

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ 20 AOÛT 1955 SKIKDA

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DÉPARTEMENT DE GÉNIE DES PROCÉDÉS



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie de l'environnement

**Étude des Biocomposites PEHD-Cellulose-Amidon :
Propriétés Mécaniques, Physico-chimiques et Impacts
Environnementaux**

Soutenu le 25/06/2024

Réalisé par :

- M^r BOUCHAOUR Khaled Abd Allah
- M^r BOUCHEHIT Mohamed Zakaria
- M^r HADJ Seif Eddine

Encadré par :

M^{me} AMMOUCHI Nesrine (MCA)
M^{lle} BOUZENAD Nawel (PhD)

Année Universitaire 2023- 2024

Remerciement

Nous tenons à remercier de tout cœur tous le staff enseignant chargé de notre formation depuis notre inscription au département des sciences et de technologie,

Aussi à exprimer notre profonde gratitude à l'ensemble du ***personnel du laboratoire CP2K*** pour leur encadrement précieux et leur soutien indéfectible

Nous remercions également notre encadrante madame ***Ammouchi Nesrine*** et un très grand merci à Mademoiselle ***Bouzenade Nawel*** pour sa disponibilité, son aide précieuse et ses conseils avisés tout au long de la réalisation de notre mémoire de master,

Sans oublier mademoiselle ***Hammrouche Nada*** et ***Monsieur Belhaouas abderrahmane*** pour leur présence et leur soutien.

Finalement Nous adressons nos plus vifs remerciements aux ***membres du jury***, pour avoir accepté d'examiner attentivement ce travail."

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail accompagné d'un profond amour :

À celle qui m'a arrosé de tendresse et d'espoirs, à la source d'amour

Incessible, à la mère des sentiments fragiles qui ma bénie par ces

Prières *Ma mère*

À mon support dans ma vie, qui m'a appris m'a supporté et ma dirigé

Vers la gloire...*Mon père*

à *ma chère Sœurs*

A toutes les personnes de *ma grande famille*

A mes meilleures amies : *Raid , Amir , Imad.*

BOUCHAOUR Khaled Abd Allah

Dédicaces

Je dédie ce modeste ouvrage à ma merveilleuse famille que je citerai chacun par son nom :

A mes parents

A mon frère Rostom, ma petite sœur Célia

A tous mes chers amis

Sans oublier mon trinôme *Seif Eddine* et *Khaled* qui ont contribué à la réalisation de ce projet

BOUCHEHIT Mohamed Zakaria

Dédicaces

Avec toute mon affection, je dédie ce modeste travail à :

Mes chers parents,

Ma *très chère mère* et mon très cher père

Mes frères *Chemsou, Mohamed* et *Hani*

A mes tantes

Mes oncles *Hacen* et *Kamal*

Mes amies,

Tous ceux que j'aime

Et surtout à mon trinôme *Zakaria* et *Khaled* pour leur travail

HADJ Seif Eddine

Liste des figures

Figure I.1 : Polymère fossile	4
Figure I.2 : Les différents processus de polymérisation	5
Figure I.3 : Le PA par l'action de l'acide carboxylique sur un amine	7
Figure I.4 : réaction polyaddition.....	8
Figure I.5 : Polymères linéaires [13].....	8
Figure I.6 : Polymères Ramifiés [13].....	9
Figure I.7 : Polymères Réticulés [13]	9
Figure I.8 : Illustration simplifié de la différence entre la structure cristalline et amorphe....	10
Figure I.9 : Structure de polyéthylène.....	13
Figure I.10 : La polymérisation du polyéthylène [6]	13
Figure II.1 : Schéma illustratif d'un matériau composite.....	21
Figure II.2 : Les différentes familles de matrices	25
Figure II.3 : Production de la résine	26
Figure II.4 : Classification des fibres naturelles	27
Figure II.5 : Les types de bioplastiques	28
Figure II.6 : Structure d'un polysaccharide.....	29
Figure II.7 : Structure chimique de la cellulose [37]	30
Figure II.8 : Structure de la cellobiose [39]	30
Figure II.9 : Structure moléculaire de l'Amylose et de l'amylopectine [41].....	31
Figure II.10 : Structure moléculaire du motif monomérique de la pectine.....	31
Figure II.11 : Structure moléculaire du motif monomérique de la chitine	32
Figure II.12 : Structure chimique du chitosane [47].....	32
Figure III.1 : Étapes d'extraction de l'amidon.....	35
Figure III.2 : Étapes d'extraction de la cellulose	36
Figure III.3 : Malaxeur à deux rouleaux.....	38
Figure III.4 : Processus de mélange des granulés à l'aide d'un malaxeur chauffé.....	38
Figure III.5 : Presse hydraulique CARVER	39
Figure III.6 : Moule pour l'élaboration de biocomposites.....	40
Figure III.7 : Films de biocomposite (Cellulose, Amidon et cellulose+Amidon).....	41
Figure III.8 : Spectroscopie infrarouge à rayon X.....	42

Figure III.9 : Appareillage pour le calcul de la résilience selon l'essai IZOD	43
Figure III.10 : Appareillage de mesure de dureté Shore.....	44
Figure III.11 : Test de traction.....	46
Figure III.12 : Microscope optique.....	47
Figure IV.1 : Spectre infrarouges des différents biocomposites.....	55
Figure IV.2 : Images microscopique des différents film de biocomposites étudiés	57
Figure IV.3 : Variation de masse du PEHD + Cellulose lors de la dégradation thermique....	61
Figure IV.4 : Variation de masse du PEHD + Cellulose + Amidon lors de la dégradation thermique.....	62
Figure IV.5 : Variation de masse du PEHD + Amidon lors de la dégradation thermique.....	63
Figure IV.6 : Variation de masse des biocomposites lors de la dégradation par rayon UV ...	64
Figure IV.7 : Variation de masse des biocomposites lors de la dégradation par absorption d'eau	65

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Classification des polymères organiques	11
Tableau II.2 : Avantages et inconvénients du PEHD	17
Tableau II.1 : Les types de composite et leurs domaines d'application.....	22
Tableau II.2 : Différentes formes de renforts trouvés dans les matériaux composites et leur [12].	23
Tableau III.1 : Présentation des mélanges PEHD-Amidon-Cellulose	37
Tableau III.2 : Tests et Normes pour les Éprouvettes	41
Tableau IV.1 : Analyse des propriétés mécaniques des biocomposite	56
Tableau IV.2 : Étude des propriétés de traction et d'Élongation des matériaux composites ..	57
Tableau IV.3 : Analyse des propriétés physico-chimiques des biocomposites.....	58
Tableau IV.4 : Évaluation de la dégradation thermique des biocomposites.....	60
Tableau IV.5 : Évaluation de la dégradation des biocomposites sous rayon UV	63
Tableau IV.6 : Test d'absorption en eau des biocomposites	65

Liste des abréviations

- **A** : Amidon
- **ADN** : L'acide désoxyribonucléique
- **ARN** : L'acide ribonucléique
- **AlEt₃** : triéthylaluminium
- **ATR** : Attenuated Total Reflectance
- **C** : carbone
- **cm** : centimètre
- **Cr** : chrome
- **Eq** : équation
- **F** : Degré Fahrenheit
- **g** : gramme
- **H₂O₂** : peroxyde d'hydrogène
- **IF** : l'indice de fluidité
- **IRTF** : infrarouge a transformé de Fourier
- **kN** : kilonewton
- **m** : mètres
- **m²** : mètres carrés
- **mf** : poids sec final
- **MFI** : La mesure de l'indice de fluidité
- **mi** : poids sec initial
- **ml** : millilitre
- **mm** : millimètre
- **N** : newtons
- **NaClO₃** : chlorate de sodium
- **nm** : nanomètres
- **OSB** : panneau de grandes particules orientées
- **PA** : polyamide
- **Pa** : pascals
- **PE** : polyéthylène
- **PEBDR** : polyéthylène basse densité radicalaire
- **PEHD** : Le polyéthylène haute densité
- **PEHD+A** : Le polyéthylène haute densité + Amidon
- **PEHD+A+C** : Le polyéthylène haute densité + Amidon + cellulose
- **PEHD+C** : Le polyéthylène haute densité + cellulose
- **PLA** : le polyacide lactique
- **SMC** : Sheet Moulding Compound
- **Tg** : température de transition vitreuse
- **TiCl₄** : le tétrachlorure de titane
- **UV** : ultra-violet

Table des matières

Tables des matières

Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction générale.....	1
Chapitre I : Généralités sur les polymères	
I.1. Introduction.....	4
I.2. Définition du polymère.....	4
I.3. Polymérisation.....	5
I.3.1. Polymérisation en chaîne.....	5
I.3.2. Polymérisation radicalaire.....	5
I.3.3. Polymérisation ionique.....	6
I.3.4. Polymérisation par étape.....	6
I.4. Structure des Polymères.....	8
I.4.1. Polymères Linéaires.....	8
I.4.2. Polymères Ramifiés.....	8
I.4.3. Polymères Réticulés.....	9
I.4.4. Polymères Amorphes et Polymères Cristallisés.....	9
I.5. Classifications des Polymères Organiques.....	10
I.6. Propriétés des polymères.....	12
I.6.1. Propriétés thermiques.....	12
I.6.2. Propriétés mécaniques.....	12
I.6.3. Autres propriétés.....	12
I.6.3.1. Propriétés optiques.....	13
I.6.3.2. Propriétés électriques et électro-optiques.....	13
I.7. Le polyéthylène.....	13
I.7.1 Le polyéthylène haute densité PEHD.....	14

I.7.2 Les voies de fabrication du polyéthylène haute densité	14
I.7.2.1. Polymérisation catalysée par un oxyde métallique.....	14
I.7.2.2. Polymérisation de type Ziegler-Natta.....	14
I.7.3. Propriétés du PEHD	15
I.7.3.1. Le taux de cristallinité	15
I.7.3.2. La masse moléculaire	15
I.7.3.3. La distribution de la masse moléculaire	15
I.7.3.4. Propriétés rhéologiques	16
I.7.3.5. Propriétés mécaniques	16
I.7.3.6. Propriétés thermiques	16
I.7.3.7. Propriétés chimiques.....	17
I.8. Avantages et Inconvénients du PEHD	17
Avantages.....	17
Inconvénients	17
I.9. Conclusion	18

Chapitre II : Généralités sur les biocomposites

II.1. Introduction	20
II.2. Définition d'un matériau composite.....	20
II.3. Différents types de composites.....	21
II.4. Le renfort	22
II.5. Les bio composites	23
II.6. Définition d'un bio composite.....	24
II.7. Matrice.....	24
II.7.1. Résine (constituant)	25
II.8. Classification des bio composites.....	27
II.9. Définition d'un biopolymère	27
II.10. Type des biopolymères.....	28

II.10.1. Biopolymères issus de ressources renouvelables.....	28
II.10.2. Biopolymères synthétiques à partir d'un monomère biosourcé.....	29
II.10.3. Biopolymères issus de la biomasse.....	29
II.11. Les polysaccharides.....	29
□ La cellulose.....	30
□ L' Amidon.....	30
□ La pectine.....	31
□ La chitine.....	31
□ Le chitosane.....	32
II.12. Conclusion.....	32

Chapitre III : Matériels et méthodes

III.1. Introduction.....	34
III.2.1 Polyéthylène haute densité(PEHD).....	34
III.2.2. Renforts.....	34
III.2.2.1. Extraction de l' Amidon.....	35
III.2.2.2. Extraction de la Cellulose.....	35
III.3 Préparation des mélanges.....	36
III.3.1 Méthode d'élaboration de biocomposite.....	37
III.3.1.1 Étape 1 : Le Processus de Mélange des Granulés.....	37
III.3.1.2 Étape 2 : La Thermocompression.....	39
III.4. Spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier (IRTF).....	41
III.5. Techniques d'Évaluation.....	42
III.5.1. Analyse Mécanique.....	42
III.5.1.1 Essai de Résistance au Choc (Résilience Izod).....	42
III.5.1.2 Test de Dureté (Shore D).....	44
III.5.1.3 Essai de Traction.....	45
III.5.1.4 Test d'Épaisseur.....	46

III.5.1.5. Microscope optique.....	46
III.5.2 Analyses physico-chimiques	47
III.5.2.1 La densité	47
III.5.2.2 Test de teneur en eau (ω)	48
III.5.2.3 Test de solubilité dans l'eau (S).....	49
III.5.2.4 Test d'absorption en eau	50
III.6. Les Tests de biodégradation.....	50
III.6.1. La photo-dégradation par UV	51
III.6.2. La dégradation thermique	51
III.7. Conclusion.....	52

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1. Introduction.....	54
IV.2. Spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier (IRTF).....	54
IV.3. Analyse des propriétés mécaniques	55
IV.4. Analyse morphologique au microscope optique.....	57
IV.5. Analyses physico-chimiques.....	58
IV.5.1. Teneur en Humidité.....	59
IV.5.2. Solubilité	59
IV.5.3. Densité.....	59
IV.6. Test de biodégradation.....	60
IV.6.1. Test de dégradation thermique	60
IV.6.2. Test de dégradation par rayons UV	63
IV.6.3. Test d'absorption en eau.....	64
IV.7. Conclusion	66
Conclusion générale.....	68

Introduction générale

Introduction générale

Introduction générale

La nécessité croissante de réduire l'empreinte environnementale des matériaux plastiques conventionnels a conduit à un intérêt accru pour les biocomposites, qui offrent une alternative prometteuse en combinant des polymères synthétiques avec des matériaux biosourcés tels que la cellulose et l'amidon.[1] Ces biocomposites visent à répondre aux défis environnementaux tout en maintenant voire en améliorant les performances techniques des matériaux.[2]

Les polyéthylènes haute densité (PEHD) sont parmi les polymères les plus couramment utilisés dans divers secteurs industriels en raison de leur légèreté, de leur résistance aux produits chimiques et de leur facilité de transformation.[3] Cependant, leur durabilité environnementale reste une préoccupation majeure en raison de leur persistance dans l'environnement après usage. L'intégration de biomatériaux comme la cellulose et l'amidon dans les PEHD peut non seulement améliorer leur biodégradabilité, mais aussi introduire des propriétés telles que la résistance mécanique, la stabilité thermique et la biocompatibilité, ouvrant ainsi de nouvelles perspectives pour des applications durables.[4]

Cette étude se concentre sur l'évaluation des propriétés physico-chimiques, mécaniques et de dégradation des biocomposites à base de PEHD, cellulose et amidon. En combinant ces matériaux, nous explorons comment les interactions intermoléculaires influencent les performances des matériaux composites dans différentes conditions environnementales et applications industrielles. L'objectif est de fournir des données cruciales pour guider le développement de nouveaux matériaux durables et leur adoption dans divers secteurs industriels, tout en contribuant à la transition vers une économie circulaire et respectueuse de l'environnement.

Pour cela cette étude se divise en quatre chapitres :

- **Chapitre 1 : Généralités sur les polymères fossiles** Ce chapitre explore l'origine, les propriétés et les défis environnementaux posés par les polymères fossiles comme le PEHD.
- **Chapitre 2 : Généralités sur les biocomposites** Ce chapitre examine la composition, les avantages environnementaux et les applications des biocomposites à base de PEHD, cellulose et amidon.

Introduction générale

- **Chapitre 3 : Matériaux et méthodes** Ce chapitre décrit les procédures expérimentales, les matériaux utilisés et les méthodes d'analyse employées pour étudier les biocomposites.
- **Chapitre 4 : Résultats et discussion** Ce chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus, analyse leurs implications et discute des conclusions tirées de l'étude sur les biocomposites.

Et se termine par une conclusion générales des différents résultats et une liste de perspectives

Chapitre I

I.1. Introduction

Les polymères fossiles, dérivés principalement du pétrole et du gaz naturel, jouent un rôle essentiel dans notre vie quotidienne et dans divers secteurs industriels. Utilisés dans une multitude de produits, des emballages plastiques aux composants automobiles, ces matériaux sont obtenus par la polymérisation de monomères issus de ressources fossiles. Ces polymères se distinguent par leurs propriétés mécaniques et chimiques exceptionnelles, ce qui les rend indispensables pour de nombreuses applications. Cependant, leur dépendance aux ressources non renouvelables et les défis environnementaux associés à leur utilisation posent des questions sur leur durabilité. Ce chapitre explore les généralités sur les polymères fossiles, couvrant leur origine, leurs propriétés, leurs méthodes de production et leurs principales applications.

I.2. Définition du polymère

Le mot polymère vient du grec « poly » signifiant plusieurs et « mers » parties ou unités. Un polymère est un composé de masse moléculaire élevée formé à partir de petites molécules appelées monomères. Leur nombre peut varier de 100 à 100 000 unités. Les propriétés d'un polymère ne varient pas si l'on fait varier ce nombre, en plus ou en moins, de quelques unités. Une oligomère est aussi constituée à partir de molécules de monomères mais en nombre restreint, de 4 à 15 unités. A la différence du polymère, le retrait ou l'addition d'unités monomériques fait varier ses propriétés. [1]



Figure I.1 : Polymère fossile

Les monomères sont les composés de base des polymères. Le nombre moyen de monomères dans les macromolécules d'un polymère représente le degré de polymérisation. Un monomère, ou unité de base, est une molécule réactive capable de se lier à d'autres monomères pour former une chaîne polymérique. Cela est dû à la présence de doubles liaisons (comme dans

les alcènes et di-alcènes) ou de groupes fonctionnels réactifs (tels que diacides, diamines, dialcools, diisocyanates, ou combinaisons comme acide-amine et acide-alcool) [2].

I.3. Polymérisation

La polymérisation est une réaction chimique qui lie les monomères entre eux pour former des composés de masse moléculaire plus élevée tel que des polymères ou des macromolécules [3].

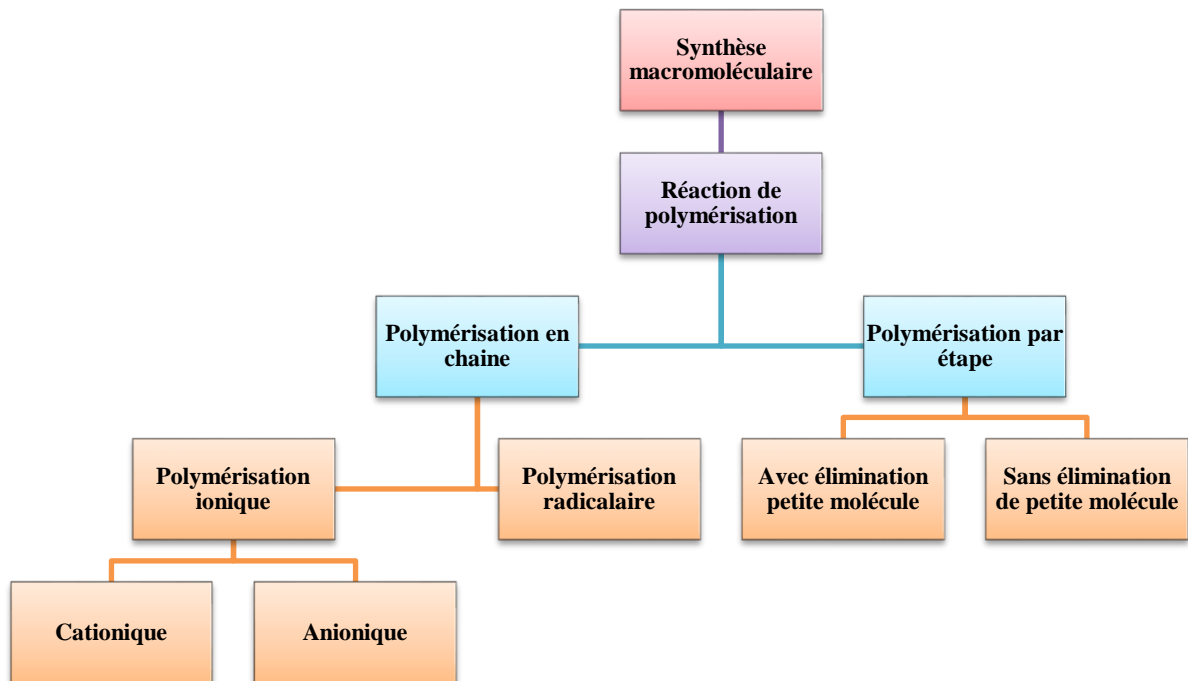


Figure I.2 : Les différents processus de polymérisation

I.3.1. Polymérisation en chaîne

C'est un processus chimique complexe et successif qui définit le fait que des monomères se lient entre eux pour former des polymères, ce processus se déroule par étapes successives impliquant des réactions chimiques spécifiques [4]

I.3.2. Polymérisation radicalaire

La polymérisation radicalaire est une réaction en chaîne qui permet la formation d'un polymère à partir d'un monomère vinylique en présence des radicaux libres, chaque radical effectue en un temps très court un grand nombre de (1000 à 10000) réactions chimiques élémentaires puis disparaît par réaction mutuelle avec un autre radical.

La polymérisation radicalaire comporte généralement trois étapes :

- Amorçage ;
- Propagation ;
- Terminaison [5].

I.3.3. Polymérisation ionique

La polymérisation ionique est une polymérisation d'addition dans laquelle les extrémités de chaîne en croissance portent une charge négative ou positive. L'amorceur des réactions de polymérisation ionique n'est pas un « radical », mais un « ion » (cation ou anion).

Deux types de polymérisations peuvent être cités :

- Polymérisation anionique ;
- Polymérisation cationique [6].

