodégradabilité (secteur du polymère peu structuré internationalement) ;
- Compostage industriel des déchets bio-polymérique peu développé ;
- L'inconvénient majeur de ces biopolymères est leur coût de revient élevé, avoisinant 7,5 €/kg [52].

III.8 Conclusion

Les bioplastiques sont développés comme solution contre l'accumulation des déchets plastiques. Dès lors, ils représentent un thème de recherche important au sein de la filière plasturgie. Ces biopolymères ont reçu beaucoup d'attention grâce à ses propriétés de biodégradabilité, biocompatibilité et biorésorbabilité. Cependant, leurs propriétés physiques et leurs prix de vente limitent son utilisation.

Chapitre IV

Matériaux et techniques

IV.1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de mettre en évidence l'ensemble des opérations réalisées pour l'élaboration d'un biopolymère à base de styrène et gel de lin par polymérisation radicalaire. Il comprend également des techniques de caractérisation expérimentales qui permettent l'analyse et l'évaluation des différentes propriétés de notre matériau biopolymère obtenu.

IV.2 Matériaux utilisés

IV.2.1 Styrène

Le styrène, $C_6H_5CH=CH_2$, est le monomère principal des polymères styréniques. Il est préparé à partir de l'éthylène et du benzène qui se combinent en éthylbenzène, lequel est déshydrogéné ou soumis à un cracking pour obtenir le styrène.

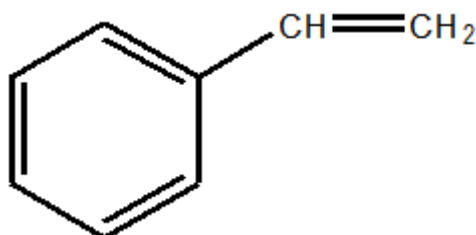


Figure IV - 1: Structure chimique du styrène

Le tableau suivant présente quelques propriétés physico-chimiques du styrène :

Tableau IV - 1: Propriétés physico-chimiques du styrène

Matière	styrène
Formule brute	C_8H_8
Masse molaire (g/mol)	104,14

Pureté (%)	99
Solubilité	Il est peu soluble dans l'eau, mais il possède une bonne solubilité dans l'acétone, l'éther, le disulfure de carbone et les alcools
Température d'ébullition (°C)	145,14
Température de fusion (°C)	-30,6
Indice de réfraction à 21°C	1,5464
Aspect à température ambiante	Liquide incolore

IV.2.2 Graines de lin

La graine de lin est une graine oléagineuse produite à partir du lin cultivé (*Linum usitatissimum* L.) consommé par l'homme depuis le Néolithique. Exceptionnellement riche en minéraux (dont phosphore, cuivre, magnésium et manganèse), protéines (20%) et lipides (40%).



Figure IV - 2: Les grains de lin

IV.2.3 Peroxyde de benzoyle

Le peroxyde de benzoyle est un composé de la famille des peroxydes organiques aromatiques. Il consiste en deux groupes benzoyle qui font partie de la famille des acyles. Ces deux groupes benzoyle sont reliés par un groupe peroxyde -O-O-. Sa formule chimique est $C_{14}H_{10}O_4$ et de la masse molaire 242,226 g/mol.

Le peroxyde de benzoyle est explosif à l'état sec, en chimie organique son stockage est effectué lorsque le solide est humecté de 30 % de sa masse avec de l'eau. Il est irritant. Il existe actuellement en dose de 2,5 % à 10 % leur efficacité est égale 0,7. On a l'utilisé dans la réaction comme un amorceur.

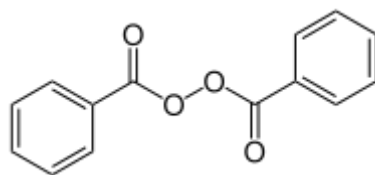


Figure IV - 3: Structure chimique du peroxyde de benzoyle

IV.2.4 Les solvants

- **Dichlorométhane**

Le dichlorométhane (chlorure de méthylène) CH_2Cl_2 est un composé organique utilisé principalement comme solvant. C'est un liquide incolore et volatil avec une odeur modérément sucrée et parfois désagréable. Le dichlorométhane est légèrement soluble dans l'eau mais miscible avec la plupart des solvants organiques. Dont la formule chimique brute est CH_2Cl_2 et de masse molaire 84,933 g/mol.

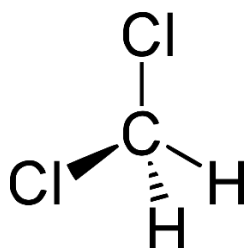


Figure IV - 4: Structure chimique du chlorure de méthylène

- **Acétone**

L'acétone est un composé chimique connue sous le nom de propan-2-one dont la formule chimique brute est $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ et de masse molaire 58.0791 g/mol, c'est un isomère du propanal et le dérivé le plus simple de la série des cétones aliphatiques et la présence de la double liaison carbone- oxygène lui confère l'essentiel de sa réactivité.

L'acétone est un liquide incolore et inflammable avec une odeur fruitée typique. Son point de fusion est de $-94,6^\circ\text{C}$ et son point d'ébullition est de $56,05^\circ\text{C}$. C'est un composé très soluble dans l'eau (c'est une molécule polaire à courte chaîne carbonée), l'éthanol et l'éther.

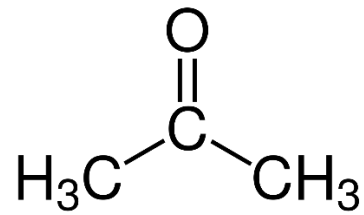


Figure IV - 5: Structure chimique semi-développée de l'acétone

- **Chloroforme**

Le chloroforme (ou chloroforme) est un hydrocarbure halogéné de formule chimique CHCl₃. C'est un liquide incolore et très volatil avec une odeur étherée caractéristique. Le chloroforme est un excellent solvant pour de nombreuses substances organiques telles que les graisses, les huiles, les résines, les cires, etc. Entièrement miscible avec de nombreux solvants organiques, dissout l'iode et le soufre.

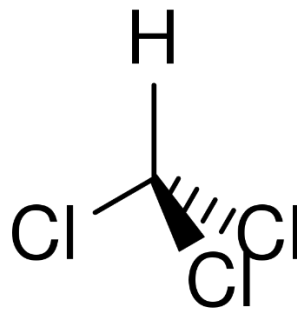


Figure IV - 6: Présentation stéréochimique du chloroforme

- **Ethanol**

L'éthanol ou encore alcool éthylique, molécule de formule chimique C₂H₅OH comporte deux atomes de carbone liés (C), l'un portant trois atomes d'hydrogène (H), l'autre deux atomes d'hydrogène et une fonction hydroxyle (OH). C'est un liquide mobile, incolore, volatil, d'odeur plutôt agréable, décelable dès 84 ppm. Il est miscible à l'eau et à la plupart des solvants usuels, c'est un bon solvant des graisses. Sa masse molaire est 46,068 g/mol.

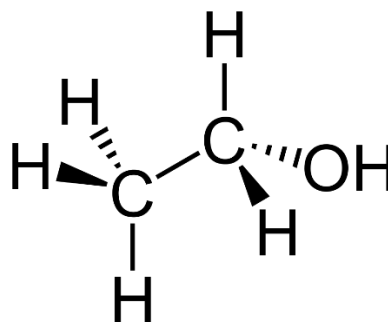


Figure IV - 7: Structure chimique d'éthanol

- **Méthanol**

Le méthanol est un hydrocarbure composé de carbone, d'hydrogène et d'oxygène. Sa formule chimique est CH_3OH .

Le méthanol est un alcool, un liquide incolore, neutre, polaire, inflammable avec une odeur caractéristique, point d'ébullition $T=65,5^\circ\text{C}$, point de fusion $T=98,8^\circ\text{C}$, densité à $20^\circ\text{C}=0,7924$, évaporation de la chaleur= 263 Kcal/kg .

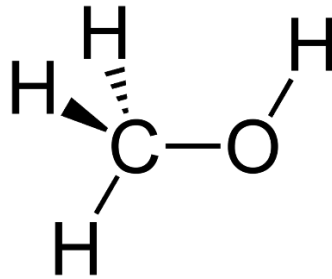


Figure IV - 8: Structure chimique du méthanol

- **Acétate d'éthyle**

L'acétate d'éthyle $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ est un solvant moyennement polaire, peu toxique, non hygroscopique et hautement volatil, dont la masse molaire est $88,105 \text{ g/mol}$ et la température d'ébullition $77,1^\circ\text{C}$. C'est un accepteur faible en raison de la liaison hydrogène. Il peut dissoudre jusqu'à 3% d'eau et la solubilité dans l'eau à température ambiante est de 8%. Cette solubilité augmente avec la température. Il est instable au contact de bases et d'acides forts en présence desquels il est hydrolysé en acide acétique et éthanol.

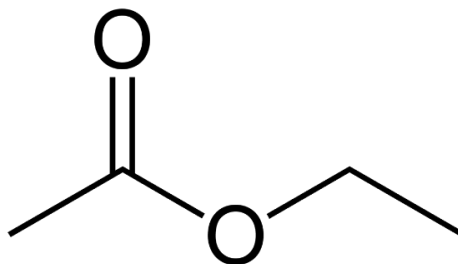


Figure IV - 9: Structure chimique d'acétate d'éthyle

- **Toluène**

La formule chimique du toluène est C_7H_8 . C'est un liquide incolore transparent à température ambiante. Il a une forte odeur sucrée semblable au benzène. La gravité spécifique

est de 0,8869 à 20 °C. Il est légèrement soluble dans l'eau douce à 25 °C, sa masse molaire est 92,138 g/mol et sa température d'ébullition 110,58 °C.

