

République Algérienne Démocratique Populaire
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
جامعة ابن خلدون - تيارت
Université Ibn Khaldoun – Tiaret



Faculté des Sciences de la Matière
كلية علوم المادة
Département de Chimie
قسم الكيمياء

Mémoire

Présenté par :

Melle Adda Rima

Melle Adda Khadidja

Pour obtenir le diplôme de

Master

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie des Matériaux

Sujet :

**Elaboration d'un film plastique à base de chitosane
et une fibre naturelle**

Soutenu le : 27/06/2017

Devant le jury :

Mme S.SOUALMI	Président -MCA	UNIV .Tiaret
Mme T.BOUMETHRED	Examineur -MCB	UNIV .Tiaret
Mme I.ABDELMALEK	Encadreur -MCB	UNIV .Tiaret
Mme. M. Henni	CO. Encadreur -MCB	UNIV .Tiaret

REMERCIEMENTS

Ce travail de master a été réalisé au sein du laboratoire de chimie sous la direction de Mme I. ABDELMALEK Maitre de conférences classe B au Département de Chimie de la Faculté des Sciences de la matière de l'Université « IBN KHALDOUN » de Tiaret. On la remercie pour sa contribution de ce travail.

*Il nous est particulièrement agréable d'exprimer nos reconnaissances et nos sincères remerciements au **Melle M. Henni** Maitre à conférence classe « B » à l'université IBN Khaldoun Tiaret d'avoir consacré une partie de son temps pour nous aider et compléter une partie de ce travail.*

On exprime nos remerciements ainsi aux membres de jury de nous avoir fait l'honneur de juger notre travail :

- ***Madame S.Souaalmi**, Maitre de conférences classe « A » à l'Université Ibn Khaldoun, de nous avoir fait l'honneur de présider ce jury.*
- ***Melle T.Boumethered** Maitre de conférences classe « B » à L'Université Ibn Khaldoun, qui acceptée de juger ce travail. Nous l'adressons nos sentiments les plus respectueux.*

*Nous remercions également les ingénieurs de laboratoire de chimie **Melle N. Sehnoune, Mlle S.Kouadria, Mr A.Larbi et Mr A.Hadidi** pour leurs aides précieuses et ses encouragements.*

Il va de soi que nous adressons, en cette circonstance vibrant hommage à tous nos Enseignants qui nous ont permis de nous retrouver la grâce à leurs hautes compétences et à leur dévouement sans limite.

Khadidja

Dédicace

*Merci au dieu tout puissant de m'avoir donné la patience et
le courage*

*A mes très chers parents « Mon Père **Elghool**, Ma Mère **fatma.D** »*

Que dieu les garde et les protège

A mes chères sœurs Karima, Fatima, Rachida et Rekia

A mes chers frères Abdelkader, Benameur et Mohamed

*A ma chère collègue de travail **Rima***

A mes amis « Mariem.H, Soumia.R, Fatima.K, Habiba.F et Fatima. A »

Rima

Dédicace

Merci Au dieu tout puissant de m'avoir donné la patience et

Le courage

*A mes très chers parents « Mon Père **Abdelkader**, Ma Mère **Auda. M.** »*

Que dieu les garde et les protège

*A mes chers frère **AbdeLdjabbar** et **Oussama***

*A ma chère collègue de travail **Khadidja***

*A mes amis « **Sakina, Talia, Souehila, Karima, Amina, Soumia, Rania,***

***Nawal, Hiba, Habiba, Maram et Fatima** »*

Sommaire

Introduction générale	01
Partie bibliographie	
Chapitre I Généralités sur les matières plastiques	
I.1.Introduction	02
I.2.Définition des matières plastiques	02
I.3.Classification des matières plastique	02
I.3.1.les thermoplastiques	04
I.3.2.les thermodurcissables	05
I.3.3.les élastomères	06
I.4. Plastification des polymères	08
I.4.1.La composition des matières plastiques	08
I.4.1.1.Les additifs	08
I.4.1.2.Les Adjuvants	09
I.4.2. Grands procédés de plastification	09
I.4.2.1.Extrusion	09
I.4.2.2.Soufflage de gaine (ou extrusion-gonflage)	11
I.4.2.3.Injection	11
I.4.2.4.Soufflage de corps creux	12
I.4.2.5.Filage textile	12
I.4.2.6.Calandrage	13
Chapitre II Généralités sur les fibres végétales	
II.1.Introduction	14
II.2.Définition de la fibre végétale	14
II.3.Classification des fibres végétales	15
II.4.Composition chimique des fibres végétale	16
II.4.1.Cellulose	16
II.4.2.Hémicellulose	17
II.4.3.Pectine	18
II.4.4.Lignine	18
II.4.5.La cire	19
II.5.Propriétés usuelles des fibres végétales	19
II.5.1.Propriétés physiques des fibres végétales	19
II.5.2.Propriétés mécanique des fibres végétales	20
II.6.Les fibres d'Alfa	22
II.6.1.Présentation générale	22
II.6.1.1.Nomenclature et classification botanique	23
II.6.1.2.Répartition géographique	23
II.6.1.3.Etude botanique	24
II.6.1.3.1.Partie aérienne	24
II.6.1.3.2.Partie souterraine	25
II.7.Domaines d'applications	26

Chapitre III Généralités sur le Chitosane	
III.1.Introduction	27
III.2.Définition d'un polymère biodégradable	27
III.3 Classification des polymères biodégradables	27
III.3.1. Les polymères issus de ressources renouvelables	27
III.3.2. Les polymères naturels	27
III.3.3. Les polymères synthétiques	28
III.4. La chitine	28
III.5. Le Chitosane	29
III.5.1 Procédés d'obtention du Chitosane	30
III.5.2 Propriétés physico-chimiques du Chitosane	31
III.6. Applications générales du Chitosane	34
Chapitre IV Partie expérimentale	
IV.1. Introduction	37
IV.2. Les produits utilisés	37
IV.3.Mode opératoire	37
IV.3.1. Elaboration des Fibres d'Alfa	37
IV.3.2. Préparation des films	42
IV.3.3. Étude de la dégradation des films préparés dans différentes Milieux	43
IV.3.3.1. Étude de la dégradation dans des différents pH	43
IV.3.3.2. Étude de la dégradation dans le Sol	49
IV.3.3.3. Étude de la dégradation thermique des films	50
Conclusion générale	
Conclusion générale	55
Références	
Références	57

Liste des figures

N° de la figure	Légende	Page
Figure II.1	Quelque plantes, origine des fibres utilisées comme renfort dans les matrices polymères.	15
Figure II.2	Classification des fibres végétales selon l'origine	16
Figure II.3	Structure d'une fibre végétale	17
Figure II.4	Représentation de la chaîne de cellulose	18
Figure II.5	Exemple de Structure hémicellulose	18
Figure II.6	La structure de la pectine	19
Figure II.7	Exemple générique de la macromolécule lignine	20
Figure II.8	Exemple de défaut structural sur une fibre de lin	22
Figure II.9	Schématisation des fibres végétales	22
Figure II.10	Alfa à l'état brut	24
Figure II.11	Touffes d'alfa	24
Figure II.12	Morphologie de la plante d'Alfa	26
Figure II.13	Des exemples d'artisanat Alfatière (des paniers, des paillassons, des espadrilles)	27
Figure III.1	La structure chimique de la chitine	30
Figure III.2	La structure chimique de la chitosane.	33
Figure III.3	Les sources naturelles de la chitosane	31
Figure III.4	Procédé d'obtention de la chitine	32
Figure IV.1	Images représentatives des étapes de la préparation de la	38

	fibres d'Alfa.	
Figure IV.2	Spectre FTIR de la fibre d'alfa extraite non traitée.	38
Figure IV.3	Montage expérimentale de traitement chimique des fibres d'alfa	39
Figure IV.4	Spectre FTIR de la fibre FA ₁	40
Figure IV.5	Spectre FTIR de la fibre FA ₂	40
Figure IV.6	Spectre FTIR de la fibre FB ₁	41
Figure IV.7	Spectre FTIR de la fibre FB ₂	41
Figure IV.6	Images représentatives de la préparation des films	43
Figure IV.7	Image représentatives de la dégradation des films dans les trois milieux de pH.	44
Figure IV.8	Le suivie des masses du film F1 dans les pH « 1,2, 7 et 9 »	44
Figure IV.9	Le suivie des masses du film F2 dans les pH « 1,2, 7 et 9 »	45
Figure IV.10	Le suivie des masses du film F3 dans les pH « 1,2, 7 et 9 »	45
Figure IV.11	Le suivie des masses du film F4 dans les pH « 1,2, 7 et 9 »	46
Figure IV.12	Le suivie des masses du film F5 dans les pH « 1,2, 7 et 9 »	46
Figure IV.13	Le suivie des masses du film F6 dans les pH « 1,2, 7 et 9 »	47
Figure IV.14	Le suivie des masses du film F7 dans les pH « 1,2, 7 et 9 »	47
Figure IV.15	Le suivie des masses du film F8 dans les pH « 1,2, 7 et 9 »	48
Figure IV.16	L'enfouissement des films (F1-F8) dans le sol.	49
Figure IV.17	Le suivie de masse des films (F1- F8) enfouis de sol.	50
Figure IV.18	Image représentative des films coupés.	51
Figure IV.19	Suivie des masses en fonction de la température.	51
Figure IV.20	Le suivie de masse en fonction de la température.	52
Figure IV.21	Spectres FTIR de F2 à différentes températures	53
Figure IV.22	Spectres FTIR de F4 à différentes températures.	54
Figure IV.23	Spectres FTIR des films F2, F6, F7 et F8 à 150°C.	56

Liste des tableaux

N° de tableau	Légende	Page
Tableau I.1	Quelques polymères thermoplastiques, leurs caractéristiques et leurs usages.	04
Tableau I.2	Quelques polymères thermodurcissables, leurs caractéristiques et leurs usages.	06
Tableau I.3	Classification des élastomères	07
Tableau II.1.	Propriétés physiques des fibres végétales	21
Tableau II.2	Propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec des fibres de renforcement conventionnelles	23
Tableau II.3	Nomenclature et classification botanique	24
Tableau III.1	Différentes applications du chitosane	36
Tableau IV.1	Les quantités utilisées pour la préparation des films	42
Tableau IV.2	Compositions chimiques des milieux d'étude préparés	43

Introduction Générale

Introduction Générale

Aujourd'hui, les matières plastiques sont présentes presque dans tous les secteurs de l'activité humaine. Ils sont devenus, ces dernières années indispensables dans de nombreux domaines de haute technologie. Les très nombreuses techniques de transformation des matières plastiques brutes permettent d'obtenir toute une gamme de produits finis adaptés à l'usage. On apprécie leur maniabilité, leur esthétique, leur façonnage aisé pour le design, leurs qualités, qui ont font souvent des concurrents de l'acier et des autres métaux notamment grâce à leur légèreté à l'absence de corrosion et à la tenue dans le temps [1-3].

La matière plastique est un mélange contenant une matière de base, un polymère. C'est un ensemble formé de plusieurs macromolécules. Le plus souvent un polymère est organique, il peut être naturel, artificiel, ou encore synthétique par polymérisation [4,5].

L'objet et l'intérêt de l'étude s'articule autour de l'obtention de propriétés favorables des divers composants utilisés.

Le premier objectif de notre étude a consisté à préparer des films plastiques à base de chitosane et la fibre d'alfa. Le deuxième objectif de notre travail sera l'étude de la dégradation de ces films préparés dans différents milieux d'études. Ce travail a été choisi pour le comparer une étude de plastification du chitosane seul qui est déjà mené.

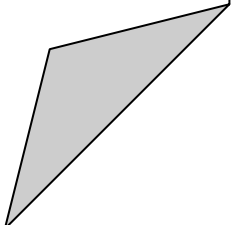
Ce Manuscrit sera organisé comme suivant :

- Le chapitre un présente un rappel bibliographique sur les matières plastiques précisant les définitions, les modes de synthèse et les propriétés de ces matières.
- Le chapitre deux consiste à présenter des généralités sur les fibres végétales, en se concentrant par la suite sur la fibre d'Alfa.
- Le chapitre trois se concentre sur les polymères biodégradables en précisant les sources et l'utilisation du polymère étudié dans notre travail «chitosane ».
- Le chapitre quatre se concentre sur la partie expérimentale et les caractérisations réalisées, il comporte les parties suivantes :
 - La préparation et la caractérisation des fibres préparées.
 - La préparation des films à base du Chitosane utilisant les fibres d'alfa préparées.

- Une étude de dégradation dans différents milieux (milieux aqueux à différents pH, le sol et la dégradation thermique)

- Enfin, on terminera avec une conclusion générale qui résumera le travail entrepris.

Chapitre I
Généralités sur les matières
plastiques



I.1.INTRODUCTION :

Dans ces dernières décennies, les matières plastiques peuplent notre vie quotidienne dans tous les domaines d'utilisation. La matière plastique remplace les autres matériaux à savoir, le métal, le carton, le bois, les verres, la céramique et autres matériaux. Qu'il s'agisse des châssis des fenêtres dans le bâtiment, des éléments de carrosserie et autres composants dans les domaines de l'automobile, de l'aéronautique et navale aussi les meubles, les appareils électroménagers, le matériel électrique, le matériel médical et les moyens de transport.

Partout l'utilisation des matériaux plastiques apportent des solutions de fabrications simples, de réalisations fiables et esthétiques suite à la diversité des procédés de mise en forme comme l'injection, l'extrusion et le thermoformage avec un prix de revient compétitifs, autant d'atouts qui concurrencent les autres matériaux tels que les métaux et le bois.

Ces Matières sont produites essentiellement à partir du pétrole, ils montrent l'évolution rapide dans l'industrie [6].

I.2.DEFINITION DES MATIERES PLASTIQUES :

Le terme « plastique » décrit une grande variété de composés organiques obtenus par synthèse chimique. Produites essentiellement à partir du pétrole, les matières plastiques sont l'un des symboles du 20ème siècle, d'où la bakélite (1909) est le plus ancien plastique entièrement synthétique.

La matière plastique est composée principalement de polymère, qui a la propriété de s'émettre en forme facilement par moulage, extrusion, coulage après un chauffage modéré (100-300 °C) [7].

I.3. CLASSIFICATION DES MATIERES PLASTIQUES :

I. 3.1. Les thermoplastiques :

Les thermoplastiques sont constitués de polymères formés de longues chaînes appelées macromolécules composées d'éléments de base, les monomères, collés les uns aux autres.

Les thermoplastiques forment environ 80% de la production des matières polymériques. Ils sont transformés après fusion sous l'effet de la chaleur, c'est à dire qu'on peut leur donner différentes formes lorsqu'ils sont à l'état fondu ou visqueux. Les thermoplastiques sont transformés à l'aide de plusieurs procédés de mise en œuvre principalement l'extrusion, l'injection, et le thermoformage...Le matériau est refroidi à la fin du procédé afin de lui

permettre de conserver sa forme. Il existe actuellement différents type de thermoplastiques avec des propriétés différentes : souples, rigides, transparent.

A la différence des thermodurcissables, les thermoplastiques ne sont pas modifiés chimiquement pendant leur mise en œuvre, par conséquent les chutes et déchets thermoplastiques peuvent être ramollis et recyclés formant ainsi une deuxième génération de matériau avec des propriétés mécaniques inférieures mais acceptables. A cause de leurs propriétés inégalables, les matières plastiques permettent d'économiser plus de matière [8].

➤ **Caractéristiques et usages des thermoplastiques :**

Sur le tableau suivant, on donne quelques exemples de thermoplastiques, ses caractéristiques et ses usages.

Nom	Caractéristiques	Usages
polyéthylène (PE)	Translucide, inerte, facile à manier, résistant au froid. On distingue deux familles: -le PEBD (polyéthylène basse densité) bonne résistance chimique, chimiquement neutre, facilement transformé et soudé. -le PEHD (polyéthylène haute densité)	Utilisé dans la moitié des emballages plastiques et dans les domaines les plus divers. PEBD : produits souples : sacs, films, sachets, bidons, récipients et bouteilles souples (sauces, shampoing, crèmes ...) PEHD : objets rigides (bouteilles, flacons, bacs poubelles, tuyaux, jouets, ustensiles ménagers, boîtes de conservation, sacs plastiques
polypropylène (PP)	Très facile à colorer. N'absorbe pas l'eau. Aspect brillant et résistant à la température (160°C). Difficile à recycler surtout s'il est imprimé	Pièces moulées d'équipements automobiles (parechocs, tableaux de bord, ...), mobilier de jardin, film d'emballage, bouteilles rigides, boîtes alimentaires résistantes à la température dulave-vaisselle, fibres de tapis, moquettes, cordes, ficelles
polystyrène (PS)	Dur et cassant. Trois types: - polystyrène "cristal" transparent - polystyrène "choc" (HIPS) ; - polystyrène expansé (PSE), inflammable et combustible	Usages variés : mobilier, emballages, jouets, verres plastiques, pots de yaourt. -"cristal": nombreux types de boîtes, boîtiers CD... -HIPS : produits rigides, légers et moulés (bacs à douche...) -PSE : emballage « anti chocs », isolant thermique.

polycarbonate(PC)	Excellentes propriétés mécaniques, bonne résistance thermique jusqu'à 120°C, très transparent, physiologiquement neutre Mauvaise résistance aux contacts prolongés avec l'eau, aux agents chimiques et aux rayons ultraviolets.	casques de moto, boucliers de police, CD et DVD, vitres pare-balle, phares, feux arrière et clignotants d'automobile, matériel médical et prothèses, biberons incassables, profilés de toiture, vitres de cabine téléphonique...
polyesters et polyéthylène téréphtalate (PET)	Résistant à la plupart des agents chimiques, faible coefficient de frottement. Densité élevée. Assez faible résistance thermique.	pièces à fortes exigences mécaniques : engrenages, poulies. La recherche vise à augmenter leur résistance au choc pour permettre la réalisation de plus grosses pièces.
polychlorure de vinyle (PCV)	Rigide ou souple selon les ingrédients qu'on lui incorpore. PVC rigide : aspect lisse et dur	Dans l'industrie de l'ameublement, bâtiment, le génie civil et dans l'alimentaire : pots de margarine, blisters, bouteilles d'eau, emballage alimentaire ... PVC rigide : utilisé pour les tuyaux de canalisation. PVC souple: recouvre certains manches de pinces.
polyamides (PA)	Différents types de PA (selon la longueur des chaînes) distingués par des chiffres. Bon compromis entre qualités mécaniques, thermiques et chimiques. Hydrophiles.	Pièces moulées dans l'appareillage ménager et automobile, tapis et moquettes, pièces de robinetterie, de serrurerie, engrenages, ... Textiles (lingerie et voilages)...
Polyméthacrylate de méthyle (PMMA)	Transparent, même avec une très grande épaisseur (jusqu'à 33 cm d'épaisseur); à la différence du verre. L'ajout de PMMA dissout permet aux huiles lubrifiantes et fluides hydrauliques de conserver leur liquidité au froid (jusqu'à -100°C !)	Nom commercial Plexiglas, Lucite, Altuglas, ... Utilisé pour remplacer le verre pour des vitres incassables, les surfaces des baignoires et des éviers, pour les vitres de grands aquariums résistantes à la pression de l'eau... feux arrière et clignotants, hublots d'avion, fibres optiques, enseignes lumineuses.

Tableau I.1: Quelques polymères thermoplastiques, leurs caractéristiques et leurs usages.

I.3.2. Les thermodurcissables :

Les thermodurcissables sont des plastiques qui prennent une forme définitive au premier refroidissement. La réversibilité de forme est impossible car ils ne se ramollissent plus une fois moulés. Sous de trop fortes températures, ils se dégradent et brûlent (carbonisation). Les molécules de ces polymères sont organisées en de longues chaînes dans lesquelles un grand nombre de liaisons chimiques solides et tridimensionnelles ne peuvent pas être rompues et se renforcent quand le plastique est chauffé. La matière thermodurcissable garde toujours sa forme en raison de ces liaisons croisées et des pontages très résistants qui empêchent tout glissement entre les chaînes.

Les plus connus sont les polyuréthanes, les polyesters, les phénoplastes, les aminoplastes, les élastomères, les résines époxydes et phénoliques. Au départ, les thermodurcissables se présentent sous forme de poudres ou de résines qui subissent une transformation chimique au cours de leur chauffage, de leur refroidissement ou par l'action de durcisseurs [8].

➤ **Caractéristiques et usages thermodurcissables :**

Dans le tableau suivant, on classe les thermodurcissables les plus utilisés donnant ses importantes caractéristiques et ses domaines d'usage :

Nom	Caractéristiques	Usages
polyuréthanes (PUR)	Grande diversité de dureté et textures en fonction des associations chimiques de différents monomères	Mousses souples ou rigides grâce à des agents d'expansion, colles, matelas, sièges de voiture, tableaux de bord, roues de patins à roulettes, chaussures de ski...
polyesters insaturés	Prix peu élevé, durcissement assez rapide sans élimination de produits secondaires. Imprégnation facile des fibres de verre.	Pièces plastiques renforcées par coulée : coques et cabines de bateaux, piscines, carrosseries d'automobiles, Textiles
phénoplastes (PF)	Bonne résistance aux produits chimiques et à la chaleur et électriquement isolantes. Transformable par moulage et par compression. Souvent colorés en brun foncé	domaines scientifiques et réalisation d'objets: téléphones, postes de radio, pour fabriquer les poignées de casserole, de fer à repasser et des plaques de revêtement.

aminoplastes (MF)	deux types principaux : urée-formaldéhyde (UF) et mélamine-formaldéhyde (MF) dont le plus connu est le formica. Dureté et rigidité exceptionnelles, peu sensibles à l'hydrolyse et à la lumière, résistance à l'abrasion, bonne tenue aux solvants, difficilement inflammables. Peuvent être produits en teintes claires	Usages variés : mobilier de cuisine, plans de travail, liants (adhésifs) dans les contreplaqués, bois agglomérés, mélaminés, etc.), moulage en stratifiés décoratifs de revêtements, pièces moulées d'ustensiles de cuisine (plateaux...), matériel électrique (interrupteurs, prises de courant...), vernis de parquets (vitrification), apprêts pour rendre les tissus défroissables ou plastifiés, peintures, etc.
-------------------	---	---

Tableau I.2 : Quelques polymères thermodurcissables, leurs caractéristiques et leurs usages.

