

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
CENTRE UNIVERSITAIRE BELHADJ BOUCHAIB D'AIN-TEMOUCHENT
Faculté des Sciences et de la technologie
Département de sciences de la Matière.



Mémoire

Pour l'obtention du Diplôme de Master
Filière : Chimie
Spécialité : Chimie Macromoléculaire
Thème :

Synthèse et caractérisation des films biodégradables

Présenté par :

Mr. BOULADJERAF Ibrahim El Khalil

Mr. NEGUADI Alaeddine

Soutenu le : ..06/2022.

Devant le jury composé de :

<i>Mr BOUSALEM Smain</i>	<i>Professeur</i>	<i>Univ .Ain Temouchent.B.B</i>	<i>Présidente.</i>
<i>Mr BELDJILLALI Mohammed</i>	<i>MAA</i>	<i>Univ .Ain Temouchent.B.B</i>	<i>Examineur.</i>
<i>Mr BELARBI Lahcen</i>	<i>Professeur</i>	<i>Univ .Ain Temouchent.B.B</i>	<i>Encadrant.</i>
<i>Melle Yousfi Fatima</i>	<i>Doctorante</i>	<i>Univ .Ain Temouchent.B.B</i>	<i>Invité</i>

Année universitaire : 2021/2022

Remerciements

Nous tenons à remercier Dieu qui nous a offert la force et la patience pour accomplir ce présent travail.

On a l'honneur de remercier notre encadreur professeur BELARBI Lahcen pour, nous avoir proposé ce sujet et Mme YOUSFI Fatima Zahra, Doctorante à l'université d'Ain Témouchent, pour sa disponibilité, ses précieux conseils, son assistance, sa patience et sa gentillesse. Nous la remercions pour la confiance qu'elle nous a accordée pendant toute la réalisation de ce travail.

Nous voudrions adresser nos vifs remerciements aux membres du jury qui ont accepté de juger ce modeste travail :

Monsieur Boussalem Smain professeur à l'université d'Ain Témouchent et Monsieur Beldjillali Mohammed Maître assistant classe A à l'université d'Ain Témouchent

Nous remercions les ingénieurs de laboratoire d'université d'Ain Témouchent en particulier Mme BAHRIA et Mme BEKADDA OUAHIBA et Dr RAHMANI Khaled. Dr KADJAR Nadjela.

A nos AMIS et toute la promo 2021/2022, avec qui on a créé de réels liens d'amitié on les remercie pour leur présence et leur amitié.

Nos sincères remerciements reviennent naturellement à nos familles, et plus particulièrement à nos parents pour leur amour et leur soutien le plus sincère

Pour finir, nous tenons également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.



DÉDICACE

*A ma mère, que Dieu lui accorde longue vie et Mon père, que Dieu lui fasse miséricorde
Et qu'il repose en paix, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur
soutien et leurs prières tout au long de mes études,*

*A ma chère sœur Abir pour leurs encouragements permanents, et leur soutien
moral,*

*A mon cher frère, Amine pour leur appui et leur
encouragement, A mon Binôme Alaa Eddine*

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

Merci d'être toujours là pour moi.



IBRAHIM EL KHALIL



Dédicace

À la mémoire de ma grand mère Khadra

Que dieu la bénisse et qu'elle repose en paix !

Avec l'aide de Dieu Le Tout Puissant qui trace le chemin de ma vie, j'ai pu réaliser ce modeste travail que je dédie :

A mes chers parents :

Puisse Dieu, le Très Haut, leur accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte !

Que jamais je ne leur déçoive !

A mon frère : Mohammed Menaouar .

A ma Sœur : Fatima Zohra Khouloud .

A mes Tantes : Fatima et Rahma .

A mes Oncles : Mohammed (nor eddine) et Abderrahmane .

A mes cousins et cousines ; et à toute la famille Neguadi ; Bendjeffal ; et cherigui

A mes Amis ;

A mon Binôme : Ibrahim El Khalil .

Qui m'ont accompagné par leurs prières, puisse Dieu leur prêter longue vie, de son bonheur !

A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire, Merci d'être toujours là pour moi



Alaeddine

Sommaire

Introduction.....	01
-------------------	----

Chapitre I : Partie Bibliographique

Partie A : Étude Bibliographique sur les Biocomposites.....	03
---	----

I. Définitions.....	
---------------------	--

I.1 Les Composites.....	
-------------------------	--

I.2 Les Biocomposites.....	
----------------------------	--

II. Composition des biocomposites.....	
--	--

II.1 La matrice.....	04
----------------------	----

II.1.1 Définition	
-------------------------	--

II.1.2 Type de la matrice	
---------------------------------	--

II.1.3 Rôle de la matrice dans les biocomposites.....	05
---	----

II. 2. Le renfort.....	
------------------------	--

II.2.1. Définition.....	
-------------------------	--

II.2.2 Type du renfort.....	06
-----------------------------	----

II.2.3 Rôle du renfort dans les biocomposites.....	
--	--

II.3 Les charges et additifs	07
------------------------------------	----

II.3.1 Définition.....	
------------------------	--

II.3.2 Types des charges et additifs.....	
---	--

II.3.3 Rôle des charges et additifs dans les biocomposites.....	08
---	----

II.3.4 Exemples des additifs.....	09
-----------------------------------	----

III. Méthodes d'élaboration des biocomposites.....	
--	--

III.1 Voie directe en solution.....	10
-------------------------------------	----

III.2 Voie directe fondue :	
III.3 Polymérisation in-situ.....	11
VI. Performances des biocomposites.....	12
Partie B : Généralités sur les argiles.....	13
I. Définitions	
I.1 Les argiles.....	
I.2 les bentonites.....	
II. Structure des argiles.....	
III. Propriétés des bentonites.....	15
IV. Système bentonite-macromolécules.....	17
Partie C : Généralités sur la plante médicinale InulaViscosa.....	19
I. Présentation de la plante InulaViscosa.....	
II. Place dans la systématique.....	20
III. Répartition géographique d'Inulaviscosa.....	
IV. Description botanique.....	21
Liste des références.....	22

Chapitre II : Matériels et Méthodes

Partie A : Méthode d'analyse et matériaux utilisés.....	25
I. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	
II. Matériaux et produits utilisés.....	26
Partie B : Protocoles expérimentaux.....	29
I. Préparation des films d'alginate de sodium sans aucune modification	30
II. Effet du plastifiant sur les films d'alginate de sodium : Préparation des films SA-vgly.....	

III. Effet du renfort sur les films d'alginate de sodium : Préparation des films SA-vgly/BB.....	31
IV. Préparation de l'extrait aqueux de la plante InulaViscosa.....	32
IIV. Préparation des biocomposites à base de la plante InulaViscosa.....	34
Liste des références.....	36

Chapitre III : Résultats et Discussion

Partie A : Aspect des films biocomposites.....	37
I. Présentation des films d'alginate de sodium : SA seul	
II. Présentation des films d'alginate de sodium plastifiés : SA-vgly.....	
II.1 Apparence visuelle.....	
II.2 Effet du plastifiant sur les membranes d'alginate de sodium.....	38
III. Présentation des films d'alginate de sodium plastifiés et renforcés : SA-0.6gly/BB.....	
III.1 Apparence visuelle.....	
III.2 Effet du renfort sur les membranes plastifiées d'alginate de sodium.....	39
IV. Propriétés organoleptiques de l'extrait aqueux d'InulaViscosa.....	40
V. Présentation des biocomposites à base de la plante Inula.....	
Partie B : Caractérisation des composites à base de la plante InulaViscosa par spectroscopie Infrarouge.....	42
Conclusion.....	46
Résumé	

Liste des Figures

Figure N° 1 : les Matériaux Composites.....	3
Figure N° 2 : Composition d'un matériau composite	
Figure N° 3 : Types de matrice.....	4
Figure N° 4 : Les types de renfort	
Figure N° 5 : Les structures des composites : (a) fibres longues, (b) fibres courtes, (c) particules.	6
Figure N° 6 : Plastification des polymère.....	9
Figure N° 7 : Elaboration de composites à matrice polymère et renfort montmorillonite par voie directe en solution.....	10
Figure N° 8 : Elaboration de composites par voie directe en masse.....	11
Figure N° 9 : Principe de polymérisation in situ d'un composite lamellaire.....	12
Figure N° 10 : Structure des minéraux argileux.....	14
Figure N° 11 : L'organisation des particules élémentaire.....	15
Figure N° 12 : Représentation schématique d'une micelle chargée négativement.....	16
Figure N° 13 : Schéma des différentes séquences d'un polymère adsorbé sur une surface argileuse.....	18
Figure N° 14 : Photographie d'InulaViscosa.....	19
Figure N° 15 : Carte géographique d'InulaViscosa (Benyahia ,2014).	
Figure N° 16 : Photo originale d'Inula.....	20
Figure N° 17 : Spectrophotomètre Infra-Rouge à transformée de fourrier (FTIR).....	26
Figure N° 18 : caractéristiques structurales d'alginate : (a) monomères de l'acide alginique, (b) polymère d'alginate, (c) distribution des blocs.....	27
Figure N° 19 : Carte géographique de la région de récolte - Tagla (Ain Témouchent).....	29

Figure N°20 : solution filmogène de SA seule.....	30
Figure N° 21 : solution filmogène SA-0.2gly	
Figure N° 22 : Les différents échantillons de la solution filmogène de SA-vgly avant séchage.....	31
Figure N° 23 : Solution filmogène SA-0.6gly/0.5BB.....	32
Figure N°24 : séchage de la plante InulaViscosa récoltée	
Figure N°25 : Broyage de la plante « InulaViscosa» sèche.....	33
Figure N°26 : filtration sous vide du macérat	
Figure N°27 : les trois filtrats récupérés.....	34
Figure N°28 : Solution filmogène SA-0.6gly/0.5BB/Ext-aq.....	35
Figure N° 29 : Apparence visuelle des films SA seul	
Figure N° 30 : Apparence visuelle des films SA-0.6gly.....	37
Figure N°31 : Apparence visuelle des films SA-0.6gly/0.20BB.....	39
Figure N° 32 : Apparence visuelle des films SA-0.6gly/0.20BB/2.0Ext-aq.....	41
Figure N° 33 : Spectre IR de l'extrait aqueux d'Inula Viscosa.....	42
Figure N° 34 : Spectre IR des films plastifiés et renforcés en absence de l'extrait aqueux d'Inula Viscosa	
Figure N° 35 : Spectre IR des films plastifiés et renforcés en présence de l'extrait aqueux d'Inula Viscosa.....	43

Liste des Tableaux

Tableau N° 01 : Rôle des charges dans les biocomposites.	8
Tableau N° 02 : Nature de cation échangeable dans les couches d'argile.....	15
Tableau N° 03 : La classification botanique de l'espèce Inulaviscosa.....	20
Tableau N° 04 : Caractérisation physico-chimique d'alginate de sodium.....	26
Tableau N° 05 : Quelques utilisations de l'alginate dans différents secteurs industriels et exemples d'application	
Tableau N° 06 : La composition chimique de la bentonite.....	28
Tableau N° 07 : Propriétés organoleptiques de l'extrait aqueux de la plante InulaViscosa..	40

Liste des Abréviations

PVC : polychlorure de vinyle

FTIR: Spectrophotomètre Infra-Rouge à transformée de fourrier

SA: alginate de sodium

BB: bentonite

v: volume

f_v: fraction volumique

SA seule: film d'alginate de sodium sans aucune modification

SA-vgly: film d'alginate de sodium plastifié par un volume v de glycérol

SA-vgly/BB: film d'alginate de sodium plastifié par un volume v de glycérol et renforcé par la bentonite

SA-0.6gly/BB: film d'alginate de sodium plastifié par 0.6ml de glycérol et renforcé par la bentonite

SA-0.6gly / 0.5BB/Ext-aq: film d'alginate de sodium plastifié par 0.6 ml de glycérol et renforcé par 0.5 fraction volumique de la bentonite avec incorporation de l'extrait aqueux de la plante *Inula Viscosa*

Introduction Générale

Introduction Générale

De nos jours, plus de 9,1 milliards de tonnes de plastique ont été déjà produites à date dans le monde. Plus de la moitié de ce volume, soit 5,4 milliards de tonnes, a fini dans l'environnement sous formes de déchets qui ne se dégradent pas ou qui prennent des dizaines, voire des centaines d'années pour se dégrader provoquant une grave pollution de l'environnement. La plupart de ces plastiques sont à base de pétrole brut et une augmentation de leur production conduit à une augmentation de la consommation de pétrole.

Une prise de conscience collective sur les problèmes environnementaux incite les industriels à rechercher des solutions alternatives aux ressources fossiles et à mettre en place des stratégies globales de développement durable. L'épuisement progressif du pétrole participe également à rendre indispensable la recherche de nouvelles sources d'énergie et matières premières. Ce contexte est un véritable accélérateur de l'innovation et notamment dans le domaine des matériaux. D'importants efforts de recherches académiques et industrielles se concentrent aujourd'hui sur le développement de produits issus de ressources renouvelables pour remplacer les matériaux traditionnels. Ainsi, un fort intérêt est porté aux polymères naturels et au plante Médicinale dans le but d'obtenir des biocomposites.

