

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Ibn Khaldoun-Tiaret-

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département des Sciences de la Nature et de la Vie



Mémoire de fin d'étude

En vue de l'obtention du diplôme de Master académique

dans le cadre de l'arrêté ministériel n° 1275.

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie

Filière : Sciences Biologiques

Spécialité : Microbiologie Appliquée

Présenté par :

M^{lle}. MBAREK Afrah

M^{lle}. MEHIDI Selma Lemyaa

M^{lle}. MEHIDI Fatima Zohra

Thème :

*Etude de comportement bactériologique dans le sol de nouvelle
formulation pour les emballages alimentaires à base
de mélange PVC/HAE*

Soutenu publiquement le : 3 juillet 2023

Jury

Grade

President: M^r KADI S

MCA,U. Tiaret

Encadrant : M^r BOUSSOUM M.O

Pr. U .Tiaret

Co-encadrant : M^{me} LARIBI H

Pr, U. Blida

Examinatrice : M^{me} OULBACHIR K

Pr , U .Tiaret

Directeur de l'incubateur : M^r BEZEROUK M

MCA, U. Tiaret

Directrice Maison Entrepreneuriat: M^{me} SADJI F

Pr, U. Tiaret

Année universitaire : 2022/2023

Remerciements

ALLAH le Tout Puissant de nous avoir donné le courage, la santé, la force, la volonté et nous a permis d'accomplir ce modeste travail.

Nous tiendrons à adresser nos sincères remerciements à notre encadreur, Pr **.M.O.BOUSSOUM** pour ses conseils, sa bonne orientation, ses encouragements, nous tiendrons à présenter toute nos gratitude, nos respects nos grande estime à vous monsieur.

Nous tenons aussi à remercier Pr. **Laribi .H** d'être notre Co-promotrice pendant ce travail et qui nous a donné beaucoup de son temps.

Nous souhaitons exprimer notre gratitude et nos chaleureux remerciements à monsieur Dr. **KADIS** pour l'honneur qu'il nous a fait en acceptant de présider le jury de notre soutenance.

Aussi, nous tenons à remercier profondément Madame Pr. **OULBACHIR K** d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous adressons également nos sincères remerciements au directeur de l'incubateur Tiaret monsieur **BEZEROUK.M** et à la directrice de la maison de l'entrepreneuriat madame **SADJI.F** pour nous avoir accompagnés sur la réussite de notre projet.

Nous tiendrons à remercier tout le corps administratif et professoral de la faculté Science de la Nature et de la Vie pour leurs importants conseils, durant nos premières années à cet établissement.

Nous tiendrons à remercier les techniciens des laboratoires :Ecologie animale, technologie alimentaire, microbiologie, eau et sol.

Nous remercions tous nos enseignants de master 2 qui nous ont suivis pour notre formation et pour leurs précieux conseils.

Dédicace

A ma mère et mon père,

Pour l'éducation qu'ils m'ont prodigué avec tous les moyens et au prix de tous les sacrifices qu'ils ont consentis à mon égard pour le sens du devoir qu'ils m'ont enseigné depuis mon enfance.

A mon frère et mes sœurs

A mon cher encadrant, Co-encadrant et mes binômes

A tous mes familles, tous mes enseignants et tous ce que j'aime

A toutes les personnes qui mon aide à la réalisation de ce travail

Je vous dédie ce modeste de travail

AFRAH

Dédicace

Tout d'abord, louange à " Allah " qui m'a guidé sur le chemin droit tout au long du travail et m'a inspiré les bons pas et les justes réflexes. Sans sa miséricorde, ce travail n'aura pas abouti.

A mes très chers parents

Mon père, qu'ALLAH lui fasse miséricorde Celui qui m'a toujours encouragé et soutenu durant toutes mes années d'études, Merci. A ma mère, la lumière qui éclaire ma vie, qui m'a toujours encouragé, aidé, qui m'a guidé Dans le droit chemin, qui m'a appris que rien n'est impossible, que dieu te garde près de nous, merci Maman

À mes très chers frères Mostafa Seddik et Islam et ma sœur Fatima Et je n'oublie pas les personnes que j'aime le plus, ma grand-mère, Nedjat et Mira pour leur soutien moral ou physique durant toutes ces années et qu'ALLAH les bénissent et les protèges de tout mal.

A mes amies les plus proches Afrah et Amel particulièrement pour tous les bons moments que nous avons partagés.

Et à mon encadreur Pr. BOUSSOUM Merci pour votre disponibilité et vos précieux conseils.

A tous mes collègues de promotion.

SELMA LEMYAA

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A mon défunt père.

À la plus belle créature que ALLAH a créée sur terre,

À cette source de tendresse, de patience et de générosité,

À ma mère !

À mes frères Mostafa, Seddik et Islam, et ma sœur Selma.

*À mon encadreur Pr. BOUSSOUIM Merci pour votre
disponibilité et vos précieux conseils.*

*A mon soutien moral et source de joie et de bonheur, Nedjat
Mira, Afrah et Amel.*

*Votre présence constante, votre encouragement inconditionnel et
votre amour incommensurable sont les fondations sur lesquelles je
construis ma vie.*

*Je suis honorée d'appartenir à cette unité qui m'inspire et me
soutient chaque jour. Merci d'être ma famille.*

SATIMA ZOUBRA

LISTE DES ABRÉVIATIONS

ATR :Réflectance totale atténuée

CaCO₃ :Carbonate de calcium

CCl₄ :Acide tetrachloride

DOP : Di-octylphtalate

HAE : Huile animale époxydée

HSE :Huile de soja époxydée

HAG : Huile animale Ghardaïa

HAA : Huile animale Adrar

H₂SO₄:Acide sulfurique

K₂Cr₂O₇ :Bichromate de potassium

KI :Iodure de potassium

Méq : Milliéquivalent

LISTE DES FIGURES

Chapitre I

Figure I.1: Formule générale de PVC	5
---	---

Chapitre II

Figure II.1: Organigramme de la démarche expérimental.....	11
Figure II.2 : Dispositif expérimental d'extraction par soxhlet	12
Figure II.3 : sable marin (a) , sol agricole(b).....	18
Figure II.4 : Préparation des solutions mères	23
Figure II.5 : Ensemencement par étalement	24

Chapitre III

Figure III.1: Rendement d'extraction	29
Figure III.2: Superposition des spectres IR de l'HAE ,l'HTE et l'HSE	32
Figure III.3 : Superposition des spectres IR des formulations	34
Figure III.4 : Différentes souches purifiées à partir d'un sol agricole	41
Figure III.5 : Différentes souches purifiées à partir d'un sable marin.....	42
Figure III.6 : Observation microscopique de la souche A ₄	45
Figure III.7 : Observation microscopique de la souche A ₅	45
Figure III.8 : Observation microscopique de la souche A ₁₁	45
Figure III.9 : Représente test oxydase et catalase des isolats	46
Figure III.10 : Résultats du mannitol-mobilité	46
Figure III.11 : Type respiratoire des souches.....	47

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre II

Tableau II.1 : Produits utilisés.....	10
Tableau II.2 : Résine et additifs utilisés	17
Tableau II.3 : Formulations réalisés.....	18

Chapitre III

Tableau III.1 : Valeurs déterminées des différents indices	30
Tableau III.2 : Groupements fonctionels des bandes caractéristiques.....	32
Tableau III.3 : Groupements fonctionnels caractéristiques des formulations.....	34
Tableau III.4 : Composition de la granulométrie des sols	35
Tableau III.5 : Evolution du p en fonction de temps d'enfouissement.....	35
Tableau III.6 : Taux d'humidité du sol agricole et sable marin	36
Tableau III.7 : Evolution du taux de la matière organique de sols	37
Tableau III.8 : Evolution des taux du calcaire totale et calcaire actif avant et après enfouissement	38
Tableau III.9 : Taux de dégradation	39
Tableau III.10 : Différentes colonies bactérienne apparues à partir des deux échantillons...40	
Tableau III.11 : Variation de la perte du poids du polymère PVC/HAE dans un milieu solide	42
Tableau III.12 : Variation de la perte du poids du polymère PVC/HAE dans un milieu liquide	43
Tableau III.13 : Aspect macroscopique des isolats	44
Tableau III.14 : Mannitol-mobilité.....	46

LISTE DES ANNEXES

Annexe II.1 : Dosage de calcaire totale

Annexe II.2 : Dosage de calcaire actif

Annexe II.3 : Texture de sol

Annexe II.4 : Test de dégradation sur les boites de pétrie

Annexe II.5 : Test de dégradation dans le milieu liquide (tubes à essais)

Annexe III.1 : Spectre infrarouge des additifs

Annexe III.2 : Formulations préparées

Annexe III.3 : Photos des échantillons contentent HAE après enfouissement

Table de matières

Liste des abréviations.....	i
Liste des figures.....	ii
Liste des tableaux.....	iii
Liste des annexes.....	iv
Introduction.....	1

Chapitre I: Revue bibliographique

<i>I.1. Emballages alimentaires.....</i>	<i>4</i>
<i>I.2. Emballages plastiques.....</i>	<i>4</i>
<i>I.3. Polychlorure de vinyle</i>	<i>5</i>
I.3.1. Synthèse du monomère.....	5
I.3.2. Principaux additifs utilisés dans la transformation du PVC	6
I.3.2.1.Stabilisants	6
I.3.2.2.Lubrifiants	6
I.3.2.3.Plastifiants	6
I.3.2.4.Charges.....	6
I.3.2.5.Colorants et pigments	6
<i>I.4. Corps gras d'origine animale.....</i>	<i>7</i>
I.4.1. Composition du corps gras.....	7
I.4.1.1.Triglycérides	7
I.4.1.2.Acides gras.....	7
<i>I.5. Huile animale époxyde.....</i>	<i>7</i>
<i>I.6. Facteurs biologiques de la biodégradation</i>	<i>8</i>
<i>I.7. Mécanismes de biodégradation.....</i>	<i>8</i>
I.7.1. Bio-assimilation	8
I.7.2. Biodégradation	8

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

<i>II.1. Objectif du travail.....</i>	<i>10</i>
<i>II.2. Lieu et période de travail.....</i>	<i>10</i>

<i>II.3. Matériel & produits utilisés</i>	10
<i>II.4.Méthodologie</i>	11
<i>II.5. Extraction d'huile animale</i>	12
<i>II.6. Caractéristiques physicochimiques</i>	13
II.6.1. Indice de peroxyde	13
II.6.2. Indice d'acide	14
II.6.3. Indice d'iode	14
II.6.4. Indice de saponification	15
II.6.5. Densité	16
<i>II.7. Synthèse d'huile animale époxydée</i>	16
II.7.1. Principe de la réaction	16
<i>II.8. Préparation du film</i>	16
II.8.1. Produits utilisés	16
II.8.2. Formulations réalisées	17
<i>II.9. Caractérisations de sol</i>	18
II.9.1.Prélèvement des échantillons de sol	18
II.9.2. Mesure de l'humidité	18
II.9.3. Mesure de <i>pHeau</i>	19
II.9.4. Mesure de <i>pHKCl</i>	19
II.9.5. Dosage de calcaire total (ou carbonates totaux)	19
II.9.6. Dosage de calcaire actif	20
II.9.7. Dosage du carbone organique(voie humide)	21
II.9.8.Granulométrie	22
II.9.9. Essai d'enfouissement dans le sol	22
<i>II.10. Etude microbiologique</i>	23
II.10.1. Préparation de la suspension mère et des dilutions décimales	23
II.10.2. L'ensemencement dans les boites de pétri	24
II.10.3. Isolement et purification des bactéries	24
II.10.4. Sélection des souches dégradatrices	24
II.10.4.1. Préparation d'une pré culture	24
II.10.4.2. Test de dégradation sur les boites de pétrie	25

II.10.4.3. Test de dégradation dans le milieu liquide (tubes à essais)	25
II.10.5. Identification biochimique.....	25
II.10.5.1. Etude morphologique	25
II.10.5.2. Etude microscopique	25
II.10.5.3. Test catalase	26
II.10.5.4. Test oxydase	26
II.10.5.5. Test de type respiratoire.....	27
II.10.5.6. Mannitol mobilité	27

Chapitre III : Résultats et discussions

<i>III.1. Rendement d'extraction.....</i>	<i>29</i>
<i>III.2. Caractérisation physico-chimiques des huiles animales extraites.....</i>	<i>29</i>
<i>III.3. Etude de la compatibilité de l'HAE par la spectroscopie infrarouge ATR.....</i>	<i>31</i>
III.3.1. Caractérisation des additifs	31
III.3.2. Caractérisation de HAE	31
III.3.3. Etude de la compatibilité PVC/HAE	33
<i>III.4. Caractérisation physicochimiques de sol</i>	<i>35</i>
III.4.1. Granulométrie	35
III.4.2. Evolution du pH	35
III.4.3. Evolution de l'humidité.....	36
III.4.4. Evolution du taux de la matière organique	36
III.4.5. Evolution du taux de calcaire totale et calcaire actif.....	37
III.4.6. Evolution de taux de variation de masse des éprouvettes	38
<i>III.5. Etude microbiologique.....</i>	<i>39</i>
III.5.1. Isolement et purification des isolats	39
III.5.2. Résultats du test de dégradation des polymères (PVC/Additifs , PVC/HAE) ...	42
III.5.3. Identification des souches dégradatrices	44
III.5.3.1. Aspect macroscopique.....	44
III.5.3.2. Observation microscopique	44
III.5.3.3. Résultat du test catalase et oxydase	46
III.5.3.4. Résultat du mannitol-mobilité.....	46

III .5.3.5. Résultats type respiratoire	47
Conclusion.....	49
Références bibliographiques.....	52
Annexes.....	57
Résumé.....	63
Template startup.....	68

Introduction

Introduction

Aujourd'hui, plus de 5 300 formulations de polymères sont disponibles dans le commerce et plus de 4 000 produits chimiques connus sont associés aux seuls emballages en plastique (Groh *et al.*, 2019). Le polychlorure de vinyle ou PVC est l'un des polymères les plus produits au niveau mondial. Son universalité, sa facilité de mise en œuvre, son faible coût lui garantissent encore de nombreuses applications dans la vie courante (Nass, 1976 ; Stepek *et al.*, 1983).

Les produits en plastique sont généralement fabriqués avec des ingrédients chimiques synthétiques que les organismes de biodégradation ne peuvent pas consommer. En tant que tels, les plastiques ne peuvent pas être facilement dégradés, permet les procédures pour diminuer les déchets : il y'a l'incinération, mais cela produit une émission importante de CO₂ et certains matériaux peuvent conduire au dégagement de gaz toxiques, il y'a aussi le recyclage, mais il n'est pas possible de recycler indéfiniment car les propriétés mécaniques diminuent à chaque recyclage et par l'enfouissement, mais ce n'est pas une solution efficace car les plastiques issus de la pétrochimie leur biodégradation peut varier de quelques heures à des années dépendant des groupements fonctionnels et du degré de complexité, et peuvent interagir avec le milieu au contact en relarguant les additifs qu'ils contiennent (ADEME, 2006).

Dans un contexte mondial où la préservation de l'environnement est une priorité essentielle, le développement de matériaux biodégradables fabriqués à partir de ressources agricoles représente un défi crucial.

Le but de notre travail est de rechercher, d'une part, une nouvelle formulation pour les emballages plastiques, qui soit, à la fois, plus ou moins biodégradable et à un prix abordable et d'autre part, de rechercher des bactéries qui vivent dans le sol et qui sont capables de dégrader cette formulation. Il consiste à synthétiser, à caractériser et à étudier le comportement d'un nouveau biomatériau, et qui est peu utilisé, est le monde animal, qui n'a jamais été exploité dans le domaine des polymères qu'il possède toutes les propriétés des huiles végétales. Pour cela, l'huile animale a d'abord été modifiée selon le procédé d'époxydation afin de réduire la charge environnementale des déchets plastiques par une sensibilité aux attaques microbiennes en premier lieu pour la biodégradation ensuite de réduire l'utilisation des additifs : lubrifiants, stabilisants thermiques et plastifiants qui ont des potentiels cancérigènes. C'est dans ce contexte que nous nous intéressons à l'extraction d'une huile issue de source animale. Quatre formulations ont été réalisées dont nous nous sommes intéressés à l'étude de leurs

Introduction

comportements dans deux types de sol, à savoir, le sol agricole et le sable marine. Des échantillons de chaque formulation sont enfouis dans des récipients contenant 3kg de sol pris dans la zone agricole de wilaya de Tiaret. Deux échantillons ont été prélevés pour chaque formulation durant trois mois d'enfouissement.

Le mémoire présent est divisé en trois chapitres: Dans le 1^{er} chapitre, nous présentons une revue bibliographique sur les emballages alimentaires à base du PVC, des généralités sur les corps gras, les huiles animales époxydées et les facteurs biologiques pour la biodégradation des polymères. Le 2^{ème} chapitre englobe toute la méthodologie expérimentale. Les résultats expérimentaux et leurs discussions sont présentés dans le 3^{ème} chapitre. Enfin, le mémoire se conclut par une synthèse des principales conclusions tirées de cette recherche. Des perspectives potentielles pour des travaux futurs seront également proposées, ouvrant ainsi des possibilités de développement à la suite de cette étude.

Chapitre I:
Revue bibliographique

Chapitre I :Revue bibliographique

I.1. Emballages alimentaires

« Tout objet, quelle que soit la nature des matériaux dont il est constitué, destiné à contenir et à protéger des marchandises, à permettre leur manutention et leur acheminement du producteur au consommateur ou à l'utilisateur, et à assurer leur présentation »(CNE,2011). Selon l'LNE (2013), l'emballage alimentaire ne doit pas présenter de danger pour la santé humaine, ne doit pas modifier les caractéristiques organoleptiques des aliments et ne doit pas altérer la composition des aliments.