Il est utilisé dans la fabrication d'explosifs, comme matière première synthétique (polyuréthane) et comme solvant de peinture.

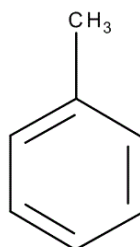


Figure IV - 10: Structure chimique du toluène

- **Cyclohexane**

Le cyclohexane est un hydrocarbure alicyclique non oléfinique de la famille des (mono)cycloalcanes de formule moléculaire C₆H₁₂, avec une masse molaire 84,159 g/mol et température d'ébullition 80,75 °C. Le cyclohexane est utilisé dans l'industrie chimique comme solvant non polaire et comme réactif pour la production industrielle d'intermédiaires tels que l'acide adipique et le caprolactame utilisés dans la production de nylon.

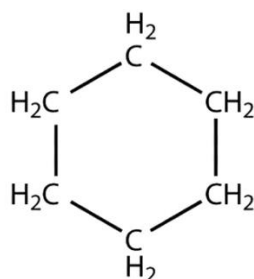
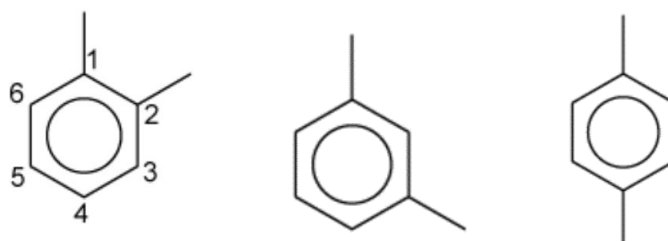


Figure IV - 11: Structure chimique du cyclohexane

- **Mélange xylènes**

Le xylène, ou diméthylbenzène, est un groupe d'hydrocarbures aromatiques dérivés méthylés du benzène. Il est représenté par trois isomères structuraux : 1,2-diméthylbenzène, 1,3-diméthylbenzène et 1,4-diméthylbenzène (appelés respectivement ortho-diméthylbenzène, méta-diméthylbenzène et para-diméthylbenzène). Le xylène technique est un mélange des trois isomères, de composition voisine de méta- (60 %), ortho- (10-25 %) et para- (10-25 %).



1,2-diméthylbenzène

1,3-diméthylbenzène

1,4-diméthylbenzène

Figure IV - 12: Les trois isomères du xylène : *ortho*-xylène $C_6H_4(CH_3)_2$, *meta*-xylène $C_6H_4(CH_3)_2$, *para*-xylène $C_6H_4(CH_3)_2$

- **Chlorure d'hydrogène**

Le chlorure d'hydrogène, symbole chimique HCl, est une substance composée de chlore et d'hydrogène, incolore, toxique et très corrosive. A température et pression ambiantes, c'est un gaz qui produit une fumée blanche lorsqu'il est exposé à l'humidité. Les fumées sont constituées d'acide chlorhydrique, une solution aqueuse de chlorure d'hydrogène. Sa masse molaire est 36,461 g/mol et sa température d'ébullition est -85 °C à 101,3 kPa.

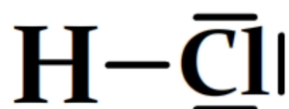


Figure IV - 13: Schéma de Lewis de chlorure d'hydrogène

- **Acide sulfurique**

L'acide sulfurique, appelé jadis huile de vitriol ou vitriol fumant, est un composé chimique de formule H_2SO_4 . C'est un acide minéral dont la force ($pK_a = -3,0$). L'acide sulfurique pur est un liquide visqueux, incolore et inodore de masse molaire 98.078 g/mol. Diverses impuretés le colorent souvent en jaune brun.

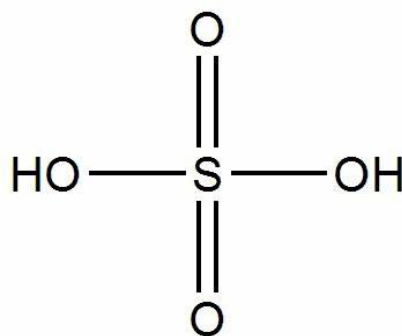


Figure IV - 14: : Structure chimique d'acide sulfurique

IV.3 Extraction liquide du gel des graines de lin

IV.3.1 Nettoyage

Les gaines de lin ont été nettoyées manuellement en utilisant de l'eau distillé afin d'éliminer la poussière et les téguments ; par la suite Les graines ont été séchée à l'air libre.

IV.3.2 Extraction par de l'eau bouillante

Une quantité de 50 g de graines de lin ont été mises dans un cristalliseur avec une quantité d'eau (150 ml) bouillante, puis laissée pendant 15 à 20 min à une température avoisinant 97.5°C, sous agitation manuelle jusqu'à obtention d'un gel de plus en plus consistant.



Figure IV - 15: Extraction du gel par ébullition des grains de lin

IV.3.3 Filtration

Le mélange obtenu de gel et du reste des graines a été filtré à travers une passoire désinfectée. Le filtrat contenant le gel a été conservé dans un flacon en verre au froid positif jusqu'à son utilisation.



Figure IV - 16: Filtration du gel à travers une passoire

IV.4 Le mode opératoire de la synthèse du biopolymère

Pour aboutir à notre résultat qui est celui de la préparation d'un biopolymère par voie radicalaire nous devons respecter les étapes suivantes :

IV.4.1 Elaboration du PS pur

Pour réaliser la synthèse du PS, on verse 20 ml du monomère styrène dans une éprouvette gradué adéquat (50 ml), (il est primordial de travailler sous la haute et équipé d'un masque et de gants afin d'éviter l'inhalation des vapeurs du styrène qui peuvent s'avérer dangereuse pour la santé), Ce volume sera mis dans un ballon Bicol de 250 ml équipé d'un thermomètre, on additionne au monomère une faible proportion du peroxyde de benzoyle, d'un poids de 0.5g pour déclencher la réaction. On attache ensuite le ballon à un réfrigérant dont le rôle est de refroidir l'ensemble du dispositif de la température élevé de la réaction de polymérisation qui s'effectue à 100°C et en l'occurrence de condensé les vapeurs du monomère qui s'évaporent durant la réaction, et cela en faisant circuler de l'eau du robinet à température ambiante entre les parois du réfrigérant. L'ensemble réfrigérant et ballon sont immergés dans un bain d'eau chauffée entre [125°C-135°C], par une plaque chauffante placée en dessous du dispositif (on règle la température à l'aide d'un thermomètre graduée) le milieu réactionnel est agité pendant 30 min de temps. Durant le déroulement de la réaction on constate que la viscosité du milieu réactionnel augmente avec le temps cela veut dire que la réaction de polymérisation c'est réellement passée. Enfin on récupère notre PS du ballon avec le solvant organique dichlorométhane et on le met dans une boîte de Petri ainsi dépourvu de son monomère non réagit laisser sous haute pendant un certain temps (24H à 48H) pour qu'il se cristallise et sera bien séché de son monomère. puis on le met à l'étuve de type WISD pendant 12h à 50°C, une fois notre produit est séché on le pèse dans une balance électronique fabriquée par le groupe japonais SHIMADZU AUW2200 afin de calculer le rendement de notre réaction.