I.3.3. Les élastomères :

Un élastomère est une matière plastique qui possède les propriétés du caoutchouc naturel, principalement une grande élasticité et une grande extensibilité. Les élastomères présentent des caractéristiques bien spécifiques : grande élasticité, bonne étanchéité, fort pouvoir amortissant... Employés essentiellement en tant que pneumatiques, on les utilise également sous la forme de joints, de tubes et tuyaux, de membranes, de dispositifs antivibratoires,... dans de nombreux domaines d'activités : automobile, industrie, aéronautique, médecine [9].

On distingue trois grandes catégories qui présentent chacune de nombreux produits aux propriétés variées :

Catégories	Matériaux	Caractéristiques
Caoutchoucs	<ul style="list-style-type: none"> - caoutchouc naturel, cis-1,4-polyisoprène (NR) ; - copolymère styrène-butadiène (SBR) ; - polybutadiène (BR) ; - polyisoprène synthétique (IR) 	<p>Chauffés au-dessus de 65 °C, ils commencent à vieillir et deviennent poisseux. Faible résistance à l'huile et à l'ozone. Propriétés d'amortissement et grande extensibilité (jusqu'à 750 % avant rupture). Excellent résistance au déchirement.</p>

élastomères spéciaux	<p>Co- ou terpolymères d'éthylène propylène et diène (EPM et EPDM)</p> <ul style="list-style-type: none"> - copolymères d'isobutylène isoprène, chlorés ou bromés (IIR, BIIR, CIIR) - copolymères de butadiène acrylonitrile (NBR) - polychloroprènes (CR) 	<p>Température maximum d'utilisation : 150 °C.</p> <p>Selon les matériaux : résistance aux produits pétroliers, aux solvants ; à l'oxydation (O₂ et O₃), aux intempéries, aux produits chimiques corrosifs et au vieillissement... Certains sont ininflammables et ont une grande imperméabilité aux gaz.</p> <p>Parfois sensible à la lumière et à l'ozone et au stockage (tendance à la cristallisation)</p>
élastomères très spéciaux	<p>caoutchoucs de silicone (VMQ, FVMQ)</p> <ul style="list-style-type: none"> - élastomères fluorés (FKM) - polyéthylènes chlorés et chlorosulfonés (CM, CSM) - polyacrylates (ACM) - copolymères éthylène acétate de vinyle (EVM) - éthylène acrylate de méthyle (AEM) - caoutchoucs nitrile hydrogénés (HNBR) - épichlorhydrines (CO, ECO, GECO) - polyuréthanes malaxables (AU, EU) 	<p>Très variables en fonction des matériaux :</p> <ul style="list-style-type: none"> - hautes performances chimiques : résistance aux carburants, à l'ozone, aux huiles, imperméabilité aux gaz et aux produits chimiques agressifs - température de service continu allant de -80°C à 250 °C - Résistance au vieillissement, stabilité de couleur - Propriétés adhésives (colles thermofusibles)

Tableau I.3: Classification des élastomères

I.4. PLASTIFICATION DES POLYMERES :

La mise en œuvre des polymères s'effectue selon différentes techniques de plastification. Le polymère est mélangé à différents produits (stabilisants, lubrifiants, plastifiants, charges, etc.) pour élaborer une formulation qui se présente le plus souvent sous forme de poudre ou de granulés. Cette formulation est ensuite fondue (cas des polymères semi-cristallins) ou plastifiée (cas des polymères amorphes), à la fois par conduction thermique depuis les parois de l'outillage de mise en forme et par dissipation d'énergie mécanique. Cette matière liquide très visqueuse est ensuite forcée dans un outillage qui va donner une première forme au produit : tube, jonc, film, pièce injectée, etc. Cette matière plastique est alors refroidie, dans certains cas étirée et bi-étirée, pour obtenir le produit final. De ce processus de mise en forme, des paramètres d'étirage et de refroidissement, vont dépendre la microstructure du polymère, et donc ses propriétés [10].

La matière plastique utilisée par les industrielles sous plusieurs nuances et noms est constituée principalement d'un polymère, un adjuvant et un additif. Ces différents composés sont introduits dans le polymère de base pour améliorer les propriétés mécanique, physiques, chimiques et thermique (résistance aux chocs, résistance au courant électrique, résistance au vieillissement, résistance aux hydrocarbures)[11].

I.4.1. La composition des matières plastiques :

I.4.1.1. Les additifs : Ils occupent plus de 10 % dans la composition du produit fini. Ils sont des charges sous forme d'éléments fragmentaires, de poudres ou liquide, qui modifient une propriété de la matière à laquelle on l'ajoute (par exemple la tenue aux chocs, la résistance aux UV, le comportement au feu...).Peuvent être également utilisés pour diminuer le coût des matrices en résine [12] :

- **Plastifiants :** Les plastifiants sont des solvants lourds, qui incorporés au polymère de base, modifient sa structure.
- **Charges et renforts :** Les charges et renforts sont utilisés en grande quantité dans le polymère pour diminuer son coût et augmenter la résistance mécanique du produit fini.
- **Agents gonflants :** Les agents gonflants sont utilisés pour conférer une structure cellulaire -allégée au matériau après sa mise en forme. La transformation est réalisée sous l'action de la chaleur ou par réaction chimique.

I.4.1.2. Les Adjuvants : Les adjuvants entrent pour moins de 10 % dans la composition du produit fini, parfois moins de 1 %.

- **Les Colorants et les pigments :** les colorants solubles sont introduits dans le polymère, les colorants insolubles sont mis sous forme de dispersion au moment de la transformation de la matière plastique.
- **Les Lubrifiants :** les lubrifiants sont destinés à faciliter la mise en œuvre de la matière en particulier au cours de l'injection, ils réduisent le frottement entre la matière et l'acier de l'outillage. Ils sont utilisés entre 1 à 2 % de la matière d'œuvre.
- **Les Stabilisants :** les stabilisants sont destinés à ralentir ou retarder une transformation de la matière. Exemple : coloration aux ultraviolets.
- **Les fongicides :** les fongicides sont destinés à empêcher l'attaque des polymères par des organismes vivants. Ils sont utilisés pour les résines cellulosiques et vinyliques plastifiées et l'acétate de vinyle.

L'originalité de la mise en œuvre des polymères tient à un certain nombre de caractéristiques résultant de leur composition chimique et de leur structure moléculaire en longues chaînes linéaires (ou ramifiées) et enchevêtrées : forte viscosité, comportement viscoélastique, faible conductivité thermique.

Les différentes chaînes moléculaires s'organisent entre elles pour donner à la matière une structure. Des interactions physico-chimiques et des interactions géométriques vont se créer. On distingue deux types de structures.

I.4.2. Grands procédés de plastification :

I.4.2.1. Extrusion :

A. L'extrudeuse monovis : L'extrusion est de loin le procédé le plus important, la plupart des polymères passant au moins une fois dans une extrudeuse, ne serait-ce que pour être granulés. Une extrudeuse monovis est constituée d'une vis sans fin en rotation à l'intérieur d'un fourreau chauffé. Ce système, issu de l'industrie alimentaire et de l'industrie du caoutchouc, assure les trois fonctions suivantes [13]:

- une fonction de convoyage : le polymère descendant de la trémie sous forme de poudre ou de granulés est compacté et convoyé : c'est le principe de la vis d'Archimède ;
- une fonction de plastification : le passage de l'état solide à l'état liquide est réalisé progressivement grâce à la fois à la chaleur fournie par conduction et à la dissipation d'énergie de cisaillement ;
- une fonction de pompage: le diamètre de la vis augmente entre la zone d'alimentation et la zone terminale de l'extrudeuse, ce qui aboutit à mettre le polymère liquide en pression pour obtenir un débit régulier dans la filière.

B. Filières et dispositifs de post-extrusion : A la sortie de l'extrudeuse, le polymère fondu entre dans une filière, qui a pour but de répartir le flux de matière et de le faire passer à travers un orifice, qui lui donne une forme correspondant à différents types de produits[14]:

- joncs, qui sont coupés sous eau à grande vitesse pour produire des granulés, ou qui servent à l'usinage de pièces mécaniques.
- plaques, feuilles et films : quand l'épaisseur du polymère est importante, de 1 à plusieurs millimètres, on parle de plaque. Celle-ci est généralement conformée et refroidie entre des cylindres, puis découpée à la dimension désirée. Les feuilles et les films sont des produits plus minces pouvant être enroulés sous forme de bobines. Les feuilles correspondent à une épaisseur supérieure à 250 - 500 μm , les films étant les produits les plus minces. Toutefois, il y a souvent confusion entre les deux termes dans la gamme de 250 à 500 μm . Le polymère est extrudé à travers la filière plate, étiré sur une courte distance dans l'air, de l'ordre de 10 cm, et refroidi par contact avec un rouleau thermostaté. Une des applications est de fournir des feuilles et des films, dits primaires, destinés au monoétirage (bandelettes de polyéthylène et de polypropylène), au biétirage (films de polypropylène pour condensateurs, films de PET pour bandes audio et vidéo) et au thermoformage (pots de yaourts).
- tubes : en sortie de filière, le tube passe dans un conformateur, constitué d'un anneau refroidi et percé de trous par lesquels l'eau sous pression vient figer la surface extérieure du tube tout en lubrifiant son déplacement. Une légère surpression appliquée à l'intérieur du tube permet de lui conserver la géométrie cylindrique et de le plaquer sur le conformateur. Le tube poursuit son refroidissement par déplacement dans un ou plusieurs bacs d'eau avant d'être découpé à la longueur requise.

- gainage de câbles : le refroidissement s'effectue comme précédemment par passage dans des bacs d'eau de longueur variable selon l'épaisseur de l'isolant et la vitesse d'extrusion.
- profilés : pour conserver la forme du profilé en sortie de filière, on le fait passer dans un conformateur analogue à celui présenté pour les tubes.

I.4.2.2. Soufflage de gaine (ou extrusion-gonflage) :

Il s'agit d'un cas particulier d'extrusion, mais qui a pris une importance économique considérable du fait des tonnages de films en polyéthylène de haute, moyenne ou basse densité qu'il permet de réaliser. Le polymère fondu passe d'abord dans une filière de tube. A la sortie de la filière, il est étiré longitudinalement par un système de rouleaux pinceurs. Une certaine quantité d'air emprisonnée à l'intérieur de la gaine assure son gonflage, c'est-à-dire son étirage transversal. La gaine est refroidie par un jet d'air comprimé appliqué en sortie de filière par un anneau de refroidissement. A partir d'une certaine ligne, appelée ligne de figeage, elle est entièrement solidifiée et ne se déforme plus.

I.4.2.3. Injection :

Le procédé d'injection permet de fabriquer des pièces de géométrie complexe en une seule opération. Les différentes phases du cycle d'injection se déroulent de la manière suivante [10]:

- Le polymère est fondu dans un dispositif vis-fourreau semblable à celui de l'extrudeuse monovis, mais dans lequel la vis possède une possibilité de mouvement supplémentaire.
- Dans un premier temps, la buse à l'extrémité du fourreau étant obturée, la vis tourne en reculant et le polymère fondu s'accumule en tête de vis.
- Une fois que la quantité de polymère nécessaire à la fabrication de la pièce a été fondue, la buse s'ouvre et la vis se transforme en piston qui injecte à grande vitesse le polymère chaud dans un moule fermé et froid : c'est la phase de remplissage.
- Le refroidissement du polymère est lent du fait de sa faible conductivité thermique. Il est donc possible de compenser en partie la variation de volume spécifique du polymère en continuant à injecter du polymère liquide sous forte pression : c'est la phase de compactage.

- Une fois que le canal reliant la buse de la presse à injecter au moule est solidifié, il n'y a plus de compactage possible. La pièce continue à se refroidir dans le moule puis, après éjection, à l'extérieur du moule.

I.4.2.4. Soufflage de corps creux :

Deux grands types de procédés sont actuellement [10] :

A. Extrusion-soufflage : Elle permet de fabriquer des bouteilles de lait, des flacons de détergents, des réservoirs d'essence. Un tube de polymère ou paraison est extrudé, pincé mécaniquement à sa partie basse, découpé dans sa partie haute, puis transféré dans un moule et soufflé. La viscoélasticité du polymère, responsable d'une augmentation de la viscosité élongationnelle avec le taux d'élongation, permet d'obtenir une épaisseur finale régulière. La température d'interface élevée entre le polymère et l'air permet d'effectuer ces opérations successives en série sans avoir à réchauffer le polymère. La température d'interface basse entre le polymère et l'acier du moule aboutit à une solidification instantanée de la pièce et autorise des cadences de fabrication élevées.

B. Injection-soufflage (ou biétirage-soufflage) : Elle permet de fabriquer des bouteilles pourvues de bouchons et résistant à la pression : eau et boissons gazeuses, produits d'entretien, etc. Une préforme de polymère, généralement du PET, est injectée, réchauffée grâce à un chauffage infrarouge, puis transférée dans un moule et soumise simultanément à un étirage à l'aide d'une canne, et à un soufflage.

I.4.2.5. Filage textile :

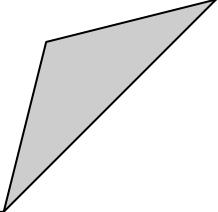
Il existe une très grande variété de procédés de filage textile selon que l'on s'intéresse à des polymères fondus ou en solution, selon que le polymère est étiré et refroidi dans l'air sur une grande distance, ou selon qu'il est étiré dans l'air sur une courte distance puis refroidi dans l'eau. Le filage à haute vitesse, jusqu'à 5000 m/min, permet de réaliser la plupart des fils en polyamide et en polyester. Le polymère est filtré à la sortie de l'extrudeuse dans un « pack de filage », puis réparti sur une plaque filière qui peut comporter plusieurs centaines de trous de diamètre inférieur au millimètre. Les filaments sont étirés dans une soufflerie d'air à des taux d'étirage (rapport de la vitesse d'appel à la vitesse d'extrusion) supérieurs à 100, ensimés puis rassemblés en fibres, qui sont bobinées à vitesse constante. Ici, également, c'est la

conjonction d'une forte viscoélasticité et d'une température d'interface élevée qui permet de réaliser des filaments très fins (diamètre final 10 μm), à très grande vitesse [14].

I.4.2.6. Calandrage :

C'est un procédé réservé au caoutchouc et au PVC. Les opérations successives ont pour but de mélanger le polymère à un certain nombre d'additifs (stabilisants, lubrifiants, etc.), de gélifier progressivement le mélange obtenu en dissipant de l'énergie par cisaillement sans atteindre la température de dégradation, puis de forcer le polymère entre les cylindres successifs d'une calandre (entre 3 et 5 cylindres selon les cas). La feuille obtenue est étirée puis refroidie avant d'être enroulée [14].

Chapitre II
Généralités sur les fibres
végétales



II.1.INTRODUCTION :

Les fibres naturelles sont d'origine animale ou végétale. Elle représente une grande importance dans l'industrie d'où les fibres les plus utilisées sont les fibres de coton, lin et chanvre, ou encore de sisal, jute, kénaf ou coco...

De nombreuses ressources en fibres naturelles ont été explorées au fil du temps pour l'industrie à cause de la finesse, la résistance et la longévité des fibres produites. Ces différentes ressources sont utilisées pour la production de vêtements, de tissus, de tapis, de cordages ou de sacs de manutention.

La fibre végétale est une fibre naturelle constituée de cellulose et de cellules mortes constituée principalement de cellulose, d'hémicellulose, de lignine et de pectine. Les fibres végétales peuvent permettre aux matériaux industriels de réduire leur dépendance au pétrole grâce à leurs propriétés mécaniques, leur faible densité, leur résistance à la chaleur, leur absorption acoustique, leurs propriétés de surface et leur biodégradabilité.

II.2.DEFINITION DE LA FIBRE VEGETALE :

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. En proportion relativement faible d'extractibles non azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales. Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [15].

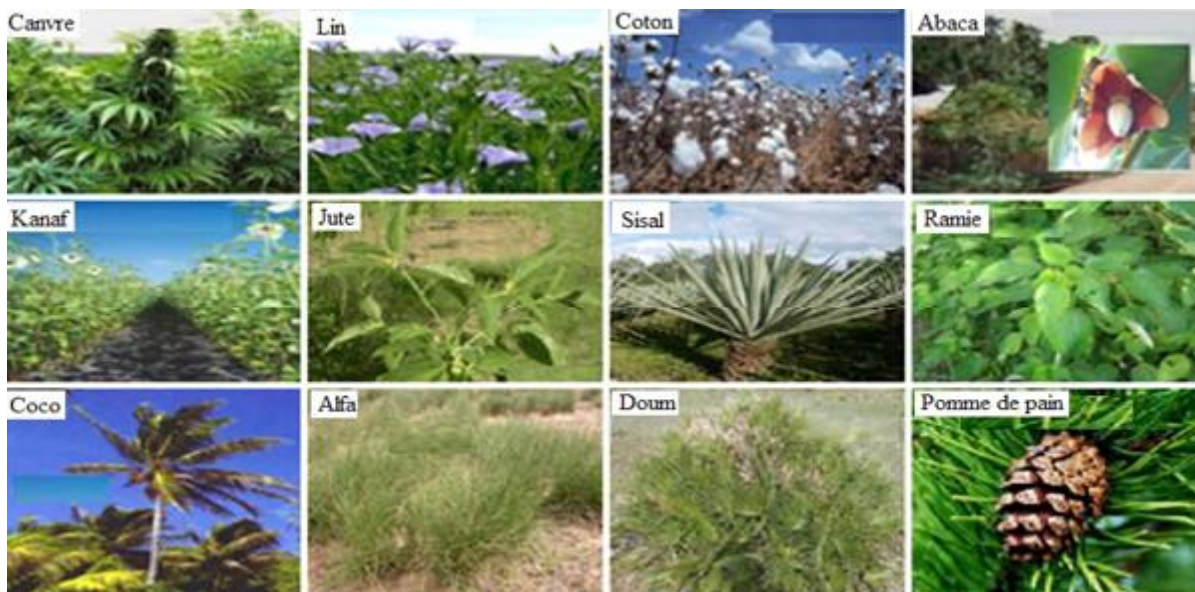


Figure II.1 : Quelques plantes, origine des fibres utilisées comme renfort dans les matrices polymères [17].

II.3.CLASSIFICATION DES FIBRES VEGETALES :

Les principaux critères qui distinguent la fibre :

- Les fibres végétales sont classées en fibres de tige (tel, jute, lin, ramie), en feuilles (sisal, abaca, herbacées).
- La teneur en holocélulose (cellulose et hémicelluloses) et la lignine. On peut distinguer la fibre ligneuse (dure et rigide provenant des matériaux du bois) et les fibres non ligneuses (douces, souples issues des végétaux relativement moins ligneux tels que le kénaf, le Chenils, le sisal, le jute et le lin)
- Les fibres fibreuses peuvent être divisées en deux catégories : les fibres longues, appelées libériennes, proviennent des tiges et de l'écorce des tiges annuelles des plantes. Elles sont douces, tandis que les longues fibres de feuilles ou de bûches sont plus longues et plus rigides en raison de leur teneur élevée en lignine. Et fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues [15, 16].

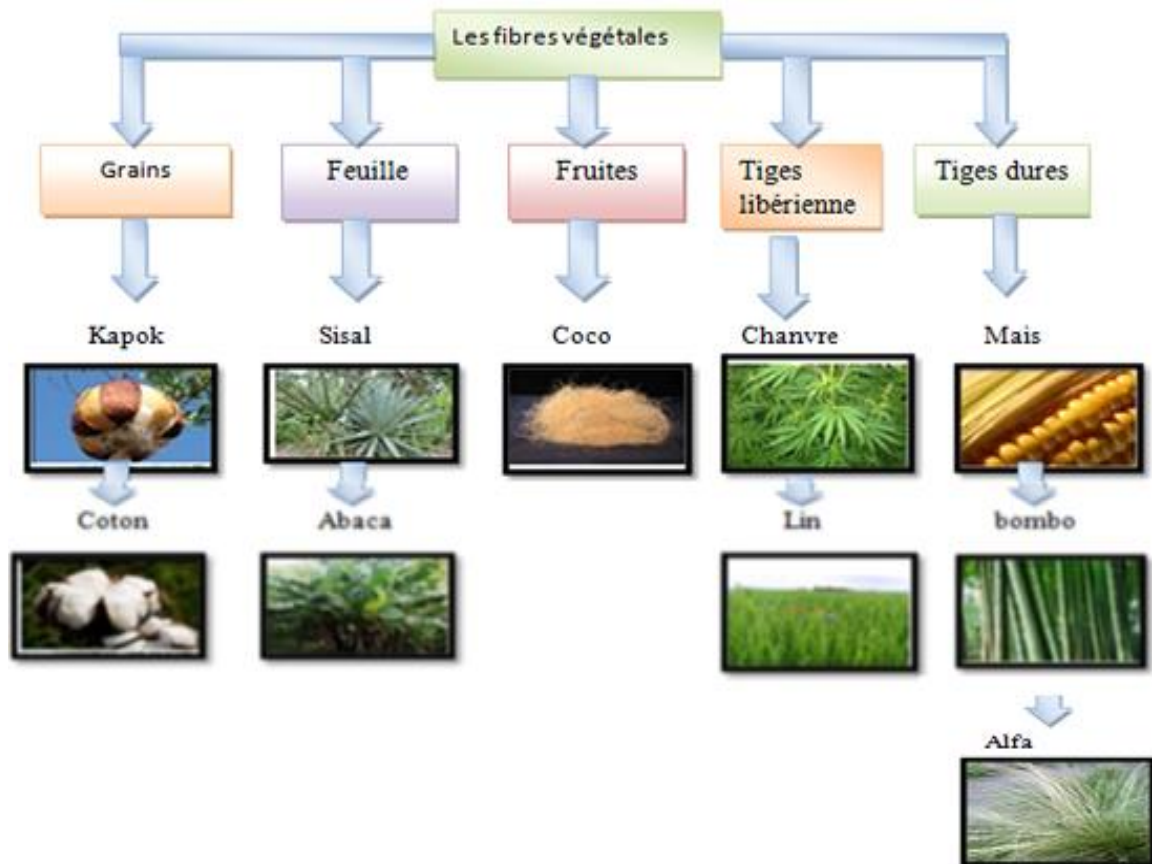


Figure II.2 : Classification des fibres végétales selon l'origine [18].

