

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université A. MIRA - Béjaïa -  
Faculté des Sciences Exactes  
Département de Chimie

### **Mémoire de Master**

Présenté par :

Mr LEZAM Salim

M<sup>elle</sup> ZERKA Naima

*En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie*

*Spécialité : Chimie des matériaux*

***Thème :***

**Biodégradation dans le sol de sacs oxo-  
biodégradable à différents taux de  
stabilisant**

**Soutenu le : 29/06/2015**

**Devant le jury composé de :**

<b>Nom</b>	<b>Prénom</b>	<b>Département d'affiliation</b>	<b>Qualité</b>
HAMOUDI	Souad	Département de chimie	Présidente
DJAMA	Nouria	Département de chimie	Examinatrice
DJERADA	Farida	Département de chimie	Encadreur

**2014-2015**

# *Remerciements*

En premier lieu, Nous remercions Dieu qui nous a donné la force et le courage de réaliser ce travail.

Nous adressons nos sincères remerciements les plus sincères à notre encadreur **Mm Djerada Farida** d'avoir accepté de nous encadrer, et de nous avoir procuré l'aide qu'il nous a fournie pour réaliser ce travail.

Nous exprimons nos vifs remerciements **M<sup>elle</sup> Hamoudi Souad** d'avoir accepté de présider les jurys pour juger notre travail.

Nous remercions vivement **Mm Djama Nouria** d'avoir accepté de juger notre travail.

Nous remercions également toute l'équipe du laboratoire pour leur disponibilité et leurs explications, et pour toute l'aide qui nous a été portée durant ce travail.

En fin, nous remercions également tous ceux qui ont contribué de près ou de loin, au bon déroulement de notre travail.

# *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail :*

*A mes très chers parents, pour leur soutien constant et leurs confiance et qui m'ont donne du courage et de la volonté durant mon cycle d'études.*

*A mes deux chères sœurs : Nassima et Sabrina.*

*A mon frère Yacine*

*A toute ma famille, tantes, oncles, cousines et cousins.*

*A tous mes ami(e)s.*

*A toute la promo chimie 2014/2015.*

*Naima*

# *Dédicaces*

*Je dédie ce travail :*

*A mes très chers parent qui sont toujours a mes coté.*

*A mes chères frères : Fatah, Lyes, Samir.*

*A mes chères sœurs : Sabrina, lamai.*

*A toute ma famille.*

*A tous mes amis.*

*A toute la promotion chimie des matériaux 2014-2015.*

*A tous ceux qui m'ont soutenue.*

*Salim*

# Sommaire

Liste de figures

Liste de tableaux

INTRODUCTION..... 1

## Chapitre I : Polypropylène

I.1 Le polypropylène ..... 2

I.1.1 Polypropylène isotactique ..... 2

I.1.2 Polypropylène syndiotactique ..... 3

I.1.3 Polypropylène atactique ..... 3

I.2 Applications ..... 4

## Chapitre II : Dégradation des polymères

II.1 Définition de la dégradation ..... 5

II.2 La biodégradation ..... 5

II.3 Facteurs influençant la biodégradation ..... 7

II.4 L'oxo-biodégradation ..... 8

II.5 Polymères oxo-biodégradables ..... 9

III.6 Photo-oxydation..... 9

III.7 Thermo-oxydation..... 10

## Chapitre III : Partie expérimentale

III.1 Matériaux utilisés dans la fabrication des sacs..... 12

III.2 Fabrication des sacs..... 13

III.3 Matériel et produits.....	14
III.3.1 Echantillon.....	14
III.3.2 Le dessiccateur.....	14
III.4 Protocole expérimental .....	14
III.4.1 Dosage du dioxyde de carbone.....	15
III.5 Caractérisation du sol.....	15
III.5.1 Origine du sol .....	15
III.5.2 Préparation du sol .....	16
III.5.3 Détermination de l'humidité du sol .....	16
III.5.4 pH du sol.....	16
III.5.5 Dosage du Calcaire actif.....	17
III.5.6 Dosage de la matière organique du sol.....	18
III.5.7 Granulométrie.....	19
III.6 Méthodes de caractérisations .....	19
III.6.1 Spectroscopie IRTF .....	19
III.6.2 Diffraction des rayons X.....	20
III.6.3 Mesure de la perte de masse .....	21

## **Chapitre IV : Résultats et discussions**

IV.1 Résultats IRTF .....	23
IV.2 Résultats DRX.....	29
IV.3 La perte de masse.....	34
IV.4 Détermination du pourcentage de dioxyde de carbone .....	35
CONCLUSION .....	37

Références bibliographiques

Annexes



## Liste des figures

<b>Figure 1 :</b> schéma de la configuration Polypropylène isotactique.....	3
<b>Figure 2:</b> schéma de la configuration Polypropylène syndiotactique.....	3
<b>Figure 3 :</b> schéma de la configuration Polypropylène atactique.....	3
<b>Figure 4 :</b> Mécanisme de biodégradation : deux phases essentielles.....	6
<b>Figure 5:</b> Mécanisme général de photo-oxydation des polymères.....	10
<b>Figure 6 :</b> Représentation schématique d'un faisceau de rayons X diffracté par un réseau cristallin.....	21
<b>Figure 7 :</b> balance électronique.....	22
<b>Figure 8:</b> Spectres IRTF des films PP à 1% de stabilisant avant et après différentes durées d'enfouissement dans le sol dans le domaine 4000- 400 $\text{cm}^{-1}$ .....	24
<b>Figure 9:</b> Spectres IRTF des films PP à 2% de stabilisant avant et après différentes durées d'enfouissement dans le sol dans le domaine 4000- 400 $\text{cm}^{-1}$ .....	25
<b>Figure 10 :</b> Spectres IRTF des films PP à 3% de stabilisant avant et après différentes durées d'enfouissement dans le sol dans le domaine 4000- 400 $\text{cm}^{-1}$ .....	26
<b>Figure 11 :</b> Diffractogrammes de diffraction des rayons X pour les films PP à 1% de stabilisant avant et après l'enfouissement dans le sol.....	30
<b>Figure 12 :</b> Diffractogrammes de diffraction des rayons X pour les films PP à 2% de stabilisant avant et après l'enfouissement dans le sol.....	31
<b>Figure 13 :</b> Diffractogrammes de diffraction des rayons X pour les films PP à 3% de stabilisant avant et après l'enfouissement dans le sol.....	32
<b>Figure 14 :</b> Evolution de taux de cristallinité des films PP à (1%,2% et 3% stabilisant) en fonction du temps (jours).....	33
<b>Figure 15:</b> Evolution de la perte de masse en fonction du temps de biodégradation.....	34
<b>Figure 16:</b> Pourcentage de $\text{CO}_2$ dégagé après enfouissement dans le sol.....	36



## Liste de tableaux

<b>Tableau 1:</b> propriétés du polypropylène.....	4
<b>Tableau 2 :</b> Les éléments minéraux.....	19
<b>Tableau 3:</b> les principales bandes d'absorption caractéristiques du PP.....	23
<b>Tableau 4 :</b> Indice de carbonyle de l'échantillon de polypropylène de 1% de stabilisant.....	27
<b>Tableau 5 :</b> Indice de carbonyle de l'échantillon de polypropylène de 2% de stabilisant.....	28
<b>Tableau 6:</b> Indice de carbonyle de l'échantillon de polypropylène de 3% de stabilisant.....	28

Au cours de ces dernières décennies, les matériaux polymères de synthèse sont très utilisés dans divers domaines de notre vie quotidienne, mais après leur utilisation ils sont accusés d'être des facteurs de pollution à cause de leur grande résistance à la biodégradation [1]. On trouve les polymères dans plusieurs domaines et beaucoup plus dans l'emballage. Les polyoléfinés (PE, PP, etc...) constituent la famille de polymères la plus employée [2]. Ils sont généralement utilisés dans plusieurs domaines industriels et domestiques tels que l'emballage alimentaire, sacs poubelle, films de serre agricole, conduites d'adduction d'eau, isolation de câbles électriques, etc... [3].

Ces applications sont accompagnées d'une quantité toujours croissante des déchets de matières plastiques, bien que le recyclage a été significativement amélioré afin de réduire leur volume dans les décharges, mais cette technique reste inadéquate pour certains déchets [1].

La biodégradation est l'une des voies possibles pour résoudre le problème des déchets de l'environnement. Les mécanismes impliqués dans la biodégradation sont complexes en raison de l'action réciproque de différents processus d'oxydation qui sont provoqués par la présence d'oxygène dans l'air, par les micro-organismes ou par la combinaison des deux. [4].

L'oxo-biodégradation est l'une des types de la biodégradation, c'est un processus qui se fait en deux étapes dans la première le polymère est converti en fragments par l'action de l'oxygène, et la seconde ces fragments oxydés sont biodégradés par des micro-organismes [5].

L'objectif de ce travail est d'étudier la biodégradation dans le sol de sacs tissés à base de polypropylène, utilisés comme emballages. Ces sacs ont déjà subi une thermo-oxydation à 60°C [6].

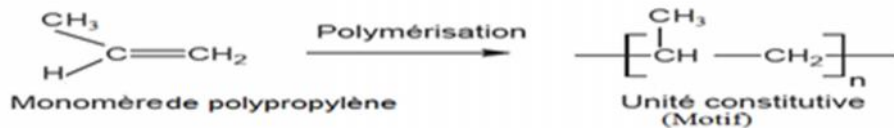
La première partie de ce travail est consacrée aux recherches bibliographiques, où on définit le produit utilisé et les différents types de dégradation que peut subir un polymère.

La deuxième partie est consacrée au processus expérimental utilisé dans notre étude et les méthodes de caractérisation de la biodégradation.

La troisième partie concerne les résultats obtenus au cours de l'étude effectuée au laboratoire et la discussion de ces résultats.

## I.1 Le polypropylène

Le polypropylène de formule chimique  $(-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-)_n$ , est un polymère thermoplastique semi-cristallin. Le polypropylène résulte de la polymérisation des monomères propylènes  $(-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3))$ , suivant principalement le procédé Ziegler-Natta [7].



Le mode de synthèse le plus répandu actuellement est le procédé de catalyse hétérogène Ziegler Natta qui conduit à l'obtention du polypropylène isotactique. D'autres modes de synthèse permettent l'obtention de conformations atactiques (position aléatoire du groupement méthyle) ou syndiotactiques (position alternée du groupement méthyle). Le polypropylène a plusieurs caractéristiques intéressantes comme une faible densité ( $0.9 \text{ g/cm}^3$ ), une relative stabilité thermique et une bonne résistance à la dégradation grâce auxquelles le large champ de ses applications industrielles en fait un des polymères le plus utilisé. Ses propriétés sont déterminées principalement par sa structure mais sa masse moléculaire joue également un rôle important. En effet, plus la masse moléculaire est grande, plus les chaînes moléculaires sont longues, donc plus elles présentent des difficultés à s'arranger parallèlement les unes aux autres, ce qui influence la structure du polypropylène [8].

