

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DÉPARTEMENT DE GÉNIE DES PROCÉDÉS ET DE L'ENVIRONNEMENT

Institut Algérien du Pétrole



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
Ecole Nationale Polytechnique

سوناطراك



MÉMOIRE DE PROJET DE FIN D'ÉTUDES

Pour l'obtention du diplôme D'Ingénieur d'État en Génie des procédés et de  
l'Environnement

Par : MOUSSI Dihia

Thème

**Contribution à l'étude de la biodégradation de  
nouvelles mousses biosourcées**

Soutenue publiquement, le 01/07/2023, devant le jury composé de :

M.	NAMANE Abdelkader	Professeur	à l'ENP	Président
Mme.	IRINISLIMANE Hassiba	MCB	à l'U.Boumerdes	Examinatrice
Mme.	KAHLERRAS Zineb	Chercheure LSTE	à l'ENP	Promotrice
Mme.	BELHANECHÉ Naima	Professeur	à l'ENP	Co-promotrice

ENP 2023



RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DÉPARTEMENT DE GÉNIE DES PROCÉDÉS ET DE L'ENVIRONNEMENT

Institut Algérien du Pétrole



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
Ecole Nationale Polytechnique

سوناطراك



MÉMOIRE DE PROJET DE FIN D'ÉTUDES

Pour l'obtention du diplôme D'Ingénieur d'État en Génie des procédés et de  
l'Environnement

Par : MOUSSI Dihia

Thème

**Contribution à l'étude de la biodégradation de  
nouvelles mousses biosourcées**

Soutenue publiquement, le 01/07/2023, devant le jury composé de :

M.	NAMANE Abdelkader	Professeur	à l'ENP	Président
Mme.	IRINISLIMANE Hassiba	MCB	à l'U.Boumerdes	Examinatrice
Mme.	KAHLERRAS Zineb	Chercheure LSTE	à l'ENP	Promotrice
Mme.	BELHANECHÉ Naima	Professeur	à l'ENP	Co-promotrice

ENP 2023

---

*Je dédie ce travail*

*À mes chères parents, je suis reconnaissante pour votre amour inconditionnel, votre soutien constant et votre dévouement à mon épanouissement. Votre soutien indéfectible m'a donné la force nécessaire pour surmonter les obstacles et poursuivre mes rêves.*

*À mes chers frères Mouloud, Rida et Rami, vous êtes bien plus que des frères pour moi. Vous avez toujours été présents pour me soutenir, me motiver et partager mes joies et mes peines. Votre amitié et votre confiance m'ont accompagné dans chaque étape de cette aventure.*

*À mes amis, vous avez été des compagnons fidèles tout au long de ce parcours. Vos encouragements, votre soutien moral et vos précieux conseils ont contribué à ma croissance personnelle et académique. Votre amitié est un trésor que je chérirai toujours.*

# Remerciement

Le présent travail a été réalisé à l'institut algérien du pétrole de la wilaya de Boumerdes.

En premier lieu, je tiens à exprimer ma reconnaissance envers le Tout-Puissant, qui m'a accordé la santé, la volonté, le courage et la patience nécessaires pour mener à bien ma formation et achever ce travail.

Tout d'abord, je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Mlle Z. KAHLERRAS, enseignante-chercheuse à l'IAP et membre du groupe de recherche au LSTE à l'École Nationale Polytechnique, pour sa précieuse contribution et son soutien tout au long de ce travail. Sa présence constante, son suivi attentif et ses remarques toujours pertinentes ont grandement amélioré la qualité de mon travail.

J'adresse également mes remerciements à Mme N. BELHANECHÉ, Professeur à l'École Nationale Polytechnique, pour sa direction et sa contribution au bon déroulement de ce travail. Sa rigueur et ses conseils avisés ont été d'une grande valeur.