II.4.LA COMPOSITION CHIMIQUE DES CHARGES VEGETALES :

Les fibres naturelles sont principalement constituées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Elles contiennent aussi des quantités faibles en protéines, extractibles Et quelques composés inorganiques. La proportion de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine varie d'une espèce à une autre [18].

Dans le bois, la cellulose est concentrée à l'intérieur de la fibre. Les parois extérieures de la fibre sont composées principalement de lignines et d'hémicelluloses et les lamelles de jonction inter fibres sont composées presque uniquement de lignine. Un réseau supplémentaire de pectines (polymères de polysaccharides acides) augmente la complexité de la matrice. Le réseau polysaccharidique peut également être solidifié par un réseau secondaire de protéines HRGP (Hydroxy proline RichGlycoProtéines).

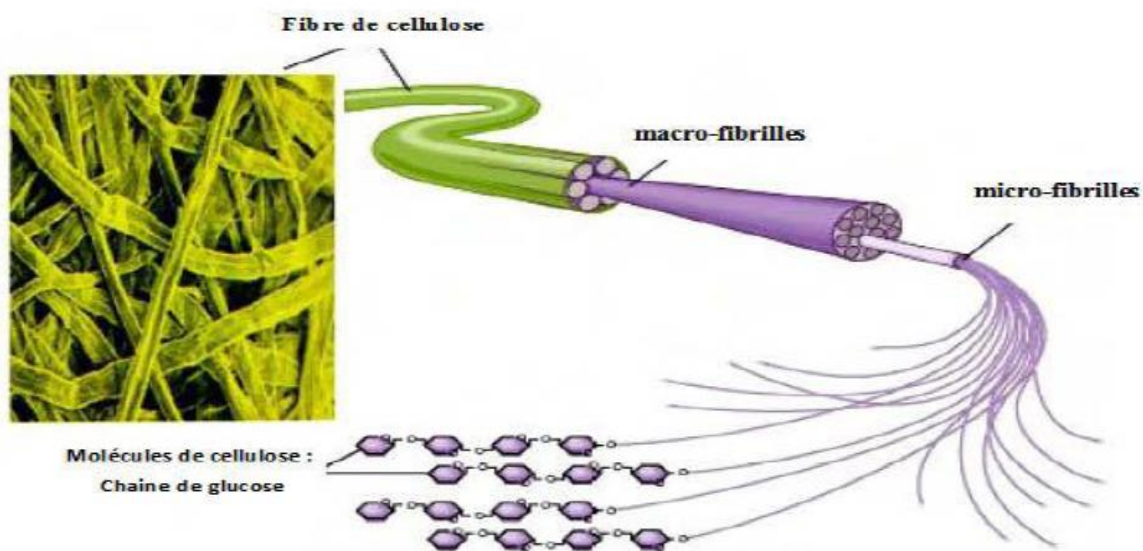


Figure II.3 : Structure d'une fibre végétale [19].

II.4.1.Cellulose :

La cellulose de formule brute $(C_6H_{10}O_5)_n$ est le constituant qui assure la protection et le soutien dans les organismes végétaux. Elle se situe dans la paroi des fibres et constitue la substance organique la plus abondante dans la nature. La cellulose est un homopolysaccharide composé d'unités β -D-glucopyranose liées entre elles par une liaison glycosidique β . D'un point de vue chimique, la cellulose est une molécule formée de longues chaînes dont le motif de base est le glucose.

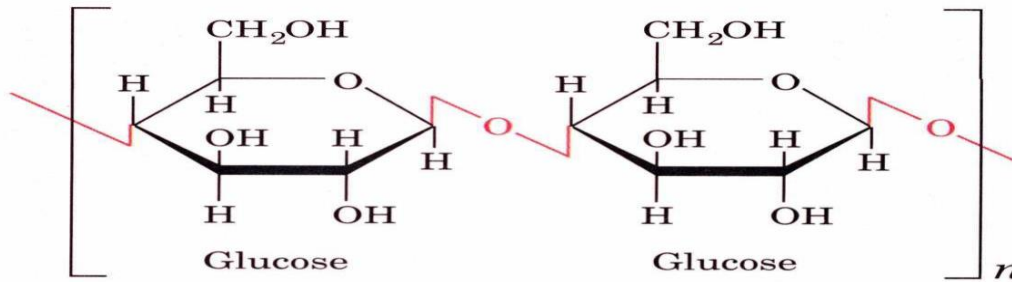


Figure II.4 : Représentation de la chaîne de cellulose [20], n : degré de polymérisation.

Le nombre de maillons D-glucopyranose (n), appelé degré de polymérisation (DP) n'est pas connu dans la cellulose native. De plus, il est toujours exprimé comme une moyenne puisque dans la plupart des échantillons, il y a une large distribution de masse moléculaire. Il diffère énormément selon l'origine de la cellulose, il est d'environ 26500 dans l'algue valonia 9000 dans le chanvre et dans le lin, et de l'ordre de 8000 pour l'épicéa [21].

La diffraction des rayons X par les monocristaux de la cellulose a permis d'établir que deux motifs β -D-glucopyranosyles adjacents ne sont pas dans le même plan moyen. Ceci est dû aux liaisons hydrogène intramoléculaire entre l'oxygène hétérocyclique et l'hydrogène du groupement hydroxyle fixée sur le carbone III.

II.4.2.Hémicellulose :

Les hémicelluloses sont des polysaccharides, qui se trouvent dans tous les végétaux caractérisés par des masses molaires beaucoup plus faibles que celle de la cellulose et par des structures moins régulières à la fois par la présence de différentes unités dans leurs chaînes et/ou de ramifications. Si l'on considère que le bois est un matériau composite dans lequel la cellulose est la fibre de renfort et la lignine est la matrice, les hémicelluloses jouent le rôle de comptabilisant à l'interface entre ces deux éléments [21].

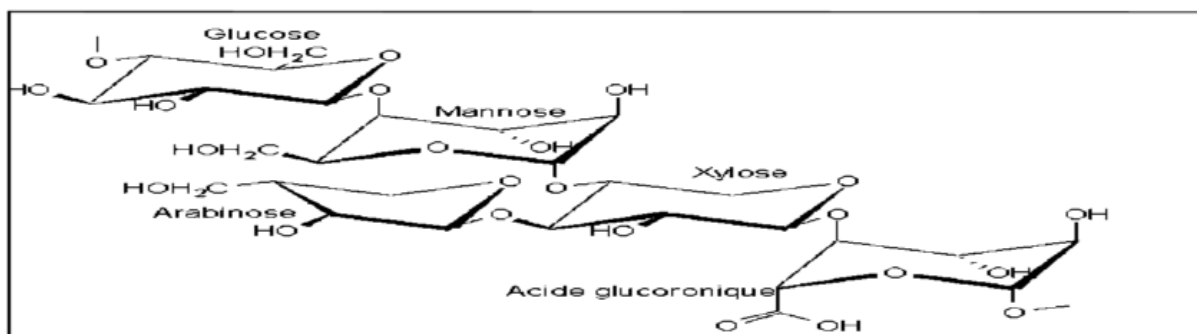


Figure II.5:Exemple de Structure hémicellulose [22].

II.4.3. Pectine :

La pectine, substance dérivée de glucides complexes, analogue à l'amidon, produit par de nombreux végétaux. Les pectines sont des substances amorphes blanches qui forment dans l'eau une solution visqueuse [23].

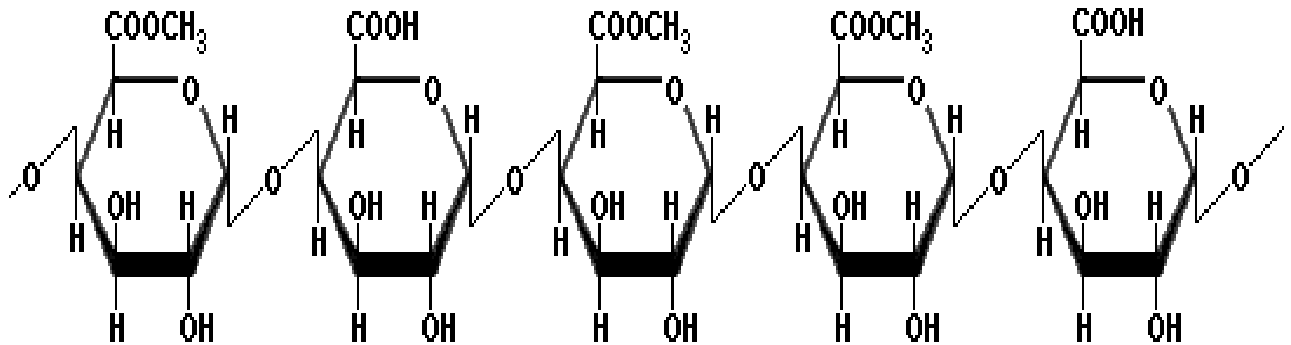


Figure II.6 : La structure de la pectine [24].

II.4.4. La lignine :

La lignine est la deuxième macromolécule présente dans les végétaux. Il s'agit d'un polymère réticulé in situ ayant une structure très complexe qui varie aussi en fonction de l'espèce et de l'âge du végétal, des conditions climatiques environnantes, etc. La structure de base est du phénol propane, elle possède une partie variable associée à la présence de substituant méthoxy en position 3, 4 et/ou 5 du noyau aromatique. L'autre caractéristique commune à toutes les lignines est la présence de fonctions OH aliphatiques mais là aussi, leur fréquence varie considérablement selon l'origine de polymère. Il est important de souligner que dans le végétal, la lignine est liée au polysaccharide par des liaisons covalentes qui améliorent le caractère adhésif de l'interface entre cette matrice et les fibres cellulosiques. Cette comptabilisation est assurée par l'hémicellulose [25]. Ces polymères aromatiques apparaissent dans les tissus secondaires des plantes supérieures. Ils forment un réseau tridimensionnel qui confère à la paroi son imperméabilité et sa résistance aux attaques microbiennes. Les lignines possèdent une fonction protectrice vis-à-vis des polysaccharides contre la dégradation biologique et atmosphérique et en termes de résistance à l'humidité [26]. La structure de la lignine peut être représentée par l'exemple générique présenté dans la figure ci-dessous :

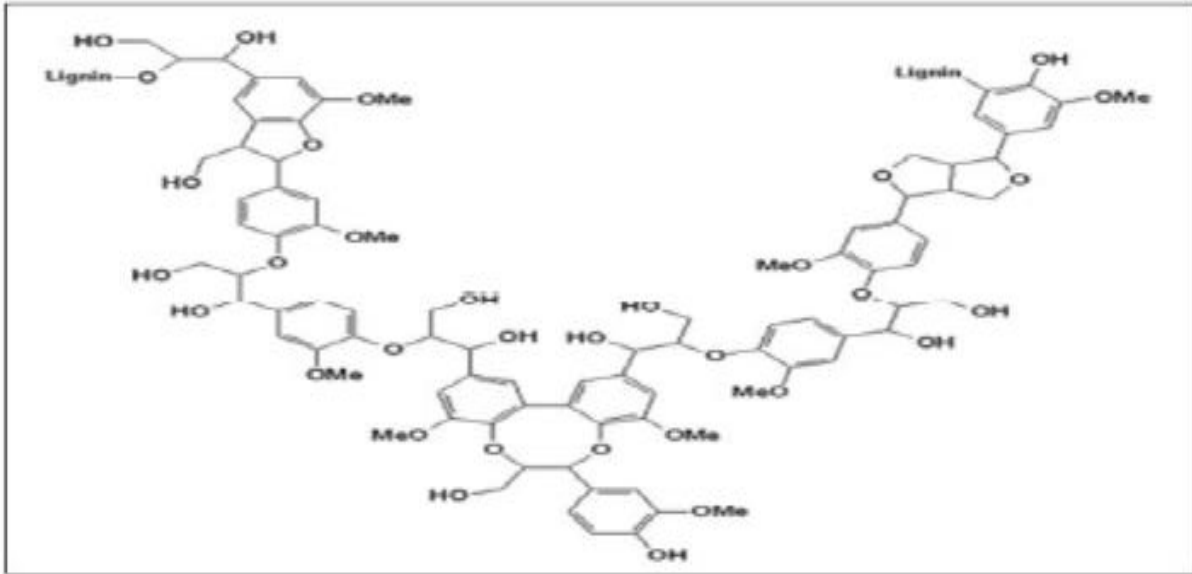


Figure II.7 : Exemple générique de la macromolécule lignine [26].

II.4.5. La cire :

La cire est une partie des fibres qui peut être extraite avec une solution organique. Elle est constituée de différents types d'alcools, qui sont insolubles dans l'eau et se gonflent.

II.5. PROPRIETES USUELLES DES FIBRES VEGETALES :

Hormis le fait qu'elle soit renouvelable et neutre en CO_2 . Les fibres végétales présentent de nombreux intérêts.

II.5.1. Propriétés physiques des fibres végétales

En règle générale, la fibre végétale est caractérisée par sa densité, sa teneur en eau et son taux d'absorption d'eau. Il est également caractérisé mécaniquement par la résistance à la traction, l'allongement à la rupture et le facteur élastique [23].

Fibres	Diamètre (μm)	Longueur (mm)	Facteur de forme (L/D)	Angle micro fibrillaires (degré)	Densité (Kg/m^3)	Reprise de l'humidité
Abaca	17 – 21,4	4,6 – 5,2	257	-	1500	14
Bagasse	20	1,7	-	-	550 – 1250	-
Banane	-	2 – 3,8	-	11 – 12	1300 - 1350	-
Coco	16,2-19,5	0,9 – 1,2	64	39 – 49	1250	13
Bambou	10 – 40	2,7	-	-	1500	-
Coton	11,5 – 17	20 – 64	2752	20630	1550	8,5
Lin	17,8-21,6	27,4-36,1	1258	5	1400 – 1500	12
Chanvre	17 -22,8	8,3 -14,1	549	6,2	1400 – 1500	12
Jute	15,9-20,7	1,9 – 3,2	157	8,1	1300 – 1500	17
Kapok	15 – 35	32	724	-	384	10,9
Kénaf	17,7-21,9	2 – 2,7	119	-	1220 – 1400	17
Ananas	20 – 80	-	-	6 – 14	1520 – 1560	-
Ramie	28,1 – 35	60 – 250	4639	-	1550	8.5
Sisal	18,3-23,7	1,8 – 3,1	115	10 – 22	1300 – 1500	14

Tableau II.1 : Propriétés physiques des fibres végétales.

II.5.2 Propriétés mécaniques de la fibre végétale :

Il est très difficile de présenter un tableau qui répertorie toutes les propriétés des fibres lignocellulosiques. La grande variabilité constitutive et anatomique de la fibre végétale implique une variabilité de leurs propriétés mécaniques.

La faiblesse de la masse volumique des fibres végétales ($1,2$ à $1,5 \text{ g/cm}^3$) confère à ces matériaux des propriétés mécaniques spécifiques intéressantes. Les fibres longues ont des contraintes en traction plus faibles que les fibres courtes, du fait que les premières ont de plus grandes probabilités de contenir des défauts de formation. La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant un module d'élasticité relativement plus élevé (90 - 137 Gpa), comparé à celui de la fibre de verre qui est de 75 Gpa . Ainsi un index de cristallinité de la cellulose d'une fibre élevé est indicateur de propriétés mécaniques élevées.

Les fréquents défauts structuraux (**Fig II.8**) observés de la surface des fibres sont des conséquences de la grande variabilité de morphologie, de composition chimique, de structure et de comportement mécanique spécifique de ces fibres.

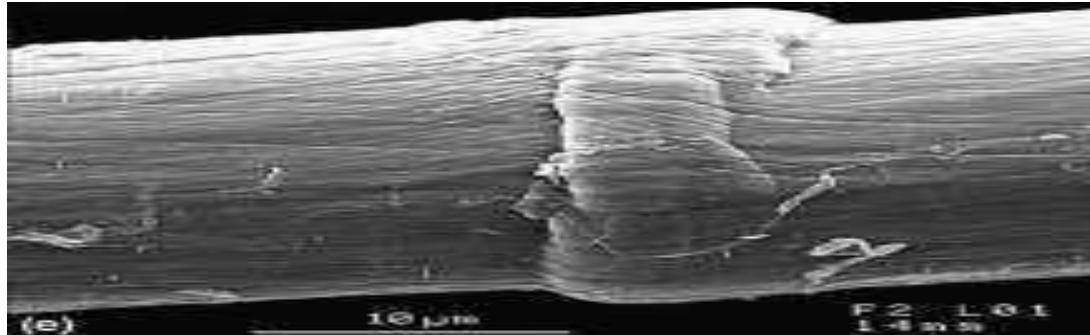


Figure II.8: Exemple de défaut structural sur une fibre de lin [28].

L'angle micro fibrillaire explique en partie la déformation élastique de la fibre végétale et dès lors son allongement à la rupture en traction. En effet, sous l'action de forces de traction relativement faibles, la fibre lignocellulosique subit une déformation réversible du fait de l'alignement progressif des microfibrilles cellulosiques avec l'axe de la fibre et une déformation élasto-viscoplastique des polymères amorphes [28].

Si la sollicitation de la fibre est plus forte, la déformation de celle-ci entre dans une phase irréversible qui peut se poursuivre jusqu'à la rupture. Un angle micro fibrillaire élevé suppose une déformation élastique plus importante pour une sollicitation de la fibre en traction faible [29].

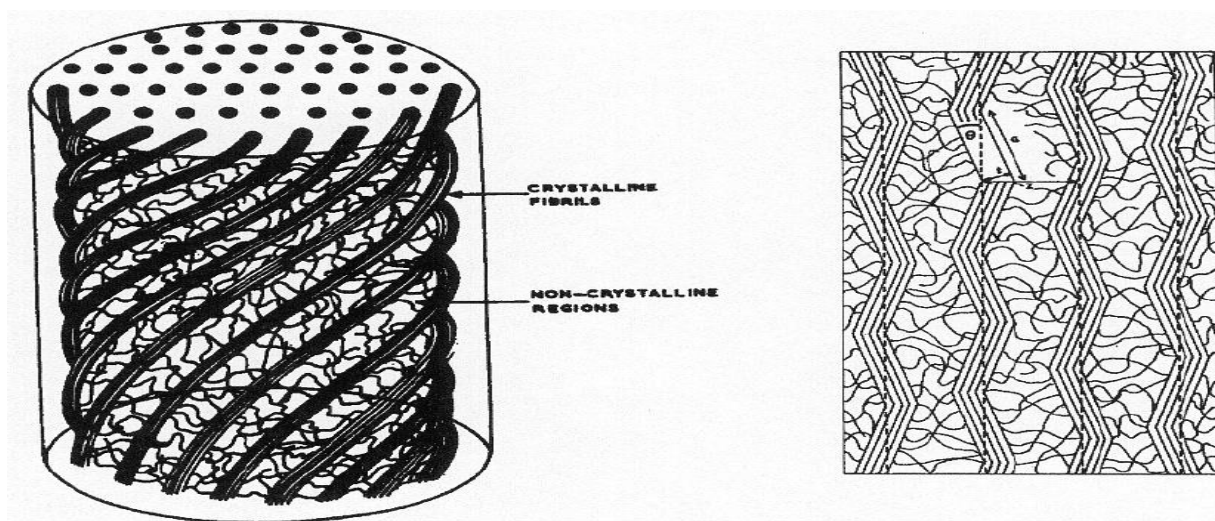


Figure II.9 : Schématisation des fibres végétales [30].

Fibre	Densité (g/cm ³)	Allongement(%)	Résistance à la traction (Mpa)	Module de Young (Gpa)
Coton	1,5-1,6	7- 8	287–597	5,5-12,6
Jute	1,3	1,5 – 1,8	393–773	26,5
Lin	1,5	2,7 – 3,2	345–1035	27,6
Chanvre	–	1,6	690	–
Ramie	–	3,6-3,8	400–938	61,4-128
Sisal	1,5	2,0 – 2,5	511–635	6,4- 22
Coco	1,2	30	175	4-6
Verre E	2,5	2,5	2000–3500	70
Verre S	2,5	2,8	4570	86
Aramide	1,4	3,3 – 3,7	3000–3150	-
Carbone	1,4	1,4 – 1,8	4000	63-67

Tableau II.2 : Propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec des fibres de renforcement conventionnelles [31].

II.6. LA FIBRE D'ALFA :

II.6.1. Présentation générale :

L'Alfa est une herbe vivace typiquement méditerranéenne, elle pousse en touffes d'environ 1m à 1m20 de haut formant ainsi de vastes nappes. Elle pousse spontanément notamment dans les milieux arides et semi arides, elle délimite le désert, là où l'Alfa s'arrête, le désert commence.