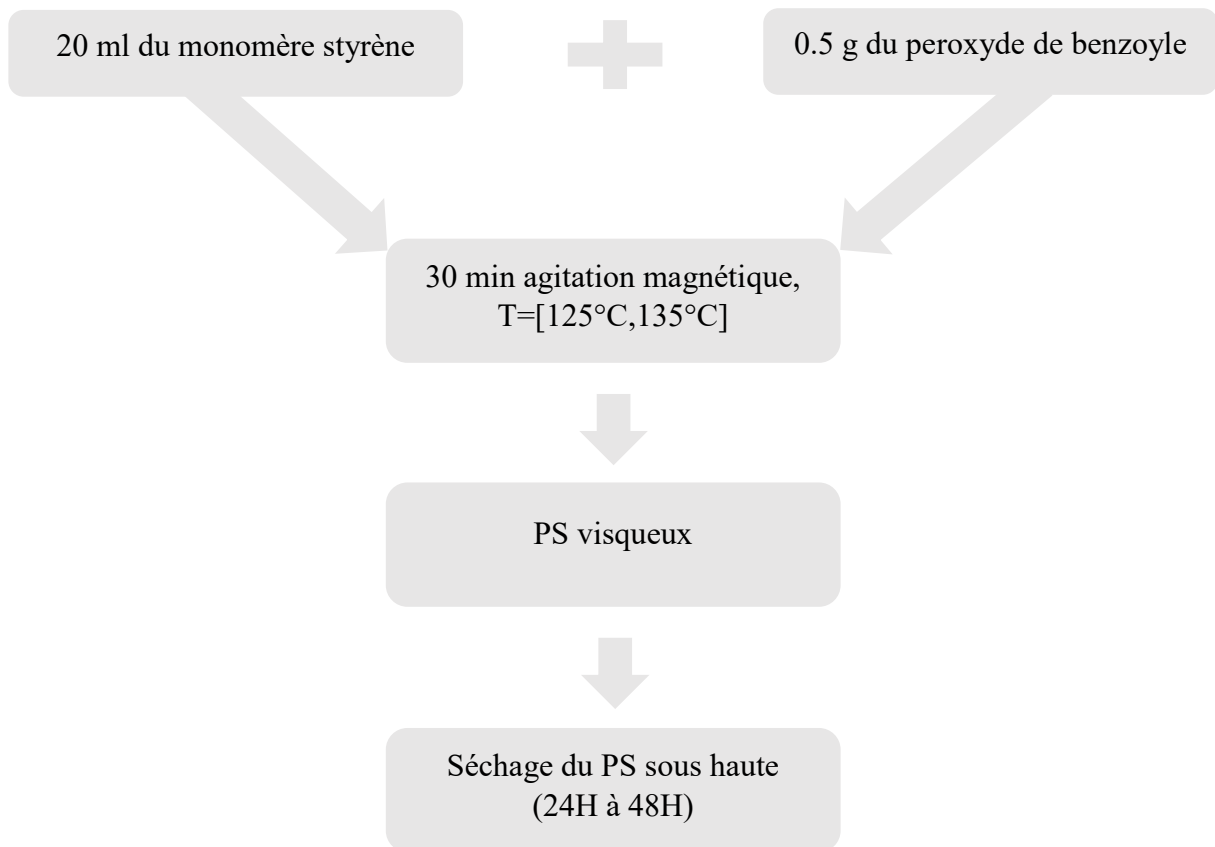


Figure IV - 17: Diagramme résumant la polymérisation du PS pur

IV.4.2 Elaboration des copolymères

On refait les mêmes étapes que le protocole (figure IV-17) qu'on a suivi lors d'élaboration du PS_{100%} sauf qu'à chaque fois on change le pourcentage du styrène et du gel des graines de lin selon le tableau suivant :

Echantillons	PS _{100%}	GEL _{100%}	PS _{70%}	PS _{50%}	PS _{30%}
Styrène%	100	0	70	50	30
Gel des graines de lin%	0	100	30	50	70



Figure IV - 18: Dispositif de la synthèse de l'obtention du PS

IV.5 Technique d'analyse et méthodes d'évolution

IV.5.1 Calcul de rendement

Après la récupération de nos échantillons, on pèse leurs poids finals et on note p_f pour chaque échantillon.

Le rendement est calculé selon le rapport suivant :

$$Rdt(\%) = \frac{p_f}{p_i} \times 100 \quad (\text{Équation IV-1})$$

P_f : Poids du l'échantillon final (polymère) ;

P_i : Poids de la matière de départ (les monomères).

IV.5.2 Test de solubilité

La solubilité des échantillons est testée dans des différents solvants, pour cela dans un tube a essai on met à l'aide d'une spatule 0,2 g de l'échantillon et on ajoute 3ml de chaque solvant.

IV.5.3 La densité

La technique du pycnomètre été utilisée dont le principe repose sur la poussée d'ARCHIMEDE, pour procéder à la mesure de la densité, on pèse le pycnomètre vide et on

note m_0 , puis on remplit la fiole du pycnomètre d'eau et on ajuste le bouchon capillaire, un certain volume d'eau va déborder à travers le tube capillaire qu'on essuie, on pèse le pycnomètre rempli et on note cette masse m_1 . Ensuite on pèse un morceau de petite dimension de notre échantillon et on note cette masse m_2 . Puis on introduit le petit morceau dans la fiole on ajuste ensuite le bouchon et on essuie l'excès d'eau qui déborde, on pèse une nouvelle fois le pycnomètre contenant notre échantillon et on note cette masse m_3 . Enfin on calcule la densité à partir de la formule suivante :

$$d_{exp} = \frac{m_2}{m_1 + m_0 - m_3} \times 100 \quad (\text{Équation IV-2})$$

m_0 = poids du pycnomètre vide ;

m_1 = poids du pycnomètre rempli ;

m_2 = poids d'échantillon ;

m_3 = poids du pycnomètre rempli + échantillon.

IV.5.4 Spectrométrie Ultra-Violet Visible (UV-VIS)

La spectrophotométrie UV-visible est une méthode physique non destructive, basée sur l'interaction matière/rayonnement, Elle est à la fois une méthode d'analyse qualitative et quantitative.

Protocole expérimental

La détermination de la longueur d'onde, le coefficient d'extinction massique et l'absorption et ceci permet de déterminer le domaine spectral des échantillons qui sont dans les conditions prescrit au protocole ci-dessous :

- Spectrophotomètre UV-Visible de marque SHIMADZU muni d'une cuve en quartz de 10 mm d'épaisseur ;
- On prend 0,06g de chacun de nos échantillons polymériques ;
- On le fait dissoudre dans un solvant (10ml acétone+10ml dichlorométhane) et on fait l'agitation pour avoir une solution homogène ;
- On verse environ 5 ml dans la cuve en quartz, on la met dans la chambre de l'appareil en présence d'une cuve de référence qui est pleine de notre solvant (acétone et dichlorométhane), et on régule la longueur d'onde en 319 nm.



Figure IV - 19: Appareil UV-VIS

IV.5.5 Spectroscopie infrarouge (FTIR)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par l'échantillon à analyser. Cet échantillon peut être à l'état gazeux, solide ou liquide. Elle permet via l'absorption des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, de déterminer la présence de certaines fonctions chimiques présentes dans la matière.

Le principe du FTIR repose sur l'absorption du rayonnement infrarouge lorsque la longueur d'onde (l'énergie) du faisceau est égale à l'énergie de vibration de la molécule. Le domaine infrarouge entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} ($2,5 - 25\text{ }\mu\text{m}$) correspond au domaine d'énergie de vibration de la plupart des molécules (infrarouge moyen).

Protocole expérimental

La caractérisation par spectroscopie infrarouge IRTF de nos échantillons polymériques ont été réalisés à l'aide d'un spectromètre de la marque BRUKER.

Nos échantillons ont été directement mis sur la surface de l'appareil un après l'autre en nettoyant avec de l'éthanol chaque après échantillon. Le spectromètre est relié à un ordinateur qui est munie d'un logiciel qui nous a permis de tracer les spectrographes comportant des pics caractéristiques de nos échantillons sur les axes de la Transmittance (%) en fonction du nombre d'onde (cm^{-1}) qui comprise dans un intervalle allant de $[500 ; 4000\text{cm}^{-1}]$.



Figure IV - 20: Dispositif de l'IR

IV.5.6 Calorimétrie Différentielle a Balayage (Differential Scanning Calorimetry, DSC)

L'analyse Calorimétrie Différentielle A Balayage a été réalisée à l'aide d'un appareil de DSC de type STARe System TGA/DSC 3+, l'appareil constitue de deux récipients, l'un des deux est un récipient témoins qui va nous permettre de contenir notre échantillon de polymère, l'autre est un creuset qui restera vide. Les deux récipients se trouvent dans un four qui chauffe à certaine vitesse bien déterminé, chaque récipient est connecté à un thermocouple relié à un ordinateur. L'ordinateur fait la différence entre la température de l'échantillon et celle de référence et les convertis en flux de chaleur Q (w/g).

Protocole expérimental

On prend une petite quantité de 5mg de notre échantillon à l'aide d'une spatule qu'on va le mettre dans un creuset en aluminium, on ferme bien le creuset avec une presse automatique et on le met dans la chambre de l'appareil en présence d'un creuset de référence qui est vide, et on règle la température dans un intervalle allant de [40°C ; 800°C].

L'appareil est connecté à un micro-ordinateur qui est munie d'un logiciel qui va nous permettre de tracer les courbes de la DSC qui exprime la variation du flux thermique en fonction de la température et du temps, pour nos échantillons.

IV.5.7 Analyse Thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique, est une technique d'analyse thermique qui consiste en la mesure de la variation de masse de notre échantillon en fonction du temps pour une température ou un profil de température donné. Pour cela un appareil dispose d'une balance de grande précision.

Protocole expérimental

Puisque on a l'appareillage DSC/ATG sont couplés donc on a suivi le même protocole expérimental que DSC.



Figure IV - 21: Dispositif de DSC/ATG

IV.5.8 Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

La Microscopie Electronique à Balayage donne des informations sur la morphologie (forme, taille, arrangement des particules), la topographie (détermination de défauts de surface, texture), les différences de composition, l'orientation cristalline et la présence des défauts. Cette technique nous permet aussi de déterminer l'épaisseur de nos couches en exploitant les images de la coupe perpendiculaire de la couche mince.

Son principe est basé sur l'interaction électron-matière où l'échantillon est bombardé par un faisceau électronique. Ce dernier est généralement produit par un canon à électrons porté à une tension élevée (quelques dizaines de kV).

L'analyse MEB a été réalisée à l'aide d'un appareil de Microscope Electronique A Balayage de type FEI- Thermofisher Quattro S.

Protocole expérimental

On découpe nos échantillons en petit morceau de dimension relativement modeste de 1cm à 2cm et puis ils doivent d'être métallisés en les attachant à un scotch de carbone car nos échantillons sont des isolants électriques et cela avant de les faire analyser. Ensuite les échantillons seront positionnés en-dessous d'un canon d'électrons et vont être bombardés avec un faisceau d'électrons cela va générer un signal électrique qui va être amplifié par la suite et qui va être traduit en une image à l'échelle de l'ordre de 10nm.



IV.5.9 Viscosité cinématique

La viscosité cinématique est la résistance à l'écoulement d'un liquide soumis à la pesanteur.