Je souhaite exprimer ma gratitude envers tous les membres du Jury, en particulier Mr A. Namane, Professeur à l'École Nationale Polytechnique, et Mme H. INISLIMANE, Maître de conférence classe B à l'université de Boumerdes, d'avoir accepté d'évaluer ce travail.

Enfin, mes remerciements vont à toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à l'élaboration de ce mémoire ainsi qu'à la réussite de mon parcours universitaire.

## ملخص

العمل الذي تم إنجازه في إطار هذه الأطروحة النهائية يتمثل في تقييم التحلل البيولوجي لعدة إسفنجيات لمتعدد- الوريثان ذات المصدر البيئي من زيت عباد الشمس الخاضع لعملية البوكسي في وسط مائي من خلال اختبار التنفس في المختبر وفقاً للمواصفة ايزو ٨٠٤٩ لمدة ٨٢ يوماً. تم أخذ بعين الاعتبار اثنتين من ارغوات لهذا الغرض. كشفت نتائج التجربة التي أجريت على مدى ٨٢ يوماً أن استهلاك الأكسجين لم يصل إلى حالة ثابتة ، ولكنه ما زال يتزايد بمعدل منخفض نسبياً. وهذا يشير إلى أن البكتيريا لا تزال في مرحلة التكيف. علاوة على ذلك ، تم قياس معدلات التحلل الحيوي للأسفنجيتين المختبرتين على التوالي بنسبة ٣٤.١% و ٥.٢%

**الكلمات المفتاحية:** زيت عباد الشمس ، إسفنجة البولوريثان ، التحلل البيولوجي ،

## Abstract

The work carried out in the context of this final thesis aims to evaluate the biodegradation of different bio-based polyurethane foams made from epoxidized sunflower oil in an aqueous environment through a laboratory respirometric test according to ISO 9408 standard for a duration of 28 days. Two bio-based foams were considered for this purpose.

The results of the experiment conducted over a period of 28 days revealed that the oxygen consumption did not reach a steady state but continued to grow at a relatively low rate. This indicates that the microorganisms are still in the adaptation phase. Furthermore, the biodegradation rates of the two tested foams were measured at 1.43% and 2.5% respectively.

**Keywords:** Sunflower oil, Polyurethane foams, Biodegradation, used water

## Résumé

Le travail réalisé dans le cadre de ce mémoire de fin d'études consiste en l'évaluation de la biodégradation de différentes mousses polyuréthanes biosourcées à base d'huile de tournesol époxydée dans un environnement aqueux par le biais d'un test respirométrique en laboratoire conformément à la norme ISO 9408 pendant une durée de 28 jours. Pour cela deux mousses biosourcées ont été considérées

Les résultats de l'expérience réalisée sur une période de 28 jours ont révélé que la consommation d'oxygène n'a pas atteint une phase stationnaire, mais continue de croître à une vitesse relativement faible. Cela indique que les micro-organismes sont encore en phase d'adaptation. De plus, les taux de biodégradation des deux mousses testées ont été mesurés à 1,43% et 2,5% respectivement.

**Mots Clée :** Huile de tournesol , Mousses de polyuréthane , Biodégradation, eau usée.

# Table des matières

Liste des tableaux

Table des figures

<b>Introduction Générale</b>	<b>12</b>
<b>1 Partie Bibliographique</b>	<b>15</b>
1.1 Généralités sur les polymères . . . . .	15
1.1.1 Bref historique des polymères . . . . .	15
1.1.2 Classification des polymères . . . . .	16
1.2 Généralités sur les polyuréthanes . . . . .	23
1.2.1 La synthèse du polyuréthane . . . . .	23
1.2.2 Les mousses polyuréthanes . . . . .	25
1.3 Les huiles végétales . . . . .	26
1.3.1 Huile de tournesol . . . . .	28
1.3.2 Modification chimique de l'huile de tournesol par époxydation . . . . .	29
1.4 La biodégradation . . . . .	31
1.4.1 Facteurs influençant la biodégradabilité . . . . .	31
1.4.2 Mécanismes de biodégradation . . . . .	32
1.5 Caractéristiques d'une eau usée . . . . .	33
1.5.1 Paramètres organoleptiques . . . . .	34
1.5.2 Paramètres chimiques . . . . .	35
<b>2 Partie Expérimentale</b>	<b>40</b>
2.1 Désignation des produits et des mousses PUs utilisés . . . . .	40
2.1.1 Réactifs chimiques employés . . . . .	40
2.1.2 Les mousses PUs étudiées . . . . .	40
2.2 Caractérisation de l'eau épurée utilisée . . . . .	41
2.2.1 Échantillonnage . . . . .	41
2.2.2 Analyse de l'eau . . . . .	42

