

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

جامعة عين تموشنت بلحاج بوشعيب

Université –Ain Temouchent- Belhadj Bouchaib

Faculté des Sciences et de Technologie

Département de Sciences et Technologie



Projet de Fin d'Etudes

Pour l'obtention du diplôme de Master en : Chimie

Domaine : Sciences de la Matière

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie Macromoléculaire

Thème

**Préparation de films plastiques antibactériens à base d'extrait d'ortie
et étude de leur rétention et de leurs propriétés biologiques en vue de
leur utilisation dans l'emballage**

Présenté Par :

- Loukili Abdelkader*
- Lachelache Abdelkader*

Encadrant :

Dr. BENNABI Lamia	MCA	UAT.B. B
Co -encadrant ; Dr ABEDELMALEK Ilham	MCA	UNIV. Tiaret

Devant le jury composé de :

Pr. KIBOU Zahira	PROF	UAT.B. B
Dr. CHAIBI Wahiba	MCA	UAT.B. B

Année Universitaire : 2023/2024

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



Remerciements

*Tout d'abord, Nous remercions DIEU pour nous avoir donné la santé,
La volonté et le courage pour affronter la pression, continuer et réussir nos études,
Comme nous l'avons toujours souhaité.*

*Tout d'abord, nous tenons à remercier notre encadrante de mémoire, **Madame LAMIA BENNABI** pour son inlassable énergie, sa gentillesse, sa disponibilité, son dévouement, ses encouragements indispensables, son aide précieuse et son optimisme à toute épreuve. Nous lui sommes reconnaissants de nous avoir donné la magnifique opportunité de réaliser ce travail,*

Merci pour tout Madame.

*On remercie **M^{me} ABEDELEALEK.I** (MCA.UNIV. TIARET) de nous avoir aidé sur des parties de ce travail et pour les caractérisations de nos Matériaux*

*Nous remercions les membres de jury d'avoir bien voulu accepter de juger ce travail. **Madame KIBOU ZAHIRA**, Nous vous remercierons pour nous avoir fait le grand honneur d'accepter de présider le jury de soutenance.*

*Nous tenons à remercier Madame **CHAIBI WAHIBA** de nous avoir fait l'honneur de juger et évaluer ce travail en qualité d'examineur.*

Nous tenons aussi à remercier l'ensemble de nos enseignants qui nous ont transmis leur savoir et leur Expérience durant tout notre cursus universitaire et permis ainsi d'atteindre le niveau scientifique nécessaire pour la réalisation de ce travail.

Merci à tous



Dédicace

A L'aide de dieu tout puissant, qui m'a tracé le chemin de ma vie, j'ai pu Réaliser ce travail que je dédie :

À mon cher père, qui a passé des nuits blanches et enduré des épreuves pour m'assurer un avenir radieux. Les mots ne suffisent pas à exprimer l'étendue de mon respect et de ma gratitude à ton égard. Tu as toujours été mon plus grand soutien, et chaque succès que j'ai obtenu est le résultat de ton travail acharné et de tes sacrifices. Je te remercie du fond du cœur pour votre confiance en moi. Tu es la lumière qui guide mon chemin et l'exemple que je suis dans la vie. Je demande à Dieu de te protéger et de te garder en bonne santé.

Ma mère bien-aimée, qui a beaucoup enduré et tout sacrifié pour moi, et qui m'a toujours souhaité succès et réussite. Je prie Dieu de te protéger et de bénir ta vie. Je te remercie du fond du cœur pour ta patience infinie, ton aide constante et ton soutien, qui ont été la source de ma force dans les moments les plus difficiles. Tu es une source pure d'amour et de tendresse, et ta présence dans ma vie est la plus grande bénédiction. Je demande à Dieu de te garder heureuse et en bonne santé, et de te récompenser avec tout ce qu'il y a de meilleur.

A ma chère sœur, tu es la lumière qui éclaire mes chemins et la fleur qui orne ma vie. Merci d'être toujours là pour moi et de me soutenir à chaque étape. Tu es l'amie et la sœur que je chéris, je demande à Dieu de réaliser tous tes rêves et de te bénir en tout.

À ma famille élargie, à mes tantes, oncles, cousins et cousines, dont le soutien et les encouragements ont été une source de force et de courage.

*À mes amis(es), **Amine et Abdelillah** et tout qui ont partagé mes joies, mes peines et mes succès. Votre amitié est un trésor que je chérirai toujours.*

*À Mme **LAMIA BENNABI**, mon encadrant, dont les conseils avisés, les orientations précieuses et le soutien constant ont été d'une aide inestimable dans l'élaboration de ce mémoire.*

*À mon Binôme, **Lachelache Abdelkader**, avec qui j'ai partagé ce voyage académique. Merci pour notre collaboration fructueuse et notre soutien mutuel.*

À toute la section Chimie promo 2019, pour l'esprit d'entraide et de solidarité qui nous a unis.

Enfin, je dédie ce travail à toutes les personnes qui m'ont aimé(e) et soutenu(e),

Qui ont cru en moi et m'ont encouragé(e). Votre confiance en moi a été mon plus

Grande motivation et je vous en suis infiniment reconnaissant(e)

LOUKILI ABDELKADER



Dédicace

Je dédie humblement ce travail à mes chers parents, qui ont été mes piliers, mon inspiration et ma motivation tout au long de ce parcours. À mon père, pour son soutien inébranlable, et à ma mère, pour sa lumière, son amour inconditionnel et sa patience infinie. Que Dieu les protège et les bénisse.

À mes frères, qui ont été mes complices, mes confidents et mes meilleurs supporters. Votre présence a été un réconfort constant.

À mes amis(es), qui ont partagé mes joies, mes peines et mes succès. Votre amitié est un trésor que je chérirai toujours.

*À mon Binôme, **LOUKILI ABDELKADER**, avec qui j'ai partagé ce voyage académique. Merci pour notre collaboration fructueuse et notre soutien mutuel.*

*À Mme **LAMIA BENNABI**, mon encadrante, dont les conseils avisés, les orientations précieuses et le soutien constant ont été d'une aide inestimable dans l'élaboration de ce mémoire.*

À toute la section Chimie promo 2019, pour l'esprit d'entraide et de solidarité qui nous a unis.

Enfin, je dédie ce travail à toutes les personnes qui m'ont aimé(e) et soutenu(e), qui ont cru en moi et m'ont encouragé(e). Votre confiance en moi a été ma plus grande motivation et je vous en suis infiniment reconnaissant(e)."

LACHELACHE ABDELKADE

LISTE DES FIGURES

CHAPITRE I

Figure I.1 : Produits d'emballages fabriqués à base de plastique

Figure I.2 : Interactions physico-chimiques entre aliment/matériau/environnement

Figure I.3 : Répartition des quantités de plastiques livrées par secteurs, 2004

Figure I.4 : Structure de l'amylose

Figure I.5 : Structure moléculaire de l'amylopectine

CHAPITRE III

Figure III.1 : étapes de préparation du purin d'ortie (originale).

Figure III.2 : bulles qui remontent à la surface du seau lors du brassage

Figure III.3 : étapes de filtration du purin d'ortie (originale).

Figure III.4 : Schéma de montage d'un spectromètre FT-IR

Figure III.5 : Principe de fonctionnement de Diffraction des rayons X

Figure III.6 : Aspect du plastique à base d'amidon

Figure III.7 : Aspect du plastique à base d'amidon avec l'extrait d'ortie

Figure III.8 : Aspect du plastique à base d'amidon 70% et 40% de polystyrène

Figure III.9 : préparation de film

Figure III.10 : avant séchage

Figure III.11 : La gélose Mueller Hinton

Figure III.12 : révéfication des souches E. coli et S. aureus

Figure III.13 : Lecture de l'activité antibactérienne sur milieu solide par la méthode de diffusion sur disque

Figure III.14 : Courbe de traction théorique.

LISTE DES FIGURES

Figure III.15 : appareil de détermine la courbe de coupon force en fonction de déplacement.

Figure III.16 : Courbe générale de fluage

Figure III.17 : appareil de fluage.

CHAPITRE IV

Figure IV.1 : Spectre infra rouge de l'amidon

Figure IV.2 : Spectre infra rouge de l'amidon

Figure IV.3 : diffractogramme d'amidon natif

Figure IV.4 : Diffractogramme du polystyrène

Figure IV.5 : Schéma de la double couche et du potentiel Zêta

Figure IV.6 : pourcentage de la rétention de P4 et P1 en fonction des jours

Figure IV.7 : Principe de la diffusion du principe actif dans la méthode « des disques ».

Figure IV.8 : L'activité antibactérienne de l'extrait de purin d'ortie vis-à-vis des souches

Figure IV.9 : Comparaison de l'activité antibactérienne des plastiques vis-à-vis des souches bactériennes

Figure IV.10 : comparaison de l'activité antibactérienne des plastiques à base d'ortie

Figure III.11 : des photos pour l'activité

Figure IV.12 : Courbe de traction de l'effort en fonction d'allongement du plastique P1

Figure IV.13 : Courbe de traction conventionnelle contrainte (σ) en fonction de l'allongement

Figure IV.14 : Courbe de traction de la contrainte en fonction de déformation du plastique P1

LISTE DES TABLEAU

CHAPITRE I

Tableau I.1 : L'emballage antimicrobien est le type de système d'emballage conventionnel doté de propriétés antimicrobiennes.

Tableau I.2 : Teneur en amylose et amylopectine des amidons de différentes sources botaniques

CHAPITRE II

Tableau II.1 : Classification de l'Urtica dioïca L.

Tableau II.2 : Propriétés thérapeutiques d'Urtica dioica L.

CHAPITRE III

Tableau III.1 : Tableau des codes des plastiques préparés

CHAPITRE IV

Tableau IV.1 : des attributions des principales bandes observées sur le spectre IR pour l'amidon

Tableau IV.2 : Potentiel Zéta du polystyrène

Tableau IV.3 : % de rétention en fonction du temps des solutions du pH 7 et pH 4 des films pl

LISTE DES ABREVIATION

g : gramme

mg : milligramme

µm : micromètre

CFU : Unité formant colonie

UFC/ml : unité formant colonie par millilitre

mm : millimètre

nm : nanomètre

cm : centimètre

ml : millilitre

M : mole

λ : Lambda

Log : logarithme

P/P : Pourcentage Peso a Peso

TiO₂ : dioxyde de titane

ZnO : l'oxyde de zinc

KBr : le bromure de potassium

TVC : dénombrement total des bactéries viables (TVC de Total Viable Count en anglais)

LAB : bactéries lactiques

OEO : d'huile essentielle d'origan

PSE : Polystyrène expansé

XPS : polystyrène extrudé

PE : Polyéthylène

PET : polyéthylène téréphtalate

PS : Polystyrène

PP : Polypropylène

LISTE DES ABREVIATION

PVC : Polychlorure de vinyle

L'EDTA : acide éthylène diamine tétra-acétique

HDPE : Polyéthylène haute densité

PEBD : Le polyéthylène basse densité (**LDPE**, En anglais Low Density polyéthylène)

PVOH : L'alcool polyvinylique

LLDPE : polyéthylène à basse densité linéaire

TF : transformation de Fourier

CNTP : conditions normales de température et de pression

IRTF : spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

DRX : Diffraction des Rayons X

E.COLI : Escherichia coli

KP : Klebsiella pneumoniae

STAPH : Staphylococcus aureus

CANDIDA : Candida albicans

LISTE DES PHOTOS

CHAPITRE II

Photo II.1 : Plante d'ortie (*Urtica dioica* L)

CHAPITRE III

Photo III.1 : photo dépôt du disque.

Photo III.2 : l'essai d'efficacité du plastique sur les frais

CHAPITRE IV

Photo IV.1 : L'essai de Fluage sur l'éprouvette P3

Photo IV. 2 : l'essai d'efficacité du plastique P1, P3, P4

SOMMAIRE

Résumé	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abreviations	
Liste des Photos	
Introduction générale	01

Etude Bibliographique

Chapitre I : Généralités sur l'amidon, polystyrène et les plastiques antimicrobiens

Introduction	03
I.1. Conception des films pour l'emballage alimentaire	03
I.1.1. A l'état fondu	03
I.1.2. En solution	04
I.2. Les interactions entre l'emballage et l'aliment	04
I.2.1. Phénomène de migration	04
I.2.2. Phénomène de perméation	05
I.2.3. Phénomène de sorption	05
I.3. Facteurs contrôlant la durée de conservation	06
I.4. Définition	06
I.5. Les voies de polymérisation	07
I.5.1. La Polymérisation en chaine	07
I.6. Généralités sur Le polystyrène	08
I.7. Les différents types de polystyrène	08
I.8. Les avantages du plastique polystyrène	09
I.9. Recyclage du le polystyrène	10
I.10. Mode de synthèse des polymères	10
I.11. L'emballage alimentaire	11
I.11.1 Les plastiques dans l'emballage alimentaire	12
I.11.2. Agents antimicrobiens	13

SOMMAIRE

I.11.3. Types d'emballage antimicrobien	16
I.11.4. Incorporation directe d'agents antimicrobiens dans les polymères.....	16
I.11.5. Polymères antimicrobiens intrinsèques.....	17
I.11.6. Emballages antimicrobiens aux huiles essentielles et extraits végétaux.....	17
I.11.7. Emballages antimicrobiens à base de matériaux inorganiques	18
I.11.8. Applications de l'emballage antimicrobien dans les aliments.....	19
I.12. Généralités sur l'amidon.....	20
I.13. Structure	21
I.13.1. L'amylose	21
I.13.2. L'amylopectine	22
I.14. Propriétés.....	22
I.14.1. Propriétés physiques	22
I.14.2. Propriétés chimiques.....	23
I.15. Caractères et essai des amidons officinaux	23
I.16. Utilisation de l'amidon.....	24
I.16.1. Utilisation de l'amidon dans l'industrie.....	24
I.16.2. Industrie pharmaceutique.....	24
I.17. Plastification de l'amidon.....	25

Chapitre II : L'Ortie (*Urtica dioïca* L)

II.1. Historique.....	29
II.2. Présentation de la plante étudiée l'ortie (<i>Urtica dioïca</i>).....	29
II.3. Description de l'Ortie dioïque	30
II.4. Utilisation d' <i>Urtica dioïca</i>	31
II.4.1. Principales Utilisations médicinales	31
II.4.1.1. Utilisation thérapeutique traditionnelle.....	31
II.4.1.2. Utilisation thérapeutique actuelle	32
II.4.2. Utilisation agricole	33
II.4.3. Utilisation industrielle	33
II.5. Le purin d'Ortie	34
II.5.1. Généralités et historique	34
II.6. Principales propriétés du purin d'ortie.....	34

SOMMAIRE

II.6.1. Répulsif et non insecticide.....	34
II.6.2. Protection contre les champignons	34
II.6.3. Biostimulant	34

Chapitre III : Partie expérimentale

III.1. Introduction.....	39
III.2. But de l'étude.....	39
III.3. Produits utilisés.....	39
Matériel	39
Produit.....	40
III.4. Rappel sur l'extraction.....	40
III.5. Principe de la macération.....	40
III.5.1. Préparation de purin d'ortie	41
III.5.2. Suivi de la préparation du purin d'ortie	41
III.5.3. Filtration.....	42
III.6. Mode opératoire.....	43
Extraction du styrène	43
Polymérisation radicalaire du styrène	43
III.7. Mode opératoire.....	44
Polymérisation en en solution.....	44
Méthodes de caractérisations du polystyrène.....	44
III.8. Préparation des pastilles.....	46
Principe	46
III.9. Préparation des plastiques.....	48
III.9.1. Plastification de l'amidon	48
1 ère essaie	48
III.10. Préparation du plastique antibactérien	49
III.11. Etude de la rétention du film plastique	52
Étude de rétention du plastique (P1, P4).....	52
Mise en équation	53
Mode opératoire	53

SOMMAIRE

III.12. Etude antimicrobienne des plastiques préparés (P1, P2, P3, P4, P5)	53
Test biologique.....	53
Souches bactériennes	53
Ensemencement	54
Application des disques (dépôt des disques)	55
Incubation	56
III.13. Lecture des résultats.....	56
III.14. Caractérisations.....	56
III.14.1. Caractérisations mécaniques : Essai de traction et fluage.....	56
III.14.1.1. Principe.....	56
III.14.1.2. Objectif.....	57
III.15. Étude rhéologique de fluage du plastique P4	58
III.15.1. Définition du fluage	58
III.16. Test d'efficacité antibactérienne du plastique préparé	60

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1. Caractérisations du polystyrène.....	62
IV.1.1. Par spectroscopie Infrarouge	62
IV.2. Interprétation des spectres IR	62
IV.3. Potentiel Zeta du polystyrène	63
IV.4. Etude de rétention des plastiques P1, P4.....	64
IV.5. Etude de rétention des films plastiques	64
IV.6. Etude antibactérienne de l'extrait d'ortie fermenté et les plastiques préparés	65
IV.6.1. Activité antibactérienne de l'extrait d'ortie fermenté.....	66
IV.7. Etude rhéologique du plastique	69
IV.7.1. Essai de traction.....	70
IV.7.2. Essai de Fluage.....	75
IV.8. Test d'efficacité du plastique.....	76

Conclusion générale

Etude Bibliographie

INTRODUCTION GENERALE

Les matériaux plastiques antibactériens représentent une avancée prometteuse dans le domaine de la technologie des emballages, offrant des solutions durables pour répondre aux défis de santé publique et environnementaux contemporains. Dans le cadre de cette recherche de fin d'études, nous nous sommes penchés sur la fabrication de films plastiques antibactériens en exploitant les propriétés intrinsèques des orties (*Urtica dioica*), une plante aux multiples bienfaits thérapeutiques et biologiques. L'objectif principal de cette étude était de développer des films plastiques à base d'ortie, intégrant des propriétés antibactériennes, avec pour ambition de proposer une alternative écologique et efficace aux emballages plastiques conventionnels.

Les emballages actifs offrent une protection active libérant en permanence des composés actifs tels que des antioxydants, des agents antimicrobiens, des enzymes, des arômes généralement présents dans des extraits de plantes présentant un caractère antimicrobien. Les emballages actifs par leur concept innovant et en raison de leurs interactions avec l'emballage, l'aliment et l'environnement, augmentent la durée de leurs conservations, préservent les saveurs, et réduisent les teneurs en additifs et conservateurs dans des formulations alimentaires qui présentent un danger pour la santé de l'homme, tout en préservant la qualité du produit. Ainsi, la plupart des emballages actifs en plastiques rencontrés dans la littérature permettent d'incorporer dans leurs systèmes des substances actifs synthétiques et artificielles

Pour ce faire, nous avons combiné différentes méthodes de fabrication d'un bioplastique, notamment la fermentation de l'ortie dans l'eau, l'extraction de solutions concentrées, et l'incorporation de ces extraits dans des matrices de polystyrène et d'amidon.

Ce mémoire sera structuré en quatre chapitres :

Chapitre 1 : est un résumé sur une synthèse bibliographique concernant les polymères, le mode de synthèse et leurs applications, dans le domaine de l'emballage plastique antibactérien.

Chapitre 2 : s'articule sur une présentation générale sur, les propriétés de la plante qui était utilisée dans, la partie pratique qui est l'ortie, ainsi que son utilisation.

Chapitre 3 : dans ce chapitre on entame, la méthodologie adoptée pour la synthèse du polystyrène, le bioplastique à base d'amidon ainsi que, les plastiques à base d'extrait fermenté d'ortie.

Chapitre 4 : représente l'ensemble des résultats obtenus et les caractérisations effectués et L'étude rhéologique du plastique préparé.

Ce mémoire est clôturé par une conclusion et perspectives.

CHAPITRE I

Généralités Sur L'amidon,
Polystyrène et *Les Plastiques*

Antimicrobiens

Introduction :

L'emballage est une structure adaptée à un produit, conçu pour retarder et protéger les aliments contre la détérioration chimique, biologique et physique, prolonger la durée de conservation, maintenir, augmenter et assurer la qualité et la sécurité des produits. Certains exemples de facteurs chimiques qui peuvent affecter négativement les aliments comprennent l'exposition aux gaz, à l'humidité et à la lumière. Les emballages offrent également une protection biologique contre les micro-organismes, les insectes, les rongeurs et autres animaux nuisibles ainsi que la protection physique contre les dommages mécaniques, les chocs et les vibrations pendant le transport et la distribution [1].

En Algérie L'industrie de l'emballage compte 197 entreprises implantées dans 26 wilayas, selon un recensement effectué par la confédération algérienne du patronat citoyen (CAPC). Ces entreprises activent dans différentes branches du secteur, dont le papier, le carton ondulé, le plastique ou encore le métallique [2], L'emballage plastique est une filière au poids économique important au sein de l'industrie de l'emballage. Elle regroupe une variété de produits notamment la fabrication des sacs et sachets, des produits de bouchage, sur bouchage et de flaconnage [3]

Sur la scène mondiale, l'industrie des emballages plastiques, domine nettement le reste des filières en s'accaparant de la plus grande part du marché mondial. Il faut d'ailleurs dire que le plastique reste également « le matériau d'emballage le plus échangé mondialement, puisqu'il concentre, à lui seul, environ 35,8% des exportations mondiales (figure1)

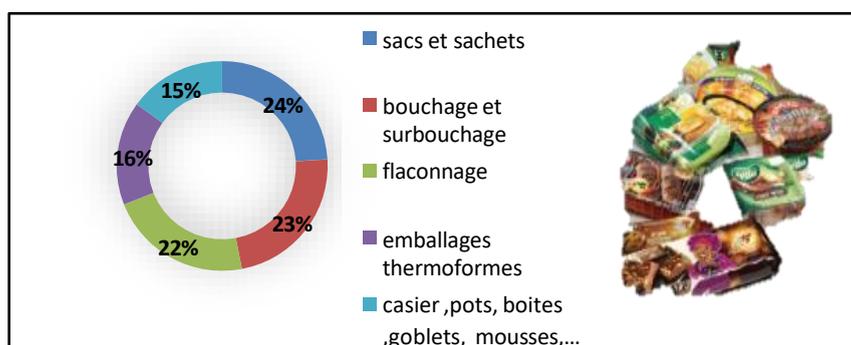


Figure I.1 : Produits d'emballages fabriqués à base de plastique [4]

I.1. Conception des films pour l'emballage alimentaire :

I.1.1. A l'état fondu :

Cette voie de transformation est permise pour les thermoplastiques, c'est à dire lorsque les transformations générées par une augmentation de la température sont réversibles. Des connaissances préliminaires du comportement thermoplastique doivent être développées afin de pouvoir maîtriser le procédé [5]. Dans ce cas, la mise en forme des matériaux peut être faite par extrusion, calandrage, extrusion - soufflage, injection, thermoformage qui sont des procédés classiquement employés pour la mise en forme de polymères synthétiques.

I.1.2. En solution :

Beaucoup de matériaux sont produits par cette voie (méthode du casting) qui consiste à préparer une dispersion filmogène des polymères dans un solvant approprié, suivi d'une déshydratation sur une surface lisse. Les systèmes solvants utilisés pour les films et les enrobages comestibles sont limités à l'eau et l'éthanol ou bien à la combinaison des deux [6].

