

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



École Nationale Polytechnique d'Alger
Département du Génie de l'Environnement

MEMOIRE DE MASTER

Présenté par :

Monsieur TLEMSANI hemza

POUR L'OBTENTION DU DIPLOME MASTER EN
GENIE DE L'ENVIRONNEMENT

THÈME

**Contribution à l'étude du vieillissement naturel d'un
biocomposite à base de mélange PEbd/PLA renforcé par
des déchets de fibre de jute**

Soutenu le : 22/06/2014 devant le jury suivant :

Promotrices : Mme. B. BOUBEKEUR
Mme. N. BELHANECHÉ

MAA, Université de Boumerdes
Pr, ENP

Examineur : Mr. H. BALOUL

MCB, Université de Médéa

PROMOTION juin 2014

Remerciement

je voudrai tout d'abord exprimer ma profonde reconnaissance à mes deux directrices de mémoire, Mme N. BELHANECHÉ, Professeur à l'ENP et Mme B. BOUBEKEUR, Maitre assistante à l'Université de Boumerdes. Nous nous ne peux que les remercier, non seulement de m'avoir encadré et assisté tout au long de ce travail, mais aussi pour leurs compétences scientifiques, leur disponibilité et leurs conseils précieux.

je remercie sincèrement, Mr A. CHERGUI, maitre de conférence à l'ENP de nous avoir fait l'honneur de présider mon jury de mémoire.

je remercie également, Mr H. BALOUL, pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de donner une partie de son précieux temps en tant qu'examineur et d'avoir ainsi partagé une partie de son savoir.

Dédicace

À mes chers parents

Pour votre amour incommensurable, votre soutien indéfectible et pour tous les efforts et les sacrifices que vous avez déployé pour ma réussite, Que dieu tout puissant vous bénisse.

À mes chères sœurs

Nassima, Nadia, Fatima

*À mon cher frère Mohammed Omar et Ma belle-sœur
Zineb*

À mes nièces et neveux

Zineb, Sara, Meriem, Niemet, Houcem, Abdellah

*À tous mes amis et toute la famille TLEMSEN et
MEDJUN*

Hemza

Résumé :

Ce travail vise à évaluer les performances mécaniques et le vieillissement de biocomposites dans le sol en vue d'une utilisation potentielle de ces matériaux prometteurs dans des applications structurales.. L'objectif est d'évaluer les performances rhéologiques du biocomposite PEbd/PLA/jute.

Les différents composites ont été soumis à des traitements hygrothermiques afin de reproduire un vieillissement environnemental accéléré. Les variations des propriétés physiques et mécaniques ont été suivies à l'aide de plusieurs techniques expérimentales : mesure des masses et des dimensions, essais de traction, analyse mécanique dynamique et observation en microscopie électronique à balayage. Le biocomposite PEbd/PLA/jute présente un pouvoir hygroscopique dans le sol relativement important, à l'origine de variations dimensionnelles non négligeables. Enfin la présence d'eau entraîne la dégradation de l'adhésion fibre-matrice, la microfissuration et l'hydrolyse de la matrice biosourcée.

Mots Clés : Biocomposite, fibres végétales, vieillissement accéléré, propriétés rhéologiques

Abstract :

This work aims at evaluating the mechanical performances and the ageing of biocomposites in soil for a potential use of these promising materials in structural applications. The objective is to evaluate compared the rheological performances of the biocomposite PEbd/PLA/jute to other materials manufactured.

The various composites were subjected to hygrothermic treatments in order to reproduce an accelerated environmental ageing. The variations of the physical properties and mechanical were followed using several experimental techniques: measure masses and dimensions, tests of traction, analyzes mechanical dynamics and observation in electronic scan microscopy. The biocomposite PEbd/PLA/jute presents a relatively significant hygroscopic capacity, at the origin of considerable dimensional variations. Finally the presence of soil involves the degradation of the matrix fibre adhesion, the microfissuring and the hydrolysis of the biosource matrix.

Keywords : Green composite, natural fiber, accelerated ageing, rheological properties

ملخص

يهدف هذا العمل لتقييم الأداء الميكانيكية والشيخوخة من المواد المركبة الحيوية لإمكانية استخدام هذه المواد في التربة. الواعدة في التطبيقات الهيكلية .. والهدف هو تقييم أداء الريولوجية الحيوي مركب البوليمر إيثيلين المنخفض الكثافة / البوليمر إيثيلين اللينيك / الجوت مقارنة مع غيرها من المواد المنتجة

تعرض مختلف المواد المركبة للعلاج الرطوبة الحرارية لإنتاج والشيخوخة المتسارعة البيئية. تم رصد التغيرات في الخصائص الفيزيائية والميكانيكية باستخدام عدة أساليب فنية تجريبية: قياس الجماهير والأبعاد، واختبار الجر، ودينامية الميكانيكية والمراقبة عن طريق التحليل المجهر الإلكتروني. والعضوية مركب البوليمر إيثيلين المنخفض الكثافة / البوليمر إيثيلين اللينيك / الألياف الجوت لديه قوة كبيرة نسبيا، للمادة. أخيرا، فإن وجود التربة يتسبب في تدهور التصاق الألياف مصفوفة، والتحلل من مصفوفة الحيوي القائم

كلمات البحث: مركب عضوي، والألياف النباتية، وتسارع الشيخوخة، والخصائص الريولوجية

Table des matières

Chapitre I :	2
Généralités sur les matières plastiques, le PEbd, le PLA et le jute	2
I.1 Matières renouvelables :	2
I.2 La structure de l'acide polylactique	4
I.3 Historique du PEbd	5
I.3.1 Les polyéthylènes basse densité ramifiés (PEbdr)	6
I.3.2 Les polyéthylènes Basse Densité linéaires (PEbdl)	6
I.4 La fibre de jute	7
Chapitre II :	8
Généralités sur le sol	8
II.1 Définition :	8
II.2 Les constituants du sol	8
II.2.1 Les constituants minéraux	9
II.2.1.1 Les minéraux primaires	9
II.2.1.2- Les minéraux secondaires	9
II.2.2- La matière organique	10
II.2.3 L'eau dans le sol	11
II.3 Granulométrie des constituants (texture du sol)	12
II.4. Activité biologique du sol	12
II.4.1. La faune du sol	12
II.4.1.1. Composition :	12
II.4.1.2. Role	13
II.4.2 la flore du sol	14
II.4.2.1 compositions et classement	14
II.4.2.2 les facteurs favorisant la flore du sol	14
II.5 Pollution des sols	15
Chapitre III Matériels et méthodes	
III.1 Matériaux utilisés	17