Le nom latin d'alfa est *Stipa Tenacissima* L, la plante est une graminée et est un membre de la famille des herbes. Grâce à la faible consommation d'eau, l'alfa est endémique dans la région méditerranée d'ouest, une région plutôt sèche. Afrique du Nord (Algérie, Tunisie, Maroc, et Libye), et Europe du Sud (Espagne, Italie). Chaque année la quantité d'alfa poussant diminue à cause d'actions humaines telles que l'exploitation irrationnelle, le surpâturage, les incendies [32].



Figure II.10 : Alfa à l'état brut

Figure II.11 : Touffes d'alfa

II.6.1.1. Nomenclature et classification botanique

Nom vulgaire : L'alfa, en anglais Esparto	
Nom scientifique : Stipa Tenacissima L.	
Classification [19] :	
Règne :	Plantae
Sous règne :	Tracheobionta
Super Division :	Spermatophyta
Division :	Magnoliophyta
Classe :	Liliopsida
Ordre :	Poales
Famille :	Poaceae
Genre :	Stipa L
Espèce :	Stipa tenacissima L

Tableau II.3: Nomenclature et classification botanique

II.6.1.2. Répartition géographique :

Par ailleurs, c'est l'une des espèces xérophiles qui caractérise le mieux les milieux arides méditerranéens à l'exclusion des secteurs désertiques. Sa terre d'élection est l'Afrique du Nord, et tout particulièrement les hauts plateaux du Maroc et de l'Algérie. Mais cette espèce est présente aussi en Espagne, au Portugal, aux Baléares, et elle s'étend vers l'Est jusqu'à l'Égypte en passant par la Tunisie et la Libye. En France, elle serait présente uniquement dans le département du Var. Au sud et à l'est, la limite naturelle de l'Alfa est déterminée par la sécheresse en bordure du Sahara. En revanche, au nord et à l'ouest, c'est l'humidité croissante

du climat qui l'élimine de la flore, elle est beaucoup plus rare dans les étages subhumide et surtout humide. La répartition territoriale connue à ce jour est estimée à [2033,2134, 2335] :

- Algérie : 4.000.000 ha
- Maroc : 3.186.000 ha
- Tunisie : 600.000 ha
- Lybie : 350.000 ha
- Espagne : 300.000 ha

II.6.1.3. Etude botanique :

L'alfa est une plante pérenne comprenant une partie souterraine, capitale pour la régénération et une partie aérienne, celle qui est récoltée et atteint 1 mètre de hauteur. Il forme des touffes circulaires s'évidant graduellement au centre, au nombre de 3000 à 5000 en moyenne à l'hectare dans un peuplement normal, dans un peuplement dégradé, le nombre tombe de 1000 à 2000 touffes [36].

II.6.1.3.1. Partie aérienne

La partie aérienne de l'Alfa, c'est à dire sa feuille, est constituée par des rameaux portant des gaines surmontées de limbes de 30 à 120 cm, qui, par l'effet de la sécheresse, se recourbent en gouttières et prennent l'aspect d'une feuille de jonc [37].

- a) **La tige** : Elle est creuse et cylindrique, sa cavité est interrompue régulièrement au niveau du nœud par des diaphragmes résultant de l'enchevêtrement des faisceaux conducteurs. Au niveau de chaque nœud existe un bourgeon qui peut donner naissance soit à un entre-nœud, soit à une tige aérienne, ou reste dormant parfois pendant plusieurs années et constitue une réserve qui entre en activité lorsque la souche est épuisée [38].
- b) **La feuille** : La longueur des limbes varie de 25 à 120 cm, les longueurs moyennes varient de 40 à 60 cm. Le limbe est pendant la période végétative étalé rubané et de couleur vert foncée mais sous l'effet de la sécheresse la teinte verte devient blanchâtre. Les feuilles d'alfa persistent durant au moins 2 ans [39].

- c) **les fleurs** : La fleur est protégée par deux glumes d'égale longueur. La glumelle supérieure bifide au sommet, velue dorsalement, porte une arête et la glumelle inférieure est plus fine. Généralement, les fleurs apparaissent vertes la fin avril début mai [39].
- d) **Les fruits** : C'est un caryopse appelé graine qui mesure 5 à 6 mm de longueur [40] linéaire, allongé avec un hile formant le sillon longitudinal. Sa partie supérieure est brune et porte souvent les stigmates desséchés.

II.6.1.3.2. Partie souterraine

La partie souterraine de la plante est un rhizome à entre-nœuds très courts (il s'en forme un par saison végétative) portant des racines adventives s'enfonçant dans le sol et des bourgeons qui se développent ou restent dormants [41].

- a. **Les rhizomes** : Représente des souches compactes homogènes qui deviennent circulaires par le dépérissement des rameaux anciens du centre. Le rhizome forme des entres nœuds et porte des racines très ramifiées. Au niveau des entres nœuds se développent les feuilles et on trouve des bourgeons dormants et des ébauches de racines adventives futures.
- b. **Les racines** : L'alfa présente une biomasse racinaire très importante, supérieure à sa biomasse aérienne [42]. Elle a des racines adventives de 2 mm de diamètre environ, présentent plusieurs ramifications et des racines fasciculées de formes circulaires, sa profondeur de 30 à 50 cm [43].

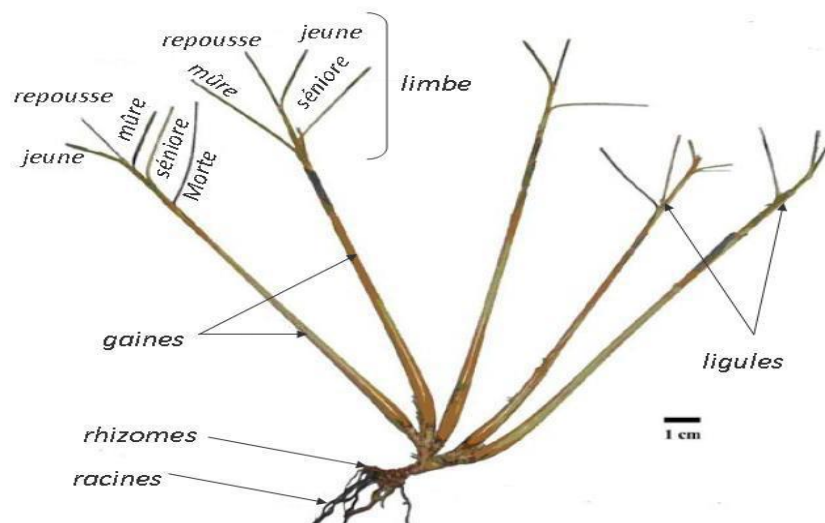


Figure II.12 : Morphologie de la plante d'Alfa

II.7. DOMAINES D'APPLICATIONS :

Les applications de l'Alfa sont multiples et diversifiées, et peuvent être classées en deux Catégories selon la nature de la matière :

- **Applications artisanales :** Ces tiges, une fois filées ou tressées, s'emploient pour la fabrication de cordages et d'objets de sparterie (tels que : des tapis, des paniers, des paillassons, des plateaux, des ficelles ...). L'utilisation artisanale par les riverains qui habitent dans les régions alfatières peut être évaluée à 50 kg/ménage/an.
- **Pâturage :** Les nappes alfatières constituent un espace pastoral de réserve tant pour le bétail (bœufs, moutons, chameaux...) que pour la faune sauvage (gazelle...). Du fait qu'elle est relativement délaissée par les animaux en présence d'autres ressources pastorales plus appétentes, vu sa faible valeur alimentaire, elle constitue un énorme stock qui permet la survie des animaux pendant les années de disette.
- **Combustible :** Le pouvoir calorifique supérieur de l'alfa varie de 4666 Kcal/kg pour les brins de 1 an et de 5160 et 5163 Kcal/kg pour les brins âgés de 2 ans et de 3 ans respectivement, ce qui lui confère un usage énergétique important sous forme de briquettes combustibles en remplacement ou d'appoint au bois de feu [44].



Figure II.13 : Des exemples d'artisanat Alfatière (des paniers, des paillassons, des espadrilles)

Chapitre III
Généralités sur le chitosane

III.1.INTRODUCTION :

Les polysaccharides sont des polymères composés d'unités de sucre sous leur forme cyclique. Ils sont présents naturellement sous différentes structures et compositions [45].

La chitine et le Chitosane sont des exemples de polymère non pétroliers et biodégradables. Ces biopolymère sont au cœur des sujets d'étude de plusieurs groupes de recherche. L'intérêt croissant que suscitent ces substances est dû à plusieurs facteurs : leur disponibilité, leur architecture, leur coût et principalement le potentiel qu'elles représentent pour une multitude d'applications dans des domaines variés tels que : l'agroalimentaire, la catalyse chimique, le traitement des eaux, la pharmacie, le remplissage des colonnes chromatographiques [46].

III.2.DEFINITION D'UN POLYMERE BIODEGRADABLE :

Un polymère biodégradable est formé de molécules qui peuvent être transformées en molécules plus petites et moins polluantes par des microorganismes définis comme des bactéries, des champignons ou des algues. Le résultat final de cette dégradation peut être de l'eau, du dioxyde de carbone ou du méthane [45].

III.3.CLASSIFICATION DES POLYMERES BIODEGRADABLES :

Les polymères biodégradables peuvent être divisés en trois familles distinctes : les polymères naturels, les polymères synthétiques et les copolymères qui proviennent des mélanges entre les polymères des deux autres familles [47].

III.3.1. Les polymères issus de ressources renouvelables :

Ils sont formés à partir de polymères naturels ou biopolymère qui peuvent être d'origine agricole ou microbienne. En fait, les biopolymère désignent plus largement des substances synthétisées par des processus biologiques ou par voie chimique à partir de monomères naturels ou identiques à ceux-ci.

III.3.2. les polymères naturels :

Les polymères naturels d'origine végétale sont constitués d'organismes vivants: l'élimination de la chlorophylle des plantes élimine l'eau et le dioxyde de carbone de l'air pour

en faire des polymères, en particulier l'amidon et la cellulose (bois et tiges), ce qui permet de réduire la teneur en dioxyde de carbone de l'atmosphère; Protéines animales et végétales, kératine et collagène, y compris le cuir, la laine et la soie, collectés et transformés en produits finis, notamment textiles (vêtements, cordons, draps, etc.): coton, lin, chanvre, laine...[48].

Les polysaccharides sont parmi les polymères naturels, une formule la plus importante : la cellulose et l'amidon, la chitine et le chitosane.

III.3.3. Les polymères synthétiques :

On les appelle polymères synthétiques ou chimio-synthétiques en raison de leur mode de fabrication. En effet, celui-ci consiste en une polycondensation (chauffage) de monomères naturels ou identiques aux naturels. Le plus connu est le PLA (Poly Acide Lactique) provenant de la polymérisation de molécules d'acide lactique. Le monomère (exclusivement l'acide lactique) nécessaire à la synthèse du PLA est obtenu par fermentation bactérienne à partir des ressources renouvelables.

Les biopolymères peuvent être mélangés entre eux (copolymères) dans le but d'améliorer les propriétés physiques et mécaniques. C'est le cas, par exemple, d'un copolymère des dimères lactide (issu du PLA) et glycolide (issu de l'Acide Glycolique).

III.4. LA CHITINE :

Elle présente le polymère naturel le plus abondant dans la nature après la cellulose [47]. Dans le règne animal, la chitine est un élément de soutien des téguments de certains invertébrés tels les insectes, les mollusques, les crustacés et les nématodes. Elle existe principalement dans les carapaces des crustacés et est souvent associée à des substances organiques telles que les protéines et imprégnée des substances inorganiques telles que des sels de calcium. Au niveau du règne végétal, elle n'est signalée que dans les parois cellulaires de la majorité des champignons et de certaines algues chlorophycées. La chitine est présente également dans certaines levures et bactéries. , elle a un rôle de structure et de défense dans les organismes vivants.

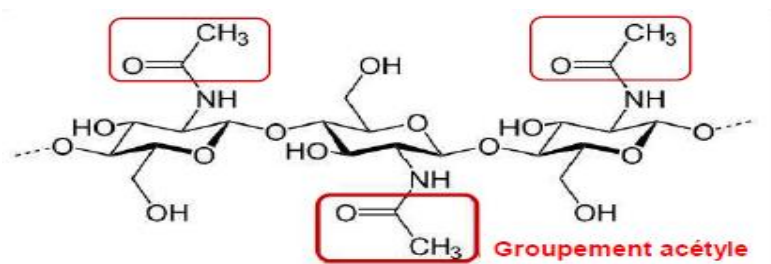


Figure III.1 : La structure chimique de la chitine.

III.5. LE CHITOSANE :

Le chitosane est un polysaccharide de structure linéaire, c'est un bio polymère cationique de glucosamine partiellement acétylé. Le terme chitosane, loin de répondre à une seule et unique structure chimique bien définie, s'adresse à toute une famille de copolymères linéaires à arrangement aléatoire d'unités N'acétylé- D-glucosamine et de D-glucosamine en proportions variables, et liées entre elles par des liaisons β (1-4) qui confèrent au chitosane de bonnes caractéristiques filmogènes [48].

Il est présent dans la paroi cellulaire de certains micro-organismes fongiques (champignons zygomycètes) et dans le mycélium de *Mucor rouxii*, *Rhizopusoryzae* et *Absidiacoerulea*, et n'est signalé que dans les exosquelettes de certains insectes (par exemple la paroi abdominale des reines de termites).

La source majeure du chitosane vendu commercialement provient, en effet, de la désacétylation de la chitine, un bio polymère insoluble constitué d'unités de N-acétyl-Glucosamine [49].

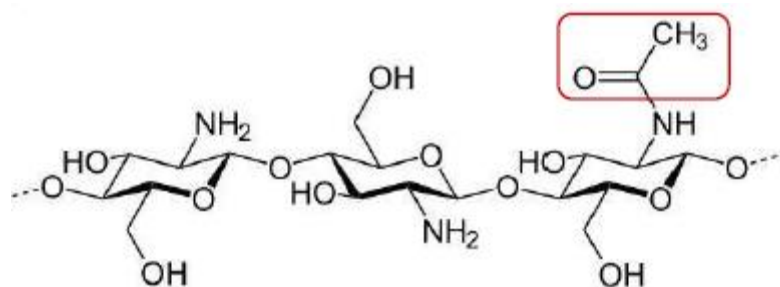


Figure III.2 : La structure chimique de la chitosane.

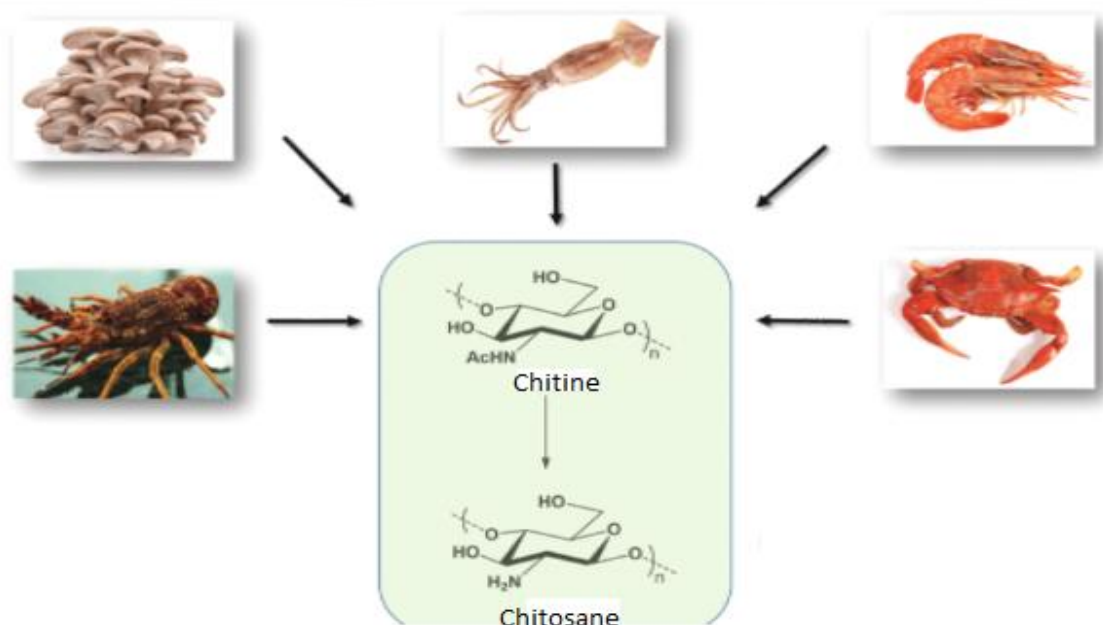


Figure III.3: Les sources naturelles de le chitosane.

III.5.1.Procédés d'obtention du chitosane :

La production typique du chitosane provenant des crevettes et des crabes, est composée généralement de quatre étapes de base : la déminéralisation, la déprotéinisation, la décoloration et la désacétylation.

- **Déminéralisation :** C'est une étape qui consiste à éliminer la matière minérale liée à la chitine. Elle se fait par hydrolyse acide.
- **Déprotéinisation:** C'est une étape qui consiste à éliminer les protéines liée à la chitine. Elle se fait par hydrolyse basique.
- **Décoloration (ou blanchiment) :** C'est une étape qui vise à éliminer les pigments qui sont liés à la chitine.
- **Désacétylation:** La désacétylation signifie l'hydrolyse des groupements acétyles présents dans la chitine pour avoir des groupes amines. D'habitude, la chitine est partiellement désacétylée par N-désacétylation alcalines en utilisant des processus industriels pour produire différents polymères [50].

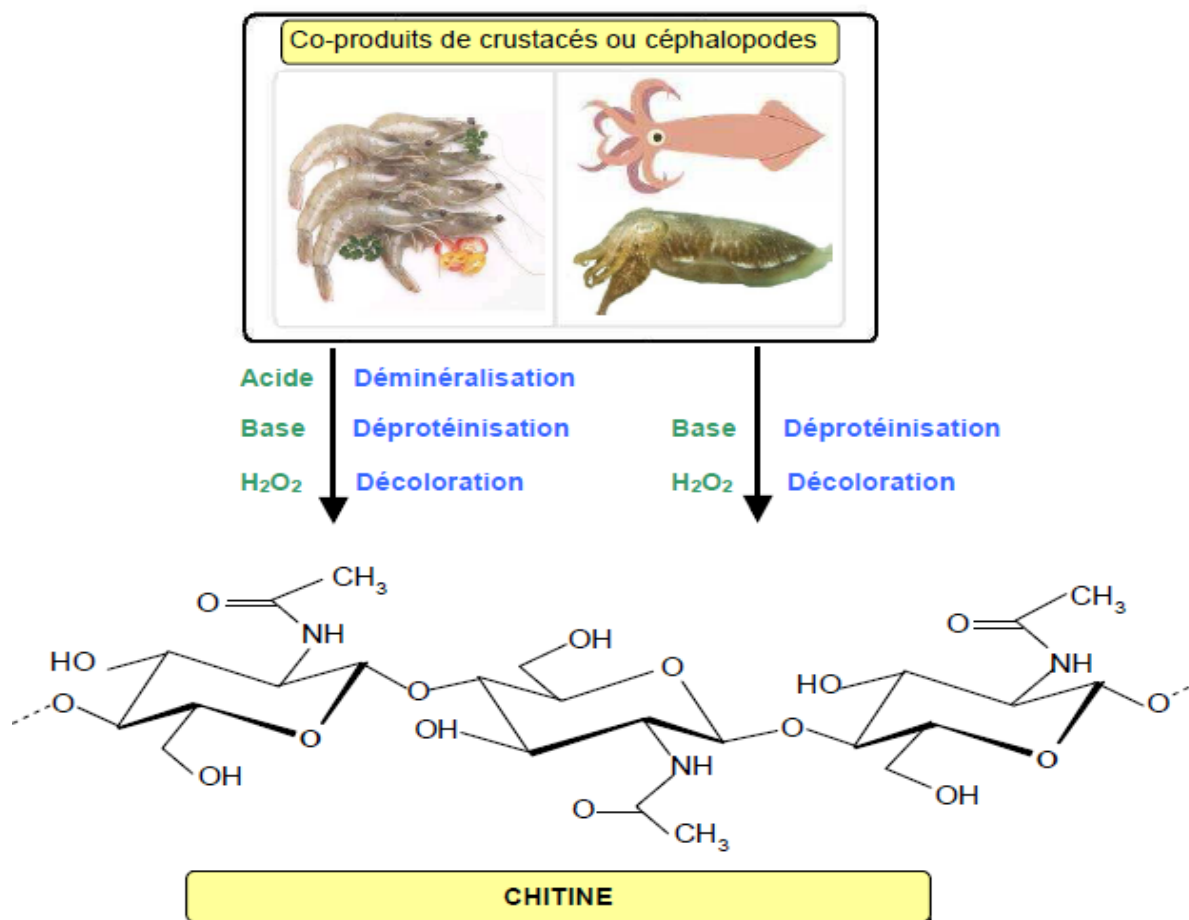


Figure III.4 : Procédé d'obtention de la chitine

III.5.2. Propriétés physico-chimiques du chitosane :

- a. **Degré de Désacétylation (DD) :** Le degré de désacétylation (DD) est l'une des propriétés les plus importantes du chitosane. Il influe sur les propriétés des chaînes macromoléculaires des polymères et leur comportement En solution comme la solubilité du chitosane, la flexibilité des chaînes macromoléculaires, la conformation du polymère et par conséquent la viscosité des solutions [51].
- b. **Cristallinité :** La cristallinité est un paramètre important car elle contrôle un certain nombre de propriétés comme l'accessibilité des sites internes dans les chaînes macromoléculaires, les propriétés de gonflement dans l'eau ou encore les propriétés diffusionnelles. La cristallinité est, en général, déterminée par des mesures de

diffraction de rayons X. Le Chitosane est généralement une substance semi-cristalline. Il existe deux types de produits sont connus : le chitosane I (faible DD, sous forme de sel) est plus désordonné que le chitosane II (fort DD, forme amine libre) [50].