L'emballage est une structure adaptée à un produit, conçu pour retarder et protéger les aliments contre la détérioration chimique, biologique et physique, prolonger la durée de conservation, maintenir, augmenter et assurer la qualité et la sécurité des produits. Certains exemples de facteurs chimiques qui peuvent affecter négativement les aliments comprennent l'exposition aux gaz, à l'humidité et à la lumière. Les emballages offrent également une protection biologique contre les micro-organismes, les insectes, les rongeurs et autres animaux nuisibles ainsi que la protection physique contre les dommages mécaniques, les chocs et les vibrations pendant le transport et la distribution [7].

I.2. Les interactions entre l'emballage et l'aliment :

Lors de la fabrication et pendant la conservation des aliments, il existe des phénomènes d'interactions entre le matériau d'emballage, la denrée alimentaire et l'environnement. Entre ces trois phases, des interactions peuvent se produire, entraînant une énergie ou un transfert de masse [8] entre sur le produit et/ou l'emballage. Les principaux types d'interaction sont : La migration, la perméation et sorption.

I.2.1. Phénomène de migration :

La migration correspond à la diffusion des constituants de l'emballage vers l'aliment, il peut s'agir d'adjuvant technologique de monomères, d'oligomères, de pigments et solvant des encres d'impression ou de produits de dégradation, la migration peut induire, des problèmes de toxicité mais également des odeurs indésirables [9].

I.2.2. Phénomène de perméation :

Certains emballages sont perméables à des degrés différents aux petites molécules comme :

- Les gaz (O₂, CO₂, N₂)
- La vapeur d'eau et la vapeur organique

Les arômes, saveurs et les additifs présents dans les aliments. Ainsi que le passage des composés volatils de l'extérieur vers l'aliment. Ce qui peut causer si ce phénomène n'est pas réduit la prolifération des bactéries, les pertes de carbonatation (dans les boissons gazeuses), la perte des arômes et /ou de flaveur dans le produit fini et donc des modifications des propriétés organoleptiques du produit [10].

I.2.3. Phénomène de sorption :

La sorption est l'assimilation des constituants de l'aliment par la paroi d'emballage suivie de leur pénétration dans le polymère [10]. Elle peut causer une perte des arômes et entraîner une modification structurale du polymère qui peut induire à son vieillissement.

La composition intrinsèque de l'aliment emballé (pH, teneur en matières grasses, composé aromatique) peut avoir une influence sur les caractéristiques de sorption des matériaux d'emballage, tandis que des facteurs environnementaux comme la température, et pour certains polymères, l'humidité relative peut affecter leurs caractéristiques de barrière.

Les phénomènes de sorption sont plus fréquents avec des composés lipophiles, cela est dû à la grande affinité pour la plupart des emballages qui sont aussi peu ou pas polaires (PE, PET, PS, PP) [11].

I.3. Facteurs contrôlant la durée de conservation :

Qu'ils soient chimiques, physique, biochimique ou microbiologique les facteurs qui portent atteinte à la qualité d'un produit alimentaires sont nombreux et peuvent être classé selon Qu'ils sont issus du produit lui-même ou de son environnement [12].

- Les facteurs intrinsèques : nature physico-chimique, PH...
- Les facteurs extrinsèques : la température, l'humidité, la lumière, les microorganismes

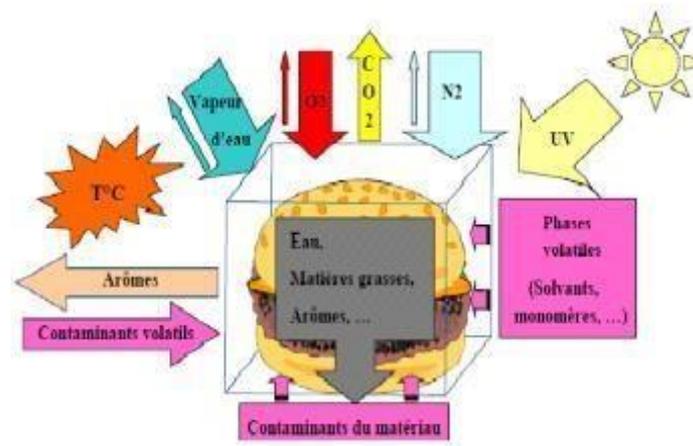


Figure I.2 : Interactions physico-chimiques entre aliment/matériau/environnement

A cause de ses interactions il faut choisir un matériau, polymère adapté contre la lutte des Interactions et qui résiste à un environnement de conditionnement des aliments jusqu' à la Date de leur préemption, l'un des polymères très utilisé dans l'emballage plastiques Alimentaires cité au paravent et qu'on va détailler son mode de synthèse et auquel on s'est Intéressé en premier lieu est le polystyrène

I.4. Définition :

Le mot polymère d'origine Grec polus -meros, est composé de deux mots, « polus » qui veut dire plusieurs et « méros » qui veut dire partie est par définition une macromolécule organique ou inorganique constituée de l'enchaînement répété d'un même motif. Les Monomères sont liés les uns aux autres par des liaisons covalentes. Les polymères peuvent être constitués d'un seul motif ou d'un seul monomère dans ce cas on parle d'un

Homopolymère. Dans le cas où il y'a deux monomères différents on parle d'un copolymère [13]

Les polymères ont rempli tous les domaines de notre vie quotidienne. Ils sont la base de plusieurs matériaux et sont utilisés dans différents domaines, tels que :

- Vêtements, fibres textiles naturelles et synthétiques, mousses isolantes, colles, vernis, seaux, vaisselle ... Moyen de transports et en particulier l'automobile : carrosserie, habillage intérieur, réservoirs d'essence ...
 - Emballage alimentaire : bouteilles, pots de yaourt ...
 - Emballage industriel : flacons de détergents, sachets et sacs,
 - Industrie électrique et électronique : boîtiers, gainage de câbles, façades de téléviseurs ...
 - Industrie chimique : tuyauteries, cuves, revêtements ...
 - Bâtiment et travaux publics : peintures, isolation, revêtement de sol ...
 - Agriculture : arrosage, serres, bâches ...
 - Médicale : verres de lunettes, lentilles de contact, prothèses, matériel hospitalier
- [14]

I.5. Les voies de polymérisation :

I.5.1. La Polymérisation en chaîne :

Les réactions en chaîne font intervenir un nombre réduit de centres actifs mais ces derniers sont très réactifs. Il s'établit entre 1000 et 10000 réactions primaires pendant la durée de vie d'un radical (0,1 seconde). Les réactions en chaîne se déroulent suivant 3 grandes étapes :

- L'amorçage qui conduit à la formation du premier centre actif.
- La propagation pendant laquelle les macromolécules croissent.
- La terminaison qui correspond à l'arrêt de la croissance des chaînes.

Les terminaisons déterminent la taille des chaînes. En polymérisation radicalaire, cette terminaison se fait par la réaction de deux radicaux macromoléculaires. Cette réaction peut être soit une addition conduisant à une très longue chaîne macromoléculaire soit une

dismutation conduisant à deux chaînes macromoléculaires l'une contenant une fin de chaîne saturée et l'autre contenant une fin de chaîne insaturée. La polymérisation en chaîne regroupe la polymérisation radicalaire et la polymérisation ionique. Cette dernière peut être anionique, cationique ou ionique-coordinée. La polymérisation ionique-coordonnée se fait en présence de catalyseurs régiosélectifs de type Ziegler et Natta (prix Nobel partagé de chimie 1963) à base d'halogénures de métaux de transition. Elle permet le contrôle de la structure moléculaire des polymères et permet l'obtention de polymères de très hautes masses molaires [15]

I.6. Généralités sur Le polystyrène :

La plupart des consommateurs connaissent bien le polystyrène. Il s'agit sûrement du type de plastique le plus connu d'ailleurs. Rien d'étonnant à cela, quand on sait que le polystyrène est présent dans beaucoup d'objets de la vie courante : emballages, jouets, isolants... La liste est longue !

En effet, grâce à ses nombreuses propriétés, il a su conquérir un très grand nombre de secteurs. Le polystyrène a été découvert en 1839 mais il faudra attendre près d'un siècle pour qu'il soit exploité à grande échelle en Allemagne et aux États-Unis. À partir de 1933, sa fabrication s'industrialise. Depuis, ce plastique ne fait que de se perfectionner. Le polystyrène est un polymère obtenu via la polymérisation des monomères de styrène. Suivant la température, cette matière plastique passe par différents états. En effet, à 20°C il est solide, à 120°C il devient pâteux et enfin à 150°-170°C il fond. Cependant, sa manipulation à de hautes températures doit être particulièrement encadrée Puisqu'elle est hautement inflammable [16].

I.7. Les différents types de polystyrène :

Il existe différents types de polystyrène. Chacun a des propriétés différentes, qui génèrent des usages distincts. Le plastique cristal, aussi appelé plastique PS, sert souvent à protéger les objets, comme les appareils électro-ménagers, puisqu'il est très dur. Même s'il est transparent, il peut facilement se colorer. Il s'agit d'un matériau très facile à transformer, par injection ou extrusion.

Dans la composition du polystyrène choc, un assemblage de plastifiant ou de caoutchouc entre en jeu. Il est plus souple que le plastique PS mais aussi plus difficile à souder et moins transparent. Le polystyrène expansé, aussi appelé PSE, est obtenu à partir d'un mélange de polystyrène et de gaz.

Enfin, le polystyrène extrudé, connu comme XPS, est fabriqué comme le PSE sauf que les billes de monomère de styrène sont extrudées avec du gaz HFC ou du CO₂, ce qui le rend plus dense [16].

I.8. Les avantages du plastique polystyrène :

Le polystyrène a de nombreuses propriétés qui diffèrent selon le type de polystyrène dont il est question. Cependant, tous ont les caractéristiques suivantes en commun :

- **Résistant au choc** : il est difficilement cassable ;
- **Imperméable** : il résiste très bien à l'eau ou aux huiles, par exemple ;
- **Facilement nettoyable** : sa surface se lave facilement ;
- **Résistant à la compression** : il est donc un emballage idéal pour plusieurs produits.

Grâce à ses nombreuses propriétés, le polystyrène est utilisé dans de nombreuses industries:

- **Les emballages** : le plastique PS est souvent utilisé pour protéger les produits, on le retrouve comme boîtier pour CD et DVD ou comme contenant pour des éléments de décoration, par exemple ;
- **Le bâtiment** : sous sa forme en mousse. C'est un excellent isolant thermique pour les murs ou les toits ;
- **L'électroménager** : il est souvent utilisé pour fabriquer des électroménagers et petits électroménagers, comme les réfrigérateurs ou les blenders, et aussi comme emballages pour les protéger ;
- **L'agro-alimentaire** : c'est le plastique idéal pour protéger des aliments ou pour contenir des plats à emporter puisqu'il est imperméable et inerte ;
- **L'automobile** : il est communément utilisé pour fabriquer certaines parties des voitures. Sa version en mousse est très présente dans les sièges auto pour enfants [16].

I.9. Recyclage du le polystyrène :

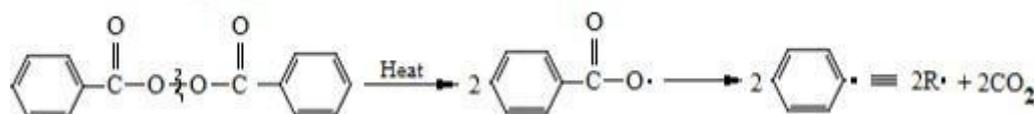
Le polystyrène n'est pas toxique mais il met plus de 1 000 ans à disparaître dans la nature et peut provoquer la mort d'animaux sauvages qui pourraient l'avalier. C'est pourquoi son recyclage est un véritable enjeu.

La bonne nouvelle, c'est qu'il s'agit d'un type de plastique qui peut se recycler. Dans les centres de recyclage créés à cet effet, une deuxième vie s'offre au polystyrène sous la forme de boîtiers en plastique, de pots de fleurs ou encore de cintres [16].

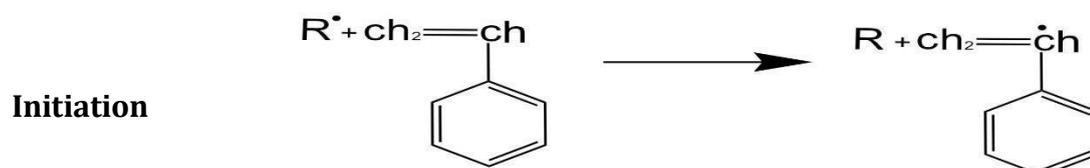
I.10. Mode de synthèse des polymères :

Le styrène est polymérisé par un mécanisme de polymérisation radicalaire.

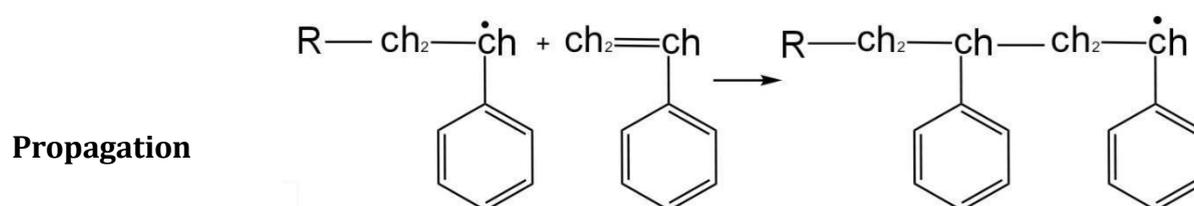
Dans ce processus de polymérisation, l'initiateur peroxyde de benzoyle se décompose à 80-90 °C avec la rupture de la Liaison oxygène-oxygène pour donner deux radicaux benzyloxy, qui perdent ensuite du dioxyde de carbone pour former deux radicaux benzyle.



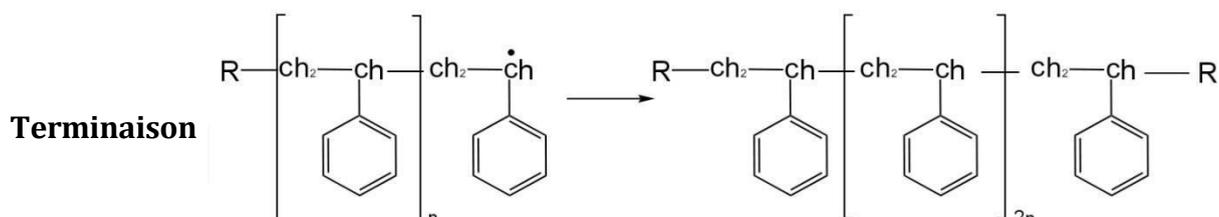
Les radicaux initiateurs (R^*) s'ajoutent à la double liaison C=C du styrène pour produire un nouveau radical libre de type benzyle, comme illustré ci-dessous.



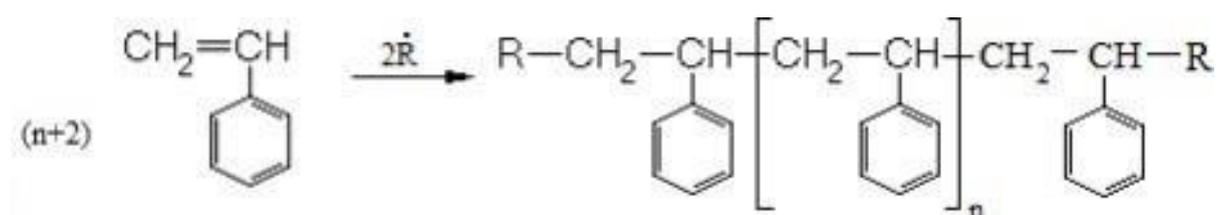
Ce radical se lie ensuite à une autre molécule de styrène, et le processus se poursuit, pendant lequel la chaîne polymère commence à croître.



Il existe une possibilité d'ajout de 5000 unités de monomère avant que la chaîne ne soit terminée. La contribution au poids moléculaire par le radical est négligeable (0,02 %). Enfin, la croissance de la chaîne polymère est terminée par la combinaison de deux radicaux (soit les deux radicaux polymères, soit un radical polymère et un radical initiateur) [17].



L'équation globale pour le processus de polymérisation est la suivante [17].



I.11. L'emballage alimentaire :

L'emballage alimentaire est défini comme tout objet constitué de matériaux de toute nature, destiné à contenir et à protéger des marchandises données allant des matières premières aux produits finis, à permettre leur manutention et leur acheminement du producteur au consommateur ou à l'utilisateur, et à assurer leur présentation.

On reconnaît plusieurs altérations des produits alimentaires :

- Actions physiques (gel, écrasement au cours de la récolte ou du transport, flétrissement par déshydrations...).
- Détériorations chimiques (brunissement, rancissement par oxydation, rassissement du pain et des pâtes).
- Altérations dues à l'évolution naturelle des aliments (ramollissement exagéré des fruits, brunissement...).
- Altérations d'origine microbienne L'emballage va concourir à la conservation du produit en entretenant sa qualité sanitaire et organoleptique le plus long possible en retardant ou excluant les effets des mécanismes d'altérations physico-chimiques ou microbiennes.

Dans le but d'anticiper la dégradation de la qualité de l'aliment, le choix des emballages doit être approprié afin de prévenir toute prise ou perte d'eau des aliments sensibles à l'eau, éluder l'amplification de microorganismes ou également borner les réactions physico-chimiques, comme pour autant, réduire la modification du profil aromatiques de ces aliments et leur convenabilité [18].

I.11.1 Les plastiques dans l'emballage alimentaire :

Dans le domaine de l'emballage alimentaire, les matériaux plastiques ont pris ces dernières années, une partie de plus en plus importante dans le marché. Le secteur de l'emballage représente en quantité 30% de l'utilisation de matières plastiques [18], figure I.3

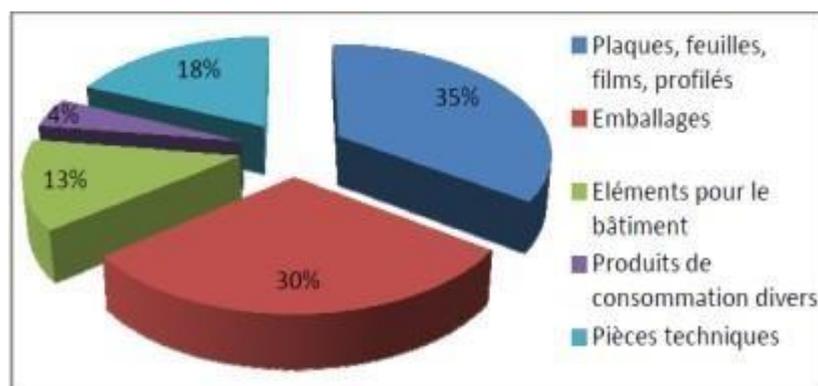


Figure I.3 : Répartition des quantités de plastiques livrées par secteurs, 2004 [18].

Les principaux polymères utilisés dans ce domaine sont [7] :

- Polyéthylène (PE)
- Poly thiophène (PT)
- PET
- Ethylène-Acétate de vinyle (EVA)
- Ethylène-alcool vinylique (EVOH)
- Polyamides (PA)
- Polychlorure de vinyle (PVC)
- Poly (chlorure de vinylidène) (PVdC)
- Polystyrène (PS)

- Styrène-butadiène (SB)
- Acrylonitrile-butadiène-styrène (ABS).

Pour ceux-ci nous avons choisis de nous focaliser plus spécifiquement sur le PE et le PS, qui représentent respectivement 20% et 11% des plastiques de base utilisés en 2004 (figure II.3). Dans l'emballage en particulier, les Polyoléfines (PE et PP) et les PS représentent 54% et 18% des matériaux plastiques utilisés [18].

I.11.2. Agents antimicrobiens :

L'emballage antimicrobien est le type de système d'emballage conventionnel doté de propriétés antimicrobiennes. La condition essentielle pour la formulation d'un système d'emballage antimicrobien est la qualité alimentaire. Les agents antimicrobiens améliorent la qualité et maintiennent la sécurité des emballages alimentaires en réduisant la contamination superficielle des aliments transformés, mais ils ne doivent pas être utilisés en remplacement d'un bon assainissement et d'une bonne hygiène. Divers agents antimicrobiens peuvent être incorporés dans le système d'emballage, notamment des antimicrobiens chimiques, des antioxydants, des produits biotechnologiques, des polymères antimicrobiens, des antimicrobiens naturels et des gaz (tableau 1). Les agents antimicrobiens peuvent être classés en trois groupes : les agents chimiques, les agents naturels et les probiotiques. Les acides organiques et leurs sels, les sulfites, les nitrites, les antibiotiques et les alcools sont les produits chimiques les plus utilisés comme agents antimicrobiens synthétiques. Les agents antimicrobiens affectent les micro-organismes en réduisant leur taux de croissance et en augmentant ainsi la phase de latence des micro-organismes ou en inactivant les micro-Organismes. Les agents antimicrobiens incorporés dans les emballages Alimentaires libèrent lentement des agents sur la surface des aliments ou peuvent être utilisés sous forme de vapeur.

Les acides organiques, les fongicides, les bactériocines, les protéines, les enzymes, les gaz inorganiques et les zéolithes de substitution des métaux utilisés comme agents antimicrobiens Dans la technologie de l'emballage ont fait l'objet d'expériences visant à déterminer s'ils conviennent à l'emballage antimicrobien. Les matériaux organiques et inorganiques ou leurs sels sont couramment utilisés comme agents antimicrobiens dans les emballages alimentaires

Antimicrobiens. Les acides organiques tels que le benzoate de sodium et le sorbate de potassium sont généralement considérés comme des conservateurs sûrs et largement utilisés dans le monde. Le sorbate de potassium a été le conservateur le plus efficace contre les champignons, à utiliser dans les produits de boulangerie. De nombreux composés inorganiques ont une activité antimicrobienne lorsqu'ils sont intégrés dans des systèmes d'emballage. L'argent et les matériaux poreux complexes avec l'argent, tels que la zéolite, sont utilisés comme particules antimicrobiennes en plus des films polymères ou des revêtements de surface [19].

Antimicrobiens	Matériaux d'emballage	Aliments	Micro-organismes
BHT	HDPE	Breakfast céréale	Moulds
Acid benzoïque	PE	Tilapia filets	Total bactérie
Sorbates	LDPE	Culture media	S. cerevisiae
Lysozyme, nisine, EDTA	Soya Protein Isolante, zein	Culture media	E. coli, Lb. Plant arum
Lysozyme immobilisé	PVOH, nylon, cellulose acétate	Culture media	Lysozyme activity test
Nisine	Corn zein	Shredded cheese	Total aerobes
Nisine, citrate, EDTA	PVC, nylon, LLDPE	Chicken	Sal. typhimurium
Bénomyl	Ionomer	Cheese	Moulds
Imazalil	PE	Cheese	Moulds
Chitosan	Chitosan/paper	Strawberry	E. coli
Graines de pamplemousse	LDPE, nylon	Ground beef	coli-forms, Aerobes
Clove	LDPE	extract Culture media	L. plantarum, E coli
Silver zeolite,	LDPE	Culture media	S. cerevisiae, E. coli

Tableau I.1 : L'emballage antimicrobien est le type de système d'emballage conventionnel doté de propriétés antimicrobiennes.