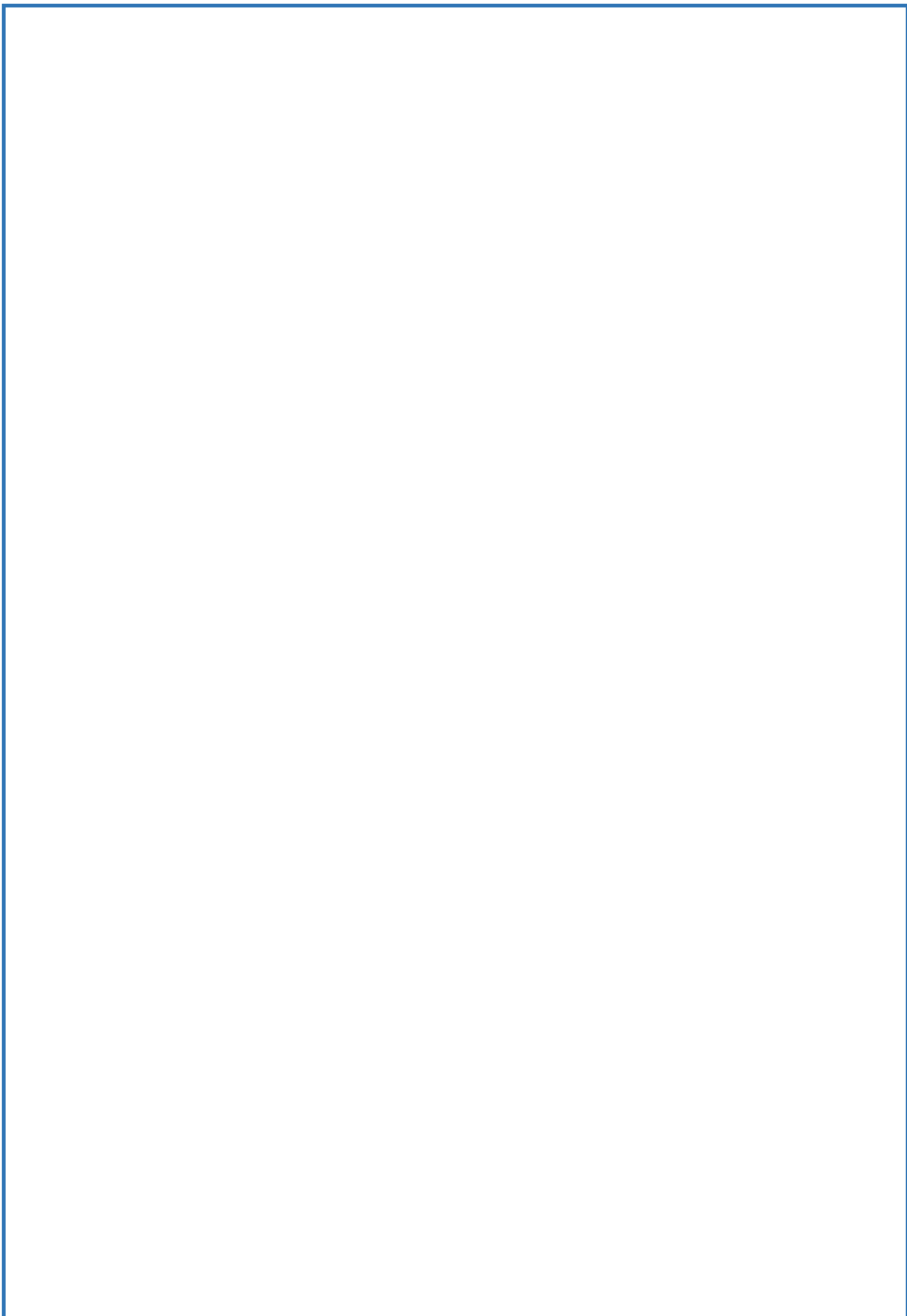
III.2 Vieillessement dans le sol.....	17
III.3 Appareillages et méthodes d'analyses	17
III.3.1 Evolution du pH.....	18
III.3.2 Evolution de l'humidité du sol.....	18
III.4 Spectroscopie infrarouge à balayage à transformé de fourier (IRTF).....	18
Chapitre VI Résultats et discussion	
IV.1 Caractéristiques du sol.....	21
IV.2 Evolution de masse dans le sol	22
IV.3 Analyses des échantillons enfouis dans le sol par spectroscopie	23
IV.3.1 Echantillons PEbd/PLA/fibre de jute (20/80/0).....	23
IV.3.2 Echantillons PEbd/PLA/fibre de jute (20/80/10).....	24
IV.4 Evolution de la densité de matériau dans le sol.....	24
Conclusion générale.....	26
Références bibliographiques	

Listes de tableaux

Tableau I.1 : Principaux secteurs d'applications des matières plastiques [2].....	2
Tableau IV.1 Evolution du pH de sol.....	21
Tableau IV.2 densités de chaque échantillon avant et après l'enfouissement dans le sol....	24

Listes des figures

Figure I.1 : Structure de l'acide lactique $-\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{COOH}$	4
Figure I.2 : Les deux énantiomères de l'acide lactique.....	4
Figure I.3 : Les fibres de Jute.....	7
Figure II.1 : Structure d'un sol.....	8
figure II.2 qui suit résume les diverses formes de contaminations des sols et leurs conséquences.....	15
Figure III.1 : Spectromètre Infrarouge à Transformée de Fourier.....	16
Figure IV.1 : Evolution de masse lors de la dégradation de chaque composite.....	22
Figure IV.3. Spectres IR du mélange PEbd/PLA/jute (20/80/0) enfouis dans le sol.....	23
Figure IV.4. Spectres IR du mélange PEbd/PLA/jute (20/80/10) enfouis dans le sol.....	24



INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

L'utilisation des ressources renouvelables (ressources provenant de la biomasse) dans les matériaux composites devient de plus en plus fréquente de nos jours. On assiste à une forte demande des marchés pour des produits plus respectueux de l'environnement. C'est ainsi que des recherches sont menées dans plusieurs parties du monde. Des fonds colossaux sont débloqués dans ce sens pour satisfaire la demande. Des matériaux aux appellations diverses (bio composite, biodégradable, biocompatible, etc.) ont ainsi vu le jour. L'importance économique des matériaux composites est maintenant notoire et les prévisions laissent à penser que celle-ci sera en augmentation constante dans les années qui viennent. Une grande diversité d'application est concernée, depuis les produits composites dits « à grande diffusion » jusqu'aux composants aérospatiaux à hautes performances mécaniques et thermomécaniques [1].

Les problèmes liés à l'environnement par la consommation importante des thermoplastiques courants, tel que le polyéthylène dans divers secteurs génère d'énormes quantités de déchets. Afin de réduire ce fléau, les nouvelles recherches s'orientent vers les thermoplastiques biodégradables issus de ressources naturelles renouvelables, tel que l'acide polylactique. L'élaboration de nouveaux matériaux à base de mélanges de polymères et fibre végétale permet d'obtenir divers matériaux offrant un avantage économique et environnemental.

Le présent travail porte sur l'étude d'un nouveau matériau en mélangeant l'acide polylactique (PLA), thermoplastique biodégradable et le polyéthylène basse densité (Pebd), thermoplastique courant, et d'un composite végétale Fibre de jute.

Chapitre I :
Généralités sur les matières
plastiques, le PEbd, le PLA
et le jute

I.1 Matières renouvelables :

Les matériaux plastiques sont requises pour de nombreuses applications telles que dans l'emballage et dans d'autres secteurs aussi variés et diverses que l'aéronautique, l'automobile, les cosmétiques, etc., comme résumé dans le Tableau 1.

Tableau I.1 : Principaux secteurs d'applications des matières plastiques [2]

Secteur d'application	%
Emballage	25
Bâtiment	21
Industries électriques et électroniques	15
Colles, peintures, vernis	10
Industries automobiles	7
Ameublement	5
Agriculture	4
Articles ménagers	3
Divers	10

L'industrie plastique est en pleine expansion même si elle n'est pas aussi ancienne que l'industrie métallurgique, avec une croissance de l'ordre de 7% ces 25 dernières années. En 2003, Dans le milieu industriel, on distingue en termes de capacité de production quatre grandes familles de polymères thermoplastiques ou plastiques de commodité :

les plastiques de grande diffusion : le polyéthylène haute densité PEHD (constitué de chaînes moléculaires linéaires non ramifiées) et basse densité PEBD (constitué de chaînes moléculaire ramifiées) ; (Polymères issus de la pétrochimie et considérés comme non biodégradables car nécessitant plusieurs siècles pour une dégradation complète) ; le polypropylène PP ; le polychlorure de vinyle PVC et le polystyrène PS ;

- Les polymères intermédiaires tels que le polyéthylène téréphtalate PET, le nylon ;

- Les polymères techniques (polyamides connus pour leurs propriétés barrière à l'oxygène; l'acide poly lactique PLA pour sa biodégradabilité, etc.)

- Les polymères de hautes valeurs ajoutées tels que le KEVLAR et les polymères fluorés utilisés dans les domaines de l'aéronautique, de l'industrie chimique, de la microélectronique et aussi dans l'automobile. La production mondiale a atteint 194 millions de tonnes en polymères de synthèse. Ces matières plastiques sont destinées pour certaines à une utilisation sur une période de temps très limitée et même extrêmement courte lorsqu'elles sont ramenées à l'échelle de l'existence du matériau. Ces matériaux de très grande diffusion sont constitués de chaînes de polymères hydrocarbonées saturées donc de très haute stabilité chimique, physique et biologique. Il convient donc de s'interroger sur leur devenir après utilisation, en d'autres termes à leur valorisation.