C'est dans ce contexte que se sont déroulés ces travaux de fin d'étude portant sur l'élaboration de nouveau matériaux biocomposites et biodégradables à base d'alginate de sodium plastifiés par le glycérol et renforcés par les particules de la bentonite. Dans le cadre de la valorisation des espèces végétales algériennes, nous avons pensés à incorporer dans notre biocomposite l'extrait aqueux d'une plante médicinale *Inula Viscosa* provenant de la région de Ain Temouchent afin d'améliorer les propriétés anitibactériennes de notre biomatériau.

Le présent manuscrit se compose de trois chapitres :

- Le chapitre I est une synthèse bibliographique qui présente dans un premier temps une étude bibliographiques sur les biocomposites, ensuite une généralité sur les argiles et enfin une présentation de la plante médicinale *Inula Viscosa*.
- Le chapitre II est consacré à la présentation des méthodes d'analyse, des matériaux utilisés ainsi que les différentes techniques expérimentales utilisées au cours de ce travail.
- Le chapitre III traite les résultats obtenus durant notre travail. Dans ce chapitre, l'accent est porté sur l'influence des conditions opératoires sur la structure macroscopique des biocomposites élaborés.

Introduction Générale

Chapitre I :
Partie Bibliographique

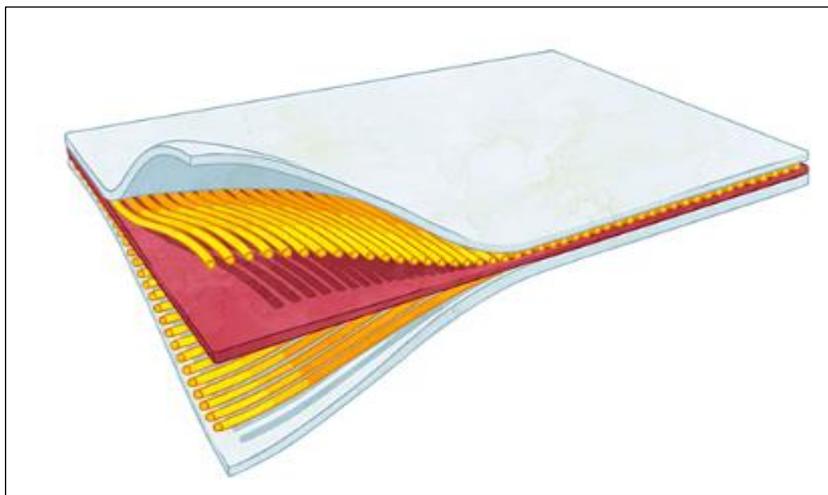
Partie A : Étude Bibliographique sur les Biocomposites.

I. Définition :

I.1 Les Composites :

Un matériau composite est un assemblage de deux ou plusieurs composants de nature différente dont les propriétés individuelles se combinent pour former un nouveau matériau hétérogène ayant des performances globales fortement améliorées. [1]

Figure N° 1 : les Matériaux Composites



I.2 Les Biocomposites :

Le terme « biocomposite » peut désigner les composites biosourcés, biodégradables ou biocompostables ou encore recyclables. Pour qu'il soit considéré biosourcé, un matériau composite doit avoir une matrice polymère ainsi qu'un renfort biosourcé. La norme de test ASTM D6866 [2] peut être utilisée pour quantifier le contenu biosourcé d'un matériau.

II. Composition des biocomposites :

Un matériau composite consiste dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues appelées le renfort ou matériau renforçant réparti dans une phase continue appelée la matrice. Lorsque le matériau composite est non endommagé, les renforts et la matrice sont parfaitement liés et ils ne peuvent pas y avoir ni glissement ni séparation entre les différentes phases. Optionnellement, différents additifs peuvent être incorporés dans le matériau composite pour lui conférer des caractéristiques particulières.[3]

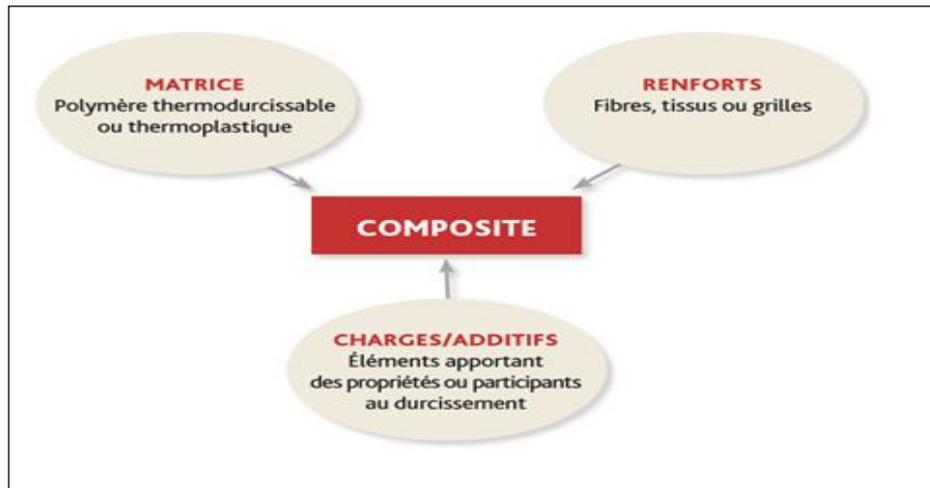


Figure N°2 : Composition d'un matériau composite. [1]

II 1 La matrice :

II.1.1 Définition :

La matrice représente la phase continue qui garantit la cohésion de la structure du matériel. C'est le liant qui assure la protection chimique des renforts. Dans la majorité des cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère. [4,5]

II.1.2 Type de la matrice :

Les résines polymères existent en grand nombre et chacune à un domaine particulier d'utilisation.

La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la figure suivante :

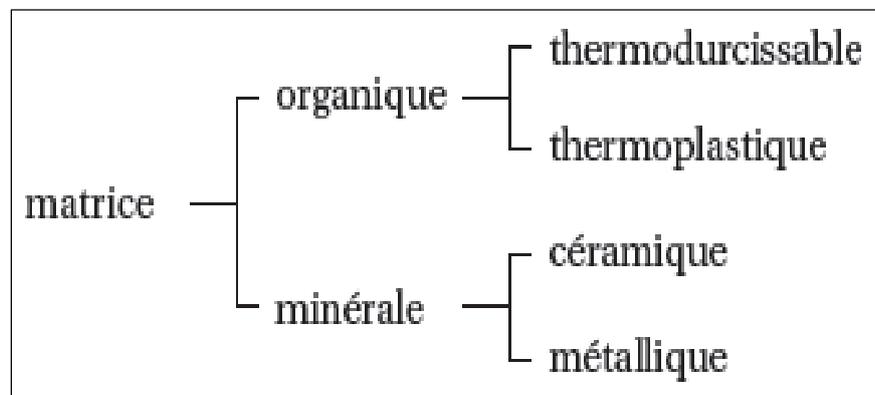


Figure N° 3 : Types de matrice.

Selon leur origine :

- **Résines naturelles** : Sont obtenus à partir de sources végétales ou animales. A cette catégorie, appartiennent toutes les familles de polysaccharides (cellulose, amidon, etc.), des protéines (laine, soie, etc.), le caoutchouc naturel..., etc.

- **Résines synthétiques** : Totalemment issus de génie de l'homme. Ils sont obtenus par la polymérisation de molécules monomères (PVC, polystyrène, polypropylène).

- **Résines artificielles** : Résultent de la modification chimique effectuée sur les macromolécules naturelles sans altération profonde de la structure du squelette.

Exemple : modification de groupements fonctionnels de cellulose pour obtenir différents produits aux propriétés variées.[6]

Selon leurs propriétés thermomécaniques :

- **Résines thermodurcissables**: Durcissent par rapport de chaleur et ne ramollissent jamais. La transformation est irréversible.

- **Résines thermoplastiques**: Se ramollissent sous l'effet de la chaleur et deviennent malléables. Se figent après refroidissement. La transformation est réversible. [7]

II.1.2 Rôle de la matrice dans les biocomposites :

Les matrices jouent un rôle important dans la structure des matériaux composites :

- elles maintiennent la disposition géométrique des fibres,
- elles apportent au composite ses caractéristiques chimiques et thermiques,
- elles répartissent les efforts (résistance à la compression ou à la flexion).
- elles assurent la protection chimique des renforts.[1]

II. 2. Le renfort :

II.2.1 Définition :

Le renfort représente la phase discontinue qui assure la tenue mécanique du matériel. C'est un matériau renforçant dispersé dans le composite sous forme de particules ou de fibres. [3]

II.2.2. Type du renfort :

Généralement, la classification des types de renforts est indiquée sur la figure ci-dessous :

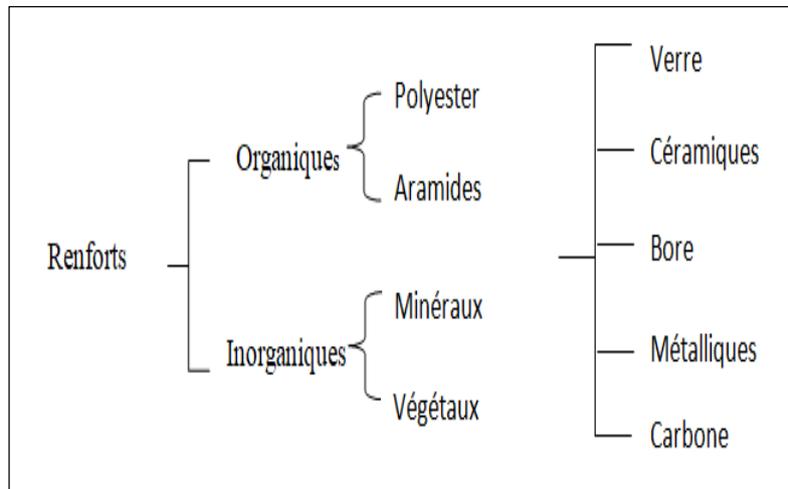


Figure N° 4 : Les types de renfort.

Le renfort peut se présenter sous forme de fibres :

- Fibres longues unidirectionnelles.
- Fibres longues tissées.
- Fibres courtes réparties aléatoirement sans directions privilégiées.

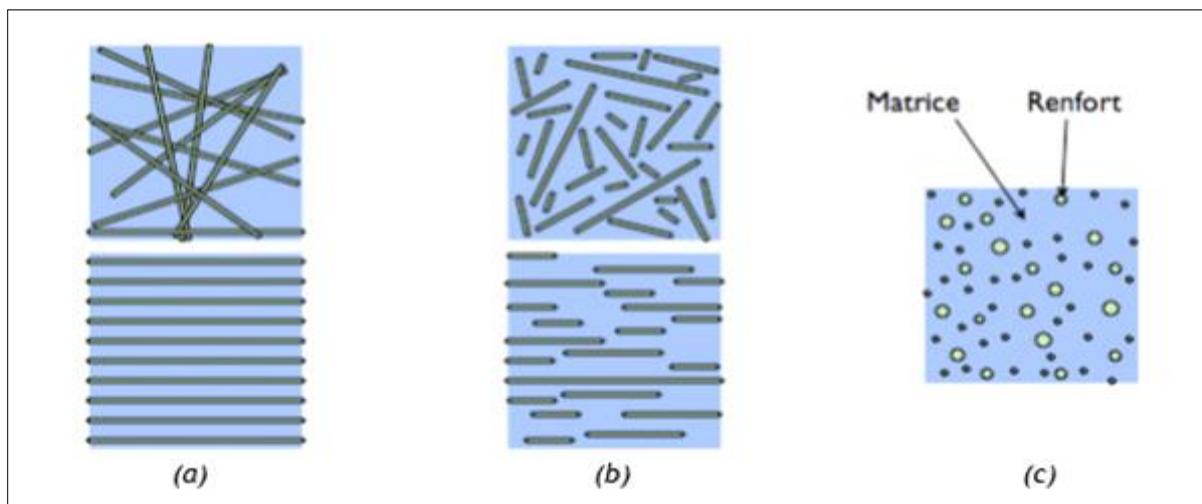


Figure N°5 : Les structures des composites :(a) fibres longues, (b) fibres courtes, (c) particules.[8]

II.2.3 Rôle du renfort dans les biocomposites :

- Les renforts contribuent à améliorer la tenue mécanique à la traction et la rigidité des matériaux. [9]
- L'orientation des fibres du renfort permet de moduler les propriétés mécaniques et de contrôler l'anisotropie du matériau : cette possibilité finie par une conception et une fabrication adaptées aux propriétés souhaitées.
- Les particules du renfort sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux tels que : la dureté, la conductivité électrique.....etc. [3]

II.3 Les charges et additifs :**II.3.1 Définition :**

Les charges et les additifs sont des matières d'origine minérale, organiques, végétale ou synthétique se présentant sous forme pulvérulente ou fibreuse chimiquement pures et inertes vis-à-vis des résines, sont incorporés dans le matériau afin de modifier et améliorer les caractéristiques du produit fini.[1]

II.3.2 Types des charges et additifs :

Les charges et les additifs se trouvent en faible quantité (quelques %) et interviennent comme :

- Microbille en (verre, carbone, époxyde, phénolique, polystyrène, etc. ...).
- Des poudres ou paillettes métalliques : (cuivre, fer, aluminium, etc. ...).
- Lubrifiants et agents de démoulage.
- Plastifiant.
- Pigments et colorants.
- Agents anti-retraits.
- Agents anti-ultraviolets.
- Catalyseur et accélérateur.