Les matériaux utilisés pour fabriquer les emballages alimentaires comprennent un groupe hétérogène, comprenant les verres, les métaux, les plastiques, le bois, les cartons et les papiers, avec une gamme correspondante de caractéristiques de performance. Pour les emballages en plastique, qui fournissent des degrés de protection variables, en fonction de la nature des polymères utilisés dans leur fabrication(Lagunez,2006).

I.2. Emballages plastiques

Les plastiques sont des produits synthétiques, fabriqués à partir du pétrole, du charbon ou du gaz naturel (Kouame,2004). Les plastiques sont des produits synthétiques, fabriqués à partir du pétrole, du charbon ou du gaz naturel. Son étymologie vient du grec ancien et signifiait à l'origine *forme produite* (Benslimane,2014).

D'après la directive des commissions de la communauté européenne (23 février 1990) (Kouame, 2004), « la matière plastique est le composé macromoléculaire organique obtenu par polymérisation, polycondensation, polyaddition ou tout autre procédé similaire à partir de molécules d'un poids moléculaires inférieurs ou par modifications chimiques de macromolécules naturelles ;d'autre substances ou matières pouvant être ajoutées à ce composé macromoléculaire ». Lorsque l'emballage est mis en contact avec les aliments, ces adjuvants ou leurs dérivés sont susceptibles de migrer dans ceux-là et des problèmes toxicologiques et/ou organoleptiques peuvent en découler (Gbassi et al.,2006). La grande majorité des emballages en plastique sont fabriqués à partir de cinq polymères qui représentent 90% du marché(INRA ,1998) :

- **Polyéthylène (PE)** : qui compose environ 50% des emballages plastiques alimentaires, il est employé à basse densité pour la fabrication des films rétractables ou étirables pour la palettisation, à haute densité pour celle des bouteilles, bidons, conteneur souciasse.

Chapitre I :Revue bibliographique

- **Polypropylène (PP)** : utilisé pour les films d'emballage des produits alimentaires secs.
- **Polyéthylène téréphtalate (PET)** :destiné aux bouteilles de boissons gazeuses, en raison de sa très faible perméabilité au CO₂.
- **Polychlorure de vinyle(PVC)** :employé pour la fabrication des bouteilles d'eau, d'huile, de vinaigre...
- **Polystyrène(PS)** :surtout utilisé dans les emballages de produits laitiers(yaourts...)

Dans notre étude, on développera uniquement les emballages à base de PVC.

I.3. Polychlorure de vinyle

Le Polychlorure de vinyle(PVC) est une des matières plastiques modernes qui connaît le plus grand succès. Il est utilisé dans notre vie quotidienne pour diverses applications et joue un rôle prépondérant dans la protection de notre santé et de notre sécurité (**Christopher et al.,2003**).Le PVC est fabriqué à partir de deux matières premières naturelles : 57% de chlore et à 43% d'éthylène, hydrocarbure composé de carbone et d'hydrogène issu du pétrole. Le PVC est une longue chaîne composée d'éléments identiques ou monomères qui s'agit du chlorure de vinyle monomère (CH₂=CH-Cl). Une molécule de PVC contient 750 à 1500 monomères(**Figure. I.1**).

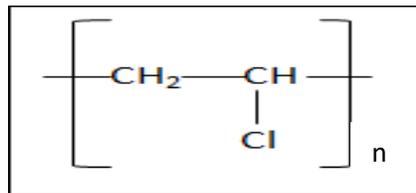


Figure I.1 : Formule générale de PVC

I.3.1. Synthèse du monomère

La synthèse du chlorure de vinyle monomère (CVM) est réalisée suivant deux principaux procédés(**George ,1994**):

- ✓ L'addition du gaz chlorhydrique sur l'acétyl : $C_2H_2 + HCl \rightarrow CH_2 = CHCl$
- ✓ La chloration de l'éthylène en 1,2-dichloroéthane, puis pyrolyse de ce dernier :
 $CH_2Cl-CH_2Cl \rightarrow CH_2=CHCl + HCl$

Chapitre I :Revue bibliographique

I.3.2. Principaux additifs utilisés dans la transformation du PVC

Le polychlorure de vinyle se présente sous forme d'une poudre blanche inodore et limpide appelée résine .C'est une matière rigide ayant une stabilité à la chaleur plutôt limitée et une tendance à adhérer aux surfaces métalliques une fois chauffée (**Stefano et al., 1979**).

Pour aider à la mise en œuvre et à l'amélioration de sa résistance au vieillissement, le PVC doit être formulé avec de nombreux additifs, en particulier, stabilisants, plastifiants, lubrifiants, charges, colorants et pigments.

I.3.2.1.Stabilisants

Sont destinés à prévenir l'effet néfaste de la chaleur, de la lumière, de l'oxydation sur la molécule de PVC. Ils sont utilisés pour retarder, ralentir ou inhiber les réactions responsables de l'altération des propriétés du matériau (**Verdu,1992**).

I.3.2.2.Lubrifiants

Sont classés en lubrifiants externes et lubrifiants internes suivants la nature de leur action qui est soit(**Chellil, 2006**):

- ✓ d'éviter ou d'atténuer les conséquences du contact des polymères avec les outils métalliques chauds,
- ✓ de faciliter l'écoulement des polymères en abaissant leur viscosité.

I.3.2.3.Plastifiants

Sont des substances lourdes de volatilité faible dont l'incorporation à un plastique est destinée à abaisser son intervalle de ramollissement, faciliter sa mise en œuvre et augmenter sa flexibilité ou son extensibilité. Leur action peut aussi se traduire par une réduction de la viscosité à l'état fondu, un abaissement de la température de transition vitreuse de l'objet plastifié (**Hawkins,1972**).

I.3.2.4.Charges

Sont des adjuvants pulvérulents incorporés aux mélanges pour améliorer leurs propriétés de résistance électrique, résistance aux chocs, tenue à la chaleur. Elles sont utilisées pour réduire le prix de revient des mélanges

I.3.2.5.Colorants et pigments

Sont des adjuvants destinés à conférer un bel aspect au produit fini.

Chapitre I :Revue bibliographique

I.4. Corps gras d'origine animale

Les graisses animales sont contenues dans tous les tissus et organes des animaux. La matière grasse est renfermée dans des cellules spéciales qui forment parfois de grandes accumulations. La graisse se fixe de préférence sous la peau, dans les cavités oculaires, dans la région du cœur, dans les entrailles, les rognons et les os.

I.4.1.Composition du corps gras

I.4.1.1.Triglycérides

Ce sont des triples esters d'acides gras et de glycérol. Il s'agit de molécules très hydrophobes. Formés d'un glycérol qui est un triol, il pourra donc par estérification avec des acides gras donner des mono esters, des diester ou encore, des triesters (**Cuvelier et al., 2003**).

I.4.1.2.Acides gras

Les acides gras (AG) sont des mono carboxyliques, généralement à chaîne linéaire et à nombre pair d'atomes de carbones. Les acides gras sont classés selon le nombre d'atome de carbone et l'insaturation présents dans leur structure ce qui leurs confèrent des propriétés différentes, insolubles dans l'eau et ayant la propriété de se solubiliser dans les solvants organiques apolaires (éther, hexane, chloroforme, ...).

✓ Acides gras saturés

Ce sont des AG ayant des atomes de carbones totalement saturés en hydrogène de formule : $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_n\text{-COOH}$, n allant de 2 à 20 rarement plus .

✓ Acides gras insaturés

Ils peuvent présenter une ou plusieurs doubles liaisons, ils sont monoinsaturés ou polyinsaturés (**Naudet, 1992**).

I.5. Huile animale époxyde

La méthode la plus utilisée pour époxyder une double liaison est d'utiliser un peracide formé *in situ*, généralement du peroxyde d'hydrogène, en présence d'un acide carboxylique (acide formique ou acétique) (**Stuart, 2002**). Il est aussi possible d'utiliser des peracides beaucoup plus réactifs et efficaces à température ambiante, permettant ainsi de diminuer l'ouverture précoce des fonctions époxyde (**Lee et al.,2015**).

Chapitre I :Revue bibliographique

Les époxydes sont des produits chimiques réactifs qui sont couramment utilisés en raison de leurs propriétés exceptionnelles telles que la résistance à l'eau et aux produits chimiques, la dureté et la stabilité thermique (Cader *et al.*,2018). Ils ont été développés comme alternative aux polymères à base de pétrole en raison de leur origine naturelle et leur impact environnemental plus faible. Ils présentent aussi des propriétés de la biodégradabilité, la biocompatibilité et la faible toxicité.

I.6. Facteurs biologiques de la biodégradation

Le sol est le milieu biologique dans et sur lequel se développent des organismes vivants qui jouent un rôle déterminant dans la biodégradation des polymères naturels et synthétiques ; ils sont capables de synthétiser des réactions enzymatiques sur un polymère, afin d'initier le processus de fragmentation et de minéralisation (Saadi, 2008).

La biodégradation microbienne des polymères synthétiques et/ou naturels dépend donc de la présence de bactéries et/ou de champignons pouvant les décomposer dans l'écosystème ou dans le milieu artificiel utilisé pour biodégrader ces polymères (Webb *et al.*, 2000). En présence de composés qui fournissent de l'énergie et des éléments nutritifs facilement utilisables, les micro-organismes dégradant les polymères se multiplie plusieurs fois et sécrètent des enzymes attaquant les polymères. Les polymères restent relativement peu sensibles aux attaques microbiennes lorsque leur masse molaire est élevée (Saha, 2006).

I.7. Mécanismes de biodégradation

I.7.1. Bio-assimilation

La bio-assimilation se traduit par une série de phénomènes observables et quantifiables : le dégagement d' H_2O , de CO_2 et de CH_4 ainsi que la production éventuelle d'autres molécules organiques, minérales et le dégagement d'énergie sous forme de chaleur (Guy *et al.*, 2018).

I.7.2. Biodégradation

Ensemble de phénomènes physiques, chimiques et biologiques concomitants et/ou successifs aboutissant sans aucune exception à sa bio-assimilation. Il en découle qu'un matériau est biodégradable s'il peut subir une bio-assimilation (Guy *et al.*, 2018).

Chapitre II:

Méthodologie expérimentale

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

II.1. Objectif du travail

Notre étude a pour objectifs :

- ✓ La synthèse et la caractérisation d'un nouveau polymère à partir d'une graisse animale de dromadaire ,
- ✓ Etude du comportement bactériologique du sol vis-à-vis du polymère élaboré.

II.2. Lieu et période de travail

Cette étude a été réalisée au sein des laboratoires de l'écologie animale, technologie alimentaire, eau et sol, microbiologie de la faculté de Sciences de la Nature et de la Vie, de l'université Ibn Khaldoun de Tiaret, durant une période qui s'est étalée du 25 janvier au 18 mai 2023.

II.3. Matériel et produits utilisés

Le matériel et les produits utilisés pour cette étude sont illustrés dans le tableau II.1.

Tableau II.1 : Produits utilisés

Appareillages	Instruments	Produits utilisés
-Soxhlet -Rota vapeur -Plaque chauffante agitatrice -Bain mari -Balance -Réfrigérant à reflux -pH mètre -Thermomètre -Centrifugeuse -Pycnomètre -Bouchon caoutchouc -pycnomètre -Pipette de robinson -Bain sable -Calcimètre de Bernard -Four à moufle -Etuve -Dessiccateur -Stérilisateur -Autoclave -Vortex	-Ballon fond plat -Ballon tri-col -Cristallisoir -Béchers -Eprouvette graduée -Pissette -Fiole jaugée -Ampoule décantée -Burette -Erlenmeyer -Pipette pasteur -Tubes à essais -Boîtes pétries -Micropipette -Lame -Anse de platine -Barreau magnétique	-Chloroforme - Ethanol - Eau distillée - Acide acétique glaciale - Thiosulfate de sodium - Acide chloridrique - Acide titrachloride -Acide Formique -Eau oxygénée -Acide acétique cristallisable. -Iodure de potassium - Hydroxyde de sodium -Empois d'amidon. -Phénolphtaléine -Acide sulfurique -Chlorure de sodium -Chlorure d'hydrogène -Carbonate de calcium -Oxalate d'ammonium -Acide sulfurique -Permanganate de potassium

II.4.Méthodologie expérimentale

La méthodologie expérimentale de notre travail est illustrée dans l'organigramme .

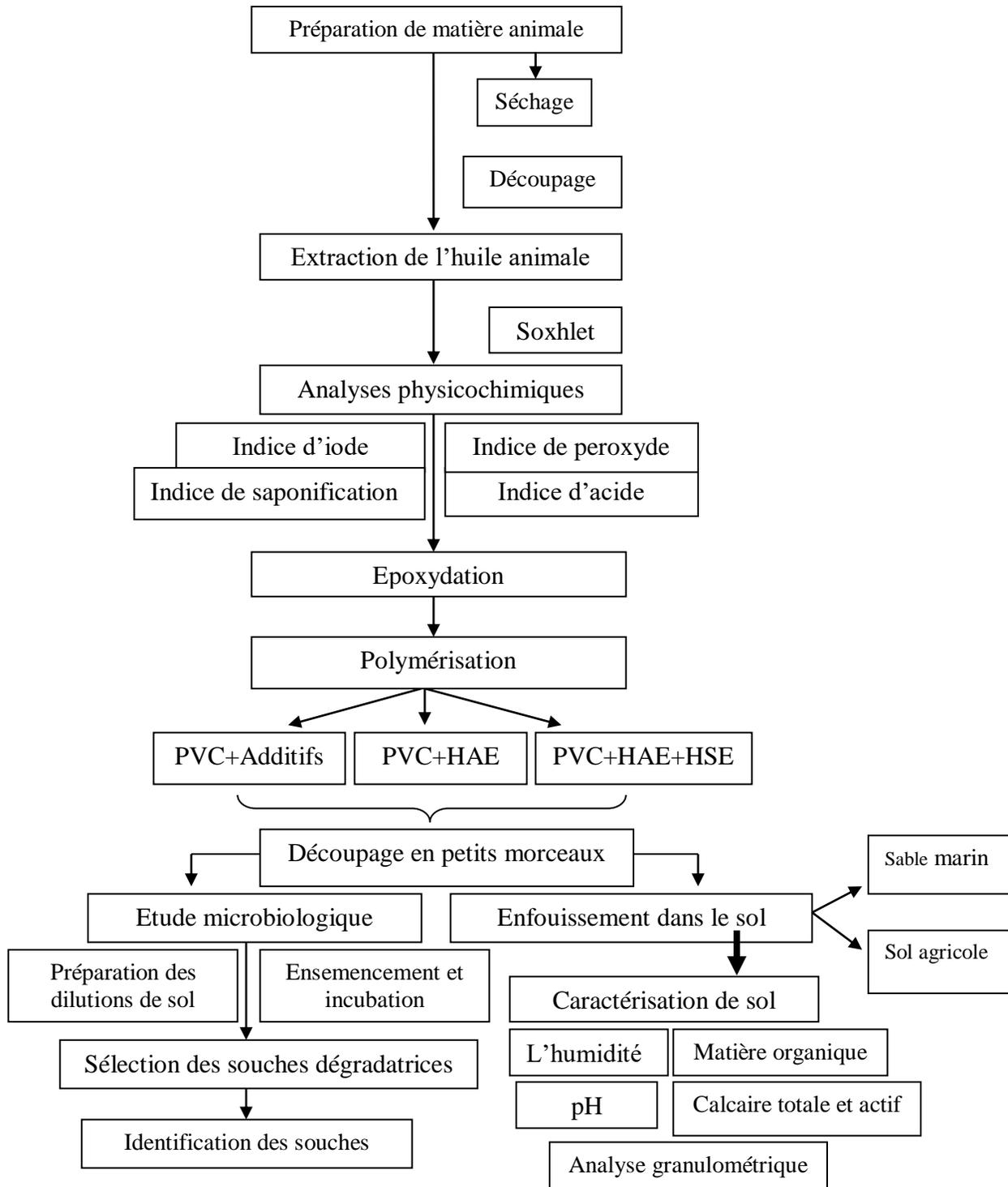


Figure II.1 :Organigramme de la démarche expérimentale

II.5. Extraction d'huile animale

A noter que les échantillons de la graisse animale ont été récoltés dans deux différentes régions du sud Algérien : Adrar et Ghardaïa.

Nous avons procédé à une extraction solide liquide en utilisant un soxhlet. Le dispositif d'extraction est représenté sur la figure II.2. On distingue trois parties dans le montage:

- Le ballon qui contient le solvant (la quantité de solvant est $\frac{3}{4}$ du volume du ballon).
- L'extracteur de soxhlet : assure le meilleur contact possible entre le solvant et le solide placé dans la cartouche.
- Un réfrigérant à eau.

Le solide (matière grasse) à extraire est placé dans une cartouche d'extraction en cellulose. Le solvant contenu dans un ballon, est porté à ébullition par un chauffe-ballon, ce qui le transfère dans la partie supérieure. Là, il est condensé grâce à un réfrigérant situé en haut de l'installation et s'accumule autour et à l'intérieur de la cartouche. Lorsque le solvant atteint le niveau supérieur du siphon, le mélange est renvoyé dans le ballon par différence de pression, où il est à nouveau évaporé. Plusieurs cycles d'extraction sont ainsi effectués, la durée d'extraction est fixée à 4 heures (**Feigenbaum et Barthélémy, 2006**).

Une fois l'extraction est terminée l'extrait sera ensuite concentré en réduisant son volume final à l'aide d'un rota vapeur.