Les nanoparticules de zinc présentent une forte activité antimicrobienne contre les micro-organismes en affectant la perméabilité de la paroi cellulaire, la respiration et la respiration cellulaire. L'oxyde de titane, après excitation aux UV, présente une activité antimicrobienne similaire à celle de l'argent. Le dioxyde de carbone, le dioxyde de soufre, le dioxyde de chlore, L'éthanol et l'ozone sont utilisés sous forme de gaz et agissent comme des agents antimicrobiens efficaces dans l'espace de tête emballé. Le chitosan, forme désacétylée de la chitine, possède des propriétés antimicrobiennes, émulsifiantes et une capacité de Formation de film variable. Les agents antimicrobiens naturels tels que les extraits d'herbes, les épices, les enzymes et les bactériocines sont utilisés pour stériliser et prolonger la durée De conservation des aliments. Les extraits d'épices et d'herbes sont composés d'alcools phénoliques, terpéniques et aliphatiques, tandis que les composés mineurs sont des cétones et des aldéhydes. Outre l'activité antimicrobienne, ils présentent une activité antioxydante et d'autres effets médicaux. Les bactériocines sont des toxines peptidiques de petite taille produites par des bactéries pour inhiber la croissance de souches bactériennes similaires. Le lysozyme et d'autres bactériocines telles que la nisine et l'EDTA sont incorporés dans des enrobages comestibles ou des films plastiques. La croissance des micro-organismes de détérioration et pathogènes est inhibée par la nisine, la pédiocine, la lacticine et la propionicine lorsqu'elles sont incorporées dans un système d'emballage alimentaire. Le papier enduit d'une concentration de nisine de 3 % exerce une activité antimicrobienne contre la bactérie Gram-positive, *Listeria monocytogenes*. Dans le lait et le jus d'orange conservés à 10°C, la croissance des bactéries aérobies totales et des levures a été supprimée de manière significative par le carton enduit de nisine. La nisine et la lacticine 3147 immobilisées dans des Sachets de polyéthylène/polyamide sont efficaces contre *Lactococcus lactis*, *Listeria innocua* et *Staphylococcus aureus* dans des tranches de fromage et de jambon conservées dans des emballages sous atmosphère modifiée (MAP) à des températures de réfrigération, prolongeant ainsi la durée de conservation [19].

I.11.3. Types d'emballage antimicrobien :

Les emballages antimicrobiens peuvent se présenter sous diverses formes, telles que les sachets/tampons contenant des agents antimicrobiens volatils, les polymères dans lesquels des agents antimicrobiens volatils et non volatils sont directement incorporés, les

Revêtements antimicrobiens sur la surface des polymères, les liaisons ioniques ou covalentes entre les antimicrobiens et les agents antimicrobiens et les agents antimicrobiens. Polymères, des liaisons ioniques ou covalentes d'antimicrobiens et de Polymères en raison de la technique d'immobilisation et de polymères intrinsèquement Polymères antimicrobiens [19].

I.11.4. Incorporation directe d'agents antimicrobiens dans les polymères :

La matrice polymère avec un agent antimicrobien incorporé a trouvé une application commerciale dans les produits pharmaceutiques et autres articles ménagers. La zéolithe substituée par 1 à 3 % d'argent est incorporée dans le polyéthylène, le polypropylène, le nylon et le styrène-butadiène, perturbant l'activité enzymatique des cellules microbiennes. Les enzymes antimicrobiennes telles que la lactoferrine et la lactoperoxydase, les peptides antimicrobiens tels que les maginines, les cécropines, les phénols naturels, les antioxydants et les métaux comme le cuivre trouvent de nombreuses applications dans l'incorporation dans les polymères. Les films comestibles incorporés à la nisine ou aux lysozymes provoquent l'inhibition d'E. coli lorsqu'ils sont combinés à des agents chélateurs tels que l'EDTA. Les antimicrobiens incorporés empêchent la croissance de surface dans les emballages alimentaires [19].

I.11.5. Polymères antimicrobiens intrinsèques :

Les films et les revêtements de chitosane et de poly-L-lysine appliqués aux emballages alimentaires possèdent intrinsèquement des propriétés antimicrobiennes. Les Revêtements de chitosane appliqués aux fruits et légumes les protègent de la dégradation fongique et agissent comme une barrière entre le micro-organisme et les nutriments contenus dans les produits frais. Les films et revêtements de chitosane servent également de support à divers agents antimicrobiens tels que les acides organiques et les épices. Les polymères intrinsèques comme le chitosane et la poly-L-lysine inhibent la croissance microbienne en provoquant une fuite des constituants intracellulaires des cellules microbiennes. La durée de conservation des fruits et légumes est augmentée grâce à l'utilisation d'un polymère acrylique aux propriétés bactéricides, obtenu par copolymérisation d'un co-monomère d'amine protonée acrylique. Les polymères tels que les films de polyamide présentent également des propriétés antimicrobiennes lorsqu'ils

Sont traités par rayonnement UV en raison d'une augmentation de la concentration d'amines à la surface du film [19].

I.11.6. Emballages antimicrobiens aux huiles essentielles et extraits végétaux :

Les huiles essentielles étant riches en terpènes volatils et en composés phénoliques, elles possèdent un fort potentiel d'inhibition d'un large spectre de micro-organismes. Généralement, les composants actifs des huiles essentielles végétales inhibent les micro-organismes en perturbant la membrane cytoplasmique, en interrompant la force protonique motrice, le flux d'électrons, le transport actif et en inhibant la synthèse des protéines. Exemples d'extraits végétaux et d'huiles essentielles les plus largement incorporés dans les emballages alimentaires : le linalool, le thymol, le carvacrol, l'huile de girofle, le cinnamaldéhyde et les huiles essentielles de basilic. Les films à base d'isolat de protéines de soja et d'extrait de pépins de raisin réduisent les populations de *Listeria monocytogenes* de 2,9 log CFU/ml et augmentent significativement l'épaisseur, la résistance à la perforation et la résistance à la traction par rapport au film témoin. Les films en polyéthylène basse densité contenant 0,34 % p/p de linalool ou de méthylchavicol comme additifs antimicrobiens réduisent la charge microbienne mais diminuent les propriétés de l'emballage telles que la transparence, le taux de transmission de la vapeur d'eau et de l'oxygène. Des échantillons de poulet emballés dans des films biodégradables à base de polylactide, de polyéthylène glycol et d'huile de cannelle inhibent la numération des micro-organismes viables totaux (TVC), des bactéries lactiques (LAB) et des coliformes totaux pendant la période de stockage d'un log CFU/g. Différentes concentrations d'huile essentielle d'origan (OEO) et d'argile montmorillonite organophile incorporées dans un film à base d'acétate de cellulose permettent de contrôler la croissance des champignons phytopathogènes. Un enrobage à base d'huile essentielle d'origan et de citral sur un film en polypropylène (PP) a permis de réduire le nombre d'*E. coli*, de *S. enterica* et de *L. monocytogenes* dans la salade de 1,4 log, 0,5 log et 0,36 log CFU/g, respectivement. L'allylthiocyanate s'est avéré efficace contre *E. coli* sur des steaks hachés, avec une réduction de 3 log CFU/g dans les 10 jours de stockage. L'activité antimicrobienne de films comestibles à base de soja incorporés aux huiles essentielles de thym et d'origan sur des steaks hachés frais a montré une réduction des colonies de *Pseudomonas aeruginosa*. L'effet antimicrobien d'un film à base de protéines

De lait contenant de l'huile d'origan et de l'huile de piment ; La combinaison d'huiles essentielles la plus efficace agit contre la croissance de *Pseudomonas* spp. Et *E. coli*. [19].

I.11.7. Emballages antimicrobiens à base de matériaux inorganiques :

Les nanoparticules inorganiques inactivent un large éventail de micro-organismes en oxydant le composant phospholipide polyinsaturé de la membrane cellulaire en raison de la génération de radicaux hydroxyl et d'espèces réactives de l'oxygène. Les nanoparticules inorganiques les plus étudiées à des fins antimicrobiennes sont le dioxyde de titane (TiO_2) et l'oxyde de zinc (ZnO). Un film de polypropylène orienté recouvert de poudre de TiO_2 réduit le nombre d'*E. coli* sur de la laitue coupée lorsqu'un éclairage est appliqué. Un film de polyéthylène contenant du TiO_2 exposé à un traitement à la lumière ultraviolette pendant 1 heure a amélioré les activités antibactériennes du film contre *E. coli* et *Staphylococcus aureus*. Les films d'amidon-PVA chargés en argent ont présenté une activité antimicrobienne contre deux bactéries, *Listeria innocua* et *Escherichia coli*, et deux champignons, *Aspergillus niger* et *Penicillium expansum*. Un film de polyéthylène recouvert de ZnO non traité à la lumière retarde la croissance d'*E. coli* en montrant une zone d'inhibition claire dans le test de diffusion en disque d'agar. L'amélioration de la Durée de conservation de la salade de fruits frais grâce aux nanoparticules d'argent-montmorillonite en inhibant la croissance microbienne à la concentration la plus élevée testée. Les films nanocomposites d'amidon de montmorillonite et de nanoparticules D'argent ont présenté une activité antimicrobienne contre *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* et *Candida albicans*. L'argent à l'échelle nanométrique utilisé pour L'emballage de la viande a retardé le développement du microbiote, principalement constitué de bactéries [19].

I.11.8. Applications de l'emballage antimicrobien dans les aliments :

L'emballage antimicrobien, en plus de son rôle de protection, peut avoir diverses applications dans le domaine alimentaire. Il permet notamment de prolonger la durée de conservation des aliments emballés et de freiner la croissance des micro-organismes par contact direct avec l'emballage. Il possède également des propriétés désinfectantes et auto-stérilisâtes L'emballage antimicrobien a un fort potentiel pour réduire la contamination microbienne dans les aliments transformés. Pour une efficacité optimale

De l'emballage, il faut tenir compte des micro-organismes ciblés et de la composition des aliments. Les agents antimicrobiens incorporés aux polymères sont sélectionnés en fonction de plusieurs facteurs : spectre d'activité des agents antimicrobiens, mode d'action, composition chimique, vitesse de croissance et état physiologique des micro-organismes ciblés. La cinétique de diffusion est un phénomène important pour déterminer l'activité d'un agent antimicrobien diffusant à partir du polymère. L'activité des agents antimicrobiens dans les polymères dépend du mode d'action du micro-organisme. Certains composants alimentaires ou milieux riches en nutriments, tels que la lysine, les sulfates et autres acides aminés soufrés, peuvent réduire l'activité antimicrobienne, comme c'est le cas des zéolites substituées à l'argent. Par conséquent, l'application pratique semble plus adaptée aux boissons pauvres en nutriments, comme l'eau minérale. En revanche, le triclosan incorporé dans les films plastiques présente une activité élevée dans les milieux de culture et faible dans les aliments. Les différents additifs utilisés dans le traitement des polymères, tels que les plastifiants, les stabilisants, les lubrifiants et les charges, peuvent réduire l'activité des agents Antimicrobiens dans les polymères en modifiant leur conformation, en altérant la Diffusion ou en interagissant directement avec l'agent antimicrobien, comme par exemple l'ajout de glycérol dans le tri acétate de cellulose incorporée au lysozyme. La concentration des agents antimicrobiens dans les matériaux d'emballage, l'effet de l'épaisseur du film sur l'activité et les propriétés Physiques et mécaniques des polymères sont des éléments importants à prendre en compte dans l'emballage antimicrobien. L'ajout d'extraits végétaux peut conférer une couleur et une opacité aux polymères, tandis que l'utilisation de sorbates dans les films de polyéthylène réduit la transparence de ces films. Dans le cas du PEBD recouvert de chitosane, le taux de transmission de l'oxygène et de la vapeur d'eau augmente. Les modifications des propriétés des polymères suite à l'ajout d'agents antimicrobiens seront spécifiques à chaque couple agent antimicrobien-polymère [19].

I.12. Généralités sur l'amidon :

L'amidon est un polysaccharide d'origine végétale composé d'unités glucose $C_6H_{12}O_6$. Il est la principale substance glucidique de réserve des plantes supérieures. L'amidon représente une fraction pondérale importante des matières premières agricoles. On le trouve stocké dans les organes de réserve des végétaux tels que les céréales (30-70% de la matière sèche), les

tubercules (60-90 %) et les légumineuses (25 à 50 %). L'amidon constitue la principale source d'énergie pour la vie animale et la moitié de l'amidon produit industriellement est destinée à l'alimentation humaine [20]. C'est un composé nutritionnel abondant, renouvelable, peu coûteux, qui trouve dans les aliments de multiples fonctions (1) comme épaississant, gélifiant, liant sous sa forme d'empois d'amidon granulaire et (2) comme matières sucrantes, liantes, support lorsqu'il est utilisé sous forme hydrolysé. L'amidon est également utilisé dans de nombreux secteurs industriels non-alimentaires : la production papetière, l'industrie pharmaceutique, cosmétique, textile etc [21]. Il est devenu également ces dernières années une matière première intéressante pour la production de matières plastiques biobasées et biodégradables ainsi que pour la production de bioéthanol, qui est un carburant utilisé dans les moteurs à essence.

I.13. Structure :

L'amidon consiste en deux glucanes structurellement différents : l'amylose, polymère linéaire (c.-à-d. non branché) et l'amylopectine, polymère fortement branché. L'amylopectine est le constituant principal de la plupart des amidons [22].

Tableau I.2 : Teneur en amylose et amylopectine des amidons de différentes sources botaniques [23].

Source botanique	Amylose (%)	Amylopectine (%)
Maïs	28	72
Pomme de terre	21	79
Blé	28	72
Maïs cireux (1)	0	100
Amylomaïs	50-80	50-20
Riz	17	83
Pois	35	65
Manioc	17	83

La teneur en amylose varie entre 0 % (amidon de maïs cireux) et 70-80 % (amidon de pois ridé et maïs riche en amylose). [22] Ces valeurs extrêmes sont obtenues pour des génotypes

mutés, alors que la teneur en amylose des espèces sauvages telles que la pomme de terre, le Blé et le pois lisse varie entre 18 et 35 %. L'amidon est constitué d'entités granulaires semi-cristallines qui résultent d'une organisation de ses deux constituants.

I.13.1. L'amylose :

L'amylose est un polymère linéaire constitué de résidus D-glucopyranose liés par des liaisons α -1,4 (liaison avec l'oxygène glycosidique en position axiale) (figure 4). Il est l'analogue α de la cellulose, qui lui est un polymère linéaire de résidus D-glucopyranose liés par des liaisons β -1,4 (liaison avec l'oxygène glycosidique en position équatoriale).

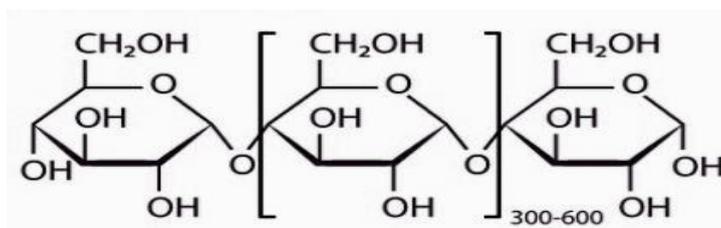


Figure I.4 : Structure de l'amylose

Cette seule différence dans la configuration de la liaison entre monomères est à l'origine de structures tridimensionnelles très différentes. La cellulose cristallise généralement sous la forme d'une simple (c.-à-d. à un brin) hélice avec deux résidus par tour (correspondant à un ordre n de la plus grande symétrie de rotation = 2) tandis que l'amylose native cristallise sous la forme de double hélice. [24]

I.13.2. L'amylopectine :

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

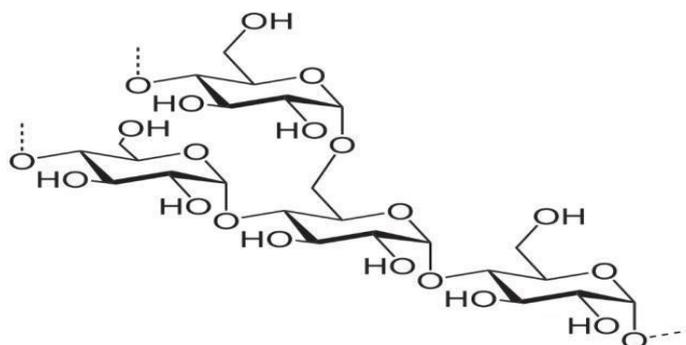


Figure I.5 : Structure moléculaire de l'amylopectine

I.14. Propriétés :

I.14.1. Propriétés physiques :

L'amidon a, comme tout produit, des propriétés physiques qui lui sont propres.

Plusieurs facteurs entrent en jeu :

- Influence de la température : l'amidon est insoluble dans l'eau. Il forme, en revanche à chaud (70°C) une solution colloïdale qui épaisse en donnant un gel communément appelé empois.
- Température de gélification : la gélification commence graduellement à partir de 50°C mais est effective ensuite à une température dépendante de l'agitation moléculaire, De la grosseur des grains, de la nature de l'amidon, de l'eau employée et de la concentration en amidon.
- Effet stabilisant : l'épaississement ayant lieu à une température inférieure à celle de la coagulation du jaune d'œuf, les crèmes aux œufs contenant de l'amidon peuvent être portées à ébullition [25].

I.14.2. Propriétés chimiques :

Les amidons sont influencés par trois types d'action : thermique, chimique, enzymatique.

- Action thermique : elle change la couleur et le goût de l'amidon par dextrinisation.
- Action chimique et enzymatique : les acides entraînent une hydrolyse partielle de l'amidon qui conduit à la formation de dextrans. Le gel formé est moins épais. Cette hydrolyse est accélérée par une augmentation de température. L'amidon peut subir aussi l'action d'enzymes comme des enzymes végétales, ou animales (amylase) ou microbiennes.

I.15. Caractères et essai des amidons officinaux :

Caractères. La 3^e édition de la pharmacopée européenne consacre 4 monographies aux les plus couramment utilisés par la pharmaco-te chimie : amidon de blé, amidon de maïs, amidon

De pomme de terre, amidon de riz. Elle décrit également les caboxyméthylamidons sodiques (types A et B, sels sodiques d'amidon de pomme de terre réticulé partiellement Ocarboxyméthylé). Pour sa part, la 10^e édition de la pharmacopée française décrit les amidons de blé et de maïs « pour prémélanges médicamenteux ».

Les amidons sont des poudres très fines, blanches (mais l'amidon de maïs peut être légèrement jaunâtre), insolubles dans l'eau, crissant sous la pression des doigts. Leur différenciation passe par un examen microscopique attentif : grains de taille variable (2-45 μm) à hile stries très peu visibles de l'amidon de blé ; grains anguleux (2-23 μm) ou arrondis (25-32 μm) à hile central et sans stries concentriques de l'amidon de maïs ; gros grains ovoïdes (30-100 μm) à hile excentrique et stries concentriques de l'amidon de pomme de terre ; petits grains polyédriques (2-5 μm , fréquemment associés) à hile central et sans stries de l'amidon De riz. En lumière polarisée, tous les amidons présentent une croix noire centrée sur le hile [26].

I.16. Utilisation de l'amidon :

I.16.1. Utilisation de l'amidon dans l'industrie :

L'amidon est utilisé industriellement dans plusieurs applications et sous plusieurs formes. Il peut être utilisé à l'Etat naturel, sous forme de poudre, en film, cuit en milieu aqueux et chimiquement modifié ou non [27]. L'amylose et l'amylopectine contiennent de nombreux groupements hydroxyle et aldéhydique, leur conférant un potentiel réactionnel important. D'ailleurs, ce potentiel est largement exploité dans les industries puisqu'il existe un bon nombre de procédés industriels ayant pour but de modifier chimiquement la structure de l'amidon natif soit par oxydation, par réticulation, par estérification ou par hydrolyse.

I.16.2. Industrie pharmaceutique :

Des composés dérivés d'amidon modifié sont aussi utilisés dans les traitements des ulcères gastriques (sulfate d'amylose) et comme agent anti- bactérien (complexe iode-amylose) [28]. Grâce à sa biocompatibilité avec la peau, la poussière d'amidon est utilisée depuis plusieurs années comme anti- adhésif sur les gants chirurgicaux pour réduire la friction entre les mains

Et le latex [29]. Plus récemment, l'amylose réticulé a été incorporé dans la composition de nouveaux comprimés oraux comme agent liant et comme excipient pour la libération contrôlée de médicaments [29, 30, 31, 32].

I.17. Plastification de l'amidon :

L'utilisation de l'amidon dans le domaine de l'emballage (origine naturelle, biodégradable) des recherches pour sa plastification ont déjà été menées de manière plus approfondie que pour

La plastification du chitosane. Le but de la plastification de l'amidon est de rendre sa structure, qui est semi-cristalline, amorphe.

La déstructuration de cette structure cristalline se fait par la rupture d'une partie des liaisons d'hydrogène intermoléculaires à haute température et en présence d'un excès d'eau ou d'un autre plastifiant capable de former des liaisons hydrogènes avec les groupes hydroxyles de l'amidon. La plastification peut se faire en une ou deux étapes [33] :

- **Procédé en une étape** : l'extrudeuse est alimentée en amidon natif, l'eau et le glycérol (polyol choisi ici) sont introduits le long du fourreau. L'eau en excès est souvent éliminée avant la sortie de l'extrudeuse par évaporation. L'amidon est totalement déstructuré et fondu dans la zone de plastification de la vis.
- **Procédé en deux étapes** : la première étape est la préparation du mélange sec d'amidon et de glycérol dans un mélangeur à haute vitesse. Le mélange est placé dans un four ventilé pour permettre au glycérol de pénétrer dans les granules et de les gonfler. Après le refroidissement du mélange, l'eau est ajoutée, le mélange est alors à nouveau mixé. Il est finalement introduit dans l'extrudeuse. Le degré de désorganisation de la structure cristalline de l'amidon va dépendre du type et de la quantité du plastifiant utilisé et des conditions de mise en forme (température et traitement thermomécanique).

Références Bibliographiques

- [1] : Ciechomski, W. (2008). Opakowanie jako instrument promocji. LogForum, 4(4), 1-8
- [2] : La filière de l'emballage alimentaire en Algérie Mercredi 11 Mai 2022 (Quotidien d'information indépendant - n° 7358).
- [3] : Centréco (2012). « La filière Emballage - Conditionnement en Région Centre ».
- [4] : Confédération Française de l'industrie des Papiers, Cartons et Celluloses (2011). « Les statistiques de l'industrie papetière française ».
- [5] : Savary, C., Colonna, P. et Della Valle, G. 1993. Matériaux d'emballage à base d'amidons et de leurs dérivés. Industrie des céréales. 17-29.
- [6] : Banker, G.S. 1966. Film coating, theory and practice. J. Pharm. Sei. 55 :81-89.
- [7] : Ciechomski, W. (2008). Opakowanie jako instrument promocji. LogForum, 4(4), 1-8
- [8] : Hernandez R J et Gavara R. (1999). Plastic packaging. Methods for studying mass Transfer interactions, a literature review. Pira International, Leatherhead, 53p.
- [9] : Simoneau, C., 2008. (26) Chapter 21 Food Contact Materials, pp. 733-773.
- [10] : Messadi D., Gheid A. (1994). Etude des transferts de matiere entre un plastifiant de pvc et des liquides alimentaire. Eur. Polym. J. Vol. 30, No. 2, pp. 167-173.
- [11] : Feigenbaum A., Riquet A-M., Ducruet V et Scholler D. (1993). Safety and quality of foodstuffs in contact with plastic materials: A structural approach. Journal of Chemical Education 70(11), 883- null.
- [12] : Robertson, G. L. (2009). Food packaging and shelf life: a practical guide. CRC Press.
- [13] : P. J. Flory, principle of polymer chemistry, Cornell university press: NY, 1953
- [14] : M. HASSENI, « Effet d'additif sur les propriétés d'un polymère semi-conducteur à base de poly aniline Modélisations », mémoire de master, Université de Biskra, (2020).