- Durcisseur (réticulant).
- Stabilisant et anti-oxydant...etc. [1]

II.3.3 Rôle des charges et additifs dans les biocomposites :

L’objectif d’incorporer ces produits dans le matériau composite est :

- Assurer une adhérence suffisante entre la matrice et le renfort.
- Modifier l’aspect ou les caractéristiques du matériau dans lequel ils sont ajoutés.
- Assurer certaines fonctions telles que :
 - Brillance.
 - Coloration.
 - Dureté.
 - Résistance à la corrosion.
 - Résistance aux chocs. [1]

Tableaux N° 01 : Rôle des charges dans les biocomposites [1]

LES CHARGES	
Les charges influencent	Et améliorent
L’aspect du produit	La résistance à l’humidité
La viscosité	La résistance aux agents chimiques
La densité	La résistance aux intempéries
L’opacité	La résistance au feu
Le temps de gel	La résistance à la chaleur
La conduction calorifique	La résistance aux chocs
Le prix de revient	

II.3.4 Exemples des additifs :

Un plastifiant est un additif qui améliore la fluidité et la souplesse du matériau auquel il est ajouté. La norme ISO 472 (1988) appliquée aux plastiques lui accorde la définition suivante : « substance de volatilité faible ou négligeable, incorporée à un plastique, destinée à abaisser son intervalle de ramollissement, faciliter sa mise en œuvre et augmenter sa flexibilité ou son extensibilité ». [10]

Les molécules du plastifiant agissent en affaiblissant localement les forces de cohésion intermoléculaires et rendent ainsi possible le déplacement de segments de chaînes macromoléculaires les unes par rapport aux autres, ce qui a pour effet de diminuer la rigidité de l'édifice moléculaire.

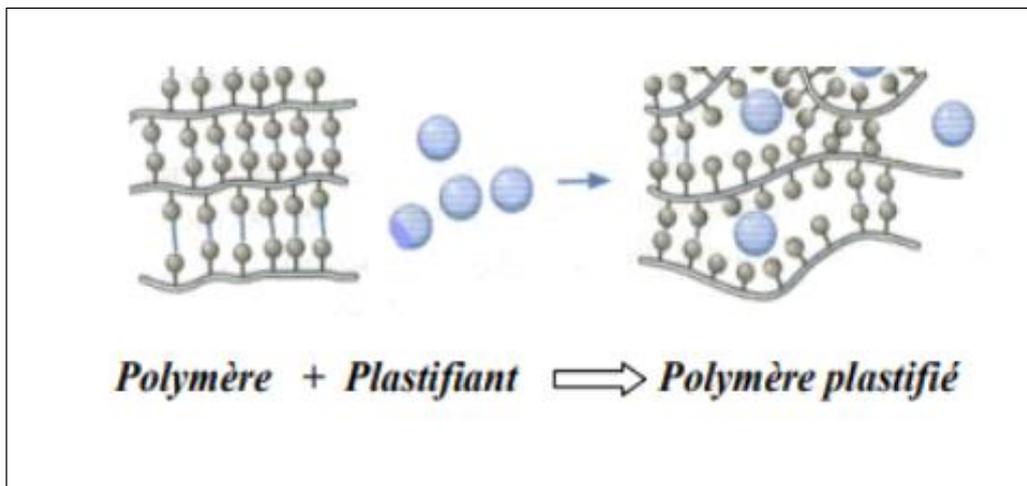


Figure N° 06 : Plastification des polymères

Le rôle principal des plastifiants est d'améliorer la souplesse et la résistance au choc et au froid du composite en diminuant les interactions entre les chaînes de la matrice et en abaissant sa température de transition vitreuse. L'ajout de plastifiant, qui peut représenter jusqu'à 50% de la masse finale du matériau, permet d'améliorer son allongement à la rupture et par conséquent modifier leurs propriétés rhéologiques.[11]

III. Méthodes d'élaboration des biocomposites :

Dans le cas des composites à base d'une matrice polymère et d'un renfort sous forme de particules ou nanoparticules (argile dans notre cas), plusieurs techniques d'élaboration ont été utilisées avec succès : [12]

III.1 Voie directe en solution : méthode utilisée dans notre travail

C'est la technique la plus simple à réaliser, utilisée pour la fabrication des films. Elle consiste à préparer d'une part le polymère en milieu solvant selon son procédé habituel, et d'autre part une dispersion de particule dans ce même solvant. Ensuite, on mélange le tout pour obtenir le composite. Le procédé explicatif de cette méthode est schématisé sur la Figure N° 07.[13]

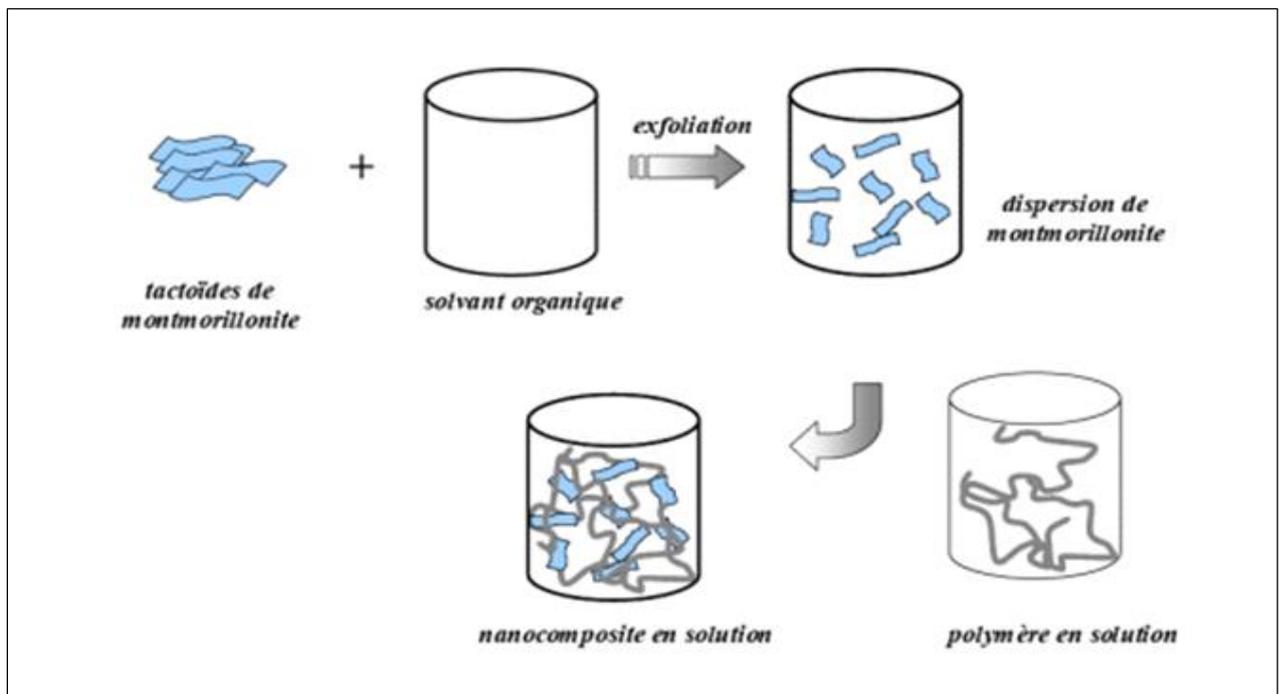


Figure N° 07 : Elaboration de composites à matrice polymère et renfort montmorillonite par voie directe en solution.

III.2 Voie directe fondue :

Cette méthode repose sur le mélange de la matrice polymère à l'état fondu avec les particules. Elle s'apparente à la voie directe en solution mais le milieu cette fois a une haute viscosité. Pour gérer les interactions polymère – particule, il est souvent nécessaire de faire intervenir un agent comptabilisant, qui peut être un copolymère à blocs, un polymère fonctionnel ou un polymère greffé.

Le processus d'intercalation par la fusion a été expérimenté pour la première fois en 1993 par Vaia et al [14,15].

La Figure N° 08 montre la voie dite « fondu » pour l'élaboration de composite lamellaire avec pour agent comptabilisant un polymère greffé.

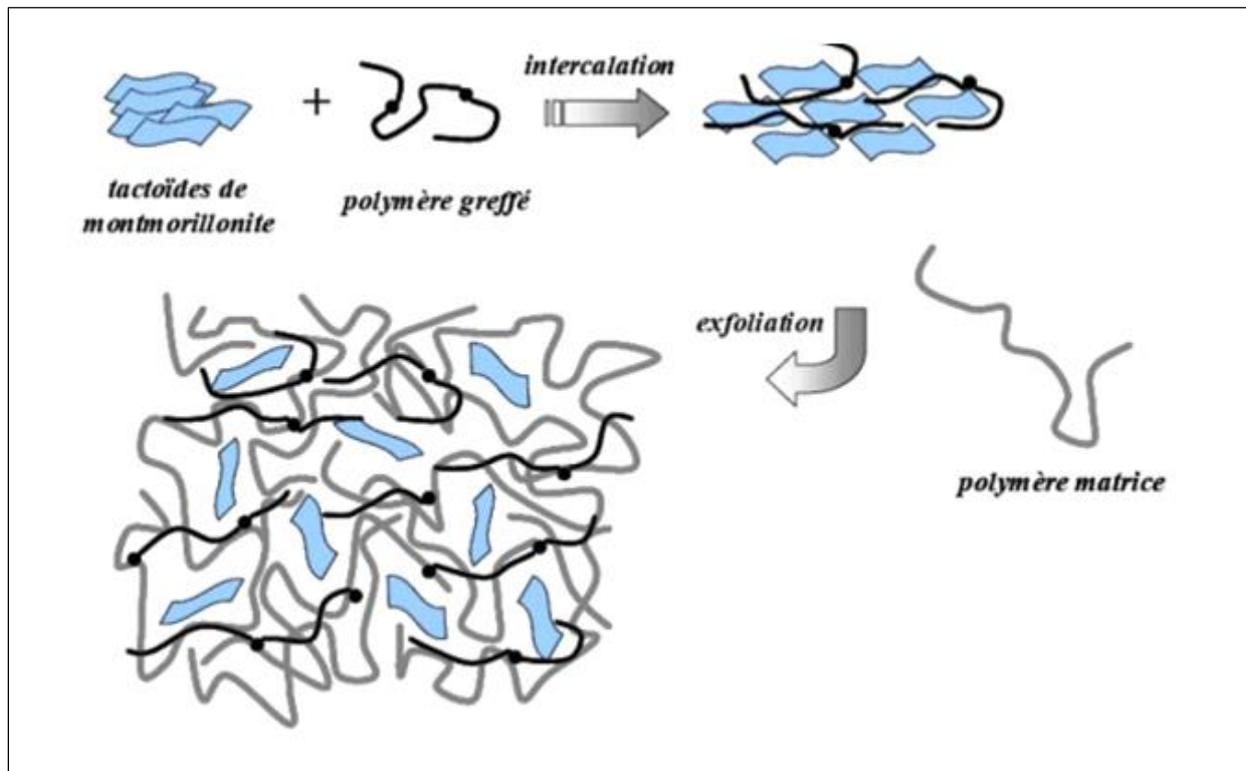


Figure N° 08 : Elaboration de composites par voie directe en masse.[13]

III.3 Polymérisation in-situ :

Le principe de cette méthode est de laisser gonfler l'argile dans une solution de monomère (étape souvent longue qui dépend de la polarité des molécules de monomère, du traitement de surface de l'argile et de la température). Ensuite, un amorceur est ajouté pour amorcer la polymérisation, en général par voie thermique ou par irradiation. Le principe de cette méthode est décrit sur la figure N° 09. [13]