Figure II.2 : Dispositif expérimental d'extraction par soxhlet (prise par nous-mêmes)

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

Le rendement de la matière grasse MG (%) est calculé par la formule suivante :

$$MG(\%) = \frac{(P2 - P1)}{ME} \times 100$$

..... (II.1) où :

P2 : Poids du ballon contenant l'huile (g)

P1 : Poids du ballon à vide (g)

ME : Masse de la prise d'essai (g)

MG : Taux de la matière grasse (%)

II.6. Caractéristiques physicochimiques

II.6.1. Indice de peroxyde

Quantité de substances de l'échantillon, exprimée en termes d'oxygène actif, qui oxydent l'iodure de potassium (JORA, 2011). Il est mesuré afin d'évaluer le degré d'oxydation et la qualité des huiles alimentaires (Kapseu *et al.*, 2011). La détermination de l'indice de peroxyde (IP) est effectuée selon la norme **ISO 3960** :

- ✓ Peser une prise d'essai de 2 g d'huile dans un ballon à col rodé.
- ✓ Ajouter 10 mL de chloroforme. Dissoudre la prise d'essai en agitant.
- ✓ Ajouter 15 mL d'acide acétique cristallisable, puis 1 mL de solution d'iodure de sodium fraîchement préparée. Boucher le ballon, l'agiter durant 1 minute, puis laisser à l'abri de la lumière pendant 5 minutes.
- ✓ Ajouter 75 mL d'eau distillée. En agitant vigoureusement et en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré, titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,01N.
- ✓ Parallèlement à la prise d'essai, effectuer un essai à blanc.

L'indice de peroxyde est généralement exprimé soit, en milliéquivalents (még) d'oxygène actif par kilogramme d'huile, soit en millimoles (mmol) d'oxygène actif par kilogramme d'huile, est déterminé selon la formule suivante :

$$IP = \frac{N \times (V - V_0) \times 1000}{P}$$

..... (II.2) où :

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

IP : indice de peroxyde.

V : volume en ml de la solution titrée de thiosulfate de sodium de 0,01N de l'essai.

V₀: volume en ml de la solution titrée de thiosulfate de sodium de 0,01N de l'essai à blanc.

P : prise d'essai en gramme.

T : normalité la solution titrée de thiosulfate de sodium

II.6.2. Indice d'acide

Indice d'acide : Nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1 g de corps gras.

Acidité : Cet indice indique le degré d'altération des esters présents dans le corps gras (Kara, 2011).

La détermination de l'indice d'acide (IA) est effectuée selon la norme **ISO-660** :

A une quantité de 2g d'huile, on ajoute 75 mL d'éthanol préalablement neutralisé par la soude N/10 en présence de phénolphthaléine et porté au voisinage de l'ébullition. Le titrage se fait avec la solution d'hydroxyde de potassium 0,1 N jusqu'au virage de la solution (la coloration rose de la phénolphthaléine persiste durant au moins 10 secondes).

L'indice d'acidité est calculé selon la relation suivante :

$$IA(\%) = \frac{V \times 56.1 \times N}{P} \dots\dots\dots(II.3) \text{ où :}$$

IA: indice d'acidité.

V: volume en ml de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée.

N: (mol/l) de la solution d'hydroxyde de potassium utilisée.

P : prise d'essai en gramme

56,1 : masse molaire, exprimée en grammes par mole, de l'hydroxyde de potassium utilisé en mL

II.6.3. Indice d'iode

Quantité de monochlorure d'iode, exprimée en grammes d'iode, absorbée par 100g du produit (JORA.2011). La détermination de l'indice d'iode est effectuée selon la norme **ISO-3961** :

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

- ✓ Peser une prise d'essai de 1,8g d'huile,
- ✓ Ajouter 15 ml de CCl_4 pour dissoudre la matière grasse,
- ✓ Ajouter 25 ml de KI, boucher le ballon, agiter doucement et placer le flacon à l'abri de la lumière durant une heure,
- ✓ Ajouter 20 mL de la solution de KI à 10 % et 150 mL d'eau distillée. Ajouter quelques gouttes d'empois d'amidon, titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,1N jusqu'au moment où la couleur brune disparaît après avoir agité vigoureusement,
- ✓ Parallèlement à la prise d'essai, effectuer un essai à blanc

L'indice d'iode est calculé selon la relation suivante :

$$I = \frac{(V - V_0) \times T \times 12.69}{P} \dots\dots\dots(II.4) \text{ où :}$$

I : indice d'iode

V : volume du thiosulfate de sodium titré à 0,1N de l'essai

V_0 : volume du thiosulfate de sodium titré à 0,1N de l'essai à blanc.

T : normalité du thiosulfate de sodium.

P : prise d'essai en gramme

II.6.4. Indice de saponification

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour saponifier 1 g de matière grasse. La détermination de l'indice de saponification (IS) est effectuée selon la norme **NFT 60-206** :

Peser 2 g d'huile, ajouter 25mL de solution éthanoïque titrée d'hydroxyde de potassium 0,5N adapter le ballon au réfrigérant, faire bouillir doucement durant au moins une heure, en agitant très légèrement. Après 60 minutes, arrêter le chauffage, ajouter 4 à 5 gouttes de phénolphthaléine et titrer la solution savonneuse avec l'acide sulfurique jusqu'à ce que la couleur rose de l'indicateur disparaisse. L'indice de saponification est égal à :

$$IS = \frac{(V - V_0) \times T \times 56.1}{P} \dots\dots\dots(II.5) \text{ où :}$$

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

IS : indice de saponification

V: volume en ml de la solution d'acide sulfurique titrée à 0,5N de l'essai.

*V*₀: volume en ml de la solution d'acide sulfurique titrée à 0,5N de l'essai à blanc.

T : normalité de l'acide sulfurique.

P : prise d'essai en gramme

II.6.5. Densité

Remplir un pycnomètre de 25mL de capacité préalablement nettoyé, séché et pesé avec l'eau distillée. Vider et sécher le pycnomètre. Le remplir de nouveau avec la prise d'essai d'un corps gras. La densité est donnée par la formule suivante :

$$D = \frac{P_3 - P_1}{P_2 - P_1} \dots\dots\dots(\text{II.6})\text{où :}$$

*P*₁: poids en gramme du pycnomètre à vide

*P*₂ : poids en gramme du pycnomètre rempli d'eau distillée

*P*₃: poids en gramme du pycnomètre rempli d'huile

II.7. Synthèse d'huile animale époxydée

II.7.1. Principe de la réaction

Dans un ballon tricol de 250 mL muni d'un réfrigérant, d'un agitateur et d'un thermomètre, introduire 20 mL de l'huile animale, 20 ml de peroxyde d'hydrogène(30%) puis ajouter 7,6 mL d'acide formique goutte à goutte en utilisant une seringue. Le milieu réactionnel est agité et chauffé au voisinage de 55 °C pendant 3heures. Après décantation de la solution et élimination de la phase aqueuse puis lavage de la phase huileuse par l'eau distillée jusqu'à l'obtention d'un pH=7 (Stuart, 2002).

II.8. Préparation du film

II.8.1. Produits utilisés

Les produits utilisés dans le cadre de notre travail sont présentés dans le tableau II.2.

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

Tableau II.2 : Résine et additifs utilisés

Produit	Nature	Formule chimique	Aspect	Fournisseur	Nom commercial
Résine	Polychlorure de vinyle	$-(CH_2-CHCl)_n-$	Poudre blanche	Cires du Portugal	PVC
Plastifiant	Di-octyl phtalate	$C_6H_4 [COO(CH_2)_7CH_3]_2$	Liquide huileux limpide	Société Générale des Plastifiants de Tunisie (SGP)	DOP
Lubrifiant	Acide stéarique	$CH_3(CH_{16})COOH$	Ecailles blanches	SO.G.I.S.SPA (Italie)	Stéarine J05
Stabilisant thermique	Complexe Ca, Zn	/	Poudre Blanche	IACN (Italie)	REAPAK BCV/3037
Stabilisant thermique	Huile de soja époxydée	$R_1 - CH - CH - R_2$ $R_1 : CH_3(CH_2)_m$ $R_2 : (CH_2)_nCO_2CH_3$	Liquide jaune claire	ENPC (Algérie)	HSE
Nouveau polymère	Huile animale époxydée	/	Liquide jaune claire	Préparée dans le cadre de ce travail	HAE

II.8.2. Formulations réalisées

Plusieurs formulations ont été préparé dans un mélangeur (Haake Rheomix Polydrive R 600/610) à 160°C à une vitesse de 150 tr/min pour une durée de 6min. Les échantillons chauds mélangés étaient moulés par compression dans une presse hydraulique chauffée électriquement, la procédure à haute pression implique un préchauffage à 175 °C pendant 10 minutes, suivi par une compression pendant 4 min à la même température. Les additifs sont basés sur le poids total du PVC dans toutes les compositions. Les différentes formulations ainsi réalisées sont regroupées dans le tableau II.3.

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

Tableau II.3 : Formulations réalisées

Code	Résine de PVC (g)	DOP	Lubrifiant	Complexe Zn/Ca	HSE	HAE
F1	100	40	1	2	00	10
F2	100	00	00	00	50	50
F3	100	00	00	00	00	50
F4	100	00	00	00	00	53

II.9. Caractérisations de sol

II.9.1. Prélèvement des échantillons de sol

Dans notre étude, nous avons choisi deux types de sol :

- ✓ Sol agricole qui a été prélevé à la région du Tiaret
- ✓ Sol de sable marin qui a été prélevé à la plage de la région d'Oran

Après le prélèvement, notre sol a été séché puis broyé et tamisé à 2mm (Figure II.4).

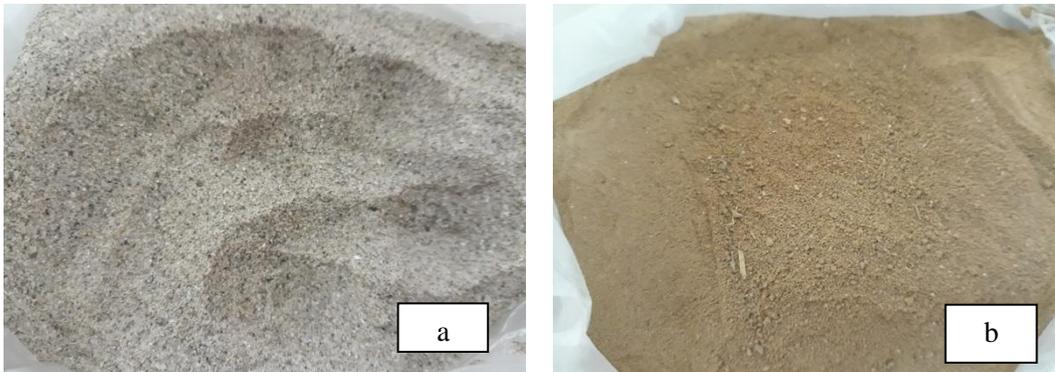


Figure II.3 : sable marin (a), sol agricole (b)

II.9.2. Mesure de l'humidité

La méthode consiste à sécher l'échantillon de sol à l'étuve à 105°C jusqu'à un poids constant : la différence de poids avant et après séchage correspond à la quantité d'eau.

L'humidité a été déterminée selon la norme **NF ISO 11465** :

- Prendre un creuset en porcelaine et le peser à vide,
- Soit **P1** le poids du creuset vide
- Verser le sol dans le creuset en porcelaine et le peser
- Soit **P2** le poids initial du creuset avec sol fraîche
- Sécher à l'étuve à 105°C pendant 24h

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

- Soit **P3** le poids final du creuset avec le sol sèche

Le taux d'humidité est calculé selon la formule suivante :

$$\Delta H (\%) = \frac{(P_2 - P_3)}{(P_3 - P_1)} \times 100 \dots\dots\dots(\text{II.7})$$

II.9.3. Mesure de pH_{eau}

Le pH du sol est déterminé selon la norme **NF ISO 10 390** :

- Peser 10 g du sol broyé et séché à l'air.
- Introduire dans un bécher contenant 50mL d'eau distillée.
- Agiter pendant une heure le contenu.
- Avant de procéder à la mesure du pH, procéder à l'étalonnage du pH mètre.
- Introduire l'électrode dans la solution.
- La lecture du pH se fait lorsque l'affichage de l'appareil s'est stabilisé.

II.9.4. Mesure de pH_{KCl}

- Après avoir mesuré le pH dans l'eau distillée, ajouter 3.79g de *KCl* cristallisé.
- Agiter pendant quelques minutes
- Faire la lecture du pH_{KCl}

II.9.5. Dosage de calcaire total (ou carbonates totaux)

La calcimétrie consiste à mesurer le pourcentage de calcaire ($CaCO_3$) contenu dans un sol afin d'apprécier l'activité du calcaire et les propriétés physico-chimiques du sol. L'analyse est effectuée par calcimétrie de Bernard (**Annexe II.1**) :

- Régler le tube gradué et l'ampoule de l'appareil au même niveau.
- Remplir le tube gradué avec de l'eau jusqu'à la graduation 0
- Peser 0,3 g de $CaCO_3$ pur et sec
- Introduire la pesée dans un erlenmeyer
- Remplir le petit tube au $\frac{3}{4}$ d'*HCl* (1/2 dilué) que l'on déplace délicatement au moyen de pinces dans l'erlenmeyer en ayant soin qu'aucune goutte ne tombe de $CaCO_3$
- Fermer l'erlenmeyer avec le bouchon de caoutchouc portant le tube en verre de dégagement relié par un tuyau en caoutchouc au tube gradué

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

- Amener le liquide du tube gradué au niveau 0 en abaissant ou en soulevant l'ampoule à eau
- Verser progressivement l'*HCl* sur le sol en inclinant l'erenmeyer
- Agiter de temps en temps le flacon à doigt pour activer la réaction
- Quand la réaction est terminée, lire sur le tube gradué à quelle division s'est arrêté le liquide.
- Noter le volume dégagé de CO_2

✓ Dosage de calcaire totale de sol

On opère de même façon que pour « essai témoin » en remplaçant le calcaire pur par 1g de sol broyé et tamisé à 0.2mm. Le taux de calcaire totale est exprimé selon la formule suivante :

$$C.T(\%) = \frac{0.3 \times V \times 100}{v} \dots\dots\dots(\text{II.8}) \text{ où :}$$

V : le volume de CO_2 obtenu (essai avec échantillon)

v : le volume de CO_2 obtenu (essai témoin)

II.9.6. Dosage de calcaire actif

Le dosage du calcaire actif est réservé uniquement aux échantillons contenant plus de 5 % de calcaire total. Le but du dosage de calcaire actif est de déterminer l'activité du calcaire et les conséquences que peut avoir l'excès de calcaire sur la structure du sol. Le dosage de calcaire actif est effectué selon la méthode **Drouineau-Galet** :

- Peser 10 g de sol fin et l'introduire dans un flacon de 300 ou 500 ml
- Ajouter 250 mL d'oxalate d'ammonium (à 0,2 N) et l'agiter durant deux heures
- Filtrer à l'aide d'un entonnoir en verre et du papier filtre la solution
- Prélever 10mL de filtrat et les verser dans un bēcher en ajoutant 10 mL de H_2SO_4 (à 0.1N) sous ébullition à 60 °.
- Placer le bēcher sur un agitateur magnétique surmonté d'une burette graduée au 1/20 de mL contenant du permanganate de potassium.
- Titrer par le permanganate de potassium jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante(**Annexe II.2**).

Essai témoin : Titrer de la même façon, 10 mL de la solution d'oxalate d'ammonium utilisée. Soit V le nombre de mL de $KMnO_4$ versé pour le témoin.

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

Le taux de calcaire actif est exprimé selon la formule suivante :

$$CA_a(\%) = (V - v) \times 1.25 \dots\dots\dots(\text{II.9}) \text{ où :}$$

V : le nombre de ml de $KMnO_4$ versé pour le témoin

v : le nombre de ml de $KMnO_4$ versé ou obtenus

II.9.7. Dosage du carbone organique(voie humide)

Consiste à déterminer le pourcentage du carbone organique et le pourcentage de la matière organique qui conditionne les propriétés physico-chimiques du sol. Le dosage est réalisé selon la norme **NF ISO 14235** :

- Peser de 1 g de sol
- Mettre la pesée dans un ballon de pyrex de 100 à 150 mL.
- Ajouter à l'aide d'une poire de pipette 10 ml de $K_2Cr_2O_7$ à 8% et 15 mL de H_2SO_4 concentré pur.
- Relier le ballon au réfrigérant puis chauffer à l'aide du chauffe ballon
- Dès que la solution commence à bouillir, attendre 5 minutes exactement, enlever le ballon du réfrigérant et le laisser refroidir.
- Transvaser à l'aide d'un entonnoir et d'une pissette le contenu du ballon dans une fiole jaugée de 100mL
- Ajuster avec l'eau distillée jusqu'à 100 mL, agiter la solution et la laisser reposer 30min
- Prélever à l'aide d'une pipette 20 mL du surnageant dans un bêcher de 400mL.
- Compléter avec l'eau distillée jusqu'à 200 mL.
- Ajouter 1,5 g de NaF qui rend le virage plus sensible.
- Ajouter 3 à 4 gouttes de diphénylamine.
- Effectuer le titrage avec une solution de sel de MOHR à 0,2 N.

Le taux de matière organique s'exprime selon la formule suivante :

$$MO(\%) = \% C \times 1.72 \dots\dots\dots(\text{II.10})$$

Avec :

$$C(\%) = 0.9975 \times t(V - v) \dots\dots\dots (\text{II.11}) \text{ où :}$$

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

V : le volume en ml de sel de MOHR versé pour le témoin

v : le volume en ml de sel de MOHR versé pour essai avec échantillon

II.9.8. Granulométrie

Une analyse granulométrique nous donne les pourcentages des différentes fractions minérales dans les échantillons du sol. Nous allons effectuer l'analyse granulométrique en utilisant la méthode internationale de la pipette de Robinson. L'appareil à pipette est conforme aux normes **NEN5357** et **ISO/DIS 11277**.