En effet, La valorisation de ces matériaux représente un enjeu mondial. Théoriquement, trois voies sont envisagées pour les matières plastiques et peuvent aussi être adaptées à d'autres matériaux :

- la valorisation chimique de la matière première : conversion du plastique en matières premières (monomères, intermédiaires chimiques) qui seront ensuite réutilisée pour synthétiser de nouvelles molécules dans l'industrie pétrochimique ;

- La valorisation de la matière ou recyclage : le matériau est recyclé pour la même utilisation après lavage ;

- la valorisation énergétique : utilisée lorsque les objets récupérés sont de petites tailles dont le nettoyage pour être recyclés n'est pas judicieux (exemple : les pots de yaourts).

Toutes ces valorisations passent par des mécanismes de dégradation dont les plus utilisés sont au nombre de cinq en comptant la biodégradation [3]. Ce sont :

- la photo dégradation (action des UV et des radicaux libres) ;

- la dégradation chimique (par hydrolyse ou oxydation) ;

- la dégradation thermique (action des radicaux libres et de la chaleur) ;

- la dégradation mécanique (cisaillement et coupures des chaînes par exemple le broyage) ;

- la biodégradation qui consiste à laisser se dégrader par l'action de microorganismes.

Une nouvelle alternative consiste à utiliser des matériaux d'origine renouvelable. La matière renouvelable correspond à toute substance possédant la capacité de se renouveler naturellement. Leur utilisation est devenue une nécessité car avec l'épuisement des ressources fossiles, avec l'émission des gaz à effet de serre et l'éternel problème de la gestion des déchets, il est indispensable de trouver des solutions alternatives pour le

respect de l'environnement. Ainsi, l'amélioration de la qualité de la vie quotidienne est devenue une des préoccupations majeures de la communauté scientifique internationale. C'est dans ce cadre que de nouveaux matériaux de plus en plus performants sont mis au point. Ceci a engendré l'utilisation des matières renouvelables notamment plastiques durant les dernières décennies.

I.2 La structure de l'acide polylactique

Les PLA $C_3H_6O_3$ se présentent très généralement sous forme de macromolécules linéaires dont l'architecture est déterminée selon la composition stéréochimique. L'unité répétitive du PLA de masse moléculaire, ($72 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$) contient un centre de symétrie dont la configuration spatiale peut être L(S) ou D(R) ; avec une abondance naturelle en L(S).

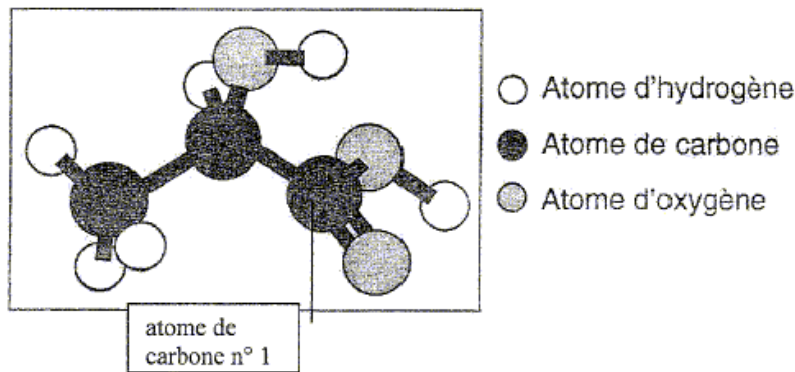


Figure I.1 : Structure de l'acide lactique $-\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{COOH}$

Selon la dimérisation (condensation de deux unités monomères), trois configurations différentes peuvent être observées : LL (L-lactide), DD (D-lactide) ou LD (mésos) qui est sans activité optique. Il est bien de noter que la forme méso n'est pas à confondre avec le mélange racémique, qui est un mélange équimolaire des deux formes L et D.

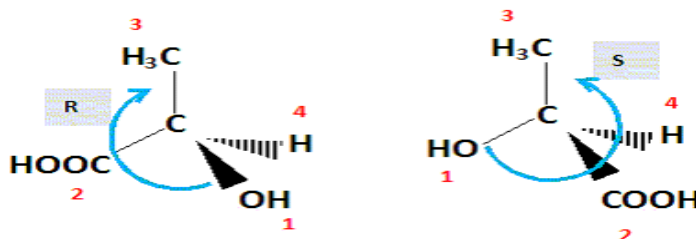


Figure I.2 : Les deux énantiomères de l'acide lactique

I.3 Historique du PEbd

Le polyéthylène est la polyoléfine (thermoplastique) la plus anciennement préparée industriellement [4].

Il était admis avant 1933 que l'éthylène n'était pas polymérisable ; néanmoins, les chimistes d'IG Farben avaient pu obtenir des oligomères (huile, cire) et, bien plus tôt, en 1890, Bamberger et Tschirner du polyéthylène linéaire à partir du diazométhane dissous dans de l'éther.

L'ensemble des travaux de base se situe dans les années 1932 à 1935 : la société ICI, qui cherchait à faire réagir l'éthylène sur le benzaldéhyde à 170 °C et 1400 bar, fabrique accidentellement en 1933, puis, volontairement en 1935, les premiers grains de polyéthylène.

Ensuite commence la période du développement industriel :

- en 1937, la première unité pilote est mise en service et l'on démarre des études sur les procédés en autoclave et tubulaire ;
- en 1939, ICI met en service une usine de 100 t /an de capacité ;
- en 1944, le procédé d'ICI est l'objet d'une variante : la polymérisation est réalisée par BASF dans un réacteur tubulaire à des pressions atteignant 4000 bar ;
- en 1946, 24 usines fonctionnent déjà aux États-Unis et en Grande-Bretagne ;
- en 1954, les premières unités industrielles sont démarrées en France par Éthylène Plastique (actuellement Enichem) sous licence ICI (procédé en autoclave) ;
- en 1964, la première unité industrielle en France est mise en route selon le procédé tubulaire par Aquitaine Organico (actuellement Elf Atochem).

De 1970 à 1980, les deux procédés haute pression ont été développés. La capacité mondiale a triplé pour atteindre 15 millions de tonnes en 1980.

La même décennie a vu le développement des procédés par catalyse organométallique pour la production de polyéthylène haute densité (PE-HD) et de polyéthylènes basse densité linéaires (PE-BDL), respectivement homopolymère de l'éthylène et copolymères éthylène - oléfine (Dupont of Canada, Union Carbide, Enichem).

En 1978, Union Carbide a lancé le polyéthylène linéaire par un procédé en lit fluidisé. En quinze ans, la capacité mondiale a atteint 10 millions de tonnes stoppant le développement de nouvelles capacités utilisant le procédé haute pression.

De 1980 à 1992, la capacité mondiale en PE-BD ramifié a peu évolué. En 1992, elle approchait les 17 millions de tonnes.

I.3.1 Les polyéthylènes basse densité ramifiés (PEbdr)

Polymérisés en présence d'un 'générateur-initiateur' de radicaux libres, ils sont obtenus par des procédés de fabrication à haute pression à des températures allant de 150 à 300°C. Ces procédés conduisent à des PE contenant des ramifications courtes (2 à 5 C) et longues (> 5 C) [5].

I.3.2 Les polyéthylènes Basse Densité linéaires (PEbdl)

Les principaux procédés de fabrication du PEbdl sont les procédés en phase gazeuse et en solution. En Europe, le rapport entre les procédés de fabrication du PEbdl en phase gazeuse et en solution est de l'ordre de 60 à 40 [5].