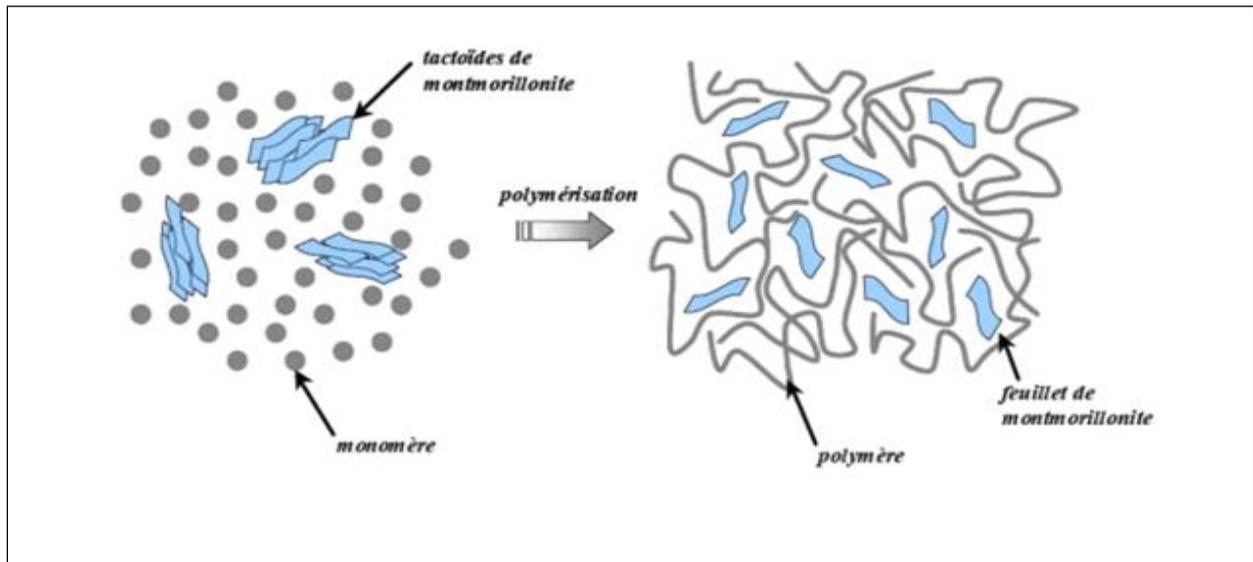


Figure N° 09 : Principe de polymérisation in situ d'un composite lamellaire [13]

VI. Performances des biocomposites :

Les matériaux biocomposites, en fonction de leurs constituants, présentent un grand nombre d'intérêts :

- D'un point de vue mécanique : ils offrent d'excellentes propriétés en traction, flexion, compression, cisaillement et transverse ainsi qu'une excellente absorption aux chocs.
- D'un point de vue physico-chimique : ils s'adaptent parfaitement à différents milieux ambiants et peuvent être très performants en termes de résistance aux produits chimiques, au feu, ou à la corrosion.
- D'un point de vue fabrication : Leur plus grand intérêt réside dans la possibilité de pouvoir intégrer plusieurs fonctions en une seule opération réduisant le coût énergétique de la production et par là même son coût de revient.
- Respect de l'environnement : les biocomposites se caractérisent par l'utilisation de ressources naturelles et locale. Généralement, Ces matériaux sont moins toxiques, biodégradables et recyclables. [1]

Partie B : Généralités sur les argiles

I Définitions :

I.1 Les argiles :

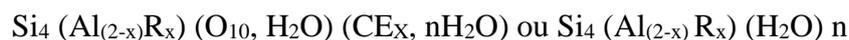
Les argiles sont des produits de décomposition des roches sédimentaires, par désagrégation physique et mécanique puis par altération chimique. L'argile brute contient généralement des particules élémentaires dont le diamètre des grains est inférieur à deux micromètres ($< 2\mu\text{m}$) qui représentent les individus cristallins (phase minérale pure), appelés minéraux argileux. [16]

Il n'existe pas une mais des argiles. Selon leurs composition et concentration en minéraux, les différentes argiles ont des structures et des propriétés différentes. [17]

I.2 les bentonites :

La bentonite est une argile d'origine volcanique découverte en 1888 provient de la dévitrification des couches volcaniques sous l'influence des eaux à réaction alcaline ou acide. Celle-ci étant des silicates d'alumine hydratés contient plus de 75 % de montmorillonite et le reste réparti entre des minéraux argileux (kaolinite, illite...) et quelque impureté sous forme de gypses, de carbonates, etc,,,,[18]

La formule brute des bentonites est la suivante :



Avec : - R = Mg, Fe, Mn, Zn, Ni et CE_x : Cations échangeables dans l'espace inter-foliaire. [18].

En Algérie, les gisements de bentonite les plus importants économiquement se trouvent généralement dans l'Oranie (ouest algérien). On relève en particulier la carrière de Maghnia (Hammam Boughrara) dont les réserves sont estimées à un million de tonnes et de celle de Mostaganem (M'zila) avec des réserves de deux millions de tonnes. [19]

II. Structure des argiles :

L'argile est une famille de phyllo-silicates (silicates en feuillets), elle se cristallise de dimension ultra fini inférieure à 4 micromètre. Elle se caractérise par la superposition de couche tétraédrique $\text{Al}(\text{OH})_6$ et octaédrique SiO_4 reliée par les atomes O et OH mis en commun et

séparée par une distance réticulaire remplie de différents cations comme K, Ca, Na... etc. Sa structure est déterminée par l'analyse de diffraction des rayons X .[20]

Selon la structure de feuille argileuse, on distingue.[20]

- Les argiles 1/1 (1 couche tétraédrique+1 couche octaédrique).
- Les argiles 2/1 (2 tétra. pour 1 octaédrique)

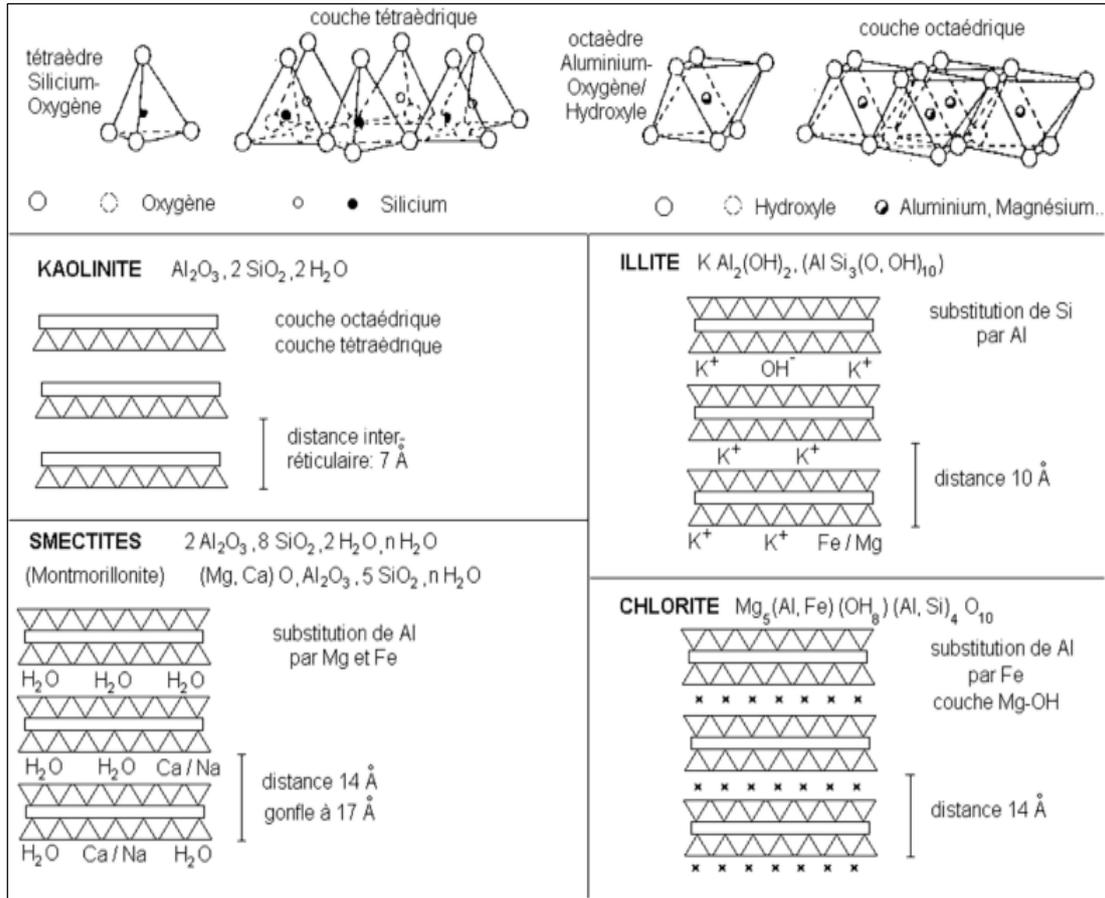


Figure N° 10 : Structure des minéraux argileux[20]

Les particules élémentaires ou les cristallites sont constituées par un empilement de feuillets élémentaires. Elles s'organisent en unités morphologiques de structure floculée, bord –face et/ou de structure dispersée face-face (Fig 11).

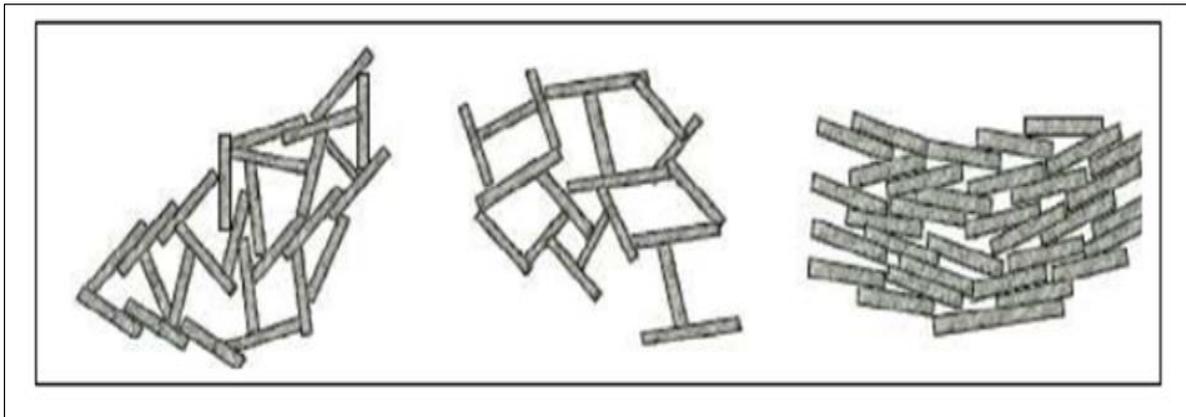


Figure N° 11: L'organisation des particules élémentaire.[21]

III. Propriétés des bentonites :

- Propriété de gonflement :

L'une des particularités remarquables des argiles bentonitiques est leur faculté de gonfler considérablement dans l'eau pour former des masses gélatineuses. Ce gonflement est principalement dû à l'interposition de molécules d'eau à l'intérieur des feuillets.

La nature du cation échangeable joue un grand rôle sur le degré d'hydratation de l'argile, Selon Barshad [22], comme le montre le tableau suivant :

Tableaux N° 02 : Nature de cation échangeable dans les couches d'argile

Cations	Nombre de couche d'eau
Mg^{+2} , Ca^{+2} , Ba^{+2}	4
H^{+} , Li^{+} , Na^{+}	4
K^{+} , NH_4^{+} , Rb^{+} , Cs^{+}	1

L'hydratation de l'argile est un phénomène réversible, elle peut être séchée ou gonflée à nouveau en gardant ses propriétés.

Généralement, on observe pour de bonnes argiles benthoniques, des gonflements de 12 à 15 fois le volume initial, correspondant à une adsorption de 5 à 6 fois son poids.

- Propriété colloïdale:

La surface externe du paquet de feuillets, attire les molécules d'eau qui permettent l'hydratation superficielle des cristaux. En phase aqueuse, ces cristaux se transforment en micelles hydratées assurant à la suspension argileuse une stabilité variant avec la nature des molécules présentes dans le liquide dispersif.

La micelle se trouve constituée d'un granulé négatif, une sorte de macro anion, formé d'un noyau argileux tapissé d'ions O^{2-} et OH^- fortement liés autour desquels gravitent des ions positifs (H^+ ou ions métalliques), (Fig.12)

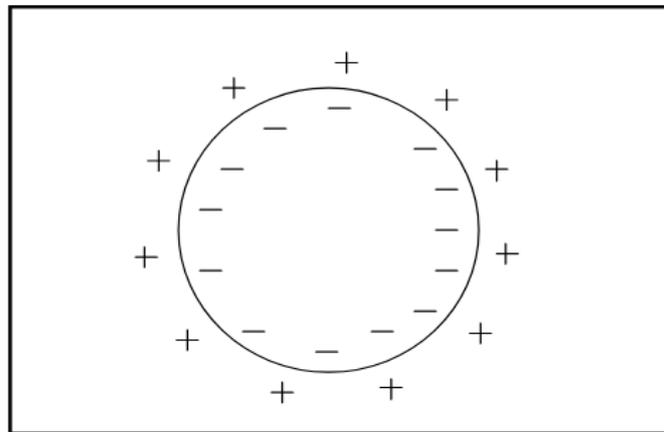


Figure N° 12 : Représentation schématique d'une micelle chargée négativement.