- Peser 20g de sol
- Ajouter 500mL H_2O_2 à 30% (v/v) et laisser la solution reposer pendant 24h
- Mettre la solution dans un bain de sable afin d'éliminer la mousse formée à la surface de la suspension
- Ajouter 25 mL de la solution pyrophosphate de sodium pour les sols non calcaires par contre pour les sols calcaires ajouter 50mL de la solution culgon (mélange de 39.2g de méta phosphate de sodium et 10.8g de carbonate de sodium par litre).
- Passer l'échantillon au travers de tamis (0,05 mm et 0,2 mm) puis le transvider dans une éprouvette de 1L d'eau distillée à l'aide d'une pipette de Robinson.
- Faire la lecture à $t_0 = 4mn40s$ puis après 4h39mn
- Introduire les capsules contenant les échantillons prélevés à l'aide de la pipette de robinson dans l'étuve à 105°C pendant 24h

Les résultats de la texture de sol se déterminent par le triangle des textures (**Annexe II.3**).

II.9.9. Essai d'enfouissement dans le sol

Les échantillons des formulations (PVC/HAE et PVC/additifs) durant 3 mois sont immergés dans un sol aérobie à la température ambiante. L'arrosage du sol agricole se fait à l'eau de pluie par contre le sable marin se fait par l'eau de mer.

L'évaluation du vieillissement a été déterminée par la perte de masse en fonction de temps selon la formule suivante :

$$\Delta_m(\%) = \frac{m_0 - m_t}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(II.12) \text{ où}$$

m_0 : masse de l'échantillon avant vieillissement en gramme.

m_t : masse de l'échantillon après le vieillissement en gramme.

II.10. Etude microbiologique

II.10.1. Préparation de la suspension mère et des dilutions décimales

La méthode a été réalisée selon la norme **ISO-6887-1** :

Un échantillon de 10g de sol (agricole, sable marin) a été mélangé avec une quantité de 90ml de diluant (eau physiologique), homogénéisé par agitation à l'aide d'un vortex, donc on obtient une suspension mère diluée, soit la suspension 10^{-1} .

A l'aide d'une pipette graduée stérile, prélever un volume de 1ml de la suspension mère et introduire dans un tube contenant 9ml d'eau physiologique stérile, ainsi s'obtient la dilution 10^{-2} , 1ml de 10^{-2} a été prélevé et introduit dans un tube contenant 9ml d'eau physiologique pour obtenir la dilution 10^{-3} , en répétant cette opération sur chaque dilution préparée, jusqu'à l'obtention d'une gamme de dilutions 10^{-10} . L'agitation a été réalisée jusqu'à la dernière dilution (JORA n°42 du 15 juin 2005 ; Guiraud, 2012).



Figure II.4 : Préparation des solutions mères

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

II.10.2. Ensemencement dans les boîtes de pétri

0.1ml de chaque dilutions (10^{-1} jusqu'à 10^{-10}) a étéensemencé dans des boîtes de pétri stériles de 90mm de diamètre. Un ensemencement en surface a été réalisé par étalement. Les boîtes ont été incubées à 37°C durant 24 heures. La lecture se fait par l'apparition des colonies.



Figure II.5 : Ensemencement par étalement

II.10.3. Isolement et purification des bactéries

L'isolement a été réalisé sur milieu gélose nutritive préalablement coulé et solidifié dans des boîtes de Pétri, en utilisant la méthode des stries pour repiquer des colonies bien isolées à partir des ensemencements des échantillons, après incubation à 37°C pendant 24 heures, toutes les colonies sont prélevées et transférées chacune dans 10ml de bouillon nutritif.

L'étape de confirmation, qui suit l'isolement, consiste en la sélection d'une ou plusieurs colonies morphologiquement identiques dans chaque boîte de pétri. Donc, à partir de chaque tube de bouillon nutritif, un repiquage est effectué en boîtes de pétri sur gélose nutritive par un ensemencement en utilisant la technique des stries, avec une incubation dans les mêmes conditions.

II.10.4.Sélection des souches dégradatrices

Le but de cette partie nous permet de mettre en évidence les différentes souches ayant la capacité de dégrader notre polymère PVC/HAE.

II.10.4.1.Préparation d'une pré culture

Prendre une colonie à partir des souches isolées et purifiées et la mettre dans un tube contenant le bouillon nutritif puis incubé uniquement 18heures à 37°C.

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

II.10.4.2. Test de dégradation sur les boîtes de pétri

Prendre 0.1ml de chaque pré culture et l'ensemencer en surface (étalement) sur milieu gélosé GN qui contient 0.05g d'échantillon(**Annexe II.4**). Les boîtes sont incubées à 37°C.

Après 24h, 48h et 72h, le polymère est retiré du milieu gélosé et pesé par une balance analytique.

II.10.4.3. Test de dégradation dans le milieu liquide (tubes à essais)

Prendre 1 ml de chaque préculture et la mettre dans un tube à essai contenant 9ml de bouillon nutritif stérile qui contient 0.03g d'échantillon. Les tubes sont incubés à 37°C dans un bain mari secouer(**Annexe II.5**). La lecture se fait de la même manière que la technique des boîtes.

II.10.5. Identification biochimique

II.10.5.1. Etude morphologique

Cette étude est basée sur l'observation macroscopique des colonies

- ✓ **Taille** : les grandes colonies peuvent être mesurés à l'aide d'une règle graduée.
- ✓ **Forme** : ronde, à bord dentelé, en étoile.
- ✓ **Surface** : peut-être lisse (type **S**), rugueux (type **R**).
- ✓ **Consistance** : au moment du prélèvement il est possible d'apprécier si les colonies sont grasses, crémeuses, sèches ou encore muqueuses (type **M**).
- ✓ **Couleur et pigment** : certaines colonies ne présentent pas une couleur bien définie (blanc, gris), mais certains produisent un pigment qui donne un aspect bien caractéristique à la colonie (rose, jaune, rouge).
- ✓ **Relief** : bombé, plate, à bord élevé, ombiliqué.

II.10.5.2. Etude microscopique

On utilise le microscope optique pour déterminer la forme et la disposition des cellules bactériennes.

- ✓ **Coloration de Gram**

C'est la coloration de base en bactériologie qui permet de distinguer les bactéries en gram positif et en gram négatif. Les parois des bactéries à Gram négatif possèdent un taux élevé de lipides (à cause de la membrane externe) et une fine couche de peptidoglycane, laisse passer l'alcool (ou le mélange alcool + acétone) qui décolore le cytoplasme. Le peptidoglycane est plus

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

épais et le degré de réticulation est plus élevé, chez les bactéries à Gram positif, la paroi constitue une barrière imperméable à l'alcool et le cytoplasme demeure coloré en violet.

✓ **Technique de coloration de Gram**(norme NF EN ISO 7218, octobre 2007)

Réaliser un frottis et le fixer à la flamme puis verser la solution de violet cristal oxalate sur la lame et laisser agir une minute et rejeter le colorant et rincer à l'eau, ensuite recouvrir la préparation de lugol, laisser agir 1 minute puis rejeter et rincer, à l'alcool 95°, décolorer et laisser agir 1 minute, rincer à l'eau, recolorer la lame de la safranine et laisser agir 30 secondes. Enfin, rejeter la safranine et laver abondamment puis sécher au-dessus de la flamme de bec bunsen. La safranine peut être remplacée par de la fuchsine de Ziehl diluée au 1/10 pendant 1 minute (**Delarras, 2014**).

La lecture se fait au grossissement x 100 avec une goutte d'huile à immersion. Les bactéries à Gram positif apparaissent colorées en violet, alors que les bactéries à Gram négatif sont roses.

II.10.5.3. Test catalase

La catalase est une enzyme présente chez la plupart des bactéries aérobies strictes et anaérobies facultatives, le test de la catalase c'est pour l'identification des bactéries à Gram positif.

Une colonie est placée sur une lame avec une goutte de peroxyde d'hydrogène 3% est ajoutée. Des bulles de gaz sont produites si la bactérie est catalase positive et s'il n'y a aucune production de bulles, ceci indique un résultat négatif(**Sirois, 2018**).

II.10.5.4. Test oxydase

La recherche d'oxydase est un test fondamental pour orienter l'identification des bactéries gram négatif. Ce test permet de mettre en évidence une enzyme, la phénylène diamine oxydase, des bactéries à partir de leur culture en milieu gélosé. Cette enzyme est capable d'oxyder un réactif qui est le N-diméthylparaphénylène diamine.

La technique a été réalisée selon la méthode des disques d'oxydase qui consiste à :
Un disque d'oxydase est placé sur une lame et l'imbiber avec une goutte d'eau physiologique puis à l'aide d'une pipette de pasteur, prélever une colonie et l'étaler sur le disque. L'apparition d'une coloration rouge virant rapidement au violet très foncé, ce qui indique un résultat positif (présence d'une cytochrome-oxydase)(**Denis et al., 2007**).

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

II.10.5.5. Test de type respiratoire

Le milieu utilisé est la gélose viande-fois qui doit être régénéré par séjour d'une demi-heure au bain marie bouillante puis refroidi à 45°C à l'aide d'une pipette bouclée. La souche estensemencée sur gélose par piqûre centrale jusqu'au fond du tube. La croissance est observée après 24, 48 ou 72h d'incubation à 37°C.

Les bactéries aérobies peuvent se développer uniquement en surface où la concentration de dioxygène est la plus forte. Au contraire, les bactéries anaérobies peuvent se développer uniquement au fond du tube où la concentration en dioxygène est la plus faible.

II.10.5.6. Mannitol mobilité

Cette propriété a été déterminée par examen microscopique de la souche à l'état frais entre lame et lamelle et par observation de l'aspect de la croissance dans le milieu mannitol-mobilité. Dans ce dernier cas, la souche a étéensemencée par piqûre centrale jusqu'au fond du tube au moyen d'une pipette boutonnée. Les tubes ont été incubés à 37°C pendant 24 heures.

Chapitre III:
Résultats & discussions

Chapitre III : Résultats et discussions

Ce chapitre porte sur l'évaluation du comportement de ces nouveaux matériaux dans le sol ainsi que la caractérisation du sol en se basant sur:

- ✓ Analyses physicochimiques et microbiologiques du sol;
- ✓ La variation de masse des pastilles enfouies dans le sol;
- ✓ La spectroscopie infrarouge (ATR) pour une étude qualitative et semi-quantitative du phénomène de dégradation.

III.1. Rendement d'extraction

Les résultats d'extraction des huiles animales extraites par le chloroforme de la graisse issue des deux régions sont illustrés dans la figure III.1.

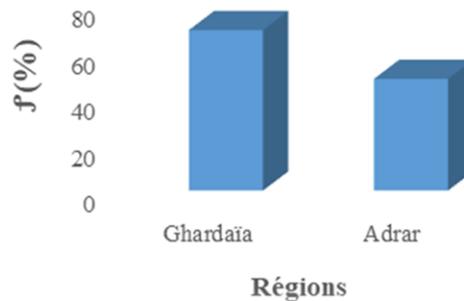


Figure III.1 : Rendement d'extraction

D'après les résultats illustrés sur la figure III.1, la région de Ghardaïa révèle un rendement relativement plus important que celui de la région d'Adrar (de l'ordre de 20%), ce qui peut expliquer par, l'élevage des dromadaires principalement pratiqué de manière extensive. La végétation rare à Adrar et l'eau disponible limitée, les dromadaires se nourrissent des plantes présentes dans les vallées, qui sont des plantes courtes, épineuses, sèches et salées (**Hanou et al.,2012**). En revanche, la wilaya de Ghardaïa bénéficie d'une végétation plus riche par rapport à Adrar, caractérisée par des cultures céréalières, maraîchères, industrielles, ainsi que des arbres fruitiers et des palmiers dattiers. La production fourragère est dominée par l'orge vert (**Quintaux, DSA.2009**).

Chapitre III : Résultats et discussions

III.2. Caractérisation physico-chimiques des huiles animales extraites

Les résultats de la caractérisation de différents indices sont regroupés dans le tableau III.1.

Tableau III.1 : Valeurs déterminées des différents indices

Indices	Valeurs déterminées		Valeurs requies (codex Alimentarius)
	HAG	HAA	
I _p (mécq O ₂ /kg)	2.5	3.5	10
I _A (mg de KOH / g de MG)	2.7	1.4	2.7
I _s (mg de KOH/gde MG)	119.02	113.6	192
I _I (mécq d'O ₂ / kg d'huile)	32	32	33-50
Densité	0,910	0,913	0,910-0,916

De ce tableau, il ressort :

✓ Le résultat a révélé que les valeurs déterminées expérimentalement des indices de peroxyde trouvés étaient inférieurs à 10 méq O₂ / kg, ce qui est typique de la plupart des huiles conventionnelles. Cela peut s'expliquer par la présence d'antioxydants naturels dans l'huile, ainsi que par le fait qu'elle est considérée comme plus fraîche et de meilleure qualité (**Bailey, 1992**) ;

✓ Les résultats de l'indice d'iode ont montré des valeurs similaires de 32 méq d'O₂/kg d'huile pour les deux échantillons. Cette similitude peut être attribuée à la nature des acides gras présents dans ces huiles par rapport à d'autres types d'huiles. De plus, les acides gras qui composent les huiles de Ghardaïa et d'Adrar peuvent avoir des structures chimiques favorables à une plus grande absorption d'iode, ce qui est un indicateur de la présence d'acides gras insaturés dans les deux huiles (**Wolff, 1968**) ;

✓ Les indices de saponification des deux échantillons d'huiles présentent des valeurs très proches, cela peut être attribué aux caractéristiques spécifiques des acides gras présents dans ces huiles (**Güner et al., 2006**) ;

✓ La valeur de l'indice d'acide de l'huile de Ghardaïa est deux fois plus grande que celle d'Adrar qui restent inférieurs aux normes établies par **Codex en 1981**. La faible valeur de l'indice d'acide d'huile d'Adrar est associée à une meilleure qualité de l'huile et à une durée de

Chapitre III : Résultats et discussions

conservation plus longue, ce qui signifie que cette huile est moins susceptible de subir des réactions d'oxydation ou de détérioration lorsqu'elle est exposée à des conditions normales, en offrant une durée de conservation adéquate et en préservant ses propriétés organoleptiques (Abaza, 2002) ;

✓ Les valeurs mesurées de la densité des deux huiles sont conformes aux normes établies et qu'ils présentent des caractéristiques physiques typiques des huiles alimentaires (Karleskind, 1992).

D'une manière globale, les valeurs des indices déterminées sont conformes aux normes établies.

III.3. Etude de la compatibilité de l'HAE par la spectroscopie infrarouge ATR

III.3.1. Caractérisation des additifs

La spectroscopie ATR a été utilisée pour la caractérisation des additifs (Annexe III.1), Ainsi, on a pu identifier les groupements fonctionnels constituant les espèces étudiées, d'une part, et étudier la compatibilité spectrale de l'HAE par rapport au polymère PVC, d'autre part.

III.3.2. Caractérisation de HAE

L'huile animale époxydée est une substance transparente possédant une viscosité cinématique de 298 cSt et une densité de 0,95. L'indice d'oxirane n'a pas été déterminé à cause de manque de réactif phtalate.

Afin de tester la stabilité thermique de l'HAE, nous avons effectué des essais de vieillissement dans l'étuve à différentes températures durant 35 minutes pour chaque essai.

Dans la fourchette de 20°C à 255°C, l'HAE n'a subi aucune dégradation thermique, ce qui montre la stabilité de ce dernier. Nous tenons à signaler que la dégradation thermique a lieu dans la fourchette de 256°C à 260°C, elle est gouvernée par changement de couleur de notre matériau. A la lumière de ce résultat, l'HAE peut être considéré comme un excellent stabilisant thermique.

Pour mieux renforcer et approuver nos résultats, une comparaison avec deux huiles époxydées, à savoir, le tournesol et le sojà (HTE, HSE) ont été réalisées. La superposition des trois spectres ATR, respectivement, de l'HAE, HTE et l'HSE sont représentés dans la figure III.2. En comparant le spectre de l'HAE seul avec ceux de l'HTE et HSE, des bandes caractéristiques identiques ont été identifiées, ce qui prouve que notre démarche expérimentale est efficace et valable à 100%.

Chapitre III : Résultats et discussions

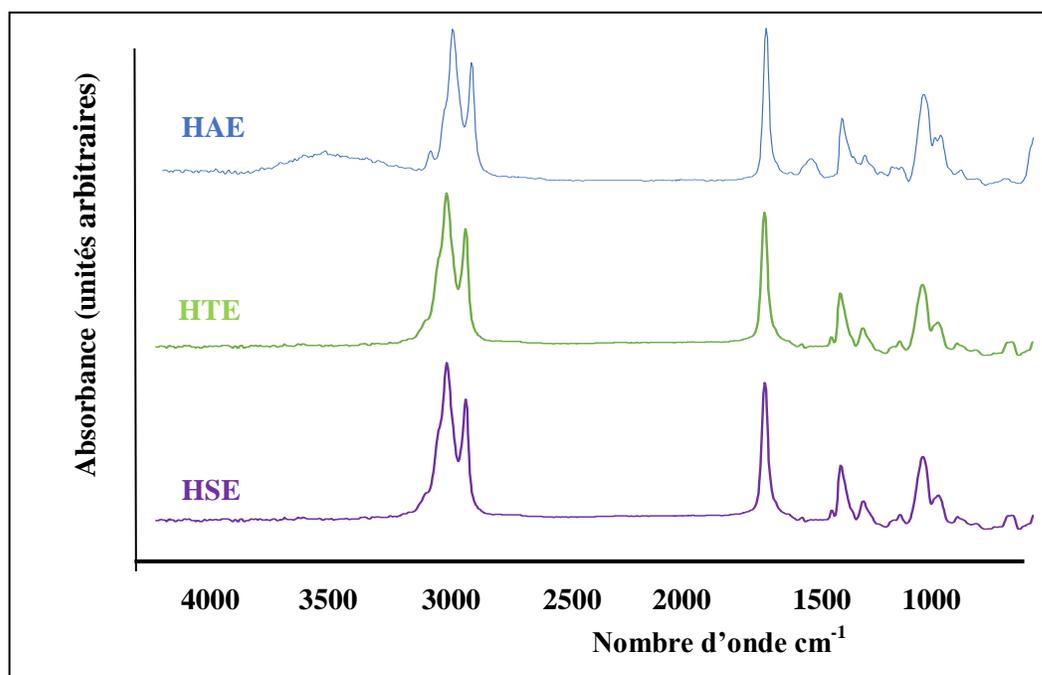
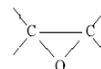


Figure III.2 : Superposition des spectres IR de l'HAE, l'HTE et l'HSE

Tableau III.2 : Groupements fonctionnels des bandes caractéristiques

N°	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Mode de vibration
1	3468	-C=O (ester)
2	3008	-CH époxyde, = C-H (cis)
3	2919	-CH-
4	2855	-CH-
5	1735	C=O (ester)
6	1461	-CH ₂ - (méthylène)
7	1378	-CH ₃ (méthyle)
8	1238	-C-O (époxyde), - CH ₂ -
9	1163	-C-O (ester), - CH ₂ -
10	1101	-C-O
11	726	(CH ₂) _n , -HC=CH-(cis),



Chapitre III : Résultats et discussions

La vibration d'élongation des liaisons C-O-C du groupe époxyde apparaît à 837 cm^{-1} . Les bandes d'absorption entre $3095\text{-}3075\text{ cm}^{-1}$ correspondent à la vibration d'élongation de la liaison C-H du groupe $-\text{CH}=\text{CH}_2$, les signaux à $3635\text{-}3620\text{ cm}^{-1}$ correspondent à l'élongation de $-\text{OH}$ (forme libre de $-\text{OH}$), l'absorption à $1620\text{-}1650\text{ cm}^{-1}$ correspond à l'élongation de $\text{C}=\text{O}$ des carbonyles et, finalement, on peut noter l'élongation de C-O des esters aliphatiques à $1440\text{-}1395\text{ cm}^{-1}$ (Socrates, 1980; Allinger et al., 1976). L'identification de ces signaux est une évidence que la modification a eu lieu.