I.3.4. Polymérisation par étape

La polymérisation par étape est un processus clé dans la fabrication de nombreux polymères, caractérisé par la réaction progressive de monomères polyfonctionnels pour former des macromolécules. Contrairement à la polymérisation en chaîne, où la croissance des chaînes polymériques se produit rapidement à partir d'un site de réaction unique, la polymérisation par étape implique des réactions successives entre les monomères, les oligomères et les polymères en formation.[7]

I.3.4.1. La condensation

Une réaction de condensation est une réaction chimique au cours de laquelle deux molécules monofonctionnelles se combinent pour former une molécule (le condensat) en plus d'un sous-produit. Ce type de réaction se caractérise par l'élimination d'une molécule simple (le sous-produit), telle que l'eau, le dioxyde de carbone ou le gaz halogénure d'hydrogène.[8]

I.3.4.2. La polycondensation

La polycondensation est un processus de polymérisation par étapes qui implique la réaction de monomères polyfonctionnels. Ces monomères possèdent au moins deux groupes fonctionnels réactifs, capables de se lier entre eux pour former des macromolécules.[9]

I.3.5. Polycondensation avec évolution stœchiométrique

C'est une réaction chimique de formation de polymères où les monomères réagissent de manière équilibrée en proportions stœchiométriques, permettant une progression régulière de la réaction et la formation de chaînes polymériques de taille croissante. La réaction se déroule de telle manière que les groupes fonctionnels réactifs des monomères sont présents en quantités égales ou dans des proportions spécifiques nécessaires pour réagir complètement les uns avec les autres. Par exemple le PA (polyamide) est obtenu par l'action de l'acide carboxylique sur un amine [10]

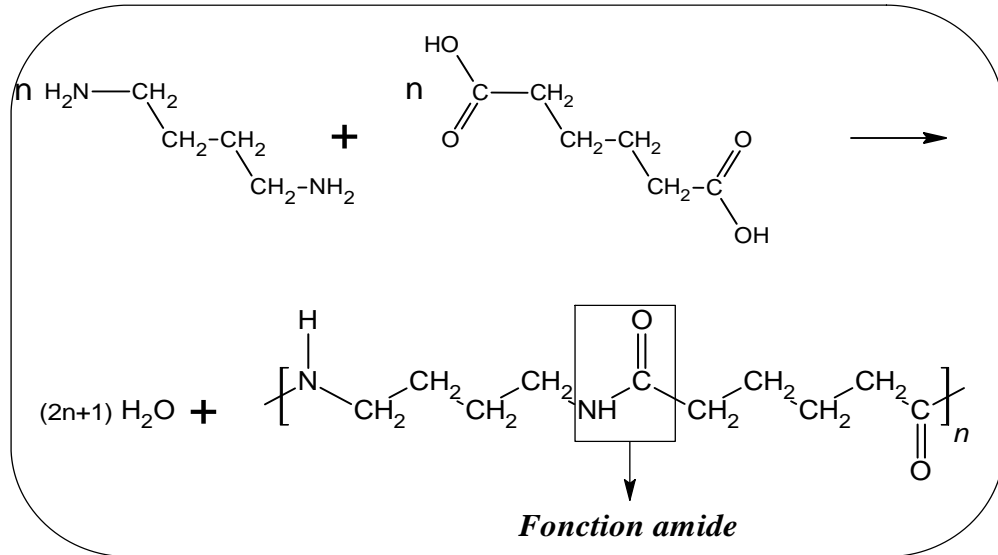


Figure I.3 : Le PA par l'action de l'acide carboxylique sur un amine

I.3.6. Polycondensation sans modification stœchiométrique

La polycondensation sans modification stœchiométrique désigne un processus de polymérisation où les proportions des réactifs (monomères) restent inchangées tout au long de la réaction. Dans ce type de polycondensation, les monomères sont présents en quantités précises et équilibrées dès le début de la réaction, et cette proportion est maintenue jusqu'à la formation du polymère final. Il n'y a pas d'ajustement des proportions des réactifs en cours de réaction. L'exemple le plus connu est le PA (polyamide) obtenu par l'action d'un diol sur Di-isocyanate, réaction polyaddition [11]

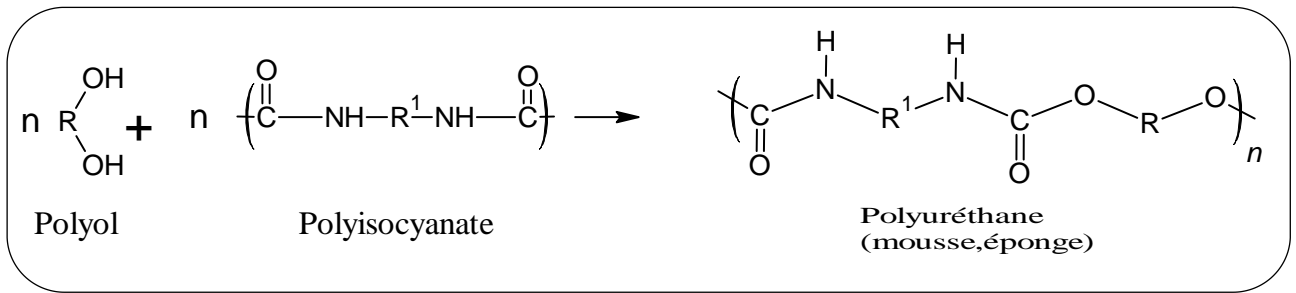


Figure I.4 : réaction polyaddition

I.4. Structure des Polymères

Les polymères peuvent présenter des architectures extrêmement variables. Ils peuvent être linéaires, ramifiés ou réticulés. Le plus souvent, ils sont amorphes, parfois ils peuvent être, au moins partiellement, cristallisés [12].

I.4.1. Polymères Linéaires

Les polymères linéaires sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. Ces macromolécules sont liées entre elles par des liaisons secondaires qui assurent la stabilité du polymère. Ces liaisons secondaires sont des liaisons ou ponts hydrogène ou des liaisons de Van der Waals. Lorsque ces liaisons existent, le matériau devient rigide et présente un comportement de solide. Si la température s'élève, l'agitation moléculaire qui en résulte va rompre progressivement ces liaisons secondaires. Le matériau va pouvoir s'écouler sous son propre poids, il présente alors le comportement d'un liquide visqueux [12].

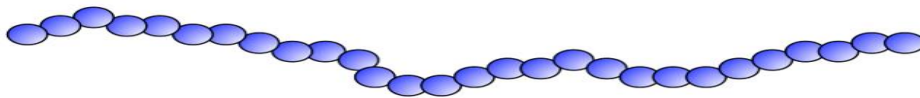


Figure I.5 : Polymères linéaires [13]

I.4.2. Polymères Ramifiés

Les polymères ramifiés sont des macromolécules où la chaîne principale est reliée à des chaînes latérales ou ramifiées. Contrairement aux polymères linéaires, où les monomères s'enchaînent de manière continue, les polymères ramifiés possèdent des ramifications qui émergent de la chaîne principale.

Ces structures peuvent se former de différentes manières : par la copolymérisation de monomères avec plus de deux sites réactifs, ou par des réactions secondaires au cours de la polymérisation. Les ramifications peuvent varier en longueur et en nombre, influençant significativement les propriétés physiques et mécaniques du polymère [12].

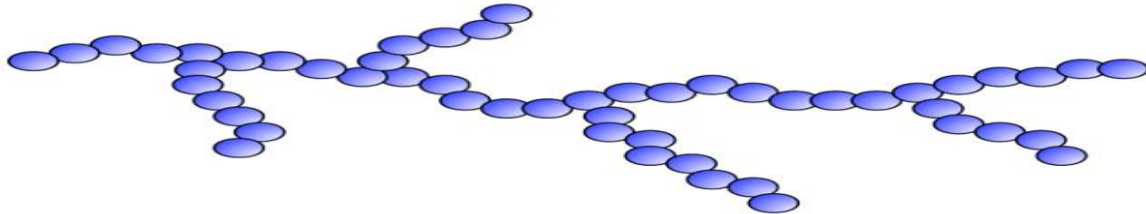


Figure I.6 : Polymères Ramifiés [13]

I.4.3. Polymères Réticulés

La réticulation correspond à la formation de liaisons chimiques suivant les différentes directions de l'espace au cours d'une polymérisation, d'une polycondensation ou d'une polyaddition, et qui conduit à la formation d'un réseau [12].

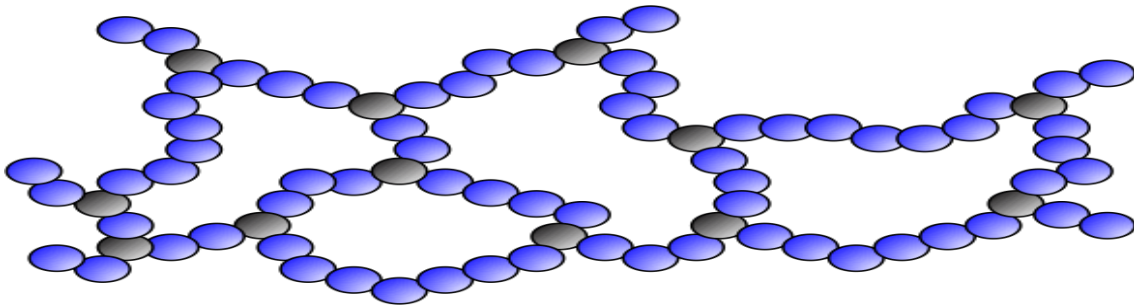


Figure I.7 : Polymères Réticulés [13]

I.4.4. Polymères Amorphes et Polymères Cristallisés

Les chaînes macromoléculaires peuvent être organisées de façon aléatoire dans l'espace et constituent ainsi une phase amorphe. La phase amorphe est, en théorie équivalente à un liquide « figé », sans ordre moléculaire à grande distance. Il existe néanmoins des orientations macromoléculaires préférentielles.

Elles peuvent être rangées régulièrement avec la constitution d'un ordre responsable d'une propriété caractéristique de l'état cristallin, l'aptitude du matériau à diffracter les rayons X selon des angles définis. Ces structures peuvent aussi être objectivables en lumière polarisée. Dans un polymère, les deux états ordonnés et désordonnés peuvent exister dans un même matériau qui est alors de nature semi-cristalline [12].

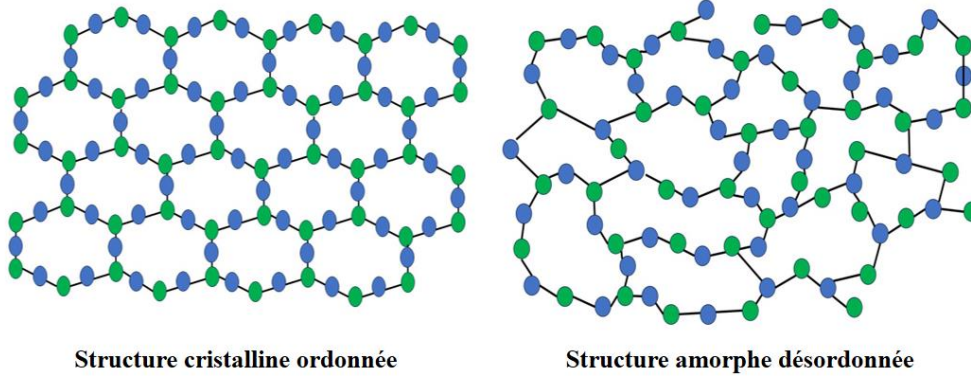


Figure I.8 : Illustration simplifiée de la différence entre la structure cristalline et amorphe

I.5. Classifications des Polymères Organiques

Les polymères organiques sont des macromolécules composées principalement de carbone et d'hydrogène, souvent avec l'ajout d'autres éléments comme l'oxygène, l'azote ou le soufre. Ces matériaux polyvalents jouent un rôle crucial dans notre quotidien, se trouvant dans une multitude de produits allant des plastiques et textiles aux adhésifs et biomatériaux. La classification des polymères organiques est essentielle pour comprendre leurs propriétés, leurs applications et les méthodes de synthèse.

Tableau I.1 : Classification des polymères organiques

Classification	Type	Description
Selon leur origine	Polymères Naturels	Issus des règnes végétal ou animal, comprenant des familles telles que les polysaccharides (cellulose, amidon), les protéines (laine, soie), et le caoutchouc naturel.[14]
	Polymères Artificiels	Obtenus par modification chimique de polymères naturels pour transformer certaines de leurs propriétés, tels que les esters cellulosiques (nitrocellulose, acétate de cellulose).[14]
	Polymères Synthétiques	Entièrement créés par l'homme à partir de la polymérisation de molécules monomères.[14]
Selon leur domaine d'application	Polymères de Grande Diffusion (ou de Commodité)	Produits en grande quantité et largement utilisés dans diverses applications quotidiennes, tels que le polyéthylène, le polystyrène et le poly(chlorure de vinyle).[15]
	Polymères Techniques	Possèdent des caractéristiques mécaniques leur permettant de remplacer progressivement les matériaux traditionnels, comme les polyamides et les polyacétals.[16]
	Polymères Spéciaux (ou de Fonction)	Présentent des propriétés spécifiques adaptées à des applications particulières, tels que les polymères conducteurs, photoactifs, thermostables, et adhésifs.[17]
Selon leur structure (dimensionnalité)	Polymères Linéaires (ou Monodimensionnels)	Chaque chaîne macromoléculaire est constituée d'un nombre fini mais élevé d'unités monomères, formant une structure unidimensionnelle.[16]
	Polymères Bidimensionnels	Se présentent sous forme de feuillets bidimensionnels, comme le carbone graphite, ou de structures synthétiques encore expérimentales.[18]
	Polymères Tridimensionnels	Résultent de la polymérisation de monomères dont la valence moyenne est supérieure à deux, formant un réseau tridimensionnel de liaisons covalentes.[18]

I.6. Propriétés des polymères

Les propriétés des polymères jouent un rôle déterminant dans leur vaste gamme d'applications industrielles et commerciales. Ces propriétés, qui incluent des caractéristiques physiques, chimiques, mécaniques et thermiques, sont influencées par la structure moléculaire et la composition chimique des polymères.[19]

I.6.1. Propriétés thermiques

Les propriétés thermiques des polymères font référence à leur comportement et à leurs caractéristiques physiques en réponse à la chaleur. Cela inclut des aspects tels que la température de décomposition, la transition vitreuse et la température de fusion, qui sont essentiels pour comprendre la stabilité et la manipulation des polymères dans diverses applications [20,21].

I.6.2. Propriétés mécaniques

Les matériaux polymères sont utiles principalement en raison de leurs propriétés mécaniques. Comparés aux métaux, les polymères et les plastiques ont un faible module d'élasticité, ce qui signifie qu'ils peuvent se déformer plus facilement sous une force appliquée. De plus, leur rapport résistance/poids est plus élevé, ce qui signifie qu'ils sont plus légers tout en restant suffisamment résistants, ce qui est avantageux dans des applications nécessitant des matériaux légers et robustes, comme l'aéronautique et l'automobile. Les structures en plastique présentent une grande variabilité en termes de résistance aux chocs. Certains polymères sont très fragiles et se cassent facilement sous un impact, tandis que d'autres sont extrêmement tenaces et peuvent absorber des chocs sans se briser. Cette diversité permet de choisir des polymères adaptés à des besoins spécifiques, allant de la protection des composants électroniques sensibles à la fabrication de pièces automobiles résistantes aux collisions [22].

I.6.3. Autres propriétés

Outre leurs caractéristiques mécaniques et thermiques, les polymères offrent un large éventail de propriétés qui sont exploitées dans divers domaines d'application. Parmi celles-ci, on trouve [23] :

I.6.3.1. Propriétés optiques

Les polymères présentent différentes caractéristiques optiques telles que la transparence, la translucidité, l'opacité et la capacité de coloration. Ces propriétés sont exploitées dans la fabrication d'étuis de CD, de bouteilles d'eau et d'autres produits [24].

I.6.3.2. Propriétés électriques et électro-optiques

Les polymères sont largement utilisés comme isolants électriques dans les circuits électroniques et les gaines de câbles électriques. Certains polymères sont également conducteurs intrinsèques ou chargés de particules de carbone conductrices. De plus, certains polymères ont la capacité de s'orienter sous l'effet d'un champ électrique, ce qui est utilisé dans des dispositifs d'affichage à cristaux liquides pour contrôler la transmission de la lumière en fonction du champ électrique appliqué [23].

I.7. Le polyéthylène

Le polyéthylène PE, est l'un des polymères les plus simples et les moins chers. C'est un matériau semi cristallin obtenu par la polymérisation de l'éthylène. Le polyéthylène est constitué d'un assemblage d'une unité répétitive de structure :

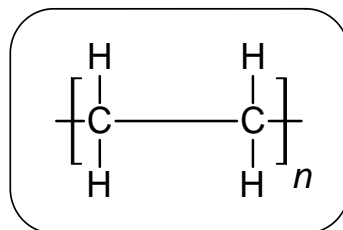


Figure I.9 : Structure de polyéthylène

La polymérisation du polyéthylène est résumée dans la réaction suivante : [6]

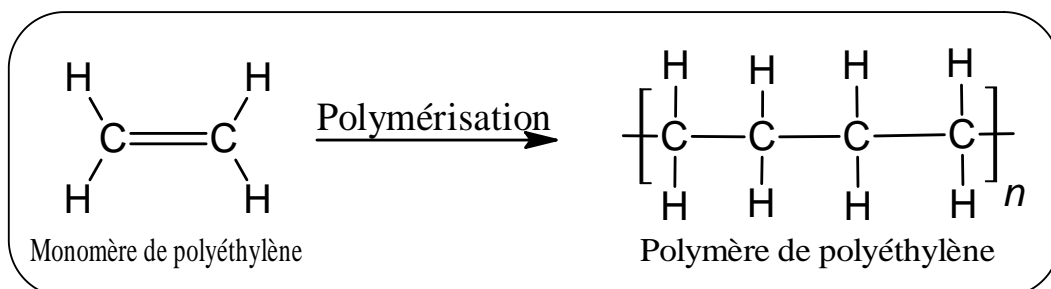


Figure I.10 : La polymérisation du polyéthylène [6]

I.7.1 Le polyéthylène haute densité PEHD

Le polyéthylène haut densité est un matériau largement répandu dans le monde. Il s'est imposé dans diverses applications : bouteilles, sac plastique réutilisable, ou des pipes [6].

I.7.2 Les voies de fabrication du polyéthylène haute densité

Les deux voies essentielles pour la fabrication du PEHD sont :

I.7.2.1. Polymérisation catalysée par un oxyde métallique

Ce type de polymérisation se déroule dans des conditions de température et de pression moyennes. La méthode la plus couramment utilisée provient du procédé PHILLIPS. Les oxydes de chrome sont les catalyseurs les plus largement employés pour la production du polyéthylène haute densité, représentant un peu plus de la moitié de la production mondiale. Ces catalyseurs sont supportés par l'imprégnation sur un support de silice poreux ou d'aluminosilicate à faible teneur en alumine [25].

Après activation du catalyseur dans un activateur et son séchage, ce dernier est chauffé à 500-700°C dans un environnement oxydant, ce qui conduit à la formation d'espèces chromates en surface, précurseurs des sites actifs. La polymérisation démarre à partir du site actif comprenant une liaison Cr-C qui complexe une molécule d'éthylène. Cette molécule s'insère alors entre les atomes de chrome et de carbone, et l'opération se répète pour former la chaîne du polymère [26,25]

I.7.2.2. Polymérisation de type Ziegler-Natta

Ce procédé de synthèse se déroule à des températures et des pressions relativement faibles, légèrement inférieures aux conditions précédemment évoquées. En général, il implique la formation d'un complexe entre un composé organométallique et un sel de métal de transition. L'exemple le plus représentatif pour la production de polyéthylène haute densité (PEHD) est la combinaison du triéthylaluminium (AlEt_3) avec le tétrachlorure de titane (TiCl_4).

Le site actif de ce processus comprend un atome de titane lié à quatre atomes de chlore et un groupe alkyle dans une configuration octaédrique, avec un site vacant. Ce site vacant permet à une molécule d'éthylène de se lier à l'atome de titane. Dans l'étape suivante, la molécule d'éthylène s'insère entre le métal et le groupe alkyle, créant ainsi un nouveau site

vacant et permettant la répétition de l'opération, conduisant à la croissance de la chaîne de polymère.[25]

I.7.3. Propriétés du PEHD

Les propriétés des polyéthylènes dépendent essentiellement de trois paramètres structuraux à savoir : la cristallinité, la masse moléculaire et la distribution des masses moléculaires [27].

I.7.3.1. Le taux de cristallinité

Le taux de cristallinité est étroitement lié à la structure moléculaire du matériau. Il est faible dans le cas du polyéthylène basse densité radicalaire (PEBDR), en raison de sa structure ramifiée qui limite pratiquement la capacité des molécules à s'organiser en cristallites. En revanche, il est élevé dans le cas du polyéthylène haute densité homopolymère (PEHD), en raison de la structure linéaire de ses chaînes qui peuvent se replier facilement pour former des cristallites.

L'incorporation de branches courtes dans les chaînes linéaires, favorisant l'encombrement stérique, diminue la cristallinité. Cette réduction du taux de cristallinité entraîne une diminution de la densité du matériau, ce qui peut conduire à une amélioration de certaines propriétés mécaniques telles que la résistance aux chocs [28].

I.7.3.2. La masse moléculaire

En général, une plus grande longueur des chaînes polymériques (c'est-à-dire une masse moléculaire plus élevée) entraîne une viscosité plus élevée à l'état fondu, ce qui rend la mise en œuvre plus difficile, mais améliore les propriétés mécaniques du matériau. Dans la pratique, la détermination de l'indice de fluidité à chaud (IF) du polyéthylène (PE), qui est inversement proportionnel à la viscosité, permet d'estimer sa masse moléculaire [29].

I.7.3.3. La distribution de la masse moléculaire

En plus de la densité et de la masse moléculaire, la répartition des masses moléculaires est un facteur qui peut également affecter les propriétés du polyéthylène (PE). Un polymère avec une distribution étroite se cristallise plus rapidement de manière uniforme, ce qui permet d'obtenir une grande rigidité et un minimum de torsion. En revanche, une large distribution

assure une facilité de mise en œuvre ainsi qu'une bonne résistance au choc et à la fissuration sous contrainte [30].

I.7.3.4. Propriétés rhéologiques

Le polyéthylène haute densité (PEHD) à l'état fondu présente un comportement viscoélastique non linéaire, ce qui signifie que sa viscosité diminue avec l'augmentation du cisaillement. Lors de l'extrusion, le polyéthylène est soumis à un gradient de vitesse de cisaillement, du cylindre de l'extrudeuse à la filière.