Dans une suspension argileuse les particules négatives sont soumises à deux forces antagonistes :

- Forces d'attraction moléculaire.
- Forces de répulsion électrostatiques.

La stabilité de la suspension dépend des dimensions et de la charge des ions positifs formant le nuage électronique. Plus l'ion est petit, plus il est fixé, plus la solution est stable. Si la charge du cation est grande, les forces d'attraction dominent, la suspension floccule.

- Propriété de dispersion :

Une dispersion est un mélange hétérogène mais intime de deux ou plusieurs phases non miscibles, qu'elles soient solides, liquides ou gazeuses.

La propriété commune à toutes les argiles, est leur faculté de se disperser au contact de l'eau, pour former des suspensions plus au moins stables. Les associations, entre particules d'argiles sont un facteur important, car elles influent sur les caractéristiques essentielles de ces dernières comme la viscosité.

- Propriété d'échange ionique :

Dans les sols naturels, il se produit des phénomènes d'échange d'ions. Les minéraux argileux en suspension ont la propriété de fixer certains cations présents dans la solution aqueuse, tout en cédant des quantités équivalentes d'autres cations à la solution.

La capacité d'échange cationique mesure la quantité de cations métalliques qu'une argile est susceptible d'adsorber ou d'échanger. Elle s'exprime en milliéquivalents pour 100 g d'échantillon. L'échange de cation est généralement attribué à la création de charges négatives à la surface des particules argileuses. [23]

IV. Système bentonite-macromolécules :

Dans le cas de l'adsorption de polymère par les surfaces de particules argileuses, les macromolécules s'adsorbent généralement par segments de chaînes appelés trains. Entre deux trains consécutifs, ces macromolécules forment une boucle. Le segment de chaîne situé avant le premier train ou après le dernier est appelé queue (Fig.13) [24].

Les études d'adsorption montrent que les mécanismes qui gouvernent l'adsorption sont spécifiques à la nature de la macromolécule adsorbée, ainsi qu'à la nature de la particule adsorbante. De façon générale, les polymères s'adsorbent par des interactions de type Van Der Waals, électrostatiques, hydrophobes ou par la création de liaisons hydrogène [25,26]. L'adsorption des polymères sur les surfaces d'argile conduit généralement à un système stérique stable, ce qui a des conséquences sur la stabilité du système [26].

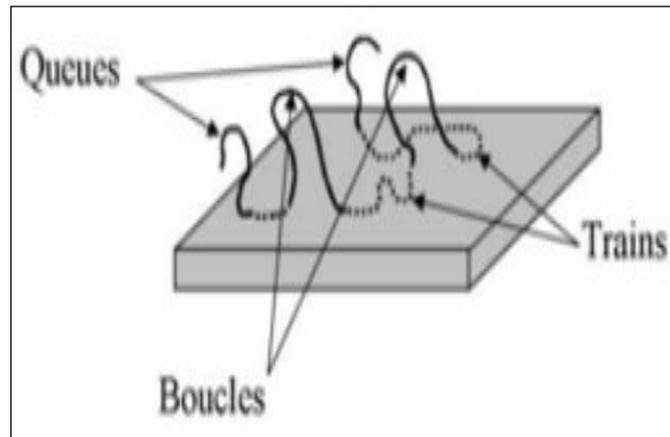


Figure N°13 : Schéma des différentes séquences d'un polymère adsorbé sur une surface argileuse [27]

Partie C : Généralités sur la plante médicinale InulaViscosa**I. Présentation de la plante Inula Viscosa :**

Inula viscosa est une plante herbacée annuelle, visqueuse, glanduleuse, à forte odeur. Elle appartient à la famille des Astéracées [28]. Elle s'appelle aussi *Dittrichia viscosa*, c'est ce qu'on appelle l'inule visqueuse. Ses feuilles alternes sont allongées et lancéolées. Ces fleurs sont jaunes et linguiformes (Fig.14). Elles se trouvent couramment sur les jachères humides et les bords des chemins en formant des populations [29].



Figure N°14: Photographie d’InulaViscosa

II. Place dans la systématique :

La classification botanique de l'espèce *Inula viscosa* est :

Tableaux N° 03 : La classification botanique de l'espèce *Inulaviscosa*

Régne	Végétal
Embranchement	spermaphyte
Sous embranchement	Angiospermes
classe	Dicotylédones
Sous classe	Astérides
Ordre	Astérales
Famille	Astéracées, composées
Genre	<i>Inula</i>
Espèce	<i>Inula viscosa</i> L.

Noms vernaculaires :

Français : Inule visqueuse [30].

Anglais : Stichkyfleabane [31]

Berbère : Amagramane [30].

III. Répartition géographique d'*Inula viscosa* :

Répondue dans tout le bassin méditerranéen, sur les sols sales, les prairies humides et le bord de cours d'eau [28], largement répandue en Algérie dans les rocailles et les terrains argileux.

Les habitats typiques d'*Inula.viscosa* sont les rivières asséchées et les champs abandonnés, les bords de routes, sentiers de randonnée, ou même des zones urbaines. Elle apparaît aussi sur les sols argileux et sableux, les côtes rocheuses ou dans des marécages naturels et autres zones

humides. Elle exige de la lumière. L'inule visqueuse se produit également dans des surfaces où les sols ont de hautes concentrations en magnésium et en azote [32].



Figure N°15 : Carte géographique d'*Inula Viscosa*

IV. Description botanique :

Il s'agit d'une plante sauvage, vivace, à racine pivotante, d'assez grande taille (jusqu'à 1,50 m d'hauteur). Ses tiges sont assez ramifiées et pourvues d'un feuillage dense. Les feuilles, alternes, allongées à lancéolées, sont insérées directement sur la tige, sans pétioles. Avec l'âge, elles deviennent ligneuses et foncées à la base. Les fleurs sont regroupées en capitules, soit à pétales soudés en languettes jaunes, ou en tubes jaune orangé. Toute la plante est couverte de poils glanduleux qui libèrent une résine odoriférante et collante, à odeur de camphre. [33]

Figure N° 16 : Photo Originale d'*Inula*



Liste des Références

- [01] les matériaux composite dossier crée avec la collaboration de marc Marzane, Action composite pascale celle GNFA, p06.
- [02] ASTM International, "Standard Test Methods for Determining the Biobased Content of Solid, Liquid, and Gaseous Samples Using Radiocarbon Analysis. ASTM-D6866-12," pp. 1–14, 2015.
- [03] [BERTHELOT Jean-Marie](#) , Matériaux composites (5e éd.) , Lavoisier, 2012
- [04] F. M. L. Rekbi, "Contribution à l'analyse de l'endommagement des matériaux composites," Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider-Biskra, 2016.
- [05] R. Boubeker, "Etude Expérimentale et Numérique du Comportement des Plaques Trouées en Matériaux Composites," Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider-Biskra, 2016.
- [06] MEMOIRE DE MASTER Spécialité : Chimie Option : Physique et Chimie des matériaux Présenté par : Mr: KAHANE Amar Mr: TIGRINE Yousef Thème : Étude des polymères synthétiques
- [07] BOUFAIDA Zakariya , Analyse des propriétés mécaniques de composites taffetas verre/matrice acrylique en relation avec les propriétés d'adhésion des fibres sur la matrice , thèses doctorat , juillet 2015.
- [08] Lionel GENDRE. Matériaux composites et structures composites Université Paris Saclay Edité le 17/05/2011.
- [09] DJEBLOUN Youcef .ETUDE DE LA RUPTURE EN MODE I D'OUVERTURE DES MATERIAUX COMPOSITES . MEMOIRE MAGISTERE .2003/2004.
- [10] Plastiques et composites, Techniques de l'Ingénieur, T1100. Disponible sur www.techniques-ingenieur.fr
- [11] Adeline Royaux. Compréhension des mécanismes de perte de plastifiant et d'exsudation des PVC plastifiés. Polymères. Université de Cergy Pontoise, 2017. Français.
- [12] HEDDI Djawhar. Elaboration de composites à base de bentonites et de polymères. Interactions avec les colorants THÈSE DOCTORAT. Université Abou-Bekr Belkaid Tlemcen.

- [13] Mohamed Amine Zenasni. Synthèse et caractérisation des nanocomposites biodégradables élaborés par trois procédés (intercalation en solution, polymérisation in situ et par voie fondue). Autre. Université de Lorraine, 2015. Français.
- [14] , R.A., Ishii, H., Giannelis, E.P., Chem. Mater. 5 (1993) 1694.
- [15] Vaia, R.A., Jandt, K.D., Kramer, E.J., Giannelis, E.P. Macromolecules, 28(1995) 8080.
- [16] A. Chauvel, G. Monnier, Sur la signification générale de l'analyse granulométrique en pédologie ; examen des problèmes posés par la caractérisation de la structure de certains sols tropicaux. C.R. Acad. Sci., 264, serie D, 1969-1972, (1967)
- [17] HERNOT François. L'ARGILE, SON UTILISATION A L'OFFICINE. Thèse pour le Diplôme d'État de Docteur en Pharmacie. 2016.
- [18] Makhoukhi B, Modification de la bentonite par divers sels organiques Applications à la décoloration des huiles et à l'adsorption des colorants textiles, thèse de doctorat Université de Tlemcen, 2008.
- [19] C. Abdelouahab, H. Ait Amar, Rev. Int, Sci de l'Eau. 3, 33-40 ,1987.
- [20] MOREL R, Les sols cultivés, Lavoisier, Paris, 1996.
- [21] GADIRI Annisa. Préparation des composites bentonite dérivés du P4VP application à la rétention des colorants textiles . Mémoire de Master Université de Tlemcen 2013
- [22] C. Abdelouahab, H. Ait Amar, Rev. Int, Sci de l'Eau. 3, 33-40 ,1987.
- [23] HOCINE Ouahiba . Utilisation d'une argile modifiée en vue de l'élimination du polluants organiques. Mémoire de Magister. Université des Sciences et de la Technologie HOUARI BOUMEDIENNE (U.S.T.H.B) – ALGER. 2004
- [24] Crivello JV, Lee JL, Conlon DA. J Polym Sci. PolymChem Ed; 24- 1251. (1986)
- [25] Ishizu J, Inagaji K, Bessho K, Fukutomi T. MakromolChem; 185-1169. (1984)
- [26] Israelachvili, J., "Intermolecular and surface forces" Academic Press, London, second edition (1992).
- [27] J.V. Crivello, J.L. Lee, D.A Conlon, J. PolymSci. PolymChem .Ed. 24-1251, 1986.

- [28] Quézel, P. & Santa S. (1962). Nouvelle flore del'Algérie et des régions désertiques méridionales. CNRS., Paris, 2 tomes, 1170 pages.
- [29] . Kattouf, J., Belmoukhtar, M., Harnafi, H. et al. ... *Phytothérapie* 7, 309–312 (2009).
- [30] Baba Aissa F., "Les plantes médicinales en Algérie ",. Coédition Bouchène et Ad. Food Agric, N°79", (1999), pp 1993-2000
- [31] Wang L, et al. (2004) Stress induces depletion of Cdc25p and decreases the cAMP producing capability in *Saccharomyces cerevisiae*.
- [32] . Parolin, P.; Bresch, C.; Ruiz, G.; Poncet, C. 2013b. Presence of arthropod pests on eight species of banker plants in a greenhouse. *Revista de Ecologia Aplicada* 12: 1-8.
- [33] Lecomte J.(2015). Lutter naturellement contre la Mouche de l'Olive, Saint- Rémy de Provence, édition sud, « Le choix durable », France : 216 p. [en ligne],disponible sur : <http://www.edisud.com> , (consulté en Mai 2017).

Chapitre II :

Matériels Et Méthodes

Partie A : Méthode d'analyse et matériaux utilisés

Notre travail a été effectué au laboratoire de recherche de chimie appliquée du département des sciences de la matière – Faculté des sciences et de la technologie - université Ain Témouchent-Belhadj Bouchaib-.

I. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse couramment utilisée, permettant d'identifier rapidement les fonctions chimiques des molécules présentes dans les matériaux analysés (solides, liquides ou plus rarement gazeux).

Cette technique repose sur l'absorption par l'échantillon de radiations électromagnétiques infrarouges comprises entre 1 et 50 μm (micromètre) cela correspond à une gamme de nombre d'onde généralement utilisée entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} [1]. Cette absorption aura pour effet de faire exciter et vibrer les différentes liaisons chimiques en modifiant les distances interatomiques et les angles normaux de liaisons. On distingue deux modes de vibrations :

- les vibrations d'élongation, généralement intenses.
- les vibrations de déformation, où l'on distingue les déformations dans le plan, hors plan.

Dans les molécules, les liaisons vibrent à une fréquence bien déterminée dépendant des atomes et aussi de l'environnement. Pour une fréquence donnée, ces liaisons rentrant en résonance permettent la consommation de l'énergie et la diminution de la transmission [2].