III.3.3. Etude de la compatibilité PVC/HAE

Le but de cette partie est de choisir les formulations contenant l'huile animale époxydée (Annexe III.2) dont toutes les propriétés sont similaires à celle de formulation plastifiée seulement avec le plastifiant (dans notre cas, il s'agit de dioctylphthalate: DOP). Seules ces formulations seront retenues pour voir dans quelle mesure l'addition de l'HAE peut influencer sur le phénomène de dégradation. La figure III.3 illustre, respectivement, la superposition des spectres des trois formulations ainsi réalisées.

Les buts de notre invention sont de fournir une nouvelle formulation:

- pour la fabrication de produits plastiques, notamment de films, qui soit obtenue à partir de ressources n'entrant pas en concurrence directe avec les cultures à visée alimentaire;
- qui puisse se mettre en œuvre dans des procédés de fabrication de produits plastiques simples, peu coûteux en temps, en énergie et en argent;
- pour la fabrication de produits plastiques dégradables dans l'environnement, notamment biodégradables.

En comparant les spectres de figure III.3 et en se basant sur les bandes caractéristiques illustrées dans le tableau III.3, respectivement, on constate clairement que les propriétés de la formulation qui contient la résine de PVC avec additifs tendent à se confondre avec celle contenant l'huile animale époxydée. De ce fait, l'HAE peut substituer partiellement ou totalement le plastifiant DOP, car ce dernier présente une bonne compatibilité avec le PVC, il permet donc de conserver les propriétés du PVC tout en réduisant le phénomène de migration et en se dégradant rapidement dans l'environnement. De plus, l'HAE présente une bonne action plastifiante et une excellente résistance à l'exsudation et à l'extraction. Par ailleurs, il permet d'améliorer les propriétés thermiques du PVC.

Chapitre III : Résultats et discussions

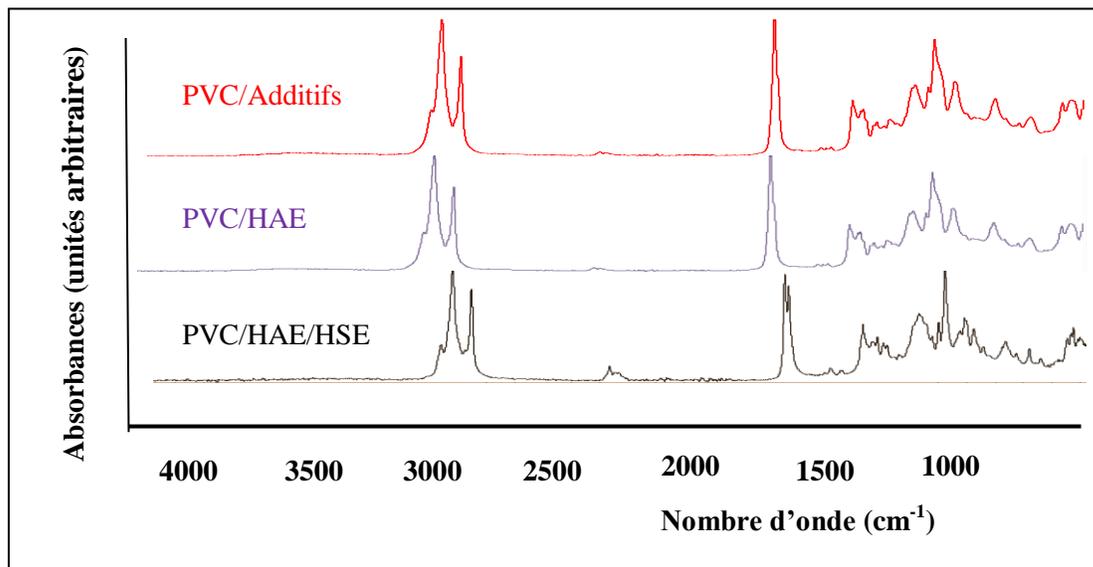


Figure III.3 : Superposition des spectres IR des formulations réalisées

Tableau III.3 : Groupements fonctionnels caractéristiques des formulations

Longueur d'onde	Groupements fonctionnels	Mode de vibration
2917,07 – 2850,12	-C-H / O=C-H / O-H (dimère)	V d'élongation
1740,80	C=O / C=C	V d'élongation
1464,37 – 1426,10	CH ₂ / O-H	V d'élongation
1378,64 – 1331,31	CH ₃ / O-H	V de déformation
1242,48	C-O	V d'élongation
1196,21 - 1173,93 – 1103,89	C-O , 	V d'élongation
959,17	O-H	V de déformation
833,24	C-H	V d'élongation de déformation
720,52	-H	V de déformation

III.4. Caractérisation physicochimique de sol

III.4.1. Granulométrie

La granulométrie classe les éléments constitutifs du sol en fonction du diamètre des particules et aide à déterminer le pourcentage de chaque fraction. En se basant sur la méthode de triangle de texture, on détermine les pourcentages des différentes fractions minérales dans les échantillons (sol agricole, sable marin) qui sont représentés au tableau III.4 :

Tableau III.4 : Composition de la granulométrie des sols

Compositions	Argile (%)	Limon (%)	Sable (%)
Sable marin	66,58	4,66	28,76
Sol agricole	50,38	16,00	33,62

Selon les résultats obtenus, les deux échantillons présentent une texture argileuse qui favorise la rétention en eau et l'aération, ainsi que la réduction de l'érosion (**Amezket, 2003**).

III.4.2. Evolution du pH

Le pH est un facteur d'importance primordiale dans tous les processus de migration, de dégradation et leur disponibilité vis-à-vis des microorganismes (Tableau III.5).

Tableau III.5 : Evolution du pH en fonction de temps d'enfouissement

	Avant l'enfouissement (0 jour)		Après l'enfouissement (90 jours)	
	pH _{eau}	pH _{KCl}	pH _{eau}	pH _{KCl}
Sol agricole	8,83	7,83	8,50	9,50
Sable marin	9,26	8,76	9,59	9,30

Le pH_{eau} dans le sol agricole se maintient dans une fourchette de 8,83 à 8,50 alors que le sable marin de 9,26 à 9,59. Les valeurs de ce potentiel hydrogène dévoilent un léger gradient croissant au bout des trois(3) mois d'enfouissement et qui indique un milieu alcalin et on peut dire c'est deux échantillons possèdent un pH extrême dont les catégories de sols dits *salsodiques*

Chapitre III : Résultats et discussions

(Afes,2009). Le pH, d'une manière globale, est resté constant. La valeur de pH_{KCl} des échantillons prélevés au bout de 90 jours est plus importante de celle de témoins, donc le pH_{KCl} a connu un gradient croissant, ce qui permet de dire que le taux de l'alcalinité de réserve a augmenté après trois mois d'enfouissement. En comparant le pH_{KCl} à celui du pH_{eau}, on constate que les valeurs de ces derniers sont très proches.

III.4.3. Evolution de l'humidité

Selon NF ISO 11465, l'humidité du sol est un indicateur important de la disponibilité en eau et de l'état du sol. Le sol est considéré comme étant à capacité maximale de rétention d'eau lorsque l'humidité est 100% à ce stade le sol est généralement saturé d'eau, par contre une humidité du sol inférieur à 50% indique un manque d'eau. Le tableau III.6 indique le taux de l'humidité du sol agricole et sable marin.

Tableau III.6 :Taux d'humidité du sol agricole et sable marin

	Avant enfouissement (0jour)	Après enfouissement (90jours)
	Taux de l'humidité (%)	
Sol agricole	23	30
Sable marin	29	50

D'après les résultats obtenus, le taux d'humidité varie entre 23 à 30 % pour sol agricole et entre 29 à 50 % dans sable marin. Ce qui rend la composition des communautés microbiennes affectait par le taux élevé de l'humidité de sol marin (50%) comparativement à celle de sol agricole (Lauber et al., 2009). De plus, les microorganismes présents dans les sols humides étaient plus actifs (wright et al., 1999), ce qui nous permis de dire que la dégradation de biomatériau est plus notable dans le sol marin que le sol agricole.

III.4.4. Evolution du taux de la matière organique

L'augmentation de la quantité de matière organique du sol peut améliorer la qualité du sol. Le tableau III.7 indique le taux de la matière organique du sol agricole et du sable marin.

Chapitre III : Résultats et discussions

Tableau III.7 : Evolution du taux de la matière organique de sols

	Avant enfouissement (0jour)	Après enfouissement (90jours)
	Taux de matière organique(Kg MO/Kg de sol)	
Sol agricole	0.38	0.314
Sable marin	0.017	0.01

Les résultats de ce tableau, nous permis de dire que avant enfouissement, les deux échantillons possèdent une quantité faible du MO et comparativement aux concentrations initiales, celles prélevées au bout de 90 jours présentent un gradient décroissant, ce qui indique que la teneur en matière organique a nettement diminué durant les 3 mois qui peut être expliquée par les processus d'oxydation des matières oxydables (organiques et minérales) par voie chimique peuvent donc être responsables d'une consommation élevée d'oxygène ce qui permet de réduire la teneur en MO. Par ailleurs, ces valeurs nous montrent que la matière organique présente dans le sol ne joue pas un rôle majeur dans l'adsorption et la rétention de l'eau, un rôle négatif sur la stabilité structurale des horizons des surfaces et un rôle négatif vis-à-vis de la faune du sol et des micro-organismes par la fourniture d'énergie et d'aliment. Selon (**Sisterna et al., 2014**), la présence de matière organique dans le sol peu accélérer le mécanisme de la biodégradation. En effet, elle fournit une source de nutriments pour les microorganismes qui décomposent les plastiques.

III.4.5.Evolution du taux de calcaire totale et calcaire actif

Le tableau indique les teneurs en calcaires (actif et total) avant et après l'enfouissement. A noter que le calcaire actif est réservé uniquement aux échantillons contenant plus de 5% de calcaire total (sable marin), donc ce dernier représente une valeur faible varie entre (0.43 à 0.86 %).

Chapitre III : Résultats et discussions

Tableau III.8: Evolution des taux du calcaire totale et calcaire actif avant et après enfouissement

	Avant enfouissement (0jour)	Après enfouissement(90jours)
Taux du calcaire totale(%)		
Sol agricole	1.05	2
Sable marin	29	30
Taux du calcaire actif (%)		
Sable marin	0.43	0.86

D'après les résultats illustrés dans le tableau, on note que le taux de calcaire total du sol agricole varie entre (1.05 à 2%) qui est un horizon peu calcaire et pour le sable marin varie entre 29 à 30% qui est horizon fortement calcaire. Ces valeurs restent pratiquement constantes avant et après l'enfouissement.

III.4.6. Evolution de taux de variation de masse des éprouvettes

Le suivi de la perte de poids des différents échantillons enfouis dans les sols en fonction du temps, nous permis d'évaluer les taux de dégradations de chaque biopolymère au bout de 90 jours. L'augmentation de ce taux signifie un gain de masse tandis que sa diminution correspond à une perte de masse. Lors de la pesée de l'échantillon, il est nécessaire de le soumettre à un nettoyage parfait pour ne pas fausser la mesure de la masse. Or dans le cas d'un développement microbien à la surface de l'échantillon, il est parfois très difficile de s'assurer que la surface de celui-ci est totalement propre. Les résultats sont regroupés dans le tableau III.9.

Chapitre III : Résultats et discussions

Tableau III.9 : Taux de dégradation

Formulations réalisées		Temps (mois)			
		0	1	2	3
		Taux de variation de masse (%)			
Sable marin	PVC/Additifs	0,00	1,98	3,96	4,86
	PVC/HAE	0,00	12,65	16,78	18,85
Sol agricole	PVC/Additifs	0,00	6,12	10,27	12,03
	PVC/HAE	0,00	0,97	5,83	7,85

Le tableau III.9 montre que le taux de variation de masse a augmenté à partir de premier mois d'enfouissement. Cette augmentation est probablement due à une pénétration d'eau dans les éprouvettes suite aux arrosages de sol, ce qui confirme la migration et la biodégradation des additifs. Cette dernière est relativement plus importante dans le cas de la formulation PVC/HAE en comparaison à celle de PVC/Additifs. Par ailleurs, la perte de masse semble aussi plus importante dans le cas des formulations ayant subi des essais d'enfouissement dans le sol marin que celles du sol Agricole. Cette différence peut être expliquée par la différence de la salinité du sol qui l'emporte dans le sol marin.

En effet, l'examen des échantillons après enfouissement à différents temps permet d'observer une modification considérable de l'aspect pour les échantillons contenant de l'HAE accompagnée d'un changement de couleur (taches marrons et noires)(Annexe III.3)qui montre que la dégradation passe par une colonisation de la surface du matériau par les microorganismes et les champignons.

Cette partie de notre étude a bien montré que la nouvelle formulation à base d'HAE a présenté un bon comportement dans l'environnement. Il reste à étudier la biodégradabilité des additifs et de l'HAE. C'est l'objet de la partie suivante de ce travail.

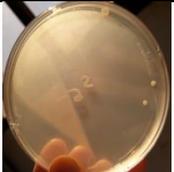
III.5. Etude microbiologique

III.5.1. Isolement et purification des isolats

Dans la présente étude nous avons examiné deux échantillons du sol (tableau III.10).

Chapitre III : Résultats et discussions

Tableau III.10 : Différentes colonies bactériennes apparues à partir des deux échantillons

Dilutions	Echantillons	
	Sol agricole	Sable marin
10^{-4}		
10^{-5}		
10^{-6}		
10^{-7}		
10^{-8}		
10^{-9}		
10^{-10}		

Chapitre III : Résultats et discussions

Nous avons obtenu l'apparition des colonies morphologiquement différentes sur chaque boîte pétri des deux échantillons où chaque colonie représente une espèce bactérienne.

Les résultats de la purification des colonies isolées morphologiquement identique des deux échantillons sont présentés dans les figures III.4 et III.5.