Références Bibliographiques

[15] : Yvette. N-R, « La polymérisation : les méthodes de polymérisation et application », journal Futura Sciences, 2015.

[16] : <https://arapack.fr/zoom-sur-le-plastique-polystyrene/>

[17] : 1Aswin. S, 2Vijaya B and 3Murali. R, «SYNTHESIS OF POLYSTYRENE BY FREE RADICAL POLYMERIZATION AND ITS CHARACTERISATION», International Journal of Creative Research Thoughts (IJCRT), (2022) , e631. e632.

[18] : H. ACHACHE, N. AKHELAK, « INVESTIGATION DE LA DIFFUSION DE L'IRGANOX 1035 DANS LE COMPOSITE POLYETHYLENE HAUTE DENSITE (Sabic M80064) /Cloisite 15 A », Mémoire de master, Université de Bejaia, (2021).

[19] : S.A. Sofi¹, Jagmohan Singh¹, Shafiya Rafiq¹, Umaymah Ashraf¹, B.N. Dar^{2,3} and Gulzar Ahmad Nayik⁴, «A Comprehensive Review on Antimicrobial Packaging and its Use in Food Packaging», REVIEW ARTICLE, (2018).

[20] : B. BOURSIER, Amidons natifs et amidons modifiés alimentaires, Techniques de L'Ingénieur, 2005

[21] : D. LAFARGUE, Etude et élaboration de films à base de polysaccharides pour la Fabrication de gélules pharmaceutiques, Thèse de Doctorat, Université de Nantes, 2007

[22] : D. MONNET, Etude de l'évolution des propriétés mécaniques de matériaux amyliques par sélection et/ou modifications structurales dirigées, Université de Reims Champagne- Ardenne, 2008

[23] : C. CHENE, Les Amidons, Journal de l'ADRIANOR, Agro-Jonction n°34, 2004

[24] : S. PEREZ, M. KOUWIJZER, K. MAZEAU et S.B. ENGELSON, Modeling Polysaccharides : Présent Statuts and Challenges, J. Mol. Graphics 14, 307, 1996

[25] : Les amidons .PDF. P :5

[26] : J. Bruneton, «Pharmacognosie phytochimie plantes médicinales», 3ème édition, TEC et DOC, Paris, (1999), pp.61,62.

Références Bibliographiques

- [27] : J.A.Radley, "Industrial Uses of Starch and its Derivatives", Applied Science Publishers, Londres, (1976).
- [28] : M. W. Rutenburg, et D. Solanek, "Starch derivatives: production and uses of Starch: Chemistry and Technology", 2nd edition, Academic Press inc., New York, (1984).
- [29] : L.N. Bemiller, "Starch amylose dans Industrial Gums", Academic Press inc., New York, (1973).
- [30] : V. Lenearts, Y. Dumolin, et M.A. Mateescu, "Cross-linked amylose tablets for linear slow-release of theophylline", J Control Rel., (1991), 15 pp. 39-46
- [31] : M.A. Mateescu, L. Cartilier, Y. Dumolin, et V. Lenearts, "Contramid ® : A short overview - a review published on behalf of Rougier inc. Montréal, (1992).
- [32] : V. Lenearts, Y. Dumolin, L. Cartilier et M.A. Mateescu, "Cross-linked amylose tablets for controlled-release of drugs", Precede Intern Svmp Control Re1 Bioact Mater, (1992), 19 pp. 30-31
- [33] : Paul M, Sébastien J, Claude D, Thaddée M, François B, Biotechnol Agron Soc Environ, 2011, (15)2, 315-326.

CHAPITRE II

L'Ortie (*Urtica dioïca* L)

II.1. Historique :

« L'Ortie marque par sa présence, les lieux où l'homme vit ou a vécu. C'est une bonne indicatrice lorsqu'on essaie de retracer l'histoire des hommes à travers le paysage. Elle aurait pour mission de nettoyer le terrain après leur passage... » [1].

L'*Urtica dioica* L. est fortement enracinée dans la culture populaire, probablement parce que depuis la préhistoire, elle fut utilisée aux différents domaines durant différentes périodes et donna naissance à de nombreuses croyances subsistant encore aujourd'hui [1].

L'*Urtica dioica* L. est appréciée depuis longtemps à cause de ses propriétés médicinales. Dans la Grèce antique, au I^{er} siècle ap. J.-C. Dioscoride et Galien ont signalé ses propriétés antiasmiques, diurétiques et laxatives [2].

La fabrication des textiles plus résistants que le lin est l'une des principales utilisations domestiques de l'*Urtica dioica* L. Fut pendant longtemps. Ses fibres sont résistantes à l'humidité, c'est la raison pour laquelle cette plante a fait l'objet d'une culture agricole et industrielle pour fabriquer des toiles de bonne qualité entre le 15^{ème} et le 17^{ème} siècle. Même durant la première guerre mondiale, les allemands ont utilisé les fibres d'Ortie dans la fabrication des capotes militaires, des toiles de tentes, des sacs à dos, des chandails, des chaussettes, des filets verts de camouflage et des uniformes de prisonniers allemands [1].

Dans les années 50, les marchés des villes d'Europe orientale étaient approvisionnés en Ortie pour la consommation animale [3] et humaine. Elle était utilisée comme ingrédient des soupes et des salades [1].

Aujourd'hui, l'*Urtica dioica* L. est tombée en désuétude, mais elle réapparaît néanmoins de plus en plus sur le marché de produits bio et certains des grands chefs l'utilisent [4].

II.2. Présentation de la plante étudiée l'ortie (*Urtica dioica*) :

L'ortie appartient à la très grande famille des Urticales, sous-groupe de la classe des Angiospermes, et plus particulièrement à l'une des cinq sous-familles : les Urticacées. Cette dernière comprend une cinquantaine de genres et près de 700 espèces réparties à travers le monde. La grande ortie (*Urtica dioica*) encore appelée ortie dioïque ou ortie commune, est une ortie d'origine eurasiatique qui est aujourd'hui présente dans le monde entier. C'est une plante herbacée, vivace, détestée en raison des brûlures qu'elle provoque, privée des charmes de la couleur et du parfum, ce mal-aimé n'est pourtant pas dénué d'intérêts. Outre ses usages

alimentaires, agricoles, industriels et médicinaux, cette plante aux fleurs unisexuées, portées soit par des pieds différents (diécie) soit par le même pied (monœcie très rare), offre aux chercheurs une occasion unique pour comprendre les mécanismes génétiques de la séparation sexuelle des plantes [5].

Règne	Plantae,
Sous-règne	Tracheobionta, (plantes vasculaires)
Embranchement	Magnoliophyta (phanérogames),
Sous-embranchement	Magnoliophytina (angiospermes),
Classe	Rosidae (Magnoliopsida)
Sous-classe	Rosidae (dialycarpellées)
Ordre	Rosales
Famille	Urticaceae,
Genre	<i>Urtica</i>
Espèces	<i>Urtica dioïca</i> L.

Tableau II.1 : Classification de l'*Urtica dioïca* L. [25]

II.3. Description de l'Ortie dioïque :

L'Ortie est une plante élancée, mesurant de 60 à 90 cm de haut et pouvant dépasser 1 m 50. Elle se caractérise par ses feuilles opposées et ses petites fleurs en grappes ou en « Boulettes » de couleur verdâtre.

Vivace, elle se propage rapidement grâce à ses organes souterrains constitués par des rhizomes cylindriques de 3 à 10 mm d'épaisseur et de longues racines de 1 à 5 mm d'épaisseur pourvues d'un chevelu de fines racines.

Les feuilles sont grandes et opposées deux par deux, de forme ovale, bien plus longues que larges, terminées en pointe et à fortes dents triangulaires. Elles répandent une faible odeur herbacée ; leur saveur est aigrelette et astringente. Les tiges sont fortes, dressées, non ramifiées et à section carrée [3].



Photo II.1 : Plante d'ortie (*Urtica dioica* L)

Photo prise par moi-même janvier 2024- Oulhaca (35,2395637, -1,5097595)

II.4. Utilisation d'*Urtica dioica* :

L'Ortie est une des rares plantes que l'on peut reconnaître les yeux fermés. Elle est considérée comme une « mauvaise herbe », mais en réalité c'est une plante riche en vitamines et minéraux et pourvue de nombreuses vertus. Son utilisation est multiple, elle est employée à des fins médicinales en agriculture, en alimentation, en cosmétique, en teinturerie, dans l'industrie du textile [6].

II.4.1. Principales Utilisations médicinales :

II.4.1.1. Utilisation thérapeutique traditionnelle :

L'ortie est un remède traditionnel utilisé depuis des années contre l'anémie et le manque d'énergie : on dit que c'est un excellent fortifiant grâce à sa haute teneur en fer et autres minéraux. On dit aussi qu'elle stimule les fonctions digestives (lourdeurs et crampes d'estomac) [7].

La tisane d'ortie est toujours proposée par les phytothérapeutes comme remède traditionnel pour la goutte et les rhumatismes. En Allemagne, la tisane d'ortie est utilisée comme diurétique léger, mais elle n'est pas suffisamment puissante pour être associée à un traitement de l'hypertension ou les problèmes cardiaques. Alors qu'en Russie, l'ortie est aussi employée pour les troubles biliaires et hépatiques [8].

II.4.1.2. Utilisation thérapeutique actuelle :

L'ortie dioïque appartient au monopole pharmaceutique. Elle est inscrite sur la liste des plantes médicinales retenues comme telles par la Pharmacopée dans le monde entier. Aujourd'hui, les

propriétés médicinales de l'ortie sont reconnues et la plupart des pratiques populaires ancestrales ont été confirmées par l'analyse et l'expérimentation. De nos jours, l'ortie rentre dans la composition d'une multitude de médicaments allopathiques et les Recherches se poursuivent et viennent toujours confirmer certaines utilisations empiriques [9].

Tableau II.2 : Propriétés thérapeutiques d'*Urtica dioica* L.

Propriétés Thérapeutiques	Actions	Références
- Traitement de cancer Prostatique	Les effets de la racine d'ortie dans le traitement de l'HBP. (Un effet comparable à celui de la tamsulosine).	[10]
- Antianémiques. - Anti-agrégation plaquettaire.	Antifatigue grâce à la forte teneur en fer contenu dans la chlorophylle des feuilles.	[11]
- Anti-allergique, - Anti-oxydante	Utile dans le traitement de l'allergie au pollen, traitement de longue durée. Effets sur les récepteurs clés et les enzymes associés à la rhinite allergique (feuilles).	[12]
- Anti-inflammatoire. - Immuno stimulateur.	Activité inhibitrice sur un œdème de patte de rat des polysaccharidique de l'extrait aqueux des racines. Une activité immuno-stimulatrice des flavonoïdes glycosides des feuilles sur les neutrophiles.	[13] [14]
- Traitement de rhumatismes et Arthrose.	Effet sur la maturation des cellules dendritiques myéloïdes humaines, avec diminution de l'induction la réponse des cellules T primaires du rhumatisme articulaire. Consolidation des cartilages grâce à sa richesse en Silice (surtout les racines).	[15]
- Effet sur la fonction cérébrale et la mémoire.	La feuille d'ortie capable de diminuer la transcription des facteurs de l'inflammation, et de stimuler la performance cérébrale.	[16]

II.4.2. Utilisation agricole :

L'ortie Nous plonge au tout début de l'agriculture. Car cette plante fut rapidement apprivoisée et devint une alliée précieuse du jardinier, qui peut, grâce à quelques applications simples, rendre son jardin plus productif [17].

Le purin d'ortie (ou extrait fermenté) est la plus connue de ses utilisations, il peut servir tout aussi bien d'engrais Natural et d'antiparasite. Le purin d'ortie, obtenu par macération des feuilles hachées dans de l'eau (purin), est utilisé en lutte biologique pour tuer ou repousser les insectes et comme fertilisants. Riche en azote, fer, potasse et oligo-éléments, le purin d'ortie constitue un bon fortifiant pour les plantes et stimule la croissance et la résistance naturelle contre les ennemis et les maladies, il est utilisé en jardinage biologique pour

Renforcer l'immunité des végétaux et éviter les traitements et les pesticides, c'est aussi un excellent compost. La teneur en minéraux du purin a été étudiée par [18].

II.4.3. Utilisation industrielle :

Jadis, les fibres d'ortie étaient largement utilisées pour fabriquer des cordages, des fils et des vêtements. En Pologne, le fil d'ortie a été utilisé du XIIe siècle au XVIIe siècle jusqu'à son remplacement par le fil de soie. Durant la première guerre mondiale, les allemands ont utilisé les fibres d'ortie pour fabriquer des tentes, des sacs à dos, des maillots de corps et des chaussettes, 85% de leurs vêtements étaient fait de fibres d'ortie. La couleur naturellement verte de la fibre d'ortie était appréciée de l'armée pour confectionner des vêtements de camouflage. Dans les années 40, pour la production de textile, l'Allemagne et l'Autriche consacraient 500 ha et la Grande Bretagne 70 ha à la culture de l'ortie à fibre [19].

II.5. Le purin d'Ortie :**II.5.1. Généralités et historique :**

Le purin d'ortie est une préparation connue depuis longtemps par les agriculteurs et les jardiniers et a été utilisée depuis le Moyen-âge [20].

Le purin d'ortie est obtenu par fermentation de la plante dans de l'eau. Il faut savoir que le terme « purin » dans le cas de l'ortie est faux. Le vrai purin se définit comme un déchet liquide produit par les élevages d'animaux domestiques. Le terme exact pour l'ortie est « extrait végétal fermenté ». Le purin d'ortie n'est pas un engrais malgré sa richesse en azote Puisqu'il ne nourrit pas, et il n'est pas un insecticide ni un fongicide puisqu'il ne détruit pas. Cet extrait végétal est en fait un phytostimulant et un éliciteur.

Il agit comme un répulsif pour les nuisibles [20]. Un éliciteur est une molécule produite par un agent phytopathogène qui va déclencher des mécanismes de défense chez la plante. C'est un stimulateur des défenses naturelles de la plante [21].

Les travaux en 1981 du chercheur Suédois Rolf Peterson ont porté sur la comparaison de l'action d'une solution minérale chimique à celle de l'extrait d'ortie sur des plants de radis, d'orge, de tomate et de blé cultivés en serre. Le résultat fut spectaculaire au niveau de la méthode naturelle qui a produit une quantité plus importante de matière végétale fraîche, mais aussi de matière sèche, avec également un système racinaire des plantes plus développé [22].

II.6. Principales propriétés du purin d'ortie :

II.6.1. Répulsif et non insecticide :

Il permet de lutter contre les pucerons verts et noirs, les acariens, les altises, les araignées rouges et les limaces. Il ne tue pas mais empêche la ponte des ravageurs. Il va gêner leur croissance ou au contraire favoriser l'apparition de formes ailées qui migreront loin de la plante traitée [22].

II.6.2. Protection contre les champignons :

Cette action serait due à une substance de la famille des phytolectines que l'on trouve dans la racine de l'ortie en quantité très importante (de 0.5 à 3%). Cette substance agit en inhibant la croissance des champignons responsables de maladies cryptogamiques [23].

II.6.3. Biostimulant :

Le purin d'ortie va favoriser le développement des plantes et leur permet également de résister aux rigueurs de l'hiver. Il permet de lutter contre les signes de la chlorose en redonnant un feuillage d'un vert plus brillant et également de lutter contre les carences minérales. Sa richesse en phénols favorise le processus de mélanisation dont les plantes se servent suite à la grêle pour constituer une « barrière » autour des points d'impact. Les Arbres fruitiers traités par le purin d'ortie sont plus résistants et produisent également plus de fruits [24].

Références Bibliographiques

- [1] : Langlade, V, « L'ortie dioïque, *Urtica dioïca* L, étude bibliographique », Thèse de doctorat en pharmacie, Université de Nantes, (2010).
- [2] : Venstippen, M. V., « La Grande Ortie (*Urtica dioïca*.) », Cercles des naturalistes de Belgique, (2005).
- [3] : Draghi, F, « L'ortie dioïque (*Urtica dioïca* L.) : étude bibliographique », Thèse de doctorat en pharmacie, Université de Henrie Poincar Nancy, (2005).
- [4] : Billotte, B., Digout, C., Noret, J., Pierre, J., Quignard, S-A. &De Sury D'Aaspremont, X, « La multi valorisation de L'ortie », Université de Lorrain, (2014).
- [5] : Coupin H, « Les plantes Médicinale Ed », Costas, paris, (1920).
- [6] : Bertrand B., Jeanne A. (2008) : “Les secrets de l’Ortie”,10 éme Ed. Du Terran : 45- 95.
- [7] : Wichtl, M., & Anton, R. (2003). Plantes thérapeutiques, tradition, pratique officinale, science et thérapeutique. 2 e éd. EMInter /Tec & Doc éditions, Paris, 382-386
- [8] : Valnet, J. (1983). Phytothérapie : se soigner par les plantes. Librairie générale française.
- [9] : Gazin Henri. (1997) : Traité Pratique et raisonné des plantes médicinales indigènes. - 3éme édition
- [10] : Durak I., Biri H., Devrim E., Sözen S., Avci A., (2004). Aqueous extract of *Urticadioica* makes significant inhibition on adenosine deaminase activity in prostate tissue From patients with prostate cancer. *Cancer Biol. Ther*, p2.
- [11]: El Haouari M., Bnouham M., Bendahou M., Aziz M., Ziyat A., Legssyer A., Mekhfi H., 2006. Inhibition of rat platelet aggregation by *Urtica dioica* leaves extracts. *Phytother. Res*, Vol.20, p4.
- [12]: Gulcin I., Kufrevioglu OI., Oktay M., Buyukokuroglu ME., 2004. Antioxidant, antimicrobial, antiulcer and analgesic activities of nette (*Urtica Dioica* L.). *J Ethnopharmacol*, vol.90 (2-3), p205-215.
- [13]: Akbay P., Basaran A.A., Undeger U., Basaran N., 2003. In vitro immune modulatory activity of flavonoid glycosides from *Urtica dioica* L. *Phytother Res*, Vol.17, p34-37.

Références Bibliographiques

- [14] : Capasso F., et al., 2003. *Phytotherapy: A Quick Reference to Herbal medicine*. Softcover reprint of the original, 1st Edition, Editor Springer-Verlag, Berlin, p56.
- [15] : Broer J., Behnke B., 2002. Immunosuppressant effect of IDS30, a stinging nettle leaf extract, on myeloid dendritic cells in vitro. *J Rheumatol*, vol.29, p 659-666.
- [16] : Wichtl M., Anton R., 2003. *Plantes thérapeutiques : tradition, pratique officinale, science et thérapeutique*. 2^{ème} édition, éd. Tee & Doc ; Cachan. Médicale Internationales, française. Paris, p69.
- [17] : Tabardel, J. (2003). *Utilisation de l'ortie (Urtica dioica L) en alimentation animale : étude bibliographique (Doctoral dissertation)*.
- [18] : Peterson R. (1986) : *Le purin d'Ortie face à la science. Les 4 saisons du jardinage*, 38.
- [19] : Bruneton Jean. (1991) : *Pharmacognosie : Phytochimie, plantes médicinales*. -3^{ème} édition
- [20] : Moro Buronzo A., 2011. *Les incroyables vertus de l'ortie*. Ed.Jouvence, Alimentation santé. France, p40.
- [21] : Delvaille, A., 2013. *Toutes les vertus d'un produit miracle : l'ortie*. Edition, Artemis. Losange France, p35-80.
- [22] : Bertrand B., 2010. *Les secrets de l'Ortie*, Ed 10^{ème} Edition, Ed par Terran, France, p30-180.
- [23] : Gouffier G., 2010. *L'ortie : Culture et usages*. Edition, Rustica. France, p50-70.
- [24] : Tissier Y., 2011. *Les vertus de l'Ortie*. Edition, Tredaniel, Editeur. Le Courrier du Livre. France, p121.
- [25] : Toubal, S. (2018). *Caractérisation de la relation chémotypes del'Ortie- bactéries vectorisées associées et évaluation de leurs activités sur Culex sp. [Thèse de doctorat en Ecologie des Systèmes Vectoriels. Université M'hamed Bougara-Boumerdas]*.

Chapitre III

Partie expérimentale

III.1. Introduction :

Les polymères sont des matériaux omniprésents dans différents domaines, que ce soit comme matériaux de reconstitution ou comme matériaux d'infrastructure. On les retrouve ainsi dans les applications pharmaceutiques, cosmétiques, l'agriculture et l'emballage qui, constitue un domaine important est vaste. Pour mettre en œuvre correctement ces matériaux, il est important de connaître les propriétés des polymères avec leurs avantages et leurs inconvénients spécifiques afin de les transformer et cibler leurs utilisations.

III.2. But de l'étude :

Le but de ce chapitre est de préparer en premier temps le polystyrène pour pouvoir l'utiliser en Blend polymère avec l'amidon natif sous forme plastifiée, et utiliser un extrait de purin d'ortie afin d'améliorer ; le caractère antibactérien du plastique, d'emballage pour aliments, on va essayer, d'évaluer le comportement rhéologique du plastique aussi.

III.3. Produits utilisés :

Matériel :

- Bécher de 250 ml, 1 bec bunsen.
- Un thermomètre à mercure (150°C).
- Pipettes de 2 ml, 5 ml.
- Verre à montré.
- Balance.
- Eprouvette gradué.
- 2 Barreau magnétique.
- Plaque chauffante magnétique.
- Etuve (°C).
- Des boîtes Pétris.
- Ballon Bicol
- Ampoule à décanter
- Générateur d'azote
- Entonnoir
- Cristalliseur

Produit :

- Amidon de maïs
- Solution de glycérol à 50% en volume
- Eau distillée
- Purin d'ortie
- Acide chlorhydrique HCL à 0,1 M.
- Solution d'hydroxyde de sodium NAOH à 0,1 M.
- Styrène
- Toluène
- Peroxyde de benzoyle
- Méthanol

III.4. Rappel sur l'extraction :

L'utilisation d'extrait de plantes ayant des effets antibactériens est connue depuis l'antiquité, en premier lieu chez les grecs et les égyptiens, l'homme faisait l'extraction de ces composés par différents techniques simples telles que : la décoction, l'infusion, la macération, l'hydro-distillation et l'extraction par solvant.

L'extraction est un processus qui consiste à isoler, un ou plusieurs composés d'un organisme ou les transférer, d'une phase vers une autre.

Il existe plusieurs méthodes d'extraction, mais dans notre travail on s'intéresse à l'extraction par macération [1].