Le graphe représente l'évolution de la transmission en fonction de la fréquence et chaque pic est caractéristique d'un certain type de liaison. Concernant notre travail, nous avons utilisé cette technique pour confirmer la présence de l'extrait aqueux de la plante *Inula Viscosa* dans nos biocomposites.



Figure N° 17: Spectrophotomètre Infra-Rouge à transformée de fourrier (FTIR)

II. Matériaux et produits utilisés :

Les principaux matériaux utilisés au cours de ce travail sont :

- Alginate de sodium :

Tableau N° 04 : Caractérisation physico-chimique d'alginate de sodium

Propriété	Unité
Formule chimique	$\text{NaC}_6\text{H}_7\text{O}_6$
Fournisseur	Sigma Aldrich
Apparence	Poudre : blanc crème
Solubilité	Soluble dans l'eau : 10g/l
pH	8
Température de fusion	$>300^\circ\text{C}$

Les alginates de sodium sont des polysaccharides de structure linéaire, bio-polymères anioniques, naturellement présents dans la paroi cellulaire des algues brunes sous forme de sels de magnésium, de calcium et de sodium. [3,4]

Ils donnent à l'hydrolyse deux acides uroniques, l'acide mannuronique (M) et l'acide α -L-guluronique (G). Ils sont donc considérés comme de vrais copolymères à blocs composés de régions homopolymères de M (blocs MM) et G (blocs GG) séparées par des zones aux structures alternées (blocs MG). [5]

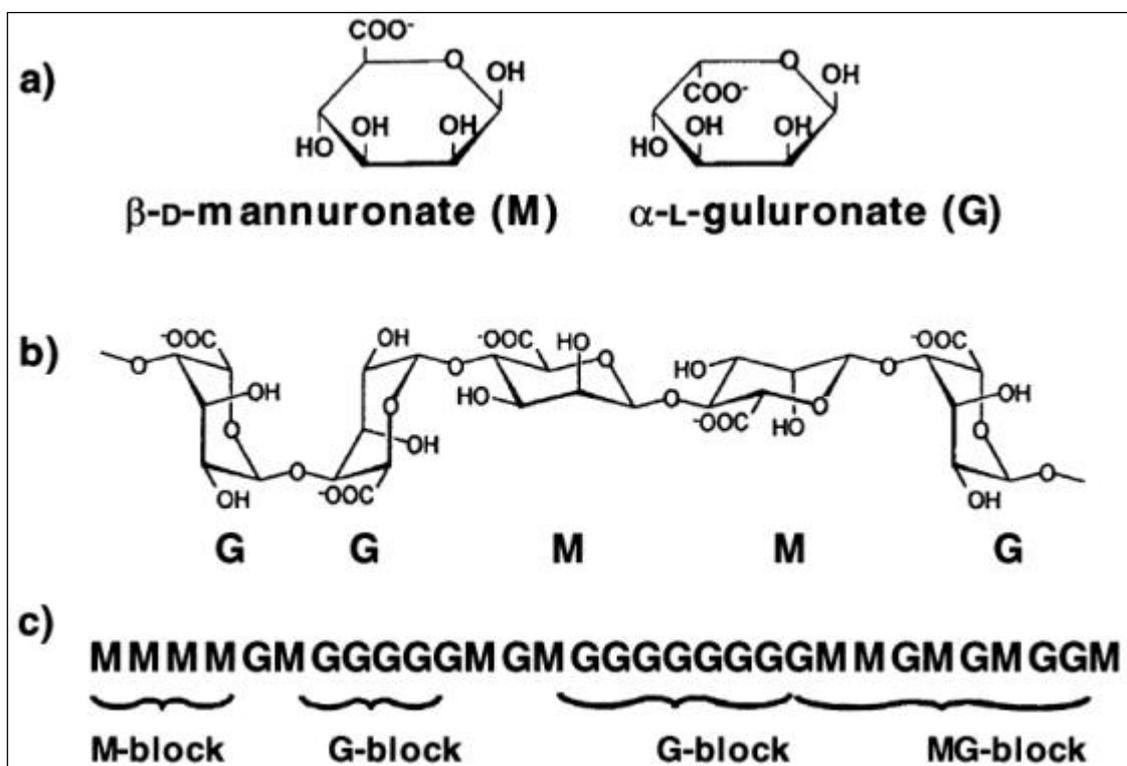


Figure N° 18 : caractéristiques structurales d'alginate : (a) monomères de l'acide alginique, (b) polymère d'alginate, (c) distribution des blocs.

L'industrie agroalimentaire est un gros consommateur d'alginate (30% environ), où il est utilisé comme additif alimentaire (l'acide alginique E400, alginate de sodium E401), ou comme protecteur (films alimentaires). Il existe bien d'autres applications de ce biomatériau en biotechnologie, dans l'industrie des papiers et l'industrie du textile tableau N° 05. [6].

Tableau N° 05 : Quelques utilisations de l’alginate dans différents secteurs industriels et exemples d’application.

Application	Rôle
Agroalimentaire	Agent texturant (épaississant ou gélifiant)
Industrie du papier	Amélioration de l’uniformité de surface
Production de céramiques	Réduction du dessèchement des surfaces, stabilisant
Pharmaceutique et biotechnologie	Immobilisation de cellules, diffusion contrôlée de principes actifs, dermatologie et guérison de plaies, empreintes dentaires
Crémage du latex	Concentration du latex naturel durant son extraction
Impression de textiles	Fixation, homogénéité de l’impression, bons contrastes et couleurs des motifs imprimés

- **La bentonite** : provient des gisements de Maghnia (Tlemcen), de la société ENOF. La composition chimique de la bentonite est représentée dans le tableau N° 06.

Tableau N° 06 : La composition chimique de la bentonite

L’élémen t	SIO	AL2O	FE2O	NAO	CA	MG	K2	TIO	LI
	2	3	3	2	O	O	O	2	O
% Masse	65.2	17.25	2.10	2.15	1.20	3.10	0.60	0.20	8.20

Partie B : Protocoles expérimentaux

I. Préparation des films d'alginate de sodium sans aucune modification : SA seule

Pour préparer des films de **SA seule**, une solution de concentration 1% (p / v) est préparée en dissolvant 1 g d'alginate de sodium en poudre dans 100ml d'eau distillée sous agitation magnétique (600 trs / min) à température 60°C pendant 1 h.



Figure N°20 : solution filmogène de SA seule

La solution filmogène est ensuite coulée dans des boites de pétri de 9 cm de diamètre et séchée dans l'étuve à température 60°C pendant 72h.

II. Effet du plastifiant sur les films d'alginate de sodium :Préparation des films SA-vgly

Le plastifiant choisi dans notre travail est le glycérol. Pour étudier leur effet sur le comportement des films d'alginate de sodium, on a préparé plusieurs films en changeant le volume utilisé du glycérol dans la solution filmogène.

Les films plastifiés ont été étiquetés SA-vgly où v représente le volume de glycérol ajouté à la solution filmogène. L'élaboration de ces films a obéi au principe général d'élaboration des films :

Après dissolution totale d'alginate de sodium dans l'eau distillée, différents taux de glycérol ont été ajoutés ($v=0.2, 0.4, 0.6, 0.8$ et 01 ml) à température ambiante et agité pendant 30 min sur un agitateur magnétique.

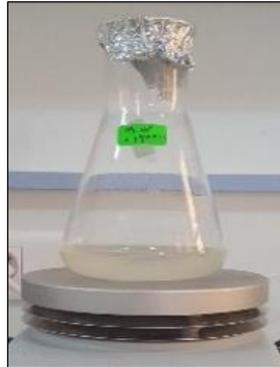


Figure N° 21 : solution filmogène SA-0.2gly

Les solutions filmogènes sont coulées dans des boites de pétri puis placées dans une étuve à température 60°C.

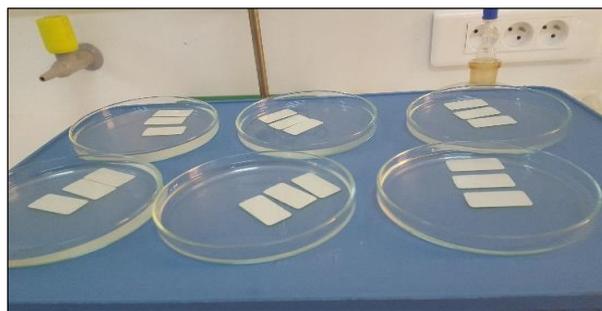


Figure N° 22 : Les différents échantillons de la solution filmogène de SA-vgly avant séchage

Les films plastifiés élaborés sont :

- SA-0.2gly
- SA-0.4gly
- SA-0.6gly
- SA-0.8gly
- SA-1.0gly

III. Effet du renfort sur les films d'alginate de sodium :Préparation des films SA-vgly / BB

Dans notre travail, le renfort utilisé pour la formulation de notre biocomposite est la bentonite brute de magnesia (BB). Afin d'étudier leur effet sur le comportement des films

d'alginate de sodium, plusieurs films ont été élaborés en préparant une solution de BB déconcentration 1% (p / v).

Les films plastifiés et renforcés ont été élaborés avec une concentration constante de glycérol (0.6 % (v / v) par rapport au volume de la solution d'alginate de sodium) à des fractions volumiques différentes de la solution de BB ($f_v=0.17$; 0.20 ; 0.25 ; 0.33 ; 0.50).

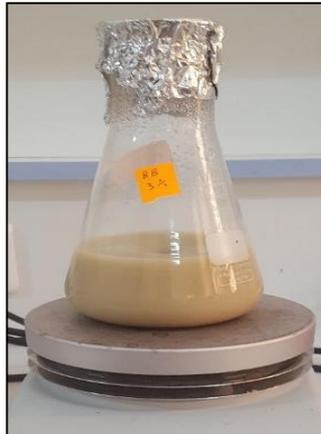


Figure N° 23 : Solution filmogène SA-0.6gly / 0.5BB

Les solutions filmogènes sont coulées dans des boîtes de pétri et séchées dans l'étuve à température 60°C.

Les codes attribués aux films plastifiés et renforcés sont les suivants :

- **SA-0.6gly / 0.17BB**
- **SA-0.6gly / 0.20BB**
- **SA-0.6gly / 0.25BB**
- **SA-0.6gly / 0.33BB**
- **SA-0.6gly / 0.50BB**

IV. Préparation de l'extrait aqueux de la plante InulaViscosa :

Les extraits utilisés sont préparés par la macération de la plante par de l'eau distillée froide.

Les feuilles d'Inula Viscosa sont triées et nettoyées de toute impureté, séchée dans un endroit sec et aéré à la température ambiante et à l'abri de la lumière solaire pendant une période de 10 jours. Après séchage, les échantillons sont récupérés dans des sacs en plastique.



Figure N°24 : séchage de la plante Inula Viscosa récoltée

Nous avons pris ces feuilles séchées et nous l'avons Broyé à l'aide d'un moulin à grain électrique pour obtenir de la poudre fine.



Figure N°25 : Broyage de la plante « Inula Viscosa»

Une prise de 40g de poudre de la matière végétale a été mélangée avec 400ml d'eau distillé froide. L'ensemble a été laissé macérer durant 24 heures sous agitation magnétique continue.

Par la suite, cette opération a été répétée deux fois avec renouvellement de l'eau distillée toutes les 24 heures, pour un total de 72 heures.

Une filtration sous vide du macérât est ensuite réalisée sur papiers whatman n1.



Figure N°26 : filtration sous vide du macérat

En fin, les 03 filtrats récupérés sont mélangés pour donner une seule solution d'extrait aqueux.



Figure N°27 : les trois filtrats récupérés

IV. Préparation des bio-composites à base de la plante Inula Viscosa :

L'élaboration de notre bio composite a obéi au principe général d'élaboration des films. Après la préparation d'une solution d'alginate de sodium de 1 % SA. Les solutions filmogènes de notre produit ont été élaborées à une concentration constante de glycérol (0.6% (v / v) par rapport à la solution d'alginate de sodium) et une fraction volumique constante de la bentonite (0.2 par rapport à la solution d'alginate de sodium). Enfin, la solution de l'extrait aqueux préparée précédemment (v=0,5 ; 1,0 ;1,5 et 2,0 ml) est incorporée dans la solution filmogène sous agitation magnétique à température ambiante et à l'abri de la lumière.

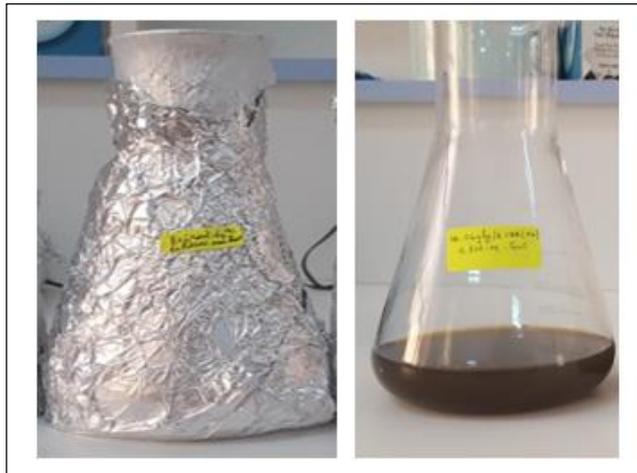


Figure N°28 : Solution filmogène SA-0.6gly / 0.5BB/Ext-aq

Finalement, Les solutions filmogènes élaborées sont écouées dans des boites de pétri puis séchées dans l'étuve pendant 5 jrs à température $T=60^{\circ}\text{C}$. les films secs sont démoulés et stockés.