Il est donc essentiel de connaître la courbe de viscosité-vitesse de cisaillement sur toute la plage de cisaillement. La mesure de l'indice de fluidité à chaud (MFI) permet d'estimer la viscosité à une vitesse de cisaillement donnée [27].

I.7.3.5. Propriétés mécaniques

La rigidité et la dureté du polyéthylène haute densité (PEHD) augmentent avec la densité, et donc avec la cristallinité. Le module d'élasticité, mesuré à environ 1600 MPa dans le cas du PEHD, témoigne de cette rigidité, tandis que la dureté (Shore D) atteint environ 60.

Le PE est un thermoplastique résistant aux chocs et aux impacts, même à des températures basses ($T < 0^\circ\text{C}$), en raison de sa faible température de transition vitreuse (T_g), qui peut descendre jusqu'à -110°C . Cette résistance est d'autant meilleure que :

- La masse moléculaire est plus élevée.
- La cristallinité est plus faible.
- La distribution des masses moléculaires est plus large.

Le polyéthylène a une texture paraffinée qui lui confère un faible coefficient de friction. Sa résistance à l'abrasion augmente avec la masse moléculaire et la cristallinité, atteignant des niveaux remarquables pour les PEHD de masse moléculaire très élevée [27].

I.7.3.6. Propriétés thermiques

Le point de fusion du polyéthylène haute densité (PEHD) se situe généralement entre 120 et 136°C . La conductivité thermique et le coefficient de dilatation thermique linéaire

dépendent du taux de cristallinité : ils sont généralement plus élevés pour les homopolymères que pour les copolymères [31].

I.7.3.7. Propriétés chimiques

Les propriétés chimiques du polyéthylène (PE) vis-à-vis des agents chimiques sont déterminées par sa structure paraffinique apolaire, son caractère cristallin et sa très haute masse moléculaire. Il résiste bien aux acides forts (les acides inorganiques) et aux bases fortes (les solutions salines), mais il est attaqué par les acides oxydants (comme les acides nitriques concentrés).

Le PE se gonfle dans les hydrocarbures aliphatiques et aromatiques ainsi que dans leurs dérivés halogénés, où il se dissout à température élevée, expliquant ainsi sa grande perméabilité aux vapeurs de ces produits. En revanche, il est peu perméable à la vapeur d'eau en raison de son caractère hydrophobe (l'absorption d'eau est d'environ 0,01% à 0,5% pour le PE contenant du noir de carbone) [32].

I.8. Avantages et Inconvénients du PEHD

Le polyéthylène haute densité (PEHD) se distingue comme un thermoplastique d'une importance capitale dans le domaine des matériaux, trouvant son application dans une large palette de domaines grâce à ses propriétés exceptionnelles. Toutefois, à l'instar de tout matériau, il présente également des limitations qu'il convient de prendre en compte lors de sa sélection.

Tableau II.2 : Avantages et inconvénients du PEHD

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> • Haute résistance chimique. • Sans assouplissement et sans halogène. • Haute flexibilité. • Haute résistance à l'usure. • Moindre densité comparée au pvc plus léger. • Résistant aux intempéries et aux • Résistant au microorganisme, aux racines et aux rongeurs. • Neutralité physiologique [33] 	<ul style="list-style-type: none"> • Sensibilité aux UV en présence d'oxygène. • Sensibilité à la fissure sous contrainte. • Mauvaise tenue à la chaleur [33].

I.9. Conclusion

Dans ce chapitre sur les généralités des polymères fossiles, les mécanismes de formation des polymères et leur vaste domaine d'application ont été explorés. En examinant les différentes voies de synthèse et en analysant les propriétés du polyéthylène haute densité (PEHD), l'importance et la diversité de ces matériaux dans notre vie quotidienne et dans l'industrie ont été mises en évidence. En comprenant les propriétés thermiques, mécaniques, chimiques et rhéologiques du PEHD, les facteurs clés déterminant leur performance ont été identifiés. Ce chapitre offre ainsi une vision concise mais complète du rôle crucial des polymères fossiles dans notre monde moderne.

Chapitre II

II.1. Introduction

De nos jours, l'utilisation des ressources renouvelables dans les matériaux composites est devenue une pratique de plus en plus courante, essentielle et étudiée. Cela s'explique par leur importance économique, environnementale et mécanique, ainsi que par leurs multiples applications [1]. Ces matériaux, connus sous différentes désignations telles que bio-composites, biodégradables ou biocompatibles, sont au cœur de recherches intensives.

Un bio-composite se définit comme un matériau composite dans lequel au moins l'un des éléments constitutifs, que ce soit le renfort ou la matrice, provient de ressources renouvelables [2]. Ces ressources peuvent inclure des fibres naturelles telles que le bois, le bambou, le lin ou le chanvre, ainsi que des bios polymères dérivés de sources renouvelables comme les amidons, les protéines ou les huiles végétales [3].

L'intérêt suscité par les biocomposites réside dans leur capacité à réduire la dépendance aux ressources non renouvelables, à minimiser l'impact environnemental lié à leur fabrication, et à offrir des alternatives durables aux matériaux traditionnels [4]. De plus, ces bio-composites peuvent souvent présenter des propriétés mécaniques comparables voire supérieures à celles des matériaux conventionnels, ce qui les rend attrayants pour une multitude d'applications dans des secteurs tels que l'automobile, l'aérospatiale, la construction, et bien d'autres encore [5].

II.2. Définition d'un matériau composite

Un matériau composite est constitué de l'association de deux substances ou plus de natures différentes. Leur union est synergique, permettant de créer un matériau dont les performances combinées dépassent celles des composants individuels [6]. Un matériau composite est composé d'une ou de plusieurs phases discontinues dispersées au sein d'une phase continue. La phase discontinuée, également appelée renfort ou matériau de renfort, est généralement plus rigide et possède des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue, connue sous le nom de matrice [7].

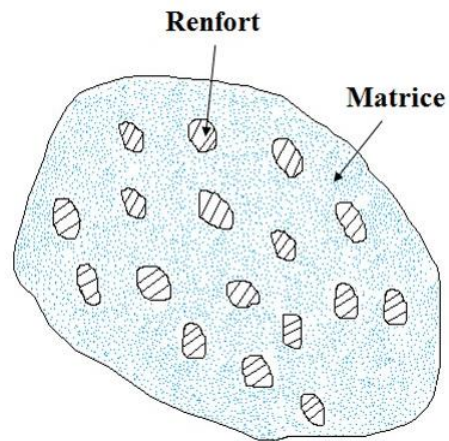


Figure II.1 : Schéma illustratif d'un matériau composite

II.3. Différents types de composites

Il existe aujourd'hui une variété considérable de matériaux composites, parmi lesquels les principaux sont résumés dans le Tableau suivant [8] :

Tableau II.1 : Les types de composite et leurs domaines d'application

Type de composite	Constituants	Domaines d'application
1. Composite à matrice organique <ul style="list-style-type: none"> • Papier, • carton, • Panneaux de particules, • Panneaux de fibres, • Toiles enduites, • Matériaux d'étanchéité, • Pneumatiques, • Stratifiés, • Plastiques renforcés. 	<ul style="list-style-type: none"> • Résine/charges/fibres cellulosiques • Résine/copeaux de bois • Résine/ fibres de bois • Résines souples/tissus • Elastomères/bitume/textiles • Caoutchouc/toile/acier • Résine/charges/fibres de verre, • de carbone, etc. • Résines/microsphères 	<ul style="list-style-type: none"> • Imprimerie, emballage. • Menuiserie • Bâtiment • Sports, bâtiment • Toiture, terrasse. • Automobile • Domaines multiples
2. Composites à matrice minérale <ul style="list-style-type: none"> • Béton • Composite carbone - carbone • Composite céramique 	<ul style="list-style-type: none"> • Ciment/Sable/Granulats • Carbone/Fibres de carbone • Céramique/Fibres • Céramiques 	<ul style="list-style-type: none"> • Génie civil • Aviation, Espace, Sports, • Biomédecine. • Pièces thermomécaniques
3. Composites à matrice Métallique	<ul style="list-style-type: none"> • Aluminium/fibres de bore • Aluminium/fibres de carbone 	<ul style="list-style-type: none"> • Espace
	<ul style="list-style-type: none"> • Métaux, Stratifiés, etc. • Mousses, Nids d'abeilles, • Balsa, • Plastiques Renforcés, etc. 	<ul style="list-style-type: none"> • Domaines multiples

II.4. Le renfort

Le renfort, généralement constitué d'un matériau plus robuste que la résine, joue un rôle essentiel en conférant au matériau une résistance accrue, notamment à la traction. Il se présente principalement sous forme de fibres :

- Fibres longues unidirectionnelles (comme le carbone ou le verre),
- Fibres longues tissées,
- Fibres courtes réparties aléatoirement sans direction privilégiée (telles que le mat) [9].

Selon la forme des renforts, on distingue deux types de composites :

- **Les composites à fibres** : ils sont constitués de fibres continues ou discontinues (fibres coupées ou courtes). L'orientation de ces fibres permet de moduler les propriétés

mécaniques du matériau, permettant ainsi d'obtenir des matériaux à la fois isotropes et anisotropes.

- **Les composites à particules** : les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux [10].

Quelques remarques importantes :

- Entre le renfort et la matrice, une zone de liaison appelée interface se forme.
- Des additifs, notamment des produits chimiques, entrent dans la composition du composite pour former des interphases. Cependant, ils interviennent rarement dans le calcul de la structure composite.
- La plupart du temps, un matériau composite est hétérogène et anisotrope [11].

Tableau II.2 : Différentes formes de renforts trouvés dans les matériaux composites et leur [12].

Type de renfort	Renfort non orienté	Renfort orienté
Fibres longues ou Continue	Mat de fibres longues	Parallèlement les unes par rapport aux autres ; Renforcement unidirectionnel, Selon un angle prédéfini (45° par exemple les unes par rapport aux autres) ; Renforcement multidirectionnel ; Renfort tissé.
Fibres courtes	Mat de fibres hachées	Orientation préférentielle, exemple : panneau de grandes particules orientées(OSB)
Charges	Majoritairement	Orientation préférentielle possible

II.5. Les biocomposites

L'escalade des prix des matières premières dans les domaines de l'ingénierie et des plastiques standards, conjuguée aux préoccupations croissantes concernant la durabilité des ressources naturelles et les menaces pour l'environnement, a incité à explorer l'utilisation de matériaux naturels pour développer et fabriquer des composites polymères. Pendant de nombreuses années, les fibres synthétiques ont largement dominé l'industrie. Cependant, l'utilisation de renforts à base de fibres naturelles a gagné en popularité pour remplacer ces fibres synthétiques dans diverses applications [13].

La combinaison de fibres naturelles avec des matrices polymériques provenant à la fois de ressources non renouvelables (telles que le pétrole) et de ressources renouvelables a suscité un vif intérêt au cours de la dernière décennie [14]. Les biocomposites ainsi créés offrent une alternative compétitive aux composites synthétiques. De plus, les plastiques biodégradables et

les polymères bio sources dérivés de ressources renouvelables peuvent être utilisés pour produire des produits durables et respectueux de l'environnement, capables de rivaliser sur le marché actuel, dominé par les produits à base de pétrole [15].

Cette évolution vers des matériaux plus durables et respectueux de l'environnement reflète une prise de conscience croissante de la nécessité de réduire l'empreinte écologique de l'industrie des plastiques et des composites. En investissant dans la recherche et le développement de solutions basées sur des ressources renouvelables, les entreprises peuvent non seulement répondre aux préoccupations environnementales, mais aussi s'adapter aux fluctuations des prix des matières premières et diversifier leur offre de produits pour répondre aux exigences du marché moderne [16].

II.6. Définition d'un biocomposite

Un matériau composite est typiquement constitué de deux phases distinctes : le renfort, généralement sous forme de fibres, et la matrice. Cette dernière maintient la géométrie des fibres et assure le transfert de charge entre elles via les interfaces. La matrice, également désignée comme liant, peut être composée de polymères, de métaux ou de céramiques [17].

Un biocomposite se distingue par le fait qu'au moins l'une de ses phases, soit le renfort soit la matrice, provient de ressources renouvelables.

Ces dernières années, le marché des composites a connu une croissance constante. En Europe, la production de bio composites est passée à 410 000 tonnes en 2017, contre 357 000 tonnes en 2012 [18]. Le taux de croissance annuelle global de la production de biocomposites est d'environ 3 %, ce qui correspond à peu près à la croissance moyenne observée sur les marchés des plastiques [19]. Cependant, des taux de croissance beaucoup plus élevés, pouvant atteindre 30 %, ont été identifiés dans divers domaines d'application innovants des biocomposites [20].

II.7. Matrice

La matrice joue un rôle crucial en reliant les fibres du renfort fibreux entre elles, tout en répartissant les forces (résistance à la compression ou à la flexion). Elle se déforme facilement et assure également la protection chimique des fibres [21].

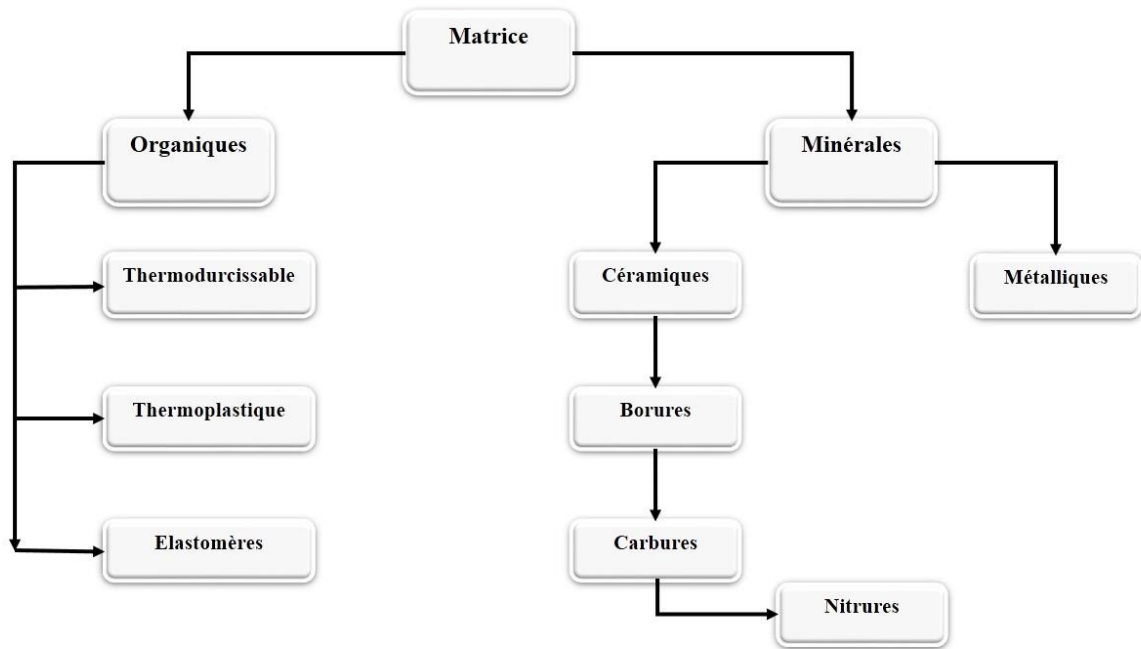


Figure II.2 : Les différentes familles de matrices

Les résines les plus fréquemment utilisées dans les matériaux composites comprennent les résines thermodurcissables et les résines thermoplastiques.

II.7.1. Résine (constituant)

La résine est un élément essentiel dans la fabrication de divers produits, servant de base pour la création de matériaux plastiques, textiles, peintures, adhésifs, et bien plus encore. Elle peut être naturelle, artificielle ou synthétique, et se divise en deux catégories : thermoplastique ou thermodurcissable [22].

Dans les matériaux plastiques renforcés, la résine agit comme une matrice, liant les différentes particules de renfort telles que les fibres, les billes ou les microsphères de verre. Par exemple, le préimprégné SMC (Sheet Moulding Compound) est un composite composé notamment d'une résine polyester, d'un renfort (sous forme de mat, de tissu ou de fibres), de charges et d'un catalyseur (durcisseur) pré-mélangés. Ce mélange, prêt pour le moulage par compression à chaud, est souvent présenté sous forme de feuilles [23].

Les fabricants optent souvent pour l'utilisation du terme "résine" à la place de "matière plastique", cherchant ainsi à éviter la connotation parfois négative associée au plastique, selon certains consommateurs[24].

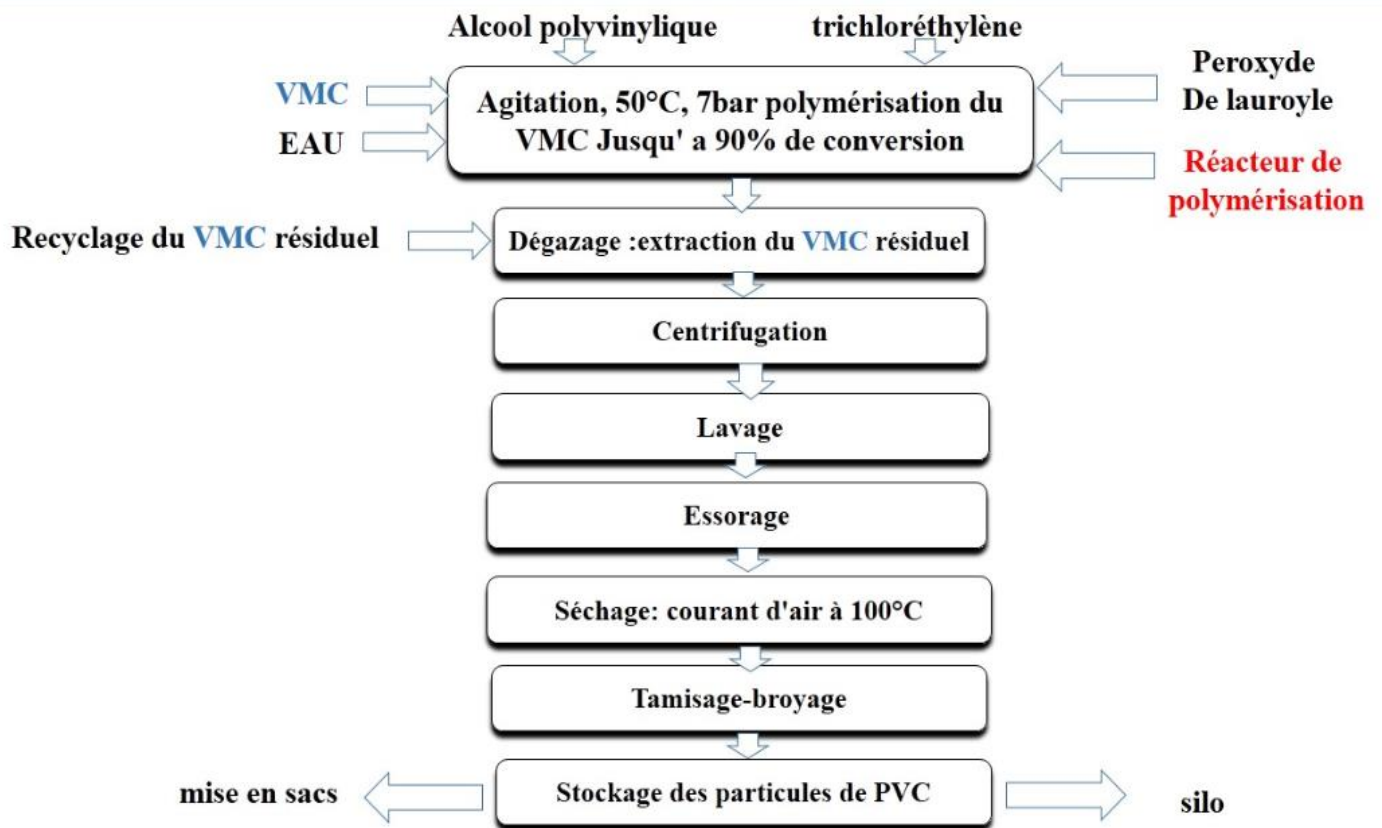


Figure II.3 : Production de la résine

II.8. Classification des bio composites

Les fibres naturelles peuvent être classées en fonction de leurs origines : animales, végétales ou minérales (Figure II.4)

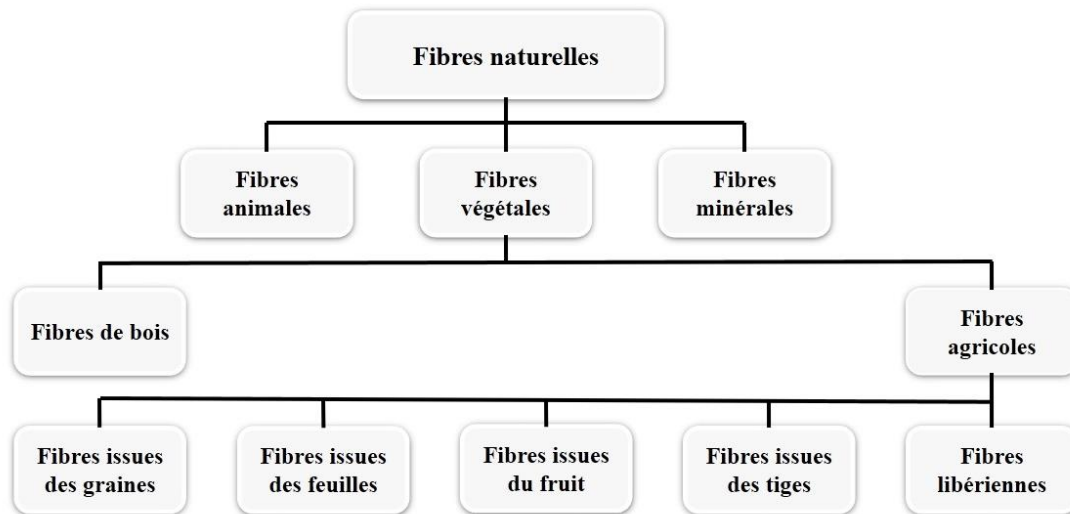


Figure II.4 : Classification des fibres naturelles

Les fibres agricoles se répartissent en différentes catégories principales :

1. **Fibres libériennes** : Elles sont issues de la partie externe des tiges de diverses plantes, telles que le lin, le chanvre, le jute, le kénaf et la ramie.
2. **Fibres extraites des feuilles** : Ces fibres proviennent des feuilles de certaines plantes comme le sisal, le bananier et le palmier.
3. **Fibres extraites des poils séminaux des graines** : On retrouve dans cette catégorie des fibres provenant des poils séminaux des graines de plantes telles que le coton et le kapok.
4. **Fibres extraites de l'enveloppe du fruit** : Ces fibres sont extraites de l'enveloppe externe de certains fruits, comme les fibres de coco.
5. **Fibres extraites des tiges ou des troncs** : Cette catégorie englobe les fibres provenant des tiges ou des troncs de plantes telles que la paille de blé, de riz, d'orge, ainsi que d'autres cultures comme le bambou [25].