- c. Solubilité :** En général, la solubilité du chitosane dépend de la valeur de DD, de la force ionique, du pH, de la nature de l'acide utilisé et de la distribution des groupes acétyles le long de la chaîne macromoléculaire. Il est soluble dans les acides dilués grâce à la protonation de ses fonctions amines. Plus le milieu est acide, plus les groupements amines sont protonés, et cela favorise donc la solubilité de chitosane. Ce dernier est, en effet, insoluble dans l'eau et dans les solutions alcalines concentrées ou diluées. Il est également insoluble dans les solvants purs et les acides concentrés, en raison de l'impossibilité d'hydrater le matériau. L'acide le plus utilisé pour préparer une solution de chitosane est l'acide acétique dilué (0,1-1 %) [50].
- d. Polyélectrolyte en milieu acide :** Le chitosane est l'un des rares polyélectrolytes naturels cationiques et il est une base faible présentant un pKa voisin de 6,3. Il se dissout en milieu acide par protonation des fonctions amine présentes sur la macromolécule. En dessous de ce pKa, les groupements amines sont protonés et font du chitosane un Polyélectrolyte cationique, soluble dans l'eau acidifiée. Au-dessus du pKa, les groupements amines sont déprotonés et le chitosane est insoluble dans l'eau. Le pKa du chitosane dépend du degré de neutralisation des groupes NH_3^+ et du DD. En général, la valeur du pKa augmente quand le DD diminue [50].
- e. Viscosité :** La viscosité du chitosane dépend du degré de désacétylation de ce polymère. Plus il est désacétylé, plus il y a de groupements amines libres, le chitosane est donc plus soluble et par conséquent sa viscosité est plus importante. La viscosité dépend également : de la concentration du polymère (elle augmente avec la concentration), de la température (elle chute lorsque la température augmente), du poids moléculaire (la viscosité intrinsèque augmente en fonction du poids moléculaire) et enfin du pH (plus il est bas plus la viscosité est élevée). Ce paramètre est déterminé par viscosimètre [50].
- f. Autres propriétés physico-chimiques :** Le chitosane est un matériau versatile qui prend des formes physiques modifiables. C'est un matériau très stable en phase solide

(sèche) et il a une conservation quasi-infinie en solution. Il possède un degré élevé de réactivité chimique dû à ses groupes amines primaires libres qui lui confère une forte densité de charges positives (transformation de NH_2 en NH_3^+ en milieu acide). De plus la présence de la fonction amine permet de réaliser des réactions chimiques spécifiques telles que la N-alkylation ou la N-carboxylation.

Une autre propriété intéressante du chitosane concerne son aptitude à interagir avec d'autres substances chimiques (ions, molécules, macromolécules). Ce comportement est essentiellement attribué :

- aux propriétés hydrophiles des chaînes macromoléculaires dues à la présence de nombreux groupes hydroxyles des unités glucoses.
- à la présence de groupes fonctionnels (hydroxyle, acétamide et amine) et à leur grande réactivité.
- à la structure flexible des chaînes de polymères (qui dépend du pH et de la température).

Le chitosane possède ainsi des propriétés de rétention d'eau, de chélation d'ions, décomplexations et d'adsorption.

Le chitosane est un agent de floculation dans le traitement des eaux polluées grâce à son association sélective avec les espèces anioniques, il peut aussi former des complexes polyanion-polycation menant à la préparation de membranes.

Comme la plupart des polysaccharides, le chitosane, en raison de la liaison glycosidique β (1-4) est un polymère semi-rigide et augmente fortement la viscosité de la solution. La possibilité de formation de ponts hydrogène inter-chaînes augmente encore ses performances et la nature des liaisons glycosidique confère au chitosane d'excellentes propriétés filmogènes [50,51].

- g. Propriétés biologiques :** Le chitosane est biodégradable et biocompatible. Il ne présente aucun compartiment antigénique, mais possède un caractère antithrombogénique et hémostatique. Il montre des propriétés cicatrisantes remarquables. En plus de ces propriétés inhibitrices sur la croissance de nombreux parasites et infections, il présente des propriétés immunologiques antitumorales, antibactériennes et antifongiques [51].

III.6. APPLICATIONS GENERALES DU CHITOSANE :

Compte tenu de sa structure chimique, et en mettant à profit ses diverses propriétés spécifiques, le chitosane trouve des applications importantes dans plusieurs domaines (agriculture, santé, environnement,...).

Dans le tableau I.1 sont consignées quelques propriétés du chitosane, selon les différents domaines d'application.

Domaine d'application	Exemples d'applications
<ul style="list-style-type: none"> • pharmacie • dermatologie • chirurgie reconstructrice • ingénierie tissulaire • ingénierie biomédicale • biologie cellulaire • cancérologie • nutraceutique • dentisterie/chirurgie • ophtalmologie 	<ul style="list-style-type: none"> • Excipients, encapsulation et relargage (médicaments, gènes...) • Produits dermatologiques (traitement de l'acné) • Pansements, bandages, fils de sutures chirurgicaux biorésorbables. • Accélération de la cicatrisation et de la guérison des blessures. • Régénération osseuse et tissulaire (peau synthétique). • Membrane de dialyse. • Introduction d'ADN exogène dans des cellules (transfection). • Produits diététiques, amaigrissants (lutte contre l'obésité). • Gel dentaire, implants dentaires. • Lentilles de contacts, liquides ophtalmiques
Agroalimentaire <ul style="list-style-type: none"> • alimentaire • emballages 	<ul style="list-style-type: none"> • Additifs (liant, émulsifiant, stabilisant, épaississant, de conservation) • Restructuration des purées de fruits, de légumes ou de viande • Stabilisation de la couleur et des arômes • Clarification et désacidification des liquides alimentaires • Préservation des aliments (antibactérien, antioxydant) • Extraction du fer (mauvaise odeur dans les viandes) • Support d'immobilisation d'enzymes ou de cellules (fromagerie..) • Emballages biodégradables (comestibles)
Agriculture <ul style="list-style-type: none"> • agricole • animale 	<ul style="list-style-type: none"> • Enrobage de semences (encapsulation) • Immobilisation cellulaire (horticulture) • Fongicide (« bio-pesticide ») • Fertilisant, protection des cultures, traitement des sols • Augmentation des rendements • Films biodégradables (protection des récoltes, des feuillages) • Alimentation animale

	<ul style="list-style-type: none">• Vaccination animale
<ul style="list-style-type: none">• Cosmétique	<ul style="list-style-type: none">• Ingrédient dans les formulations (stabilisant, fongicide...)• Crèmes de soins, hydratantes, cicatrisantes• Soins revitalisants, régénérant, amincissants, anti-âge• Lotions, shampoings, produits de rinçage, démêlants• Produits déodorants, laques, aérosols, filtres solaires vernis à ongles

Tableau III.1 : Différentes application du chitosane [51].

Chapitre IV
Partie expérimentale



IV.1. INTRODUCTION :

L'industrie du plastique est aujourd'hui le leader des industries actuelles en raison de ses nombreuses utilisations dans la vie quotidienne, car elle est impliquée dans l'installation d'objets et d'outils qui nous entourent. L'industrie du plastique comprend la fabrication des biopolymères et la formation du produit final.

Les biopolymères sont des composés de sources naturelles et renouvelables. Ils sont devenus un élément essentiel de la vie quotidiennement raison de leurs propriétés uniques. Ce sont des matériaux essentiels dans les secteurs industriels quotidiens, tels que les adhésifs, les matériaux de construction, le papier, les vêtements, les fibres, les plastiques et les céramiques.

Dans cette partie, on présentera la préparation d'un plastique à base d'un biopolymère "chitosane", utilisant la fibre d'alfa comme additif, ainsi la dégradation des films préparés dans différents milieux " différents pH, dans le sol, et la dégradation thermique ».

IV.2. LES PRODUITS UTILISES : On cite ci-après les produits de Sigma-Aldrich utilisés dans nos expériences :

- **Chitosane** : poly (D-glucosamine)
- **Acide acétique** 80%, d=1,07 Kg/L
- **Glycérol** 87%, d=1,23 kg/L
- **Hydroxyde de sodium**
- **Acide sulfurique** 84%, d=1.84 g/ml
- **La tige l'alfa**

IV.3.MODE OPERATOIRE :

IV.3.1. Elaboration des fibres d'alfa

- **Préparation des fibres** : Prenons les fibres d'alfa et les lavons à l'eau du robinet puis l'eau distillé pour éliminer des adhésifs collés à la surface, puis nous les séchons dans une étuve à 50°C pendant 48 heures jusqu'à un poids fixe. Nous broyons les fibres séchées dans un broyeur à couteau et les tamisons jusqu'à un diamètre de 0,25 mm.



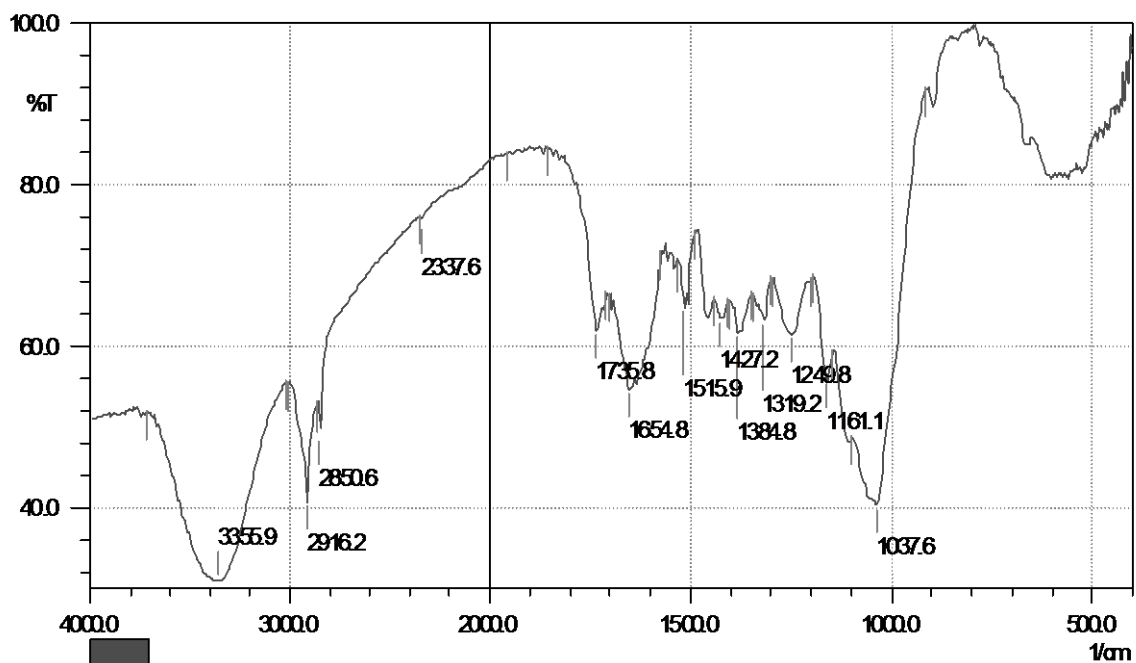
Lavage

Séchage après lavage

Séchage après broyage.

Figure IV.1: Images représentatives des étapes de la préparation de la fibre d'Alfa.

La fibre extraite a été analysée par spectroscopie IR. On donne ci-après le spectre FTIR de la fibre dans **la figure IV.2**. On note que l'analyse FTIR a été réalisée au laboratoire de génie physique de l'Université d'Ibn Khaldoun Tiaret.

**Figure IV.2:** Spectre FTIR de la fibre d'alfa extraite non traitée.

A partir du spectre FTIR de la fibre d'alfa non traitée, on relève les remarques suivantes :

La bande qui s'étend à 3354 cm^{-1} est assignée à la vibration des groupes hydroxyles (-OH) liés de la cellulose.

La bande d'intensité moyenne centrée à 2916 cm^{-1} traduit les vibrations d'élongation symétrique et asymétriques des liaisons C-H du groupe $-\text{CH}_2$ des segments de la cellulose et de la lignine.

La bande d'intensité moyenne centrée à 1248 cm^{-1} traduit les vibrations d'élongation des fonctions éthers C-O-C liants les motifs de, cellulose, la pectine, la lignine et l'hémicellulose.

Les spectres révèlent aussi une bande de transmittance centrée à 1735 cm^{-1} , associée aux vibrations d'élongation des groupements carbonyles C=O des groupes acétyles des substances d'hémicelluloses (xylanes) ou pectines se trouvant dans la fibre de l'alfa.

- **Traitement chimique des fibres :** On mélange 150 mL de chacun de solution préparée pour le traitement « acide sulfurique H_2SO_4 (1N) et (2N), la solution de soude (1N) et (2N) » avec 15g des fibres d'alfa dans un ballon de 250 mL. Le mélange est chauffé à reflux à 80°C pendant une heure jusqu'à ce que le filtre devienne neutre. Lorsque ce traitement chimique est terminé, les échantillons sont marqués comme suit :
 - FA_1 : fibre d'alfa traitée avec l'acide sulfurique (1N)
 - FA_2 : fibre d'alfa traitée avec l'acide sulfurique (2N)
 - FB_1 : fibre d'alfa traitée avec la soude (1N)
 - FB_2 : fibre d'alfa traitée avec la soude (2N)

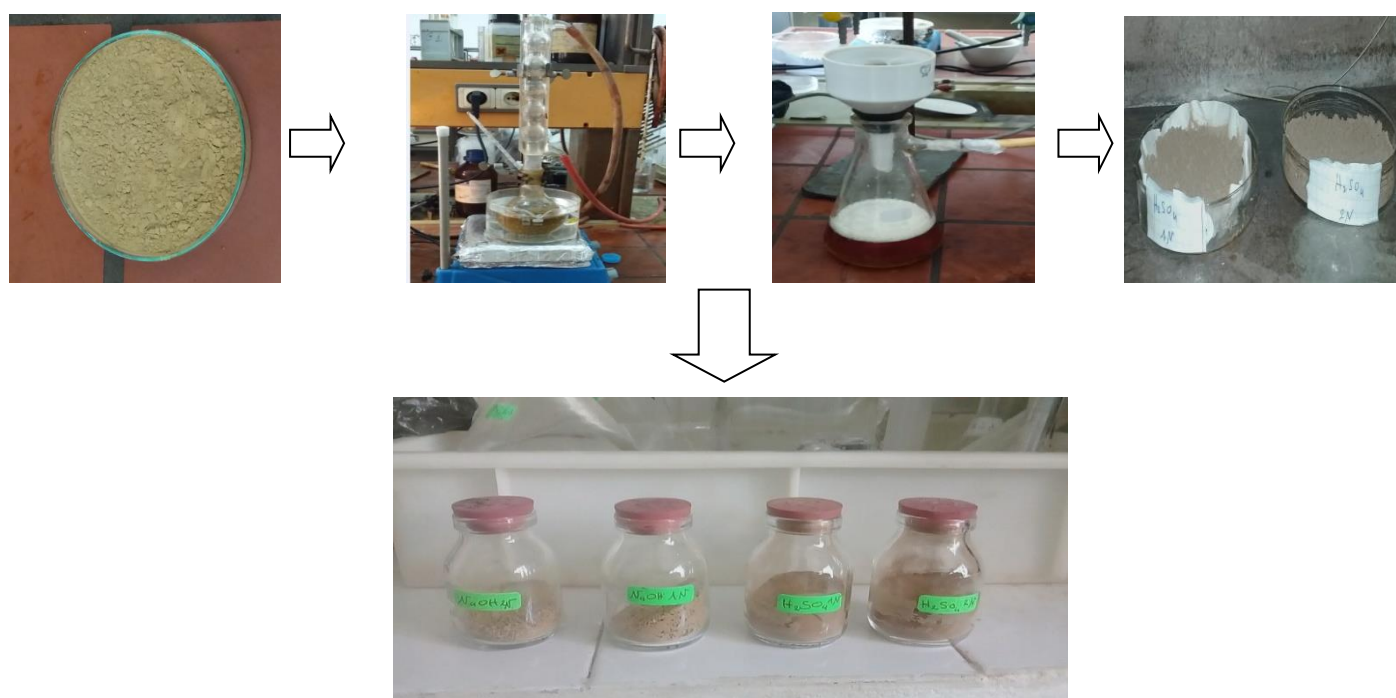


Figure IV.3 : Montage expérimentale de traitement chimique des fibres d'alfa.

- Caractérisation des fibres par FTIR :

Sur les figures IV.4 –IV.7, on donne les spectres FTIR des fibres d'Alfa traitées par les solutions « acide sulfurique et la soude » :

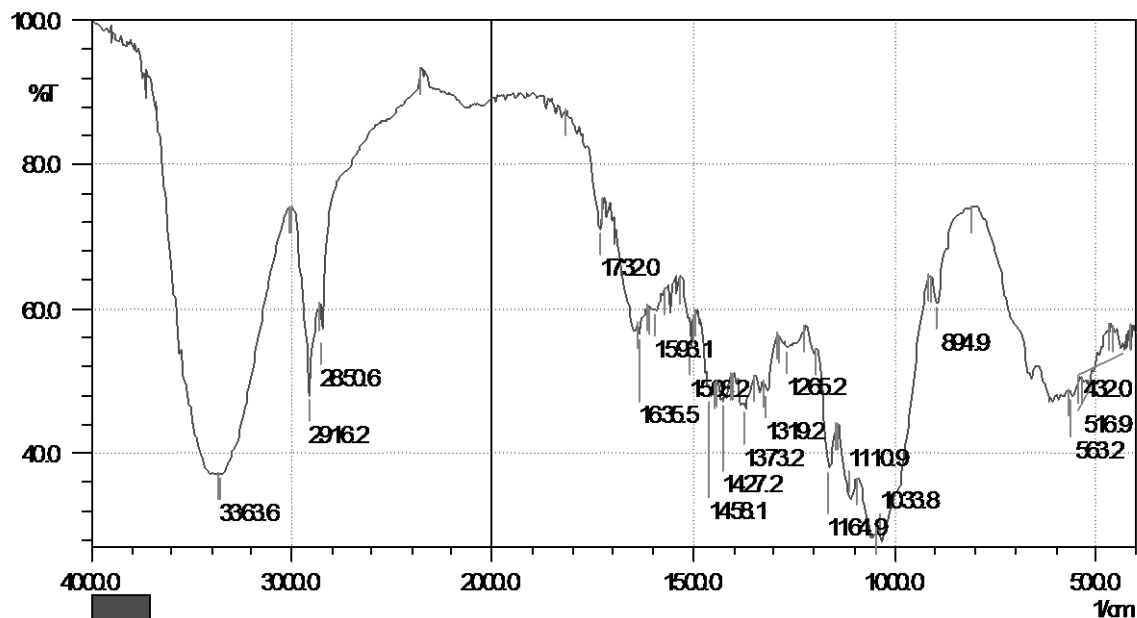


Figure IV.4: Spectre FTIR de la fibre FA₁.

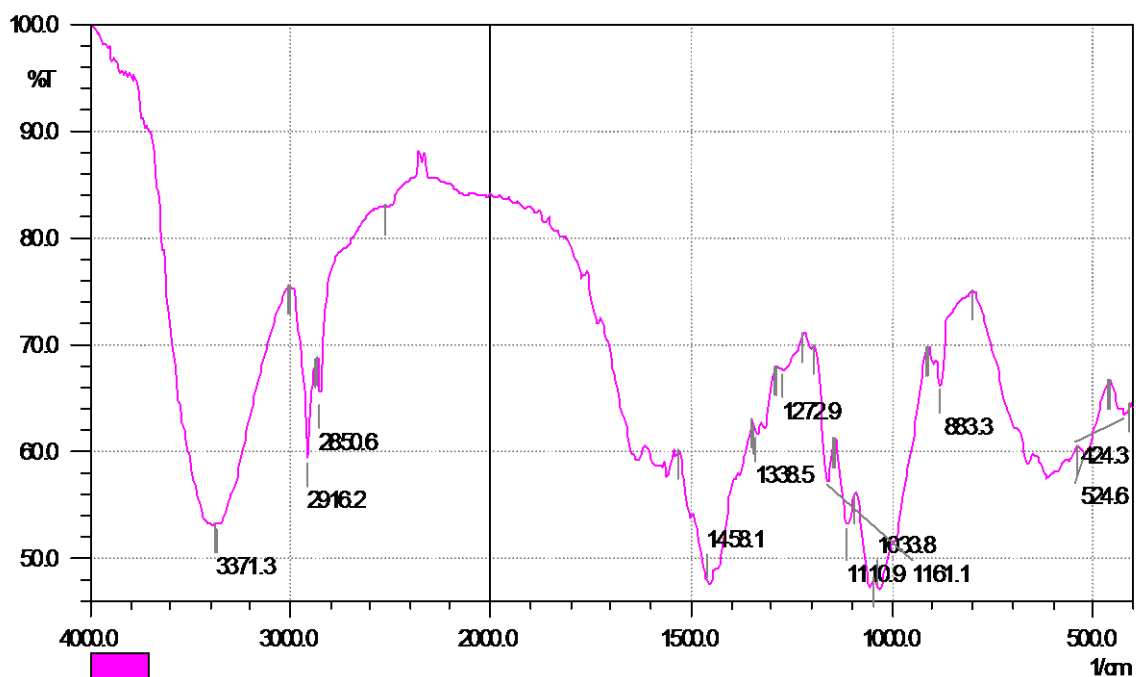


Figure IV.5: Spectre FTIR de la fibre FA₂.