### I.1.1 Polypropylène isotactique

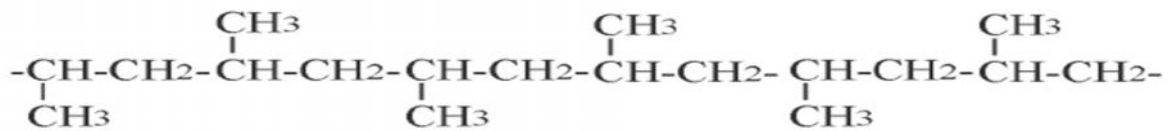
Le polypropylène isotactique est un polypropylène dont les groupements méthyles se situent du même côté de la chaîne de carbone, comme le montre la figure 1. Dans ce cas les chaînes du polymère sont régulières, par conséquent, elles peuvent s'entasser en s'empilant facilement dans une structure cristalline. Cela fait du polypropylène isotactique le polypropylène le plus utilisé industriellement [8].



**Figure 1** : schéma de la configuration Polypropylène isotactique.

### I.1.2 Polypropylène syndiotactique

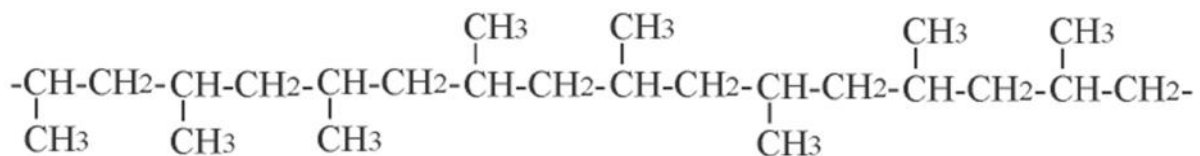
Le polypropylène syndiotactique est un polypropylène dont les groupements méthyles se situent alternativement d'un coté puis de l'autre coté de la chaîne de carbones, comme le montre la figure 2. Cette configuration donne un polypropylène très flexible. Il montre une meilleure résistance au choc et une meilleure adhésion aux surfaces organiques et à la charge en verre[8].



**Figure 2**: schéma de la configuration Polypropylène syndiotactique.

### I.1.3 Polypropylène atactique

Dans ce cas il n'y a aucune régularité dans le positionnement des groupes méthyles[8].



**Figure 3** : schéma de la configuration Polypropylène atactique.

**Tableau 1:** propriétés du polypropylène.

Propriétés	Unités	Polypropylène
Masse volumique	g/cm <sup>3</sup>	0.9-0.905
Contrainte à la rupture	MPa	30-35
Température de fusion	°C	174
Module d'élasticité	GPa	1.9
L'indice de fluidité	g/10mn	2,5-50

## I.2 Applications

Le polypropylène est l'un des matériaux polymères les plus utilisés pour l'emballage. Sa robustesse et sa durabilité l'ont rendu populaire dans plusieurs domaines d'applications. Il peut être moulé, injecté, drainé en fibre pour l'industrie du textile, extrudé en câble ou en plusieurs applications.

On trouve beaucoup de pièces moulées en polypropylène pour la construction automobile comme les pare-chocs, tableaux de bord, les réservoirs d'essence et de liquide de frein.

Le polypropylène est aussi beaucoup utilisé pour les emballages alimentaires, vu sa résistance à la graisse et son aspect brillant, comme les emballages de beurre, les pailles à boire...

Il est également utilisé pour la fabrication de tissus d'ameublement (mais pas de tissus d'habillement), sacs tissés à haute résistance, géotextiles et de géomembranes [9].

## II.1 Définition de la dégradation

L'ISO (International Standards Organisation) définit la dégradation d'un matériau polymère comme une «modification dans la structure chimique d'un plastique entraînant des changements de propriétés ».

De même, l'ASTM (American Society for Testing and Materials) et le CEN (Comité Européen de Normalisation) ont défini la notion de dégradation comme « un processus irréversible aboutissant à un changement significatif de la structure du matériau particulièrement caractérisé par la perte de propriétés (intégrité, masse molaire, structure ou résistance mécanique et/ou une fragmentation. La dégradation est influencée par les conditions environnementales et se déroule au cours d'une période comprenant une ou plusieurs étapes ».

De nombreux travaux montrent que les polymères plastiques peuvent être dégradés selon différents mécanismes tels que la photo-dégradation par les rayonnements UV ou la lumière solaire, l'oxo-dégradation par oxydation chimique ou enzymatique, la thermo-dégradation par la chaleur, la dégradation mécanique sous l'effet de contraintes mécaniques et la biodégradation induite par l'action de micro-organismes [10].

## II.2 La biodégradation

Dans la nature, les matériaux polymères peuvent subir une dégradation par l'action d'agents biologiques, donc la biodégradation des polymères est une conséquence de l'action enzymatique conduisant à des changements dans la structure, la morphologie et la composition chimique.

Selon l'ISO (International Standards Organisation), la définition adoptée est: "Un matériau est dit biodégradable s'il est susceptible d'être dégradé par des micro-organismes. Le résultat de cette dégradation est caractérisé par un dégagement d'énergie, d'eau, de CO<sub>2</sub> et/ou CH<sub>4</sub>, et éventuellement de sous-produits non toxiques pour l'environnement" [1].

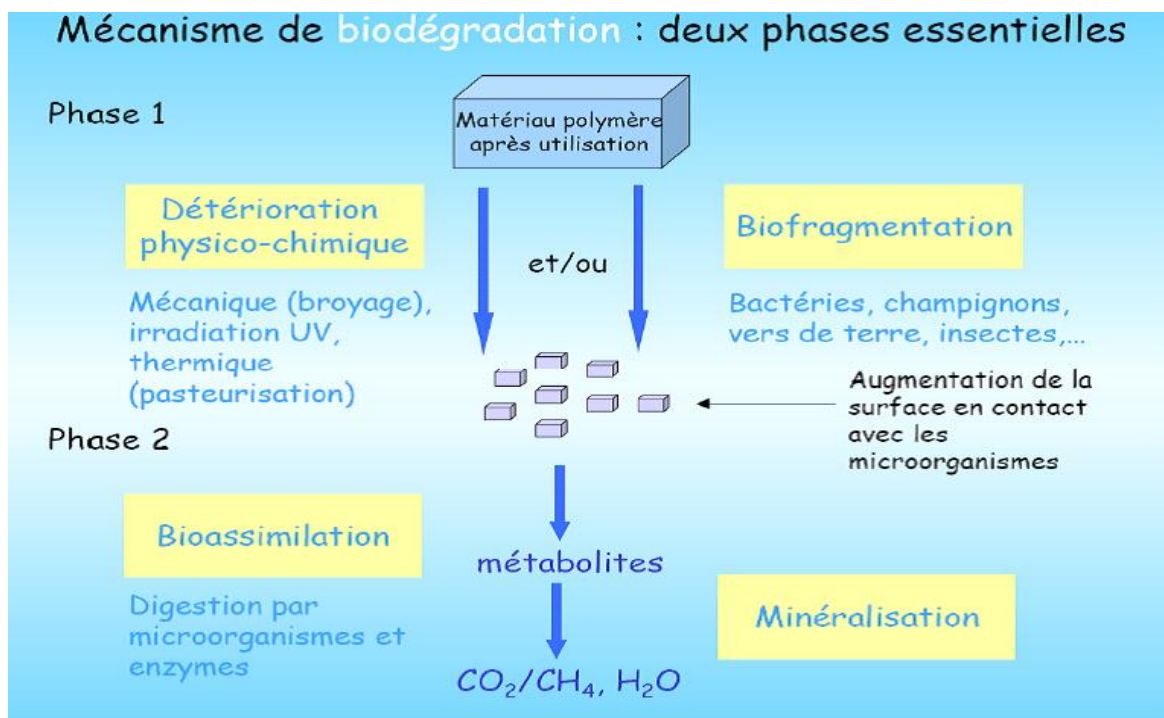
Les polymères biodégradables sont généralement dégradés en deux étapes: la première étape correspond soit à une détérioration physico-chimique du produit, soit à une bio fragmentation du produit. Dans le cas de la détérioration physico-chimique, elle est généralement provoquée par des agents extérieurs (mécanique, chimique ou thermique) [1].

Dans le cas d'une bio-fragmentation, elle est provoquée par des êtres vivants (bactéries, champignons, vers de terre, insectes...etc.), cette étape a pour résultats la rupture de la chaîne principale du polymère, formant des fragments de bas poids moléculaire, ce qui permet d'augmenter la surface en contact avec les micro-organismes [1].

La seconde étape correspond à la digestion du matériau par les microorganismes et les enzymes (bioassimilation) qui vont le transformer en métabolites, assimilés par la suite dans les cellules puis minéralisés [1].

Les résultats finaux étant la minéralisation qui correspond à la production de  $\text{CO}_2$  et/ou  $\text{CH}_4$ , l'eau et une nouvelle biomasse est produite [1].

Les deux étapes de la biodégradation sont représentées ci-dessus :



**Figure 4 :** Mécanisme de biodégradation : deux phases essentielles [11].

### II.3 Facteurs influençant la biodégradation

Dans la biodégradation le polymère doit être assimilable par les microorganismes, pour cette raison elle est applicable seulement à une gamme de matériaux [12]. La résistance des polymères à la biodégradation est due à trois facteurs [13,14]. Le premier est son caractère hydrophobe qui rend ce polymère résistant à l'hydrolyse, le deuxième est l'incorporation des stabilisants dans la matrice polymère qui augmentent la durée de sa vie et le troisième, son poids moléculaire élevé [15,16]. Lorsque ces chaînes sont dégradées, les produits formés sont soumis à l'attaque des microorganismes [17]. La biodégradation peut avoir en présence d'oxygène (condition aérobies) et en son absence (condition anaérobies) en milieu solide ou liquide. Mais quelques facteurs sont indispensables :

- **Les microorganismes :** la base de tout processus de biodégradation est l'existence des microorganismes capables de synthétiser des enzymes actives sur la matrice du polymère afin d'initier le processus de la fragmentation [12,18].
- **L'environnement :** quelques facteurs dans l'environnement sont indispensables au processus de la biodégradation : la température, les sels minéraux, pH du milieu, l'oxygène et l'humidité. Ce dernier est l'élément clé de la biodégradation.

➤ **Température**

Les températures élevées favorisent les réactions d'oxydation. Toutefois, le matériau oxydé absorbe de l'eau qui favorise l'hydrolyse des chaînes [12].

➤ **La teneur relative en eau**

La teneur relative en eau limite la croissance des microorganismes, c'est la teneur en eau qui va faciliter le déplacement des microorganismes du milieu extérieur au polymère à dégrader autrement dit la diminution du taux d'humidité réduit la biodégradation[18].

➤ **pH du milieu**

Pour garantir la survie d'un microorganisme il faut maintenir le pH du milieu proche de neutralité [12].



## II.4 L'oxo-biodégradation

Le terme "oxo-biodégradation" est utilisé pour décrire le processus de deux stades de dégradation des polymères. La première étape implique la réaction de l'oxygène dans l'air avec le polymère. Le squelette carboné du polymère est oxydé en ayant pour résultat la formation de plus petits fragments moléculaires. La première étape d'oxo-dégradation est un processus abiotique. L'incorporation d'oxygène dans la colonne vertébrale du polymère de chaîne de carbone a pour résultat la formation de groupes fonctionnels tels que les groupes carboxyliques ou acides hydro-carboxyliques, esters aussi bien qu'aldéhydes et alcools.