Protocole expérimental

- On prépare une solution mère (20 mg/ml) de biopolymère dans le toluène. à partir de cela on prépare des solutions de concentration de 16, 12,8 et 4 mg/ml en transférant 80, 60,40 ou 20 ml respectivement de la solution mère à 100 ml fiole jaugée et diluée avec du toluène jusqu'à la marque.
- On monte le viscosimètre verticalement dans la température constante bain de manière à ce que les deux marques soient visibles et immergées dans le bain. On règle le thermostat pour maintenir une température de 20°C.
- On transfère avec précaution 5 ml de la solution mère dans le bras le plus large du le viscosimètre et on attend dix minutes pour l'équilibrage thermique.
- On place la pipette sur le bras capillaire et aspirer la solution de polymère jusqu'à un point au-dessus de la marque supérieure. Maintenant, on enlève l'ampoule et enregistre l'heure pris pour le point le plus bas du ménisque à passer du supérieur à la marque inférieure.

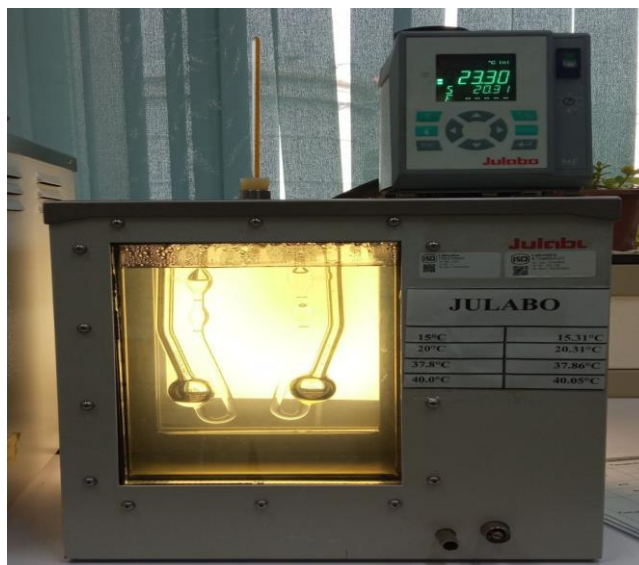


Figure IV - 22: Viscosimètre selon la norme ASTM D445-21^{e2}

IV.5.10 Dégradation photochimique

Dans ce test on a dissous 0,06 g de chaque échantillon dans acétone/dichlorométhane (10ml/10ml), et on mesure l'absorption de chaque solution par l'UV -VIS. Puis on expose notre solution sous la lampe UV dans une chambre fermé, chaque 15 min on prend des prélèvements pour analyser l'absorption de notre échantillon jusqu'à 60 min.



Figure IV - 23: Agents de réticulation UV, Bio-Link BLX

Chapitre V

RESULTATS ET INTERPRETATION

V.1 Introduction

Les différents échantillons ont été caractérisés par différentes techniques de caractérisations thermiques, physiques, microscopiques et rhéologiques. Cette partie présente les résultats obtenus de ces caractérisations et l'interprétation de chacune d'eux.

V.2 L'infra-rouge à transformée de fourrier

L'FTIR mesure l'absorbance de lumière infrarouge par un échantillon et génère un spectre basé sur les groupes fonctionnels du matériau.

Les résultats obtenus sont présentés dans les courbes et les tableaux ci-dessous :

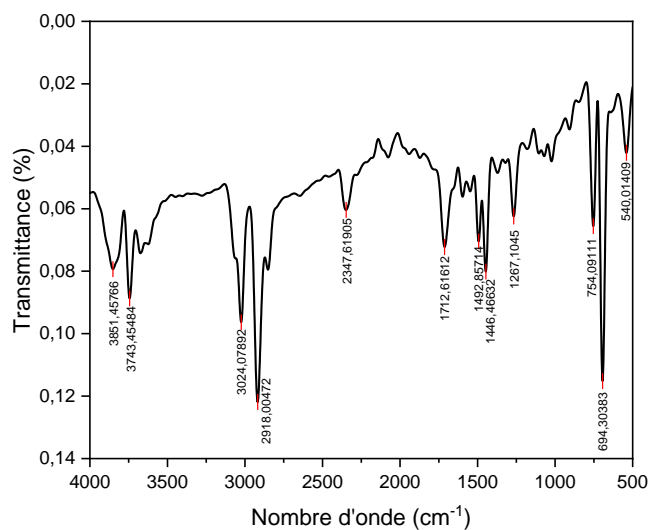


Figure V- 1: FTIR du PS_{100%}

Tableau V- 1: Résultat FTIR du PS_{100%}

Pic	3851	3024	1712	1492	1267	754	694
Groupe ment fonctionnel	O-H (non liée)	C-H	C=O	C-H	C-O	C-H	C-H

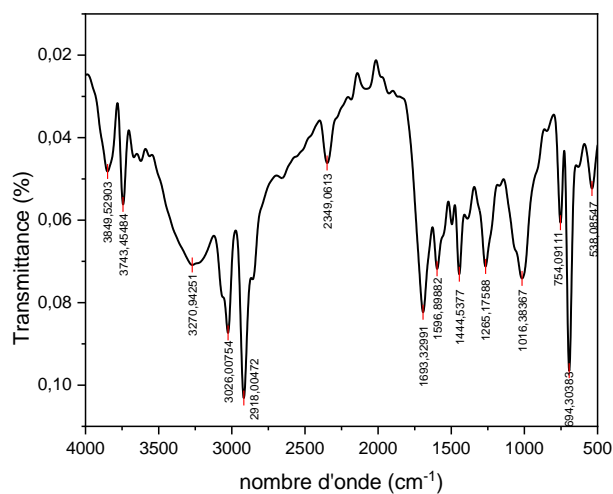


Figure V- 2: FTIR du GEL_{100%}

Tableau V- 2: Résultat FTIR du GEL_{100%}

Pic	3849	3270	3028	1693	1444	1265	754
Groupe ment fonctionnel	O-H (non liée)	O-H	C-H	C=C	C-H	C-C	C-H

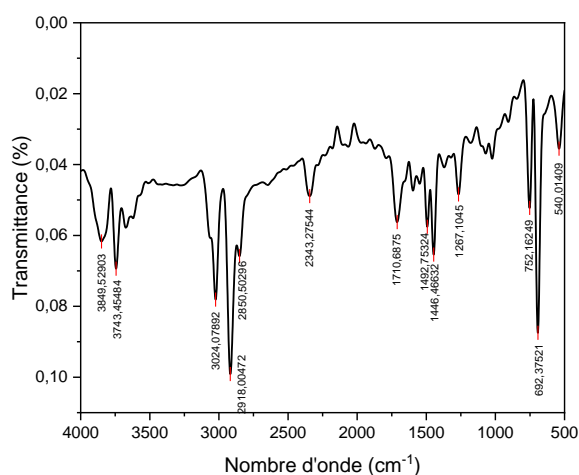


Figure V- 3: FTIR du PS_{50%}

Tableau V- 3 : Résultat FTIR du PS_{50%}

pic	3024	2850	1710	1492	1267	752
Groupe ment fonctionnel	C-H	O-H	C=O	C-H	C-O	C-H

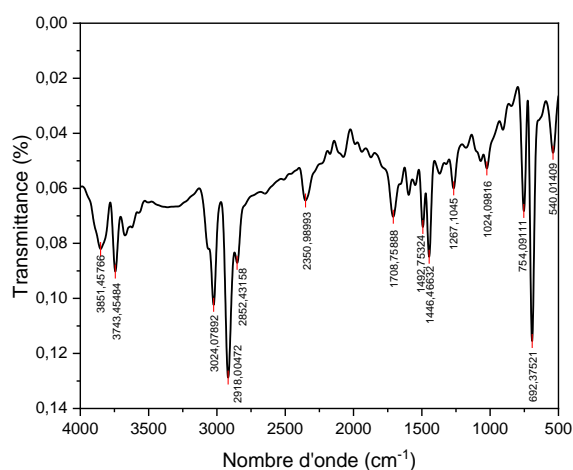


Figure V- 4: FTIR du PS_{70%}

Tableau V- 4 : Résultat FTIR du PS_{70%}

pic	3024	2852	1708	1267	754	692
Groupe ment fonctionnel	C-H	C-H	C=O	C-N	C-H	C-H

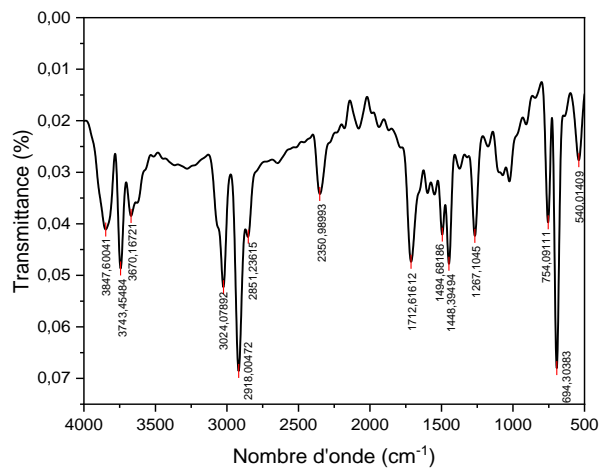


Figure V- 5: FTIR du PS_{30%}

Tableau V- 5: Résultat FTIR du PS_{30%}

Pic	3024	2918	2851	1712	1448	1267	754	694
Groupement fonctionnel	C-H	C-H	C-H	C=O	C-H	C-O	C-H	C-H