II.9. Définition d'un biopolymère

Les biopolymères sont des polymères, soit des molécules composées de motifs structuraux répétés, fabriqués par des organismes vivants [26]. Ils se répartissent en deux

catégories principales : les biopolymères naturels et les biopolymères synthétiques. Les premiers sont produits par des organismes vivants tels que les plantes, les animaux et les micro-organismes [27]. Ces biopolymères naturels comprennent une variété de composés tels que les protéines, l'ADN, l'ARN, les polysaccharides et les lipides [28].

Ces matériaux polymériques sont largement utilisés dans divers secteurs tels que l'industrie alimentaire, pharmaceutique, cosmétique, de la construction, des textiles, et bien d'autres encore [29]. En raison de leurs caractéristiques uniques et de leur respect de l'environnement, les biopolymères suscitent un intérêt croissant en tant qu'alternatives durables aux polymères synthétiques issus de ressources non renouvelables [30].

II.10. Type des biopolymères

Les biopolymères, issus de la biosynthèse par des organismes vivants, se distinguent en différentes catégories en fonction de leur composition et de leurs propriétés [31].

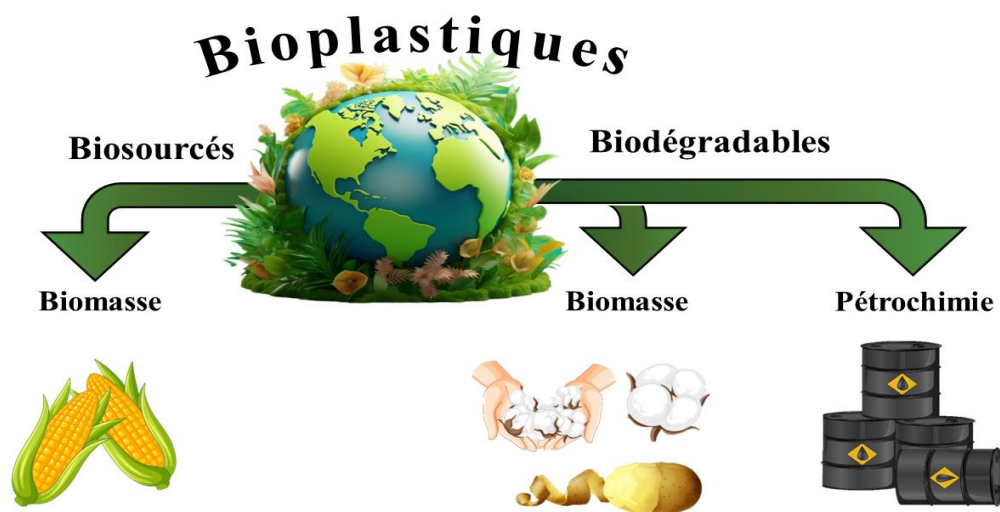


Figure II.5 : Les types de bioplastiques

II.10.1. Biopolymères issus de ressources renouvelables

Ces biopolymères représentent une réponse élégante et innovante pour substituer les produits dérivés du pétrole, et ils s'inscrivent dans une authentique démarche de développement durable. Ils se répartissent en trois grandes catégories : les biopolymères d'origine bactérienne, les biopolymères synthétiques élaborés à partir d'un monomère biosourcé, et les biopolymères issus de la biomasse [32].

II.10.2. Biopolymères synthétiques à partir d'un monomère biosourcé

Également connus sous les noms de polymères synthétiques ou chimio-synthétiques, ces matériaux sont produits par fermentation, par la polymérisation de monomères issus de produits agricoles. Le plus célèbre d'entre eux est le polyacide lactique (PLA), obtenu par polymérisation des molécules d'acide lactique, elles-mêmes produites par la fermentation bactérienne de ressources renouvelables telles que l'amidon [32].

II.10.3. Biopolymères issus de la biomasse

Ces matériaux sont extraits de la biomasse, incluant des sources végétales, animales et micro-organismes. La principale famille de biopolymères comprend les polysaccharides tels que l'amidon (issu de plantes telles que le manioc, le maïs, la pomme de terre), la cellulose, la lignine et le chitosane (obtenu à partir de la chitine présente dans les crustacés) [33]. Une autre catégorie comprend les protéines et les lipides provenant d'animaux (comme le collagène, la gélatine) et de plantes (comme le colza, le tournesol, le soja, le gluten) [34].

II.11 .Les polysaccharides

Les polysaccharides sont de vastes structures moléculaires constituées de multiples unités de monosaccharides, également appelées sucres simples, reliées entre elles par des liaisons glycosidiques. Ils se forment par la polymérisation de monosaccharides tels que le glucose, le fructose et le galactose. Ces macromolécules jouent un rôle essentiel en biologie, servant notamment de réserves énergétiques (comme le glycogène chez les animaux et l'amidon chez les plantes) et de composants structuraux (par exemple, la cellulose dans les parois cellulaires végétales) [35].

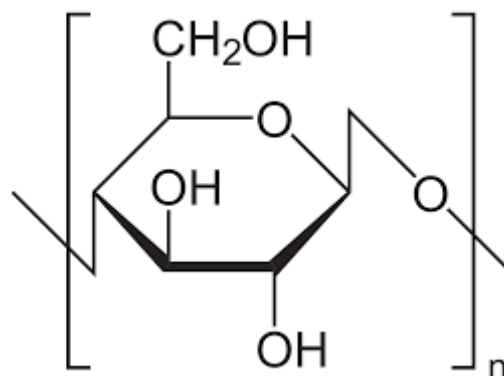


Figure II.6 : Structure d'un polysaccharide

- **La cellulose**

La cellulose représente le biopolymère naturel le plus répandu, étant le principal constituant des diverses fibres naturelles telles que le coton. Sa formule brute est $(C_6(H_2O)_5)_n$.

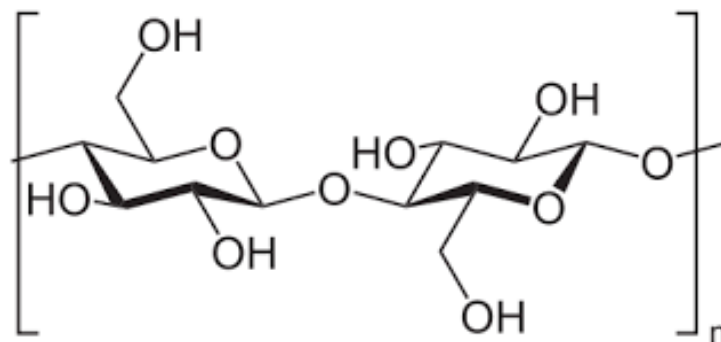


Figure II.7 : Structure chimique de la cellulose [37]

D'un point de vue chimique, la structure de la cellulose peut être décrite comme un homopolysaccharide linéaire, formé par la répétition d'unités de β -D-glucanes liées entre elles par des liaisons osidiques de type $\beta(1 \rightarrow 4)$. L'unité répétitive, composée de l'association de deux monomères de glucose (l'un droit, l'autre inversé), est appelée cellobiose [38].

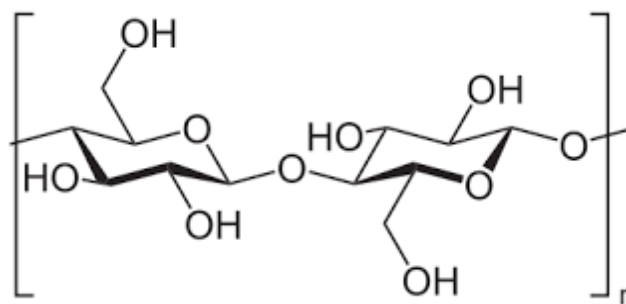


Figure II.8 : Structure de la cellobiose [39]

- **L'Amidon**

L'amidon produit par les plantes se compose de deux polysaccharides : l'amylopectine et l' α -amylose. L'amylopectine est un polymère ramifié, pratiquement insoluble dans l'eau. Sa chaîne principale est constituée de résidus de glucose liés en $\alpha(1 \rightarrow 4)$, avec des ramifications de type $\alpha(1 \rightarrow 6)$ tous les 24-30 résidus. L' α -amylose, quant à elle, est composée de chaînes non ramifiées de 200 à 300 résidus de glucose liés en $\alpha(1 \rightarrow 4)$ [40].

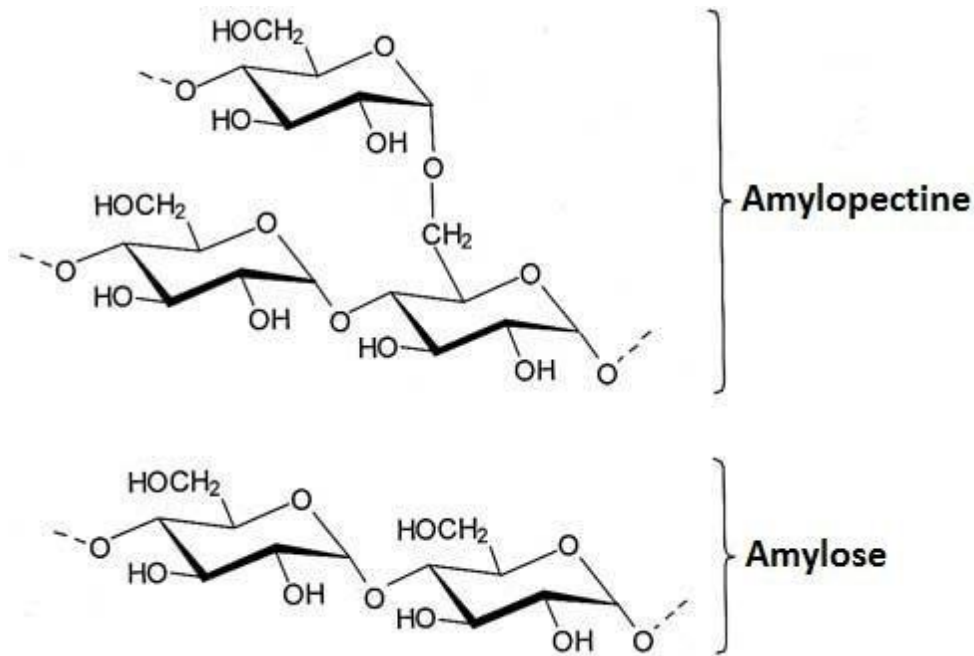


Figure II.9 : Structure moléculaire de l'Amylose et de l'amylopectine [41]

- **La pectine**

Les pectines sont des substances d'origine végétale, des polysaccharides complexes présents principalement dans la lamelle moyenne et la paroi primaire des plantes supérieures. Elles sont généralement extraites à partir de sous-produits de fabrication de jus de citron et de pomme [42].

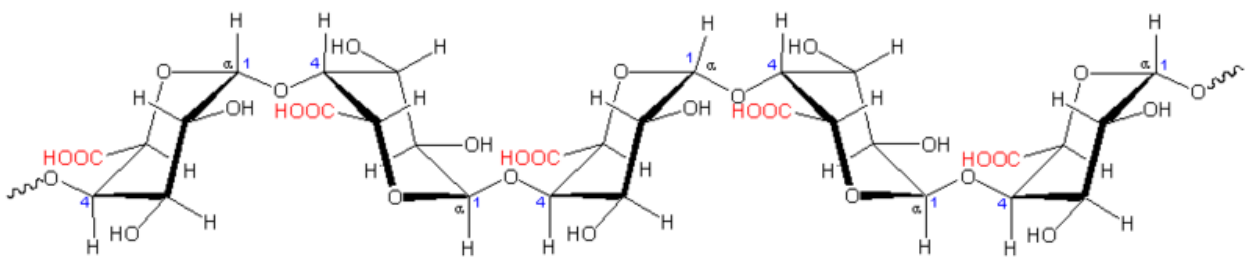


Figure II.10 : Structure moléculaire du motif monomérique de la pectine

- **La chitine**

La chitine est un homopolymère de N-acétylglucosamines reliées en β (1 \rightarrow 4). Ses propriétés sont similaires à celles de la cellulose [44]. Elle constitue la structure des carapaces des insectes et des crustacés, ainsi que dans la paroi des champignons. Principalement présente dans les coquilles des mollusques, les cuticules des insectes et les carapaces des crustacés .

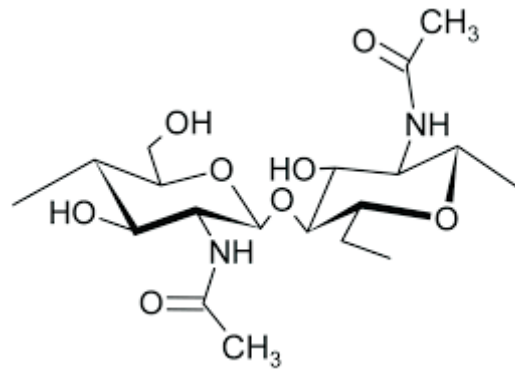


Figure II.11 : Structure moléculaire du motif monomérique de la chitine

- **Le chitosane**

Le chitosane est le principal biopolymère dérivé de la chitine, un copolymère de N-acétyl-D-glucosamine et de N-D-glucosamine, reliés par des liaisons β-(1→4) [46].

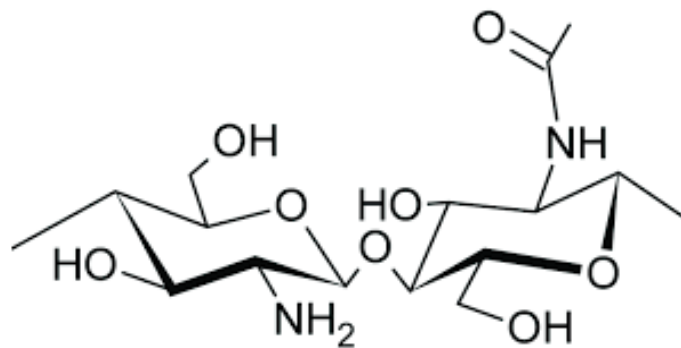


Figure II.12 : Structure chimique du chitosane [47]

II.12. Conclusion

Les biocomposites sont des matériaux composites qui utilisent des renforts et des résines d'origine animale ou végétale. Ils se composent de résines thermoplastiques ou thermodurcissables combinées à des renforts sous forme de microsphères, de fibres, de tissus ou de non-tissés. Ce qui les caractérise, c'est le remplacement de la résine pétrochimique par une résine d'origine végétale ou animale, et/ou le remplacement des renforts synthétiques (tels que les fibres de verre, les fibres de carbone, etc.) par des fibres naturelles comme le chanvre, le lin, le sisal, le jute, etc. Ces marchés sont en pleine expansion, principalement en raison de l'augmentation des prix du pétrole, des impératifs de recyclage et du respect de l'environnement.

Chapitre III

III.1. Introduction

Ce chapitre a pour objet la fabrication de composites à base d'amidon naturel et de cellulose extraite de la plante luffa, ainsi que leur combinaison. Nous examinerons les méthodes de préparation de ces composites, en soulignant les paramètres clés qui influencent leurs propriétés finales. De plus, nous étudierons les techniques de dégradation utilisées pour évaluer leur stabilité et leur durabilité. Cette étude vise à mettre en lumière le potentiel et les défis des composites à base d'amidon et de luffa, dans le cadre de la recherche de matériaux durables pour répondre aux besoins actuels.

Dans cette section, nous décrivons les matériaux utilisés, les méthodes employées pour la fabrication ainsi que l'analyse des composites à base d'amidon naturel et de cellulose de la plante luffa. Nous allons développer

- les étapes de préparation ;
- les paramètres expérimentaux clés ;
- les techniques de caractérisation et de dégradation mises en œuvre.
- les techniques de caractérisation et de dégradation mises en œuvre.

III.2.1 Polyéthylène haute densité(PEHD)

Le Polyéthylène Haute Densité (PEHD) CP2K se distingue par ses propriétés remarquables qui en font un choix de prédilection pour une large gamme d'applications. Sa forme de granulés opaques et son indice de fluidité de 0,95 g/10min indiquent une rigidité et une robustesse accrues. Sa densité de 0,960 g/cm³ renforce cette solidité, tandis que sa température de fusion élevée (130-135°C) le rend adapté aux environnements.

Ce matériau performant trouve son application idéale dans la fabrication de contenants pour produits chimiques, de tuyaux et d'autres pièces industrielles. Sa résistance à la corrosion et à l'abrasion garantit une durabilité exceptionnelle et stabilité dimensionnelle à des températures élevées.

III.2.2. Renforts

Dans notre étude, nous avons choisi l'amidon et la cellulose comme renforts naturels à ajouter au PEHD (polyéthylène haute densité) pour la fabrication de nos composites. L'incorporation de ces renforts permet d'améliorer les performances du PEHD tout en réduisant son impact environnemental. Pour l'amidon, nous avons opté pour la pomme de terre comme source principale. Issue de l'agriculture renouvelable, la pomme de terre est riche en amidon,

un biopolymère constitué d'amylose et d'amylopectine. Quant à la cellulose, il s'agit d'un polysaccharide complexe composé de longues chaînes de molécules de glucose. Elle constitue la structure principale des parois cellulaires des plantes, leur conférant rigidité et résistance.

III.2.2.1. Extraction de l'Amidon

La pomme de terre est une matière première particulièrement appropriée pour l'extraction de l'amidon en raison de sa teneur élevée, pouvant atteindre 20 % [1] de son poids. Le processus d'extraction comprend les étapes suivantes :

1. Laver les pommes de terre.
2. Éplucher et découper les pommes de terre en petits morceaux.
3. Mixer les morceaux de pomme de terre.
4. Ajouter de l'eau.
5. Filtrer le mélange à l'aide d'une passoire et récupérer le filtrat.
6. Répéter le filtrage jusqu'à obtention d'un filtrat sans impuretés.
7. Conserver le filtrat dans un récipient et laisser décanter.
8. Éliminer le surnageant.
9. Laisser sécher.
10. Récupérer l'amidon.



Figure III.1 : Étapes d'extraction de l'amidon

III.2.2.2. Extraction de la Cellulose

Le rendement en cellulose varie selon le type de plante. Nous avons choisi le luffa pour sa teneur élevée en cellulose, atteignant 60 à 63 %. Les étapes d'extraction de la cellulose sont les suivantes :

1. Dégraissage

L'objectif est d'éliminer les substances indésirables telles que les extractibles et les cires du luffa. L'extraction par Soxhlet, utilisant un mélange d'éthanol et d'acétone comme solvant, permet de dissoudre ces substances indésirables. L'extraction dure 24 heures, ce qui est suffisant pour éliminer la plupart des contaminants.

2. Élimination des hémicelluloses

La poudre obtenue est immergée dans une solution d'hydroxyde de sodium (5%) et chauffée à 80°C pendant deux heures. Après ce traitement, la poudre est filtrée et lavée à l'eau distillée pour éliminer l'alcalin résiduel.

3. Blanchiment

Cette phase vise à éliminer la lignine. Le résidu est blanchi à l'aide de deux solutions : l'une de chlorate de sodium (NaClO_3) traitée pendant 3 heures, l'autre de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) pendant 4 heures, le tout à 30°C sous agitation magnétique. Après chaque traitement, le luffa est filtré et lavé à l'eau distillée.

Après 2 heures, le résidu est filtré, lavé, séché, et la cellulose est finalement récupérée et pesée.

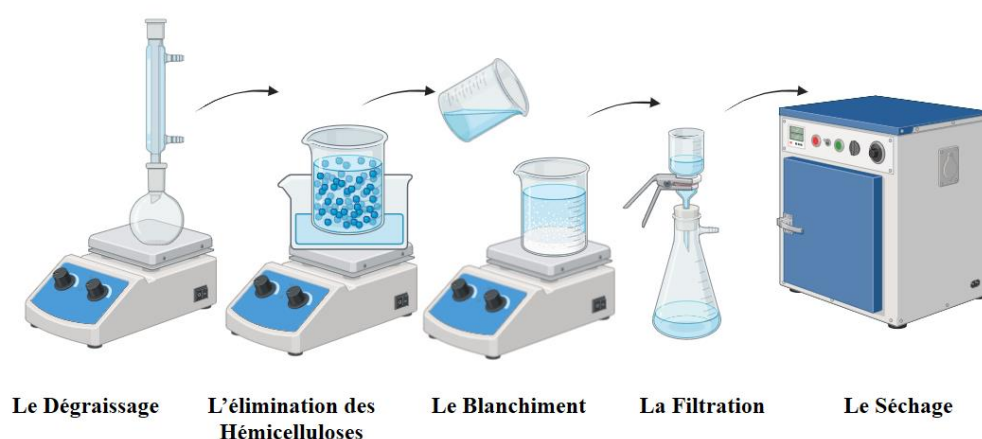


Figure III.2 : Étapes d'extraction de la cellulose

III.3 Préparation des mélanges

Dans un premier temps, notre étude se focalise sur l'analyse des mélanges de PEHD avec la cellulose (C) et l'amidon (A).