2.3	Évaluation de la biodégradabilité des mousses PUFs . . . . .	46
2.3.1	principe . . . . .	46
2.3.2	Préparation des échantillons de mousse PUF . . . . .	47
2.3.3	Préparation de l'inoculum . . . . .	47
2.3.4	Environnement d'essai . . . . .	48
2.3.5	Calcul et évaluation de la biodégradation . . . . .	49
2.3.6	Caractérisation du substrat par spectroscopie FTIR . . . . .	51
<b>3</b>	<b>Résultats et interprétations</b>	<b>52</b>
3.1	Caractéristiques de l'eau de usée utilisée . . . . .	52
3.2	Résultats de la biomasse bactérienne . . . . .	52
3.3	Étude de la biodégradation des mousses par le test respirométrique . . . . .	53
3.3.1	Consommation d'oxygène . . . . .	53
3.3.2	Evolution de la biodégradabilité des échantillons étudiés . . . . .	54
3.4	Etude des échantillons incubés par analyse spectroscopique FTIR . . . . .	55
	<b>Conclusion Générale</b>	<b>57</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>59</b>
	<b>A Analyse de l'eau</b>	<b>63</b>
	<b>B Analyse des échantillons</b>	<b>66</b>

## Liste des abréviations

ADN	Acide désoxyribonucléique
AF	Acide formique
AG	Acide gras
ASTM	American Standards of Technical Material
ATR	Attenuated Total Reflectance
CEN	Comité européen de normalisation
COT	Carbone organique total.
DCO	Demande chimique en oxygène
DBO	Demande biologique en oxygène
DIN	Institut allemand de normalisation
FTU	Formazine Turbidity Unit
JPBS	Journal Of Pharmacy And Biological Sciences
JTU	Jackson Turbidity Unit
HT	Huile de tournesol.
ISO	Organisation internationale de normalisation.
LSTE	Laboratoire des Sciences et Technologies de l'Environnement
MES	Matières en suspension.
MPU	mousses de polyuréthane
OD	Oxygène dissout
PCA	Plate count agar

## Liste des abréviations

---

PCA	Plate count agar
PEBD	Polyéthylène Basse Densité
PEHD	Polyéthylène Haute Densité
PET	Polytéréphtalate d'éthylène
PP	polypropène
PS	Polystyrène
PU	Polyuréthane.
PVC	Poly Vinyl Chloride
RIM	reactive injection molding
TD	Thermodurcissable
TP	Thermoplastique
UFC	Unité formatrice de colonies

# Liste des tableaux

2.1	<b>Les réactifs chimiques utilisés</b> . . . . .	40
2.2	<b>Les principales propriétés physicochimiques des polyols</b> . . . . .	41
2.3	Désignation et formulation . . . . .	41
2.4	Poste de mesure . . . . .	48
3.1	<b>Les caractéristiques de l'eau usée</b> . . . . .	52
3.2	<b>Pics caractéristiques des différentes mousses.</b> . . . . .	56
A.1	Tableau du volume de prise d'essai et facteur. . . . .	64
B.1	La teneur en carbone organique total . . . . .	67