La sélection du procédé repose sur les facteurs suivants :

- propriétés du produit désiré
- choix des a oléfines
- densité du produit
- distribution du poids moléculaire unimodale ou bimodale
- accès à la technologie
- aspects économiques généraux

I.4 La fibre de jute

La fibre de jute est longue, douce et brillante. Sa longueur va de 1 à 4 mètres et son diamètre de 17 à 20 microns. Elle est essentiellement composée de cellulose végétale et de lignine, qui sont respectivement les principaux composants de la fibre végétale et de la fibre de bois. Les méthodes de rouissage utilisées pour séparer l'écorce filamenteuse d'avec la tige peuvent être biologiques ou chimiques, mais les premières sont plus répandues compte tenu du coût des produits chimiques [6].



Figure I.3 : Les fibres de Jute

Le rouissage biologique englobe plusieurs techniques consistant à lier les tiges en faisceaux avant de les faire tremper afin de séparer plus facilement les fibres de la tige. On gratte ensuite la matière non fibreuse, ce qui permet enfin d'arracher les fibres.

Chapitre II :

Généralités sur le sol

II.1 Définition :

Le sol provient en général de l'altération de la roche mère sous-jacente, appelée sous-sol. La pédologie décrit les différents types de sols ainsi formés, en distinguant la couche arable et le sol sous-ajacent. L'agriculture travaille la couche arable, plus riche en matières organiques. L'horizon sous-jacent, entre la couche arable et la roche mère, contribue aussi à la nutrition de la plante en éléments minéraux et en eau (figure II.4). L'agronomie s'intéresse à ces deux horizons à travers le profil cultural [7].

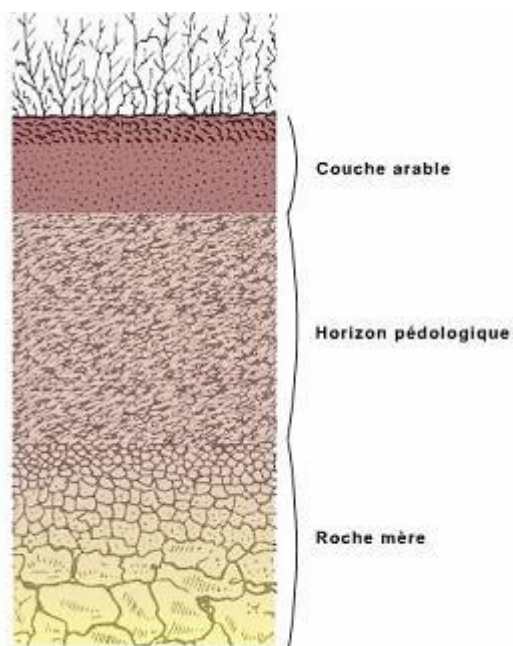


Figure II.1 : Structure d'un sol

II.2 Les constituants du sol

Le sol comprend quatre éléments principaux: l'air, l'eau, les constituants minéraux et la matière organique.. Ce mélange n'est pas 'amorphe', et on distingue différents niveaux (différentes échelles) d'organisation dans l'agencement de ces constituants. Le sol est un milieu tridimensionnel organisé, structuré, qui peut être observé sur des échelles dont les dimensions varient de plusieurs ordres de grandeur, depuis l'agencement des feuillets minéraux des argiles qui composent sa phase solide, jusqu'à l'agencement complexe des couches de sol qui constituent la couverture pédologique.

II.2.1 Les constituants minéraux

II.2.1.1 Les minéraux primaires

Les minéraux primaires des sols tels que quartz, feldspaths, micas..., sont hérités de la roche mère, grâce aux processus de désagrégation mécanique [8].

Les argiles sont décrites en termes pédologiques et granulométriques comme les particules du sol dont le diamètre est inférieur à 2 μm . Ce sont des silicates d'aluminium plus ou moins hydratés, microcristallins, à structure en feuillets (phyllithes), provenant de l'altération géochimique et biochimique progressive des minéraux primaires du sol dépourvus de divers éléments tels que le fer, le magnésium et le calcium [8].

II.2.1.2- Les minéraux secondaires

a- Les argiles

Les argiles présentent surtout deux caractéristiques essentielles qui en font des minéraux diversement réactifs :

D'une part, les argiles ont une structure formée d'une superposition de feuillets (silicates d'aluminium plus ou moins hydratés, microcristallins) qui leur confère une surface spécifique interne très variée [8].

D'autre part, les argiles se caractérisent par une surface électrique non neutre, qui détermine leurs capacités d'échanges ioniques. Ces minéraux portent en fait deux types de charges.

La première, de signe négatif est liée aux substitutions Al^{3+} - Si^{4+} ou Mg^{2+} , Fe^{2+} - Al^{3+} dans les feuillets de l'argile. La seconde, liée aux réactions chimiques qui se produisent à la surface des minéraux, est une charge de surface variable en fonction du pH du milieu [9].

b- Les oxydes et hydroxydes

Les (hydr) oxydes de fer et d'aluminium, sous forme amorphe ou cristalline, sont des constituants communs dans les sols naturels. Les (hydr) oxydes de fer sont les plus abondants (Fe_2O_3 : hématite et maghémite; FeOOH : goethite).

Les (hydr) oxydes d'aluminium sont relativement moins fréquents. Enfin les (hydr) oxydes de manganèse, sont généralement minoritaires dans les sols naturels [10].

c- Les carbonates, phosphates, sulfates, sulfures et les chlorures

La forme prédominante des carbonates ($R^{2+}CO_3^{2-}$; R= Ca, Mg, Fe) mais aussi beaucoup de métaux divalents présents dans les sols pollués tels que Pb, Zn, Cu, etc.) dans la plupart des sols est la calcite ($CaCO_3$). Assez soluble, cette espèce a une influence majeure sur le pH des sols et par conséquent sur les phénomènes de sorption de métaux. En outre, les réactions de dissolution / précipitation des carbonates favorisent le piégeage des ions métalliques au sein des cristaux formés [11].

Les phosphates (groupement PO_4^{3-}) sont des minéraux peu abondants dans les sols, mais susceptibles, comme les carbonates, de substitution du calcium par des éléments métalliques divalents (Pb, Zn, Cu), en particulier dans des sols à tendance basique [12].

Les sulfates (généralement de la forme $R^{2+}SO_4$) et les arseniates (minéraux d'arsenic As^{+5} comprenant le groupement AsO_4^{3-}), les sulfures ($R^{2+}S^{2-}$), les arsénures (minéraux d' As^{+3}) et les chlorures (principalement $R^{2+}Cl^{2-}$) sont des espèces présentes en quantité négligeable dans la plupart des sols, mais qui peuvent être abondantes en contexte industriel ou minier [13].

II.2.2- La matière organique

La phase solide du sol est constituée de deux parties de nature chimique distinctes. Une partie minérale, de loin la plus abondante, qui dérive des matériaux géologiques aux dépens desquels le sol s'est développé, et une partie organique, qui dérive des débris végétaux tombés au sol et progressivement altérés et intégrés à celui-ci.

Une partie de ces débris est intégrée par la faune ou la microflore du sol. Un autre pool de produits de l'altération des résidus végétaux forme de nouvelles molécules organiques, par altération et/ou par condensation éventuelle d'une partie des produits de l'altération, ou produite par les microorganismes du sol. Cette formation de molécules organiques est appelée humification [14].

La phase ultime de l'altération des matières organiques du sol est sa minéralisation (transformation en molécules inorganiques), soit directement lors de son altération (minéralisation primaire), soit à partir des matières organiques humifiées (minéralisation secondaire). La macrofaune du sol (vers de terre, arthropodes, etc.), et la microflore (bactéries, champignons, etc.), morte ou vivante, et leurs sécrétions / excréments, ont un rôle de premier plan sur le fonctionnement et les propriétés de cette matière organique.

La quantité de débris végétaux qui arrive au sol chaque année, et les vitesses des différents processus (intégration biologique, humification, minéralisation) déterminent l'équilibre qui s'établit entre eux et la quantité globale de matières organiques stockée dans le sol. Les natures biochimiques des matières organiques sont très variées, de même que leur temps moyen de résidence dans le sol (lié à leur stabilité).