Les proportions des mélanges de PEHD avec l'amidon (A), la cellulose (C) et l'amidon/cellulose respectivement sont les suivantes :

- PEHD (70 %)/A (30 %)
- PEHD (70 %)/C (30 %)
- PEHD (70 %)/A (15 %)/C (15 %).

Tableau III.1: Présentation des mélanges PEHD-Amidon-Cellulose

Mélange	1	2	3
Cellulose (% en poids)	0	30	15
Amidon (% en poids)	30	0	15
PEHD (% en poids)	70	70	70

III.3.1 Méthode d'élaboration de biocomposite

La fabrication d'un bio composite passe par deux étapes principales :

- Le mélange des granulés
- La thermocompression

III.3.1.1 Étape 1 : Le Processus de Mélange des Granulés

L'élaboration de biocomposites implique un processus de mélange méticuleux de granulés issus de sources naturelles et de matrices polymères. Ce processus vise à créer des matériaux aux propriétés améliorées, combinant les avantages des fibres naturelles et de la matrice polymère.

III.3.1.1.1 Machine Utilisée : Malaxeur à Deux Rouleaux

Pour le processus de mélange des granulés, nous avons opté pour l'utilisation d'un malaxeur à deux rouleaux. Ce dispositif se compose de deux cylindres métalliques parallèles tournant en sens inverse l'un de l'autre. Les matériaux à mélanger sont introduits entre les rouleaux, où ils subissent un cisaillement et une pression significative, favorisant ainsi un mélange homogène et efficace. Le malaxeur à deux rouleaux est spécifiquement conçu pour manipuler des matériaux visqueux, pâteux et granuleux, offrant un contrôle précis du processus de mélange.

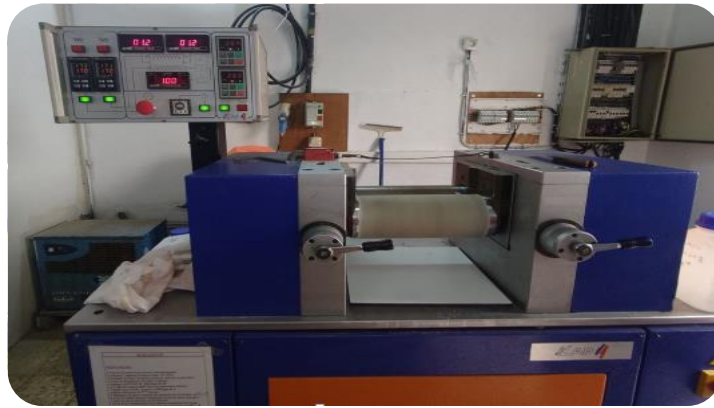


Figure III.3 : Malaxeur à deux rouleaux

III.3.1.1.2 Protocole Utilisé

Le mélange des granulés de PEHD + Cellulose (PEHD+C), PEHD + Amidon (PEHD+A), et PEHD + Amidon + Cellulose (PEHD+A+C) a été réalisé en plusieurs étapes dans un malaxeur chauffé à 190°C. Une fois la température des cylindres stabilisée à 170°C, les granulés ont été introduits entre les rouleaux. Un malaxage minutieux d'une durée de 10 à 12 minutes a permis la fonte des granulés et la formation d'une plaque de pâte homogène. Ce processus est essentiel pour assurer la fusion et la distribution uniforme des matériaux constitutifs, aboutissant à des résultats de qualité pour chaque composition étudiée.

Périodiquement, le mélange est réintroduit entre les cylindres du malaxeur. À l'aide d'un cutter, la feuille de plastique adhérente à l'un des cylindres est décollée, refroidie à l'air libre, puis coupée et broyée en petits morceaux.



Figure III.4 : Processus de mélange des granulés à l'aide d'un malaxeur chauffé

III.3.1.2 Étape 2 : La Thermocompression

La thermocompression est une technique de mise en forme de matériaux thermoplastiques utilisant la chaleur et la pression pour les mouler dans la forme souhaitée. Ce procédé implique le chauffage du matériau au-dessus de sa température de fusion, puis l'application d'une pression pour le contraindre dans un moule.

III.3.1.2.1 Machine Utilisée : Presse Hydraulique Manuelle (CARVER)

Pour le processus de thermocompression, nous avons utilisé une presse hydraulique CARVER, modèle 4120, avec des plateaux chauffants de 25,4 cm x 17,8 cm. La température maximale des plateaux est de 343°C (650°F) et la force de pression maximale est de 12 tonnes (environ 107 kN). La presse fonctionne selon le principe de Pascal, qui stipule que la pression appliquée à un fluide confiné dans un système fermé est transmise uniformément dans toutes les directions. Dans cette presse, un fluide hydraulique est pompé manuellement dans un cylindre, exerçant une pression sur un piston qui déplace un plateau supérieur vers le bas, comprimant l'échantillon placé entre le plateau supérieur et un plateau inférieur fixe.



Figure III.5 : Presse hydraulique CARVER

III.3.1.2.2 Moule pour l'Élaboration de Biocomposites

Le moule utilisé pour la production d'éprouvettes de biocomposite est un outil en fer spécialement conçu, avec des cavités permettant la fabrication de divers types d'éprouvettes à partir d'un seul moule. Ce dernier est constitué d'un bloc de fer massif avec des cavités de formes

et de dimensions variées, adaptées à la formation d'éprouvettes de traction, de compression ou de flexion.



Figure III.6 : Moule pour l'élaboration de biocomposites

III.3.1.2.3 Protocole Utilisé

Pour cette étude, des plaques de polymère de 3 mm d'épaisseur ont été produites à l'aide de la presse hydraulique CARVER et d'un moule en fer conçu pour la production d'éprouvettes pour des analyses ultérieures. Le processus de fabrication des plaques comprend les étapes suivantes :




1. La matière polymère extrudée est placée en léger excès dans le moule ;
2. Le moule est scellé par deux plaques en fer placées sur ses faces ;
3. Deux feuilles de Téflon (polytétrafluoroéthylène) isolantes sont intercalées entre la matière et les plaques métalliques ;
4. L'ensemble est soumis à une pression et une température élevées dans la presse hydraulique pendant quelques minutes ;
5. Les éprouvettes sont ensuite sorties du moule avec précaution.

III.3.1.2.4 Préparation des Éprouvettes

Pour réaliser les tests de contrôle sur les composites, des éprouvettes conformes aux normes en vigueur pour chaque type de test (IZOD, traction, dureté, densité, etc.) sont nécessaires. Ces éprouvettes standardisées garantissent des résultats fiables et comparables. Leur confection répond à des exigences strictes en termes de dimensions et de formes, définies

par des normes spécifiques, et un moule est utilisé pour assurer la conformité de chaque éprouvette à ces critères.

Tableau III.2 : Tests et Normes pour les Éprouvettes

Test / normes	Traction / norme ASTM D638	IZOD / norme ASTM D256	SHOR / norme ASTM D2240
Eprouvettes			

III.3.1.2.5 Préparation des films

La fabrication de films biocomposites s'effectue généralement à l'aide d'une presse hydraulique. La matière biocomposite, préalablement broyée et homogénéisée, est placée entre deux plaques chauffantes. Deux feuilles de Téflon isolant sont intercalées entre la matière et les plaques métalliques pour assurer une répartition uniforme de la chaleur et de la pression. En appliquant une pression et une température contrôlées, le mélange se transforme en une fine feuille de film biocomposite comme présenté dans la figure.10



Figure III.7 : Films de biocomposite (Cellulose, Amidon et cellulose+Amidon)

III.4. Spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier (IRTF)

L'obtention d'un spectre infrarouge (IRTF) peut se faire selon deux modes : par transmission, pour les échantillons transparents ou par la réflectance totale atténuée (ATR en anglais : *Attenuated Total Reflectance*) pour les échantillons opaques ou épais. La spectroscopie

infrarouge est une technique d'analyse utilisée pour l'identification des groupements fonctionnels qui apparaissent sous forme de bande d'absorption. L'appareil utilisé est un spectrophotomètre de type BRUKER invenio R, piloté par un ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution de 4 cm^{-1} dans l'intervalle $400\text{-}4000 \text{ cm}^{-1}$ avec un nombre de scans de 32. L'analyse est réalisée sur les films composites et sur l'extrait de l'alginate de sodium.



Figure III.8 : Spectroscopie infrarouge à rayon X

III.5. Techniques d'Évaluation

Dans cette section, nous décrivons les essais mécaniques et physico-chimiques réalisés pour explorer les propriétés des matériaux étudiés.

III.5.1. Analyse Mécanique

Cette partie se concentre sur l'évaluation des performances structurelles et mécaniques des matériaux examinés, incluant les essais de traction et de dureté.

III.5.1.1 Essai de Résistance au Choc (Résilience Izod)

Cet essai évalue la ténacité d'un matériau face à un impact soudain et violent, en mesurant sa capacité à absorber l'énergie avant de se rompre. Nous utilisons l'appareil CEAST Resil Impactor pour réaliser ces essais selon la norme ISO 180 (méthode IZOD). L'appareil utilise un pendule de masse connue, dont la hauteur de chute est définie avec précision. L'éprouvette est fixée dans un support à l'extrémité du pendule.



Figure III.9 : Appareillage pour le calcul de la résilience selon l'essai IZOD

- **Principe du Test**

L'essai mesure l'énergie absorbée par une éprouvette lors de sa rupture sous impact. Une énergie cinétique définie est appliquée à l'éprouvette par le biais d'un impact à grande vitesse. L'énergie résiduelle après la rupture est mesurée et comparée à l'énergie initiale. La différence représente l'énergie absorbée par le matériau, indiquant sa ténacité.

- **Protocole Expérimental**

1. **Préparation des éprouvettes :** Découper des échantillons rectangulaires ($L = 100$ mm, $l = 12,7$ mm) d'une plaque de matériau de 3 mm d'épaisseur. Réaliser une entaille en V de 2,5 mm de profondeur au centre de chaque éprouvette.
2. **Mise en place du test :**
 - Fixer l'éprouvette dans le dispositif de test Izod, entaille en V face au pendule.
 - Ajuster la hauteur initiale du pendule.
 - Libérer le pendule pour qu'il frappe l'éprouvette.
 - Mesurer l'angle de recul du pendule après la rupture.
 - Calculer l'énergie absorbée par l'éprouvette.

La moyenne des valeurs de résilience obtenues sur trois essais identiques est calculée pour obtenir la résistance au choc du matériau.

III.5.1.2 Test de Dureté (Shore D)

Le test de dureté Shore D mesure la résistance à la déformation des matériaux plastiques durs. Il utilise un poinçon (généralement une bille en acier) enfoncé dans le matériau sous une charge standardisée, convertissant la profondeur de pénétration en une valeur de dureté.

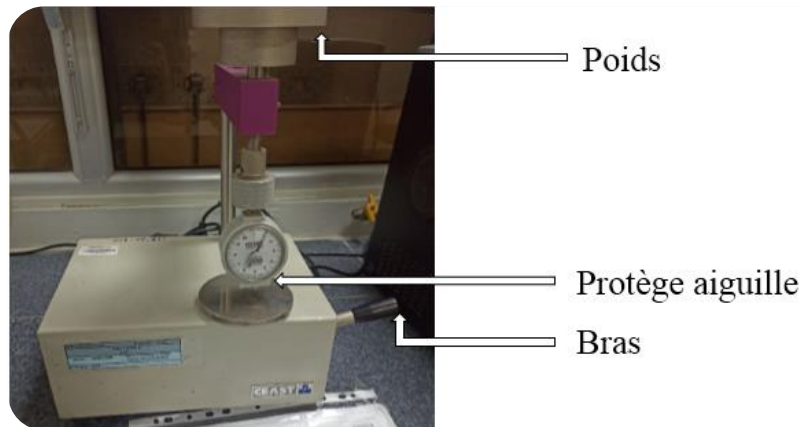


Figure III.10 : Appareillage de mesure de dureté Shore

- **Principe du Test**

Le poinçon est enfoncé dans un échantillon de plastique dur sous une force standardisée. La profondeur de pénétration est mesurée, une plus grande résistance indiquant une valeur de dureté Shore D plus élevée.

- **Protocole Expérimental**

1. **Préparation des éprouvettes** : Des plaques de 2 à 3 mm d'épaisseur.
2. **Mise en place du test** :
 - Placer les éprouvettes sous le poinçon d'un duromètre Shore D.
 - Appliquer une force constante jusqu'à enfoncement complet du poinçon.
 - Lire la valeur de dureté après stabilisation de l'aiguille.

Trois mesures sont effectuées sur chaque éprouvette, et la valeur de dureté Shore D est la moyenne des trois mesures.

III.5.1.3 Essai de Traction

Cet essai évalue la robustesse et la flexibilité d'un matériau en le soumettant à une force d'étirement croissante jusqu'à rupture, mesurant la résistance à la traction, la ductilité et le comportement face à la déformation.

- **Principe du Test**

En appliquant progressivement une force de traction à l'échantillon, on peut déterminer des propriétés mécaniques essentielles comme la résistance à la traction et le module d'élasticité.

- **Protocole Expérimental**

1. **Préparation des échantillons** : Utiliser des éprouvettes normalisées de 10 cm de long.
2. **Application de la force** : Fixer les éprouvettes aux mâchoires d'une machine de traction et appliquer une force croissante jusqu'à rupture.
3. **Enregistrement des données** : Mesurer la force appliquée et l'allongement de l'éprouvette en continu.

Calculs

A. Résistance à la traction (σ):

$$\sigma = \frac{F}{A} \dots (\text{Eq.3})$$

où :

(σ) est la résistance à la traction en pascals (Pa),

(F) est la force maximale supportée avant rupture en newtons (N),

(A) est la section transversale initiale de l'échantillon en mètres carrés (m²).

B. Allongement à la rupture (ε):

L'allongement à la rupture peut être calculé en utilisant l'équation suivante :

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{L_0} * 100(\%) \dots (\text{Eq.4})$$

où :

(ε) est l'allongement à la rupture en pourcentage (%),

(Δl) est l'augmentation de longueur avant rupture en mètres (m),

(L_0) est la longueur initiale de l'échantillon en mètres (m).



Figure III.11 : Test de traction

III.5.1.4 Test d'Épaisseur

Le test d'épaisseur mesure avec précision l'épaisseur des éprouvettes de biocomposite à l'aide d'un micromètre numérique (MITUTOYO Absolue model 543-252B DIGIMATIC, Japon) avec une résolution de 0,001 mm.

- **Principe du Test**

Utiliser une vis micrométrique pour déplacer une enclume vers l'objet à mesurer, déterminant avec exactitude l'épaisseur de l'objet.

- **Protocole Expérimental**

1. Nettoyer et sécher l'éprouvette ;
2. Placer l'éprouvette entre l'enclume et le cône du micromètre ;
3. Amener l'enclume en contact avec l'éprouvette ;
4. Lire la valeur de l'épaisseur sur l'échelle du micromètre.

Le test est répété trois fois à différents points de l'éprouvette pour calculer l'épaisseur moyenne.

III.5.1.5. Microscope optique

L'observation de la morphologie des films de biocomposites au microscope optique est une méthode couramment utilisée pour visualiser la structure et la forme et la dispersion dans la matrices des échantillons. Lors de l'observation au microscope optique, vous pouvez observer des caractéristiques telles que la forme des particules de la matrice, leur taille, leur arrangement et leur

distribution. L'amidon et la cellulose peuvent former des agrégats, des fibres, des films ou d'autres structures en fonction des conditions de préparation et des propriétés du matériau.



Figure III.12 : Microscope optique

III.5.2 Analyses physico-chimiques

L'insertion de renforts (amidon et cellulose) dans une résine polymère donne naissance à des biocomposites aux propriétés physiques prometteuses. Pour garantir leur performance et leur fiabilité, nous effectuons des tests physico-chimiques.

III.5.2.1 La densité

La densité d'un matériau est une mesure de sa masse par unité de volume, calculée en divisant la masse du matériau par son volume. Le test est réalisé à l'aide d'un pycnomètre, un appareil conçu pour mesurer le volume précis d'un liquide ou d'un solide.

- **Le principe du test**

Le test de densité à 25°C pour un biocomposite utilisant un pycnomètre repose sur la mesure précise de la masse et du volume. La densité est définie comme la masse d'un matériau par unité de volume. Dans ce test, le pycnomètre, un flacon calibré, permet de déterminer le volume du biocomposite en utilisant le déplacement de liquide. La densité est calculée en divisant la masse du biocomposite par le volume de liquide déplacé. Cette méthode permet de mesurer avec précision la densité du biocomposite à une température fixe de 25°C.

- **Le protocole expérimental**

Pour réaliser un test de densité, les étapes suivantes sont nécessaires :

1. **Préparation du pycnomètre** : Nettoyer et rincer le pycnomètre à l'eau distillée, puis le sécher. Peser le pycnomètre vide (m_0).
2. **Remplissage avec le biocomposite** : Remplir le pycnomètre sec avec une masse de 0,05g de biocomposite et peser l'ensemble (m_2).
3. **Ajout de liquide de remplissage** : Ajouter de l'eau jusqu'à un volume connu marqué sur le pycnomètre. Peser le pycnomètre avec le biocomposite et l'eau (m_3).
4. **Calcul de la densité** : La densité de l'échantillon est calculée selon l'équation suivante:

$$d = \frac{m_2}{(m_1+m_2)-m_3} * d(eau) \dots (Eq.6)$$

Où :

- (m_1) : La masse du pycnomètre remplie d'eau
- (m_2) : masse du pycnomètre avec l'échantillon
- (m_3) : masse du pycnomètre rempli d'eau avec l'échantillon
- $d(eau)$: La densité de l'eau à 25°C (0.997g/cm³)

III.5.2.2 Test de teneur en eau (ω)

La teneur en eau d'un biocomposite est la quantité d'eau présente dans sa structure, exprimée en pourcentage de la masse totale du matériau. Elle joue un rôle crucial dans les propriétés physiques et mécaniques du matériau.

- **Le principe du test**

La méthode de mesure la plus courante pour la teneur en eau des biocomposites est la gravimétrie. Cette méthode consiste à mesurer la perte de masse d'un échantillon de biocomposite après séchage dans des conditions contrôlées.

- **Le protocole expérimental**

Pour réaliser un test de teneur en eau, les étapes suivantes sont nécessaires :

1. **Pesage initial** : Peser un échantillon de biocomposite avec précision.

2. **Séchage** : Placer l'échantillon dans une étuve à vide et le sécher à une température et une humidité constantes pendant une durée déterminée.
3. **Pesage final** : Retirer l'échantillon de l'étuve, le laisser refroidir à température ambiante, puis le peser à nouveau.
4. **Calcul de la teneur en eau (ω)**

$$\omega = \frac{(M_i - M_f)}{M_i} * 100(\%) \dots (\text{Eq.2})$$

où:

- M_i est la masse initiale de l'échantillon
- M_f est la masse finale de l'échantillon

III.5.2.3 Test de solubilité dans l'eau (S)

Le test de solubilité dans l'eau permet de déterminer la quantité de matière d'un biocomposite qui se dissout dans l'eau. Ce test évalue la résistance des biocomposites à la dégradation dans un environnement aqueux.

- **Protocole expérimental**

Pour réaliser un test de solubilité dans l'eau, les étapes suivantes sont nécessaires :

1. **Préparation des échantillons** : Découper les échantillons de biocomposite en carrés de 1 cm × 1 cm.
2. **Séchage des échantillons** : Sécher les échantillons à 105°C pendant 24 heures dans une étuve à vide pour obtenir leur poids sec initial (m_i).
3. **Immersion des échantillons** : Immerger les échantillons séchés dans des tubes contenant 10 ml d'eau distillée.
4. **Agitation des échantillons** : Placer les tubes dans un agitateur mécanique et les agiter pendant 24 heures à une température constante de 25°C.
5. **Séchage final des échantillons** : Retirer les échantillons des tubes, les sécher à nouveau dans l'étuve jusqu'à un poids constant (poids sec final, m_f).
6. **Calcul de la masse soluble (S)** :

$$s = \left(\frac{m_i * (1 - \omega) - m_f}{m_i * (1 - \omega)} \right) * 100(\%) \dots (\text{Eq.3})$$

Ou:

- S: Masse soluble dans l'eau (%)
- ω : Teneur en eau des échantillons (déterminée au préalable)
- m_i : Poids initial sec des échantillons
- m_f : Poids sec final des échantillons

III.5.2.4 Test d'absorption en eau

Le test d'absorption d'eau mesure la quantité d'eau qu'un biocomposite peut absorber et retenir dans sa structure. Cette expérience évalue la capacité des biocomposites à absorber l'eau dans des conditions environnementales contrôlées.

- **Le principe du test**

Cette expérience permet de déterminer la stabilité et les propriétés mécaniques des biocomposites dans des environnements humides.

- **Protocole expérimental**

Pour réaliser un test d'absorption en eau, les étapes suivantes sont nécessaires :

1. **Préparation des échantillons** : Découper des films de biocomposites en carrés de 1 cm² pour assurer une surface d'exposition uniforme.
2. **Préparation des solutions** : Remplir des pots stériles avec 10 ml d'eau distillée par pot.
3. **Immersion des échantillons** : Introduire les films découpés dans les pots contenant les solutions respectives. Fermer hermétiquement les pots.
4. **Suivi de l'absorption d'eau** : Placer les pots dans un environnement à température ambiante contrôlée.
5. **Pesée des échantillons** : Peser les films à intervalles réguliers (tous les 3 jours) pendant un mois pour quantifier l'absorption d'eau.

Afin de garantir la fiabilité des mesures, le test est effectué trois fois pour chaque film de biocomposite (PEHD+A), (PEHD+C) et (PEHD+A+C), afin de calculer une moyenne représentative.

III.6. Les Tests de biodégradation

La biodégradation est le processus par lequel des matériaux organiques se décomposent et se transforment en substances plus simples et naturelles sous l'influence de facteurs tels que

la chaleur, l'humidité et la lumière. Ce processus conduit à la décomposition des matériaux organiques en composés plus simples comme l'eau, le dioxyde de carbone et divers sels minéraux.