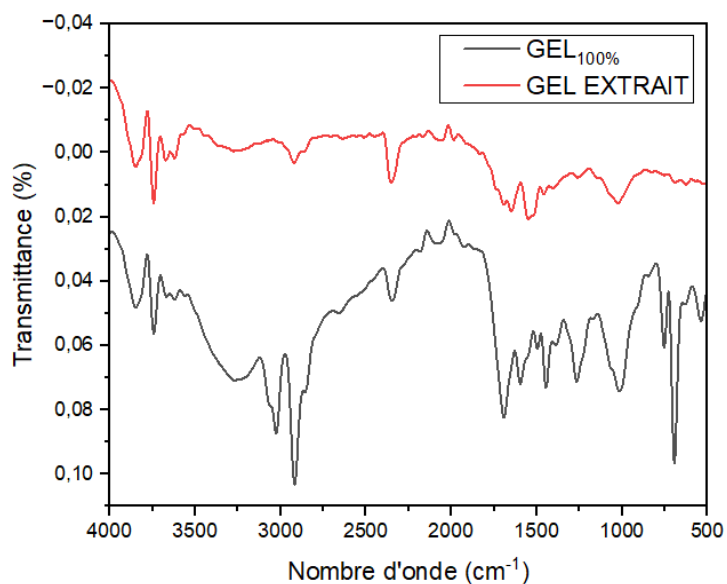


Figure V- 6: Comparaison de l'FTIR du GEL_{100%} et l'extrait

On a trouvé que :

- Pour le PS_{30%} on n'a pas d'observation ;
- Le PS_{50%} presque identique aux celle de GEL_{100%} sauf la diminution de l'intensité de pic située au 1022 et l'absence de la bande large au 3720 ;
- Pour le PS_{70%} il est presque identique au PS_{100%} avec une petite augmentation de l'intensité du pics 2900 et 3020 ;
- Dans la courbe de la comparaison de l'FTIR du GEL_{100%} et l'extrait on a remarqué une apparait des pics à 694,1265,1444,1596,1693,2918 et 3026, avec l'augmentation des pics 1016 et 3270.

V.3 Le rendement

Le rendement des échantillons obtenus après séchage est calculé selon le rapport suivant :

$$Rdt(\%) = \frac{p_f}{p_i} \times 100$$

P_f : Poids du l'échantillon final (polymère) ;

P_i : Poids de la matière de départ (les monomères).

Tableau V- 6:Le rendement des échantillons

Echantillon	PS _{100%}	PS _{30%}	PS _{50%}	PS _{70%}
Rdt	50,17%	20,7%	40,88%	64,06%

On observe que l'addition de gel diminue le rendement, donc les bons rendements sont apparus lors de l'utilisation du 50% et 70% styrène.

V.4 Spectrométrie Ultra-Violet Visible (UV-VIS)

Mesurer la longueur d'onde λ (nm) et l'absorption.

Tableau V- 7: La longueur d'onde et l'Absorption des échantillons

PS	PS _{100%}	GEL _{100%}	PS _{50%}	PS _{70%}	PS _{30%}
λ (nm)	786 345	329	786 341	786 346	341
Abs	1,193	3,986	1,198	1,195	1,372

	1,248		1,322	1,293	
--	-------	--	-------	-------	--

D'après les résultats obtenus on observe que la longueur d'onde des copolymères presque égale à celle de PS_{100%}, et la même remarque pour l'absorption, par contre on remarque que l'absorption de gel très élevés de celle des copolymères et n'apparaît pas dans les spectres ceci s'explique par la bonne pénétration du gel au sein de polystyrène ce qui donne un mélange homogène. Cette résultat est accordée avec les analyses FTIR.

V.5 La densité

On calcule la densité à partir de la formule suivante :

$$d_{\text{exp}} = \frac{m_2}{m_1 + m_0 - m_3} \times 100$$

m₀ = poids du pycnomètre vide ;

m₁ = poids du pycnomètre rempli ;

m₂ = poids d'échantillon ;

m₃ = poids du pycnomètre rempli+ échantillon.

Tableau V- 8: La densité des échantillons

Echantillon	PS _{100%}	PS _{70%}	PS _{50%}	PS _{30%}
d _{exp}	0,75	0,66	0,52	0,5

On a trouvé que l'addition du gel réduit la densité de notre copolymère.

V.6 Viscosité cinématique

La viscosité cinématique représente la capacité de rétention des particules du fluide et quantifie sa capacité à s'épancher.

Figure V- 7 : Résultat de la viscosité cinématique du PS_{100%} et PS_{70%}

PS	PS _{100%}	PS _{70%}
Viscosité (mm ² /s)	$\eta_1 = 0.688$	$\eta_1 = 0.66$
	$\eta_2 = 0.718$	$\eta_2 = 0.688$
	$\eta_3 = 0.686$	$\eta_3 = 0.664$
	$\eta_4 = 0.736$	$\eta_4 = 0.704$

Par rapport à la viscosité de solvant on observe que la viscosité du PS_{100%} diminue pour les concentrations 16mg/ml et 8mg/ml, par contre augmente pour 12g/ml et 4mg/ml. Pour PS_{70%} il y a une diminution de la viscosité des concentration 16mg/ml, 12mg/ml et 8mg/ml, et pour la concentration 4mg/ml est presque identique aux viscosités de solvant, ceci due à l'homogénéité de ce dernier.

Si on compare PS_{70%} au PS_{100%} on observe que l'addition de gel au sein de notre polymère réduit la viscosité de ce dernier, ceci est accordé avec les résultats de FTIR.

V.7 Calorimétrie Différentielle à Balayage (Differential Scanning Calorimetry, DSC)

La DSC est une technique utilisée pour étudier ce qui arrive aux notre copolymères lorsqu'ils sont chauffés, elle sert à étudier les transitions thermiques des échantillons polymères.

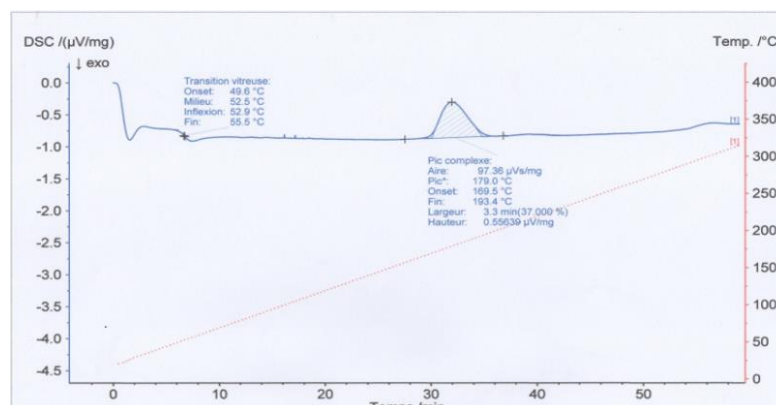


Figure V- 8: Evolution du flux de chaleur en fonction de la température (DSC) du PS_{100%}

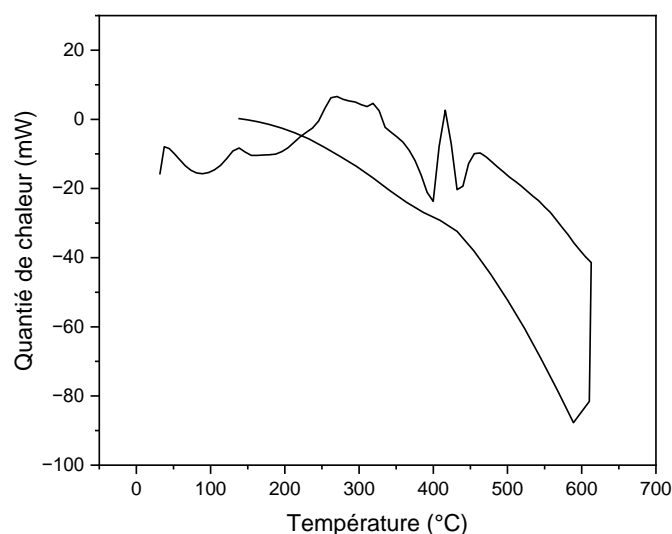


Figure V- 9: Evolution du flux de chaleur en fonction de la température (DSC) du GEL_{100%}

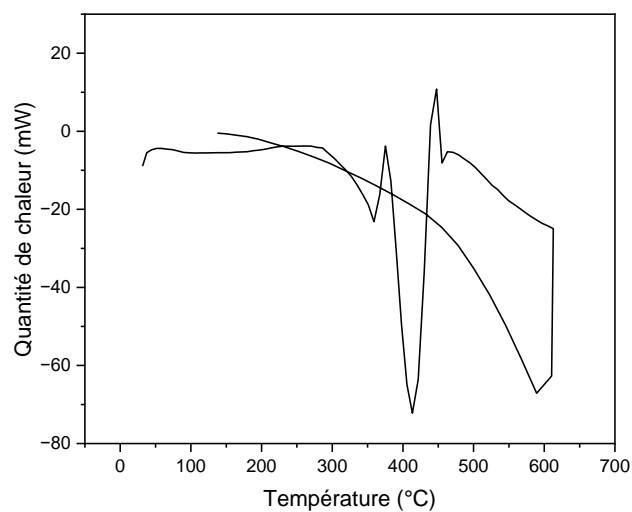


Figure V- 10: Evolution du flux de chaleur en fonction de la température (DSC) du PS_{50%}