Dans le spectre de la fibre traitée par l'acide 2N, on note que la bande de transmittance centrée à 1248 cm⁻¹, associée aux vibrations d'élongation des groupements éthers-O-C liants

les motifs de la cellulose, la pectine, la lignine et l'hémicelluloses trouvant dans la fibre de l'alfa n'est plus observée. Ce qui nous amène à dire qu'il y a une hydrolyse partielle de ces segments.

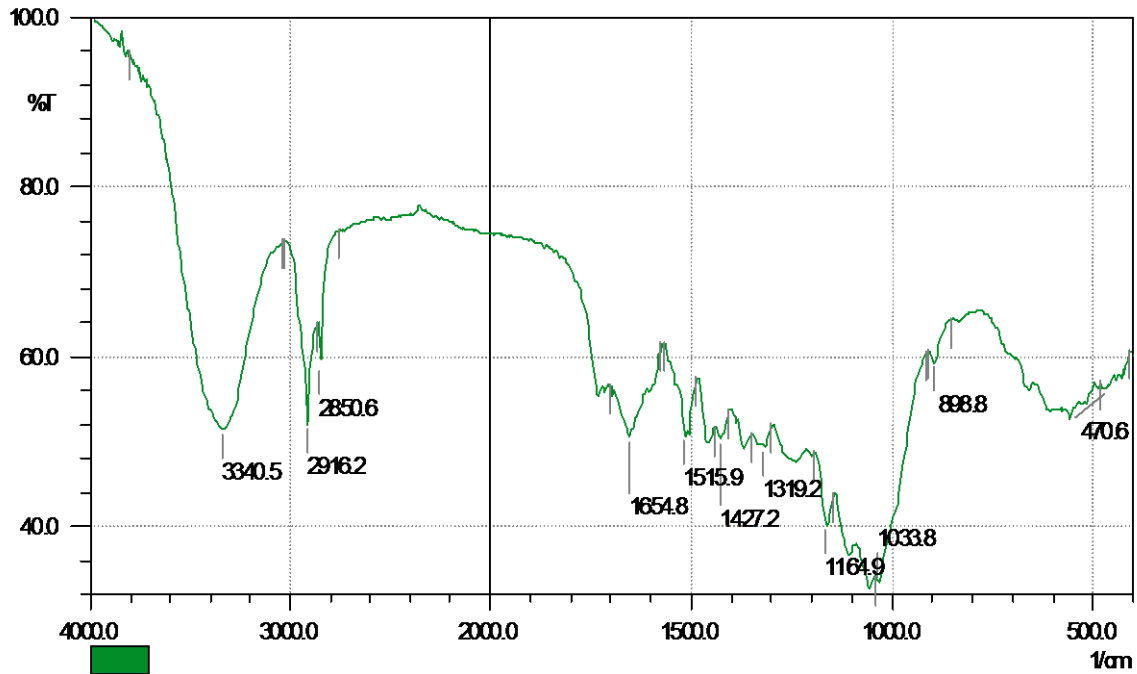


Figure IV.6 : Spectre FTIR de la fibre FB₁.

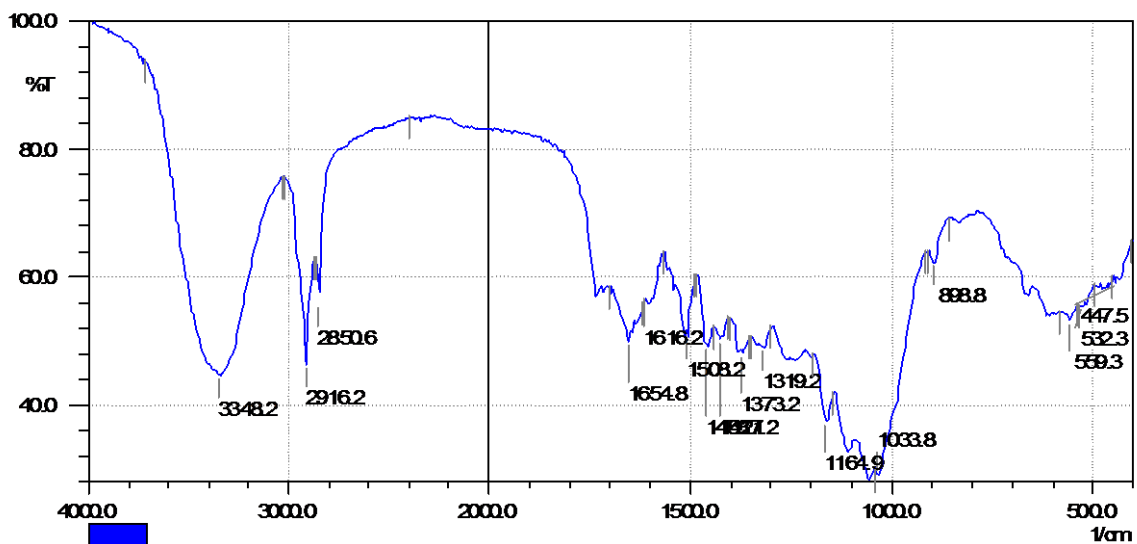


Figure IV.7 : Spectre FTIR de la fibre FB₂.

Sur le spectre FTIR de la fibre traitée par NaOH, on note que l'intensité de la bande de transmittance centrée à 1735 cm^{-1} , associée aux substances d'hémicelluloses ou pectines a été diminuée. Une explication est une hydrolyse partielle des hémicelluloses en milieu alcalin, caractérisée par la rupture des liaisons C-O-C entre deux monomères.

Les bandes d'absorption se trouvant entre 1575 cm^{-1} et 1427 cm^{-1} et à 1380 cm^{-1} sont essentiellement dues aux vibrations de déformation des groupements $-\text{CH}_2$ et $-\text{CH}_3$, contenus dans les structures de la lignine et l'hémicellulose.

IV.3.2. PREPARATION DES FILMS :

On mélange dans un bécher de 500mL des quantités désirées de chitosane, de l'acide acétique et 50mL d'eau distillé. On mélange jusqu'à une solubilité totale du chitosane puis on ajoute les quantités de glycérol et de la fibre.

On chauffe la solution à une température de 150°C jusqu'à l'évaporation de l'eau.

On ajoute ensuite 4mL de NaOH de concentration molaire de 1N. Le chauffage et l'agitation sont toujours maintenus.

On verse la solution dans une boîte pétri en verre contenant l'huile pour éviter le collage du film sur la boîte.

Laisser le produit se refroidie à l'air libre et le placer à l'étuve à une température de 90°C pendant 1h.

Le tableau suivant représente les quantités des produits utilisées pour la préparation des films :

Code	$m_{\text{Chitosane}}$ (g)	$V_{\text{Glycérol}}$ (ml)	$V_{\text{Acide acétique}}$ (ml)	$V_{\text{eau distillée}}$ (ml)	V_{NaOH} 1N	m_{Fibre} d'alfa
F1	1	4	4	50	4	0
F2	1	4	4	50	4	0,05 FA1
F3	1	4	4	50	4	0,05FA2
F4	1	4	4	50	4	0,05FB1
F5	1	4	4	50	4	0,05FB2
F6	1	4	4	50	4	0,1 FA1
F7	1	4	4	50	4	0,15 FA1
F8	1	4	4	50	4	0,2 FA1

Tableau IV.1 : Les quantités utilisées pour la préparation des films.



Figure IV.8 : Images représentatives de la préparation des films.

IV.3.3. ÉTUDE DE LA DEGRADATION DES FILMS DANS DIFFERENTS MILIEUX :

IV.3.3.1. Étude de la dégradation dans des différents pH :

✚ Préparation des milieux :

Au niveau de cette étude, on a choisi 3 milieux aqueux reconstitués de pH acide, neutre et basique, pour voir l'effet du pH sur la dégradation des films. La composition des milieux est classée dans le tableau suivant :

Ph	Composition
1,2	HCl (1N) :80mL + NaCl : 2g + Ajusté avec l'eau distillée jusqu'à 1L
7	HCl (0.1N) :20mL+Borex : 2,5g+ Ajusté avec l'eau distillée jusqu'à 1L
9	Borax (0,025N) :2,5g + HCl (0,1 N) :10mL+ Ajustée avec l'eau distillée jusqu'à 1L

Tableau IV.2 : La composition chimique des milieux d'étude préparés.

✚ Etude de la dégradation: On prépare des échantillons de chaque film qui ont été préalablement coupés et pesés. Pour chaque film, trois échantillons ont été introduits dans trois béchers de 250mL contenant 50mL de chaque pH préparé. Les milieux sont maintenus à température ambiante sous agitation magnétique. A chaque 10min, les pertes de masses ont été notées pendant 2h.



Figure IV.9 : Image représentatives de la dégradation des films dans les trois milieux de pH.

On donne ci-dessous, les suivies des masses de tous les films préparés lors de la dégradation dans les milieux aqueux de différents pH « 1,2, 7 et 9 ».

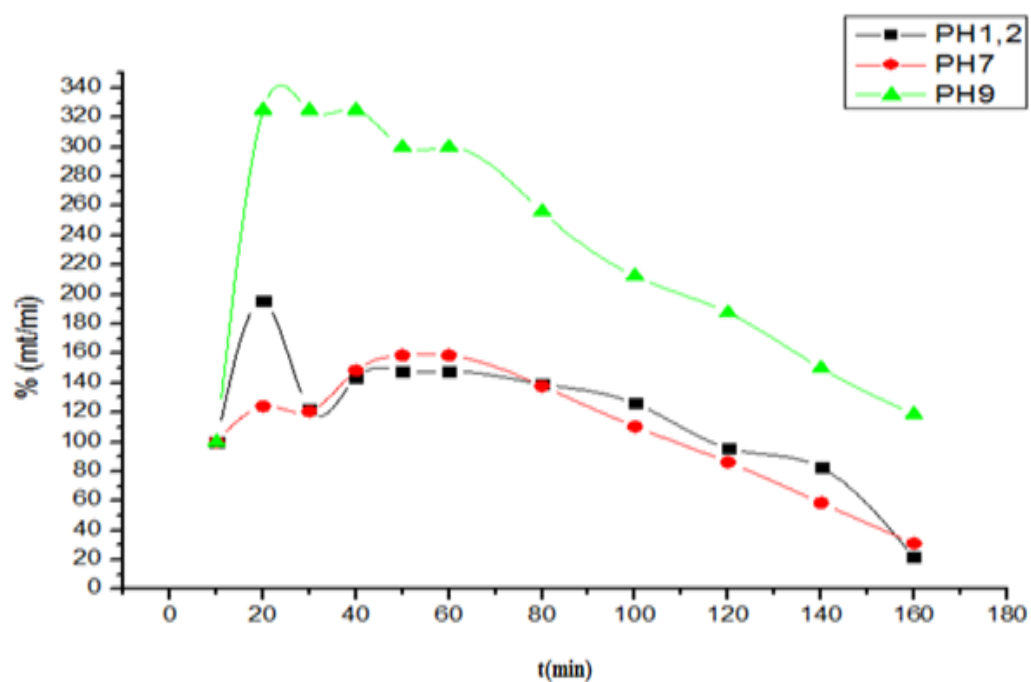


Figure IV.10 : Le suivi des masses d film F1 dans les pH « 1,2, 7 et 9 »

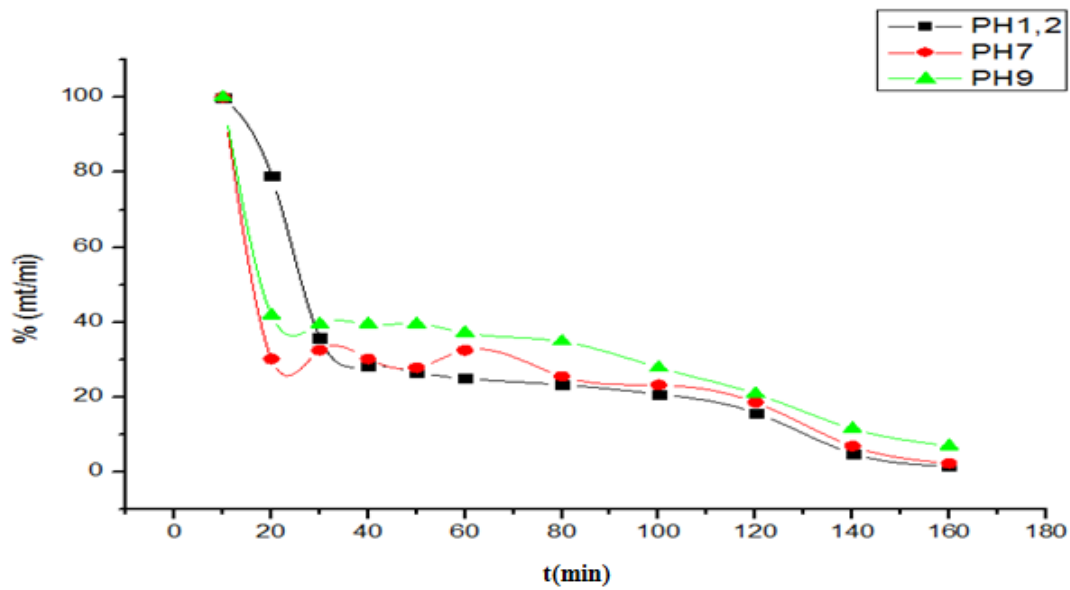


Figure IV.11: Le suivie des masses du film F2 dans les pH « 1,2, 7 et 9 »

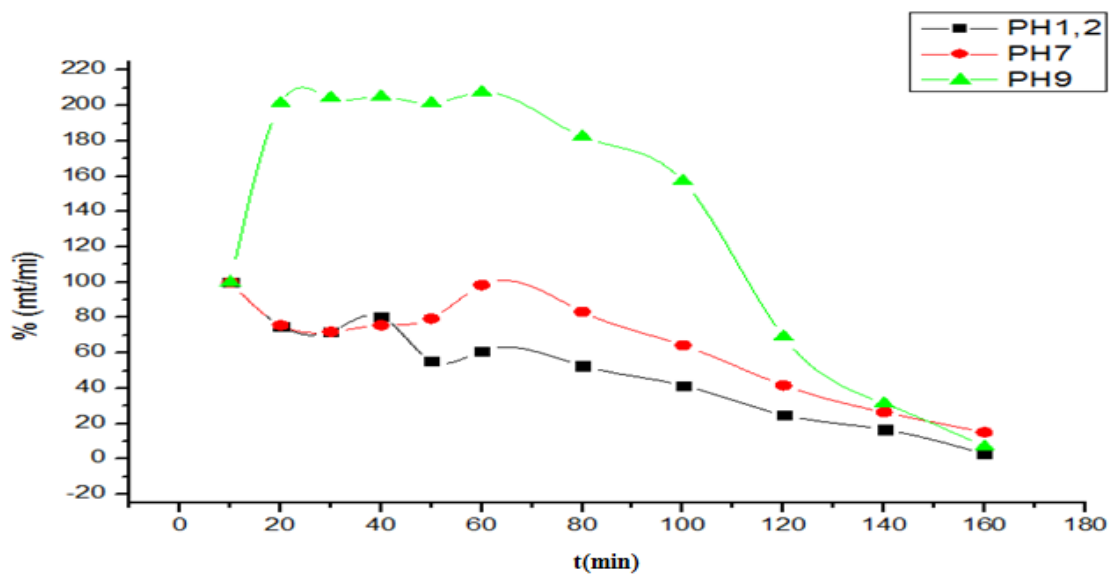


Figure IV.12 : Le suivie des masses du film F3 dans les pH « 1,2, 7 et 9 »

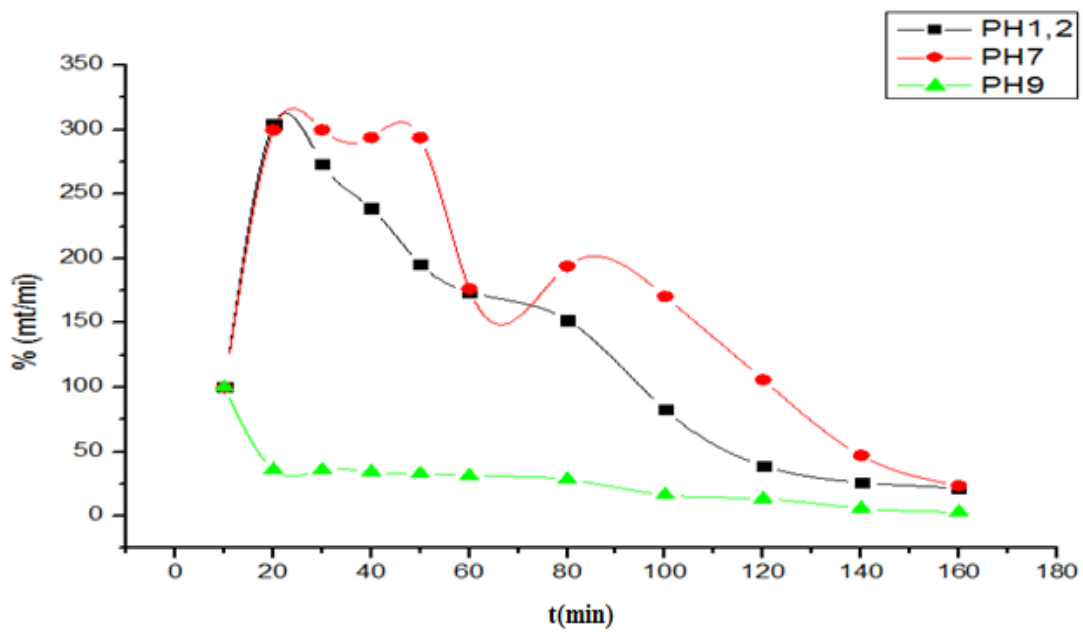


Figure IV.13: Le suivie des masses du film F4 dans les pH« 1,2, 7 et 9 »

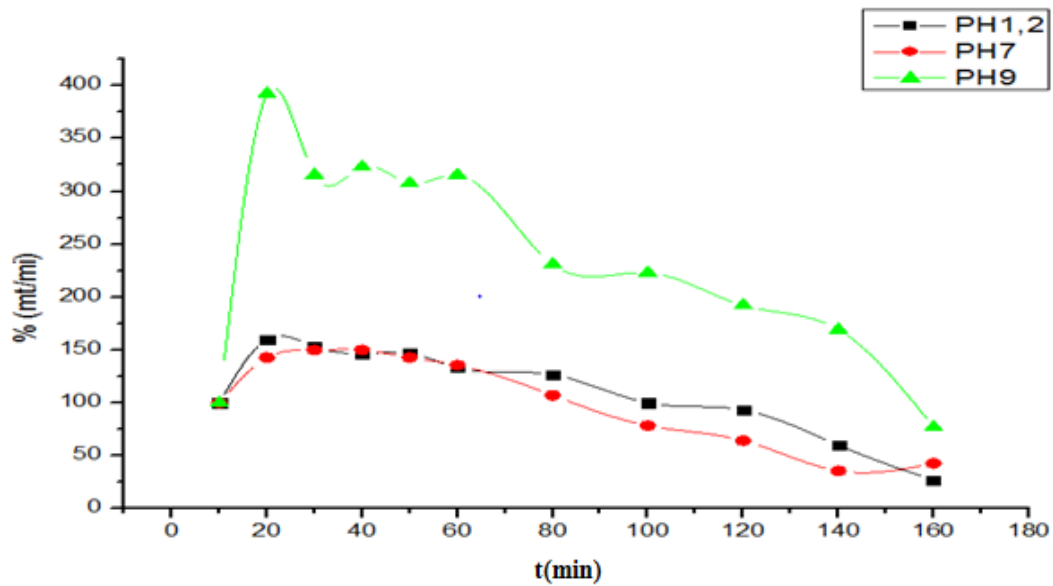


Figure IV.14 : Le suivie des masses du film F5 dans les pH« 1,2, 7 et 9 »

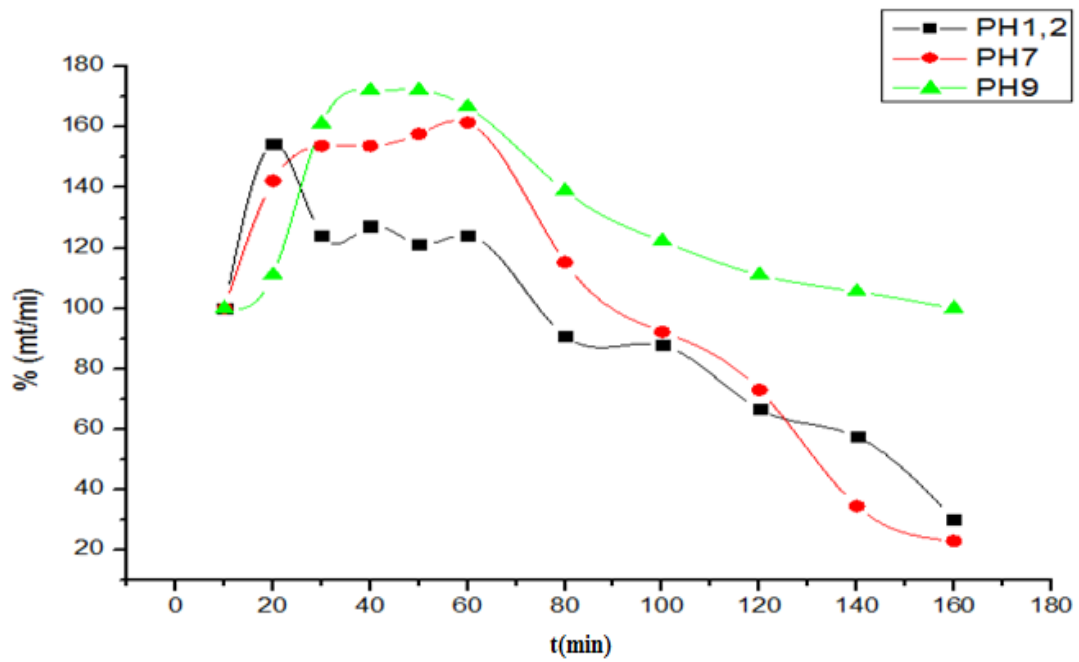


Figure IV.15 : Le suivie des masses du film F6 dans les pH« 1,2, 7 et 9 »