III.6.1. La photo-dégradation par UV

La photo-dégradation est la dégradation des matériaux sous l'action des rayonnements ultraviolets (UV), en particulier ceux ayant une longueur d'onde de 254 nanomètres.

- **Principe du test**

La photo-dégradation repose sur la réaction chimique de certains matériaux exposés aux rayonnements UV. Ces rayonnements perturbent les liaisons moléculaires, provoquant des changements physiques et chimiques tels que la fissuration, la décoloration ou la fragmentation.

- **Protocole expérimental**

1. **Préparation des échantillons** : Des éprouvettes rectangulaires de taille définie sont mesurées et pesées.
2. **Installation dans la chambre noire** : Les éprouvettes sont placées dans la chambre noire pour une exposition uniforme aux UV (254 nm).
3. **Exposition aux UV** : Les lampes UV sont activées pour exposer les échantillons pendant 9 jours consécutifs.
4. **Suivi de la dégradation** : Les éprouvettes sont mesurées tous les 3 jours pour évaluer les changements physiques (dimensions et poids).

III.6.2. La dégradation thermique

Le test de biodégradation thermique évalue la résistance d'un biocomposite à la dégradation sous l'effet de la chaleur, utilisant une étuve universelle à convection naturelle pour simuler des conditions thermiques contrôlées.

- **Principe du test**

Le matériau composite est exposé à des températures élevées dans une étuve. Les échantillons sont surveillés pour détecter tout changement physique, chimique ou structurel, comme la perte de poids, les modifications de dimensions ou la dégradation visible.

- **Protocole expérimental**

1. **Préparation des échantillons** : Des éprouvettes rectangulaires sont mesurées et pesées.
2. **Installation dans l'étuve** : Les échantillons sont placés uniformément sur les étagères de l'étuve, sans se toucher.
3. **Réglage des conditions expérimentales** : La température de l'étuve est réglée pour chaque test (80°C, 100°C, 120°C) pour une durée de 9 jours.
4. **Suivi des échantillons** : Les échantillons sont surveillés régulièrement et mesurés tous les 3 jours pour détecter tout changement physique ou structurel.

III.7. Conclusion

Les méthodes utilisées dans ce chapitre ont permis d'évaluer de manière approfondie les propriétés physico-chimiques et la biodégradabilité des biocomposites. Les tests de densité, teneur en eau, solubilité et absorption d'eau ont fourni des informations précises sur les caractéristiques physiques des matériaux. Les essais de photo-dégradation par UV et de dégradation thermique ont fourni des informations précieuses sur leur stabilité environnementale. Ces méthodes combinées ont démontré l'efficacité et la fiabilité des techniques utilisées pour caractériser et tester la performance des biocomposites.

Chapitre IV

IV.1. Introduction

Ce chapitre se focalise sur l'analyse des propriétés mécaniques, de la biodégradation thermique, et de l'absorption d'eau des biocomposites à base de polyéthylène haute densité (PEHD), cellulose et amidon. Ces matériaux hybrides combinent les avantages structurels du PEHD avec les caractéristiques renforçantes de la cellulose et les propriétés biodégradables de l'amidon. L'objectif est d'évaluer comment l'incorporation de ces biopolymères affecte la résistance mécanique, la stabilité thermique et la réactivité à l'humidité des composites, avec des implications directes pour diverses applications industrielles et environnementales.

IV.2. Spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier (IRTF)

Les spectres infrarouges (IR) des échantillons analysés révèlent la composition des différents mélanges à base de polyéthylène haute densité (PEHD). Pour l'échantillon P+C (PEHD + Cellulose), les bandes caractéristiques du PEHD apparaissent entre 2800-3000 cm^{-1} (vibrations d'étirement C-H), à 1460 et 1470 cm^{-1} (déformations CH_2) et à 720 cm^{-1} (déformation de wagging CH_2). La présence de la cellulose se manifeste par des bandes spécifiques supplémentaires, bien que la large bande autour de 3400-3500 cm^{-1} , typique de la vibration d'étirement O-H, soit absente. Pour le spectre de P+A (PEHD + Amidon), les bandes du PEHD sont bien présentes, accompagnées de bandes caractéristiques de l'amidon. En particulier, la bande à 1640 cm^{-1} indique l'eau liée (H-O-H bending) dans l'amidon, et les bandes entre 1150 et 1050 cm^{-1} correspondent aux vibrations des liaisons glycosidiques et C-OH. Dans le spectre de P+A+C (PEHD + Amidon + Cellulose), les bandes du PEHD sont également observées, avec des bandes additionnelles indiquant la présence des deux additifs. La bande à 1640 cm^{-1} (H-O-H bending) et celles entre 1150 et 1050 cm^{-1} (liaisons glycosidiques et C-OH) confirment la présence de l'amidon. Ainsi, chaque spectre met en évidence les bandes caractéristiques du PEHD et les contributions spécifiques de la cellulose et de l'amidon, permettant de confirmer la composition de chaque mélange.

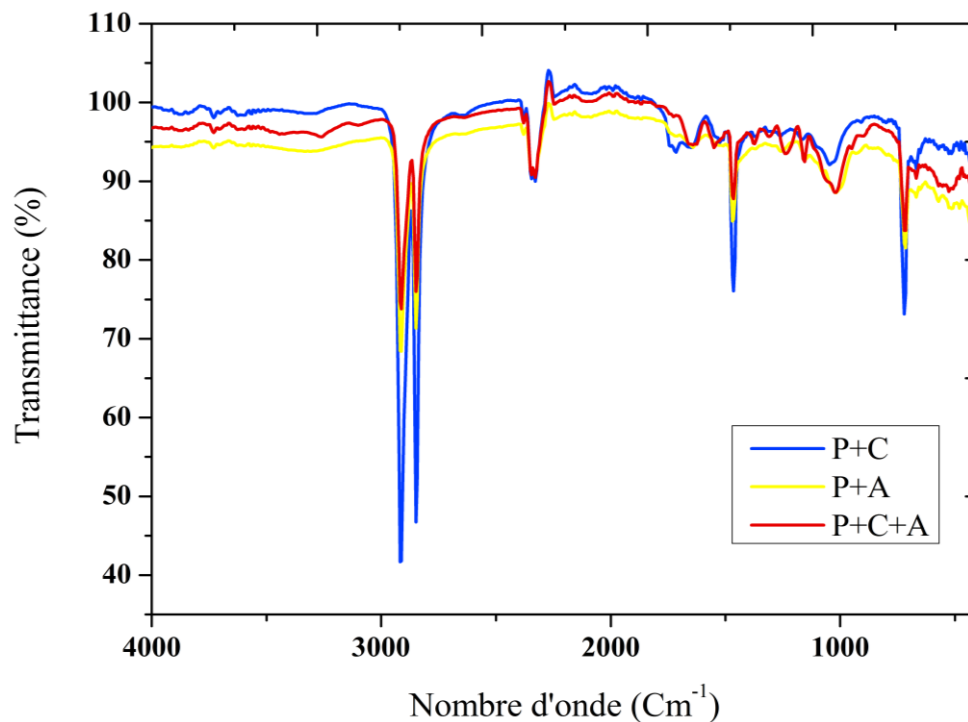


Figure IV.1 : Spectre infrarouges des différents biocomposites

IV.3. Analyse des propriétés mécaniques

Dans cette section, nous analysons les propriétés mécaniques des composites de polyéthylène haute densité (PEHD) renforcés par la cellulose et l'amidon. Les tests effectués incluent la résistance à l'impact (Choc Izod), la dureté, l'épaisseur, ainsi que les propriétés de traction et d'élongation. Les résultats obtenus permettent de comparer les performances des différentes combinaisons de ces matériaux et d'évaluer l'effet de chaque biopolymère sur les caractéristiques mécaniques du composite. Les tableaux et les descriptions qui suivent présentent les données clés et les observations dérivées de ces tests, mettant en lumière les avantages potentiels de l'incorporation de la cellulose et de l'amidon dans les composites à base de PEHD.

Tableau IV.1 : Analyse des propriétés mécaniques des biocomposite

Test	P + C	P + A	P + C + A
Choc (Izod) (J)	$0,091 \pm 0,019$	$0,080 \pm 0,024$	$0,085 \pm 0,009$
Dureté (%)	$44,667 \pm 0,577$	$41,333 \pm 0,577$	$47,333 \pm 0,577$
Épaisseur (mm)	$3,11 \pm 0,007$	$3,00 \pm 0,003$	$3,02 \pm 0,004$

IV.3.1. Résistance à l'impact (Choc Izod)

Les résultats des tests de résistance à l'impact (Choc Izod) montrent des différences significatives entre les différents composites étudiés. Le composite PEHD-cellulose (P+C) se distingue par la meilleure résistance à l'impact, atteignant $0,091 \pm 0,019$ J, ce qui représente une augmentation de 13,75 % par rapport au composite PEHD-amidon (P+A). Le composite PEHD-cellulose-amidon (P+C+A) présente une résistance à l'impact intermédiaire de $0,085 \pm 0,009$ J, suggérant un effet synergique limité entre les deux biopolymères. Ces résultats indiquent que la cellulose renforce significativement la résistance à l'impact du PEHD, tandis que l'amidon seul a un effet moins important.

I.3.2. Dureté

Le composite P+C+A affiche la dureté la plus élevée ($47,333 \pm 0,577\%$), surpassant les composites P+C ($44,667 \pm 0,577\%$) et P+A ($41,333 \pm 0,577\%$) de 6,12% et 14,54%, respectivement. L'association de la cellulose et de l'amidon dans P+C+A semble conférer une rigidité accrue au matériau, ce qui pourrait être bénéfique pour des applications exigeant une solidité accrue.

IV.3.3. Épaisseur

Les épaisseurs des composites varient légèrement entre 3,00 mm et 3,11 mm, indiquant un effet négligeable de la composition sur la dimension du matériau. Cette similitude d'épaisseur permet une comparaison directe des propriétés mécaniques entre les différents composites sans l'influence d'une variable supplémentaire et confirme la bonne élaboration des éprouvettes dans le moule lors de la compression, garantissant une fabrication homogène.

IV.3.4. Traction et élongation

Les résultats des tests de traction (TS) et d'élongation (E) pour les différentes combinaisons de ces matériaux sont résumés dans le tableau ci-dessous :

Tableau IV.2 : Étude des propriétés de traction et d'Élongation des matériaux composites

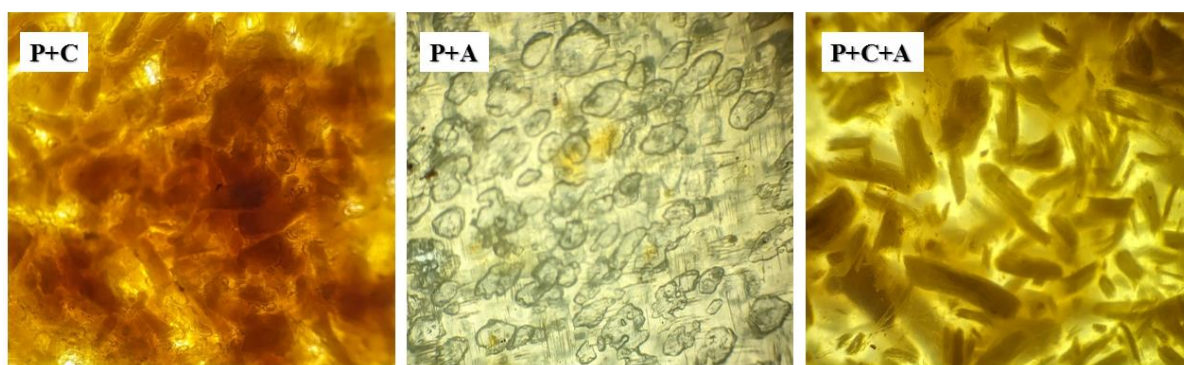
Matériau	TS (MPa)	E (%)
P + C	62,031 ± 0,255	98,220 ± 0,045
P + A	72,215 ± 0,367	98,214 ± 0,060
P + A + C	62,753 ± 0,167	98,187 ± 0,092

La combinaison de PEHD et d'amidon (P + A) présente la plus haute résistance à la traction avec une valeur de $72,215 \pm 0,367$ MPa. Cela suggère que l'intégration d'amidon renforce considérablement la résistance mécanique du PEHD. Les combinaisons de PEHD et de cellulose (P + C) ainsi que de PEHD avec amidon et cellulose (P + A + C) montrent des résistances similaires, avec $62,031 \pm 0,255$ MPa et $62,753 \pm 0,167$ MPa respectivement. Ces valeurs indiquent que l'ajout de cellulose n'améliore pas la résistance à la traction autant que l'amidon.

Les valeurs d'élongation sont très similaires pour toutes les combinaisons, autour de 98,2%. Cela indique que l'ajout de cellulose et/ou d'amidon n'affecte pas significativement la flexibilité du matériau composite. Les variations minimales dans les valeurs d'élongation ($\pm 0,045$ à $\pm 0,092$) suggèrent une homogénéité dans les performances élastiques des différents mélanges.

IV.4. Analyse morphologique au microscope optique

Dans le cadre de l'analyse des films de biocomposites au microscope optique, trois échantillons ont été examinés.

**Figure IV.2 :** Images microscopique des différents film de biocomposites étudiés

Le premier film, composé de 70% de PEHD et de 30% de cellulose (P+C), présente une structure relativement homogène avec des inclusions sombres dispersées dans la matrice. Cette homogénéité et la présence d'inclusions distinctes suggèrent une bonne dispersion de la cellulose dans la matrice polymérique.

Le deuxième film, constitué de 70% de PEHD et de 30% d'amidon (P+A), montre des structures circulaires claires dispersées de manière inégale. Cette apparence granuleuse est caractéristique de l'amidon, qui forme des granules distincts lorsqu'il est incorporé dans une matrice polymérique, indiquant une dispersion hétérogène de l'amidon.

Enfin, le troisième film, composé de 70% de PEHD, 15% d'amidon et 15% de cellulose (P+C+A), révèle une matrice avec des structures allongées et uniformément dispersées. Les inclusions allongées typiques de la cellulose, combinées à une matrice homogène, suggèrent la présence simultanée de cellulose et d'amidon, offrant une structure complexe et bien intégrée.

Le film composé de 70% de PEHD, 15% d'amidon et 15% de cellulose semble être le plus équilibré, combinant les avantages de rigidité et de résistance de la cellulose avec les propriétés biodégradables de l'amidon, tout en maintenant une dispersion relativement bonne des deux composants. Ce film pourrait offrir une bonne combinaison de durabilité et de dégradabilité, le rendant potentiellement le plus polyvalent pour diverses applications.

IV.5. Analyses physico-chimiques

En ce qui concerne les analyses physico-chimiques, des trois échantillons de films de biocomposites examinés pour leur teneur en humidité, leur solubilité et leur densité. Les résultats obtenus sont détaillé dans le tableau suivant :

Tableau IV.3 : Analyse des propriétés physico-chimiques des biocomposites

Test	P + C	P + A	P + C + A
Teneur en humidité (J)	2,28 ± 0,199	3,56 ± 0,196	1,42 ± 0,544
Solubilité (%)	99,66 ± 0,312	100,07 ± 0,042	99,78 ± 0,183
Densité (g/cm ³)	0,996 ± 0,026	0,945 ± 0,04	0,986 ± 0,041

IV.5.1. Teneur en Humidité

Les films composés de PEHD et de cellulose (P+C) présentent une teneur en humidité mesurée à 2,28% avec une incertitude de $\pm 0,199$, révélant une absorption modérée d'humidité. Cette absorption est principalement attribuée à la cellulose, composant hydrophile qui, bien que capable d'absorber l'eau, le fait de manière limitée en raison de la présence de la matrice de PEHD. En revanche, le film composé de PEHD et d'amidon (P+A) affiche une teneur en humidité plus élevée de $3,56\% \pm 0,196$. Cette augmentation significative est expliquée par l'amidon, très hydrophile, qui absorbe davantage d'eau que la cellulose. Le film composé de PEHD, d'amidon et de cellulose (P+C+A) présente la teneur en humidité la plus faible à $1,42\% \pm 0,544$, bien que son incertitude plus élevée suggère une possible distribution non uniforme des composants hydrophiles au sein de la matrice polymérique.

IV.5.2. Solubilité

Le film P+C montre une solubilité de 99,66%, avec une incertitude de $\pm 0,312$. Cela indique que presque toute la masse initiale du film reste après immersion dans l'eau, confirmant l'insolubilité du PEHD et une faible contribution de la cellulose à la solubilité. Le film P+A présente une solubilité légèrement supérieure à 100%, avec une très faible incertitude de $\pm 0,042$. Cette légère anomalie pourrait être due à une absorption minimale d'eau par l'amidon, mais elle confirme également l'insolubilité globale du PEHD. Le film P+C+A montre une solubilité de 99,78%. Cela est cohérent avec les propriétés des autres films, démontrant une insolubilité générale avec une légère variabilité due aux additifs.

IV.5.3. Densité

La densité du film composé de PEHD et de cellulose (P+C) est de $0,996 \text{ g/cm}^3$, avec une faible incertitude de $\pm 0,026$. Cette densité, très proche de celle du PEHD pur, indique que l'ajout de cellulose n'a pas d'impact significatif sur la densité globale du film. En revanche, le film composé de PEHD et d'amidon (P+A) présente une densité de $0,945 \text{ g/cm}^3$, avec une incertitude de $\pm 0,04$. Cette densité plus faible par rapport au PEHD pur s'explique par l'ajout d'amidon, dont la densité est inférieure à celle du PEHD. Enfin, le film composé de PEHD, d'amidon et de cellulose (P+C+A) a une densité de $0,986 \text{ g/cm}^3$, avec une incertitude de $\pm 0,041$. Cette densité intermédiaire reflète l'effet combiné de l'amidon et de la cellulose, où l'ajout de

cellulose tend à augmenter légèrement la densité réduite par l'amidon. Ces résultats soulignent l'importance des composants ajoutés dans la modification des propriétés physiques du PEHD.

IV.6. Test de biodégradation

L'étude de la biodégradation des biocomposites est essentielle pour évaluer leur impact environnemental et leur performance. Cette section examine la dégradation thermique, l'exposition aux rayons UV et l'absorption en eau, fournissant des informations clés sur la durabilité et la stabilité des matériaux dans diverses conditions.

IV.6.1. Test de dégradation thermique

Les résultats des tests de dégradation thermique des biocomposites composés de PEHD (P), cellulose (C), et amidon (A) ont été obtenus en mesurant la masse initiale des échantillons, puis après des expositions de 3, 6 et 9 jours à des températures de 80°C, 100°C et 120°C.

Tableau IV.4 : Évaluation de la dégradation thermique des biocomposites

Température (°C)	Jour	P+C (g)	P+A+C (g)	P+A (g)
80	0	1.87 ± 0.145	2.01 ± 0.2	1.99 ± 0.198
	3	1.85 ± 0.195	1.85 ± 0.168	1.99 ± 0.198
	6	1.81 ± 0.223	1.81 ± 0.178	1.98 ± 0.195
	9	1.70 ± 0.265	1.70 ± 0.149	1.97 ± 0.192
100	0	1.91 ± 0.197	2.04 ± 0.248	1.86 ± 0.165
	3	1.90 ± 0.189	1.90 ± 0.199	1.86 ± 0.165
	6	1.88 ± 0.154	1.88 ± 0.156	1.85 ± 0.161
	9	1.83 ± 0.176	1.86 ± 0.54	1.81 ± 0.155
120	0	1.77 ± 0.184	1.92 ± 0.189	1.98 ± 0.189
	3	1.75 ± 0.143	1.80 ± 0.146	1.97 ± 0.197
	6	1.75 ± 0.143	1.75 ± 0.164	1.97 ± 0.197
	9	1.69 ± 0.126	1.69 ± 0.166	1.94 ± 0.195

○ PEHD + Cellulose (P+C)

À 80°C, la masse du biocomposite PEHD + Cellulose diminue de 1.87g à 1.70g, ce qui correspond à une réduction de 9.1%. Cette dégradation significative est due à la sensibilité de la cellulose à cette température, où la chaleur entraîne une perte de masse notable. À 100°C, la

dégradation est plus modérée, avec une réduction de la masse de 1.91g à 1.83g, soit une diminution de 4.2%. Cela indique que bien que la cellulose continue de se dégrader, le taux de perte de masse est réduit par rapport à 80°C. À 120°C, la masse diminue de 1.77g à 1.69g, représentant une réduction de 4.5%, similaire à celle observée à 100°C. Cette constance dans la dégradation à haute température suggère une certaine uniformité dans la perte de masse de la cellulose lorsqu'elle est exposée à des températures élevées.

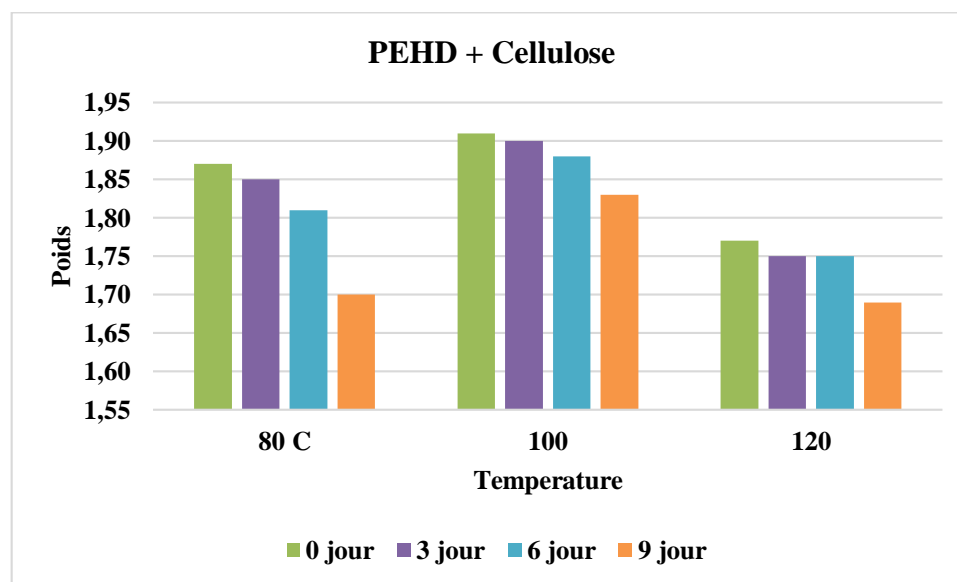


Figure IV.3 : Variation de masse du PEHD + Cellulose lors de la dégradation thermique

○ **PEHD + Amidon + Cellulose (P+A+C)**

Pour le biocomposite PEHD + Amidon + Cellulose, la dégradation est particulièrement prononcée à 80°C, avec une réduction de la masse de 2.01g à 1.70g, soit une diminution de 15.4%. Cela suggère une synergie entre l'amidon et la cellulose qui accélère la dégradation thermique, rendant cette combinaison très sensible à cette température. À 100°C, la masse diminue de 2.04g à 1.86g, soit une réduction de 8.8%, confirmant la sensibilité de cette combinaison à la chaleur, mais à un taux inférieur à celui observé à 80°C. À 120°C, la masse passe de 1.92g à 1.69g, soit une diminution de 12.0%, indiquant une dégradation notable à haute température. Cela montre que l'effet synergique de l'amidon et de la cellulose continue d'accélérer la dégradation, bien que de manière moins extrême qu'à 80°C.