Les polymères d'hydrocarbure changent leur comportement d'hydrophobe à hydrophile permettant ainsi au polymère morcelé d'absorber de l'eau.

Le deuxième stade est la biodégradation des produits d'oxydation par les micro-organismes (les bactéries, les champignons et les algues) qui consomment les fragments de colonne vertébrale de carbone oxydés pour former  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  et biomasse.

Dans la première étape d'oxo-biodégradation, la dégradation oxydative du polymère peut être accélérée par la lumière (UV) ultraviolette (la photo-dégradation) ou par la dégradation thermique en utilisant la chaleur au fil des années. L'oxydation abiotique initiale est un stade important puisqu'elle détermine le taux du processus entier [19].

Un agent pro-dégradant est introduit dans le mélange au moment de la fabrication. Celui-ci va modifier le comportement du film plastique pour le rendre oxo-biodégradable.

L'introduction dans le mélange maître d'un sel de métal agent catalyseur de thermo et photo dégradation déclenche l'oxo-biodégradation ; elle conduit à l'oxydation et à la biodégradation du polymère.

Les additifs entrant dans la composition des films plastiques ont subi des tests sévères par différents laboratoires européens spécialisés dans leur domaine afin de garantir l'absence d'effets nocifs sur l'environnement.

## **II.5 Polymères oxo-biodégradables**

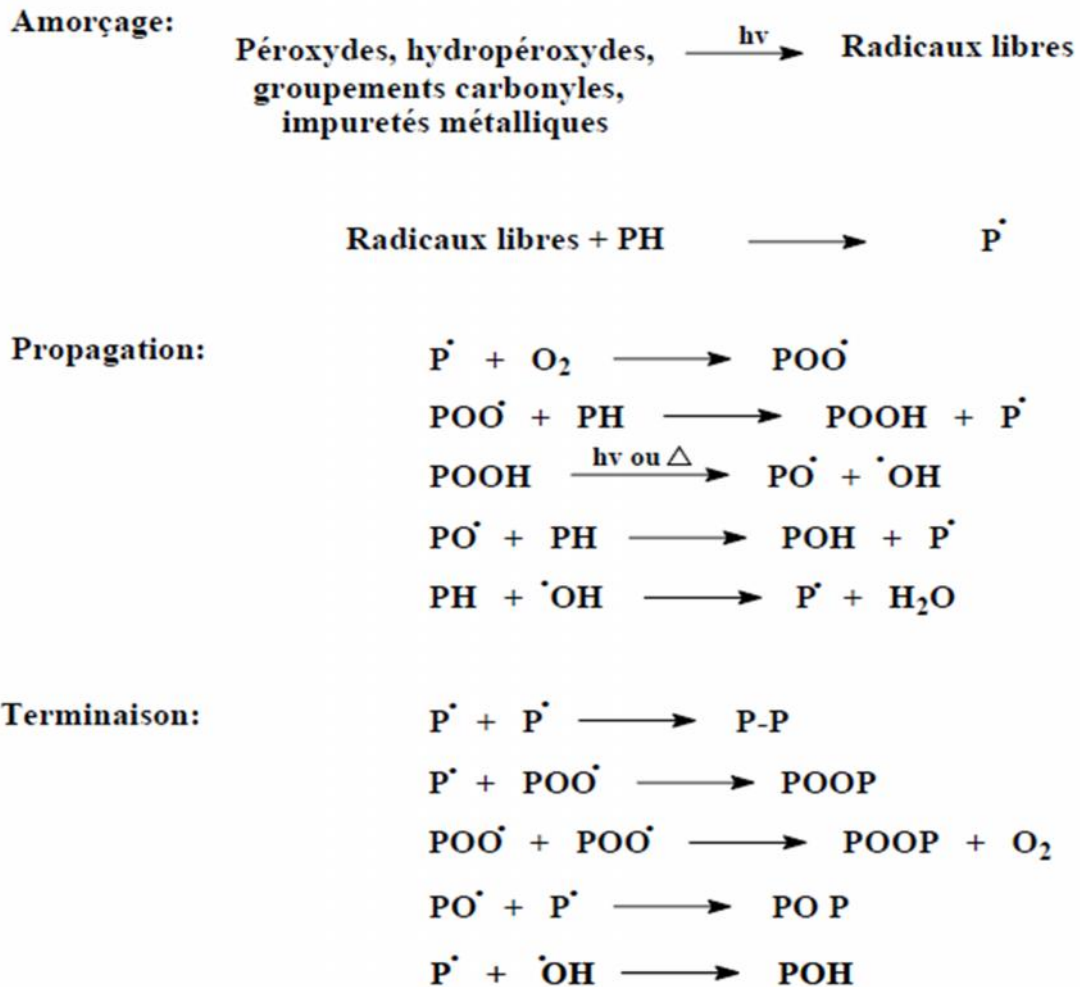
Les polymères oxo-biodégradables sont des plastiques conventionnels comme le polyéthylène, le polypropylène et le polystyrène auxquels on incorpore des additifs exclusifs qui accélèrent la décomposition de la structure chimique du plastique.

Les additifs utilisés n'entament pas le processus de dégradation, ils ne font que l'accélérer une fois qu'il a été amorcé. la chaleur et/ ou le soleil ainsi que l'oxygène sont nécessaires pour activer la dégradation.

## **II.6 Photo-oxydation**

Il est bien établi que la photo-oxydation a un rôle majeur dans la dégradation des polymères exposés à la lumière UV et à l'air atmosphérique. La plupart des polymères n'absorbent pas directement ces radiations et l'on doit envisager la présence de groupements chromophores qui sont à l'origine du phénomène de photo-oxydation. Ceux-ci donnent naissance à des radicaux libres qui amorcent la photo-oxydation des matériaux polymères.

Les radicaux primaires formés sur les chaînes de polymère s'additionnent rapidement à l'oxygène moléculaire en raison de sa réactivité élevée envers ces radicaux en donnant des hydroperoxydes, produits primaires d'oxydation thermique et photochimique. La décomposition des hydroperoxydes sous l'action de la chaleur ou de la lumière ultraviolette conduit à la formation de produits secondaires d'oxydation des chaînes principales de polymères, à des coupures de chaînes et peuvent également donner lieu à des processus de réticulation des chaînes [9].



**Figure 5:** Mécanisme général de photo-oxydation des polymères.

## II.7 La thermo oxydation

La thermo oxydation est un phénomène de dégradation naturel que subissent la plupart des matériaux polymères. Ce processus est initié à partir de la présence d'oxygène dans l'air ou dans l'eau, et il peut être accéléré en augmentant la température.

La thermo-oxydation est une réaction radicalaire en chaîne amorcée par la rupture de liaisons faibles conduisant à la formation de radicaux libres, qui se propage par arrachement d'atomes d'hydrogène.

L'instabilité des polyoléfines résulte principalement de l'existence d'atomes d'hydrogène dits labiles. Les macroradicaux alkyles qui en résultent, réagissent alors très rapidement avec l'oxygène pour donner des radicaux peroxydes qui se transforment finalement en espèces hydroperoxydes après l'arrachement d'un second atome d'hydrogène. Les hydroperoxydes jouent donc un rôle clé dans l'oxydation des polymères puisqu'ils apparaissent comme la première espèce qui, par sa décomposition thermique, va engendrer la formation de la plupart des autres produits d'oxydation (alcools, cétones, etc.)[20].

### III.1 Matériaux utilisés dans la fabrication des sacs

**Le Polypropylène** utilisé dans la toile tissée avec les caractéristiques suivantes :

- Grade commercial : type 500P
- Masse volumique :  $0,900 \text{ g/cm}^3$
- Indice de fluidité a chaud en masse :  $(230^\circ\text{C} / 2.16\text{kg}) : 3.2\text{g}/10\text{min}$
- Module de traction : 1480 MPa
- Contrainte de traction (élasticité) : 34 MPa
- Allongement a la rupture :  $> 11.5\%$

**Le Polypropylène** utilisé dans la toile d'enduction avec les caractéristiques suivantes :

- Grade commercial : type 511A
- Masse volumique :  $0,905 \text{ g/cm}^3$
- Indice de fluidité a chaud en masse :  $(230^\circ\text{C} / 2.16\text{kg}) : 25\text{g}/10\text{min}$
- Module de traction : 1520 MPa
- Contrainte de traction (élasticité) : 35 MPa
- Allongement a la rupture :  $> 11\%$

**Le Polyéthylène** utilisé dans la toile d'enduction, avec les caractéristiques suivantes :

- Grade commercial : type H12ML
- Masse volumique :  $0,9 \text{ g/cm}^3$
- Indice de fluidité a chaud en masse :  $(230^\circ\text{C} / 2.16\text{kg}) : 12\text{g}/10\text{min}$
- Module de traction : 1550 MPa
- Contrainte de traction (élasticité) : 35mpa
- Allongement a la rupture :  $> 50\%$
- Le carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ )

Le produit commercialisé est de type ACNL 7201, de couleur naturel blanche utilisé à une concentration de 7% principalement pour donner la couleur blanche aux sacs, les propriétés du produit sont :

Humidité : < 0.15%

Densité : 1.87 g /ml

Résistance a la chaleur : 300°C

### **III.2 Fabrication des sacs**

Les sacs sont [6] :

- Sacs enduits normal (sans additif).
- Sacs enduit oxo-biodégradable à 0.5% de stabilisant UV et 1% d'additif biodégradable.
- Sacs enduit oxo-biodégradable à 1% de stabilisant UV et 1% d'additif biodégradable.
- Sacs enduit oxo-biodégradable à 2% de stabilisant UV et 1% d'additif biodégradable.
- Sacs enduit oxo-biodégradable à 3% de stabilisant UV et 1% d'additif biodégradable.

Les sacs utilisés dans notre étude sont :

- Sacs enduit oxo-biodégradable à 1% de stabilisant UV et 1% d'additif biodégradable.
- Sacs enduit oxo-biodégradable à 2% de stabilisant UV et 1% d'additif biodégradable.
- Sacs enduit oxo-biodégradable à 3% de stabilisant UV et 1% d'additif biodégradable.

### III.3 Matériel et produits

#### III.3.1 Echantillon

L'échantillon du polypropylène utilisé dans notre étude a subi un traitement thermique dans l'étuve à 60°C pendant 1458 heures d'exposition (échantillons du binôme, M<sup>elle</sup> AIT BRAHEM Nawel et M<sup>r</sup> ALLAOUA Djamel, 2<sup>ème</sup> année master spécialité chimie des matériaux).

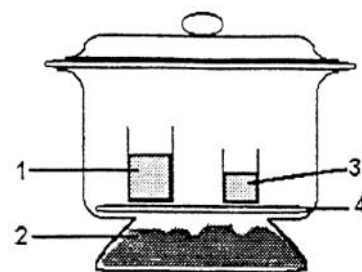
#### III.3.2 Le dessiccateur

Un dessiccateur est un équipement servant à protéger des substances contre l'humidité.

Au laboratoire, il est constitué d'une cuve circulaire surmontée d'un couvercle, l'ensemble est en verre épais ou en polycarbonate. Le modèle utilisé est équipé d'une prise de vide avec robinet.