# Table des figures

1.1	Représentation d'un polymère ramifié . . . . .	18
1.2	Représentation d'un polymère réticulé . . . . .	18
1.3	Types de polymères biodégradables . . . . .	22
1.4	. . . . .	24
1.5	La structure du poly(oxypropylène)glycol . . . . .	24
1.6	Répartition de la consommation mondiale de matériaux polymères en 2018	26
1.7	Représentation schématique de la structure des triglycérides des huiles végétales . . . . .	27
1.8	Structures chimiques des cinq principaux acides gras présents dans les huiles végétales . . . . .	27
1.9	Structure chimique du triglycéride . . . . .	29
1.10	La production de polyols à base d'huile végétale via la voie d'époxydation et d'ouverture de cycle oxirane ( $R_1$ et $R_2$ représentent les chaînes latérales d'acides gras de l'huile végétale ; $R_1'$ , $R_2'$ , $R_1''$ et $R_2''$ représentent les chaînes latérales d'acides gras modifiées de l'huile végétale) . . . . .	30
1.11	La courbe de la DBO . . . . .	38
2.1	Emplacement de la station d'épuration de la wilaya de Bouira . . . . .	42
2.2	Le titreur 916 Ti-Touch . . . . .	43
2.3	Le four HACH 200 S . . . . .	43
2.4	Le spectrophotomètre HACH DR 1900 . . . . .	43
2.5	BOD Direct Plus HACH . . . . .	44
2.6	Photo prise avant l'incubation . . . . .	46
2.7	Photo prise lors du broyage des mousses . . . . .	47
2.8	Le dispositif d'incubation . . . . .	49
2.9	Flacons contenant le mélange (eau+substrat) . . . . .	49
3.1	Photo prise après incubation de la mousse . . . . .	53
3.2	Photo prise après incubation du blanc . . . . .	53
3.3	Graphe représentant la variation de la DBO(mg/l) en fonction du temps(h)	54

## Table des figures

---

3.4	Spectres IR de la mousse F1-60 et F1-60 avant et après le test de biodégradabilité. . . . .	55
3.5	Spectres IR de la mousse F2-60 et F2-60 avant et après le test de biodégradabilité. . . . .	56
2.1	Analyseur CS-2000 - ELTRA Corp . . . . .	67

# Introduction Générale

Les progrès scientifiques et technologiques, notamment ces deux dernières décennies, ont entraîné une augmentation considérable de la production mondiale de polymères synthétiques. Chaque année, plus de 400 millions de tonnes de plastiques sont fabriquées dans le monde (Atlas du plastique 2020).

Les propriétés de durabilité qui rendent les plastiques idéaux pour de nombreuses applications, telles que l'emballage, les matériaux de construction, les produits de consommation courante et d'hygiène, peuvent également poser des problèmes d'élimination des déchets dans le cas des plastiques traditionnels dérivés du pétrole. En effet, ces matériaux ne sont pas facilement biodégradables et, en raison de leur résistance à la dégradation microbienne, ils s'accumulent dans l'environnement. De plus, les prix du pétrole ont considérablement augmenté ces derniers temps. Ces faits ont contribué à susciter un intérêt croissant pour les polymères biodégradables [1].

Il existe de nombreuses sources de plastiques biodégradables, des polymères synthétiques aux polymères naturels. Les polymères naturels sont disponibles en grande quantité à partir de sources renouvelables, tandis que les polymères synthétiques sont produits à partir de ressources pétrolières non renouvelables. Les polymères constituent l'épine dorsale des matériaux plastiques et sont constamment utilisés dans une gamme toujours plus étendue de domaines. En conséquence, de nombreux chercheurs consacrent leurs travaux à la modification de matériaux traditionnels pour les rendre plus conviviaux et à la conception de nouveaux composites polymères à partir de matériaux d'origine naturelle.