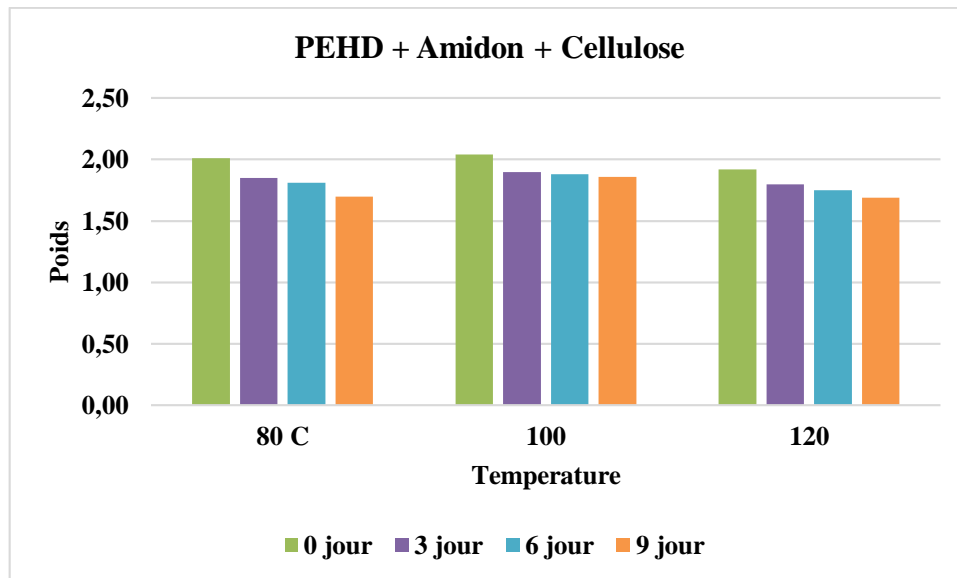


Figure IV.4 : Variation de masse du PEHD + Cellulose + Amidon lors de la dégradation thermique

○ **PEHD + Amidon (P+A)**

Le biocomposite PEHD + Amidon présente une dégradation minimale à 80°C, avec une réduction de la masse de 1.99g à 1.97g, soit une perte de 1.0%. Cela indique une résistance relative à la dégradation thermique à cette température. À 100°C, la masse diminue de 1.86g à 1.81g, soit une réduction de 2.7%, montrant une légère augmentation de la dégradation. À 120°C, la masse passe de 1.98g à 1.94g, soit une diminution de 2.0%, indiquant une certaine stabilité à haute température. Cette stabilité relative montre que l'amidon seul dans le PEHD contribue à une meilleure résistance thermique par rapport aux combinaisons avec la cellulose.

Ces résultats suggèrent que l'ajout de cellulose augmente la sensibilité thermique, tandis que l'amidon seul offre une meilleure résistance, influençant ainsi le choix de la composition des biocomposites en fonction des exigences de stabilité thermique pour des applications spécifiques.

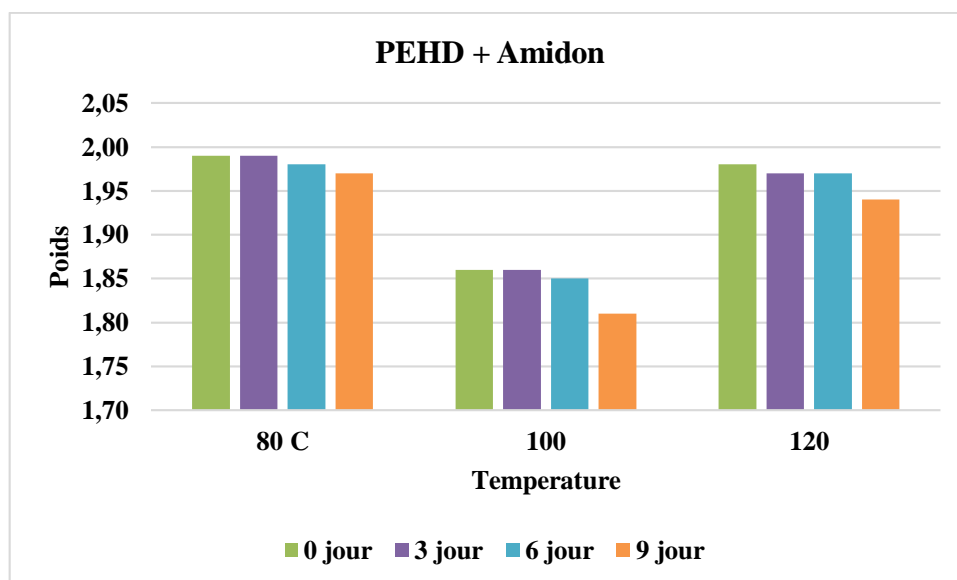


Figure IV.5 : Variation de masse du PEHD + Amidon lors de la dégradation thermique

IV.6.2. Test de dégradation par rayons UV

Le test de dégradation par rayons UV évalue la stabilité des biocomposites composés de PEHD (P), cellulose (C) et amidon (A) lorsqu'ils sont exposés aux UV. En mesurant les variations de masse des échantillons, ce test fournit des indications sur leur résistance aux dégradations photochimiques, cruciales pour les applications extérieures.

Tableau IV.5 : Évaluation de la dégradation des biocomposites sous rayon UV

Temps (jours)	P+C (g)	P+A (g)	P+A+C (g)
0	1,673±0.124	1,969±0.228	1,988±0.225
3	1,676±0.125	1,972±0.229	1,991±0.201
6	1,681±0.134	2,033±0.234	1,998±0.225
9	1,693±0.136	2,043±0.245	1,998±0.225

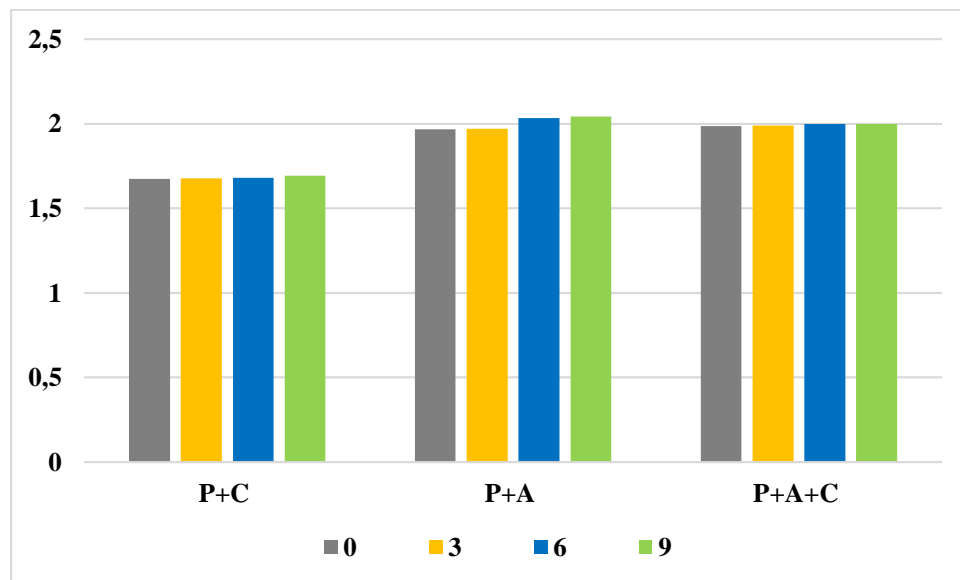


Figure IV.6 : Variation de masse des biocomposites lors de la dégradation par rayon UV

Les tests de dégradation aux rayons UV ont mis en évidence une augmentation de la masse des biocomposites étudiés. Pour le composite PEHD + Cellulose (P+C), la masse est passée de 1,673 g à 1,693 g après 9 jours, ce qui représente une augmentation de 1,2%. Cette légère augmentation pourrait résulter de l'absorption de photons UV par les films, entraînant des réactions chimiques ou une absorption d'humidité par la cellulose. Le composite PEHD + Amidon (P+A) a montré une augmentation plus significative de la masse, passant de 1,969 g à 2,043 g, soit une augmentation de 3,8% sur la même période. Cela suggère que l'amidon, en absorbant probablement davantage de photons UV, a une tendance accrue à réagir chimiquement ou à absorber de l'humidité sous exposition aux UV.

Quant au composite PEHD + Amidon + Cellulose (P+A+C), une légère augmentation de la masse a été observée, passant de 1,988 g à 1,998 g en 9 jours, ce qui correspond à une augmentation de 0,5%. Cette faible variation indique que la combinaison d'amidon et de cellulose semble relativement stable sous exposition aux UV, avec des interactions minimales observées malgré l'absorption possible de photons UV.

IV.6.3. Test d'absorption en eau

Le test d'absorption en eau mesure la capacité des biocomposites à absorber et à retenir l'eau sur une période donnée. En analysant les changements de masse des biocomposites P+A, P+C et P+A+C, ce test évalue leur stabilité dimensionnelle et leur performance en conditions humides, informations essentielles pour améliorer leur résistance à l'humidité.

Tableau IV.6 : Test d'absorption en eau des biocomposites

Temps (jours)	P+A (g)	P+C (g)	P+A+C(g)
0	0,0651±0.012	0,0628±0.011	0,0628±0.011
3	0,0571±0.01	0,0558±0.01	0,0560±0.01
6	0,0204±0.008	0,0200±0.007	0,0201±0.007
9	0,0185±0.006	0,0189±0.006	0,0191±0.006

Les résultats des tests d'absorption en eau montrent des variations de masse significatives pour les trois composites étudiés : P+A (PEHD + Amidon), P+C (PEHD + Cellulose), et P+A+C (PEHD + Amidon + Cellulose). Au cours des 9 jours de test, le composite P+A présente une diminution progressive de masse, passant de 0,0651 à 0,0185, indiquant une capacité à perdre de l'eau au fil du temps. De manière similaire, le composite P+C montre une diminution de masse de 0,0628 à 0,0189 sur la même période. Le composite P+A+C suit également cette tendance avec une masse passant de 0,0628 à 0,0191. Ces résultats suggèrent que tous les composites sont capables d'absorber de l'eau mais perdent également de l'eau au cours du test, ce qui est crucial pour évaluer leur stabilité dimensionnelle et leur réaction à l'humidité. La différence de variations de masse entre les composites peut refléter les interactions spécifiques entre les polymères et les charges ajoutées (amidon, cellulose), influençant ainsi leur comportement d'absorption et de perte d'eau dans des conditions environnementales simulées.

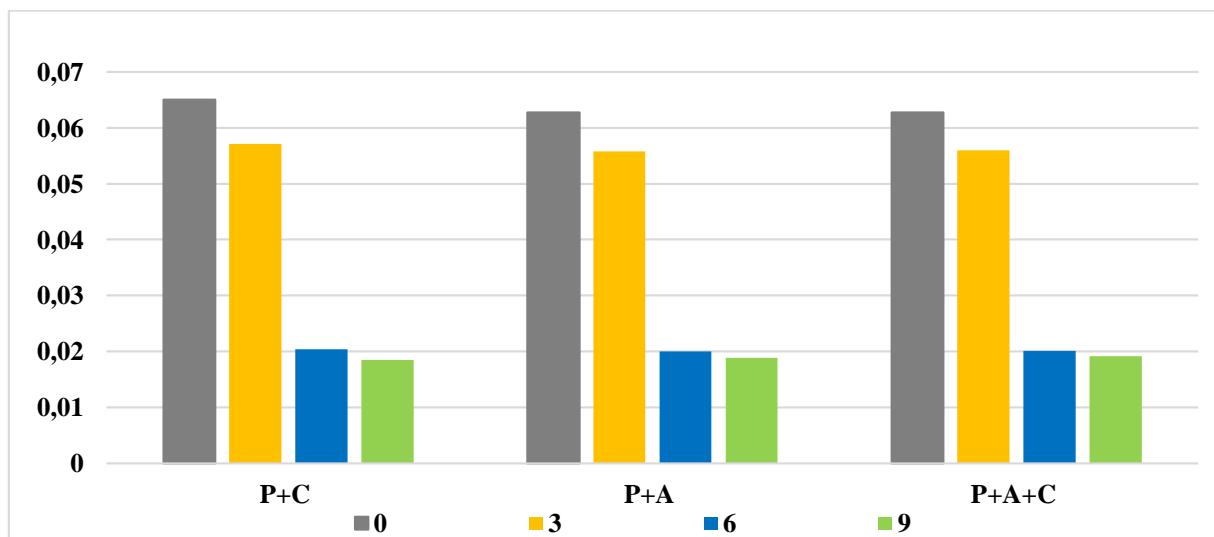


Figure IV.7 : Variation de masse des biocomposites lors de la dégradation par absorption d'eau

IV.7. Conclusion

En conclusion, l'analyse approfondie des propriétés mécaniques des biocomposites PEHD-cellulose, PEHD-amidon, et PEHD-cellulose-amidon révèle des résultats significatifs. La cellulose améliore la résistance à l'impact du PEHD, tandis que l'amidon renforce sa résistance à la traction. Le composite PEHD-cellulose-amidon montre des performances intermédiaires, indiquant une possible synergie entre les deux additifs. Par ailleurs, les tests de biodégradation montrent que la cellulose et l'amidon influencent la dégradation thermique des composites de manière différente, avec des implications importantes pour leur durabilité environnementale. Enfin, les variations d'absorption d'eau révèlent des comportements distincts des composites face à l'humidité, essentiels pour évaluer leur stabilité dimensionnelle. En combinant ces résultats, cette étude contribue à optimiser la formulation des biocomposites pour répondre aux exigences spécifiques des applications industrielles et environnementales modernes.

Conclusion générale

Conclusion générales

Conclusion générale

La quête de solutions durables dans le domaine des matériaux polymères a intensifié la recherche de substituts respectueux de l'environnement aux polymères fossiles conventionnels. Ce besoin crucial émerge de la nécessité de réduire l'empreinte carbone tout en maintenant, voire en améliorant, les performances techniques des matériaux. Les biocomposites à base de polyéthylène haute densité (PEHD) enrichis en cellulose, amidon, et leurs combinaisons, représentent une réponse prometteuse à cette problématique. Ces matériaux hybrides visent à combiner les propriétés avancées des polymères traditionnels avec les avantages environnementaux des matériaux biosourcés.

Cette étude sur les biocomposites PEHD-cellulose, PEHD-amidon et PEHD-cellulose-amidon a permis d'explorer leurs performances sous différentes conditions environnementales et mécaniques. Les analyses spectroscopiques ont confirmé la composition des mélanges et révélé des interactions spécifiques entre le PEHD et les additifs. Sur le plan mécanique, ces biocomposites ont présenté des propriétés distinctes telles que la résistance à l'impact, la dureté et la résistance à la traction, influencées par la présence de cellulose et d'amidon.

Les observations au microscope optique ont apporté des connaissances précieuses sur la dispersion et l'interaction des composants dans les matrices polymériques, soulignant l'importance d'une distribution homogène des charges pour optimiser les propriétés des matériaux. Les analyses physico-chimiques ont révélé des caractéristiques variées comme la teneur en humidité, la solubilité et la densité, influencées par la composition spécifique des biocomposites.

De plus, la sensibilité différentielle à la dégradation thermique et aux UV des composites contenant de l'amidon a été mise en évidence, soulignant l'impact significatif de cet additif sur la performance des matériaux dans des environnements spécifiques. Ces résultats soulignent l'importance cruciale de sélectionner judicieusement la composition des biocomposites en fonction des exigences spécifiques des applications visées.

En conclusion, cette étude offre une perspective approfondie sur les biocomposites étudiés, fournissant une base solide pour leur optimisation en vue d'applications industrielles et environnementales diversifiées. L'approche intégrée de cette recherche, combinant analyses

Conclusion générales

avancées et tests approfondis, offre des recommandations précieuses pour le développement de nouveaux matériaux à haute performance, durables et adaptés aux défis contemporains.

Perspectives

Perspectives

Les perspectives de cette étude se concentrent sur

1. Explorer davantage les combinaisons et proportions de PEHD, cellulose et amidon pour maximiser les propriétés mécaniques tout en minimisant l'impact environnemental.
2. Approfondir la compréhension des interactions intermoléculaires entre le PEHD et les additifs (cellulose, amidon) pour améliorer la compatibilité et renforcer les propriétés des matériaux composites.
3. Évaluer l'incorporation d'autres additifs biosourcés ou recyclés pour diversifier les propriétés des biocomposites, notamment la résistance aux UV et la stabilité thermique.
4. Développer des méthodes de fabrication innovantes pour garantir une dispersion optimale des charges et une homogénéité accrue des propriétés mécaniques dans les biocomposites.
5. Réaliser des études à long terme pour évaluer la durabilité des biocomposites dans des conditions réelles d'utilisation, y compris leur résistance à l'usure, à la corrosion et aux conditions environnementales variées.
6. Explorer de nouvelles applications potentielles pour les biocomposites dans des secteurs tels que l'automobile, l'emballage alimentaire, la construction et les dispositifs médicaux, en tenant compte des exigences spécifiques de chaque industrie.
7. Utiliser des techniques de caractérisation avancées telles que la microscopie électronique à balayage (MEB), la spectroscopie Raman, et la tomographie pour une analyse approfondie de la structure et des propriétés des biocomposites.
8. Développer des modèles et simulations numériques pour prédire le comportement mécanique et thermique des biocomposites, facilitant ainsi la conception de nouveaux matériaux avec des propriétés sur mesure.

Ces perspectives visent à enrichir les connaissances actuelles sur les biocomposites à base de PEHD, cellulose et amidon, ouvrant ainsi la voie à de nouvelles innovations dans le domaine des matériaux durables et respectueux de l'environnement.

*Références
bibliographique*

Référence bibliographique

Introduction générale

- [1] C. Badji, « Vieillissement de matériaux composites renforcés de fibres naturelles : étude de l'impact sur les propriétés d'aspect et sur les émissions dans l'air intérieur », phdthesis, Université de Pau et des pays de l'Adour, 2017. Consulté le: 15 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://hal.science/tel-01803436>
- [2] L. Soccalingame, « Étude des scénarios de fin de vie des biocomposites : vieillissement et retransformation de biocomposites PP/farine de bois et PLA/fibres de lin », phdthesis, Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc, 2014. Consulté le: 15 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-01401835>
- [3] M. Seghiri, « Etude d'un Matériau Composite à Base Polymère-Sable en Zone Aride », Thesis, 2020. Consulté le: 15 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: <http://dspace.univ-ouargla.dz/jspui/handle/123456789/23540>
- [4] F. Sabry, *Bioplastique: La vie en bioplastique est plus fantastique. S'agit-il de plastiques biosourcés ou biodégradables ? Est-ce une victoire ou une pure fiction ?* One Billion Knowledgeable, 2022.

Chapitre I

- [1] « Polymers from Fossil and Renewable Resources: Scientific and Technological Comparison of Plastic Properties | SpringerLink ». Consulté le: 5 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://link.springer.com/book/10.1007/978-3-319-94434-0>
- [2] S. Dutta, L. Wu, et M. Mascal, « Efficient, metal-free production of succinic acid by oxidation of biomass-derived levulinic acid with hydrogen peroxide », *Green Chem.*, vol. 17, n° 4, p. 2335-2338, avr. 2015, doi: 10.1039/C5GC00098J.
- [3] A. Boumaaza et R. Oubbiche, « Etude sur les Plastifiants Naturels (Huil de Ricin) Et synthétiques (Huil Naphténique) », Thesis, Université Kasdi Merbah Ouargla, 2022. Consulté le: 7 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <http://dspace.univ-ouargla.dz/jspui/handle/123456789/30213>
- [4] B. Alili, « Etude expérimentale de comportement mécanique de PMMA à l'état vierge et après vieillissement thermique accéléré », Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 2015.

Référence bibliographique

Consulté le: 7 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur:
<https://dspace.ummto.dz/handle/ummto/9220>

[5] A. Mechri, « ETUDE DE LA DEGRADATION D'UN POLYMERE À BASE DE PEbd DANS UNE RÉGION ARIDE », Thesis, Université Ibn Khaldoun -Tiaret-, 2019. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <http://dspace.univ-tiaret.dz:80/handle/123456789/533>

[6] G. Giguère, « Modification d'acides biliaires à l'aide de polymères pour en moduler les propriétés d'agrégation », mai 2010, Consulté le: 15 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://papyrus.bib.umontreal.ca/xmlui/handle/1866/3902>

[7] D. Sboui, « Développement et évaluation d'un micro-biocapteur électrochimique pour l'immuno-détection en temps réel de Legionella pneumophila dans les échantillons environnementaux », phdthesis, Université de Lyon ; Université de Monastir (Tunisie), 2016. Consulté le: 12 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-01801458>

[8] C. Aubineau et R. Audebert, *Les polymères organiques*. FeniXX, 1974.