### III.4 Protocol expérimental

Dans notre étude, le dessiccateur est utilisé pour enfouir les échantillons de polypropylène dans le sol et dans des conditions bien définies comme c'est montré dans la figure (où 1 : solution d'hydroxyde de potassium KOH (à 0.5N), 2 : le sol avec les échantillons, 3 : eau distillé, 4 : plaque perforée) [9].



#### Mode opératoire

On place 1000g du sol dans le fond du dessiccateur, on lui ajoute un volume de 5ml de la solution de phosphate d'ammonium  $[(NH_4)_3PO_4]$ , et de l'eau distillé pour amener la teneur en humidité du sol à 29%. Après mélange, on enfouit les échantillons de polypropylène dans le sol. Ceux-ci sont découpés avec des dimensions standards et pesés. On place la plaque perforée, et on met sur la plaque deux béchers l'un contient 50ml d'eau distillé et l'autre 20ml de la solution d'hydroxyde de potassium KOH à 0.5N, et on ferme le dessiccateur, et on utilise une pompe à vide pour éjecter l'air contenu dans le dessiccateur.

Les échantillons sont retirés dans des intervalles de temps bien déterminés, lavés et séchés à l'étuve pendant quelques jours [21].

#### **III.4.1 Dosage du dioxyde de carbone**

Le dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) produit lors de biodégradation des échantillons de polypropylène dans le sol réagit avec l'hydroxyde de potassium (KOH), pour former le carbonate de potassium ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ).

#### **Mode opératoire**

La quantité de dioxyde de carbone produite est déterminée en titrant l'hydroxyde de potassium restant avec du HCl (à 0.05N) et à une limite de phénolphtaléine.

Dans un bécher de 100ml, on introduit 20ml de la solution de KOH incubée pendant un intervalle de temps bien déterminé. Après avoir ajouté quelques gouttes de phénolphtaléine, on procède au titrage avec la solution de HCl à 0.05N jusqu'à la disparition de la coloration rose.

### **III.5 Caractérisation du sol**

#### **III.5.1 Origine du sol**

Le sol utilisé dans le cadre de notre étude provient de la décharge de Boulimat située sur un versant d'exposition Nord-Ouest à 18 Km de Bejaïa et distant d'environ 100 m de la mer.

Le choix de ce sol a été motivé par ce que tous les déchets organiques ou autres, précisément les déchets plastiques sont déversés dans cette décharge. Les échantillons sont prélevés à des profondeurs de 10 à 20 cm, recueillis dans des sachets en plastique et acheminés au laboratoire.



### III.5.2 Préparation du sol

Le sol est séché à l'air libre pendant une semaine puis tamisé avec un tamis de diamètre de 2 mm des mailles. La fraction fine obtenue a subi un ensemble d'analyses physico-chimiques dans le but de déterminer ses principales caractéristiques.

### III.5.3 Détermination de l'humidité du sol

La détermination de l'humidité se réfère à la perte de poids du sol frais après l'avoir séché à l'air libre pendant une semaine.

A cet effet l'échantillon du sol est pesé dans son état humide, desséché puis pesé à nouveau. La différence de poids est exprimée en pourcentage.

$$H (\%) = \frac{P_F - P_S}{P_S} \times 100$$

Avec :

H : Humidité.

P<sub>F</sub> : Poids frais

P<sub>S</sub> : poids sec.

### III.5.4 pH du sol

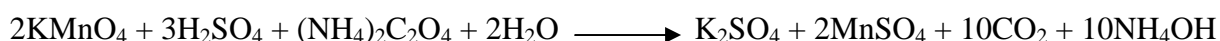
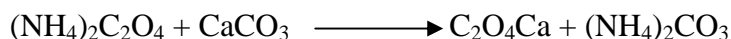
Le pH du sol est déterminé par la méthode électrométrique sur une suspension aqueuse de terre dont le rapport (eau distillée / sol) est de (5 / 1). Le pH de cette solution se situe entre 6 et 8.

#### Mode opératoire

5 g de terre séchée à l'air libre sont placés dans un bêcher de 100 ml auxquels sont ajoutés 25 ml d'eau distillée bouillie. Après agitation de la suspension pendant quelques minutes à l'aide d'un agitateur, on laisse la solution 15 minutes au repos. Après mesure du pH de la suspension, on ajoute 0,93 g de KCl pur à la suspension aqueuse précédente mise sous agitation pendant une minute pour dissoudre le sel, puis on détermine le pH<sub>KCl</sub>.

### III.5.5 Dosage du Calcaire actif

C'est la partie la plus fine du  $\text{CaCO}_3$  total. Elle est déterminée par la méthode de Drouineau-GALLET. L'extraction est effectuée par l'oxalate d'ammonium qui forme avec le calcaire, l'oxalate de calcium insoluble. L'excès d'oxalate d'ammonium est dosé par une solution de permanganate de potassium de titre connu en milieu sulfurique [22].



Le pourcentage du calcaire actif est calculé comme suit:

$$\text{CaCO}_3 \% = 5 \times (\text{V}_2 - \text{V}_1)$$

Avec

$\text{V}_2$ : Volume de  $\text{KMnO}_4$  qui oxyde l'oxalate d'extraction.

$\text{V}_1$ : Volume de  $\text{KMnO}_4$  qui oxyde l'oxalate d'ammonium seul.

### Mode opératoire

Dans un Erlenmeyer de 500 ml, on introduit 1,25 g de sol puis on ajoute 125 ml d'oxalate d'ammonium. Après agitation durant deux heures on filtre le contenu de l'Erlenmeyer (le filtrat doit être parfaitement limpide).

On prélève 5 ml du filtrat qu'on verse dans un Erlenmeyer de 500 ml, après on ajoute 5 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (4N) et 5 ml d'eau distillée. Après on chauffe légèrement ( $60-70^\circ\text{C}$ ) avec agitation magnétique et au titrage par  $\text{KMnO}_4$  (0,1). Titrer de la même façon 5 ml de l'oxalate d'ammonium en excès par  $\text{KMnO}_4$  jusqu'à obtention d'une couleur rose persistante.

### III.5.6 Dosage de la matière organique du sol

Le carbone organique du sol est dosé par la méthode (Ann ,1945) modifiée. La matière organique contenue dans le sol est oxydée à chaud en CO<sub>2</sub> par un mélange de bichromate de potassium et d'acide sulfurique concentré. L'excès de bichromate de potassium est dosé à froid par une solution de sel de MOHR de titre connu [22].

Le taux de matière organique est exprimé par la formule suivante :

$$\text{MO \%} = \text{C \%} \times 1,72$$

C % : la différence des tombées de burette en sel de MOHR entre témoin et notre échantillon est due au carbone de prise d'échantillon et on fait la correction en multipliant par 1,72, par ce que le carbone est oxyde à 98 %.

Le carbone est oxydé à chaud en CO<sub>2</sub> par un mélange de bichromate de potassium et d'acide sulfurique. Le bichromate en excès est titré à froid par la solution réductrice de sels de MOHR.

#### Mode opératoire

On pèse 0,25 g de sol fin broyé qu'on met dans un ballon de 250 ml à col rodé muni d'un réfrigérant ascendant. On ajoute 10 ml de bichromate de potassium à (8 %) et 15 ml d'acide sulfurique concentré. On fait bouillir durant 5 minutes, après condensation de la première goutte, on laisse refroidir, on transverse quantitativement dans une fiole jaugée de 200 ml, et on ajuste avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge.

#### Dosage

On introduit 20 ml de la solution dans un bécher 500 ml auquel on ajoute 150 ml d'eau distillée, une pincée de NaF et 5 à 8 gouttes de diphénylamine. On titre à froid le bichromate en excès à l'aide du sel de MOHR (0,2 N). La solution passe par les couleurs suivantes : brune, noirâtre, violet, puis vert. On procède de la même façon à un témoin (10 ml de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> + 15 ml d'acide sulfurique) en remplaçant la terre par du sol calciné.

### III.5.7 Granulométrie

L'objectif de l'analyse granulométrique est de déterminer la composition du sol, en classant les particules selon les dimensions définies. L'association internationale de la science des sols a proposé en 1926 l'échelle d'ATTERG, les sols sont séchés puis tamisés sont classés dans le tableau-2 [23].

**Tableau 2** : Les éléments minéraux.

Les sols	Dimensions
Sable grossiers (SG)	2 mm < $\emptyset$ > 0,2 mm
Sable fin (SF)	0,2 mm < $\emptyset$ > 0,05 mm
Limons grossiers (LG)	0,05 mm < $\emptyset$ > 0,02 mm
Limons fins (LF)	0,02 mm < $\emptyset$ > 0,002 mm
Argiles	$\emptyset$ < 0,002 mm

### III.6 Méthodes de caractérisations

#### III.6.1 Spectroscopie IRTF

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IR-FT) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet à travers la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques d'effectuer l'identification des fonctions chimiques présentes dans le matériau.

Sous l'action d'une radiation lumineuse (dont l'énergie est liée à sa fréquence), une molécule peut passer d'un état d'énergie  $E_1$  vers un état d'énergie supérieure  $E_2$ . Les radiations infrarouges de fréquences (nombre d'ondes) comprises entre 4000-400  $\text{cm}^{-1}$  sont absorbées par une molécule affectant l'énergie de vibration des liaisons de ces molécules. Toutes les vibrations ne donnent pas lieu à une absorption, cela va dépendre aussi de la géométrie de la molécule et en particulier de sa symétrie. Pour une géométrie donnée on peut déterminer les modes de vibration actifs en infrarouge grâce à la théorie des groupes. La position de ces bandes d'absorption va dépendre, en particulier, de la différence d'électronégativité des atomes et de leur masse. Par conséquent, à un matériau de composition

chimique et de structure donnée va correspondre un ensemble de bandes d'absorption caractéristiques permettant d'identifier le matériau :

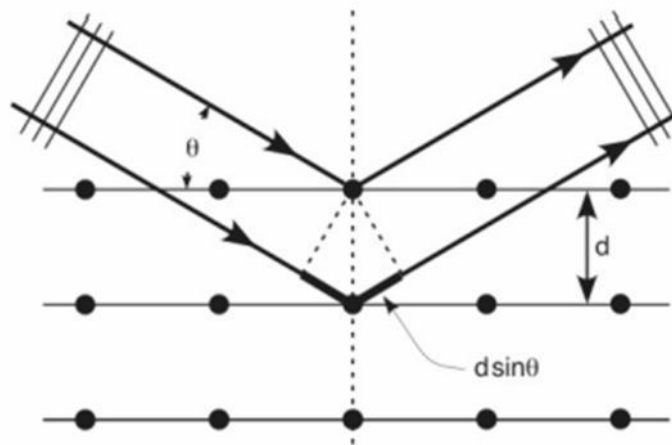
- Qualitativement : Les longueurs d'onde que l'échantillon absorbe, sont caractéristiques des groupes chimiques présents dans le matériau analysé.

Des tables permettant d'attribuer les absorptions aux différents groupes chimiques présents.

- Quantitativement : L'intensité de l'absorption, à la longueur d'onde caractéristique, est reliée à la concentration du groupe chimique responsable de l'absorption par la relation de Beer Lambert [24].