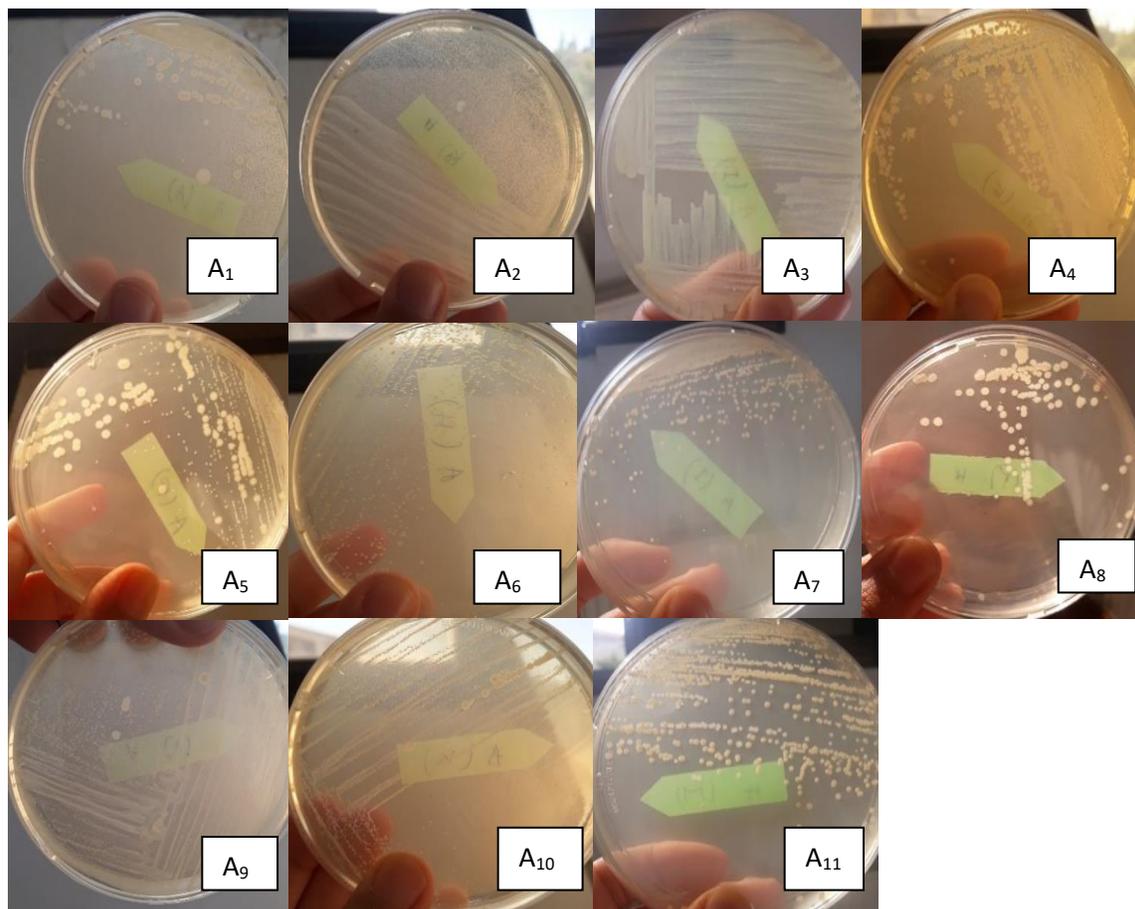


Figure III.4 : Différentes souches purifiées à partir d'un sol agricole

Chapitre III : Résultats et discussions

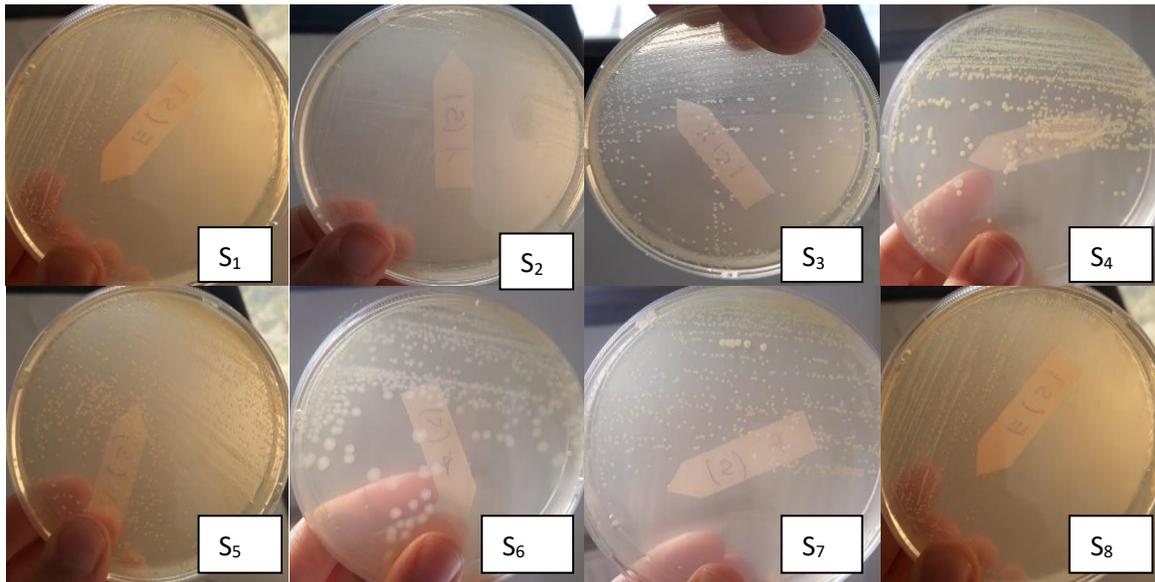


Figure III.5 : Différentes souches purifiées à partir d'un sable marin

III.5.2. Résultats du test de dégradation des polymères (PVC/Additifs, PVC/HAE)

La technique de la biodégradation de nos polymères est testée vis-à-vis de toutes les souches isolées des deux échantillons(sol agricole, sable marin) avec une masse initiale de 0.05g des deux formulations (PVC/Additifs, PVC/HAE) où la biodégradation des polymères est interprété en fonction de la perte de la masse durant l'incubation des boites de pétri pendant (24h, 48h, 72h, 96h, 120h et 144h).

Tableau III.11 : Variation de la perte du poids du polymère PVC/HAE dans un milieu solide

		Durée d'incubation					
		Après 24h	Après 48h	Après 72h	Après 96h	Après 120h	Après 144h
Souches	A4	0.05g	0.05g	0.04g	0.04g	0.03g	0.03g
	A5	0.05g	0.05g	0.04g	0.04g	0.04g	0.04g
	A11	0.05g	0.05g	0.05g	0.05g	0.04g	0.04g

Chapitre III : Résultats et discussions

Les résultats obtenus (Tableau III.11) montrent une diminution du poids du polymère (PVC/HAE) exposé aux souches A₄, A₅ et A₁₁ isolées du sol agricole par contre les autres souches (A₁, A₂, A₃, A₆, A₇, A₈, A₉, A₁₀ / S₁, S₂, S₃, S₄, S₅, S₆, S₇, S₈) ne dégradent pas les deux formulations (PVC/Additifs, PVC/HAE) vu que leurs poids restent inchangés. En ce qui concerne le sable marin aucune diminution du poids pour les deux polymères testés vis-à-vis les souches (A₁, A₂, A₃, A₄, A₅, A₆, A₇, A₈, A₉, A₁₀, A₁₁ / S₁, S₂, S₃, S₄, S₅, S₆, S₇, S₈).

La biodégradation des polymères de poids de 0.03 g vis-à-vis des mêmes souches a été testée également dans le milieu liquide. Les résultats obtenus sont représentés sur le tableau III.12.

Tableau III.12 : Variation de la perte du poids du polymère PVC/HAE dans un milieu liquide

		Durée d'incubation					
		Après 24h	Après 48h	Après 72h	Après 96h	Après 120h	Après 144h
Souches	A ₄	0.032g	0.032g	0.031g	0.03g	0.03g	0.03g
	A ₅	0.03g	0.03g	0.03g	0.03g	0.03g	0.03g
	A ₁₁	0.031g	0.031g	0.03g	0.03g	0.03g	0.03g

On remarque qu'il y a une faible diminution du polymère par rapport à la biodégradation sur les boîtes du pétri (milieu solide).

D'après les résultats obtenus, nous avons noté une augmentation de perte de masse en fonction du temps de notre polymère naturel PVC/HAE qui était plus importante de l'ordre de 40 % par rapport au polymère synthétique testé (PVC/additifs). Ceci est attribué au mécanisme de dégradation qui s'effectue par scission de chaînes. L'ajout d'un plastifiant bio conduit à l'augmentation de la perte de la masse. La première étape est une fragmentation du polymère, elle correspond à une rupture des chaînes. La deuxième étape correspond à une minéralisation des petits fragments bio assimilés par les micro-organismes. Nous avons remarqué que la dégradation était totale et cette raison d'un manque de solubilité dans l'eau et de la taille des molécules de polymères, les micro-organismes ne peuvent pas absorber directement les polymères. Ils doivent dans un premier temps excréter des enzymes extracellulaires qui vont

Chapitre III : Résultats et discussions

couper les chaînes des polymères. Ainsi, les micro-organismes dégradent les polymères grâce à la production d'enzymes intra-et extracellulaires comme les dépolymérase et les hydrolases (Müller, 2004). Les polymères sont décomposés en intermédiaires hydrosolubles de plus petite masse molaire. Ceux-ci peuvent être transportés à l'intérieur des cellules, être introduits dans la ou les voie(s) métabolique(s) appropriée(s) et assimilés (Ratajska *et al.*, 1998).

III.5.3. Identification des souches dégradatrices

III.5.3.1. Aspect macroscopique

La caractérisation morphologique des colonies est présentée sur le tableau III.13.

Tableau III.13: Aspect macroscopique des isolats

Souches	Aspect macroscopique
A ₄	Grosses, irrégulier, blanche, rond, visqueuse
A ₅	Très petite, bien arrondies, blanche, visqueuse.
A ₁₁	Moyenne, arrondies, jaune, visqueuse.

III.5.3.2. Observation microscopique

La technique de la coloration de Gram nous a permis de déterminer le Gram, la forme et le regroupement des cellules bactériennes.

L'observation au microscope photonique (Gx100), révèle que les souche A₄ et A₅ sont des bacilles colorés en violet donc sont des Gram positifs.

Chapitre III : Résultats et discussions

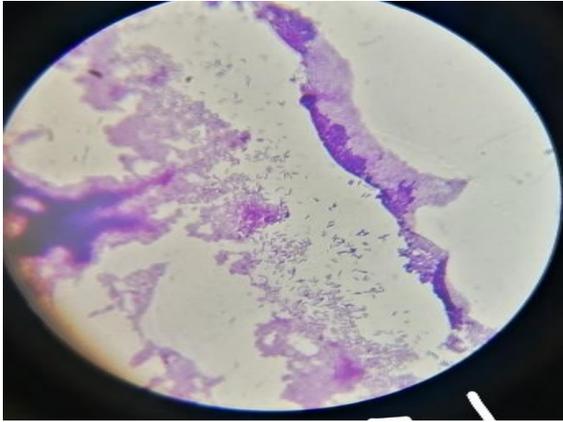


Figure III.6: Observation microscopique de la souche A₄

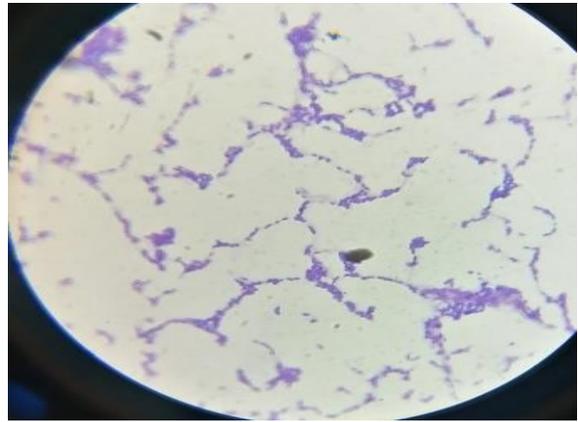


Figure III.7 : Observation microscopique de la souche A₅

Les cellules de la souche A₁₁ sont des coccobacilles colorés en rose (Gram négatifs)



Figure III.8 : Observation microscopique de la souche A₁₁

Chapitre III : Résultats et discussions

III.5.3.3. Résultat du test catalase et oxydase

Tous les isolats (A₄, A₅, A₁₁) sont des catalases positives, ont décomposée l'eau oxygénée en eau et en oxygène qui se traduit par le dégagement des bulles de gaz.

Ces mêmes isolats, la couleur du réactif d'oxydase n'est pas virée au violet ce qui montre qu'ils sont oxydases négatives.

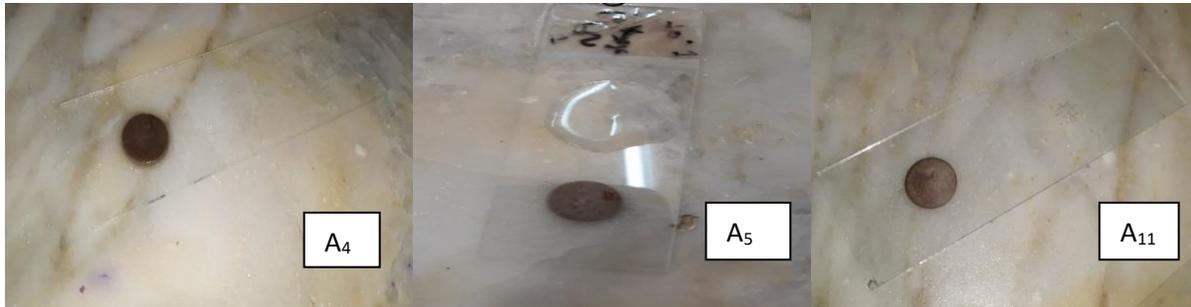


Figure III.9 : Représente test oxydase et catalase des isolats

III .5.3.4. Résultat mannitol-mobilité

Les résultats sont représentés dans le **tableau III.14**

Tableau III.14 : Mannitol-mobilité

Souches	Mannitol-mobilité	
	Mannitol	Mobilité
A ₄	+	-
A ₅	-	-
A ₁₁	-	-

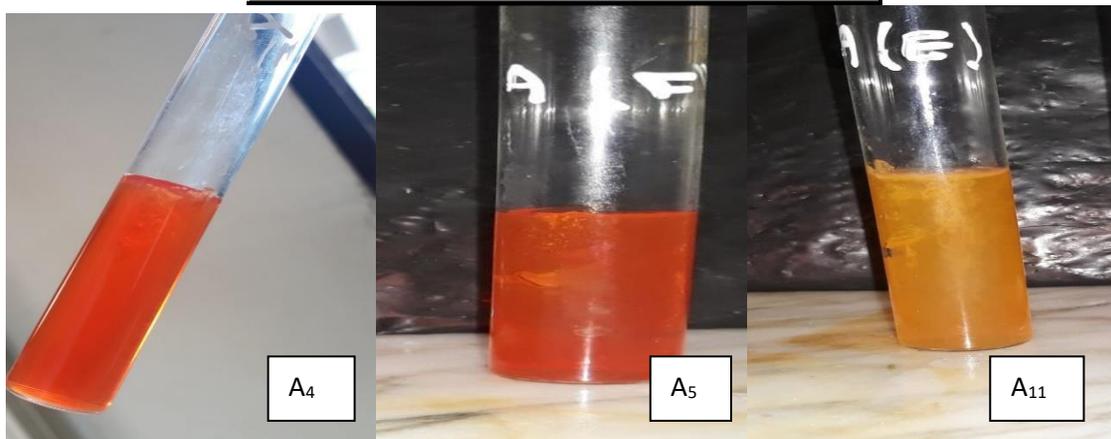


Figure III.10 : Résultats du mannitol-mobilité

Chapitre III : Résultats et discussions

Les tubes A₁₁ et A₅ indiquent un résultat négatif, les bactéries immobiles persistent le long de la piqûre centrale et le milieu garde sa couleur initiale. Le tube A₄ à un mannitol positif, qui indique que les bactéries ont acidifié le milieu qui vire alors au jaune (grâce au rouge de phénol), en ce qui concerne la mobilité, la bactérie est immobile.

III .5.3.5. Résultats type respiratoire

Les tests de type respiratoire sont utilisés pour évaluer le métabolisme énergétique des organismes et déterminer leur mode de respiration. Les souches (A₄, A₅, A₁₁) sont aéro-anaérobie facultatives car les colonies bactériennes occupent tous le milieu .

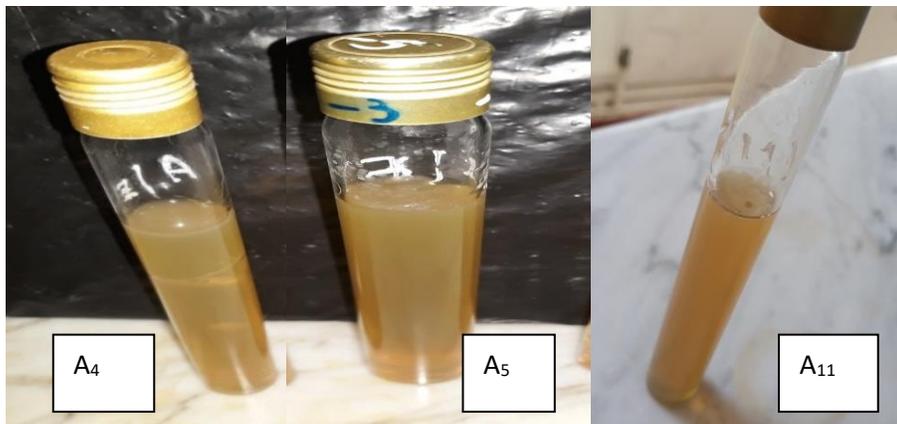


Figure III.11 : Type respiratoire des souches

Conclusion

Conclusion

Notre étude basée sur la graisse de chameau qui est utilisée pour extraction de l'huile animale dans le but d'élaborer un nouveau matériau polymérique. Cette dernière a été caractérisée par les différents indices tels que l'indice d'acide, d'iode, de saponification, de peroxyde et la densité puis elle a subi une époxydation, afin de produire un film alimentaire à base de PVC, tester sa compatibilité et évaluer sa biodégradation dans le sol agricole et le sable de mer après réalisations des analyses physicochimiques et microbiologiques du sol comme les mesures de l'humidité, pH, calcaire totale, calcaire actif, matière organique et granulométries.

Cette extraction a été réalisée par le procédé soxhlet avec l'utilisation de chloroforme comme solvant, qui apporté ses preuves en réunissant les conditions opératoires optimales, ce qui nous a emmené à procéder à une époxydation et la formation de biopolymère à base de PVC/HAE, et de là, à l'étude de sa compatibilité avec le plastique normal avec et qu'après avoir vu les analyses ATR.

Après avoir analysé l'ensemble des résultats obtenus, nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

✓ Le meilleur rendement est celui de la graisse de Ghardaïa que celui de Adrar avec une déférence de taux de 20%.

✓ Les propriétés physicochimiques de l'huile animale ont présenté des caractéristiques conformes aux normes.

✓ La polymérisation a été complétée par des analyses ATR ce qui nous a permis de :

- Montrer l'existence du groupement époxy dans le biomatériau synthétisé ;
- Confirmer la compatibilité de l'HAE avec le PVC.

✓ Les résultats de la biodégradation par l'enfouissement de nos bio polymères dans le sol agricole et le sable de mer montre que la nouvelle formulation à base d'HAE a présenté un bon comportement dans l'environnement.

✓ Les analyses microbiologiques du sol et le sable collecté ainsi que l'étude de la biodégradation après l'utilisation de la méthode des boites de pétries et le milieu liquide dans des tubes montrent que :

- Le sol agricole et le sable de mer se distinguent par une grande diversité des souches bactériennes,

Conclusion

- Trois souches bactériennes ont été identifiées comme étant responsables de la biodégradation de notre polymère, avec des caractéristiques de coques à gram- et de bacilles à gram+ et -.

En somme, notre étude a démontré la faisabilité de l'utilisation de l'huile animale époxydée issue de la graisse de chameau pour la synthèse de nouveaux biomatériaux polymériques. Les résultats encourageants obtenus concernant la compatibilité et la biodégradation ouvrent des perspectives prometteuses pour le développement de biopolymères respectueux de l'environnement dans divers domaines d'application.