Les codes attribués à ces films sont :

- **SA-0.6gly / 0.20BB / 0.5Ext-aq**
- **SA-0.6gly / 0.20BB / 1.0Ext-aq**
- **SA-0.6gly / 0.20BB / 1.5Ext-aq**
- **SA-0.6gly / 0.20BB / 2.0Ext-aq**

Liste des références

- [01] Dr. CHAHER-BAZIZI Nassima. Méthodes d'analyses Spectroscopiques, Document destiné aux étudiants de Master 1 Biochimie Appliquée, Biochimie fondamentale et Pharmaco-toxicologie Université Abderrahmane Mira de Bejaia Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie. 2018/2019.
- [02] Schor H.H.R et Teixeira E.L, The Fundamental Rotational-Vibrational Band of CO and NO - J. Chem. Ed., 71, 771-774, 1994.
- [03] Nadir MOKRANI," préparation et étude du comportement de membranes biopolymères alginate de sodium/chitosane", thèse de magister de l'université M'hamed Bougera- Boumerdes, 2013, p 17.
- [04] Emilie VINCENT," les alginates et leurs applications en pharmacie et en ingénierie application a la construction d'un biomatériau ", thèse le Diplôme d'Etat de Docteur en Pharmacie, université Henri Poincaré - Nancy 1,2010, p6.
- [05] Article in Journal of Materials and Environmental Science · January 2015.
- [06] Vincent PALLUAULT,"Nouveaux traitements de surface respectueux de l'environnement par des gels polymères réticulables : Application à la préparation des surfaces d'usage dans le secteur aéronautique", thèse de doctorat de l'université de Bordeaux I, 2010, p 18-23.

Chapitre III :

Résultats et Discussion

Partie A : Aspect des films biocomposites

Cette partie de chapitre est consacrée aux caractéristiques structurales macroscopiques des films préparés à base d'alginate seul, plastifiés, renforcés et avec incorporation de l'extrait aqueux de la plante InulaViscosa.

I. Présentation des films d'alginate de sodium : SA seul

Macroscopiquement, Les membranes d'alginate de sodium seul se présentent sous forme des films souples, flexibles, lisses, transparents et facilement manipulables.



Figure N° 29 : Apparence visuelle des films SA seul

II. Présentation des films d'alginate de sodium plastifiés : SA-vgly

II.1 Apparence visuelle :

Généralement, les films d'alginate de sodium plastifié par le glycérol sont des membranes fragiles, souples, flexibles et leurs opacités diffèrent selon la concentration utilisée de glycérol.



Figure N° 30 : Apparence visuelle des films SA-0.6gly

II.2 Effet du plastifiant sur les membranes d'alginate de sodium :

Des expérimentations préliminaires ont été réalisées afin de déterminer l'intervalle de concentration du plastifiant pour lequel les membranes obtenues ne sont ni cassantes, ni gluantes.

De ce fait, plusieurs films d'alginate de sodium présentant différents volumes de glycérol ont été préparés. La plus faible concentration effective de glycérol est de 20% (v/p) par rapport à la masse sèche d'alginate de sodium. En dessous de cette concentration, les films ont tendance à être fragiles, cassants et difficiles à manipuler. Alors que les films avec une concentration de glycérol de plus de 80% sont souples et flexibles mais gluants. Cette tendance des films à devenir collants à des concentrations de glycérol élevées peut avoir résulté de la diffusion du glycérol à la surface des films comme suggéré dans la littérature [1].

A partir de toutes les formulations élaborées, on a remarqué que lorsque le volume de glycérol augmente, les films deviennent plus souples, ne se cassent pas facilement, flexibles et facilement manipulables mais leur opacité augmente parallèlement. Cela peut être dû à la structure moléculaire de glycérol et de l'alginate de sodium. Le glycérol, en raison de son faible poids moléculaire (92 g/mol), occupe les espaces intermoléculaires entre les chaînes moléculaires de la matrice polymère SA, augmentant ainsi le volume libre et la mobilité des chaînes et réduisant par la même occasion la recristallisation de la matrice SA. Par conséquent, les films de SA seul deviennent plus flexibles et ductiles.

Aucune présence d'agglomérats insolubles n'a été détectée sur les films élaborés.

III. Présentation des films d'alginate de sodium plastifiés et renforcés :

SA-0.6gly / BB

III.1 Apparence visuelle :

En général, Les films **SA-0.6gly / BB** obtenus sont souples, flexibles, facilement manipulable et un peu dur par rapport aux films d'alginate de sodium. Ces films sont présentés dans la figure N°31.

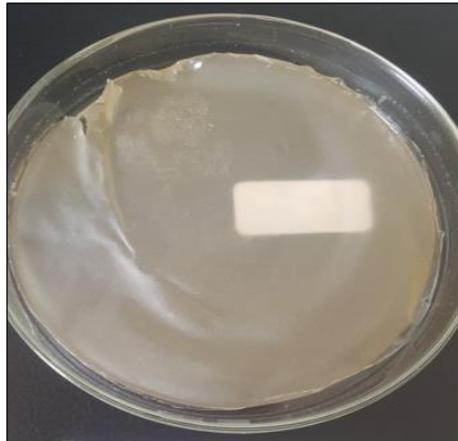


Figure N°31 : Apparence visuelle des films SA-0.6gly / 0.20BB

III.2 Effet du renfort sur les membranes plastifiées d'alginate de sodium :

Tous les films synthétisés dans cette partie sont à la base d'alginate de sodium et plastifiés avec le même taux de glycérol (60 % (v/p) par rapport à la masse sèche d'alginate de sodium). Nous avons élaboré plusieurs films plastifiés et renforcés par différentes fractions volumiques des dispersions de la bentonite de Maghnia (BB).

Visuellement, L'opacité des films **SA-0.6gly / BB** est directement proportionnelle avec l'augmentation de la fraction volumique de BB dans chaque film. Par conséquent, la transparence des films diminue et la couleur des films tend vers le marron.

Ces films ont montré aussi une remarquable amélioration de leurs propriétés mécaniques, en particulier leur rigidité par rapport au film plastifié. Ce phénomène est généralement attribué à l'état de dispersion des particules de la bentonite et plus précisément aux interactions entre les particules de BB et les chaînes macromoléculaires de SA. En effet, en raison de leur petite taille, les particules de BB ont pu facilement s'insérer entre les chaînes macromoléculaires de SA et former des liaisons d'hydrogène et/ou de Van Der Waals avec l'alginate de sodium. Ces interactions réduisent la mobilité des chaînes et ainsi améliorent la rigidité macroscopique des films.

Aucune présence d'agglomérats insolubles n'a été détectée sur les films élaborés.

IV. Propriétés organoleptiques de l'extrait aqueux d'*Inula Viscosa* :

L'extrait aqueux d'*Inula Viscosa*, selon notre observation, est un liquide mobile à une couleur verte au marron (verte kaki) et une odeur caractéristique très forte mais agréable.

Ces observations sont en accord avec une étude réalisée par Dr. Bennabi et son équipe [2] effectuée au sein de notre université.

Extrait aqueux	Aspect	Couleur	Odeur
<i>Inula Viscosa</i>	Liquide mobile	Verte au marron (verte kaki)	Forte odeur se dégage caractéristique

Tableau N° 01 : Propriétés organoleptiques de l'extrait aqueux de la plante *Inula Viscosa*

V. Présentation des biocomposites à base de la plante *Inula* :

Plusieurs films d'alginate de sodium plastifiés avec le même taux de glycérol (60 % (v/p) par rapport à la masse sèche d'alginate de sodium) et renforcés avec la même fraction volumique de la bentonite ont été élaborés avec incorporation de différents volumes de l'extrait aqueux de la plante *Inula Viscosa* préparé précédemment.

Les membranes obtenues sont des films souples, flexibles, facilement manipulables et leur couleur tend vers le vert au marron. Ces films sont illustrés dans la figure N°32.

Nous avons constaté que la transparence de ces films est inversement proportionnelle avec augmentation de la fraction de l'extrait dans les films. Par conséquent, l'opacité de ces films augmente avec l'augmentation de l'extrait ajouté.

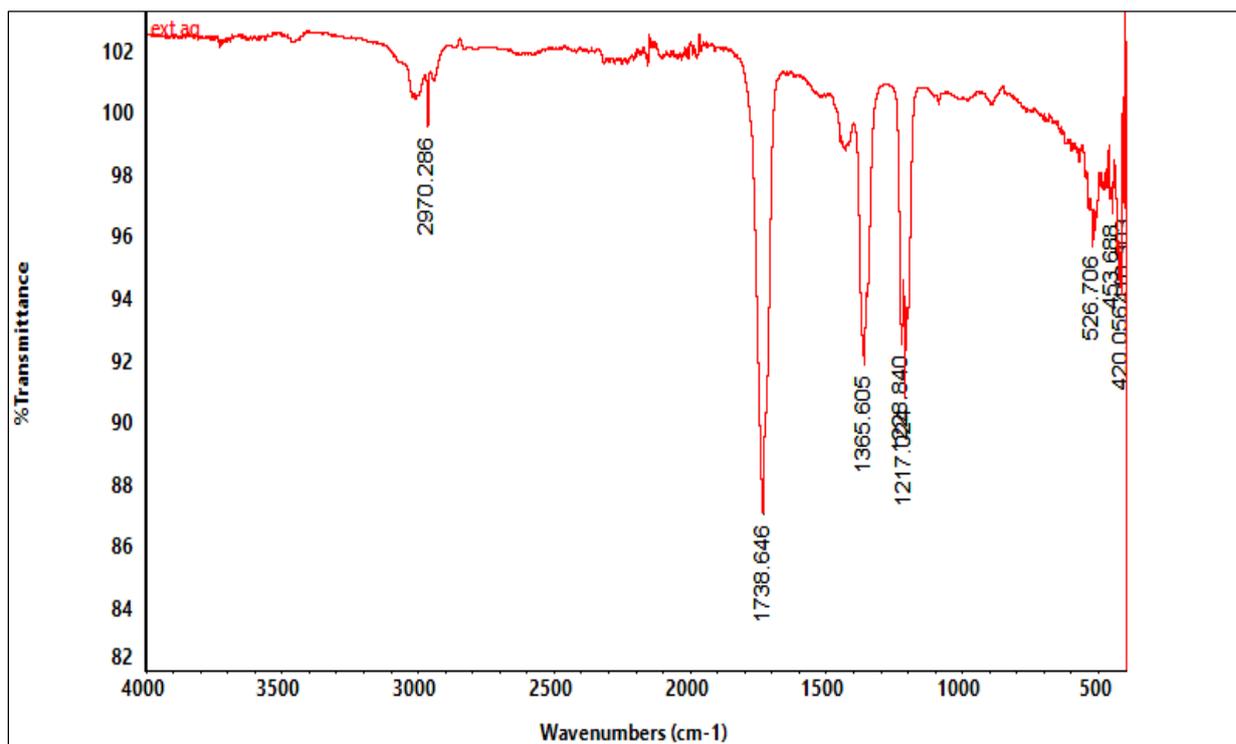


Figure N° 32 : Apparence visuelle des films SA-0.6gly/0.20BB/2.0Ext-aq

Partie B : Caractérisation des composites à base de la plante *Inula Viscosa* par spectroscopie Infrarouge

Cette partie de chapitre est dédiée à la caractérisation des films d'alginate de sodium plastifiés avec le même taux de glycérol (60 % (v/p) par rapport à la masse sèche d'alginate de sodium) et renforcés avec la même fraction volumique de la bentonite en absence et en présence de l'extrait aqueux de la plante *Inula Viscosa*.

Le spectre infrarouge de l'extrait aqueux de la plante *Inula Viscosa* est présenté sur la figure N° 33 et ceux des films plastifiés et renforcés en absence et en présence de cet extrait sont illustrés respectivement sur les figures N°34 et 35.