### III.6.2 Diffraction des rayons X

Soumis à un faisceau de rayons X, un échantillon cristallin renvoie des faisceaux diffractés dont les écarts angulaires avec le faisceau incident renseignent sur les plans cristallins qu'il contient et leurs distances caractéristiques. Ces faisceaux diffractés sont localisés soit à l'aide de plaques photographiques, soit à l'aide de détecteurs adaptés. Les corps cristallins sont représentés comme des assemblages de plans réticulaires parallèles dont les indices de Miller sont  $hkl$  et la distance interplanaire  $d_{hkl}$ . Du fait de la périodicité de leur structure interne, lorsqu'un faisceau de rayons X parallèle et monochromatique de longueur d'onde  $\lambda$  frappe les plans  $hkl$  sous un certain angle d'incidence  $\theta_{hkl}$ , il y a diffraction du faisceau [25].



**Figure 6** : Représentation schématique d'un faisceau de rayons X diffracté par un réseau cristallin.

Pour que les faisceaux réfléchis émergent en un mono-faisceau détectable, les conditions de diffraction à respecter sont données par la relation de Bragg qui relie l'espacement entre les plans cristallographiques ( $d_{hkl}$ ) à l'angle d'incidence.

$$2d \sin \theta = n \lambda$$

est l'angle du faisceau incident par rapport au plan réticulaire,  $\lambda$  la longueur d'onde du faisceau incident,  $n$  un nombre entier qui est l'ordre de diffraction et  $d$  est la distance interréticulaire, caractéristique du matériau.

### III.6.3 Mesure de la perte de masse

Cette méthode est basée sur la pesée de l'échantillon avant et après exposition aux facteurs ou éléments étudiés (dans notre cas, il s'agit de la biodégradation dans le sol).

La perte de masse a été calculée est calculée avec la relation suivante :

$$m(\%) = \left[ \frac{(m_i - m_f)}{m_i} \right] * 100$$

Où  $m_i$  et  $m_f$  représentent la masse des films de polypropylène avant et après biodégradation, respectivement.



**Figure 7 :** balance électronique.

## IV.1 Résultats IRTF

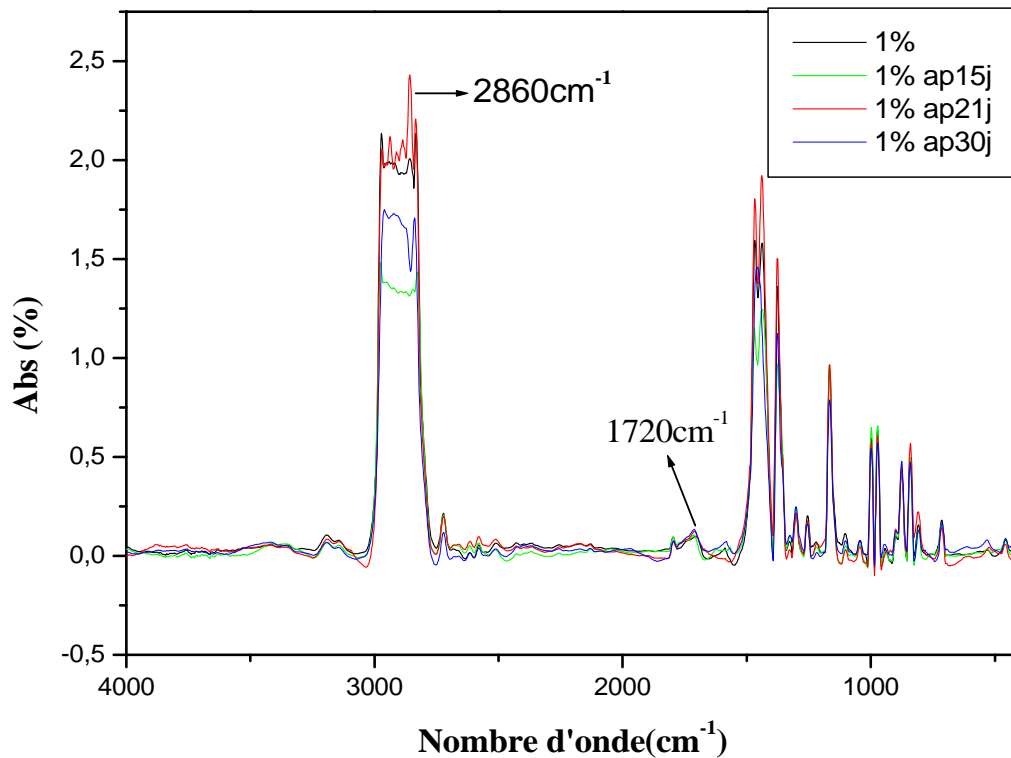
- **Caractérisation des différents échantillons avant et après la biodégradation**  
**Spectroscopie IRTF**

**Tableau 3:** les principales bandes d'absorption caractéristiques du PP.

Nombre d'onde ( $\text{cm}^{-1}$ )	Attribution
[1815 -1646]	Bande caractéristique du groupement carbonyle (C=O).
[3047 -2860]	Bande caractéristique du groupement méthylique ( $\text{CH}_2$ ).
[3711 -3135]	Bande caractéristique du groupement hydroxyle (OH).

Les figures ci-dessous représentent les spectres IRTF des films de PP à (1%, 2% et 3% de stabilisant), et montrent les changements qui ont lieu des films de PP avant et après le processus de la biodégradation dans le sol dans le domaine  $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ . On peut repérer sur chaque spectre les principaux pics et bandes d'absorption.



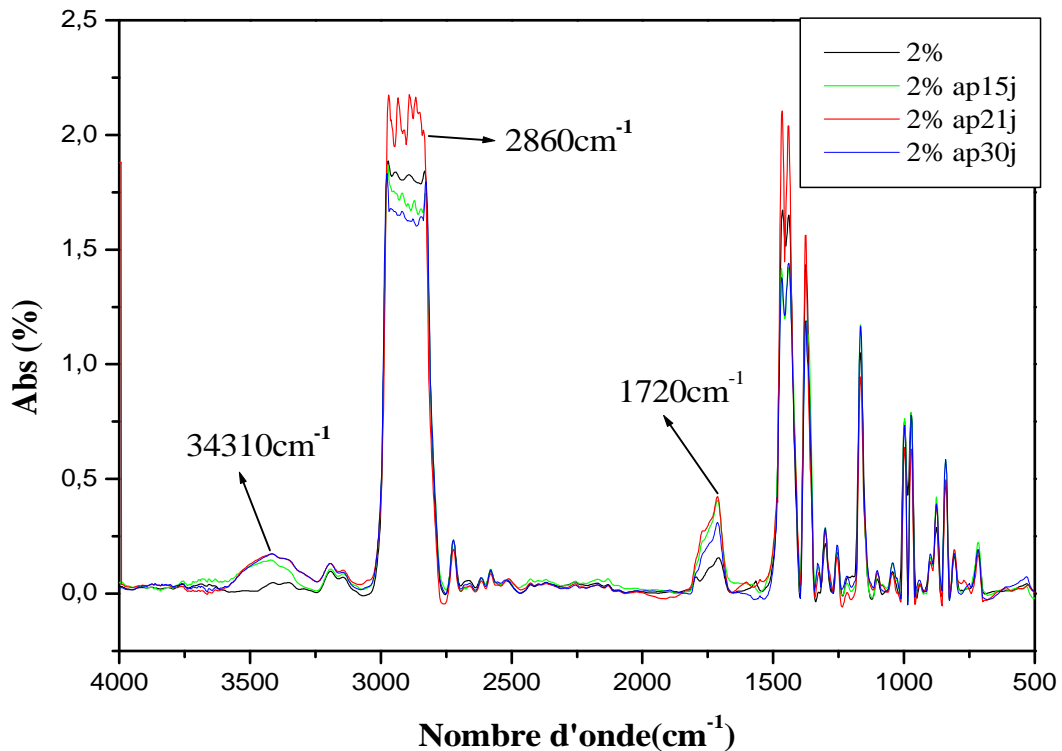


**Figure 8 :** Spectres IRTF des films PP à 1% de stabilisant avant et après différentes durées d'enfouissement dans le sol dans le domaine 4000-400 cm<sup>-1</sup>.

Le spectre d'absorption en IRTF des films de PP à 1% de stabilisant montre :

- Une bande d'absorption à 1720cm<sup>-1</sup>, caractéristique des groupements carbonyle (C=O).
- Une bande d'absorption à 2860cm<sup>-1</sup>, caractéristique des groupements méthyliques (CH<sub>2</sub>).

Les bandes d'absorption des groupes carbonyle et hydroxyle existaient avant l'enfouissement dans le sol, ce sont les produits de la thermo-oxydation des échantillons à 60°C, suite à des scissions de chaînes. Ces bandes ne varient pas vraiment, après 30 jours dans le sol.

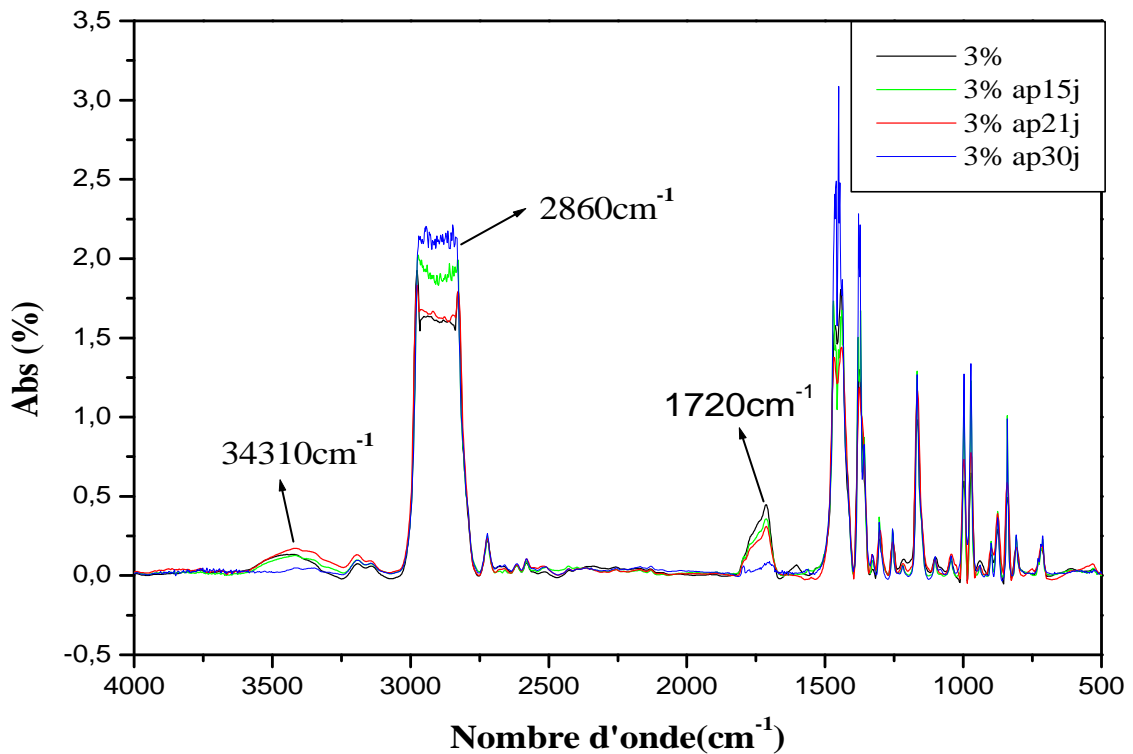


**Figure 9:** Spectres IRTF des films PP à 2% de stabilisant avant et après différentes durées d'enfouissement dans le sol dans le domaine 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ .

Le spectre d'absorption en IRTF des films de PP à 2% de stabilisant montre :

- Une bande d'absorption à  $1720\text{cm}^{-1}$ , caractéristique des groupements carbonyle (C=O).
- Une bande d'absorption à  $2860\text{cm}^{-1}$ , caractéristique des groupements méthyliques ( $\text{CH}_2$ ).
- Une bande d'absorption à  $3431\text{cm}^{-1}$ , caractéristique des groupements hydroxyde (OH).

Pour les échantillons à 2% de stabilisant, on remarque une augmentation de la bande des hydroxyles au cours du temps. Par contre la bande caractéristique des carbonyles augmente au début, puis diminue à 30 j d'enfouissement dans le sol. Cette disparition des groupements CO est généralement attribuée à une possibilité de leur assimilation par les micro-organismes présents dans le sol [26].



**Figure 10 :** Spectres IRTF des films PP à 3% de stabilisant avant et après différentes durées d'enfouissement dans le sol dans le domaine 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ .

Le spectre d'absorption en IRTF des films de PP à 3% de stabilisant montre :

- Une bande d'absorption à  $1720\text{cm}^{-1}$ , caractéristique des groupements carbonyles (C=O).
- Une bande d'absorption à  $2860\text{cm}^{-1}$ , caractéristique des groupements méthyliques ( $\text{CH}_2$ ).
- Une bande d'absorption à  $3431\text{cm}^{-1}$ , caractéristique des groupements hydroxyles (OH).

La figure 11 montre une diminution de l'intensité de la bande localisée à  $1815\text{-}1646\text{ cm}^{-1}$  correspondants aux groupements carbonyles par rapport au cours du temps l'enfouissement dans le sol.

Pour évaluer la dégradation des films de PP, nous avons utilisé l'indice de carbonyle qui correspond au rapport de l'absorbance du groupe carbonyle (C=O) dans la région (1815-1646  $\text{cm}^{-1}$ ) sur l'absorbance des groupe méthyle ( $\text{CH}_2$ ) dans la région (3047 - 2860  $\text{cm}^{-1}$ ).

- **L'indice de carbonyle**

L'indice de carbonyle est une mesure de la concentration des groupes carbonyles dans les films de polypropylène lors de la biodégradation.

$$\text{Indice de carbonyle(IC)} = \frac{A_{(\text{C}=\text{O})}}{A_{(\text{CH}_2)}}$$

$A_{(\text{C}=\text{O})}$  : absorption des carbonyles (bande de localisée dans la région (1815-1646  $\text{cm}^{-1}$ ).

$A_{(\text{CH}_2)}$  : absorption de référence de groupement méthyliques dans la région (3047.5-2860  $\text{cm}^{-1}$ ).

Les résultats son portés dans les tableaux ci-dessous :

**Tableau-4** : Indice de carbonyle de l'échantillon de polypropylène de 1% de stabilisant.

Echantillon	1%	1% après 15j	1% après 21j	1% après 30j
$A_{(\text{C}=\text{O})}$	1,087	1,033	1,023	1,046
$A_{(\text{CH}_2)}$	3,93	3,14	3,92	3,29
IC	0,276	0,328	0,260	0,317

**Tableau 5 :** Indice de carbonyle de l'échantillon de polypropylène de 2% de stabilisant.

Echantillon	2%	2% après 15j	2% après 21j	2% après 30j
A <sub>(C=O)</sub>	1,25	1,44	1,56	1,35
A <sub>(CH<sub>2</sub>)</sub>	3,73	3,51	4,15	3,68
IC	0,335	0,411	0,346	0,366

**Tableau 6 :** Indice de carbonyle de l'échantillon de polypropylène de 3% de stabilisant.

Echantillon	3%	3% après 15j	3% après 21j	3% après 30j
A <sub>(C=O)</sub>	1,62	1,36	1,04	0,8
A <sub>(CH<sub>2</sub>)</sub>	4,57	3,52	3,61	2,19
IC	0,354	0,386	0,288	0,362

La variation du taux de carbonyle durant les 30 jours n'est pas importante pour l'ensemble des échantillons. Ce taux devrait par la suite, diminuer du moment que les groupements C=O seront de plus en plus assimilés par les micro-organismes, comme mentionné en littérature [26], Où l'on précise que dans le cas de l'oxo-biodégradation des polyoléfines l'indice de carbonyle augmente durant la période d'oxydation (photo-oxydation, thermo-oxydation...), et diminue pendant la période de la biodégradation dans le sol.

L'échantillon à 1 % en stabilisant a un indice de carbonyle de 0,317, qui augmente à 0,366 pour l'échantillon à 2 % en stabilisant, et qui reste pratiquement le même pour l'échantillon à 3 % en stabilisant.

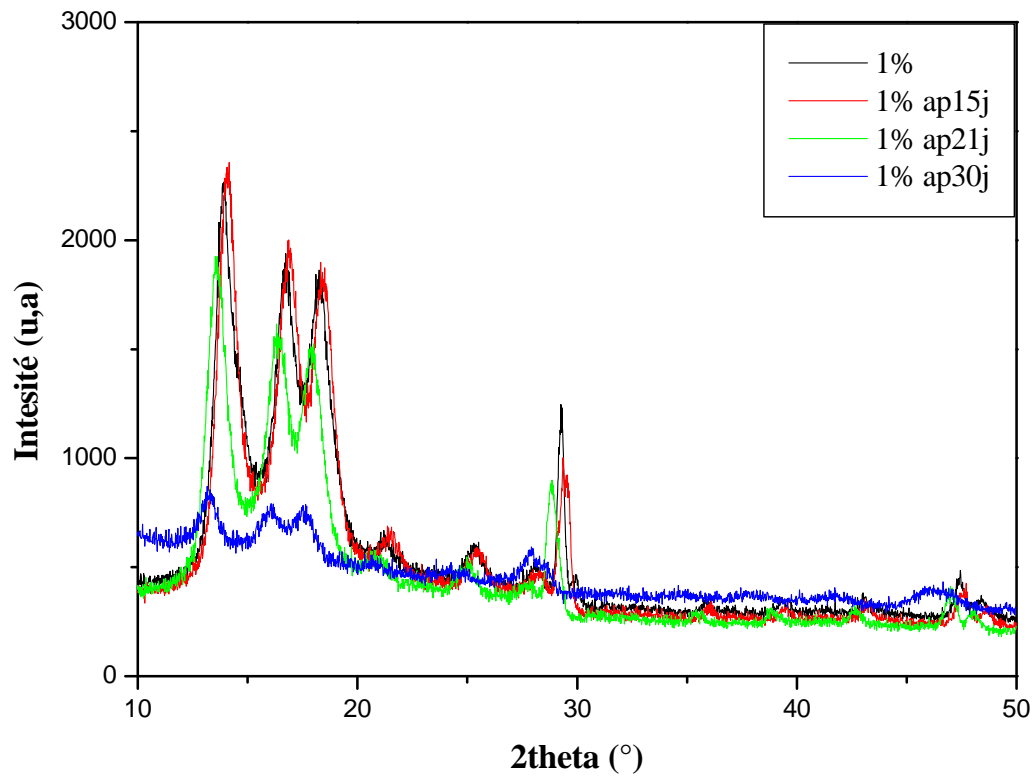
## IV.2 Résultats DRX

- **Effet de la dégradation sur la cristallinité des films PP**

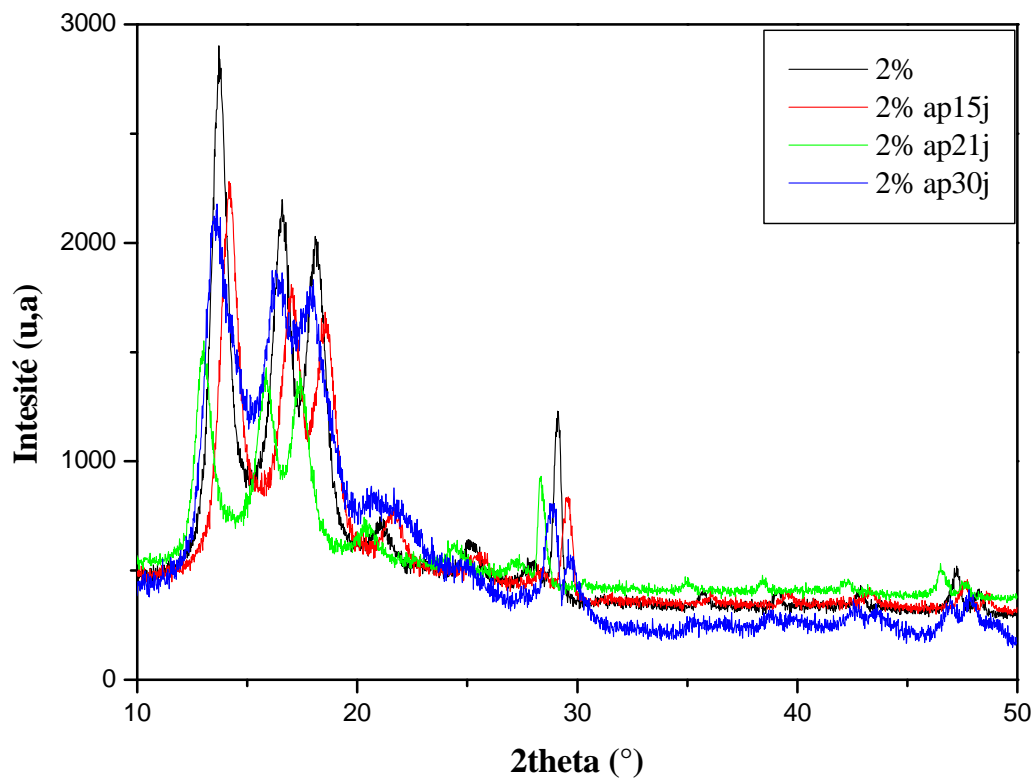
L'ensemble des échantillons a été soumis à la diffraction par rayon X. Les diffractogrammes obtenus sont représentés dans les figures 12,13 et 14.

La phase amorphe se manifeste par des régions larges et dispersées, par contre la phase cristalline est représentée par des pics de diffraction très fins et intenses.

Les diffractogrammes des différents échantillons montrent une structure semi-cristalline du polypropylène.