*Références
bibliographiques*

Abaza.L, (2002), «Characterization of the oils from seven Tunisian olive tree varieties», journal OCI Vol 9, Numéro 2, P174.

ADEME,(2006),Direction des Energies Renouvelables, des Réseaux et des Marchés Energétiques Hilaire BEWA, “Matériaux polymères biodégradables et applications”. Note de synthèse II, p 1.

Afes ,(2009),Baize, D, (2018), Guide des analyses en pédologie. France : Éditions Quae,P326.

Amezketta .E,(2003),Soil aggregate stability .journal of sustainable agriculture , 21 (3) , 23-41

Benslimane.N ,(2014), « Contribution à l’élaboration d’un plan de contrôle des emballages plastiques en contact avec les denrées alimentaires», Mémoire de master en sciences des aliments Université Abou Bekr Belkaïd , Tlemcen, P8-10.

Bailey .A., Hackler. L ,(1992),« Oils and related products.» food science, vol 8 , P359-360.

Cader .F .A., Nizami.S.S., Mian. S etNizami .H,(2018),Characterization and evaluation of novel epoxy resins synthesized from epoxidized soybean oil and waste oil ,Journal of Applied Polymer Science , 135(19),46280 .

Chellil,(2006),« Etude du vieillissement artificiel et naturel du PVC stabilisé à l’huile de tournesol époxyde »,Mémoire de Magister, Université Ferhat Abbas, Sétif, P213.

Christopher.D.A ., Eric.S.D,(2003),Emulsion Polymerisation and Latex Applications, Smithers Rapra Publishing,P160 .

CNE,(2011),Prévention de gaspillage et des pertes des produits de grande consommation: le rôle clé de l’emballage, Siret n°41513678700025APE: 913,Paris, P5

CODEX alimentarius commission,(1999),Food and Agriculture Organization, ALINORM 99/17.

CUVELIER.C., DOTREPPE.O., ISTASSE. L,(2003), Chimie, sources alimentaires et dosage de la vitamine E Ann,P 147, 315-324.

DSA,(2009),« Registre des productions végétales et animales », Direction des Services Agricoles, Wilaya de Ghardaïa, période 2004-2009.

Delarras.C,(2014), Pratique en microbiologie de laboratoire, Lavoisier, France, pp66-67.

Denis.F., Ploy.M.C ., Martine.C., Bingen.E .,Quentin.R,(2007),Bactériologie médicale techniques usuelles, Elsevier Masson SAS, Paris ,P640.

Feigenbaum. A., arthèlèmy.E,(2006),« Evaluation sanitaire des matériaux en poly(éthylène téréphtalate)recyclés utilisés en tant que matériaux au contact des denrées alimentaires et de l'eau de boisson »,Afssa,pp43.

Gbassik .G., Amin.N.C., Bony.F.N., Dosso.E.O., Yolou.S.F., Ake.M,(2006),Etude de la migration des antioxydants des emballages plastiques à usage alimentaire. EDUCI,Vol.7, n°1-2006,P76.

George. O,(1994),«Principles of polymerization», Polytechnica,Paris,P823.

Guiraud .J, (2012), Microbiologie alimentaire, Dunod ,Paris. P651 .

Guy.C ., Emmanuelle.G,(2018),Biodégradation-biodégradabilité polymères rapidement biodégradables,10 janvier 2018.

Güner. S., Yagci. F. Y., Tuncer.A,(2006),Polymers from Triglyceride Oils, Progress in Polymer Science, 31, 633-670.

Hawkins .W. L,(1972), "Polymer stabilization" John Wiley & Sons Inc, New York.

Hanou.A ., Abdelah.O, (2012), Alimentation du dromadaire, étude des plantes présentes dans les vallées dans un système extensif, Journal de Zoologie et d'Écologie Animale, 20(3), 45-62.

INRA,(1998),Emballages plastiques alimentaires et sécurité de consommateur, Direction de l'information et de communication-147,rue del'université-75338,Paris ,codex07.

Journal Officiel de la République Algérienne (JORA), (2011),Méthode de détermination de l'indice de peroxyde des corps gras l'origine animale et végétale, N° 64, P 27.

JORA n° 42 (15 juin 2005), Arrêté 23 janvier 2005 rendant obligatoire une méthode d'analyse microbiologique du beurre.

KARLESKIND.A,(1992), Manuel des corps gras, Paris, ISBN 2-85206-662-9.,P 1571-1578.

Kapseu. C., Noumi.G. B ., Yolande.M. N., Njiné.C. B., et Ngameni . E,(2011),Effets duséchage sur le rendement et la qualité de l'huile extraite de la pulpe de safou ,Université de Cameroun, P138-142.

Kouame.A .E,(2004), Etude de la migration des antioxydants phénoliques dans les boissons en sachet (Abidjan-Cote D'ivoire). Thèse de doctorat en pharmacie. Université Cheikh Anta Diop de Dakar .N°26. P 39-40.

Lagunez .Rivera. L,(2006), Etude de l'extraction de métabolites secondaires de différentes matières végétales en réacteur chauffé par induction thermomagnétique directe (Doctoral dissertation),P 24.

Lauber.C .L ., Hamady .M ., Knight .R ., et Frierer .N ,(2009) ,Pyrosequencing based assessment of soil ph as a predictor of soil bacterial community structure at the continental scale. Applied and Environmental Microbiology ,75(15) P5111-5120.

Lee. S., Ko .K. H., Shin. J., Kim .N. K., Kim. Y. W., and Kim J. S,(2015),Effects of the addition of dimer acid alkyl esters on the properties of ethyl cellulose., *Carbohydrate polymers*, P121, 284-294.

LNE,(2013),Exigences réglementaires européennes des matériaux et objets destiné au contact avec les aliments pour les emballages, articles culinaires, équipements de l'agroalimentaire et tout objet destiné au contact avec les aliments, Laboratoire National de métrologie et d'Essais. 29,Avenue Roger Hennequin78197TRAPPES codex (France),P16.

Müller.R.J,(2004),Chapitre 12-Biodegradability of Polymers: Regulations and Methods for Testing, General aspects and special applications. Biopolymers, Volume 10, Volume Editor: Alexander Steinbüchel, Wiley-VCH, P. 365-374.

Nass. L,(1976), "Encyclopedia of PVC", Ed. Marcel Dekker, New York, Vol.1.

Naudet. M. (1992),Manuel des corps gras, Tome 1. Ed technique et documentation, Lavoisier, Paris.

Norme internationale ISO 60-206-1995, «Détermination de l'indice de saponification des corps gras ».

Norme internationale ISO 3961-1979, «Détermination de l'indice d'iode des corps gras ».

Norme internationale ISO 3960-1977, «Détermination de l'indice de peroxyde des corps gras».

Norme internationale ISO 660-1999, «Détermination de l'indice d'acide des corps gras ».

Norme internationale ISO10390 ,« Mesure de pH_{Eau}».

Norme internationale ISO 11465 ,« Mesure d'humidité».

Norme internationale ISO 14235,« Dosage de carbone organique».

Norme internationale ISO 6887-1 ,« Préparation des dilutions décimales» .

Norme internationale ISO7218 ,Octobre 2007« Coloration de gram».

Ratajska. M., Boryniec .S,(1998),Physical and chemical aspects of biodegradation of natural polymers, Reactive and functional polymers 38 (1), P. 35-49.

Stefano.A. G., Millano. P,(1979),"Nouveau dictionnaire des matière plastique ".Métal mecanica plast-S.P.A, Milan .

Stuart. B, (2002),*Polymer Analysis*, John Wiley & Sons LTD ,New York, USA.Vol. 30, P304 .

Verdu. J,(1992), "Stabilisants", Techniques de l'Ingénieur ,Vol. AM 3232, P 1-13.

Webb .J. S.,Nixon.M., Eastwoodl.M ., Greenhalgh .M ., Robson.G. D. et HandleyP. S, (2000),Fungal colonization and biodeterioration of plasticized polyvinylchloride, *Applied and Environmental Microbiology*, 66(8) ,P 3194-3200.

Wolff.J. P,(1968),« Manuel d'analyses des corps gras »,Manuel d'analyse des corps gras ,Ed. Aznulay ,Paris,P552 .

Wright . S. F., Hill .R.L et Upchurch.R,(1999) ,The importance of soil moisture on the diversity and structure of microbial communities in the Southern Great Plains ,*Soil Biology and Biochemistry* , 31 (5) , P737-747.

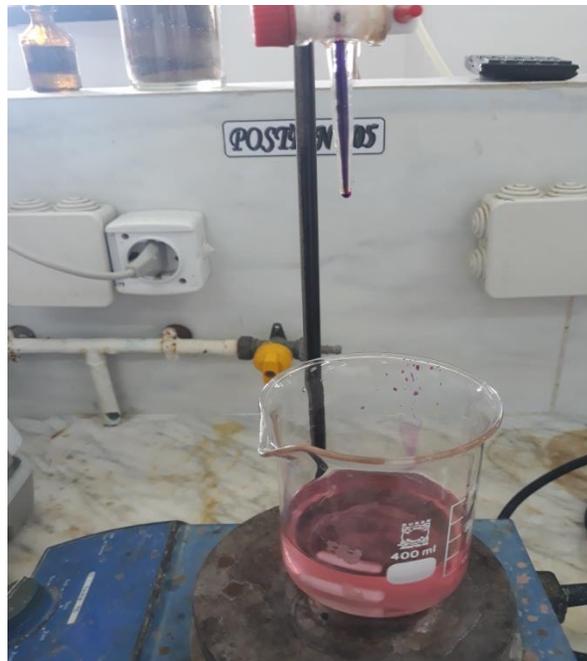
Annexes

Annexe II.1 : Dosage de calcaire totale



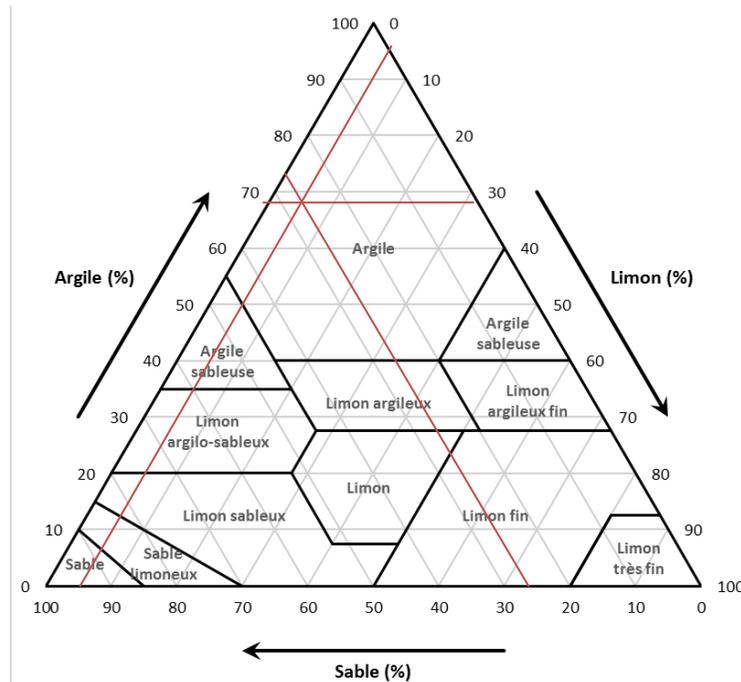
Calcimétrie de Bernard (prise par nous -même)

Annexe II.2 : Dosage de calcaire actif



Obtention d'une couleur rose persistante (prise par nous -même)

Annexe II.3 : Texture de sol



Triangle des textures

Annexe II.4 : Test de dégradation sur les boites de pétri



Polymère sur un milieu gélosé (prise par nous – même)

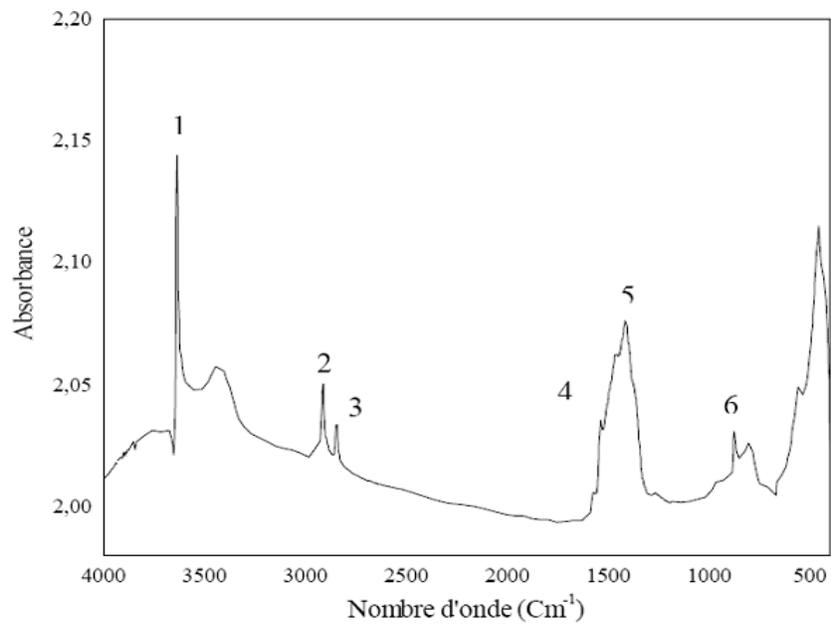
Annexe II.5 : Test de dégradation dans le milieu liquide (tubes à essais)



Tubes à essais sur un bain mari secouer (prise par nous-même)

Annexe III.1 : Spectre infrarouge des additifs

Complexe de Zinc et de Calcium

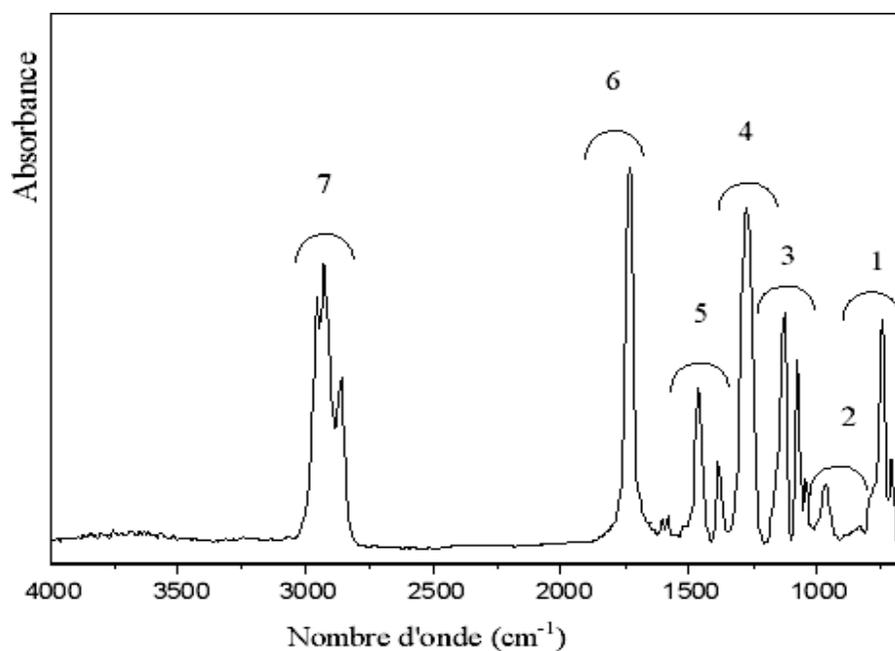


Spectre infrarouge du complexe Ca,Zn

Tableau 1 : Groupements fonctionnels caractéristiques du complexe Ca, Zn.