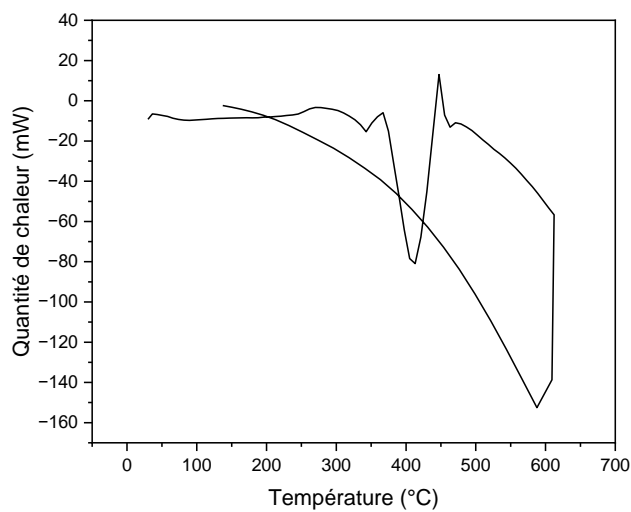


Figure V- 11: Evolution du flux de chaleur en fonction de la température (DSC) du PS_{30%}

Tableau V- 9: Les paramètres thermiques de DSC

PS	PS _{100%}	GEL _{100%}	PS _{50%}	PS _{30%}
T _g (°C)	52	58,28 130,13	81,87	58,17
T _c (°C)	179	399,09	359,07	342,87

		432,03	413,39	413,04
			455,29	463,15
T_f (°C)	/	/	/	/

D'après les résultats obtenus on observe que :

- On a T_g et T_c par contre pas de pic de fusion T_f , ceci confirme que nos polymères sont amorphes ;
- dans le cas de GEL_{100%} on a deux pics de cristallisation c'est à dire il y a deux types de cristaux ;
- Et on a trouvé trois pics de cristallisation dans le PS_{50%} et PS_{70%} donc trois types de cristaux.

V.8 Analyse Thermogravimétrique (ATG)

L'ATG consiste à mesurer la masse d'un échantillon lorsque celui-ci soumis à des variations de température.

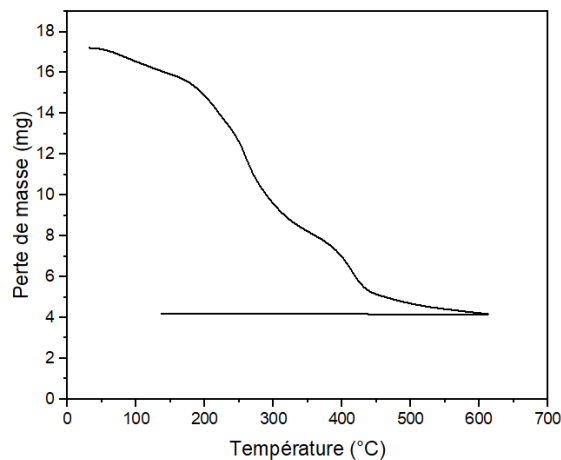


Figure V- 12: Thermo gramme ATG du GEL_{100%}

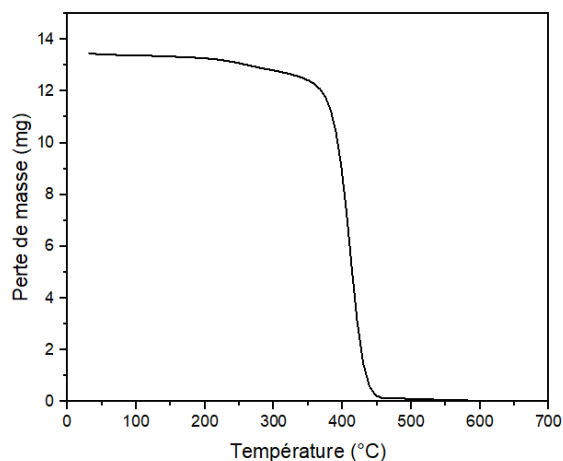


Figure V- 13: Thermo gramme ATG du PS_{50%}

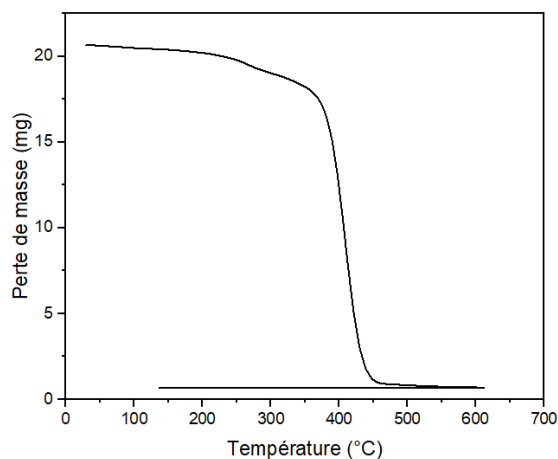


Figure V- 14: Thermo gramme ATG du PS_{30%}

Tableau V- 10 : Donnés obtenues lors la fusion des échantillons

PS	GEL _{100%}		PS _{50%}		PS _{30%}	
	T(°C)	P (%)	T(°C)	P (%)	T(°C)	P (%)
Plateau 1	31,55- 179,54	100-92	31,62- 350,95	100-92	29,98- 359,01	100-87
Plateau 2	179,54- 375,45	92-45	350,95- 447,6	92-1	359,01- 455,83	87-5
Plateau 3	375,45- 424 ,09	45-32	447,6- 600	1-0	455,83- 609,24	5-3

Plateau 4	424,09- 610,92	32-24	/	/	/	/
-----------	-------------------	-------	---	---	---	---

- Pour le GEL_{100%} : on a quatre plateaux de dégradation 92%,45%,32%,24%. La cinétique de la dégradation est lente dans tous les plateaux, et la masse restée est 4,15mg ceci signifie que notre échantillon a un bonne résistant au dégradation thermique (au-delà 600°C) ;
- Pour le PS_{50%} : on a deux plateaux de dégradation 92%,1% ,0%. Une dégradation rapide dans tous les plateaux, et complète ;
- Pour le PS_{30%} : on a trois plateaux 87%,4%,3%, la dégradation est rapide et la masse restée est 0,67 mg donc le PS_{30%} est résistant jusqu'à 600°C ;
- Le pic de dégradation 92% à T=100°C pic d'élimination de l'eau et les autres pics sont des pics de dégradation de nos copolymères ;
- D'après les résultats le copolymère le plus résistant est PS_{50%}.

V.9 Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Le MEB est basé sur le principe des interactions électrons-matières, capable de produire des images à très fort grossissement de la surface des échantillons.