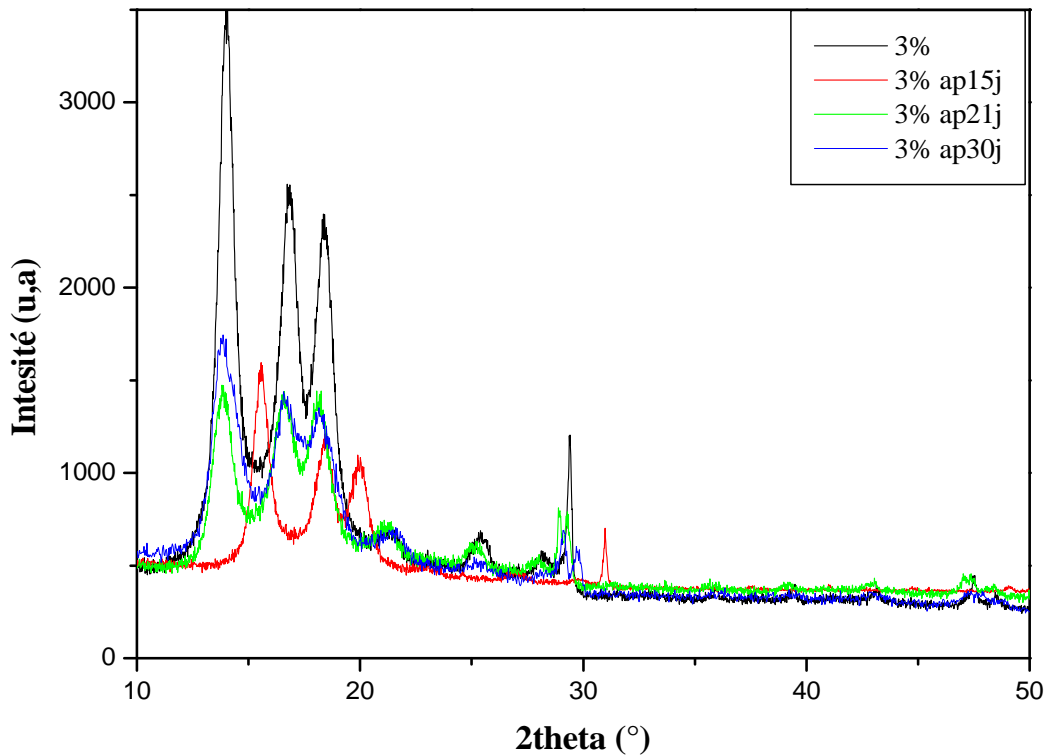


**Figure 11:** Diffractogrammes de diffraction des rayons X pour les films PP à 1% de stabilisant avant et après l'enfouissement dans le sol.



**Figure 12 :** Diffractogrammes de diffraction des rayons X pour les films PP à 2% de stabilisant avant et après l'enfouissement dans le sol.





**Figure 13 :** Diffractogrammes de diffraction des rayons X pour les films PP à 3% de stabilisant avant et après l'enfouissement dans le sol.

La figure 12,13 et14 représente les diffractogrammes de diffraction des rayons X pour les films de PP à (1%, 2% et 3% de stabilisant) avant et après différentes durées d'enfouissement dans le sol.

Les films de PP à (1%, 2% et 3% de stabilisant) après 30 jours de dégradation, présentent des pics à  $2\theta = 14^\circ$ ,  $2\theta = 16^\circ$  et  $2\theta = 18^\circ$  ces pics sont caractéristiques du polypropylène syndiotactique. On observe l'apparition de nouveaux pics après l'enfouissement dans le sol avec des intensités faibles, et on remarque aussi la diminution de l'intensité des pics centrés à  $2\theta = 29^\circ$  qui signifie la diminution de la phase cristalline.

Pour évaluer on a déterminé le taux de cristallinité et les résultats obtenus sont représentés sur la figure 15.

- **Le taux de cristallinité**

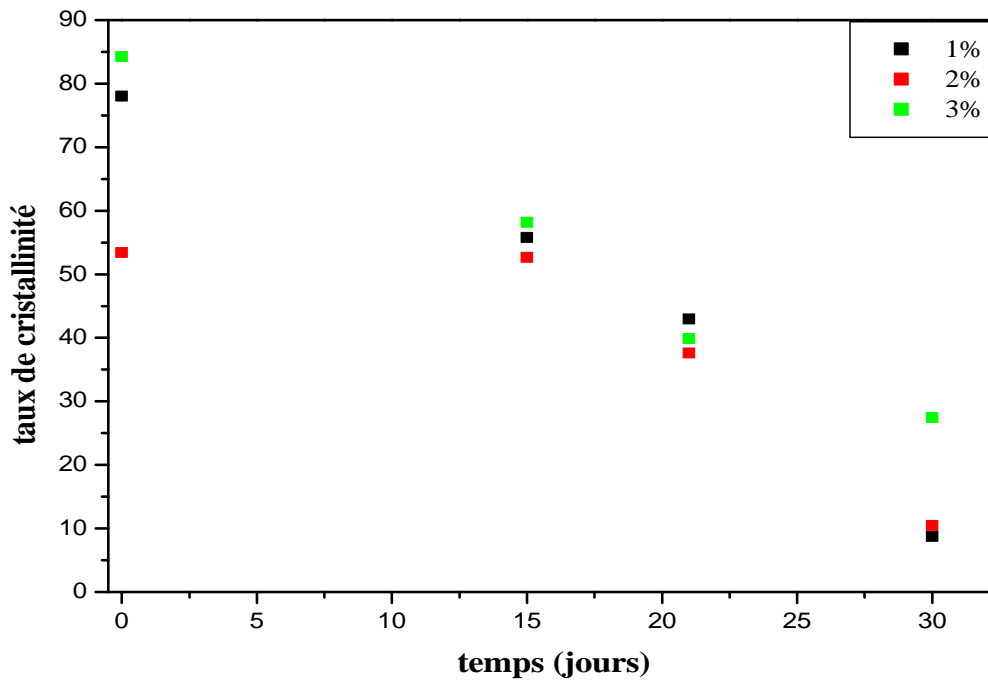
En règle générale la biodégradation s'effectue d'abord dans la phase amorphe donc l'organisation structurale du polymère a une influence sur sa capacité à être dégradé.

Le taux de cristallinité est calculé d'après la formule suivante :

$$X_C = \frac{A_C}{A_C + A_a}$$

$X_C$  : c'est le pourcentage de cristallinité.

$A_C$  : aire de la région cristalline, et  $A_a$  : air de la région amorphe.



**Figure 14** : Evolution de taux de cristallinité des films PP à (1%,2% et 3%stabilisant) en fonction du temps (jours).

La figure 15 représente le taux de cristallinité des films PP à (1%, 2% et 3 % de stabilisant) en fonction de temps d'enfouissement dans le sol. On remarque la diminution de taux de cristallinité au cours du temps d'enfouissement dans le sol pour l'ensemble des échantillons, ce qui est conforme à la littérature [27]. Le taux de cristallinité diminue avec la diminution du pourcentage de stabilisant.

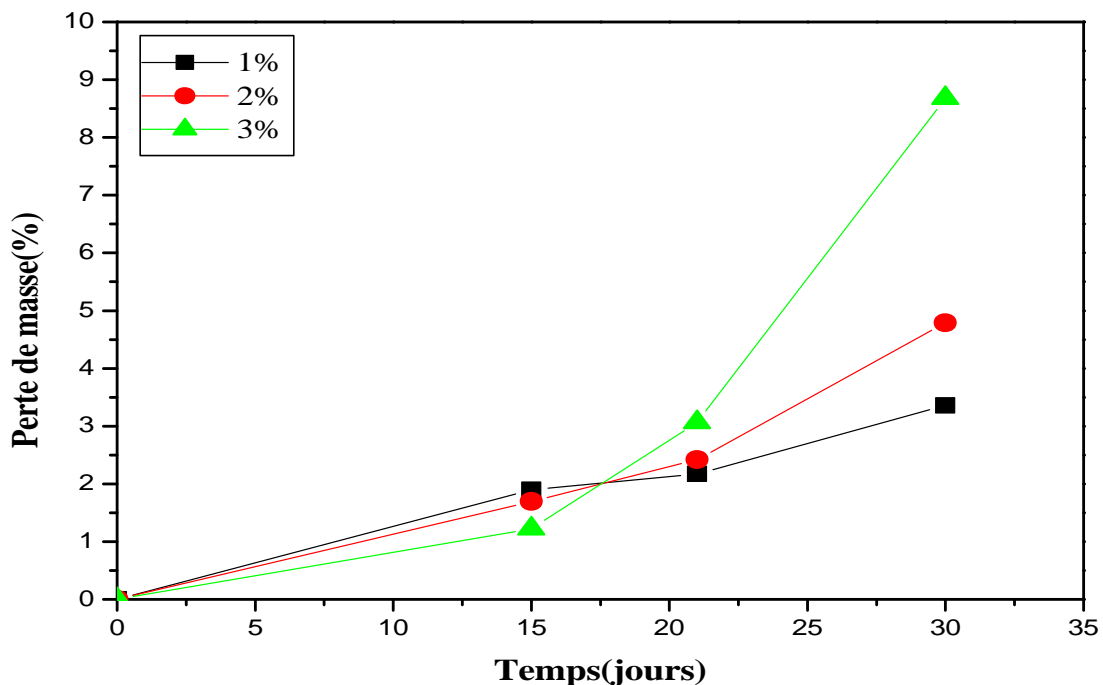
### IV.3 La perte de masse

Le pourcentage de perte de masse est calculé en utilisant la relation :

$$m(\%) = \left[ \frac{(m_i - m_f)}{m_i} \right] * 100$$

Où :  $m_i$  est la masse des films du polypropylène avant biodégradation et  $m_f$  est la masse des films de polypropylène après biodégradation.

Les résultats obtenus sont représentés sur la figure ci –dessous.



**Figure 15:** Evolution de la perte de masse en fonction du temps de biodégradation.

La figure représente l'évolution de la perte de masse des échantillons de PP à (1%, 2%, et 3% de stabilisant).

On remarque une augmentation de la perte masse pour les différents échantillons, au cours du temps d'enfouissement dans le sol. Ceci est attribué au mécanisme de dégradation qui s'effectue par scission de chaînes.

Jusqu'à 17 jours, la perte de masse augmente de la même manière pour les tous les échantillons à différents taux de stabilisant. Au-delà de cette période la perte de masse devient importante et proportionnelle au taux de stabilisant.

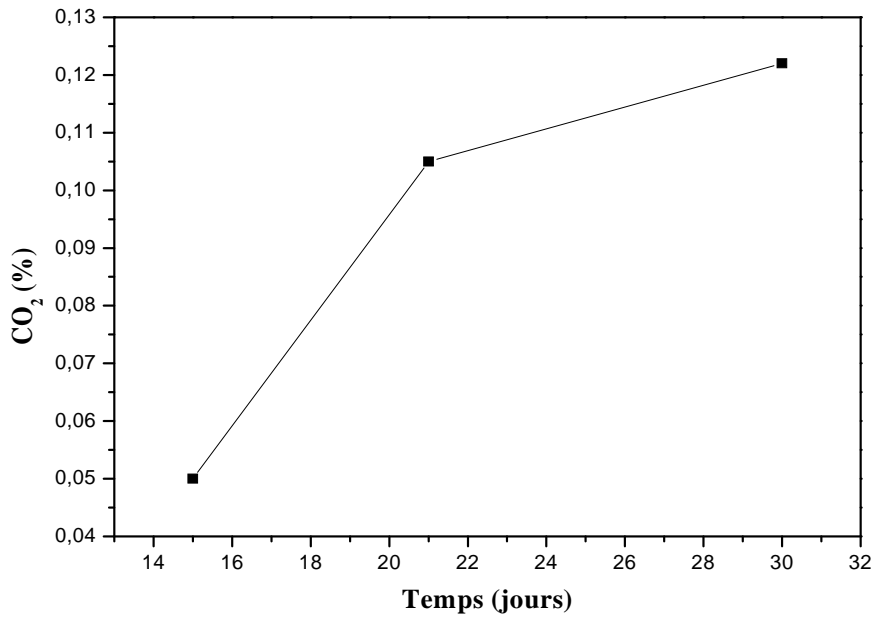
#### IV.4 Détermination du pourcentage de dioxyde de carbone

La détermination de la quantité de dioxyde de carbone se fait par calcul (si la composition chimique est bien établie) ou par analyse élémentaire. Le pourcentage de dioxyde de carbone dégagé est calculé comme suit :

$$\text{C} + \text{O}_2 \rightarrow \text{CO}_2$$
$$\text{CO}_2 (\%) = \frac{0.05N \times V_{\text{HCl}} \times 12}{Y} \times 100$$

Où Y est le pourcentage de carbone dans le sol (C%).