La nature biochimique des matières organiques et les processus qui aboutissent à leur formation et leur minéralisation ne sont pas développés ici, du fait notamment de leur complexité. La nature biochimique des matières organiques n'en est pas moins essentielle, notamment pour la réactivité du sol vis-à-vis des substances organiques anthropiques / exogènes qui peuvent y être apportées [15].

La partie organique du sol est caractérisée en premier lieu par son abondance, exprimée en grammes de matières organiques par kilogramme de terre fine [g.kg⁻¹], comme pour les fractions granulométriques. Le carbone est un élément majeur dans la constitution des molécules organiques. Le dosage du carbone organique du sol est plus aisé que celui de la matière organique totale. Pour cette raison, on utilise souvent la teneur en carbone organique comme expression de l'importance de la partie organique du sol (exprimée aussi en [g.kg⁻¹]).

Le rapport entre la teneur en matière organique et la teneur en carbone organique est relativement constant. Ce rapport se situe en général autour de 1,72 g de matières organiques par g de carbone organique. Ce rapport est généralement utilisé pour estimer la teneur en matière organique à partir de la teneur en carbone organique.

II.2.3 L'eau dans le sol

La réserve en eau assure la quasi-totalité des besoins en eau de la plante. L'eau dissout les éléments nutritifs pour constituer la solution du sol qui est absorbée par les racines. Plus la texture d'un sol est fine, plus sa réserve en eau est élevée. La part de l'eau qui s'infiltre dans le sol est d'autant plus importante que la surface offre plus d'obstacles au ruissellement et que la structure du sol est plus grossière. L'eau d'infiltration se charge sur son passage en oxygène, gaz carbonique et sels minéraux [16].

Une partie de l'eau du sol est prélevée par la plante pour son alimentation mais aussi pour composer les pertes par évapotranspiration au niveau des feuilles. Une autre partie de

l'eau du sol peut être perdue par transpiration par les feuilles ou par évaporation à la surface du sol, qui peut être réduite par paillage ou brise-vent.

II.3 Granulométrie des constituants (texture du sol)

La texture des sols se réfère à la proportion des différentes particules des sols à l'état primaire. Les unités texturales sont le sable, le limon et l'argile.

Les méthodes d'analyse granulométriques sont nombreuses. Les principales sont : les tamis superposés, la combinaison hydromètre-pipette, la centrifugation, l'élutriation et la décantation.

On définit différents types de sols :

- Sol sableux
- Sol argileux
- Sol limoneux

La connaissance de la texture permet d'indiquer les tendances du sol quant à ses qualités physiques :

- Les sols riches en sables sont perméables, filtrants et, d'autant plus que le sable est grossier.

- Si aux éléments grossiers, s'adjoignent beaucoup de sable fin et de limon, ceux-ci tendent à colmater les interstices entre les éléments grossiers, rendant le sol plus ou moins imperméable.

- Si des proportions suffisantes d'argile s'ajoutent aux limons et aux sables, surtout en présence d'humus, une structure fragmentaire peut prendre naissance, garantissant, à la fois, une perméabilité tout en retenant assez d'eau pour la végétation [16].

II.4. Activité biologique du sol

Habité en surface et dans son épaisseur par de nombreux organismes, le sol est un milieu biologique où se développe une activité intense. Plantes, animaux et bactéries mêlent constamment leurs activités et leurs actions et agissent ainsi sur le sol pour un bon équilibre.

II.4.1. La faune du sol

II.4.1.1. Composition :

La faune du sol peut être classée en deux sous-groupes :

- **La macro-faune** : elle est constituée par des animaux mesurant plus de 2 mm.
 - Mammifères, rongeurs et insectivores
 - Vers de terre
 - Arthropodes (insectes, arachnides et myriapodes)
 - Mollusques (escargots, limaces)
- **La micro-faune** : elle est constituée par des animaux mesurant moins de 2 mm.
 - Nématodes
 - Rotifères et tardigrades
 - Protozoaires

II.4.1.2 Rôle :

Le rôle de la faune dans le sol est triple :

- **Une action sur l'état physique du sol :**
 - Création de galeries, aération, drainage,
 - Fragmentation de la matière organique
 - Brassage énergétique de ces fragments
 - Malaxage et transport des matières organiques dans tout le profil du sol,
 - Formation d'agrégats stables et amélioration de la porosité, donc de la structure et de la stabilité structurale du sol (par le biais de la fabrication d'humus).
- **Une action chimique :**
 - lutte contre le lessivage en remontant les éléments minéraux lessivés hors d'atteinte des racines, et enrichissement en minéraux assimilables. Leurs déjections sont considérablement plus riches en potassium, phosphore et magnésium assimilables.
 - amélioration de l'assimilabilité des éléments minéraux grâce à cette prédigestion notamment par les vers de terre.
 - mobilisation sous forme organique d'une partie des éléments minéraux présents dans le sol.
- **une action biologique :**
 - stimulation de la flore microbienne du sol avec une sélection et un rajeunissement

permanents des souches les mieux adaptées.

- limitation d'invasions extérieures par des parasites.

II.4.2. La flore du sol

II.4.2. 1 Composition et classement

On retrouve dans cette flore :

- **Les algues** : leur chlorophylle les rend autotrophes. Elles vivent dans les deux premiers centimètres du sol.

- **Les champignons** : 1000 à 1500 kg/ha. Ce sont des êtres hétérotrophes.

- **Les actinomycètes** : ce sont des êtres unicellulaires ramifiés comme les moisissures.

- **Les bactéries** : on en trouve de quelques kg à plusieurs tonnes à l'hectare.

On peut les classer en fonction de leur milieu de vie :

- **Aérobies** : nécessitent la présence d'air.

- **Anaérobies** : vivent en absence de l'air.

II.4.2.2 Les facteurs favorisant la flore du sol

- **L'aération** : La plupart des micro-organismes utiles ont besoin d'air, donc ils sont aérobies.

- **L'humidité** Elle doit être en moyenne de 18 à 20 %.

- **La température** :

- Activité nulle à 0°C

- Moyenne à 10 - 15°C

- Optimale à 30°C.

- **Le pH** (optimum de 6 à 7,5) : voisin de la neutralité.

- La **présence de calcium échangeable** (pour neutraliser les acides organiques formés lors de l'activité microbienne)

- la quantité de **matières organiques** : un apport stimule la flore du sol mais une quantité élevée peut-être un signe d'une mauvaise décomposition.

- la présence de la faune.

Enfin, le mode d'exploitation peut plus ou moins favoriser l'activité de la flore et de la faune du sol. Par exemple, des apports d'engrais ou d'amendements auront un effet bénéfique alors que le tassement lié à des interventions en conditions humides et l'emploi de

pesticides (en particulier s'il s'agit de produits de désinfection du sol) auront un effet dépressif.

II.5. Pollution des sols

La pollution du sol peut être diffuse ou locale, d'origine industrielle ou agricole (suite à l'utilisation massive d'engrais ou de pesticides qui s'infiltrent dans les sols). Ces pollutions agricoles peuvent avoir plusieurs impacts sur la santé humaine, en touchant les nappes phréatiques, d'une part, et en contaminant par bioaccumulation les cultures poussant sur ces sols, d'autre part.

Les principaux polluants sont les métaux lourds (plomb, cadmium, cuivre, zinc), les produits phytosanitaires (fongicides, herbicides, insecticides) et les engrais utilisés en trop grandes quantités (phosphore, potassium, magnésium). La **figure II.2** qui suit résume les diverses formes de contaminations des sols et leurs conséquences.