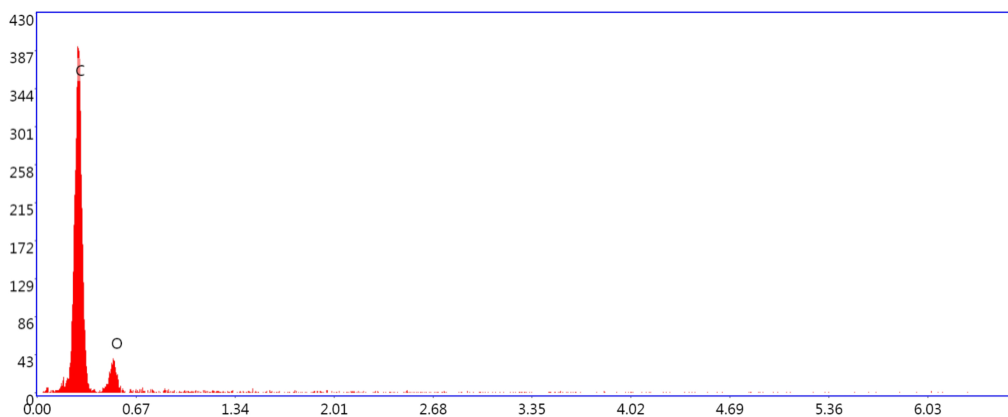


Figure V- 15:EDX du GEL_{100%}

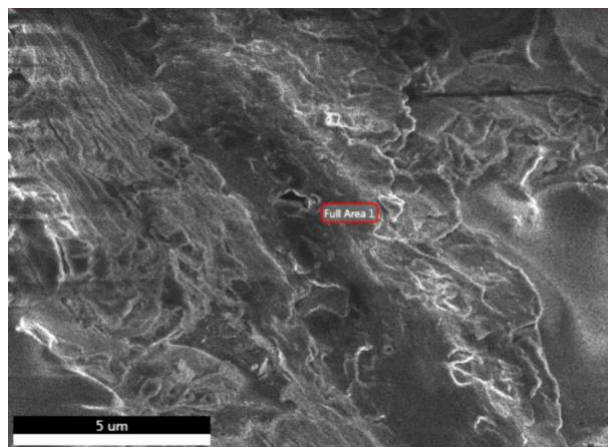


Figure V- 16 : Morphologie de surface du GEL_{100%} observé au MEB

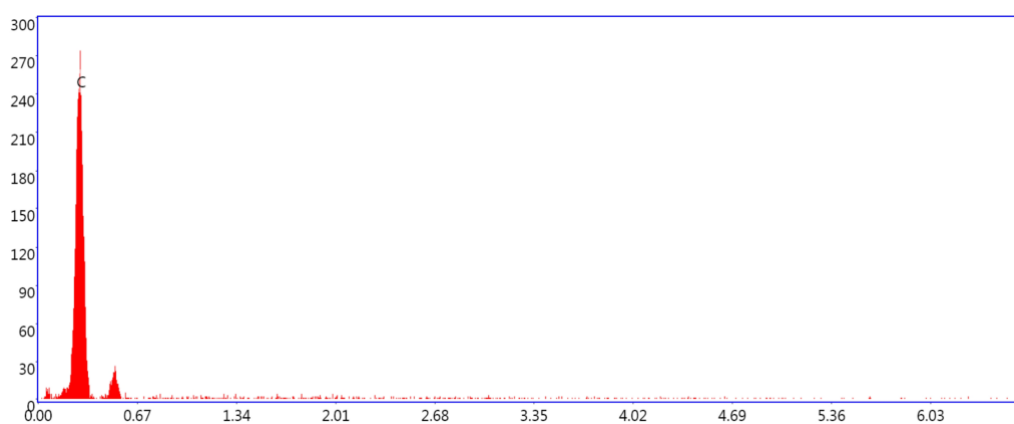


Figure V- 17:EDX du PS_{50%}

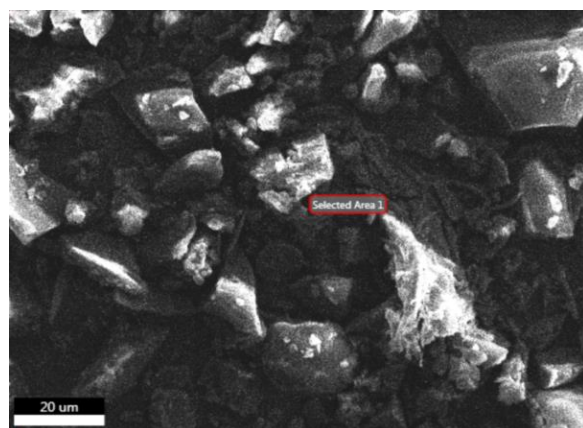
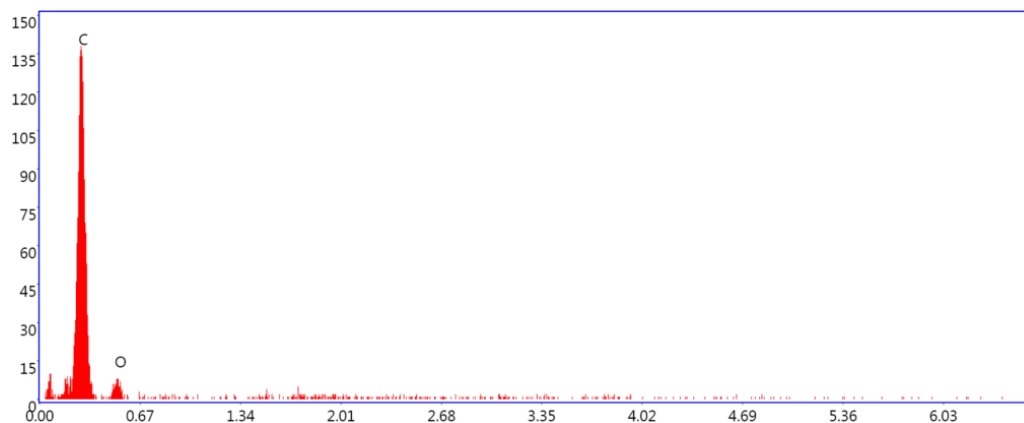
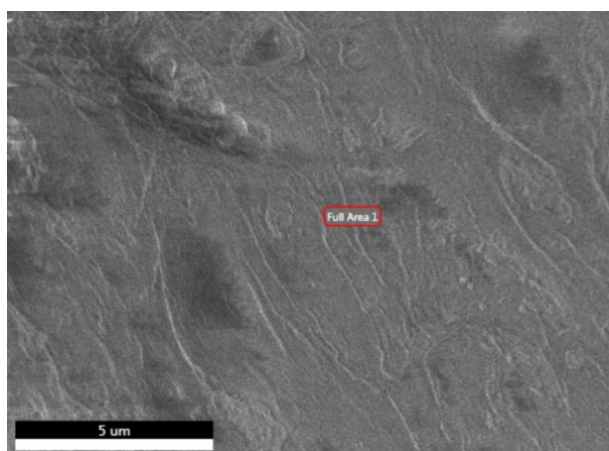


Figure V- 18: Morphologie de surface du PS_{50%} observé au MEB

Figure V- 19:EDX du PS_{30%}Figure V- 20: Morphologie de surface du PS_{30%} observé au MEB

D'après les figures (figure V-14 jusqu'à figure V-19) on observe que :

- On a deux phases ;
- Pour le PS_{30%} on a une mauvaise dispersion ;
- Le PS_{50%} est compatible bien dispersé.
- Une apparition des nouveaux cristaux pour les deux copolymères mais la taille des cristaux du PS_{50%} est plus grande de celle que PS_{30%}, ceci est bien apparaitre dans les spectres de EDX ou on observe la taille des pics de carbone et de l'oxygène plus intenses dans le cas de PS_{50%} que PS_{30%}. Ce résultat est accordé avec les résultats de DSC.

V.10 La solubilité

Tableau V- 11: Les résultats de solubilité avec différents solvants de nos échantillons

PS	PS _{100%}	GEL _{100%}	PS _{50%}	PS _{70%}	PS _{30%}
Solvants					
Dichlorométhane	S	IN	IN	S	IN
Acétone	S	IN	IN	S	IN

Chloroforme	S	IN	IN	S	IN
Ethanol	S	IN	IN	S	IN
Méthanol	S	IN	IN	S	IN
Acétate d'éthyle	S	IN	IN	S	IN
Toluène	S	IN	IN	S	IN
Cyclohexane	S	IN	IN	S	IN
Mélange xylène	S	IN	IN	S	IN
Chlorure d'hydrogène	S	IN	IN	S	IN
Acide sulfurique	S	S	S	S	S

IN : insoluble, S : soluble

D'après le tableau (tableau V-11) on remarque que le PS_{100%} est soluble dans tous les solvants, par contre le GEL_{100%} est insolubles dans tous les solvants sauf l'acide sulfurique.

le PS_{70%} soluble dans tous les solvants comme le polystyrène vierge mais les copolymères PS_{50%}, PS_{30%} sont insoluble quel que soit le solvant (sauf acide sulfurique) ceci due au la quantité du gel au sein du notre polymère ce dernier améliore la résistance au produites chimiques.

V.11 Dégradation photochimique

Après l'analyse de l'absorption de nos échantillons on a trouvé les résultats suivants :

Tableau V- 12: Résultats de la dégradation photochimique

t (min)	0	30	45	60	Le taux de dégradation
PS	Abs				
PS _{70%}	10,00	2,50	2,51	2,48	75%
PS _{50%}	4,35	2,58	2,54	2,52	42%
PS _{30%}	10,00	2,64	2,54	2,52	75%

D'après le tableau (tableau V-12) on observe que :

- Les deux échantillons PS_{70%}, PS_{30%} sensibles au lumière UV, par contre le PS_{50%} présente une résistance différente ;
- Le début de dégradation commence à 30 min avec un taux de 75% pour PS_{70%}, PS_{30%} ceci due l'hétérogénéité de notre matériaux, par contre le taux de PS_{50%} est faible par

rapport aux autres (42%) ceci due au pénétration de lin au sein de polystyrène qui donne un matériau homogène .

Conclusion générale

L'objectif de notre travail est de réaliser un copolymère biodégradable à base des sources naturelles disponibles et moins coûteux et remplacer les polymères synthétiques dans l'industrie.

D'après les résultats obtenus, on conclue que :

Le copolymère PS_{50%} est presque identique au polystyrène avec des propriétés thermiques élevés et en parallèle présente une résistance au photo dégradation faible donc on a un matériau résistant, écologique et respect de l'environnement ;

Pour le copolymère PS_{70%} et PS_{30%} sont des polymères naturels biodégradables mais avec des propriétés modérées inférieures à celle de polystyrène.

Perspectifs

- RMN pour avoir la composition chimique de notre copolymère ;
- Chromatographie phase liquide pour déterminer la masse molaire ;
- Les propriétés mécaniques thermiques par DMA ;
- Dégradation environnementale à l'air libre.

Bibliographies

- [1] Gralon, [En ligne].matériels-et-consommables/matériel-industriels/le-polystyrène-caractéristiques-et-applications".Disponible sur: <https://www.gralon.net>, articles 1383,Consulté le :février2023.
- [2] M. Soraya, «Mettre en valeur ou bannir le polystyrène-Approche dans un cadre de développement durable, thèse de doctorat», Université Shebock, 2014.
- [3] «Société chimique de france», [En ligne]. Disponible sur: <https://new.societechimiquedefrance>,Consulté le :Mars2023.
- [4] L. A. Utracki, Carl Hanser Verlag, Polymer alloys and blends: Thermodynamics and rheology, Munich, 1990.
- [5] F. Birbaum, «Mesure APS de la diffusion des solvants des encres»,2001.
- [6] Y. G. Michel Fontanille, Technique de l'ingénieur, Structure moléculaire et morphologie des polymères, 1994.
- [7] J. P.Mercier, «polymérisation des monomères vinylique-Procédés et matériaux», 1983.
- [8] «Polymérisation cationique», [en ligne]. Disponible sur:<https://jcmarot.files.wordpress.com/2021/12/mecanismes.pdf>,Consulté le :Avril 2023.
- [9] «Polymérisation anionique du styrène», [en ligne].Disponible sur: <https://dokumen.tips/documents/iupac-chimie-macromoleculaire>,Consulté le :Avril2023.
- [10] B. D. Oomah, «Flaxseed as a functional food source»,Journal de Science of Food and Agriculture, 2001.
- [11] T. Thin-hinane, «Incorporation des grains du lin dans un yaourt, thèse de doctorat», Université Bouira ,2020.