La figure suivante représente le pourcentage de CO<sub>2</sub> dégagé au cours du temps d'enfouissement dans le sol.



**Figure 16:** Pourcentage de CO<sub>2</sub> dégagé après enfouissement dans le sol.

On note une augmentation du pourcentage de CO<sub>2</sub> dégagé dans le sol au cours du temps. Ceci confirme le début de la minéralisation des échantillons.

On obtient un taux de CO<sub>2</sub> faible, mais ce résultat est conforme à la littérature [28]. Ou la vitesse de formation de CO<sub>2</sub> devient plus grande à partir de 24 jours pour un échantillon de polyéthylène (PE) contenant un additif oxo-biodégradable.

## Conclusion

---

Ce présent travail a pour objectif l'étude la biodégradation dans le sol, de sacs tissés oxo-biodégradables à base de polypropylène, à 1%, 2% et 3% de stabilisant et 1% en agent oxydant. Ces échantillons ont déjà subi un traitement thermique dans l'étuve à 60°C pendant 1458 heures d'exposition.

- Le dosage du dioxyde de carbone a permis d'évaluer le taux de CO<sub>2</sub> dégagé lors de l'enfouissement dans le sol.
- La spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier a montré des pics caractéristiques des groupes hydroxyles et carbonyles.
- L'indice de carbonyle varie légèrement avec le temps et augmente avec le taux de stabilisant.
- La diffraction des rayons X a permis de déterminer le taux de cristallinité des films de polypropylène durant le temps d'enfouissement dans le sol. Celui-ci décroît avec la diminution du pourcentage en stabilisant.
- La perte de masse augmente avec le temps et le taux de stabilisant.

Suite à ces résultats, il est important de :

- continuer la dégradation dans le sol pour une plus grande durée.

## Références bibliographiques

---

- [1] DJEELLALI Souad, Thèse de Doctorat, « Elaboration, caractérisation et biodégradabilité des mélanges PEBD/PLA et PEBD/EGMA/PLA », Université FERHAT ABBAS SETIF (2014).
- [2] T.C.CHUNG. Synthesis of functional polyolefin copolymers with graft and block structures. Prog. Polym. Sci . Vol 27, 39-85 (2007).
- [3] Jaykisor Pal, Anup Ghosh, Harpal Singh. Environmentally degradable LLDPE/esterified styrene maleic anhydride (ESMA) blends. Europ. Polym. J, Vol 44, 1261-1274(2008).
- [4] B. Singh, N. Sharma. Mechanistic implications of plastic degradation. Polym. Degrad. Stab. Vol 93 , 561-584(2008).
- [5] MURALI Mohan Reddy, Doctora thesis, «Oxo-biodegradation of Polyethylene», RMIT University ,( 2008).
- [6] AIT BRAHAM Nawal et ALLAOUA Djamel, Mémoire de Master, « Elaboration et étude de sacs oxo-biodégradable à différents taux de stabilisant », Université A.MIRA de Bejaia, (2014).
- [7] BOUTERFA Meriem, mémoire de magister. « Etude de la détermination du paramètre d'interaction entre deux polymères par voie mécanique "effet du compatibilisant sur ce paramètre" », Université FERHAT ABBAS SETIF, (2011).
- [8] Gbeuli Guero. Pour l'obtention de la maîtrise en génie mécanique. Étude du vieillissement physique et chimique polypropylène, Université du QUEBEC,(2006).
- [9] TOURTA Nassira, Mémoire de Magister, « Etude de la biodégradation des films de polyéthylène basse densité à usage agricole », Université Hadj Lakhdar de Batna (2012).
- [10] LEFAUX Sandra, thèse de doctorat, « Biodégradation de films polymères à usage agricole : caractérisation physico-chimique des résidus et identification biomoléculaire des bactéries actives », Université de MAINE, (2005).
- [11] ADEME, Note de Synthèse I, Biodégradabilité et matériaux polymères biodégradables(2005).
-

## Références bibliographiques

---

[12] Antoine Longieras, Thèse de Doctorat, « Mise au point d'un milieu solide inerte pour l'étude de la biodégradation des polymères dans le compost », Université de Reims Champagne Ardenne (2005).

[13] Gerald Scott, « Consultation to the polymer industry », The philosophy and practice of degradable plastics, Aston University, Birmingham (2005).

[14] David M. Wiles, Gerald Scott, « Polyolefins with controlled environmental degradability », Polymer degradation and stability, Vol 91, 1581-1592(2006).

[15] Marek Orhan, Jasna Hrenovice, et Hanife Byyukgungor, « Biodégradation of plastic compost bags under controlled soil condition », Acta Chim. Slov, Vol 51., 579-588(2004).

[16] Taylor et Francis, A Review of Plastic Waste Biodégradation, « Critical Reviews in Biotechnology », Vol 25,243-250 (2005).

[17] Pierre Feuilloey, Guy César, Ludovic Benguigui, Yves Grohens, Isabelle Pillin, Hillin Bewa, Sandra Lefaux, and Mounia Jamal, « Degradation of Polyethylene Designed for Agricultural Purposes », Journal of Polymers and the Environment, Vol 13, N° 4( 2005).

[18] Sophie Grima, Thèse de Doctorat, « Biodégradation de matériaux polymères à usage agricole : étude et mise au point d'une nouvelle méthode de test, analyse des produits de dégradation et impact environnemental », Université de Toulouse(France) (2002).

[19] A. Ammala et al. An overview of degradable and biodegradable polyolefins. Progress in Polymer Science Vol 36 ,1015–1049(2011).

[20] BERRANEM Mahrez, Mémoire de magister, « etude de vieillissement sur les propriétés physiques et mécaniques du polyéthylène a basse densite(PEBD), Université de Badji Mokhtar(2010).

[21] D5988-03, Standart test method for detemining aearobic biodegradation in soil of plastic materials or residual plastic materials after composting, copyright by ASTM int'l (all rights reserved) (2010).

[22] R.MOREL ; « Les sols cultivés », Tech et Doc Lavoisier, Paris, (1989).

[23] F. Gugumus, polymer degradation and stability 912499-2512, (2006).

---



## Références bibliographiques

---

- [24] J. P. Deng, W. T. Yang, B.Ranby. Surface photografting polymeisation of vinyl acetate, maleic anhydride, and their charge transfer complex II.J. App. Pol. Sci. Vol 77, 1522-1531, (2000).
- [25] R. Jenkins, R. L. Snyder, Introduction to X-ray Powder Diffractometry, John Wiley and Sons, New York, (1996).
- [26] A. Ammala, S. Batemam, K .Dean, E. Petinakis, P .Sangwan , S .Wong, Q .Yuan, L .Yu, C. Partick, K. H. Leong,« An overview of degradable and biodegradable polylefines», progress polymer science,VOL 36,1015-1049(2011).
- [27] L. Contat-Rodrigo, thermal «Caracterisation of oxo-biodegradation of polypropylene containing a pro-oxydant/pro-degradant additive» polymer degradation and stability, Vol 29, 2117-2124 (2013).
- [28] O. Yash chuk, F.S.Portillo, E.B. Hermida «Degradation of polyethelene filmsamples containimg oxo-biodegradable additives », procedia materials science , Vol 1, 439-445(2012).
-

## Caractérisation du sol

**Tableau 7** : Principales caractéristiques physico-chimiques du sol.

	<b>Caractéristiques</b>	<b>Résultats</b>
<b>Analyses physiques</b>	Argile	0 %
	Limons fins	27 ,62 %
	Limons grossiers	6, 3 %
	Sable fins	15,18 %
	Sable grossier	50,9 %
	Texture	LS (limoneuse-sableuse)
	Humidité	19 %
<b>Analyses chimiques</b>	pH (eau)	7,8
	PH (KCl)	7,88
	Calcaire actif	8,5 %
	Carbone organique	3,7 %
	Matières organiques	6,36 %

### L'échantillon témoin (du sol) :

De la même manière, on introduit 1000g de sol au fond du dessiccateur, on lui ajoute un volume de 5ml de la solution de phosphate d'ammonium  $[(NH_4)_3PO_4]$ , et de l'eau distillée pour amener la teneur en humidité du sol à 29%. Après mélange, on place sur la plaque perforée deux béchers, l'un contient 50ml d'eau distillée et l'autre 20ml de la solution d'hydroxyde de potassium KOH à 0.5N, et on ferme le dessiccateur. On utilise une pompe à vide pour éjecter l'air contenu dans le dessiccateur.

La solution de KOH est retirée dans des intervalles de temps bien déterminés, et est titrée avec la solution de HCl à 0.5N.

Les résultats sont portés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau 9:** Volume de HCl durant les différents temps d'incubation pour l'échantillon témoin.

Temps d'incubation (échantillon témoin)	15jours	21jours	30 jours
Volume de HCl (ml)	9	17	17

**Tableau 10 :** taux de cristallinité des échantillons de polypropylène à (1%, 2%, 3% de stabilisant).

Echantillon	Taux de cristallinité $X_C$ (%)			
	Avant	Après 15j	Après 21j	Après 30j
1%	78,04	55,78	42,93	8,73
2%	53,40	52,66	37,61	10,45
3%	84,22	58,17	39,87	27,4

---

## *RESUME*

La biodégradation des polymères est une conséquence de l'action enzymatique conduisant à des changements dans la structure, la morphologie et la composition chimique.

Les films de polypropylène sont difficilement biodégradables dans les conditions naturelles, ces derniers ont subi un traitement thermique dans l'étuve à 60°C pendant 1458 heures d'exposition, avant de procéder à l'enfouissement dans le sol.

Les films de PP oxydés ont été analysés d'une part, par la spectroscopie IR à transformée de Fourier. Au cours de cette étude, nous avons observé que les bandes d'absorption des groupements carbonyle augmentent régulièrement avec le temps dans l'environnement abiotique. Le pic du carbonyle diminue lentement.

D'autre part, les films de polypropylène ont été analysés par diffraction des rayons X. Au cours de cette analyse nous avons remarqué la disparition des pics et la formation d'autres pics, ce qui caractérise cette dégradation.

Au cours de notre étude de la biodégradation, on a remarqué que la biodégradation des films de polypropylène est très lente et nécessite des temps d'enfouissement longs.

# *INTRODUCTION*

# *CHAPITRE I*

# *CHAPITRE II*

# *CHAPITRE III*



# *CHAPITRE IV*

# *CONCLUSION*

# *ANNEXES*

*REFERENCES*  
*BIBLIOGRAPHIQUES*