N°	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Mode de vibration
1	3640,71	Elongation de (O-H)
2	2916,5	CH (méthyle, méthylène)
3	2847,93	O-CH ₂
4	1538,01	Vibration de déformation de COO (ester)
5	1414,87	Vibration de déformation de (C - O ; O-H)
6	874,06	(CH ₂) _n , n > 3

Plastifiant(Di-octyl-phtalate)

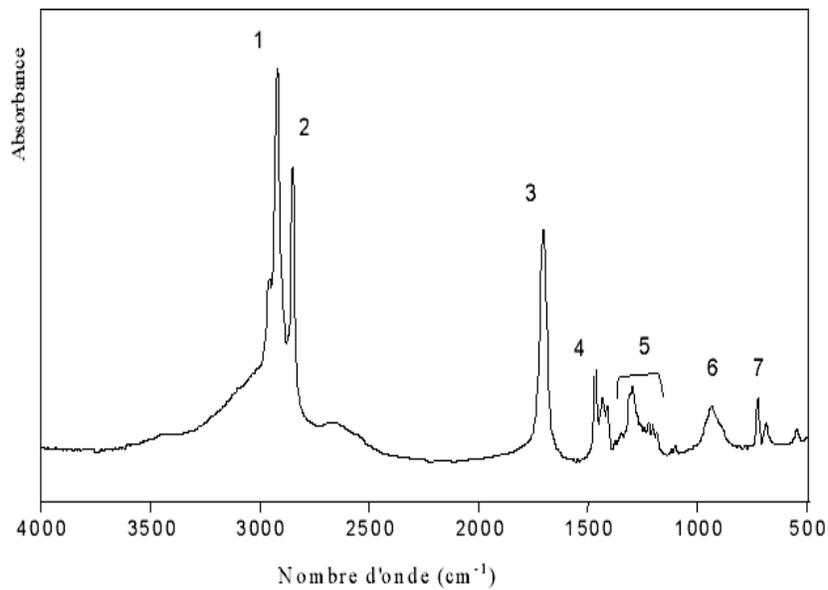


Spectre infrarouge du DOP

Tableau 2 :Groupements fonctionnels des bandes caractéristiques du DOP

N°	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Mode de vibration
1	741	Vibration de déformation (CH ₂) _n , n>4, -CH=CH-(cis)
2	962	Vibration de déformation CH= CH ₂
3	1126	Vibration d'élongation C-O (acide secondaire)
4	1271	Vibration d'élongation C-O (fonction acide)
5	1461-1380	Vibration de déformation C-H et O-H
6	1725	Vibration C=O
7	2926-2859	Vibration d'élongation C-H et O-H

Lubrifiant



Spectre infrarouge de l'acide stéarique

Tableau 3 :Groupements fonctionnels des Bandes caractéristiques de l'acide

N°	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Mode de vibration
1	2956	OH
2	2919	C-H
3	1706	C=O (acide dimère)
4	1468	C-O, O-H
5	1432	C- H ₂ (chaîne aliphatique)
6	936	O-H
7	724	(CH ₂) _n , n>3

Annexe III.2 : Formulations préparées



PVC /Additifs (prise par nous –même)



PVC/HAE (prise par nous – même)

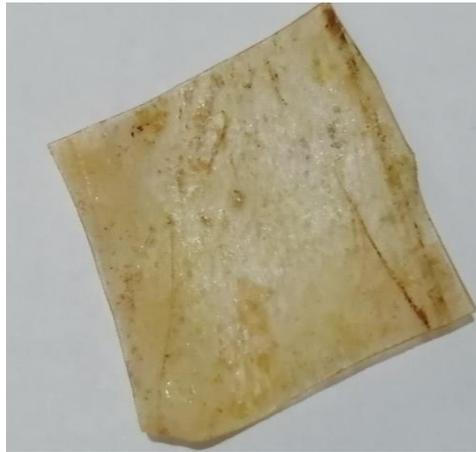


PVC/HAE/HSE(prise par nous – même)

Annexe III.3 : Photos des échantillons contenant HAE après enfouissement



**PVC /HAE enfouis sur un sol agricole
(prise par nous – même)**



**PVC /Additifs enfouis sur un sol agricole
(prise par nous – même)**



**PVC/HAE enfouis sur un sable marin
(prise par nous –même)**



**PVC/Additifs enfouis sur un sable marin
(prise par nous – même)**

Résumé

Le travail réalisé dans le cadre de ce mémoire avait pour objectif de synthétiser de nouveaux biopolymères dérivés de l'huile animale. Pour cela, elle a, d'abord, été modifiée par époxydation, ensuite, caractérisée et utilisée pour réaliser une formulation à base de PVC:

- pour la fabrication de produits plastiques, notamment de films, qui soit obtenue à partir de ressources animales n'entrant pas en concurrence directe avec les cultures à visée alimentaire;
- qui puis se être mise en œuvre dans des procédés de fabrication de produits plastiques simples, peu coûteux en temps, en énergie et en argent;
- pour la fabrication de produits plastiques dégradables dans l'environnement, notamment biodégradables.

De plus, il a été procédé à l'étude de la biodégradabilité de le dit considéré par des essais d'enfouissement dans deux types de sols (sol Agricole et sol marin) en se basant sur l'évolution de la variation de masse des éprouvettes en fonction de temps d'enfouissement et de rechercher des bactéries qui vivent dans le sol et qui sont capables de dégrader cette formulation. Pour cela, des échantillons carré sont été enfouis pendant trois mois. Par ailleurs, l'étude de nouveau intermédiaire préparé a été suivie par spectroscopie infra rouge (ATR).

Les résultats obtenus révèlent, d'une part, que l'HAE est très compatible avec le PVC et la variation de perte de masse est plus importante dans le cas de la formulation PVC/HAE en comparaison à la formulation PVC/additifs, et d'autre part, la biodégradation des différents substrats sont significatifs et que l'HAE est le substrat le plus biodégradable

Mots clés: Synthèse, extraction, Huile animale époxydée, biodégradation, PVC, ATR

ملخص :

يهدف العمل الذي تم تنفيذه في هذه الأطروحة إلى تصنيع بوليمرات حيوية جديدة مشتقة من الزيت الحيواني. لهذا ، تم تعديله أولاً عن طريق الإيبوكسيد ، ثم تم تمييزه واستخدامه لإنتاج تركيبة قائمة على PVC من أجل:

- ✓ تصنيع منتجات بلاستيكية غلاف غذائي ، التي يتم الحصول عليها من الموارد الحيوانية و لا تدخل في منافسة مباشرة مع محاصيل الغذاء ؛
- ✓ يمكن استخدامها في عمليات تصنيع منتجات بلاستيكية بسيطة ، وغير مكلفة من حيث الوقت والطاقة والمال ؛
- ✓ تصنيع منتجات بلاستيكية قابلة للتحلل في البيئة .

بالإضافة إلى ذلك ، تم إجراء دراسة قابلية التحلل البيولوجي للمنتج قيد الدراسة عن طريق اختبارات الدفن في نوعين من التربة (التربة الزراعية والتربة البحرية) بناءً على تطور التباين في كتلة العينات وقت الدفن والبحث عن البكتيريا التي تعيش في التربة والقادرة على تحليل هذه التركيبة ، ولهذا تم دفن العينات لمدة ثلاثة أشهر. بالإضافة إلى ذلك ، تمت مراقبة دراسة البلاستيك الجديد بواسطة التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء (ATR).

كشفت النتائج التي تم الحصول عليها ، أن HAE متوافق جدًا مع PVC وأن الاختلاف في فقد الكتلة يكون أكبر في حالة تركيبة PVC / HAE مقارنة بتركيبة PVC/Additifs ، ومن ناحية أخرى ، التحلل البيولوجي من الركائز المختلفة مهم وأن HAE هو الركيزة الأكثر قابلية للتحلل.

الكلمات المفتاحية: الإنتاج ، الإستخلاص ، الزيت الحيواني الإيبوكسيدي ، التحلل البيولوجي ، PVC

Abstract

The aim of this thesis was to synthesize new biopolymers derived from animal oil. To achieve this, the oil was first modified by epoxidation, then characterized and used to produce a PVC-based formulation:

- For the manufacture of plastic products, in particular films, which is obtained from animal resources that do not compete directly with food crops;
- which can be used in simple plastic product manufacturing processes that are inexpensive in terms of time, energy and money;
- For the manufacture of plastic products that are degradable in the environment, and in particular biodegradable.

In addition, the biodegradability of the previously mentioned formulation was investigated by burial tests in two types of soil (agricultural soil and marine soil), based on the evolution of the mass variation of the test specimens as a function of burial time, and the search for soil-dwelling bacteria capable of degrading the formulation. Square samples were buried for three months. In addition, the study of the newly prepared intermediate was monitored by infrared spectroscopy (ATR).

The results obtained show, on one hand, that HAE is highly compatible with PVC and the variation in mass loss is greater in the case of the PVC/HAE formulation compared with the PVC/additives formulation, and on the other hand, that the biodegradation of the different substrates is significant and that HAE is the most biodegradable substrate.

Key words: Synthesis, extraction, epoxidized animal oil, biodegradation, PVC, ATR

Template startup

Titre du projet :
***Elaboration d'un
emballage vert***

Nom commerciale

Bioplastique



Logo



Table de matières

<i>I. Présentation du projet</i>	70
<i>II. Aspects innovants</i>	70
II.1. Déterminer le problème rencontré par le client	70
II.2. Valeur proposée selon les critères suivants	71
<i>III. Analyse stratégique du marché</i>	71
<i>V. Plant de production et organisation</i>	72
V.1.Capacité de production	72
V.2. Choix des matières premières	72
V.3. Processus de fabrication	72
V.4. Contrôle de la qualité :.....	73
V.5. Optimisation des processus de production :.....	73
V. 6. Technologie verte :	73
V. 7.Chainé d'approvisionnement efficace :	73
V. 8. Stockage adéquat :	73
<i>VI. Plan financier</i>	74
VI.1. Structure des coûts	74
VI.2.Couts fixes de projet	75
VI.3. Source des revenus	75
BMC	76

I .Présentation du projet

Les polymères synthétiques commerciaux sont issus du pétrole qui est une ressource non renouvelable. Leur particularité est d'être non biodégradable, ce qui pose problème lorsque ces matériaux arrivent en fin de vie. Pour pallier à la question de l'épuisement des ressources fossiles et au problème d'accumulation des déchets de matières plastiques dans l'environnement, l'alternative est de développer et d'utiliser des polymères biodégradables renforcés ou non par des charges d'origine animale, en particulier pour des applications ciblées. Une source particulièrement intéressante de biomolécule, et qui est peu utilisée, est le monde animal, qui n'a jamais été exploité dans le domaine des polymères. Dans une optique de chimie verte respectueuse de l'environnement et intégrant le concept de développement durable, nous nous sommes intéressés à l'huile animale comme ressource naturelle renouvelable.

✓ *Idee de projet (solution proposée)*

La solution établis est de rechercher une nouvelle formulation pour les emballages plastiques, qui soit, à la fois, plus ou moins biodégradable et à un prix abordable.

II. Aspects innovants

II.1. Déterminer le problème rencontré par le client

Problème à résoudre	Les emballages en matières plastiques sont fabriqués avec des additifs chimiques, synthétiques, toxiques, non renouvelables et non biodégradables.
Donnés disponibles indiquant l'existence d'un problème identifié	<ul style="list-style-type: none">-Des études montrent qu'il y'a eu une migration des additifs de l'emballage vers l'aliment qui cause des effets néfastes sur la santé de consommateurs ex : phtalates (des effets cancérogènes), Bisphénol A (féminise les garçons).-La dégradation de la matière plastique nécessite une longue durée(au minimum 6 siècles), ce qui va engendrer l'accumulation des déchets dans l'environnement-Le cout élevé des additifs-Les emballages plastiques contaminent les produits alimentaires
D'autres projets ciblant le même problème qui ont été mis en œuvre	<ul style="list-style-type: none">Elaboration des bioplastiques à partir des ressources naturelles, ex : PLA issu du maïs (source végétale)Interactions between Poly (vinyl chloride) stabilised with expoxidized sunflower oil and food simulantsStudy and Optimization of a Soaking Treatment to Reduce Migration from Plasticized Polyvinyl ChlorideReducing the migration of additives from plasticized poly(vinyl chloride) migration

Template startup

Buts de projet	Synthèse d'un bio polymère qui permet : <ul style="list-style-type: none">• Remplacement des additifs synthétiques (lubrifiant, plastifiant, stabilisant thermique) par un additif naturel issu d'une source animale peu exploitée.• Minimiser la durée de dégradation de notre produit dans la nature (eau, air, sol).
-----------------------	--

II.2.La valeur proposée selon les critères suivants

Valeur innovante	<ul style="list-style-type: none">• Valorisation des déchets (graisse animale)• Synthèse d'un nouveau polymère à partir d'une graisse animale
Valeur personnalisée	<ul style="list-style-type: none">• Bio polymère non toxique, biodégradable et renouvelable• Résistant à des hautes températures (250°C)
Rapport qualité prix	<ul style="list-style-type: none">• Moins coûteux
Valeur par conception	/
Valeur de haute performance	/
Valeur de service complete	/

III. Analyse stratégique du marché

✓ **Taille du marché** : Le secteur privé est largement développé par rapport au secteur étatique, dominé par deux entreprises privées (K-Plast et STPM Chiali) et une entreprise publique (ENPC). Le marché du plastique connaît une croissance de 4 à 5% (agence Ubrifrance), qui fait de lui un secteur, un des secteurs les plus importants en Algérie et il a connu une croissance significative.

✓ **Consommation de plastique** : la consommation annuelle est estimée à un million de tonnes (ce qui correspond à 72,1 millions de dollars, elle était de 60,3 millions de dollars en 2011).

Template startup

✓ **Production locale** : L'industrie plastique reste utilisée à hauteur de 30% seulement, tandis qu'elle est située à 460.000 tonnes par ans.

✓ **Dépendance aux importations** Les importations de matières premières plastiques et de produits finis sont importantes, provenant principalement de pays comme la Chine, la France, l'Espagne et l'Italie. En 2021, elle a importé pour une valeur dépassant les 2 milliards de dollars

✓ **Tendances du marché** : Le marché du plastique en Algérie est confronté à des défis, notamment la dépendance aux importations, la concurrence internationale et la nécessité de renforcer l'industrie locale du recyclage des plastiques. Cependant, il existe également des opportunités de croissance, notamment dans le développement de produits respectueux de l'environnement, l'innovation technologique et la diversification de la production locale.

✓ **Politiques gouvernementales** : Le gouvernement algérien a mis en place des politiques et des incitations visant à promouvoir l'industrie du plastique, telles que des mesures de soutien à la production locale, des incitations fiscales et des réglementations environnementales pour encourager le recyclage et la durabilité.

V. Plant de production et organisation

V.1.Capacité de production : Supposons que la sensibilisation à l'environnement et la demande croissante de solutions d'emballage durables en Algérie continuent de progresser.

Première année (2024) : 500 000 unités de bio-emballages vendues en Algérie.

Deuxième année (2025) : Une augmentation de 30 % par rapport à l'année précédente, soit environ 650 000 unités de bio-emballages vendues.

Troisième année (2026) : Une augmentation de 20 % par rapport à l'année précédente, soit environ 780 000 unités de bio-emballages vendues.

Ces chiffres sont donnés à titre indicatif et peuvent varier en fonction de divers facteurs tels que la demande réelle du marché, la concurrence, les politiques gouvernementales et la sensibilisation des consommateurs.

V.2. Choix des matières premières Graisse animale : La graisse animale peut provenir de sources telles que, la graisse de bœuf ou la graisse de volaille et la graisse de bovin.

V.3. Processus de fabrication : Le processus de production d'un bio-emballage à base de graisse animale commence par la collecte de la graisse animale auprès de sources durables et conformes

Template startup

aux normes de bien-être animal. Une fois collectée, la graisse est traitée pour en extraire l'huile par Clevenger.

L'étape suivante est l'époxydation de l'huile extraite. C'est un processus chimique qui permet de modifier les propriétés de l'huile en la rendant plus résistante et plus stable.

Une fois l'huile époxydée obtenue, elle est mélangée avec du PVC (chlorure de polyvinyle), un polymère couramment utilisé dans l'industrie des emballages. Le mélange de l'huile époxydée et du PVC permet de créer un matériau composite qui combine les propriétés de résistance de l'huile époxydée et la flexibilité du PVC.

Il peut être transformé en feuilles, films, sacs ou autres formes d'emballage selon les besoins.

V.4. Contrôle de la qualité :

Mettez en place des procédures de contrôle de la qualité pour vérifier la conformité des matières premières aux spécifications requises pour la production du bio-emballage sans additifs chimiques. Par exemple le système HACCP

V.5. Optimisation des processus de production :

Recherche et développement : Investissez dans la recherche et le développement pour améliorer les procédés de fabrication

Réduire les coûts de production et augmenter l'efficacité de la production du bio-emballage.

V.6. Technologie verte :

Explorez les opportunités d'utilisation de technologies propres et d'énergies renouvelables dans le processus de production pour minimiser l'impact environnemental.

V.7. Chaîne d'approvisionnement efficace :

Développez une chaîne d'approvisionnement bien organisée pour assurer une distribution efficace d'emballage aux clients en Algérie, en minimisant les coûts et les délais.

V.8. Stockage adéquat :

Disposer d'installations de stockage appropriées pour préserver la qualité du bio-emballage et garantir une disponibilité continue sur le marché.

Template startup

VI. Plan financier

VI.1. Structure des coûts

Frais d'établissement	100 000.
Frais d'ouverture de compteurs (eaux-gaz)	30 000
Logiciels , formations	30 000
Dépôt marque, brevet, modèle	100 000
Droits d'entrées	100 000
Achat fonds de commerce ou parts	/
Droit au bail	200 000
Caution ou dépôt de garantie	50 000
Frais de dossier	20 000
Frais de notaire ou d'avocat	500 000
Enseigne et éléments de communication	100 000
Achat immobilier	/
Travaux et aménagements	100 000
Matériel	200 000
Matériel de bureau	70 000
Stock de matières et produits	100 000
Trésorerie de départ	500 000

Somme :1.700.000.000

VI.2. Coûts fixes de projet

Assurances	20 000
Telephone, internet	10 000
Autres abonnements	/
Carburant, transports	20 000
Frais de déplacement et hébergement	10 000
Eau, électricité, gaz	/
Mutuelle	10 000
Fournitures diverses	/
Entretien matériel et vêtements	50 000
Nettoyage des locaux	10 000
Budget publicité et communication	50 000

Somme : 290 0000

VI.3. Source des revenus

Apport personnel ou familial	/
Apports en nature (en valeur)	/
Prêt n°1 (nom de la banque)	Le Fonds National de Financement des Entreprises Emergentes (ASF) 5000000
Autre financement (libellé)	Investissement à partir d'un entrepreneur 1 500 000 000

Somme 200.000.0000

<p>Partenaires clés</p> <ul style="list-style-type: none"> -Développeurs de notre produit -Travailleurs du transport et de la production -Fournisseur -Les experts -Le Prescripteur 	<p>Activités Clés</p> <ul style="list-style-type: none"> -établissement de production 	<p>Propositions de valeur</p> <ul style="list-style-type: none"> -C'est un emballage alimentaire non toxique, biodégradable, avec un cout faible. -Sans additifs chimiques <p>CARACTÉRISTIQUES: Nouveauté, Performances, Prix, réduction des coûts, réduction des risques accessibilité Innovation</p>	<p>Relation Client</p> <ul style="list-style-type: none"> -Avec les affiches publicitaires. -Publicité sur des sites internet et sur TV. -Assister à des salons national et international pour présenter notre produit. -Participer à des séminaires. 	<p>Clients</p> <p>Les entreprises de fabrication des emballages alimentaires à base de plastique</p>
	<p>Ressources clés</p> <ul style="list-style-type: none"> -FINANCIERS -Des investisseurs, Le Fonds National de Financement des Entreprises Emergentes 		<p>Canaux</p> <p>Les collecteurs de Matière première et les distributeurs</p>	