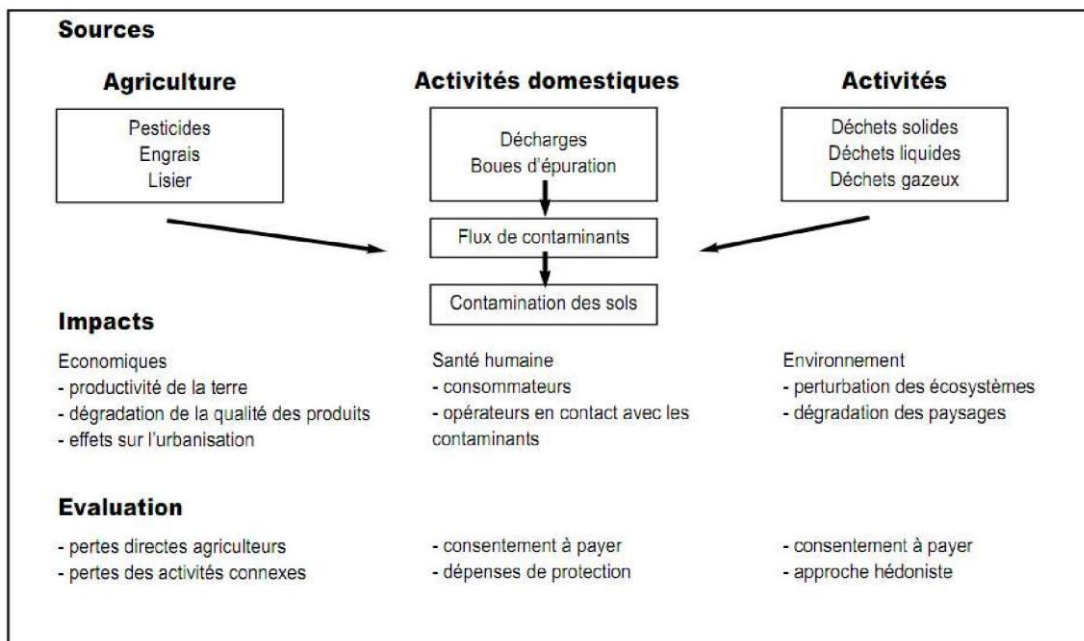


Figure II. 2. Les diverses formes de contamination des sols et leurs conséquences [17]

Chapitre III :

Matériels et Méthodes

III. 1. Matériaux utilisés :

Nous avons utilisé cinq formulations PEbd/PLA/Fibre de jute (20/80/0 ; 20/80/10 ; 20/80/20 ; 20/80/30 ; 20/80/40).L'évolution de la perte de masse dans le sol a été suivie en fonction du temps (durant 1 mois).

Des éprouvettes du matériau élaboré aux dimensions : $(15 \times 10 \times 5) \text{ mm}^3$ avec une masse allant de 0,3 à 0,5g ont été utilisées.

III.2. Vieillessement dans le sol :

Le sol choisi est un sol d'une décharge d'OULED FAYET (ouest d'Alger).Il a été séché à l'air libre pendant 48h, puis passé au tamis de 2mm.

12 échantillons de chaque formulation enfouis , la masse de sol est de 5 Kg.

Le vieillissement s'est effectué sur une durée de 1 mois, à température ambiante, avec un arrosage toutes les semaines avec une eau de forage.

III.3. Appareillages et méthodes d'analyse :

Les échantillons sont pesés avant enfouissement dans le sol afin de noter la masse moyenne initiale (m_0). Après le prélèvement, les échantillons sont essuyés, puis séchés à l'étuve à 105°C pendant 24 h, ensuite ils sont pesés pour avoir la masse moyenne (m_t).

La perte de masse est calculée par l'équation suivante :

$$\Delta m = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

Δm : la perte de masse en grammes.

m_0 : la masse initiale de l'éprouvette avant enfouissement dans le sol.

m_t : la masse de l'éprouvette prélevée au temps t.

III.3.1. Evolution du pH :

Le pH du sol est déterminé à l'aide d'un pH-mètre selon la norme (NF X 31 103). 50mL d'eau distillée sont mélangés à 5g d'échantillon de sol avec une agitation de 30mn. La lecture du pH est ensuite effectuée.

III.3.2. Evolution de l'humidité du sol :

L'humidité a été déterminée selon la norme (**NF ISO 11465**), le principe repose sur un séchage à l'étuve à 105°C d'une masse connue d'un échantillon de sol jusqu'à une masse constante. L'humidité exprimée en pourcentage est égale à :

$$H = \frac{m_1 - m_0}{m_1} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

m_0 : masse de la prise d'essai avant séchage (g) ;

m_1 : masse de la prise d'essai après séchage (g) ;

H : taux d'humidité (%) (kg eau/ kg de matière humide).

III.3.3. Analyse du sol :

Selon la norme (**NF X 31 071**), l'échantillon de sol d'une masse donnée est introduit dans une étuve pendant une heure à la température de 105°C puis dans un four à 550°C pendant vingt minutes. La matière organique est déterminée comme suit :

$$MO = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \dots$$

m_0 : masse de la prise d'essai avant séchage (g) ;

m_1 : masse de la prise d'essai après séchage à l'étuve (g) ;

m_2 : masse de la prise d'essai après calcination (g) ;

MO : taux de la matière organique (%) (kg de MO/ kg solide).

L'analyse du taux de carbone et de l'azote du sol a été réalisée à l'Institut Nationale Supérieure d'Agronomie (INA), selon la norme (**NF X 31 071**).

III.4 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie infrarouge (IR) s'utilise principalement pour l'analyse qualitative d'une molécule. Elle permet de mettre en évidence la présence ou l'absence d'une liaison particulière.

L'absorption du rayonnement IR par les composés organiques correspond à deux types principaux de vibrations atomiques :

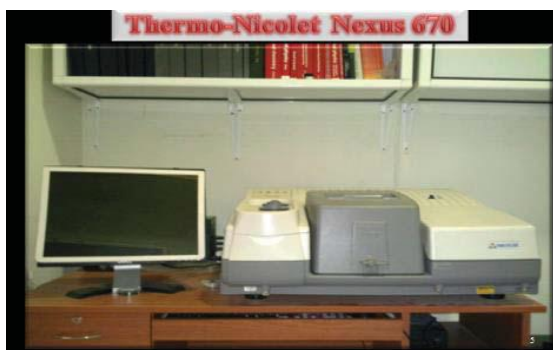
- Vibrations de valence ou d'élongation ;
- Vibrations de déformation angulaire.

Plusieurs modes de vibrations sont possibles pour un groupe d'atomes donnés. A chacun correspond une fréquence caractéristique, mais seuls les mouvements qui entraînent une variation du moment dipolaire électrique donnent lieu à des bandes d'absorption IR [18].

La spectroscopie infrarouge est également un outil efficace pour étudier les modifications de structure des polymères résultant de traitements chimiques, de dégradations ou de vieillissements de diverses origines [19].

Les spectres ont été enregistrés sur un spectromètre **Thermo-Nicolet « Nexus » 670**; les mesures sont effectuées avec une résolution de 4 cm^{-1} et 32 balayages. Le logiciel **ESSENTIAL FTIR** est utilisé pour les traitements des spectres (correction de ligne de base, normalisation,...) et les déconvolutions.

Le spectromètre FT-IR fonctionne sous les mêmes principes qu'un simple spectromètre. Ses mécanismes sont logés dans deux compartiments : Banc optique et le compartiment de l'ordinateur comme le montre la figure ci-dessous.



b) le compartiment de l'ordinateur



a) Banc optique

Figure III.1 : Spectromètre Infrarouge à Transformée de Fourier.

Pour l'analyse spectrale infrarouge, nous avons préparé des films en plastiques et des pastilles de KBr pour les échantillons enfouis dans le sol et immergés dans l'eau de mer respectivement.

a) Préparation des films :

—PEbd/PLA/jute (20/80/0),(20/80/10), on fait fondre d'abord l'échantillon dans du p-xylène sous agitation pendant 1h, puis on ajoute le THF. On étale le mélange obtenu sur des verres de montre qu'on laissera quelques minutes à l'air libre pour sécher.

b) Préparation des pastilles de KBr :

On a Mélangé de petites fraguements de l'échantillon avec 200 mg de KBr dans un mortier propre et sec.

Après le broyage, le mélange est introduit dans la presse à pastilles. Les pastilles sont obtenues à une pression de 739 bars.