Figure N° 33 : Spectre IR de l'extrait aqueux d'*Inula Viscosa*

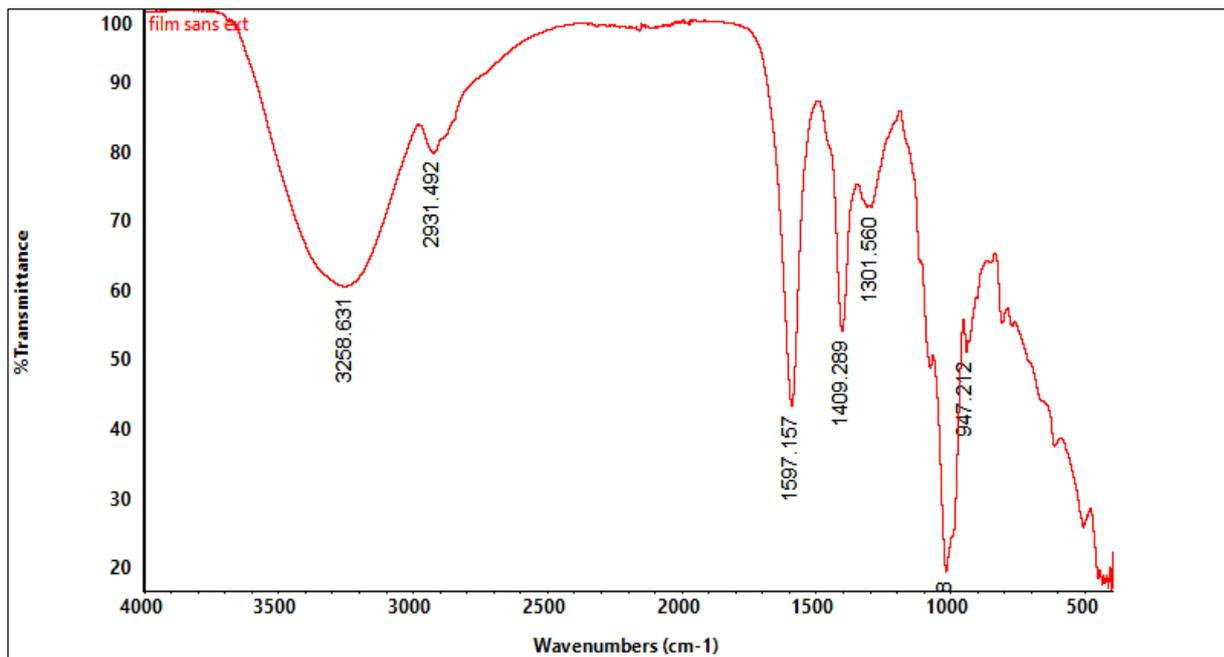


Figure N° 34 : Spectre IR des films plastifiés et renforcés en absence de l'extrait aqueux d'Inula Viscosa

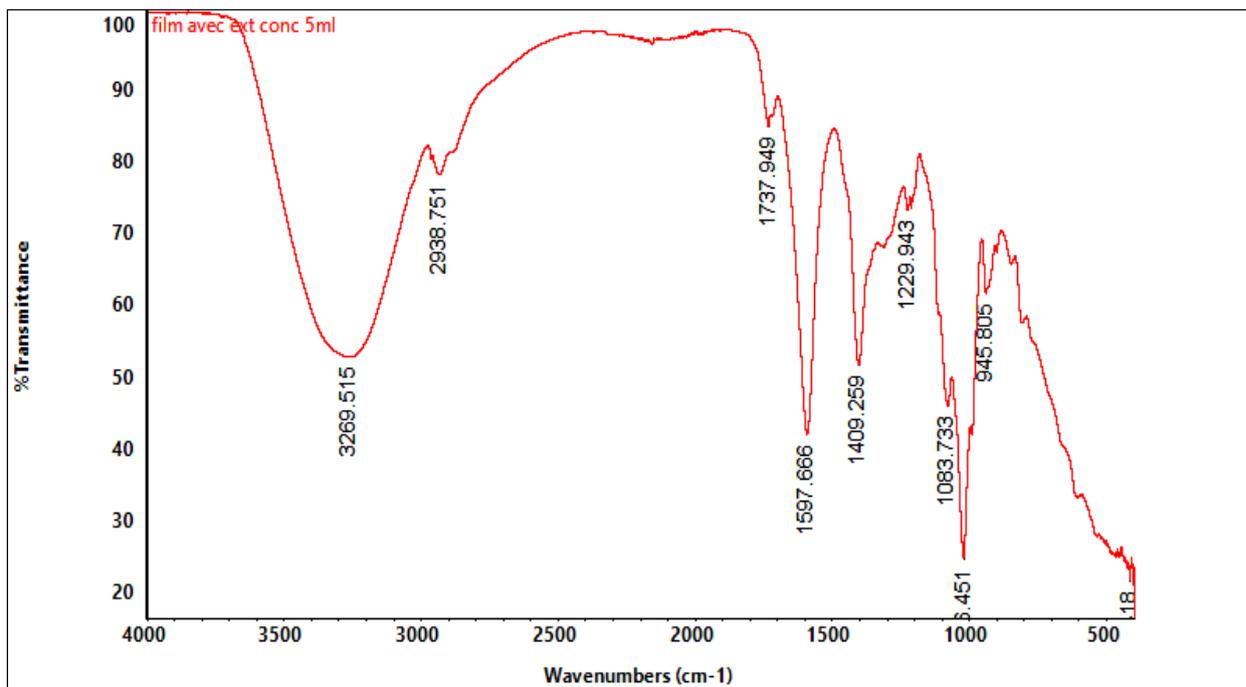


Figure N° 35 : Spectre IR des films plastifiés et renforcés en présence de l'extrait aqueux d'Inula Viscosa

Une comparaison entre les spectres IR de l'extrait aqueux et des films plastifiés et renforcés en absence et en présence de cet extrait peut servir à confirmer l'existence et l'incorporation de l'extrait dans notre biocomposite.

Le spectre infrarouge représenté sur la figure N° 35, montre que leurs bandes d'absorption sont affectées par la composition de l'extrait aqueux. Le passage des spectres illustrés dans les figures N° 33 et 34 au spectre de la figure N°35, est associé par l'apparition d'une bande à 1737 cm^{-1} (attribuée au groupement C=O) et une bande à 1229 cm^{-1} (attribuée au groupement C-O). Cette formation signifie l'existence d'interactions et d'incorporation de l'extrait aqueux dans les films plastifiés et renforcés.

Nous constatons aussi une diminution de l'intensité de ces deux bandes. Cette régression des bandes d'absorption est certainement due aux liaisons formées pendant l'incorporation de l'extrait aqueux dans les films plastifiés et renforcés aboutissant à la formation de notre biocomposite **SA-0.6gly / 0.20BB / Ext-aq**.

Liste des références

[01] Lourdin, D., Bizot, H. et Colonna, P. (1997). Influence of equilibrium relative humidity and plasticizer concentration on the water content and glass transition of starch materials. *Polymer*, 38(21), 1047 – 1053.

[02] M. Nadir ABDERRAHMANE et Mohamed Amine BELKADI. Contribution A l'étude phytochimique Et L'évaluation des activités Antibactériennes Et Antioxydante Des Extraits D'une Plante Médicinale (*Inula viscosa*) De La Région de Ain Temouchent. Mémoire de Master en Science biologique. Centre Universitaire Belhadj Bouchaib d'Aïn-Témouchent.2019/2020

**Conclusion
Et
Perspectives**

Conclusion Et Perspectives

Ce travail de thèse est d'autant porter sur l'élaboration que la caractérisation des biocomposites destinés à plusieurs usages tels que l'emballage alimentaire et le domaine biomédical.

L'objectif majeur de cette étude était d'utiliser des matériaux issus de la biomasse, en l'occurrence l'alginate de sodium et la plante médicinale *Inula Viscosa*, pour élaborer de nouveaux matériaux plus respectueux de l'environnement de sorte qu'après leur utilisation, ils se dégradent rapidement de façon naturelle.

Notre biomatériau est élaboré à base d'alginate de sodium, plastifié par le glycérol et renforcé par les particules de la bentonite. L'ajout d'additif naturel d'extrait aqueux de la plante *Inula Viscosa* dans notre produit a été effectué par succès.

Dans la première partie de ce travail, nous avons élaboré des films à base d'alginate de sodium sans modification. Ces matériaux se présentent macroscopiquement sous formes des films lisses, souples et transparentes.

Dans la deuxième partie, nous avons étudié l'effet de la concentration du glycérol, utilisé comme plastifiant, sur les propriétés macroscopiques des films d'alginate de sodium. En effet, l'augmentation de la concentration du glycérol a amélioré la flexibilité du matériau et au même temps diminué leurs transparence.

Dans la troisième partie, nous avons renforcé les films plastifiés par différentes fractions volumiques de la bentonite. Dans cette étape, une augmentation remarquable des propriétés mécaniques macroscopiques a été noté. Ce phénomène est dû à l'état de dispersion des particules de bentonite et aux interactions matrice/renfort qui réduisent la mobilité des chaînes et améliorent la rigidité macroscopique des biofilms.

Dans la dernière partie, nous avons réussi à préparer l'extrait aqueux de la plante *Inula Viscosa* et l'incorporer dans notre biocomposite, ce qui est confirmé par les résultats de l'analyse d'infrarouge.

Perspectives :

Plusieurs perspectives de ce travail peuvent être envisageables :

- La caractérisation complémentaire par microscopie électronique à balayage (MEB) qui permet l'observation directe de la morphologie des biocomposites, la distribution des phases et éventuellement des domaines remixés. Cette technique nécessite un bon contraste entre les

Conclusion Et Perspectives

différentes phases du système. L'attaque chimique d'une phase du mélange permet d'améliorer l'observation et donc l'interprétation.

- Etudier la perméabilité à la vapeur d'eau de notre biocomposite.
- Il serait intéressant d'en faire des études sur nos biofilms telles que l'effet de la température, la dégradation et la durabilité notamment par l'irradiation UV.

ملخص

كان الهدف من هذا العمل هو تطوير مركبات حيوية جديدة تعتمد على ألجينات الصوديوم SA، ملدنة بالجلسرول ومدعومة بجزيئات البنتونيت. كان هدفنا الثاني هو تحضير مستخلص مائي من نبات طبي اينولا فيزكوزا، ودمجه في الأغشية الحيوية الملدنة والمعززة. تظهر نتائج الدراسة تحسناً ملحوظاً في الخصائص العيانية لأغشية ألجينات الصوديوم بعد تلدينها وتقويتها. أظهرت دراسة تأثير أنه عندما يزداد حجم الجلسرول تصبح الأغشية أكثر ليونة ومرونة ولا تتكسر بسهولة ولكن عند التراكيز العالية تصبح الأغشية لزجة. تمت دراسة تأثير الجزء الحجمي لتشتت البنتونيت على سلوك أغشية SA، وقد تبين أن صلابة أغشية SA تتناسب مع الزيادة في حجم البنتونيت. تم تحضير المستخلص المائي لنباتة اينولا فيزكوزا بنجاح وإدماجه في الأغشية الحيوية الملدنة والمعززة. تم تبرير هذا الإدماج من خلال التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء.

الكلمات المفتاحية: مركب حيوي، جينات الصوديوم، قابلية التحلل، جلسرول، اينولا فيزكوزا.

Résumé

L'objectif de ce travail, était le développement des nouveaux biocomposites à base d'alginate de sodium SA, plastifié par le glycérol et renforcés par les particules de la bentonite. La préparation d'un extrait aqueux d'une plante médicinale Inula Viscosa et l'incorporer dans les biofilms plastifiés et renforcés c'était notre 2ème but. Les résultats de l'étude montrent une amélioration remarquable dans les propriétés macroscopiques des films d'alginate de sodium après leur plastification et renforcement. L'étude de l'effet de la concentration de glycérol sur les films de SA a montré que lorsque le volume de glycérol augmente, les films deviennent plus souples, flexibles et ne se cassent pas facilement mais à des concentrations élevées les films deviennent collants. L'influence de la fraction volumique des dispersions de la bentonite sur le comportement des films de SA a été étudiée et on a montré que la rigidité des films de SA est parallèlement proportionnelle avec l'augmentation de la fraction volumique. L'extrait aqueux de la plante Inula Viscosa a été préparé et incorporé dans les biofilms plastifiés et renforcés avec succès. Cette incorporation a été justifiée par spectroscopie infrarouge.

Mots clés : biocomposites, alginate de sodium, biodégradable, glycérol, Inula Viscosa.

Abstract

The objective of this work was the development of the new biocomposites based on sodium alginate SA, plasticized with glycerol and reinforced with bentonite particles. The preparation of an aqueous extract of a medicinal plant Inula Viscosa and incorporating it into plasticized and reinforced biofilms was our second goal. The results of the study show a remarkable improvement in the macroscopic properties of sodium alginate films after their plasticization and strengthening. The study of the effect of glycerol concentration on SA films showed that when the volume of glycerol increases, the films become softer, flexible and do not break easily but at high concentrations the films become sticky. The influence of the volume fraction of bentonite dispersions on the behavior of SA films has been studied and it has been shown that the stiffness of SA films is parallel proportional with the increase in the volume fraction. The aqueous extract of the Inula Viscosa plant has been successfully prepared and incorporated into plasticized and reinforced biofilms. This incorporation was justified by infrared spectroscopy.

keywords : biocomposite, sodium alginate, biodegradable, glycerol, Inula Viscosa.