III.5. Principe de la macération :

La macération est un procédé d'extraction solide –liquide qui consiste à laisser tremper le solide dans un solvant à température ambiante durant un moment du temps afin d'extraire les constituants solubles dans ce solvant et les récupérer par la suite par évaporation du solvant.

Dans notre cas on va essayer de faire une macération de la plante ORTICA récolté à partir de la région de Oulhaça de la wilaya de Ain T'émouchent durant le mois de Février, cette Plante a été utilisé complètement pour faire un extrait aqueux par macération jusqu'à la fermentation

De celle-ci ensuite le filtrat a été récupéré à l'arrêt de cette fermentation, qui va constituer l'agent antibactérien de nos plastiques qu'on va préparer par la suite, le purin d'ortie a été préparé selon le mode opératoire suivant

III.5.1. Préparation de purin d'ortie :

Le matériel végétal utilisé est constitué des feuilles et des tiges, La préparation du purin d'ortie se fait par les étapes suivantes :

- 300g de la plante ; d'ortie fraîche (tiges et feuilles) a été récoltée
- La plante a été lavée pour se débarrasser du sol et les insectes.
- la matière végétale a été immergée dans 3 litres d'eau de source dans un seau d'eau en plastique
- Le seau a été couvert et déposé à l'abri de la lumière dans un endroit d'une humidité moyenne pendant 10 jours : du 14 janvier au 22 janvier (figure 1) 2024.



Figure III.1 : étapes de préparation du purin d'ortie (originale).

III.5.2. Suivi de la préparation du purin d'ortie :

La préparation est homogénéisée quotidiennement par agitation pour favoriser l'oxygénation du milieu. En notant la présence de petites bulles qui remontent à la surface du seau lors du brassage de la fermentation de la plante (figure 2).



Figure III.2 : bulles qui remontent à la surface du seau lors du brassage

III.5.3. Filtration :

On filtre d'abord la préparation à l'aide d'une passoire fine pour éliminer les plus grosses particules puis on effectue une deuxième filtration avec un papier filtre, pour récupérer l'extrait fermenté d'ortie. Le filtrat biologique obtenu a été stocké dans des bouteilles en plastique et conservées à une température ambiante pour une utilisation ultérieure.



Figure III.3 : étapes de filtration du purin d'ortie (originale).

Afin de préparer les plastiques antibactériens on a procédé, en premier lieu à la polymérisation radicalaire du styrène pour utiliser, le polystyrène comme matrice polymérique pour confectionner le plastique en association avec un biopolymère : l'amidon

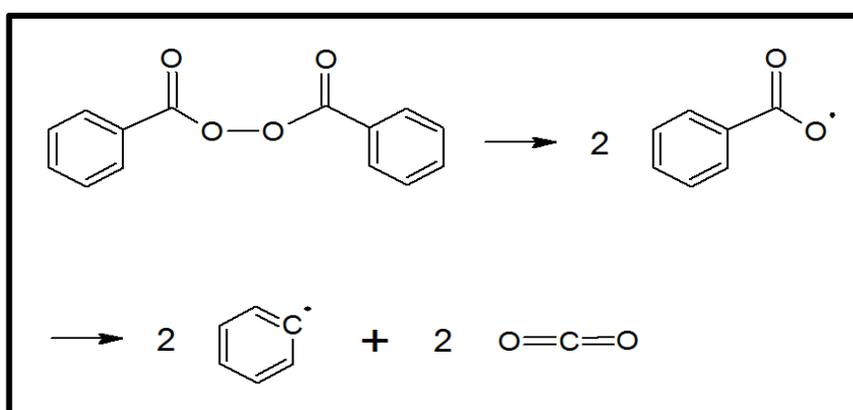
III.6. Mode opératoire :**1. Extraction du styrène :**

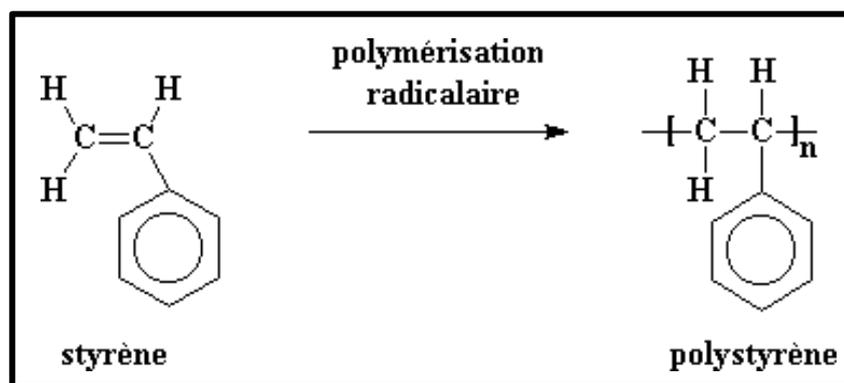
La réaction de polymérisation a été réalisée dans le Laboratoire de de la faculté des Sciences technologiques de l'université Ain T'émouchent, Avant de réaliser la polymérisation, il était nécessaire de faire l'extraction du styrène car il contient une faible quantité de stabilisant, le 4- tertbutylcathecol, inhibiteur de réactions radicalaires. Pour cela, on procède la technique suivante :

Dans une ampoule à décanter, on introduit 15 ml de styrène et 10mL de soude (1mole/M). On agite, on dégaze puis on élimine la phase aqueuse. On recommence le lavage avec 15 ml d'eau distillé deux fois, on laisse couler 2 à 4 gouttes de styrène dans le dernier lavage. On note le pH à chaque fois et on voit le pH diminuer d'un pH :14 à un pH :7

2. Polymérisation radicalaire du styrène :

La polymérisation du styrène a été réalisée en présence du peroxyde de benzoyle. La polymérisation a été effectuée dans un montage à reflux en présence de générateur d'azote, et L'amorceur qui forme des radicaux libres pour déclencher la réaction est le peroxyde de benzoyle selon la réaction suivante :





SOUS UNE HOTTE COLLECTIVE :

- Filtrer le styrène à l'aide de papier filtre et d'un entonnoir.

Placer le styrène dans le pilulier qui contenait le produit commercial jusqu'à l'utilisation ultérieure

III.7. Mode opératoire :

1. Polymérisation en en solution :

Dans un ballon de 250 ml on place 10ml de toluène et 10ml de styrène, ajouter une pointe de spatule de peroxyde de benzoyle (0.01g) le tout a été porté sous chauffage à reflux sous atmosphère inerte pendant 40mn Le contenu du ballon a été dispersé par 20ml d'éthanol pur pour arrêter la polymérisation, ensuite le polystyrène a été récupéré dans 50ml de méthanol. Le polystyrène précipite sous forme d'une masse visqueuse blanche, après séchage on obtient une poudre blanche

2. Méthodes de caractérisations du polystyrène :

Le polystyrène a été caractérisé par spectroscopie infra rouge et diffraction X.

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) est une méthode d'analyse Basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via La détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des Fonctions chimiques présentent dans le matériau [2].

• Principe :

Le principe de transformation de Fourier (TF) se base sur le fait que chaque fonction peut être décomposée en une somme de fonctions sinusoïdales, chaque fonction sinusoïdale étant définie par deux valeurs : sa fréquence (longueur d'ondes) et son amplitude (intensité)

La transformation de Fourier est une procédure mathématique qui permet de décomposer un interférogramme en une somme de fonction sinusoïdale, représentant chacune une onde donnée. La fréquence et l'amplitude de ces ondes sont calculées à partir des données de l'interférogramme.

En quelques secondes, l'interférogramme est recueilli par le spectromètre, traité par le calcul de transformation de fourier et converti pour donner le spectre entier de l'échantillon [2].

Dans les conditions normales de température et de pression (CNTP), les atomes et Groupements fonctionnels, constituant la matière, sont animés de mouvements vibratoires. Si ces constituants sont exposés à un rayonnement électromagnétique dont la fréquence est proche de celle de l'une ou l'autre de leurs vibrations propres, ils entrent en résonance, empruntant pour ce faire, de l'énergie dans le faisceau incident. Il y a alors absorption d'énergie. Sous l'effet d'un rayonnement électromagnétique infrarouge, les liaisons moléculaires absorbent une partie de cette énergie et vibrent selon des mouvements de différents types (vibrations d'élongation ou de déformation). Le domaine infrarouge, dans lequel se trouvent les énergies de vibration des liaisons moléculaires, est divisé en trois zones :

- Proche infrarouge : $\lambda = 0,8$ à $2,5$ mm (ou $\nu = 4000$ à 12500 cm^{-1})
- Moyen infrarouge : $\lambda = 2,5$ à 25 mm (ou $\nu = 400$ à 4000 cm^{-1})
- Lointain infrarouge : $\lambda = 25$ à 1000 mm (ou $\nu = 10$ à 400 cm^{-1}) [2].

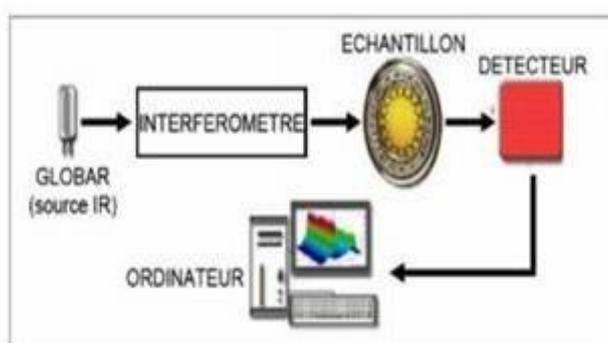


Figure III.4 : Schéma de montage d'un spectromètre FT-IR

III.8. Préparation des pastilles :

On mélange environ 80 mg de KBr avec 2 mg de polystyrène, puis on prépare la pastille en utilisant une presse hydraulique. Cette pastille est analysée par, le bromure de potassium (KBr) est soluble dans l'eau, dans l'alcool et dans la glycérine et légèrement soluble dans l'éther. Il est hygroscopique et a une bonne résistance aux chocs thermiques et mécaniques.

La Diffraction des Rayons X (DRX) est une technique de caractérisation des matériaux cristallisés, qu'ils soient massifs, sous forme de poudre ou de dépôts. En laboratoire, cette technique est principalement appliquée aux matériaux inorganiques : minéraux, métaux, alliages, céramiques...

Principe :

Le principe est le suivant : les faisceaux de Rayons X produits par le tube sont envoyés sur l'échantillon dans lequel ils sont déviés par les atomes. Ces faisceaux diffractés interfèrent entre eux, conduisant à la production d'un signal intense dans certaines zones précises de l'espace. C'est ce signal qui est collecté par le détecteur, et tracé sous forme d'une courbe (diffractogramme) qui présente des pics à des angles bien spécifiques de diffraction. La position de ces pics est une véritable signature de l'arrangement des atomes à l'intérieur d'un cristal (distance entre atomes, entre plans intracristallins). La relation empirique qui relie les angles auxquels sont observés les pics et les distances entre plans atomiques est la loi de Bragg.

La loi de Bragg établit la

Condition essentielle à la diffraction, à savoir : deux rayons diffusés par un cristal sont en phase et s'additionnent si la différence entre leurs chemins parcourus au sein du cristal est égale à n fois ($n =$ nombre entier) leur longueur d'onde : $2d \cdot \sin\theta = n\lambda$.

Avec :

λ : la longueur d'onde du rayonnement utilisé ;

θ : l'angle de réflexion. ;

d : la distance réticulaire entre deux plans atomiques adjacents d'une même famille ;

n : l'ordre de réflexion [La diffraction des rayons X permet de distinguer des produits ayant la même composition chimique mais dont les arrangements atomiques diffèrent]

• **Principe :**

Les rayons X sont diffusés sans perte d'énergie par des particules de la matière chargée sont disposées de façon périodique, la quantité de rayonnements diffusée n'est importante que dans

Les directions pour lesquelles les rayons diffusés sont en phase. On dit alors qu'il y a Diffraction. L'observation d'un rayonnement diffracté est donc soumise à des conditions Relatives à l'existence d'interférences constructives ou cohérentes. La loi de Bragg établit la Condition essentielle à la diffraction, à savoir : deux rayons diffusés par un cristal sont en Phase et s'additionnent si la différence entre leurs chemins parcourus au sein du cristal est Égale à n fois (n= nombre entier) leur longueur d'onde : $2d \cdot \sin\theta = n\lambda$

Avec :

λ : la longueur d'onde du rayonnement utilisé ;

θ : l'angle de réflexion. ;

d : la distance réticulaire entre deux plans atomiques adjacents d'une même famille ;

n : l'ordre de réflexion [61].

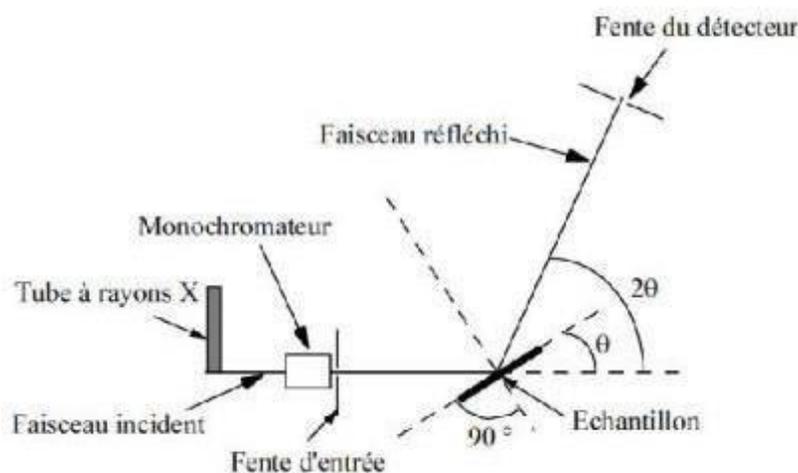


Figure III.5 : Principe de fonctionnement de Diffraction des rayons X [2].

• **Conditions expérimentales**

L'échantillon est mis dans un porte échantillon, de sorte que la surface de l'échantillon soit La plus plane possible. Le porte échantillon est ensuite placé sur son support fixé Hermétiquement refermé. Le tube à RX et le détecteur quant à eux sont mobiles, ils effectuent Des rotations comprises entre 0° et 160°.

III.9. Préparation des plastiques

III.9.1. Plastification de l'amidon :

➤ 1 ère essaie :

Dans un bécher de 250 ml, le biopolymère est préparé par l'addition de 2.5g d'amidon de maïs (poudre), 3ml d'acide chlorhydrique (0.1mol/l), 2ml de solution de glycérol a 50% et 25ml d'eau distillée, on laisse le mélange sous chauffage et agitation permanente, lorsque la température atteint environ 95°C, après 15 min on noté une masse visqueuse homogène qui s'est formé ; afin de diminuer la viscosité, il faut ajouter 1 à 3 ml d'une solution de soude (0.1mol/l).

Le mélange est versé, sur une plaque de verre (figure 10) ou bien, des boites Pétris. Celui-ci ne doit pas être trop étalé, après séchage pendant 7 jrs a l'aire libre.

Le film a été décollé délicatement afin de le retourner pour le sécher complètement. On note l'aspect lisse et transparent du plastique obtenu



Figure III.6 : Aspect du plastique à base d'amidon

III.10. Préparation du plastique antibactérien :

Afin de préparer un plastique antibactérien ont remplacé le solvant utilisé qui l'eau dans le plastique par l'extrait d'ortie fermenté donc le même mode opératoire a été adopté avec les mêmes compositions du réactif sauf le volume d'eau a été remplacé par le même volume d'extrait d'ortie

Dans un bécher de 250 ml, le biopolymère(amidon) est préparé par l'addition de 2.5g d'amidon de maïs (poudre), 3ml d'acide chlorhydrique (0.1mol/l), 2ml de solution de glycérol a 50% et 25ml purin d'ortie, on laisse le mélange chauffer, lorsque la température atteint environ 95°C, sous l'agitation pendant 15 min jusqu'à la formation d'un mélange homogène. Pour diminuer la viscosité, il faut ajouter 1 à 3 ml d'une solution de soude (0.1mol/l). Le mélange est versé sur une plaque de verre (figure 10) ou bien boîtes Pétris. Celui-ci ne doit pas être trop étalé, après séchage pendant 7 jrs a l'aire libre. Le film a été décollé délicatement afin de le retourner pour le sécher complètement.

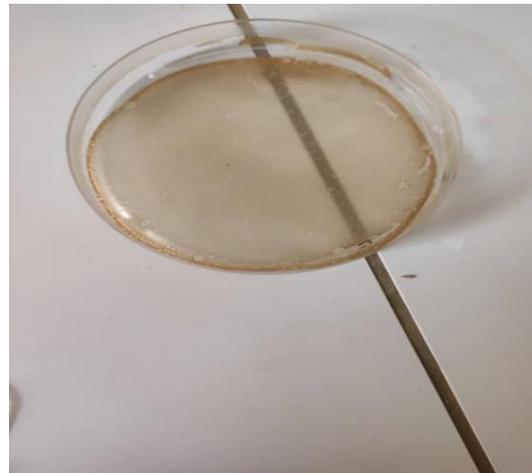


Figure III.7 : Aspect du plastique à base d'amidon avec l'extrait d'ortie

Préparation du plastique à base de polystyrène et d'amidon (70%amidon+30%polystyrène) :

Afin de préparer le plastique binaire on a gardé le même mode opératoire le seul changement c'est la composition de la matrice, au lieu de l'amidon seule on a fait un mélange entre 30% de polystyrène et 70% en poids de l'amidon, afin de garder le caractère biodégradable du plastique obtenu.

Dans un bécher de 250 ml, l'est préparé par l'addition de 1.75g d'amidon de maïs (poudre)et 0.75g de polystyrène, 3ml d'acide chlorhydrique (0.1mol/l), 2ml de solution de glycérol a 50% et 25ml d'eau distillée, on laisse le mélange chauffer, lorsque la température atteint environ 95°C, sous l'agitation pendant 15 min jusqu'à la formation d'un mélange homogène. Pour diminuer la viscosité, il faut ajouter 1 à 3 ml d'une solution de soude (0.1mol/l).

Le mélange est versé sur une plaque de verre (voir figure 10) ou bien boîtes Pétris. Celui-ci ne doit pas être trop étalé, après séchage pendant 7 jrs à l'aire libre.

Le film a été décollé délicatement afin de le retourner pour le sécher complètement.



Figure III.8 : Aspect du plastique à base d'amidon 70% et 30% de polystyrène

- Préparation du plastique antibactérien hybride (Amidon/PS)

Le même protocole du plastique à base d'amidon et polystyrène utilisé a été répété la seule différence réside dans le solvant ou l'eau a été remplacée par l'extrait de purin d'ortie

Dans un bécher de 250 ml, le biopolymère est préparé par l'addition de 1.75g d'amidon de maïs (poudre) et 0.75g de polystyrène, 3ml d'acide chlorhydrique (0.1mol/l), 2ml de solution de glycérol a 50% et 25ml purin d'ortie, on laisse le mélange chauffer, lorsque la température atteint environ 95°C, sous l'agitation pendant 15 min jusqu'à la formation d'un mélange homogène.

Pour diminuer la viscosité, il faut ajouter 1 à 3 ml d'une solution de soude (0.1mol/l).

Le mélange est versé, sur une plaque de verre (voir figure 10) ou bien boîtes Pétris. Celui-ci ne doit pas être trop étalé, après séchage pendant 7 jrs à l'aire libre.

Le film a été décollé délicatement afin de le retourner pour le sécher complètement.



Figure III.9 : préparation de film



Figure III.10 : avant séchage

Pour le reste du mémoire les plastiques préparés ont été codifiés selon le tableau suivant :

Tableau III.1 : Tableau des codes des plastiques préparés

Code	Composition des plastiques
P1	100% Amidon
P2	70% Amidon+30% Polystyrène
P3	100% Amidon+Purin Ortie
P4	70% Amidon+30% polystyrene+Purin d'ortie

III.11. Etude de la rétention du film plastique :

1. Étude de rétention du plastique (P1, P 3) :

L'eau est connue pour avoir des répercussions sur les propriétés structurales. S'il est admis que l'absorption d'eau ne se fait que, dans la phase amorphe. L'eau est souvent désignée comme un plastifiant des polymères. En d'autres termes, l'eau absorbée augmente la mobilité des chaînes de polymère, ce qui est caractérisé par la diminution de la température de transition vitreuse T_g des polymères. Mesures de densité ou de gonflement, les variations de densité, ou de gonflement d'un polymère, peuvent apporter des informations sur le mécanisme d'absorption de l'eau dans les polymères. L'eau est absorbée sans qu'il y ait changement de volume du polymère. Le gonflement du polymère est nul. L'eau absorbée remplit donc les vides du polymère.

Le taux de gonflement est calculé comme suit :

2. Mise en équation :

$$m_{hyd} = m_{sec} + m_{eau}$$

Avec : m_{hyd} : Masse du polymère hydraté en g.

m_{sec} : Masse du biofilm sec en g.

m_{eau} : Masse de l'eau absorbée par le biofilm en g.

$$\text{Absorption (\%)} = \frac{m_{hyd} - m_{sec}}{m_{sec}} * 100$$

3. Mode opératoire :

Ces mesures ont été réalisées en immergeant, des différentes masses (0.2g) de films plastiques ; à base d'amidon dans 20 ml d'eau distillée, à une température ambiante dans des tubes à essai, pour 25 jours afin d'atteindre la saturation en eau des échantillons, on mesure la masse des films.

III.12. Etude antimicrobienne des plastiques préparés (P1, P2, P3, P4) :

1. Test biologique :

Pour la mise en évidence de l'activité microbienne, quatre souches bactériennes et une fongique ont été testées vis à vis des plastiques, l'extrait de purin d'urtica dioica

Souches bactériennes :

Les souches bactériennes utilisées sont référenciées et codifier comme suite :

- **Bactéries à gram négatif :** *Escherichia coli* ATCC25922. *Klebsiella pneumoniae* ATCC 70603
- **Bactéries à gram positif :** *Staphylococcus aureus* ATCC25923.
- **Souches fongique « levure » :** *Candida albicans* ATCC10231

1.1 Milieux de culture :

La gélose de Mueller Hinton a été formulée à l'origine comme un milieu gélose simple servant à la culture de différents types de bactéries celle-ci est aujourd'hui largement utilisée.



Figure III.11 : La gélose Mueller Hinton.

1.2. Préparation de l'inoculum :

A partir des cultures pures et jeunes on réalise des suspensions ayant une turbidité équivalente au standard McFarland 0.5 ce qui correspond à 10^8 unité formant colonie par millilitre (UFC/ml) , en prélevant une ou deux colonies de chaque souche et qu'on introduit dans des tubes contenant de l'eau physiologique puis on agite bien afin d'homogénéiser les suspensions, par la suite on réalise une première lecture de la concentration à l'aide d'un spectrophotomètre en estimant l'absorbance, qui doit être comprise entre 0.08-0.13 et cela à une longueur d'onde de 620 nm, si une des valeurs trouvée à la première lecture n'est pas comprise dans l'intervalle, on l'ajuste soit en ajoutant de l'eau physiologique si elle est supérieure à la valeur maximale ou en ajoutant des colonies si elle est inférieure à la valeur minimale. L'ensemencement doit se faire au bout des 15 mn qui suivent la préparation de l'inoculum.