Chapitre IV :

Résultats et discussion

IV. 1. Caractéristiques du sol

-Le taux de la matière organique est compris entre 10,05% de la masse totale.

-Les teneurs en carbone et azote sont les suivantes :

Carbone (C) : 25,6 ‰

Azote (N) : 2,06 ‰

-Le rapport C/N est égal à 12,427. Il est considéré comme suffisant. Le sol de la décharge riche en matière organique (C).

-L'évolution du pH de sol avant et après l'enfouissement est indiqué dans le tableau IV.1

Tableau IV.1 Evolution du pH de sol

pH de sol avant l'enfouissement	pH de sol après l'enfouissement
8,64	8,66

-L'humidité du sol est contrôlée chaque semaine par un arrosage à l'eau de forage et elle varie de 20 à 30%.

IIV.2.Evolution de masse dans le sol :

Nous avons utilisé cinq formulations PEbd/PLA/Fibre de jute (20/80/0 ; 20/80/10 ; 20/80/20 ; 20/80/30 ; 20/80/40) notées (0% ; 10% ; 20% ; 30% ; 40%) respectivement par rapport au jute. L'évolution de la perte de masse dans le sol a été suivie en fonction du temps (pendant 1 mois).

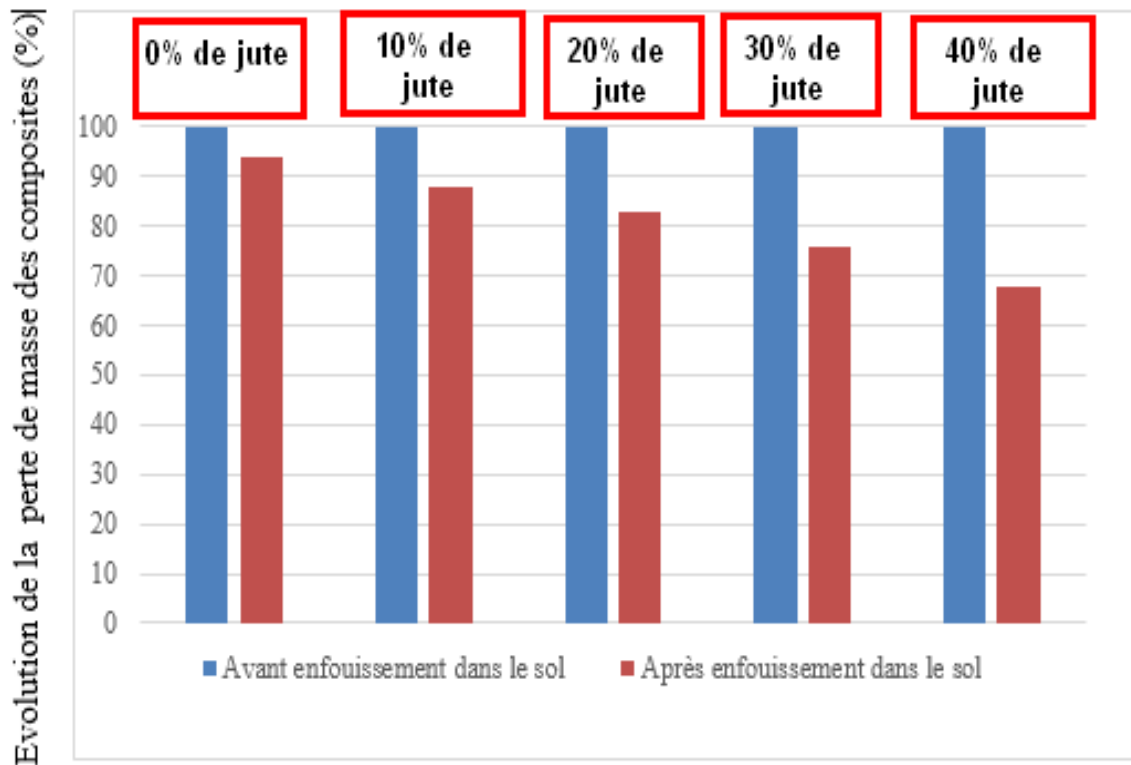


Figure IV.1 : Evolution de masse lors de la dégradation de chaque composite

Le présent figure IV.1 montre que la perte de masse en fonction de temps diminue avec l'augmentation du % de jute

L'échantillon PEbd/PLA/Fibre de jute (20/80/40) a donné un meilleur résultat avec une perte de masse avoisinant les 32 % en 1 mois lors de l'enfouissement dans le sol. Comparant à l'échantillon PEbd/PLA/Fibre de jute (20/80/0) avec une perte de masse avoisinant les 5 %

IV.3 Analyse des échantillons enfouis dans le sol par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

IV.3.1 Echantillon PEbd/PLA/fibre de jute (20/80/0)

Les spectres IR des échantillons enfouis dans le sol ont regroupés dans les figures

- PEbd/PLA /jute (20/80/0) avant l'enfouissement (témoin) ;
- PEbd/PLA /jute (20/80/0) après l'enfouissement pendant 30 jours.

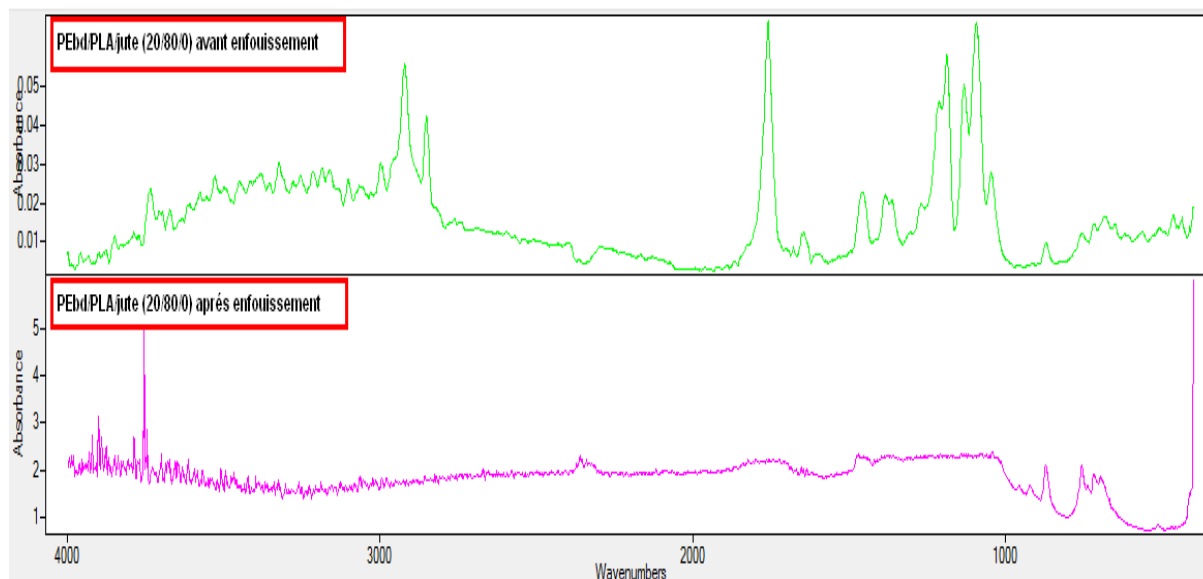


Figure IV.3. Spectres IR du mélange PEbd/PLA/jute (20/80/0) enfouis dans le sol

- Disparition de la bande 2919 cm^{-1} indiquant une fragmentation de la liaison C-H.
- Disparition de la bande à 1755 cm^{-1} correspondant à la liaison C=O et l'apparition de la bande à 3760 cm^{-1} (OH) indiquant ainsi la rupture de la liaisons acide (COOH) de l'acide polylactique .

IV.3.2 Echantillon PEbd/PLA/fibre de jute (20/80/10)

Les spectres IR des échantillons enfouis dans le sol ont regroupés dans les figures

- PEbd/PLA /jute (20/80/10) avant l'enfouissement ;
- PEbd/PLA /jute (20/80/10) après l'enfouissement pendant 30 jours.