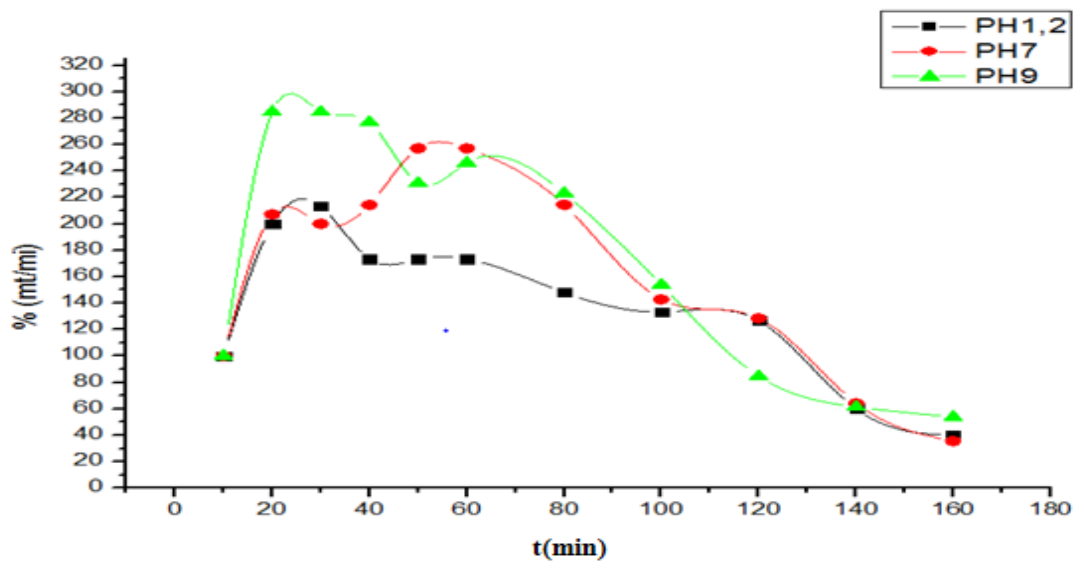


Figure IV.16: Le suivie des masses du film F7 dans les pH« 1,2, 7 et 9 »

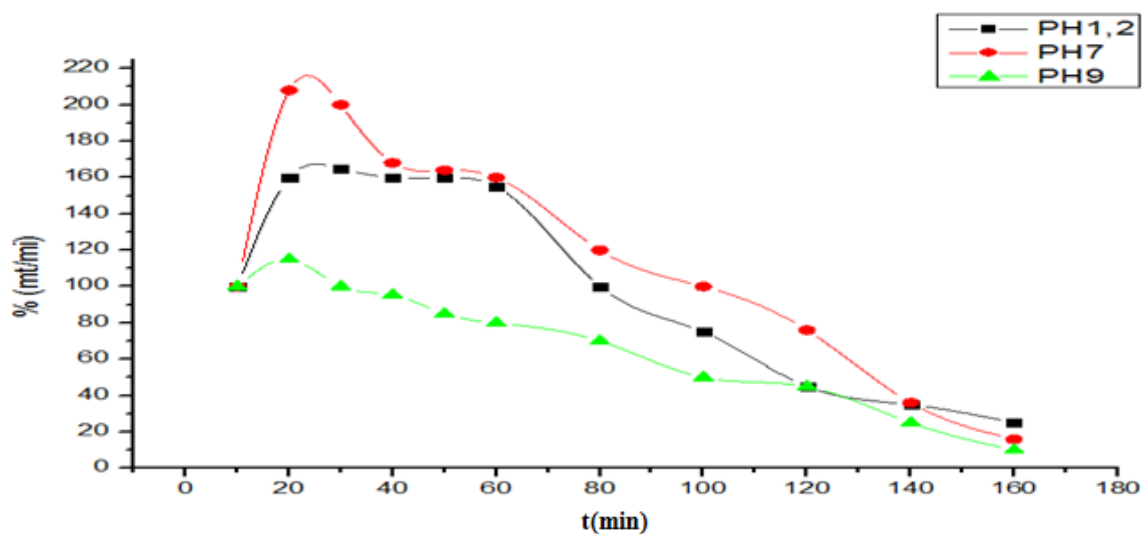


Figure IV.17 : Le suivi des masses du film F8 dans les pH« 1,2, 7 et 9 »

- Selon les courbes de suivi de masses, On note que les films absorbent beaucoup du liquide et ils se dégradent rapidement. On peut dire que la dégradation se fait par ces étapes :

- La pénétration du liquide dans le film à travers les pores qui se trouvent à la surface des films « **gonflement** ».

- L'hydrolyse des chaînes macromoléculaire « chitosane-cellulose-pectine-hémicellulose-lignine...) qui s'est réalisé en présence d'eau en petites molécules « **dégradation** ».

- Diffusion des molécules hydrolysés vers le milieu extérieur « **perte de masse** ».

- Le pourcentage du liquide basique absorbé est le plus élevé par rapport aux autres liquides pour tous les films à part les films F4 et F8. Cette exception est justifiée par le taux de cristallinité de chitosane qui est probablement le plus élevé dans ces films. On note que le chitosane est un polymère semi cristallin.

Le gonflement le plus élevé dans le milieu basique est justifié par l'ionisation importante des groupements acides acétique dans le milieu basique et par conséquent la répulsion électrostatique entre les sites chargés ce qui facilite la pénétration de l'eau dans les films. Cette ionisation est liée à la formation de la base conjuguée de l'acide utilisé.

• L'ajout de la fibre dans la préparation des films ne montre pas une influence notable lors de la dégradation dans les milieux aqueux, cela est justifié par le pouvoir d'eau de dégrader les polymères naturels « chitosane » et « polymères composés de la fibre ».

IV.3.3.2. Étude de la dégradation dans le Sol :

Dans cette section, nous prenons des échantillons préalablement coupés et pesés des films préparés et nous les enfouissons dans le sol pendant 30 jours, le but de cette expérience est de déterminer les taux de dégradation des films plastiques (F1-F8) après leur enfouissement dans le sol, et on suivant la variation des masses. Les mesures ont été effectuées à différentes périodes (3, 7, 14, 21, 28,30) jours à température ambiante.



Figure IV.18 : L'enfouissement des films (F1-F8) dans le sol.

Les suivies des masses ont été résumés sur les courbes présentés ci-dessous dans la figures IV. 19:

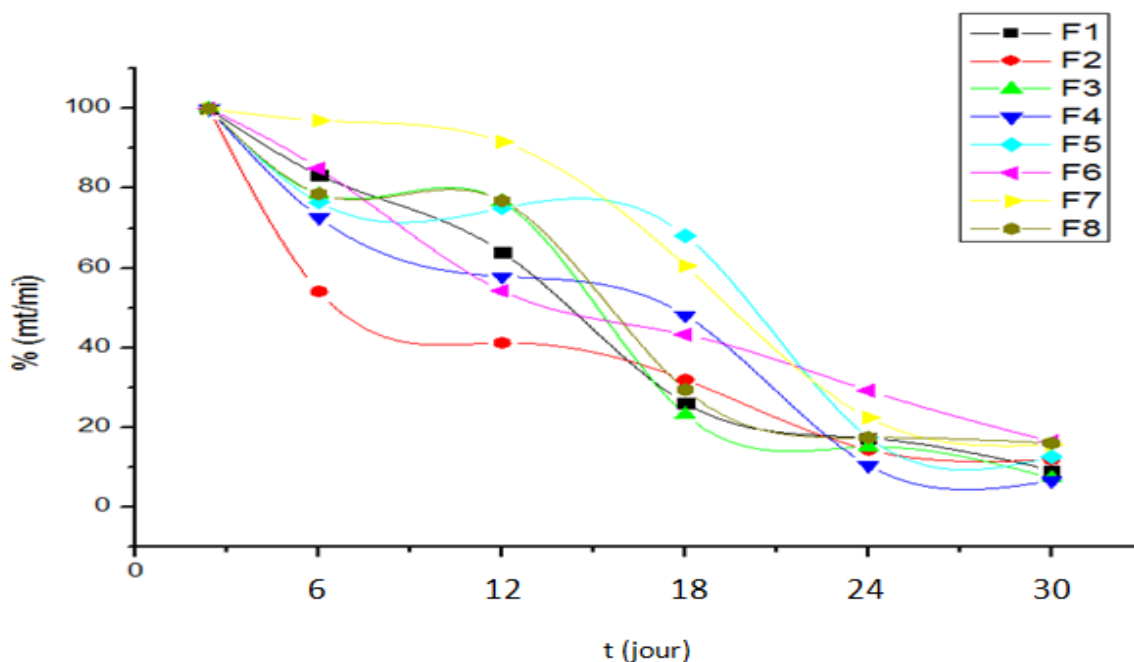


Figure IV.19: Le suivi de masse des films (F1- F8) enfouis de sol.

Les courbes de dégradation dans le sol montrent que les films se dégradent au cours du temps. En quelques moments, on note que les masses augmentent, signifie que les films absorbent du liquide trouvé dans le sol qui favorise la dégradation rapide des films après l'absorption du liquide.

On note que le pourcentage de dégradation des films est en relation avec la durée d'enfouissement.

On constate que la suspension du sol utilisée a un grand pouvoir de dégrader les films plastiques, cela peut être expliqué par la grande intensité des micro-organismes qui existe dans ce milieu et qui ont le pouvoir de dégrader tous les composants des films « chitosane-fibre »

On constate que les taux de biodégradation des films sont variables selon les suspensions testées et la durée d'incubation.

IV.3.3.3. Étude de la dégradation thermique des films: L'objectif de cette étude consiste à connaître l'influence de la chaleur sur les propriétés des films préparés.

Cette étude s'effectue en deux parties :

- ✚ On prépare Cinq échantillons de chaque film préalablement coupés et mesurés et on les met dans des boites pétri en verre. Les échantillons sont soumis à différentes températures [50-100-150-200 et 250C°] dans l'étuve. A chaque température, on laisse les échantillons pendant 1h, et on note la perte de masse par pesée.

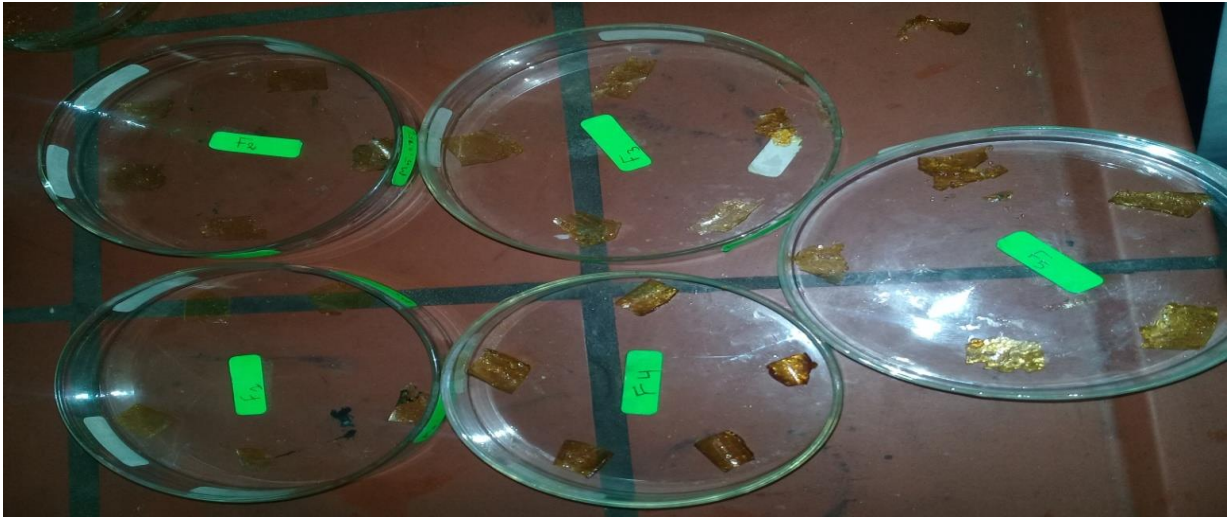


Figure IV.20: Image representative des films coupés.

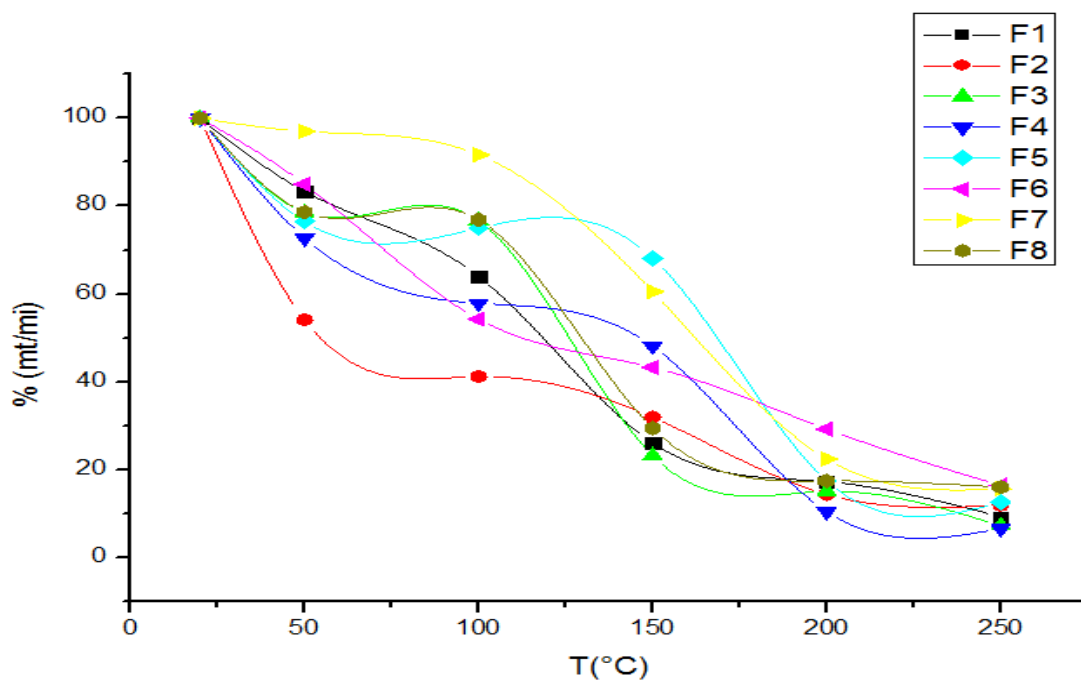


Figure IV.21 : Suivi des masses en fonction de la température.

D'après la courbe, il semble évident que la masse des films diminue lorsque la température augmente. Donc la dégradation se fait à chaque température.

La perte de la masse des films est liée principalement avec la composition chimique et la masse moléculaire du chitosane et la fibre d'alfa.

Les films contenant un pourcentage élevés de fibres « F6-F7 et F8 » se dégradent plus lentement que le F2 qui contient moins de fibre. Ce qui nous amène à dire que l'augmentation de la quantité de la fibre renfort le film envers la température.

- ✚ Cette fois, nous avons réalisés un suivi cinétique pondéral, on mettant un échantillon de chaque film de masse coupés et mesurés en avance, dans une boîte pétri en verre et on les met à différentes température [50-100-150-200 et 250 °C] dans l'étuve. Toutes les 30 minutes, on pèse les échantillons pour noter la perte de masse.

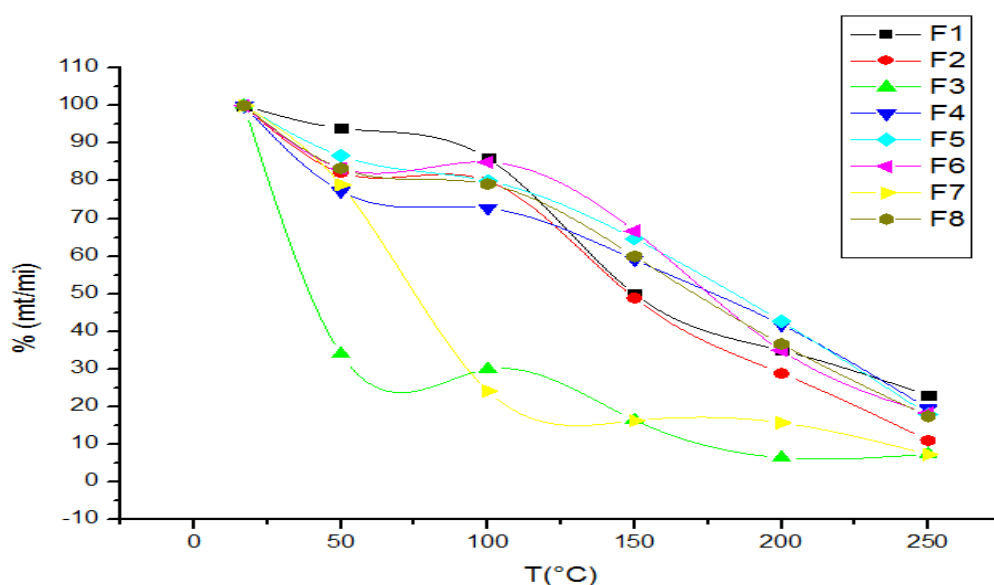


Figure IV.22 : Le suivie de masse en fonction de la température.

On remarque que la dégradation se fait à chaque température, et lorsque la température augmente, la perte de masse est élevée.

La perte de masse des films est liée avec la composition chimique et la masse moléculaire du chitosane et de la fibre d'alfa.

On note que la dégradation du film F2 est importante par rapport aux films F6, F7 et F8, elle est justifiée par la quantité de la fibre d'alfa qui s'est introduit dans les films. On peut conclure qu'on augmentant la quantité de la fibre, on favorise la résistance du film dans la température élevée.

Le type de traitement (acide ou base) n'apporte pas d'influence sur la dégradation thermique (F2-F4) par contre le taux de cristallinité influe la perte de masse lors du chauffage.

Cette différence a été notée lors de la dégradation des films (F3-F5), d'où la masse de la fibre est identique alors que la perte de masse est différente.

La dégradation thermique a été confirmée par FTIR. On donne ci-après l'analyse FTIR de quelques échantillons dégradés à différentes températures.