[9] A. Gasnier, « Le cyclame, une plateforme modulaire pour la conception de polymères de coordination : de la molécule "switch" au matériau moléculaire dynamique. », phdthesis, Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2008. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-00366049>

[10] G. Lefebvre, P. Teyssié, P. Teyssié, et L. Sajus, *Catalyse par complexes de coordination*. Editions TECHNIP, 1972.

[11] C. Chassanieux, H. Lefebvre, et S. Pascual, *L'indispensable en Polymères*. Editions Bréal.

[12] P. Weiss, « Société Francophone de Biomatériaux Dentaires ».

[13] *De la macromolécule au matériau polymère. Synthèse et propriétés des chaînes* - Jean-Louis Halary, Françoise Lauprêtre. Consulté le: 12 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.decitre.fr/livres/de-la-macromolecule-au-materiau-polymere-9782701134222.html>

[14] A. Hadrich, « Nouveaux hydrogels à base de polysaccharide obtenus par voie biomimétique ou par photoréticulation. », phdthesis, Normandie Université, 2019. Consulté le: 12 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-02272694>

Référence bibliographique

- [15] S. C. Halima, « SYNTHÈSE D'AMMONIUMS QUATERNAIRES À PARTIR DE DIALKYL AMINO ÉTHYL MÉTHACRYLATE ET POLYMERISATION. CARACTÉRISATIONS SPECTROSCOPIQUES ET BIOLOGIQUE. », 2009. doi: 10.13140/RG.2.2.27577.90720.
- [16] Y. Bechikhi et M. M. Bouziane, « Étude du comportement d'un polymère thermoplastique chargé par des particules non-organique », Thesis, Université Djillali Liabès de Sidi Bel Abbès, 2022. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <http://rdoc.univ-sba.dz:8080/jspui/handle/123456789/3743>
- [17] N. Befort, « Pour une mésoéconomie de l'émergence d'une bioéconomie : représentations, patrimoines productifs collectifs et stratégies d'acteurs dans la régulation d'une chimie doublement verte », DOCTORAT, UNIVERSITE DE REIMS CHAMPAGNE-ARDENNE ECOLE DOCTORALE SCIENCES DE L'HOMME ET DE LA SOCIETE (555), 2016.
- [18] J. L. Gao, Y. H. Liu, et S. D. Wei, « Preparation and Properties of High-Density Polyethylene/Silica Composites », *Adv. Mater. Res.*, vol. 279, p. 115 - 119, 2011, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.279.115.
- [19] G. J. PhD, *Introduction à la nanotechnologie*. Gilad James Mystery School.
- [20] M. C. Chéron J. Farhi R., *Matières plastiques & adjuvants. Hygiène et sécurité*, 638^e éd. INRS, 2006.
- [21] object Object, « Procédé d'élaboration d'agromatériau composite naturel par extrusion biva et injection moulage de tourteau de tournesol », Consulté le: 14 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://core.ac.uk/reader/19937960>
- [22] A. Lepetit, « Elaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène », phdthesis, Université de Limoges ; Université du Québec à Trois-Rivières, 2017. Consulté le: 14 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-01662478>
- [23] N. Ladaci, « Effet du Vieillissement et Analyse des Mécanismes du Comportement Mécanique et Tribologique d'un PEHD. », Thesis, 2015. Consulté le: 14 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <http://dspace.univ-guelma.dz/jspui/handle/123456789/338>

Référence bibliographique

- [24] M. I. M. Habib, « Applications des méthodes de l'analyse thermique à l'étude du vieillissement des polymères », phdthesis, Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2013. Consulté le: 12 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-01544592>
- [25] L. Douminge, « Etude du comportement du polyéthylène haute densité sous irradiation ultraviolette ou sollicitation mécanique par spectroscopie de fluorescence », phdthesis, Université de La Rochelle, 2010. Consulté le: 15 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-00541017>
- [26] C. E. C. Jr, *Introduction to Polymer Chemistry*, 4^e éd. Boca Raton: CRC Press, 2017. doi: 10.1201/9781315369488.
- [27] Latifa et ALIMI, « COMPORTEMENT MECANIQUE ET RUPTURE DU HDPE SOUS ENVIRONNEMENTS CONTROLES », thesis, Université Badji Mokhtar de Annaba, 2007. Consulté le: 15 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://library.crti.dz/mg215>
- [28] X. Dreux, « Comportement viscoélastique à l'état fondu et structure d'acétates de cellulose plastifiés », phdthesis, Université de Lyon, 2019. Consulté le: 12 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-02457507>
- [29] P.-E. Bourban, *Matériaux composites à matrice organique: constituants, procédés, propriétés*. EPFL Press, 2004.
- [30] L. Scodellaro, « Endommagement par cavitation du Polypropylène renforcé au choc par des particules d'élastomère », phdthesis, Université Louis Pasteur - Strasbourg I, 2001. Consulté le: 17 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-00007229>
- [31] A. Amrouche et M. Djabella, « Conception et réalisation d'un dispositif de mesure des déplacements autour de l'entaille d'une éprouvette en plaque mince en polymère soumise à la traction », Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 2018. Consulté le: 12 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://dspace.ummo.dz/handle/ummo/11009>
- [32] F. Z. Talhi, « Etude de l'effet des cycles de transformation Sur les propriétés des tubes en PE pour réseaux de distribution GAZ & EAU », Thesis, 2018. Consulté le: 17 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: <http://dspace.univ-setif.dz:8888/jspui/handle/123456789/1648>

Référence bibliographique

[33] I. Saber et L. Teklal, « Caractérisation d'une Géomembrane Soudée Utiliser pour l'Étanchéité d'une Station d'Épuration des Eaux Usées », Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, 2017. Consulté le: 15 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://dspace.ummto.dz/handle/ummto/10426>

Chapitre II

[1] V. Nozahic, « Vers une nouvelle démarche de conception des bétons de végétaux lignocellulosiques basée sur la compréhension et l'amélioration de l'interface liant / végétal : application à des granulats de chenevotte et de tige de tournesol associés à un liant ponce / chaux », phdthesis, Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2012. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-00822142>

[2] V. Nozahic, « Vers une nouvelle démarche de conception des bétons de végétaux lignocellulosiques basée sur la compréhension et l'amélioration de l'interface liant / végétal : application à des granulats de chenevotte et de tige de tournesol associés à un liant ponce / chaux », phdthesis, Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2012. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-00822142>

[3] A. Tribot, « Valorisation de la "partie lignine" des effluents de prétraitement de biomasse forestière : élaboration et caractérisation d'agrocomposites », phdthesis, Université Clermont Auvergne [2017-2020], 2020. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-03048262>

[4] R. Chlela, « Durabilité d'un système composite biosourcé (matrice époxy-fibres de lin) pour applications de renforcement structural : approches expérimentale et fiabiliste », phdthesis, Université Paris-Est, 2019. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-02894653>

[5] T. BERREHAIL, « OPTIMISATION DE LA PERFORMANCE ÉNERGÉTIQUE DES ENVELOPPES DE CONSTRUCTIONS EN TERRE, ETUDE HYGROTHERMIQUE DES HABITATIONS AURASIENNES », doctoral, Université Mohamed Khider –Biskra, 2021. Consulté le: 12 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <http://thesis.univ-biskra.dz/5599/>

[6] N. Charpentier, « Recyclage de déchets électroniques : tri et réutilisation », phdthesis, Université Paris-Saclay, 2024. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-04511374>

Référence bibliographique

- [7] M. Dietrich, « Elaboration de nouveaux multimatériaux à base de fibres de carbone, nanofils de silicium et polymères conducteurs électroniques pour électrodes de micro-supercapaciteurs tout-solides flexibles », These de doctorat, Université Grenoble Alpes, 2023. Consulté le: 12 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.fr/2023GRALI020>
- [8] R. M. Jones, *Mechanics Of Composite Materials*, 2^e éd. Boca Raton: CRC Press, 2018. doi: 10.1201/9781498711067.
- [9] H. Delpouve, « Relation microstructure et épaisseur d'une interphase BN et ses propriétés mécaniques », These de doctorat, Bordeaux, 2019. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.fr/2019BORD0197>
- [10] S. Jlassi, « Composites à fibres de carbone recyclées : variabilité des sources et optimisation des performances mécaniques », phdthesis, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2019. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-02476022>
- [11] « content.pdf ». Consulté le: 12 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://dspace.ummto.dz/server/api/core/bitstreams/b7b99be0-936c-429e-8730-9c8338010746/content>
- [12] « Veis ŠERIFI, Mirsad TARIĆ, Dragica JEVTIĆ, Aleksandar RISTOVSKI, Merima ŠAHINAGIĆ – ISOVIĆ-HISTORICAL DEVELOPMENT OF COMPOSITE MATERIALS.pdf ». Consulté le: 12 mai 2024. [En ligne].
- [13] J.-L. Pecqueux, *Balistique des armes à feu de poing et d'épaule: Une science dans tous ses états*. Le Lys Bleu Éditions, 2023.
- [14] V. Stransky, « Ville et sobriété énergétique : agencements multiscalaires des lieux et des fonctions au service d'un "thermo-urbanisme" », thesis, Université Paris Est Créteil, 2022. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://hal.science/tel-03698094>
- [15] O. Téraube, « Etude des mécanismes de fluoration de fibres naturelles destinées à la fabrication d'éco-composites », These de doctorat, Université Clermont Auvergne (2021-...), 2022. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.fr/2022UCFAC055>
- [16] M. McDonald, D. Normandin, et S. Sauvé, *L'économie circulaire: Une transition incontournable*. Presses de l'Université de Montréal, 2016. doi: 10.4000/books.pum.4151.

Référence bibliographique

- [17] N. Bouhamed, « Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de farine de bois d'olivier », phdthesis, Normandie Université ; Université de Sfax (Tunisie), 2020. Consulté le: 12 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-03128890>
- [18] A. Tribot, « Valorisation de la “partie lignine” des effluents de prétraitement de biomasse forestière : élaboration et caractérisation d'agrocomposites », phdthesis, Université Clermont Auvergne [2017-2020], 2020. Consulté le: 26 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-03048262>
- [19] A. Tribot, « Valorisation de la “partie lignine” des effluents de prétraitement de biomasse forestière : élaboration et caractérisation d'agrocomposites », phdthesis, Université Clermont Auvergne [2017-2020], 2020. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-03048262>
- [20] A. B. Abl, « Développement de biomatériaux bio- activés et fonctionnalisés par des domaines de la Fibronectine humaine », phdthesis, Université Paris-Nord - Paris XIII, 2021. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-03904037>
- [21] E. J. Jules, « Couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites thermodurcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis diélectrique », phdthesis, Arts et Métiers ParisTech, 2001. Consulté le: 12 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://pastel.hal.science/tel-00005595>
- [22] R. Hamza-Cherif, M. Encadreur: MERADJAH, et M. Co-encadreur: ZIDOUR, « Analyse de la vibration d'un nanotube de carbone dans un environnement thermique », Thesis, 2020. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <http://rdoc.univ-sba.dz:8080/jspui/handle/123456789/2783>
- [23] « Belkacem - Etude de flambement mécanique des plaques stratifi.pdf ». Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <http://dspace.univ-tissemsilt.dz/bitstream/handle/123456789/2584/MM624-029.pdf>
- [24] K. Martin, « Accessibilité et applicabilité des pratiques durables pour les designers de produits de textile de la région de Montréal dans une conjoncture de société de consommation », masters, Concordia University, 2022. Consulté le: 12 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://spectrum.library.concordia.ca/id/eprint/991906/>

Référence bibliographique

- [25] Y. DJEBLOUN, « Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales », doctoral, UNIVERSITE MOHAMED KHIDER BISKRA, 2018. Consulté le: 12 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <http://thesis.univ-biskra.dz/3951/>
- [26] C. Boyon, « Polymères cristaux liquides biomimétiques reproduisant la carapace de scarabées du genre *Chrysina* : élaboration, structure et propriétés optiques », phdthesis, Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2022. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-04060401>
- [27] C. Boyon, « Polymères cristaux liquides biomimétiques reproduisant la carapace de scarabées du genre *Chrysina* : élaboration, structure et propriétés optiques », phdthesis, Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2022. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-04060401>
- [28] J. Fleurence, *Les microalgues: De l'aliment du futur à l'usine cellulaire*. ISTE Group, 2021.
- [29] F. Debeaufort, K. Galić, M. Kurek, N. Benbettaieb, et M. Ščetar, *Matériaux et procédés d'emballage pour les industries alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques*. ISTE Group, 2022.
- [30] I. Adoumaz, « Valorisation de bioressources pour l'élaboration de films polymères à partir de latex aqueux ou de copolymères à blocs nanostructurants », phdthesis, Université de Pau et des Pays de l'Adour ; Université Cadi Ayyad (Marrakech, Maroc). Faculté des sciences Semlalia, 2020. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-03892692>
- [31] R. Megherbi, « LES BIOPOLYMERES », University of Sciences and Technology of Oran, Working Paper, sept. 2021. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <http://dspace.univ-usto.dz/handle/123456789/475>
- [32] P. C. Belibi, « Elaboration et caractérisation des biofilms à base d'amidon de manioc renforcés par des charges minérales bi et tri-dimensionnelles », phdthesis, Université de Haute Alsace - Mulhouse ; Université de Yaoundé. Faculté des Sciences, 2013. Consulté le: 12 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-01202602>
- [33] F. Debeaufort, K. Galić, M. Kurek, N. Benbettaieb, et M. Ščetar, *Matériaux et procédés d'emballage pour les industries alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques*. ISTE Group, 2022.

Référence bibliographique

- [34] F. Sabry, *Bioplastique: La vie en bioplastique est plus fantastique. S'agit-il de plastiques biosourcés ou biodégradables ? Est-ce une victoire ou une pure fiction ?* One Billion Knowledgeable, 2022.
- [35] « Syllabus-de-biochimie-structurale.pdf ». Consulté le: 12 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.ub.edu.bi/wp-content/uploads/2024/04/Syllabus-de-biochimie-structurale.pdf>
- [36] « Figure 1.1 : Différents motifs de répétition des polysaccharides. 1.... », ResearchGate. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: https://www.researchgate.net/figure/Differents-motifs-de-repetition-des-polysaccharides-1-Amidon_fig1_365613669
- [37] « Sciences Claires - Cellulose ». Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.vulgarisation-scientifique.com/wiki/Dictionnaire/Cellulose>
- [38] N. E. H. Laouana, N. E. H. Dikes, Z. Djellit, et T. (Encadreur) Khennouf, « Exopolysaccharides microbiens: diversités et applications alimentaires et médicales », Thesis, Université de jijel, 2021. Consulté le: 13 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <http://dspace.univ-jijel.dz:8080/xmlui/handle/123456789/11153>
- [39] « Cellobiose », *Wikipédia*. 27 janvier 2024. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Cellobiose&oldid=211884364>
- [40] T. LAICHE Ammar, « Production d'enzymes amylolytiques chez des souches levuriennes isolées à partir de deux origines (sol saharien et blé) et cultivées sur milieu à base de lactosérum », Thesis, Université Kasdi Merbah – Ouargla, 2019. Consulté le: 13 mai 2024.
- [41] « Figure 12 : Formules de l'amylopectine et de l'amylose », ResearchGate. Consulté le: 16 mai 2024.
- [42] A. Chaima et H. amani Grairia Amira, « Impact toxicologique d'un additif alimentaire sur la levure « *Saccharomyces cerevisiae* » », SNV.STU, Working Paper, juin 2022. Consulté le: 13 mai 2024.
- [43] « Pectine », *Wikipédia*. 12 mars 2024. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Pectine&oldid=213287134>
- [44] L. Roisin, « Interactions entre *Aspergillus fumigatus* et *Stenotrophomonas maltophilia* au sein d'un biofilm mixte & modulation de leurs réponses aux antimicrobiens », phdthesis,

Référence bibliographique

Université Paris-Est, 2021. Consulté le: 16 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://theses.hal.science/tel-03648579>

[45] A. Limited, « La chitine, structure chimique. La chitine est un polymère de N-acétylglucosamine et est présent dans l'exosquelette des insectes, crustacés, etc. Skeletal formu Image Vectorielle Stock - Alamy ». Consulté le: 16 mai 2024.

[46] M. Dumont, « Élaboration et caractérisation de fibres mixtes Alginate / Chitosane », phdthesis, Université de Lyon, 2016. doi: 10/document.

[47] « Figure 4. Chemical structure of chitosan. », ResearchGate. Consulté le: 26 mai 2024. [En ligne]. Disponible sur: https://www.researchgate.net/figure/Chemical-structure-of-chitosan_fig4_355787682

[48] H. E. E. par D. Bakhouché, « Elaboration et Caractérisation Numérique de Biocomposite à Matrice Epoxyde et Renfort Fibres de Sisal », Thesis, 2020. Consulté le: 13 mai 2024.

Chapitre III

[1] S. Helle, « Etude de la stœchiométrie des protéines liées à l'amidon : vers des programmes novateurs pour la sélection et la production de nouvelles variétés de pommes de terre », 2020.

Résumé

Cette étude approfondit l'utilisation potentielle des biocomposites comme alternatives écologiques aux polymères fossiles traditionnels, en mettant particulièrement l'accent sur les mélanges de polyéthylène haute densité (PEHD) avec cellulose et amidon. Les biocomposites sont explorés pour leur composition diversifiée, leurs propriétés variées et leurs applications potentielles, soulignant leur capacité à offrir des solutions biodégradables et à réduire l'empreinte environnementale associée aux déchets plastiques. Les matériaux et méthodes détaillent les approches expérimentales utilisées pour caractériser les biocomposites, telles que l'analyse spectroscopique, mécanique et physico-chimique, fournissant ainsi une compréhension approfondie de leur comportement sous différentes conditions. Les résultats révèlent que les biocomposites PEHD-cellulose et PEHD-amidon-cellulose exhibent des propriétés mécaniques et physiques distinctes, influencées par la composition spécifique et la structure des matériaux. Plus spécifiquement, le biocomposite PEHD-amidon montre une résistance à la traction supérieure (72,215 MPa), ce qui le rend particulièrement adapté pour des applications nécessitant une grande robustesse mécanique. En revanche, le PEHD-cellulose présente une meilleure résistance à l'impact (0,091 J), ce qui en fait un choix privilégié pour des applications où la résistance aux chocs est cruciale. En conclusion, cette étude élargit notre compréhension des biocomposites en tant qu'alternatives durables et prometteuses aux polymères fossiles, soulignant l'importance continue de la recherche et du développement pour optimiser leurs formulations et les adapter à une large gamme d'applications industrielles et environnementales.

Mots clés : Amidon, Biocomposites, Biodégradabilité, Cellulose, Polyéthylène haute densité (PEHD).

Abstract

This study explores the potential use of biocomposites as ecological alternatives to traditional fossil-based polymers, focusing particularly on blends of high-density polyethylene (HDPE) with cellulose and starch. Biocomposites are examined for their diverse composition, varied properties, and potential applications, highlighting their ability to offer biodegradable solutions and reduce the environmental footprint associated with plastic waste. Materials and methods detail the experimental approaches used to characterize biocomposites, including spectroscopic, mechanical, and physico-chemical analysis, providing a comprehensive understanding of their behavior under different conditions. Results reveal that HDPE-cellulose and HDPE-starch-cellulose biocomposites exhibit distinct mechanical and physical properties, influenced by specific composition and material structure. Specifically, HDPE-starch biocomposite shows superior tensile strength (72.215 MPa), making it particularly suitable for applications requiring high mechanical robustness. Conversely, HDPE-cellulose demonstrates better impact resistance (0.091 J), making it a preferred choice for applications where shock resistance is crucial. In conclusion, this study enhances our understanding of biocomposites as sustainable and promising alternatives to fossil-based polymers, emphasizing the ongoing importance of research and development to optimize their formulations and adapt them for a wide range of industrial and environmental applications.

Keys words: Biocomposites, Biodegradability, Cellulose, High-Density Polyethylene (HDPE), Starch.

ملخص

تستكشف هذه الدراسة الاستخدام المحتمل للبيوكومبوزيتات كبديل بيئية للبوليمرات الأحفورية التقليدية، مع التركيز بشكل خاص على خلائط البولي إيثيلين عالي الكثافة (PEHD) مع السليلوز والنشا. يتم استكشاف البيوكومبوزيتات من أجل تنوع تركيبها وخصائصها المتنوعة وتطبيقاتها المحتملة، مما يسلط الضوء على قدرتها على تقديم حلول قابلة للتحلل الحيوي وتقليل الأثر البيئي المرتبط بنفايات البلاستيك. تفصل المواد والطرق النهج التجريبية المستخدمة لتوصيف البيوكومبوزيتات، بما في ذلك التحليل الطيفي والميكانيكي والفيزيائي الكيميائي، مما يوفر فهماً شاملاً لسلوكها تحت ظروف مختلفة. تكشف النتائج أن البيوكومبوزيتات-PEHD سليلوز و-PEHD نشا-سليلوز تظهر خصائص ميكانيكية وفيزيائية متميزة، تتأثر بالتركيب الخاص والهيكل المادي. بشكل خاص، يظهر البيوكومبوزيت-PEHD نشا قوة شد عالية (72.215 ميغاباسكال)، مما يجعله مناسباً بشكل خاص للتطبيقات التي تتطلب قوة ميكانيكية عالية. على النقيض من ذلك، يظهر PEHD-سليلوز مقاومة أفضل للصدمات (0.091 جول)، مما يجعله خياراً مفضلاً للتطبيقات التي تتطلب مقاومة للصدمات الحاسمة. في الختام، تعزز هذه الدراسة فهمنا للبيوكومبوزيتات كبديل مستدامة واعدة للبوليمرات الأحفورية، مشددة على أهمية البحث والتطوير المستمر لتحسين تركيباتها وتكييفها لمجموعة واسعة من التطبيقات الصناعية والبيئية.

كلمات مفتاحية: بولي إيثيلين عالي الكثافة (DHEP)، بيوكومبوزيتات، سليلوز، قابلية التحلل الحيوي، نشا