Liste bibliographie

- [12] S. R, «Etude multi-échelles de la separation solide-liquide dans la trituration du lin oléagineux,Thèse de doctorat», Université de Technologie, Compiègne ,2008.
- [13] V. e. Morris, « Introduction: history of the cultivation», 2003.
- [14] O. Gutierrez,et all, «Identification of new gene expression regulators specifically expressed during plant seed maturation», 1919-1932.
- [15] R.S.Attoumbéré,et all, « Development of antibodies against secoisolariciresinol– application to the immunolocalization of lignans in *Linum usitatissimum* seeds», 1979-1987.
- [16] M. Kadivar, « Studies on Integrated Processes for the Recovery of Mucilage,Hull, Oil and Protein from Solin».
- [17] E. Labalette, «La filière lin oléagineux française: panorama et perspectives. Oléagineux,Lipides», 2011.
- [18] A. Schilperoord P, « Le lin», Relecture Édition française .
- [19] O. Lukow, « Production et consommation de grains | Oléagineux en Amérique du Nord». Dans Encyclopédie de la science des grains, 2004.
- [20] S. Renouard, « Régulation transcriptionnelle de la biosynthèse des lignanes du lin (*Linum usitatissimum* et *Linum flavum*) et amélioration de l'extraction des lignanes, Thèse de doctorat», Université Orléans, 2011.
- [21] L. L, « Secrets des plantes», France. Artémis, 2011.
- [22] S. Daun,et all, « Structure composition, and variety development of flaxseed In: Flaxseed in human nutrition», By LU Thompson and SC Cunnae., 2003.
- [23] M. C. Martini, «Introduction à la dermopharmacie et à la cosmétologie».Lavoisier.
- [24] L. Lepiniec, «Genetics and biochemistry of seed flavonoids».
- [25] E. Coşkuner,et all, «Some physical properties of flaxseed (*Linum usitatissimum* L.)», food Engineering, 1067-1073.

Liste bibliographie

- [26] O. Morin, «Caractéristiques des huiles de lin et de chanvre», 2015.
- [27] M. Martinchik, et al, «Nutritional value functional properties of flaxseed», 2012.
- [28] B. D. Oomah, «Processing of flaxseed fiber, oil, protein, and lignan Flaxseed in human nutrition», 2003.
- [29] M. L, «La graine de lin - un grain ancien, riche en bienfaits pour la santé et En avantages culinaires», 2012.
- [30] H. Vaisey-Genser, et al, «Introduction: history of the cultivation and uses of flaxseed», 2013.
- [31] S. Acket, «Implication du métabolisme carboné pour une production différentielle d'huile chez les plantes oléagineuses-Lin: modélisation des systèmes, thèse de doctorat», 2005.
- [32] M. Jhala, et al, «Flax (*Linum usitatissimum* L.): current uses and future applications», 2010.
- [33] R. François, «Les industries des corps gras : biochimie, extraction, raffinage, nuisances et réglementation», 1974.
- [34] U. Nesbitt, et al, «Human metabolism of mammalian lignan precursors in raw and processed flaxseed», *The American journal of clinical nutrition*, 1999.
- [35] G. P. Moss, «Nomenclature of lignans and neolignans (IUPAC Recommendations). Pure and applied chemistry», 2000.
- [36] M. L, «La graine de lin - un grain ancien, riche en bienfaits pour la santé et En avantages culinaires», 2012.
- [37] N. Thompson, et al, «Phytoestrogens content of foods consumed in Canada, including isoflavones, lignans, and Coumestan». *Nutrition and cancer*, 2006.
- [38] O. Oomah, et al, «Flavonoids content of flaxseed. Influence of cultivar and environment», 1996.

Liste bibliographie

- [39] Laiq Khan, et al, «Chemical composition of different varieties of linseed», Pakistan Veterinary Journal, 2010.
- [40] A. Seyni, «Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériau composite a charge dégradable produits par co-broyage, thèse de doctorat» Toulouse, 2008.
- [41] L. L. Behloul, «Effet d'un Renfort Biodégradable sur les Propriétés Physicomécaniques d'un Biopolymère, mémoire de master», Bejaia, Algérie, 2015.
- [42] J. Charlotte, «Vieillissement des Biopolymère : étude structurale et fonctionnelle Biopolymers aging : structural and functional study, thèse de doctorat», Lorraine, France, 2013.
- [43] S. L. Bouzidi, «Elaboration et Caractérisation d'un Composite Totalement Biodégradable , mémoire de master», Bejaia, Algérie, 2017.
- [44] A. O. Betancourt, «Analyse, extraction et récupération de Poly-3-Hydroxybutyrate présent dans la biomasse , thèse de doctorat», Université de Québec, 2008.
- [45] C. Bio-Plastique, «Les bioplastiques d'origine végétale des produits renouvelables et biodégradables,» 2007.
- [46] N. Quelenis, «Les bioplastiques, caractéristiques et réglementation » , Fiche Technique, 2008.
- [47] H. Rabetalika, et al, «Les polymères issus du végétal : matériaux à propriétés spécifiques pour des applications ciblées en industrie plastique, Service des matériaux polymères et composites», Université De Mons Hainant Belgique, 2006.
- [48] P. COLONNA, «Produits biosourcés issus des ressources végétales», 2020.
- [49] A. Babanalbandi, et al, «An electron Spin Resonance Analysis on [Gamma]-irradiated Poly(Glycolic acid) and its copolymers with Lactic Acid, Polym», 1996.
- [50] L. Cairns, «Through-Thickness control of polymer bioresorption via electron beam irradiation, Acta Biomater», 2011.

Liste bibliographie

- [51] L. Cairns, «Electron beam treatment of Poly(Lactic Acid) to control degradation profiles». Polymer Degradation and Stability, 2011.
- [52] A. Boukerrou, «Effet D'un Renfort Biodégradable Sur Les Propriétés Physico-Mécaniques D'un Biopolymère Phbv, mémoire de master» Université A. Mira Bejaia, 2015.

Résumé :

L'objectif de ce travail est de synthétiser un biopolymère à base de styrène et gel de lin par polymérisation radicalaire. Les mélanges élaborés ont été caractérisés par infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), par ultra-violet (UV-VIS), Calorimétrie Différentielle à Balayage (Differential Scanning Calorimetry, DSC), Analyse Thermogravimétrique (ATG) qui font détecter les températures (T_g , T_c , T_f , T_d) et celles-ci nous aideront à savoir de quel type s'agit-il notre polymère, ainsi qu'on tend à voir l'homogénéité et la meilleure dispersion gel/polymère avec la Microscopie Electronique à Balayage (MEB), La dégradation avec UV, et la viscosité cinématique, ainsi que les différentes valeurs de test physique nous aidera à comprendre le comportement des composites et d'en déduire par la suite l'amélioration qui s'est réalisée lors de l'addition.

Mots clés : PS, Polystyrène, Styrène, Lin, biopolymère.

Abstract:

The objective of this work is to synthesize a biopolymer based on styrene and flax gel by radical polymerization. The mixtures elaborated were characterized by infrared to transform Fourier (FTIR), ultraviolet (UV-VIS), Differential Scanning Calorimetry (DSC), Thermogravimetric Analysis (ATG) which detect temperatures (T_g , T_c , T_f , T_d) and these will help us to know what type is our polymer, as well as homogeneity and better gel/polymer dispersion with Scanning Electron Microscopy (SEM), UV degradation, and kinematic viscosity, as well as the different physical test values will help us understand the behaviour of composites and subsequently deduce the improvement that occurred during addition.

Keywords: PS, Polystyrene, Styrene, Flax, Biopolymer.

ملخص:

الهدف من هذا العمل هو تجميع بوليمر حيوي يعتمد على الستايرين وهلام الكتان عن طريق البلمرة الجذرية. تميزت المخاليط التي تم تطويرها بالأشعة تحت الحمراء لتحويل فورييه (FTIR)، والأشعة فوق البنفسجية (UV-VIS)، وكالوريمتر المسح الضوئي التفاضلي (DSC)، والتحليل الحراري الوزني (ATG) الذي يكتشف درجات الحرارة T_g ، T_c ، T_f ، T_d وسيساعدنا ذلك في معرفة نوع البوليمر الخاص بنا، بالإضافة إلى التجانس وتشتت الهلام / البوليمر بشكل أفضل باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح (SEM)، وتدهور الأشعة فوق البنفسجية، واللزوجة الحركية، بالإضافة إلى قيم الاختبار الفيزيائية المختلفة ستساعدنا على فهم سلوك المركبات وبالتالي استنتاج التحسن الذي حدث أثناء الإضافة.

الكلمات الدالة: PS، البوليسترين، الستايرين، الكتان، البوليمر الحيوي.