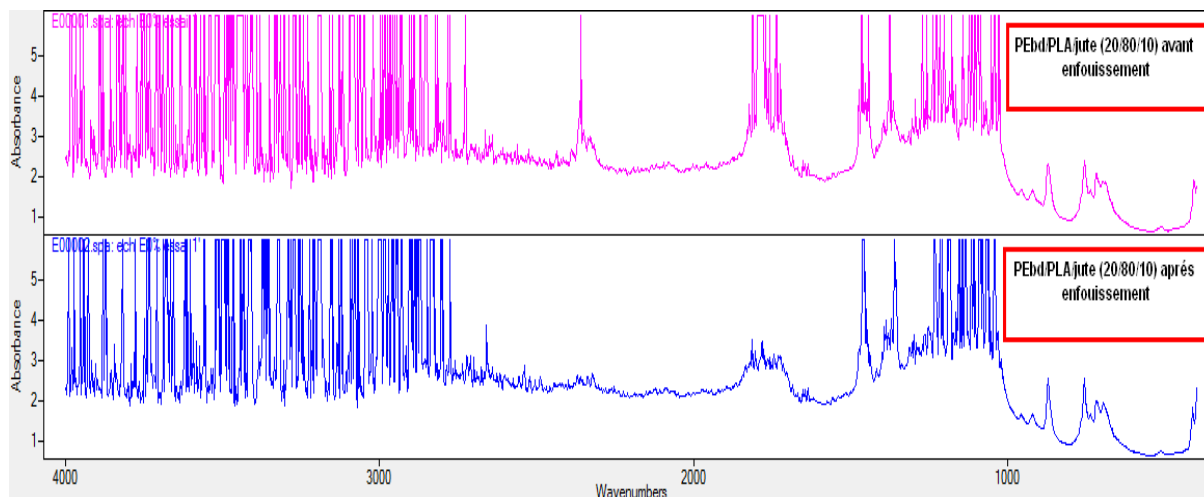


Figure IV.4. Spectres IR du mélange PEbd/PLA/jute (20/80/10) enfouis dans le sol

-Disparition de l'intensité de la bande 2730 cm^{-1} indiquant une élongation de la liaison C-H.

- Disparition de l'intensité de la bande 1730 cm^{-1} indiquant une élongation de la liaison C=O cette bande est correspondante au xylane (hémicellulose).

IV.4 Evolution de la densité de matériau dans le sol

Tableau IV.2 densités de chaque échantillon avant et après l'enfouissement dans le sol

Composite (PLA/PEbd/jute)(20/80/) les nombres sont par rapport au fibre de jute	Densité avant l'enfouissement dans le sol	Densité après l'enfouissement dans le sol pendant 1 mois
0	1,1	1,2
10	1,20	1,18
20	1,24	1,22
30	1,25	1,21
40	1,28	1,17

le tableau IV.2 montre que la densité diminue avec l'augmentation du % de jute. Le jute est un fibre biodégradable se fragmente et permet ainsi la détérioration du matériau composite

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale :

Les résultats obtenus permettent de porter les conclusions suivantes :

Au cours de cette étude, de nouvelles formulations à base de PEbd/PLA/Fibre de jute ont été considérées. Différentes compositions (20/80/0, 20/80/10, 20/80/20, 20/80/30, 20/80/40) ont été testées.

- Etude du comportement biologique du matériau dans le sol.

L'analyse du sol a montré qu'il appartient au type de sol argileux-sableux. Avec un pH basique, une humidité de 20-30%, et un rapport C/N=12,427 ce qui signifie une bonne activité biologique dans le sol.

La biodégradation du matériaux composite dans le sol dépend du % de fibre de jute végétale. L'échantillon à 40 % de jute présente une perte de masse importante de l'ordre de 32 %.

Les résultats de la biodégradation ont été confirmé par l'analyse spectrale d'où l'apparition et la disparition de quelques bandes.

Ce travail destiné à chercher les conditions de dégradation de ce nouveau matériau après usage constitue une base pour de futures études, l'extension vers d'autres études de biodégradabilité semble tout particulièrement indiquée.

Références Bibliographiques

- [1]. D. Gay, "Matériaux composites". Hermes ed. 1997.
- [2]. D.D.P. Rutot, "Les (bio)polymères biodégradables : l'enjeu de demain ?", in *Chimie nouvelle*. 2004.
- [3]. C. Baley, Y. Grohens, and I. Pillin, "State of the art regarding biodegradable composites". *Revue des Composites et des Matériaux Avances*, 2004. 14(2): p. 135-166.
- [4]. L. Berreur, B. d. Maillard, and S. Nösperger, "L'industrie française des matériaux composites," *Ministère de l'économie des finances et de l'industrie*, pp. 1-47, 2002.
- [5]. A. BOUDENNE, "Etude expérimentale et théorique des propriétés thermophysiques de matériaux composites à matrice polymère," Université PARIS XII, 2003.
- [6]. A.K. Bledzki, J. Gassan, "Composite reinforced with cellulose based fibers." *progress in Polymer Science*, (1999).24, p. 221-274.
- [7]. G. Costa, J.L. Morel, (1993). Cadmium uptake by *Lupinus albus* (L.): cadmium excretion, a possible mechanism of cadmium tolerance. *J. Plant Nutr.*16: 1021-1029.
- [8]. G. Costa, J.L. Morel, (1994). Efficiency of H⁺-ATPase activity on cadmium uptake four cultivars of lettuce. *J. Plant Nutr.*17: 627-637.
- [9]. W. Jiang, D. Liu, W. Hou, (2001). Hyperaccumulation of cadmium by roots, bulbs and shoots of garlic (*Allium sativum* L.). *Bioresource Technology*.76: 9-13.
- [10]. V.H. Kennedy, A.L. Sanchez, D.H. Oughton, A.P. Rowland, (1997). Use of single and sequential chemical extractants to assess radionuclide and heavy metals availability from soils to root uptake. *Analyst*.122:89R-100R.
- [11]. R.P. Narwal, B.R. Singh, (1998). Effects of organic materials on partitioning, extractability and plant uptake of metals in an alum shale soil. *Water Air Soil Pollu* 103: 405-21.
- [12]. L. Orsini, J.C. Remy, (1976). Using chloride cobaltihexamine for the simultaneous determination of exchange capacity and exchangeable bases of soils science, *Bull. AFES*, 4: 269-279.

Références Bibliographiques

[13]. J.-M. GOBAT, M. ARAGNO & W. MATTHEY, 2003. Le sol vivant - Bases de pédologie – Biologie des sols. 2e éd. Col. Gérer l'Environnement, Presse Polytechniques et Universitaires de Lausanne. 568 p.

[14]. R. AHMAD., P.N. NELSON. & R.S. KOOKANA, 2006. The molecular composition of soil organic matter as determined by ¹³C NMR and elemental analyses and correlation with pesticide sorption. *European Journal of Soil Science*, 57, pp. 883—893

[15]. D. Hillel. L'eau et le sol, principes et processus physiques. Edition Academia, (1988) p294.

[16]. J. Hassink, A.M. Neutel & P.C. De Ruyter; C and N mineralization in sandy and loamy grassland and soils : the role of microbe and microfauna; In: *Soil Biology and biochemistry* 26; pp. 1565-1571; 1994.

[17]. P. Rainelli; Le sol, un patrimoine menacé ? ; Le point scientifique, Congrès : Forum, Paris, 24 octobre 1996

[18].S.H Gordon ,C. James ; A method for measuring degradation of individual components in multicomponent biodegradable plastics by Fourier Transform Infrared Spectrometry; In: *Journal of Polymers and the Environment*; 2000 ; pp. 125-134.

[19].C. Krimm, V.L. Flot ,J.J. Shipman ., & A.R. Berens.; Infrared spectroscopy and assignment for polyvinyl chloride and deuterated analogs; In: *J.Polym.Sci: Part A*; Vol: 1; 1997 ;pp. 2621-2650.