2. Ensemencement :

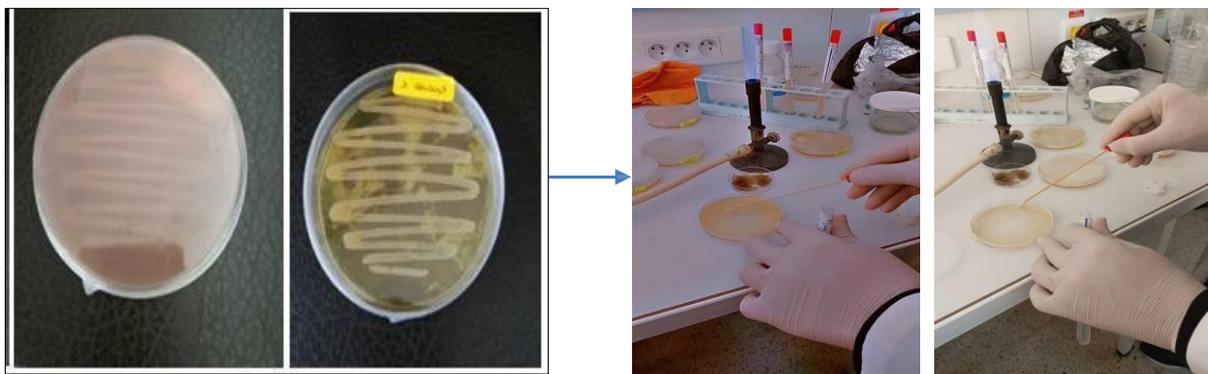


Figure III.12 : révéfication des souches E. coli et S. aureus

L'ensemencement est réalisé par écouvillonnage stériles sur boites pétri contenant la gélose MH. Un écouvillon est trempé dans la suspension bactérienne standardisée puis frotté sur la totalité de la surface gélosée, de haut en bas en stries serrées. L'opération est répétée trois fois en tournant la boite de 60° à chaque fois. Les boites ainsi ensemencées ont été laissées pendant 15 mn.

3. Application des disques (dépôt des disques) :

Une fois les géloses Muller Hinton sont ensemencées, les disques de papier wattman préalablement préparés sont disposés sur la surface de la gélose dans des conditions stériles, à l'aide d'une pince stérilisée au bec bunsen, ce dernier est imbibé par l'extrait fermenté d'urtica dioica jusqu'à imprégnation total du disque.

Exceptionnellement pour les plastiques ont été déposés après avoir être stérilisés sous forme de petits carrés on les a déposés directement sur le milieu à raison de leur aspect physique. Les tests ont été répétés trois fois pour chaque souche en marquant à chaque fois les noms de ces produits sur la face inférieure de la boite. Les boites ont été maintenues à température ambiante pendant 20 minutes pour que les composés puissent diffuser, avant d'être incubés.



Photo III.1 : photo dépôt du disque.

4. Incubation :

Les boites ont été incubées à 37C° pendant 24h pour les bactéries et à 30C° pour la souche fongique. La lecture se fait par la mesure du diamètre de la zone d'inhibition ou la zone claire et les comparé avec celle de l'antibiotique.

III.13. Lecture des résultats [9] :

L'activité antimicrobienne se manifeste par l'apparition d'un halo d'inhibitions de la croissance microbienne, Le résultat de cette activité est exprimé par le diamètre de la zone d'inhibitions. La souche ayant un diamètre :

- **Résistante (-) :** $D < 8 \text{ mm}$
- **Sensible (+) :** $9\text{mm} \leq D \leq 14\text{mm}$
- **Très sensible (+ +) :** $15\text{mm} \leq D \leq 19 \text{ mm}$
- **Extrêmement sensible (+ + +) :** $D > 20 \text{ mm}$

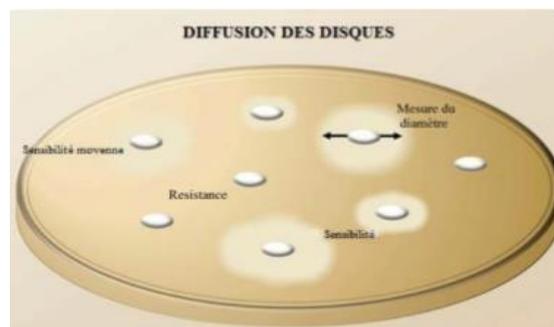


Figure III.13 : Lecture de l'activité antibactérienne sur milieu solide par la méthode de diffusion sur disque

III.14. Caractérisations :

III.14.1. Caractérisations mécaniques : Essai de traction et fluage :

III.14.1.1. Principe :

▪ Essai de traction :

Un essai de traction est une expérience de physique qui permet de mesurer le degré de résistance à la rupture d'un matériau quelconque.

Cet essai ou expérience consiste à placer une éprouvette à étudier entre les mâchoires d'une machine de traction qui tire sur l'éprouvette jusqu'à sa rupture. On enregistre l'allongement et la force appliquée, que l'on convertit ensuite en déformation et contrainte.

On obtient alors le graphe suivant :

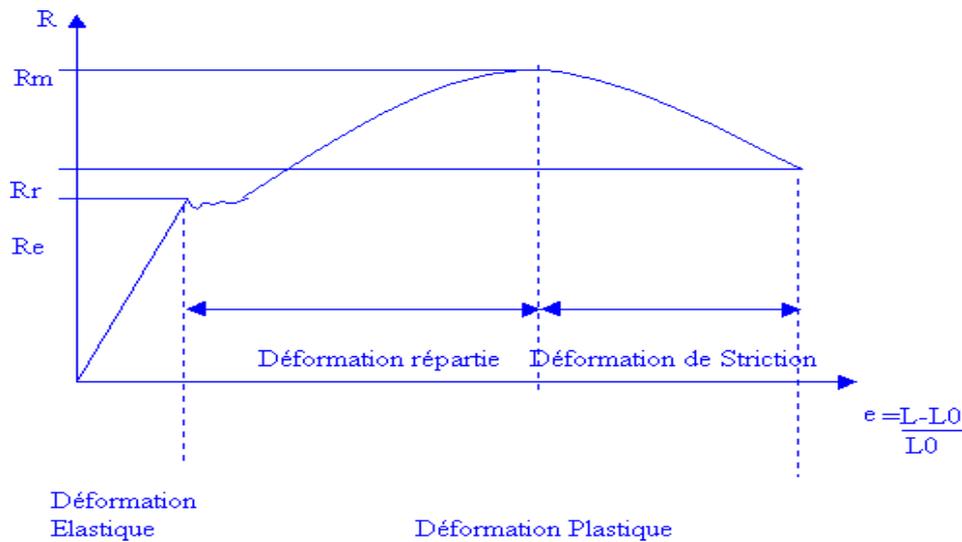


Figure III.14 : Courbe de traction théorique.

III.14.1.2. Objectif :

Le but de la manipulation est d'enregistrer les courbes force-allongement, pour en déduire la force de rupture, l'élasticité et le module de Young.

Un coupon d'essai subit des étirements (ou des ruptures dans certains cas) par un appareil de référence (**Stress/Strain Apparatus AP-8214**) de mesure contrainte-déformation. La manipulation permet de mesurer le taux d'étirement et la force que subit l'échantillon. Le logiciel nous permet d'accéder à la courbe recherchée.

❖ Mode opératoire :

On fixe le biopolymère sous forme d'éprouvette sur la plate-forme de l'appareil au point B comme indiqué sur la figure on tape sur le bouton « tire » sur le moniteur une fenêtre apparaît on clique sur démarrer et on tourne au point A avec une vitesse constante jusqu'à la coupure.

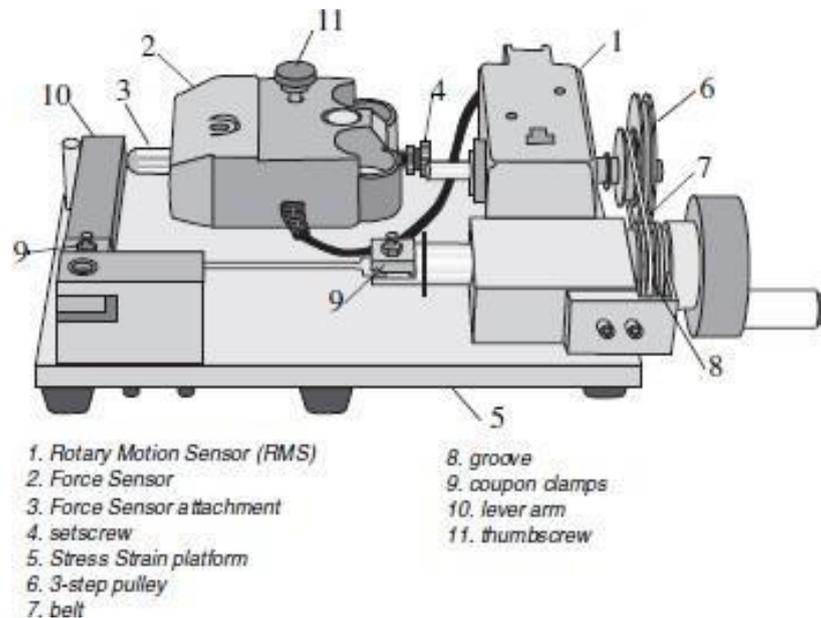


Figure III.15 : appareil de détermine la courbe de coupon force en fonction de déplacement.

Un Logiciel est utilisé pour générer une courbe de contrainte par rapport au déplacement qui permet de déduire le module d'Young, la région élastique, la région plastique, la limite d'élasticité, et le point de rupture.

A l'instar des polymères synthétiques traditionnels, l'ajout de plastifiants induit, généralement une diminution de la contrainte à la rupture et du module d'élasticité, ainsi qu'une augmentation de l'allongement à la rupture.

III.15. Étude rhéologique de fluage du plastique P4 :

III.15.1. Définition du fluage :

La déformation d'un matériau induite pendant le maintien constant de la température et de la contrainte est appelée fluage. Cette déformation est de nature viscoplastique et dépendante du temps de maintien.

Un essai de fluage est décomposé en deux étapes (figure 17) : la mise en charge et le fluage proprement dit, ensuite la déformation par extension .

En pratique, il n'est pas toujours facile de réaliser un essai à contrainte constante. En effet, si la déformation est importante, l'essai est réalisé à force constante : la contrainte augmente lors de l'essai avec l'allongement de l'éprouvette (figure17).

Pour des essais de longue durée, il est préférable de placer la machine dans une salle climatisée afin d'éviter les instabilités liées à des changements de température atmosphérique. Avant de lancer un essai, l'alignement de l'éprouvette avec le système de mise en charge doit être réalisé avec soin. Il est parfois nécessaire de soumettre l'ensemble à une précharge, celle-ci ne devant pas être supérieure à 10 % de la limite d'élasticité du matériau testé.

❖ **Mode opératoire :**

L'essai de Fluage a été réalisé au laboratoire de génie civil à l'université de Ain Témouchent. Après avoir sélectionné le plastique le plus performant au point de vue étude bactérienne il a été soumis à un test de Fluage, on a réalisé une éprouvette réalisée selon des normes standardisées (figure de l'éprouvette) cette éprouvette a été maintenue par les des pinces, ensuite elle a été soumise à une charge de (150g) En fonction du temps à température ambiante. L'extension de l'échantillon est mesurée à l'aide d'un extensomètre très sensible. Les résultats du test une fois le test terminé, sont tracés sur un graphique de la déformation en fonction du temps pour donner une courbe similaire à celle illustrée à la (Figure 16)

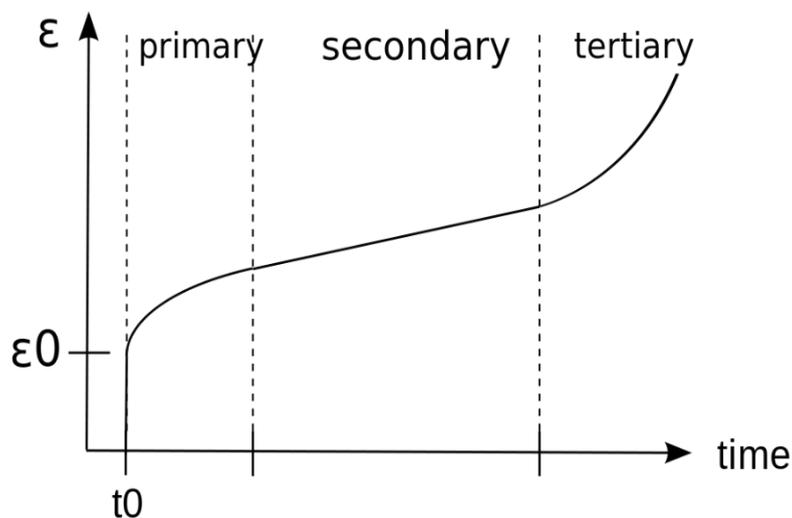


Figure III.16 : Courbe générale de fluage



Figure III.17 : appareil de fluage. (Référence de l'appareil)

III.16. Test d'efficacité antibactérienne du plastique préparé :

Afin de tester le plastique on a réalisé un essai d'emballage sur des fraises déjà usées, après avoir stériliser les fraises avec de l'alcool on a procédé à l'emballage de celle-ci avec du plastique réalisé et puis le frais a été laissée, pendant une semaine à température ambiante dans une cuisine. Photo

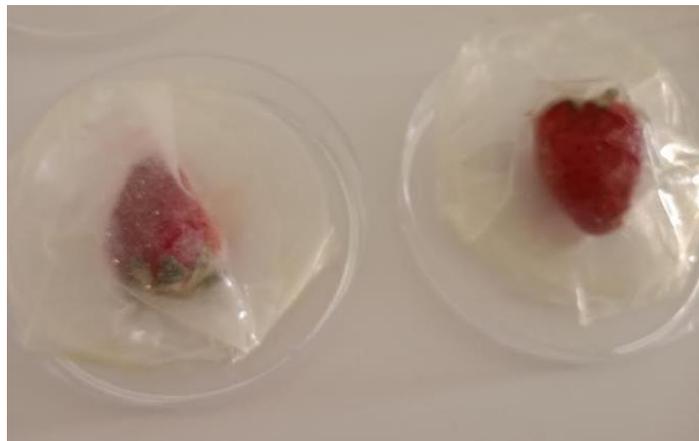


Photo III.2 : l'essai d'efficacité du plastique sur les fraises

Reference bibliographie

[1] : H. Benabdallah, “Polycopié du Cours : Techniques d’extraction, de purification et de conservation Univ. Ferhat Abbas, Sétif, pp. 14–17, 2015.

[2] : S. Khellal, C. Messara : Caractérisation et valorisation du rejet (marne jaune) issu D’exploitation de minerai de fer d’el- Ouenza. Mémoire de master, Université de Bejaia, 2014.

[3] : I. ZOUBIR, « Elaboration et caractérisation d’un matériau composite polymère-ZnO », mémoire de master, université de Tlemcen, Algérie (2017).

[4] : S. ITHRI, L. TEKAL, « caractérisation d’une géo membrane soudée utiliser pour l’étanchéité d’une station d’épuration des eaux usées »,

Chapitre IV

Résultats et discussion

Ce chapitre comporte les différentes caractérisations du polystyrène et les résultats obtenus, par la cinétique de rétention dans différents solutions tampons et l'eau distillée.

L'étude rhéologique du plastique et l'activité antibactérienne des plastiques préparés dans le chapitre 2.

IV.1. Caractérisations du polystyrène :

IV.1.1. Par spectroscopie Infra rouge :

Spectroscopie Infrarouge : Les spectres IR des polymères préparés sont effectués sur un appareil FTIR 8400- Shimadzu (Laboratoire de Génie Physique à l'Université Ibn Khaldoun-Tiaret). Les spectres sont établis sur des pastilles composés du produit à analyser disperser dans du bromure de potassium KBR parfaitement sec.

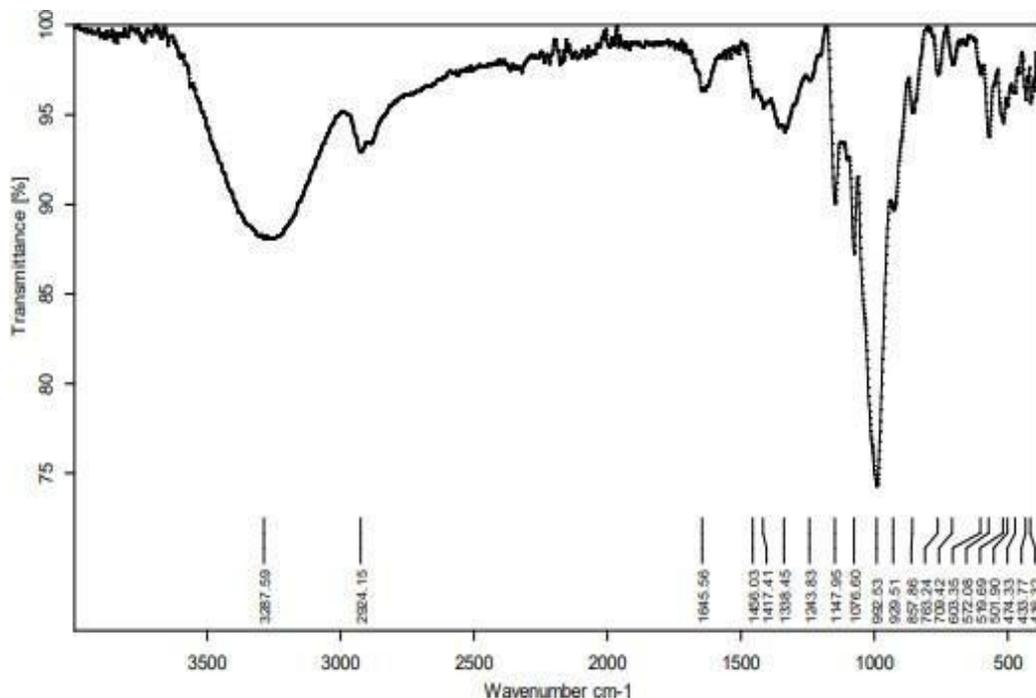


Figure IV.1 : Spectre infra rouge de l'amidon

IV.2. Interprétation des spectres IR :

La Figure représente les résultats de spectroscopie infrarouge d'amidon natif

Tableau IV.1 : des attributions des principales bandes observées sur le spectre IR pour l'amidon

Vibration	Attribution	Nombre d'onde (cm-1)
Elongation	OH liée	3287.59
Elongation	CH ₂	2924.15
Déformation	OH	1645.56
Déformation	CH ₂	1445.56
Déformation	C-O	1147.95
Vibration	CO-H	992.53-519.69

Le polystyrène : (PS)

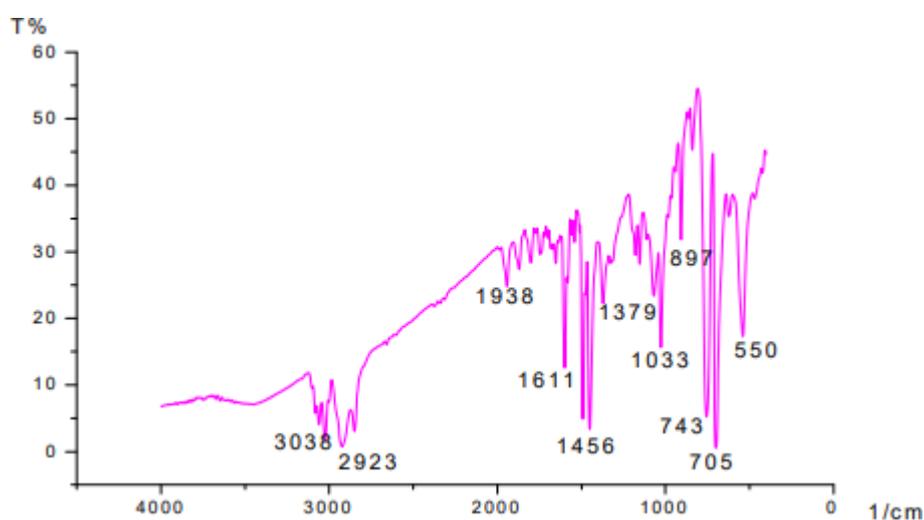


Figure IV.2 : Spectre infra rouge de polystyrène

L'analyse infra rouge du spectre infrarouge montre la disparition de la double liaison du styrène (monomère) qui est doit apparaitre normalement à 1480cm^{-1} , ce qui prouve que la polymérisation a bien eu lieu

D'après le spectre FTIR du PS, on note présence des bandes caractéristiques polymériques, alentours de 705 et 900 cm^{-1} et on prélève les principales bandes caractéristiques du polymère : La C=C aromatique apparait à 1611cm^{-1} , C-H du cycle apparait à 743cm^{-1} , C-H (CH_3) (2923cm^{-1})

La bande d'absorption la plus apparente est due à la superposition de deux bandes : l'une à 2924 cm^{-1} attribuée à la vibration d'élongation symétrique de la liaison C-H (de CH_2) et celle à 3026 cm^{-1} est due à la vibration de la molécule de benzène C_6H_5

On peut dire que, le spectre infra rouge est en accord avec la structure du polymère préconisée.