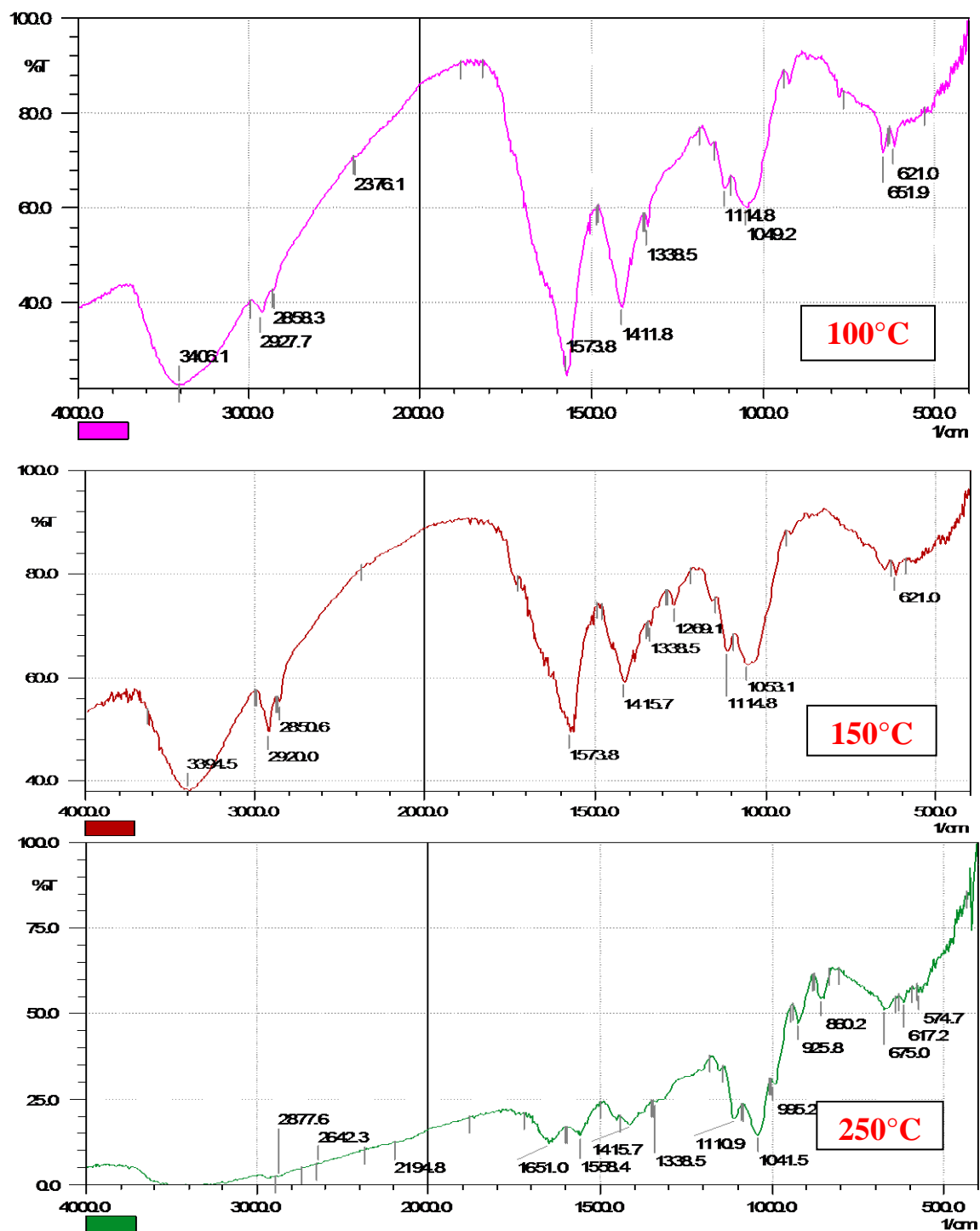


Figure. IV.23 : Spectres FTIR de F2 à différentes températures

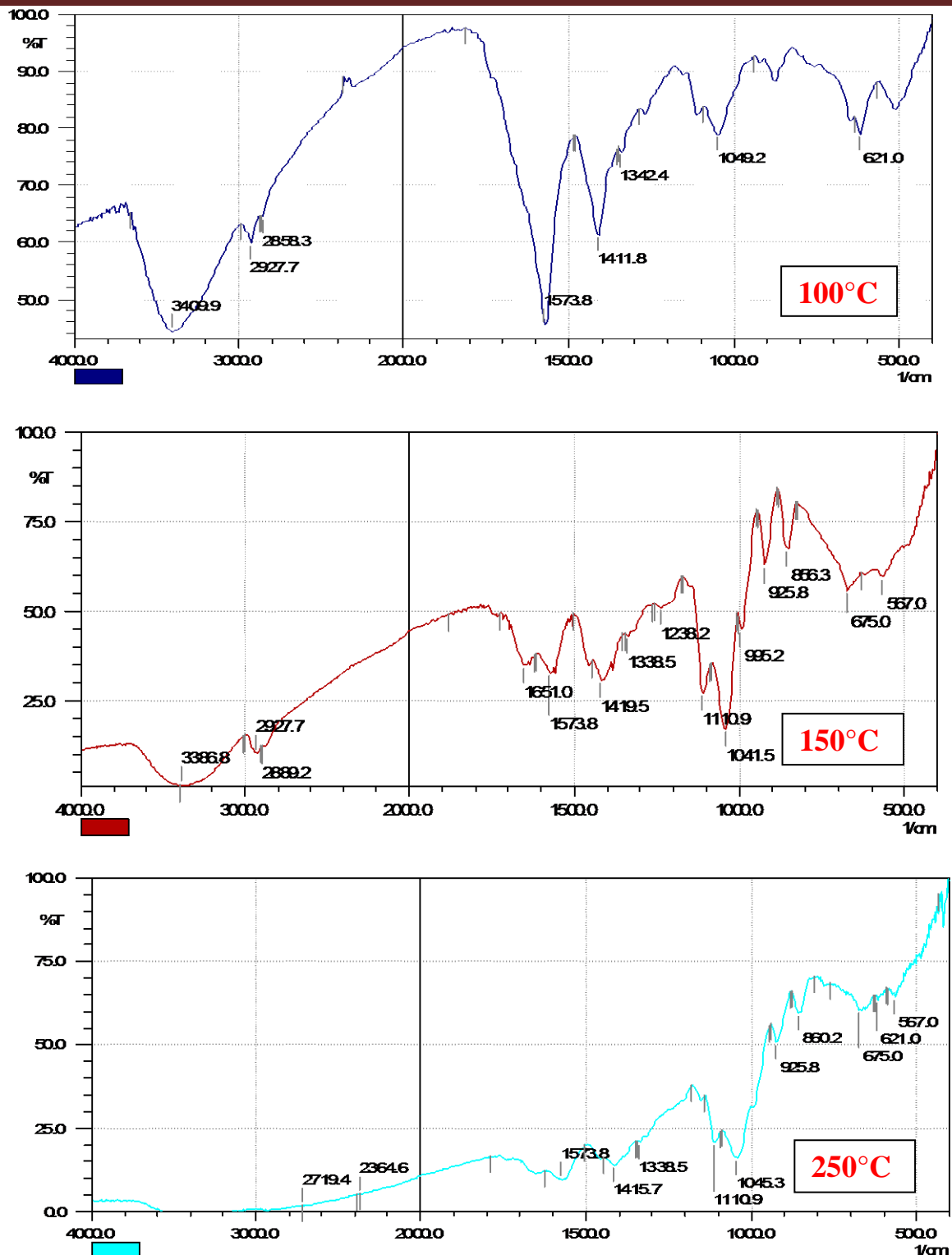


Figure IV.24 : Spectres FTIR de F4 à différentes températures.

La spectroscopie IR à différentes températures montre la présence de bandes caractéristiques des films préparés

On remarque aussi une diminution de l'intensité des bandes avec l'augmentation de la température, cela confirme la dégradation thermique.

A $T=250^{\circ}\text{C}$, les films sont complètement dégradés puisque l'intensité des pics détectés auparavant est presque nulle.

On a réalisé, une comparaison des spectres FTIR à 150°C des Films F2, F6, F7 et F8, contenant la même fibre à différentes quantités (0,05, 0,1, 0,15 et 0,2 g). On donne sur la figure IV.25 les spectres obtenus.

On prélève de même, les bandes caractéristiques des films déjà déterminées auparavant. On remarque que l'intensité des bandes est importante dans les films contenant une quantité élevée de la fibre. Alors que le film F2, montre des intensités faibles, car il contient la plus faible quantité de la fibre d'alfa. Ce qui nous amène à dire que la présence de la fibre rend le film résistant, et si on augmente la quantité en fibre.

Comme conclusion, on peut dire que :

Les films ont été préparés avec un sucée utilisant le chitosane et les fibres d'alfa traitées.

Les fibres utilisées ont été préparées par lavage des tiges d'alfa, broyage et un séchage suivi par un traitement chimique.

Les fibres et les films préparés ont été analysés par spectroscopie Infrarouge.

Les études de la dégradation des films dans différents conditions montrent que la quantité élevée de la fibre d'alfa introduite lors de la préparation des films conduit à une résistance importante.

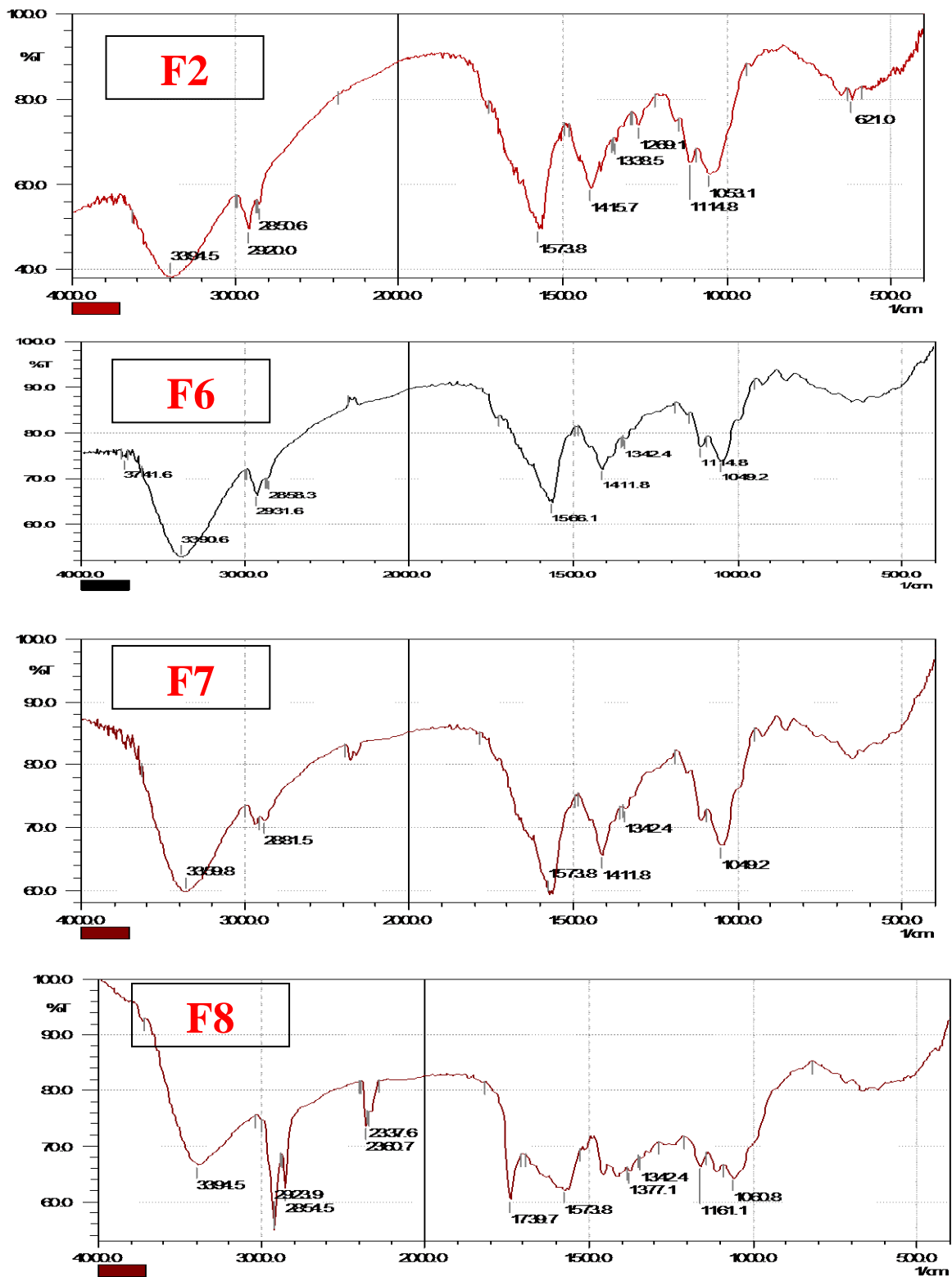


Figure IV.25 : Spectres FTIR des films F2, F6, F7 et F8 à 150°C.

Conclusion Générale

Conclusion générale

Les matières plastiques sont des matériaux organiques de synthèse fondés sur l'emploi des macromolécules. Elles sont ensuite unies entre elles et plastifiées pour fabriquer les matières plastiques. Lors de la plastification, des additifs, des adjuvants, des plastifiants, des résines et des solvants doivent d'être utilisés pour améliorer les propriétés chimiques, physiques et mécaniques du film plastique notamment la résistance, la couleur, la plasticité...

En première partie de ce travail, on a réalisé l'élaboration de la fibre d'alfa par lavage, séchage, broyage, et un traitement chimique. Les fibres préparées ont ensuite analysées par FTIR montrant les bandes caractéristiques de ses principaux segments « cellulose, lignine, hémicellulose... ».

Dans une deuxième partie, on a effectué la préparation des films plastiques utilisant le chitosane comme polymère de base, et la fibre d'alfa comme additif pour renforcer et modifier les propriétés des films. La fibre d'alfa influe sur la cristallinité du polymère choisi lors la plastification.

Les Films préparés sont ensuite caractérisés par FTIR montrant ces principales bandes caractéristiques.

Les films préparés ont été immergés dans différents milieux aqueux de pH= 1,2, 7 et 9. Cette étude montre le pouvoir hydrolysant de l'eau avec différence de perte massique. Ces pourcentage sont influés par la composition chimique de la fibre d'alfa obtenue par le traitement chimique et le taux de cristallinité du polymère utilisé « Chitosane ».

L'enfouissement des films dans le sol nous permet de constater que la suspension du sol utilisée a un grand pouvoir de dégrader les films plastiques, cela était expliqué par la grande intensité des micro-organismes qui existe dans ce milieu et qui ont le pouvoir de dégrader tous les composants des films « chitosane-fibre ».

L'étude de la dégradation thermique a été réalisée dans un four par un suivi pondéral qui a montré que la perte de masse s'effectue avec l'augmentation de la température. Cette étude a été appuyée par spectroscopie FTIR de différents échantillons dégradés à différentes températures.

Conclusion générale

On note ainsi que la dégradation est complète à une température de 250 °C pour les tests analysés par FTIR.

L'étude de la dégradation a été poursuivie, afin de valoriser les déchets plastiques une fois leur utilisation est interrompue puisque le recyclage n'est pas une solution permanente et cela par préserver l'environnement et utiliser le polymère comme une source de carbone pour les bactéries dans le s

Référence Bibliographiques

Références bibliographiques :

- [1]. Bouquerel F., "Etude théorique et expérimentale de l'enroulement d'un film plastique mince: rôle des effets aérodynamiques", 1993, 193.
- [2]. Tortochot E., "Design : de la conception à la diffusion", 2004, Edition Bréal.
- [3]. Stellman J-M., "Encyclopédie de la sécurité et de la santé", 2002, 3eme édition, Genève.
- [4]. Michel F., Yves G., "Chimie et physico-chimie des polymères", 2013, 3ème édition, Dunod paris, 59-123.
- [5].Bicerano J, "Prediction of Polymer Properties", 1993, CRC Press Book, 60-97.
- [6]. Chomon P., "Technique de l'ingénieur: Emballages plastiques- Procédés de transformation", 2008, Saint-Denis France.
- [7]. Nomenclature, classification et formules chimiques des polymères Cécile-Anne NAUDIN Ingénieur de l'Ecole Supérieure de Chimie Industrielle de Lyon Responsable de traités aux Techniques de l'Ingénieur.
- [8]. Modern Plastics and Harper C. A., '*Modern Plastics Handbook*', Mc Graw Hill, N.Y., 2000
- [9]. Sawpan M.A; Piquekering K.L et A. Fernyhough. « Effect of various chemical Treatments on the fibre structure and t'ensile properties of industria hemp fibers», Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 42, 2011, pp 888–955.
- [10].Agassant J.F., Avenas P., Sergent J.P., Vergnes B., Vincent M., « La Mise en forme des matières plastiques »,1996, 3ème édition, Technique et Documentation (Lavoisier), Paris.
- [11]. Hammami.T et Louati. H. “ Cours de PMF des Matières plastiques“
- [12].Dorlort J., J.Massounave et al, “des matériaux“, edition de l'école polytechnique des matériaux, Juillet (1995).
- [13].Agassant J.F., Haudin J.M., « Mise en forme des polymères thermoplastiques », 1991, in M. Carrega (éditeur), Dunod, Paris.
- [14].Agassant J.F., Haudin J.M., « Mise en forme des polymères thermoplastiques », 2000, Matériaux industriels. Matériaux polymères, Dunod, Paris.
- [15]. Michaud, ''Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post formage'' thèse Phd, univ Laval, 2003.
- [16]. Nenonene Y., ''Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage'' thèse de doctorat de l'université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agro ressources, 2009.

- [17]. Hammiche D., « effet d'un nouvel agent comptabilisant PVC-g-MA sur les Performances des composites Polychlorure de vinyle /Alfa » Thèse de l'université de BEJAIA, 2013, 151-152 p.
- [18]. Mahfoudh A., «Étude de la production et de la caractérisation de composites bois plastiques », Mémoire de Maître ès sciences, Département de Génie Chimique, Université Laval, Québec, 2013, 101p.
- [19]. Baley C., Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, Technique de L'ingénieur. 2005, pp AM5 130-1-AM5 130-12 et p12.
- [20]. Joly N., 'synthèse et caractérisation de nouveaux films plastiques obtenues par acylation et réticulation de la cellulose'', thèse doctorat de l'université de Limoges, chimie des substances Naturelles, 2003.
- [21]. Satge B., 'Etude de nouvelles stratégies de valorisation de mono et polysaccharides'', thèse doctorat de l'université de limoges, chimie des substances naturelles, 2002.
- [22]. Khan M.A., ET Idriss K.M.A., «Studies of physico-mechanical properties of Wood and Wood plastic composite (WPC) », Journal of Applied Polymer Science. 45, 1992, pp 167-172.
- [23]. « Cellulose »Microsoft ® Encarta ® 2007. Microsoft Corporation, 1993-2006.
- [24]. Sharma B.R., Naresh L., N.C. Dhuldhoya, S.U. Merchant and U.C. Merchant Lucid "Colloids Limited Jodhpur"-342005, Rajasthan, India, 2006.
- [25]. Gandini A., Et Belgacem N., « La chimie des substances renouvelables». L'actualité chimique, 2002, pp 6-14.
- [26]. Sbiai A., «Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier Dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres». Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale Matériaux de Lyon, France, 2011, 236p. [En ligne], disponible sur
- [27]. Charle K., Morvan C., Bréard J., Jernot P., Gomina M., 'Etude morphologique d'un composite naturel la fibre de lin'' revue des composites et des matériaux avancées, Vol16, pp11-24,2006.
- [28]. Rowel M., l' Composite Materials from Agricultural Resources'' Olsen, Ole; Rexen, Finn; Larsen, Jorgen, eds. Research in industrial application of non food crops, I: plant fibers: Proceedings of a seminar; 1995 May; Copenhagen, Denmark.Linkboy, Denmark Academy of Technical Science: 27-41
- [29]. Bledzki A., ET Gassan J., 'Composites reinforced with cellulose based fibres'', Prog. Polym. Sci. 24 221–274, 1999

- [30]. Bledzki K., and Gassan. J., Composites reinforced with cellulose based fibers, ELSEVIER, Progress in Polymer science, volume 24, pp.221-274, 1999.
- [31]. Akchiche O., Messaoud Bouregghda K., Esparto Grass (*Stipa Tenacissima* L.), raw material of papermaking. First Part, *Chimija rastitel'nogo syr'ja*, 4, 2007, 25-30.
- [32]. USDA Plants Database
- [33]. Rhanem M., « L'alfa (*Stipa tenacissima* L.) Dans la plaine de Midelt (haut bassin versant de la Moulouya, Maroc) –Éléments de climatologie », *Physio-Géo* [En ligne], Vol 3 (janvier 2009)
- [34]. H.N. ; Le Houérou « Considérations biogéographiques sur les steppes arides du nord de l'Afrique », *Sécheresse*, Vol 6, N° 2, pp. 167-182 (1995)
- [35]. « L'alfa : Importance écologique et socio-économique », *Portail de l'agriculture marocaine, Terre et Vie*, N°61-62, (Novembre 2002)
- [36]. Boudy, 1952 in arour, 2001.
- [37]. Boudy, 1952 in benchrik ET lakhdari, 2002; bensid, 1990 in bessam, 2008.
- [38]. Bourahla et guittonneau, 1978 in bessam, 2008 ; mehdadi ,1992 ; mehdadi.2000.
- [39]. Benstiti, 1974 in arour, 2001
- [40]. Benstiti, 1974 in arour, 2001.
- [41]. Boudy, 1952 in benchrik et lakhdari, 2002.
- [42]. Gaddes, 1978; pouget, 1980; hellal, 1991 in bessam, 2008
- [43]. A.Moulay, K.Benabdeli and A.Morsli « Contribution a l'identification des principaux facteurs de dégradation des steppes a *Stipa tenacissima* du sud-ouest Algerien », *Mediterranea, Serie de estudios biológicos época II*, n° 22, Universidad de Alicante (2011)
- [44]. le site de la société nationale de cellulose et de papier alfa <http://www.snepa.com.tn>
- [45]. Ghulam M., *Acta polonaise pharmaceutique*, 2012,69(1) ,11-22
- [46]. logg-le on T., carvalho E.L.S., seijo B., *journal of colloïd and interface science*. 2005, 283, 344-351.
- [47]. Wong Y., Kimura k., Huang Q., Dubin L.P., *Macromolécules*, 1999, 32, 7128-7134.
- [48]. Roberts (G.A.F) – *Chitin chemistry*. Mac-Millan Press London, 1992.
- [49]. Keddou M., *Elaboration et caractérisation de membranes polymères à base de Chitosane*, mémoire de magister de l'université de Boumerdes, 2008.
- [50]. Benali A., *Préparation des composites argile-chitosane, application à la rétention des Colorants*, mémoire de master en chimie de l'université de Tlemcen, 2013.

[51]. Crini G., Badot P.M et Morin-Crini N., Traitement des eaux par du chitosane : intérêts, Méthodes et perspectives, re126, 2, (2009).

Elaboration d'un film plastique à base de chitosane / fibre naturelle

Résumé : Dans ce travail, on a effectué la préparation des films plastiques utilisant le chitosane semi-cristallin comme polymère et la fibre d'alfa traitée comme additif. Les films préparés sont ensuite caractérisés par FTIR. Des études de dégradation ont été menées dans différents conditions (différents pH, température et l'enfouissement dans le sol).

Les résultats de dégradation contrôlés par perte de masse montrent que la résistance est liée à la quantité élevée de la fibre et au taux de cristallinité le plus important.

On note ainsi que la dégradation est complète à une température de 250°C pour tous les films préparés.

Mots Clés : Chitosane, polymère, fibre d'alfa, film plastique, dégradation

Abstract: In this work, the preparation of plastic films using semi crystalline chitosan as polymer and alfa fiber treated as an additive were carried out. The prepared films are then characterized by FTIR. The degradation studies were conducted under different conditions (different pHs, temperatures and burial in the soil).

Mass loss-controlled degradation results show that the strength is related to the high amount of fiber and the highest degree of crystallinity. It thus noted that the degradation is complete at a temperature of 250°C. For all the films prepared.

Keyword: Chitosan, polymer, Alfa fiber, plastic film, degradation.

ملخص: في هذا العمل ، تم إعداد البلاستيك باستخدام الشيتوزان شبه البلوري كبوليمر وألياف الحلفاء كمضاف يتميز البلاستيك المعد بعد ذلك بتقنية الأشعة الحمراء .

أجريت دراسات التحلل تحت ظروف مختلفة (درجة الحموضة المختلفة ودرجة الحرارة والدفن في التربة). نتائج تحلل كتلة البلاستيك أثبتت أن لها علاقة مع درجة التبلور و كمية الألياف المستعملة لصناعة البلاستيك. و من ثم يلاحظ أن التحلل يكون كاملا عند درجة حرارة 250 درجة مئوية لجميع البلاستيك المعدة.

الكلمات الرئيسية : الشيتوزان ، البوليمر، ليف الحلفاء، البلاستيك، التحلل.