- **Caractérisations des polymères par diffraction rayons X**

L'appareil utilisé est un diffractomètre à poudre (Rigaku – Mini Flex 600) (Laboratoire synthèse et catalysé, université Ibn Khaldoun, Tiaret). Les analyses ont été réalisées à température ambiante. L'échantillon à analyser est placé sous forme de poudre sur un support plat. Les conditions générales d'acquisition correspondent à une plage angulaire en 2θ allant jusqu'à 70°

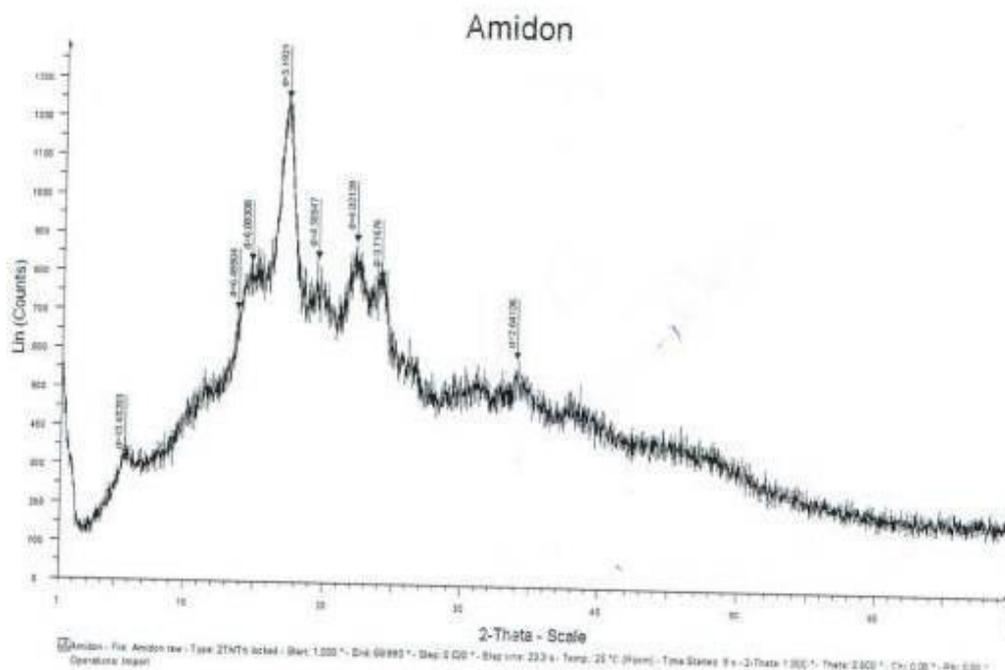


Figure IV.3 : diffractogramme d'amidon natif

Le diffractogramme de la figure montre l'intensité en fonction de l'angle de diffraction (2θ) d'après la figure présente une structure cristalline avec des microdomaine amorphe ce qui

Nous laissons à dire que l'amidon est un polymère semi cristalline on note des pics majeurs de diffraction observés aux angles d'émission 2θ : 16,18,29,23

La Diffraction des Rayons X (DRX) a été employée à l'aide du diffractomètre aux rayons X de la marque PanAlytical X'Pert Philips (45mA, 40kV). Les analyses ont été réalisées à température ambiante, avec une anticathode de cuivre ($\lambda_{Cu} = 1,54\text{\AA}$) pour un angle 2θ allant de 10° à 75° et à un pas de $0,017^\circ$. Le traitement des diffractogrammes a été effectué à l'aide de logiciel X'Pert HighScore intégrant des bases de données ICDD (International Center for Diffraction Data)

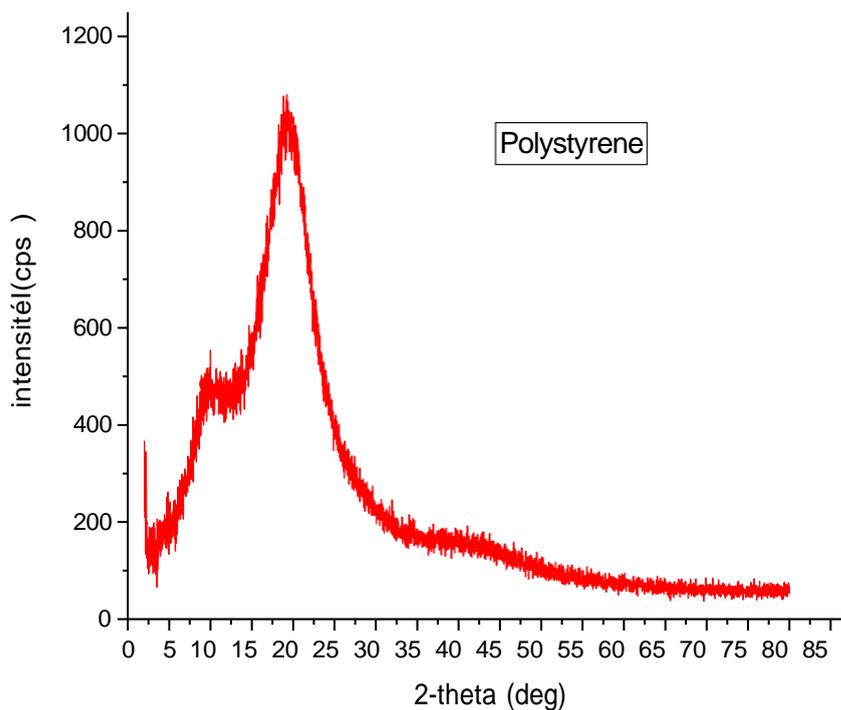


Figure IV.4 : Diffractogramme du polystyrène

Le diffractogramme de la figure montre une structure semi cristalline un pic intense A $2\theta=10^\circ$, qui caractérise la phase amorphe, on note aussi un pic intense a $2\theta=20^\circ$ qui atteste la présence de la phase cristalline, les résultats obtenus sont en accord avec la littérature Le diffractogramme confirme la structure du polystyrène, semi cristalline [1]

IV.3. Potentiel Zeta du polystyrène :

Le potentiel zêta représente la charge électrique qu'une particule acquiert grâce au nuage d'ions qui l'entourent quand elle est en suspension ou en solution. En effet, lorsque celle-ci est en mouvement dans un liquide, elle s'entoure d'ions organisés en une « double couche électrique » : - une partie des ions s'accroche à la particule formant ainsi une couche d'ions adhérents dite couche dense, l'autre partie des ions forme une couche non liée dite diffuse. (Figure IV.5)

Le potentiel zêta du polystyrène a été mesurée par un Zetamètre : Zeta-sizer (Malvern Instruments) model

A l'université Djillali Liabes a sidi bel abbes au, laboratoire L.C.O.P.M

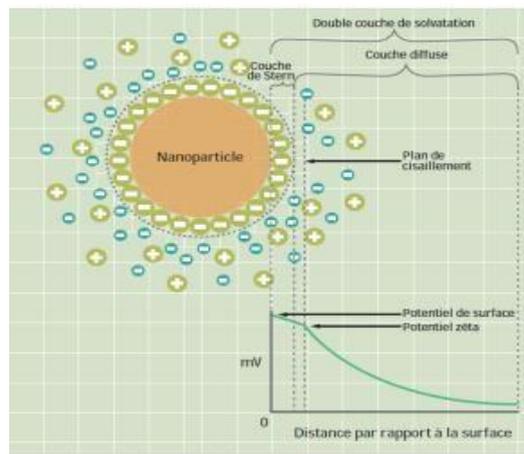


Figure IV.5 : Schéma de la double couche et du potentiel Zêta

Tableau IV.2 : Potentiel Zéta du polystyrène

Record	Type	Sample Name	⌘ Measurement Date and Time	T	ZP	Mob	Cond
				°C	mV	µmcm/Vs	mS/cm
1206	Zeta	PS 1	jeudi 30 mai 2024 1:32:32 PM	25	-16,2	-1,27	0,0608
1207	Zeta	PS 2	jeudi 30 mai 2024 1:37:51 PM	25	-17,8	-1,399	0,0608
1208	Zeta	PS 3	jeudi 30 mai 2024 1:38:37 PM	25	-21,3	-1,67	0,061

D'après le tableau on peut déterminer le potentiel zêta du polystyrène, **ZP=-18.43** , Ce potentiel représente la mesure de l'intensité de répulsion ou d'attraction électrostatique entre particules. Sa mesure apporte

Donc une compréhension des causes de dispersion, d'agrégation ou de floculation et une solution d'amélioration de la formulation de dispersions, d'émulsions ou de suspensions

IV.4. Etude de rétention des plastiques P1, P4 :

Après avoir mesuré la rétention des films plastiques de même masse 0,2g des plastiques étudiés, on a obtenu les résultats donnés sur le tableau suivant :

Le tableau ci-dessous représente les différentes mesures des masses des films plastiques immergés dans les solutions tampons pH7 et pH4, eau distillée préparés après la rétention.

IV.5. Etude de rétention des films plastiques :

Tableau IV.3 : % de rétention en fonction du temps dès les solutions du pH 7 et pH4 des films plastifiés.

Films	Rétention (%) après 2 ^{er} jour	Rétention (%) après 6 ^{er} jour	Rétention (%) après 10 ^{er} jour	Rétention (%) après 15 ^{er} jour	Rétention (%) après 20 ^{er} jour	Rétention (%) après 30 ^{er} jour
P4 PH4	5%	10%	10%	22,5%	23,5%	23,5%
P4 PH7	5%	10%	10%	23,5%	23,5%	23,5%
P1 Amidon 100% Eau distillée	20 %	19.16 %	15.41 %	14.58 %	13.33 %	5.41 %

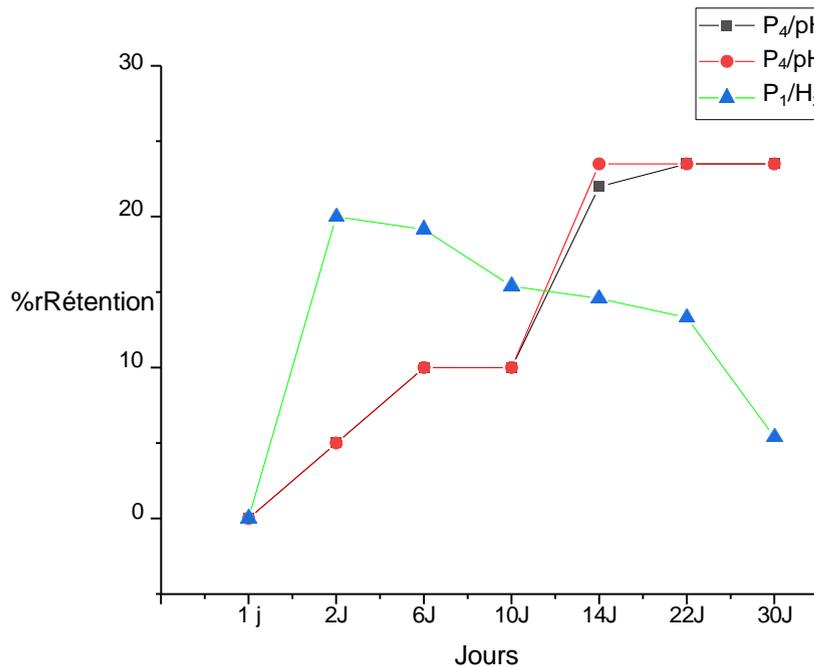


Figure IV.6 : pourcentage de la rétention de P4 et P1 en fonction des jours

On remarque d'après le tableau que la masse du film plastique sec a changé en deux jours de pesée pour les trois plastiques, immergés dans les solutions tampon au-delà le pourcentage d'absorption d'eau augmente, 19% jusqu'à 6 jours pour le plastique P1 (eau distillée) ensuite on note une diminution du pourcentage de rétention d'eau.

Pour le plastique P4, les solutions tampon choisies n'ont presque aucun effet, sur la cinétique de rétention puisque les deux graphes sont superposés, on note une augmentation de rétention très lente elle atteint un maximum de 23,5% pour les deux cinétiques, à 14 jours de l'essai, elle sera suivie d'une phase stationnaire où le pourcentage d'absorption d'eau ne change pas. À la lumière de ces résultats on peut dire que la plastification (absorption du solvant) se fait par la phase amorphe du polymère, plus la cristallinité, augmente, le taux de rétention diminue, donc on conclue que le plastique P1 est plus cristallin que le plastique P4.

L'extrait fermenté de l'ortie a fait augmenter le taux de plastification peut être ceci est dû, au composant de l'extrait : le tanin principalement et la molécule organique qui permet au solvant d'occuper plus facilement le vide.

L'amidon est un polymère semi-cristallin le plastifiant (glycérol) occupe la partie amorphe du biopolymère, aussi, on diminue l'accès de l'eau dans les régions amorphe du polymère ce qui rejoint les résultats obtenus.

IV.6. Etude antibactérienne de l'extrait d'ortie fermenté et les plastiques préparés :

IV.6.1. Activité antibactérienne de l'extrait d'ortie fermenté :

L'activité antibactérienne de l'extrait fermenté ou le purin d'ortie, a été testé par la méthode de diffusion sur disque qui Actuellement, la méthode est la plus connue [2] et la plus utilisée, elle consiste en l'ensemencement sur un milieu gélosé, dans une boîte de Pétri, d'une suspension bactérienne. La substance à tester est ensuite imprégnée sur un disque de cellulose, lui-même déposé sur la boîte de Pétri. Durant l'incubation, la substance est alors censée diffuser dans la gélose (à la surface et/ou dans la masse) ce qui crée un gradient de concentration dépendant de la substance comme indiqué sur la figure

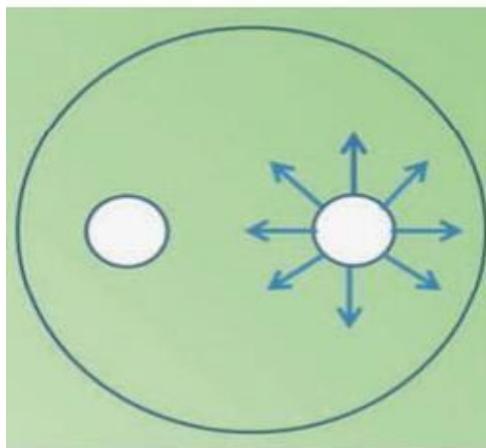


Figure IV.7 : Principe de la diffusion du principe actif dans la méthode « des disques ».

Les disques de cellulose imprégnés de la substance à tester sont déposés à la surface de la gélose et laisse diffuser la substance dans la gélose (à la surface et/ou dans la masse), créant ainsi un gradient de concentration de la substance à tester. (2)

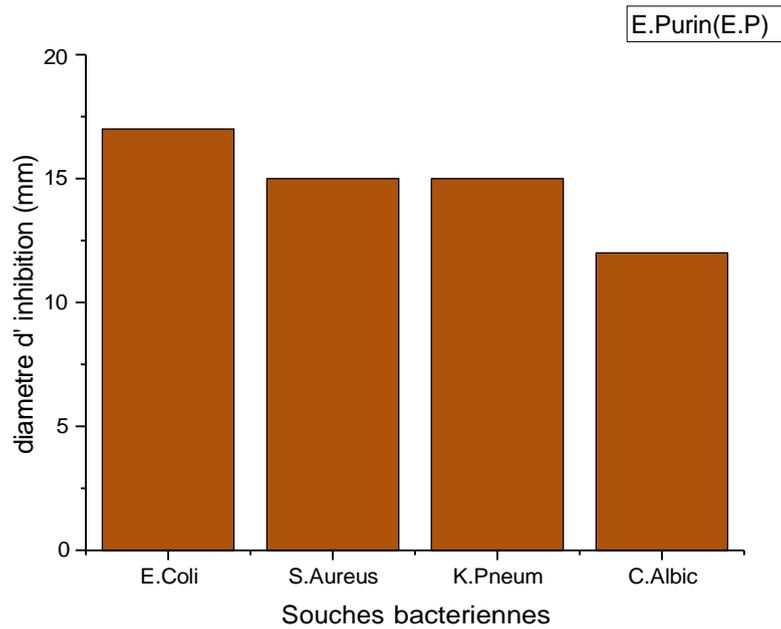


Figure IV.8 : L'activité antibactérienne de l'extrait de purin d'ortie vis-à-vis des souches

D'après la figure on remarque que l'extrait représente une bonne activité antibactérienne vis-à-vis des souches testées, puisque on a noté un diamètre d'inhibition important de 17mm, vis-à-vis de la souche *E. Coli* et le moins important est celui du *Candida Albicans*

Cette différence peut s'expliquer à partir de la paroi des bactéries qui sont de constitution différente pour les bactéries à Gram + et à Gram -

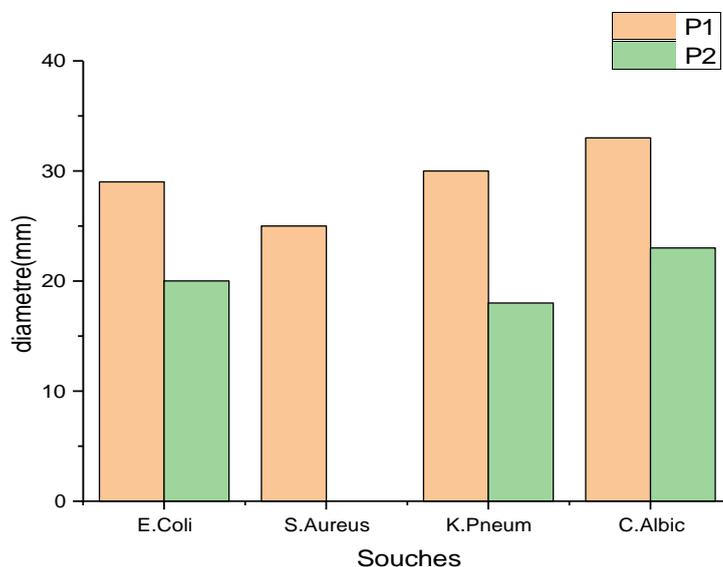


Figure IV.9 : Comparaison de l'activité antibactérienne des plastiques vis-à-vis des souches bactériennes

Dans la figure 8 on remarque une différence d'activité microbienne des deux plastiques P1 (100% Amidon) et P2 (30% P.S +70% Amidon), à notre connaissance le polystyrène est un polymère non biodégradable, contrairement à l'amidon, qui est un polymère biodégradable.

On peut noter d'après les résultats que le fait d'avoir mélangé le polystyrène à l'amidon, l'activité antibactérienne n'as pas disparue sauf pour celle vis-à-vis de *Staphylococcus Aureus*

Néanmoins pour les autres souches bactériennes on note un diamètre d'inhibition de 20mm pour *E. COLI* et 17mm pour *P. KELP* et 25 mm pour la levure *C.ALB*

Les diamètres les plus important sont notés pour le plastique P1 (100%Amidon) ce qui est logique puisque l'amidon est biodégradable

Donc on peut conclure que l'ajout du polystyrène a faible incorporation avec l'amidon on peut obtenir une activité antimicrobienne considérable.

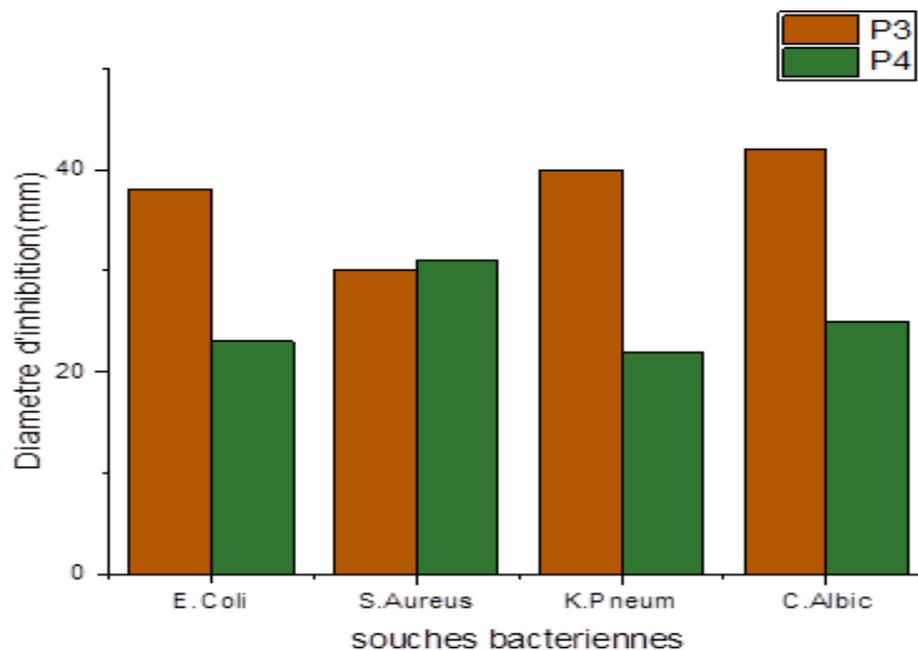


Figure IV.10 : comparaison de l'activité antibactérienne des plastiques à base d'ortie

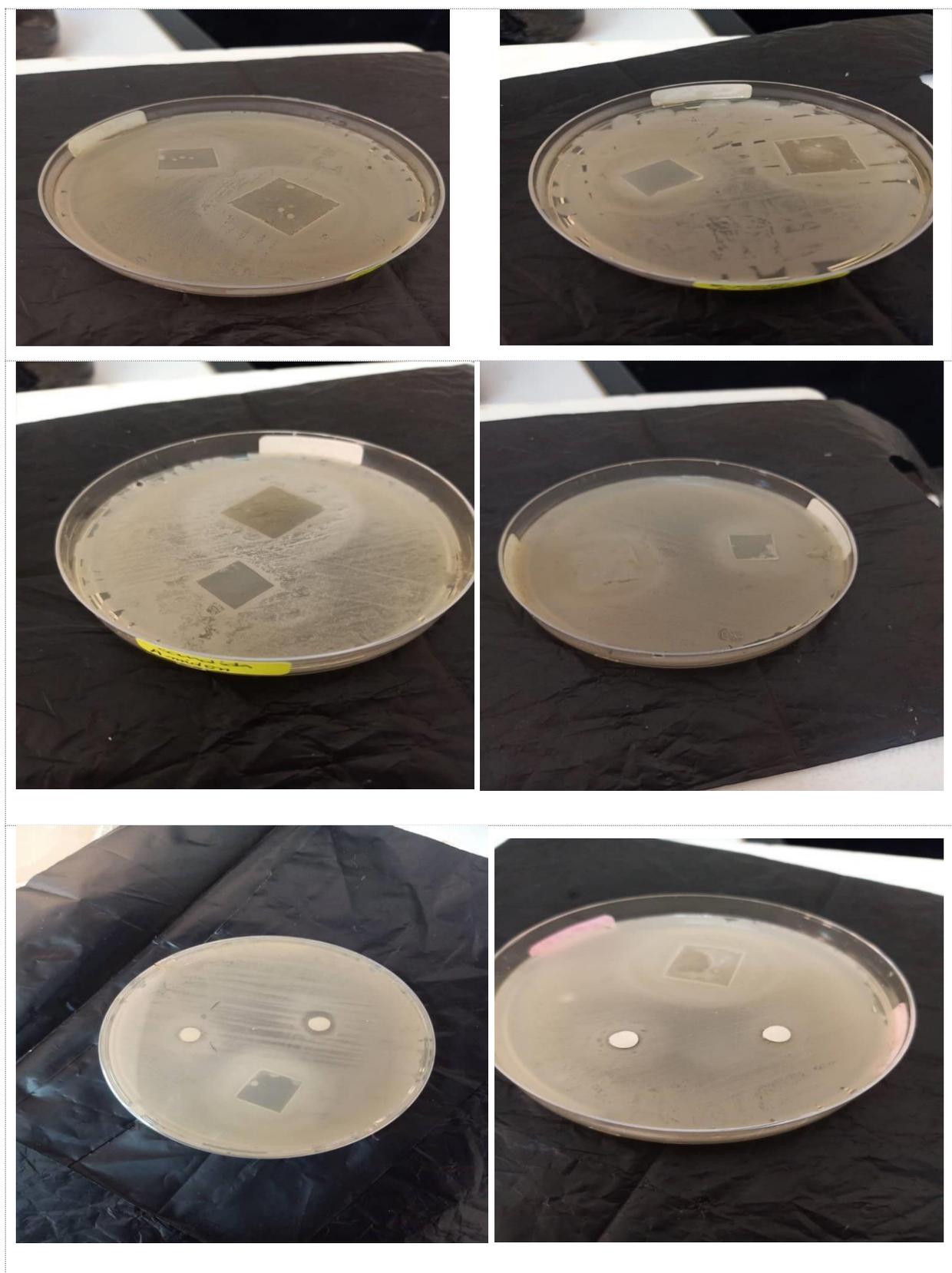


Figure III.11 : des photos pour l'activité

Les résultats montrés sur l'histogramme montrent que le fait d'avoir changé l'eau dans la synthèse du plastique a eu un effet considérable sur l'activité antibactérienne du plastique

Tous les diamètres d'inhibition ont augmenté pour les deux plastiques :

P3 (100% Amidon est extrait d'Ortie)

P4 (30% P. S+70% Amidon)

On peut tirer les conclusions suivantes :

- L'extrait d'ortie a augmenté tous les diamètres pour les deux plastiques
- L'extrait d'ortie a donné au mélange PS+Amidon une activité antibactérienne vis-à-vis de la souche *S.Aureus* ($d=26mm$)
- Le diamètre d'inhibition a été augmenté jusqu' à 40mm de P3 en le comparant a P1 les souches sont devenus extrêmement sensibles puisque, le diamètre a dépassé 25mm grâce à l'extrait d'ortie.
- L'extrait fermenté d'ortie a augmenté l'activité antifongique du plastique de composition 100% amidon

A la lumière de ces résultats l'extrait d'ortie est un très bon solvant pour la synthèse du plastique, et augmente l'activité biologique du plastique.

IV.7. Etude rhéologique du plastique :

IV.7. 1. essai d traction :

COURBE FORCE (K.N) EN FONCTION DE L'ALLONGEMENT (mm)

L'essai de traction a été réalisé sur une éprouvette normalisée, réalisé à partir du plastique P1 Qui a été maintenue des deux côtés par deux mors, de la machine de traction, ou on applique un effort, l'allongement mesuré, par un extensomètre, jusqu' à la scission de cette éprouvette, qui va nous permettre d'avoir une courbe de de traction (**figure 11**).

Les résultats obtenus par ordinateur relié, a la machine de traction, ont servie à réaliser la courbe de traction suivante, d'abord on a tracé la variation de la force(effort) en fonction de l'allongement.

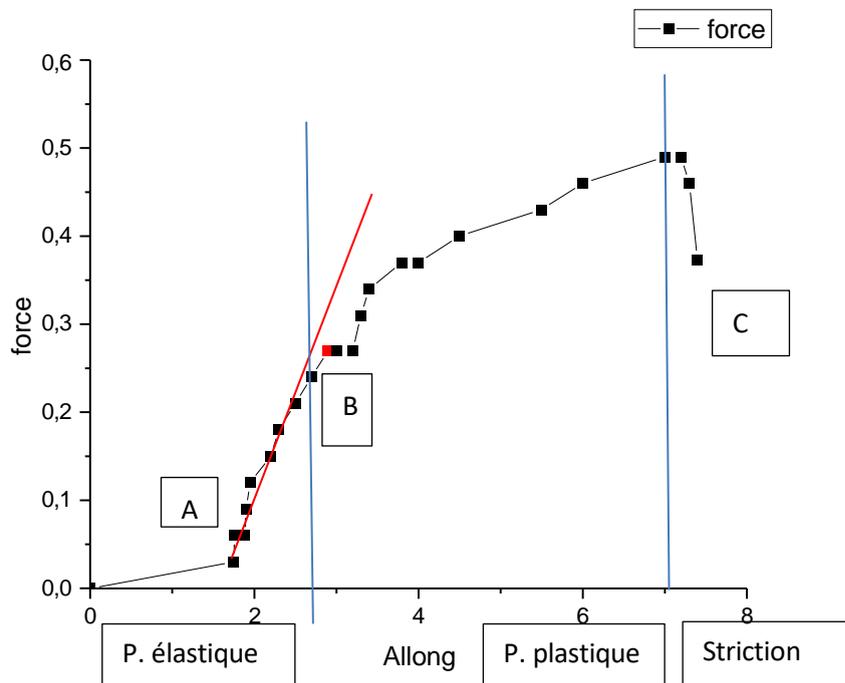


Figure IV.12 : Courbe de traction de l'effort en fonction d'allongement du plastique P1

On remarque ainsi l'augmentation de l'allongement en fonction l'augmentation de l'effort imposé par la machine à une vitesse constante, la courbe de traction implique plusieurs phases

La première comme on le note c'est la partie linéaire de la courbe qui la partie élastique ou la déformation n'est pas visible, ou le matériau garde les mêmes propriétés mécaniques

1 partie plastique : on entre dans la plasticité l'allongement de l'éprouvette est visible avec une section plus étroite que possible par sollicitation du matériau, en augmentant la force appliquée.

-zone d'érouissage : Après avoir enregistré un certain allongement sous une charge constante, le matériau acquiert de nouveau la propriété de résister à la traction (érouissage),

. Le point B correspond à la limite élastique. A partir du point B les déformations n'étant plus réversibles : elles sont appelées déformations plastiques.

-domaine de striction (domaine de déformation hétérogène) : lorsque la contrainte atteint

La valeur de la résistance à la traction, un rétrécissement appelé striction ou étranglement

Se forme sur l'éprouvette On a tracé aussi la courbe donnant l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation par laquelle on, calculer plusieurs caractéristiques du matériau plastique à partir de la courbe, et accéder au module de résistance E

Tout d'abord on présente quelques notions qui vont ; nous permettre à tirer ces caractéristiques à partir, du graphique.

- **Caractéristiques fondamentales :**

Résistance élastique R_e avec F : effort ou la force, S_0 : la section de l'éprouvette a $t=0$

$$R_e = \frac{F_e}{S_0}$$

avec R_e en Mpa, F_e en N, S_0 en mm.

Résistance à la rupture R_r

$$R_r = \frac{F_r}{S_0}$$

avec R_r en Mpa, F_e en N, S_0 en mm.

Coefficient d'allongement A%

$$A\% = \frac{L_u - L_0}{L_0} \times 100$$

avec L_u : longueur ultime après rupture, L_0 : longueur initiale.

allongement relatif

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$$

avec ΔL : allongement total de la poutre, L_0 : longueur d'origine, ε : allongement relatif

ε est l'allongement relatif suivant l'axe x, il peut s'écrire ε_x

La contrainte nominale est la charge rapportée à la section initiale

$$\sigma = \frac{F}{S_0}$$

L'allongement relatif (déformation) est l'allongement absolu Δl rapporté à la longueur initiale

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0}$$

- domaine de déformation élastique linéaire, appelé encore domaine de proportionnalité pour lequel s'applique la loi de Hooke

$$\sigma = E\varepsilon.$$

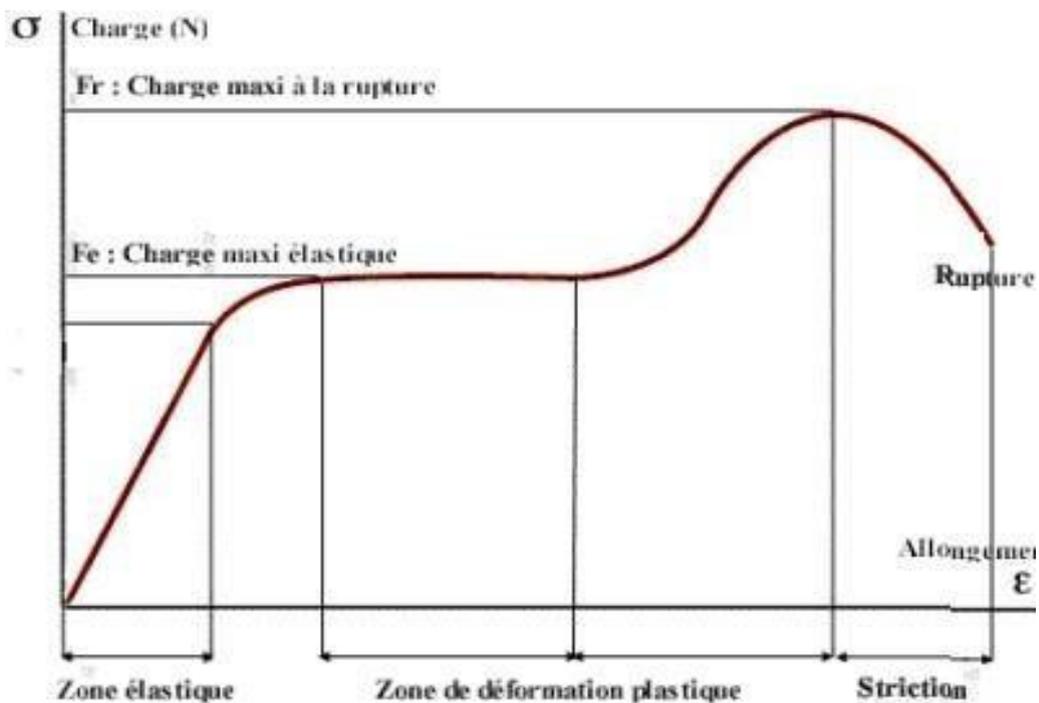


Figure IV.13 : Courbe de traction conventionnelle contrainte (σ) en fonction de l'allongement

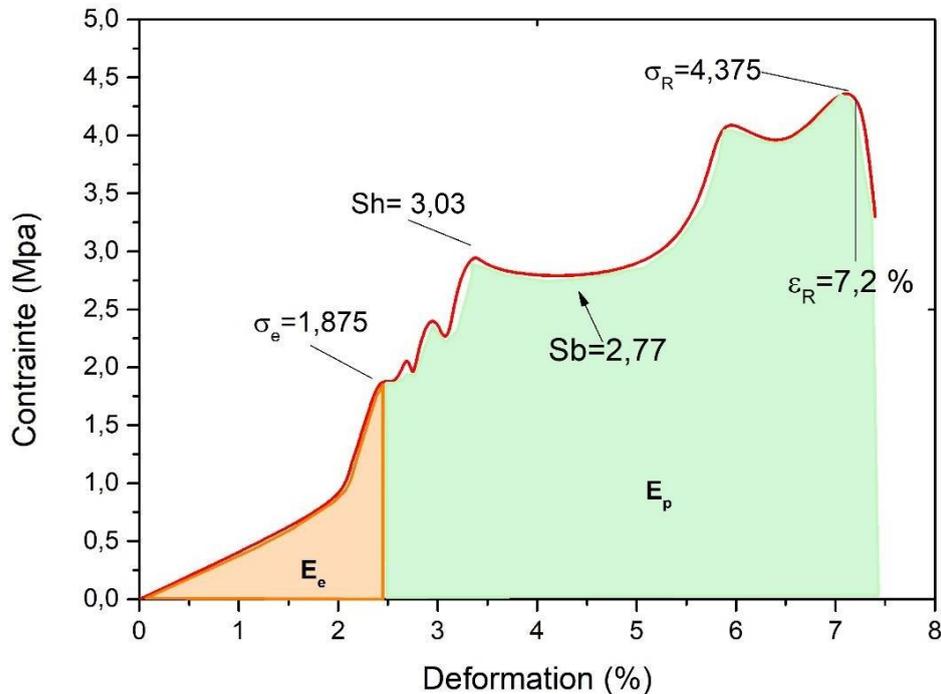


Figure IV.14 : Courbe de traction de la contrainte en fonction de déformation du plastique P1

• Interprétation de la Courbe

La résistance à la traction est la contrainte maximale atteinte en cours d'essai :

On remarque dans la courbe de traction contrainte σ en fonction de déformations : ξ a la même allure que celle de la courbe de traction théorique ; partie élastique réversible on peut avoir à partir de la pente le module de Young exprimé en MGP. On sélectionne de point sur la partie courbe

L'analyse d'une courbe de traction d'un matériau permet de distinguer plusieurs zones caractéristiques, chacune révélant des informations cruciales sur le comportement mécanique du matériau. L'aire sous la partie élastique de la courbe, qui est **de 55 unités**, est associée à l'énergie élastique stockée et récupérable lors de la déformation réversible du matériau. Cette énergie représente la capacité du matériau à revenir à sa forme initiale une fois que la contrainte est retirée.

En revanche, l'aire sous la partie plastique, qui est de **1100 unités**, représente l'énergie dissipée sous forme de chaleur pendant la déformation irréversible avant la rupture. Cette énergie traduit la capacité du matériau à subir des déformations permanentes avant de se rompre, illustrant sa ductilité et sa ténacité.

Un amidon présentant une contrainte à la rupture de 4,375 MPa et un allongement à la rupture

de 7,2 % montre une combinaison de résistance modérée et de ductilité acceptable. Ces propriétés rendent cet amidon approprié pour des applications où une résistance excessive n'est pas requise mais où une certaine capacité à se déformer sans rupture immédiate est bénéfique.

Les valeurs de contrainte, telles que " $S_h = 3,03 \text{ MPa}$ ", représentant le seuil d'écrouissage haut, mesurent la contrainte à laquelle le matériau commence à se durcir après avoir dépassé la limite élastique. Tandis que " $S_b = 2,77 \text{ MPa}$ ", représentant le seuil d'écrouissage bas, mesure la résistance maximale avant la rupture. Ces caractéristiques sont cruciales pour comprendre le comportement mécanique de l'amidon lorsqu'il est soumis à des forces extérieures, permettant ainsi de prévoir sa performance et sa fiabilité dans diverses applications.

Paramètres rhéologiques sur la courbe :

- σ_e la contrainte élastique
- σ_R la contrainte à la rupture
- ε_R déformation à la rupture
- E_e l'énergie élastique stockée
- E_p l'énergie dissipée
- S_h seuil d'écrouissage haut
- S_b seuil d'écrouissage bas

afin de calculer le module $E = \Delta\sigma / \Delta\xi$ Application numérique :

$$\checkmark E = \Delta\sigma / \Delta\xi$$

$$\checkmark E = (2,4 - 2,3) / (1,875 - 1,61) = 0,38 \text{ MPa}$$

Tableau : paramètres rhéologiques du plastique P1

σ_e	σ_R	E_e	S_h	S_b	E
1.875	4.375	7.2%	3.3	2.77	0,38MPS

IV.7.2. Essai de Fluage :

L'essai de fluage pour notre éprouvette n'était pas concluant, on a soumis l'éprouvette a une

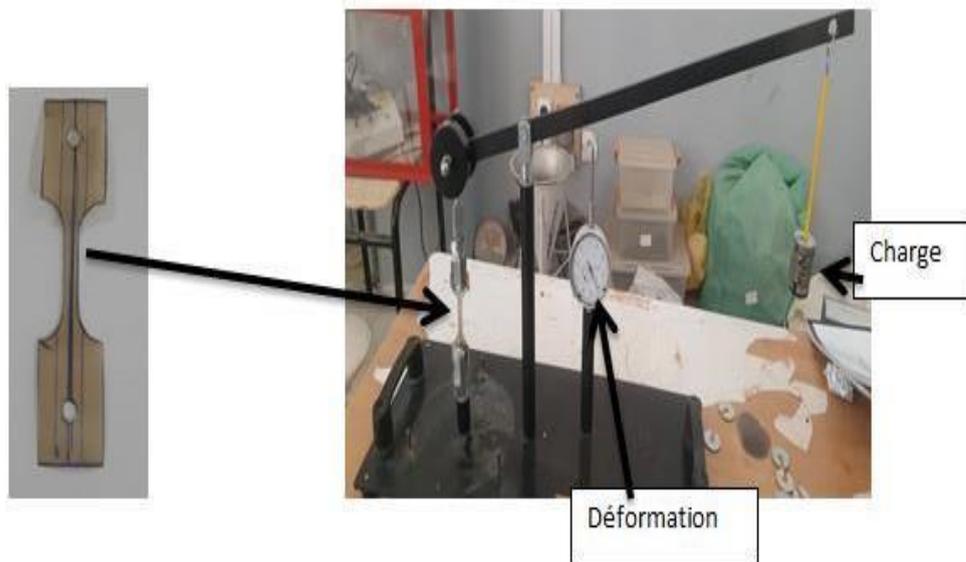


Photo IV.1 : L'essai de Fluage sur l'éprouvette P3

charge de 1,18N avec une charge constante durant 24h, l'éprouvette a tenue et on a noté une déformation comme le montre la figure mais, après l'éprouvette a été endommagé mais pas par la section mais sur les bouts de l'éprouvette ; maintenues par les mors. L'essai a été répété plusieurs fois mais le problème a persisté .

IV.8. Test d'efficacité du plastique :

Après avoir laissé les fraises emballées à température ambiante dans une cuisine ont noté après 7jours, que les fraises ont été contaminées par un champignon visible a l'œil nue, Par comparaison aux fraises laisser sans emballages plastiques on a noté, un envieillisement totale. Les résultats sont représentés sur les photos suivantes :



Fraise non emballée



Plastique P3



Plastique P2



Photo IV. 2 : l'essai d'efficacité du plastique P1, P3, P4

L'essai doit être effectués avec un autre aliment parce la principale agression, vis-à-vis de la fraise est le champignon, et notre objectif est de prendre en considération, la bactérie Escherichia coli

Reference bibliographie

[1]: article D. WANKASI and E.D. DIKIO, Comparative Study of Polystyrene and Polymethylmethacrylate Wastes as Adsorbents for Sorption of Pb²⁺ from Aqueous Solution Asian. Journal of Chemistry ; Vol. 26, No. 24 (2014), 8295-8302

[2]: Stéphane Fontenay, Marie-Eugenie Mougenot, Raphaël E. Duval, Evaluation of antibacterial properties of essential oils and/ or of their major components, Hegel Vol. 5 N° 2-2015, DOI: 10

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Conclusion Générale :

Les plantes médicinales restent une bonne source de principe actif, tels que les extraits fermentés pour ce qui apportent d'effets thérapeutiques et surtout antibactérien.

L'ortie a été utilisée ; comme masse végétale, pour l'introduire sous forme d'extrait, dans la fabrication de plastique ; ce qui a augmenté son effet antibactérien, vis-à-vis des souches référenciées testées.

Dans cette démarche, nous avons évalué les propriétés biologiques des films plastiques obtenus, en mettant particulièrement l'accent sur leur capacité à inhiber la croissance bactérienne. De plus, nous avons étudié la rétention ; des films dans des environnements simulés, ainsi que leur degré d'expansion, afin d'évaluer leur stabilité et leur résistance dans des conditions variées ce qui a révélé que les plastiques P1, P4 ont des taux de rétention différents a différents solution tampons ou le taux de gonflement, le plus important, a été relevé pour le plastique P4, ce qui nous amène à dire que l'extrait d'ortie est le responsable de cette différence.

Une étude biologique a révélé que les plastiques à base d'ortie présentent une bonne activité antimicrobienne vis-à-vis des souches à gram positif et gram négatif, et même contre un champignon. Les résultats obtenus sont très satisfaisants, puisque l'utilisation de nos plastiques comme emballage représente une alternative aux emballages conventionnels recyclables mais limités, qui provoquent une nuisance pour l'environnement.

Ce travail comporte aussi une étude de résistance à la traction du plastique , ou la courbe d traction obtenue ,nous a permis de calculer les caractéristiques rhéologiques , comme la contrainte de la limité élastique , la contrainte limite à la striction , qui donne des caractéristiques de résistance du plastique à base d'amidon, ou ces résultats nous révèlent que notre plastique doit être renforcé. Afin de l'utiliser, pour l'emballage, des aliments.

L'étude de fluage, du plastique, n'a pas été concluante, parce que, l'éprouvette du plastique P4, à céder sur les deux, côtés puisque le dispositif n'est pas adapté, les mors de l'appareil ont déchiré le plastique, sur les bouts de l'éprouvette mais la résistance du plastique a durée 24H sous une charge de 150g.

Conclusion Générale

Les résultats de cette étude offrent des perspectives prometteuses pour l'avenir des emballages durables, en démontrant la faisabilité de produire des films plastiques antibactériens à partir de sources renouvelables et naturelles. En outre, ces travaux ouvrent la voie à de nouvelles recherches visant à optimiser les formulations et les propriétés des films plastiques à base d'ortie, dans le dessein de répondre aux exigences croissantes en matière de sécurité alimentaire et de durabilité environnementale. Nous envisageons aussi de renforcer le plastique en utilisant des charges naturelles tout en gardant son caractère biodégradable.

Résumé

Les emballages plastiques représentent l'un des domaines de l'industrie le plus important, plus spécialement les emballages plastiques alimentaires, qui peuvent nuire à la qualité des aliments, et la conservation, ou le relargage des molécules nuisant à la santé de l'homme dans cette optique, nous avons pensé à fabriquer un film biodégradable et antimicrobien, à base d'extrait fermenté d'une plante spontanée, qui est l'ortie connue pour son caractère antibactérien. Afin d'assurer une résistance au plastique nous avons, synthétisé le polystyrène par voie radicalaire ensuite il a été intégré à raison de 30% en masse, avec l'amidon dans un plastique ; afin de révéler le caractère antimicrobien de l'extrait fermenté d'ortie, une étude comparative biologique des plastiques à base d'amidon et PS/Amidon à base d'extrait fermenté d'ortie, qui a donné un très bon résultat pour le plastique amidon (100%). Une étude de rétention a révélé, que le plastique à base d'amidon n'a pas un bon taux de rétention ; en comparant au plastique, à base d'amidon est extrait d'ortie. Une étude rhéologique a révélé que le plastique à base 100% d'amidon, doit être renforcé pour une utilisation ultérieure dans le domaine de l'emballage. Les résultats obtenus à travers ce travail, sont satisfaisants et nous pensons à l'améliorer dans l'avenir.

Mots clés Amidon, souches, polystyrène, rhéologie

Abstract

Plastic packaging is one of the most important areas of industry, especially plastic food packaging, which can adversely affect the quality of food and the preservation or release of molecules harmful to human health. With this in mind, we decided to manufacture a biodegradable, antimicrobial film based on a fermented extract of a spontaneous plant, the nettle, known for its antibacterial properties, in order to ensure the plastic's resistance, we synthesized polystyrene by radical route and then integrated it at a rate of 30% by mass with the starch in a plastic. In order to reveal the antimicrobial character of the fermented nettle extract, a comparative biological study of starch-based plastics and PS/starch based on fermented nettle extract gave a very good result for the starch-based plastic (100%). A retention study revealed that the starch-based plastic did not have a good retention rate when compared to the starch-based plastic extracted from nettles. A rheological study revealed that the 100% starch-based plastic should be reinforced for subsequent use in packaging. The results obtained from this work are satisfactory and we plan to improve it in the future.

Key words Starch, strains, polystyrene, rheology

ملخص

تُعد العبوات البلاستيكية من أهم مجالات الصناعة، وخاصة عبوات المواد الغذائية البلاستيكية، والتي يمكن أن تؤثر سلبيًا على جودة الأغذية وحفظها أو إطلاق جزيئات ضارة بصحة الإنسان. ومن هذا المنطلق، قررنا تصنيع فيلم مضاد للميكروبات قابل للتحلل الحيوي يعتمد على مستخلص مخمر من نبات القراص العفوي المعروف بخصائصه المضادة للبكتيريا. ومن أجل ضمان مقاومة البلاستيك للبلاستيك، قمنا بتصنيع البوليسترين بالطريق الجذري ثم دمجه، بنسبة 30% من الكتلة، مع النشا في البلاستيك. ومن أجل الكشف عن الطابع المضاد للميكروبات لمستخلص نبات القراص المخمر، أعطت دراسة بيولوجية مقارنة للبلاستيك القائم على النشا والبلاستيك القائم على مستخلص نبات القراص المخمر نتيجة جيدة جدًا للبلاستيك القائم على النشا (100%). كشفت دراسة الاحتفاظ عن أن البلاستيك القائم على النشا لم يكن لديه معدل احتفاظ جيد عند مقارنته بالبلاستيك القائم على النشا المستخلص من نبات القراص. كشفت دراسة الانسيابية أن البلاستيك القائم على النشا بنسبة 100% يجب تقويته لاستخدامه في التعبئة والتغليف. النتائج التي تم الحصول عليها من هذا العمل مرضية ونخطط لتحسينها في المستقبل.

الكلمات المفتاحية النشا، السلالات، البوليسترين، الريولوجيا