Les polyuréthanes constituent une classe importante de polymères synthétiques avec de nombreuses applications industrielles. Leurs principales applications comprennent les mousses flexibles et rigides, les élastomères thermoplastiques, les adhésifs et les revêtements de surface [2]. Les mousses de polyuréthane (MPU) sont généralement préparées en faisant réagir un composé d'isocyanate et un polymère contenant des polyhydroxyles et sont largement utilisées dans de nombreux domaines comme matériaux structuraux, de rembourrage, d'isolation, électriques, de flottaison et d'emballage [3]. Une grande attention est accordée à l'introduction de ressources végétales dans la production de MPU. Les matériaux préparés à partir de biomasse offrent non seulement une nouvelle manière efficace d'utiliser des ressources naturelles renouvelables, mais ils présentent également un grand potentiel de biodégradabilité et de photodégradabilité, ce dernier avantage étant particulièrement important dans le contexte de la protection de l'environnement

Le présent mémoire porte sur l'étude de la biodégradation des nouvelles mousses polyuréthanes obtenues, dans le cadre des travaux de recherche du laboratoire LSTE en utilisant deux polyols à base de tournesol (PU-F1-60 et PU-F2-60) avec des nombres d'hydroxyles différents synthétisés par ouverture de cycles époxydes de l'huile époxydée et la réduction partielle subséquente des liaisons éthyléniques pour donner des groupements hydroxyles .

Ce travail a été effectué conformément à la norme ISO 9408 qui nous a permis de reproduire les conditions aqueuses (eau issue d'une station d'épuration) dans un environnement plus contrôlé, et s'est articulé autour de deux grandes parties :

1. La caractérisation de l'eau issue d'une station d'épuration : pH, DCO, dénombrement bactérien, etc.
2. L'étude de la biodégradabilité des mousses PUs synthétisées dans un inoculum naturel d'eau épurée dans un système respirométrique .

Le présent mémoire est constitué de trois chapitres :

Le premier chapitre consiste en une étude bibliographique. Il rappellera des généralités sur les polymères, les polyuréthanes, la biodégradation, les polymères biodégradables, les huiles végétales, les paramètres physico-chimiques et biologiques étudiés dans le but de caractériser notre milieu expérimental.

Le deuxième est dédié à la présentation des produits et méthodes utilisés dans le cadre de ce travail. En premier lieu, la désignation des produits et la formulation des mousses PUs utilisées sont exposées. La caractérisation de l'eau issue de la station d'épuration exploitée en tant que milieu expérimental au cours cette étude est également abordée par la suite. Enfin, la présentation de la méthode d'essai (norme ISO 9408) utilisée afin de déterminer le degré et le taux de biodégradation aérobie des mousses exposées au consortium microbien aqueux.

Le dernier chapitre regroupe l'ensemble des résultats expérimentaux ainsi que leurs interprétations. Il sera suivi d'une conclusion générale.

# Chapitre 1

## Partie Bibliographique

### 1.1 Généralités sur les polymères

Depuis très longtemps, les hommes ont utilisé des métaux dans diverses applications, mais la nature, quant à elle, a toujours employé des polymères. Les polymères sont des molécules organiques géantes qui se forment par la répétition de petites unités appelées monomères. Dans le monde biologique, presque tous les systèmes sont constitués de polymères, qui assurent différentes fonctions mécaniques ( le bois , le cuir...) et chimiques ( ADN, cellules vivantes...) [4].

De nos jours, le développement industriel des polymères, appelés couramment matières plastiques, s'appuie sur des connaissances en physique et en chimie. Les polymères sont largement utilisés dans l'industrie pour fabriquer une variété de produits, tels que des emballages, des jouets, des meubles, des composants électroniques, etc. En résumé, les polymères jouent un rôle crucial dans de nombreuses applications industrielles et biologiques.

#### 1.1.1 Bref historique des polymères

L'industrie des plastiques a commencé en 1868 avec la synthèse de la nitrocellulose suite à une pénurie d'ivoire qui était utilisé pour fabriquer les boules de billard. John Wesley Hyatt a été le premier à découvrir la nitro-

cellulose, qu'il a appelée *celluloïd*, en mélangeant du pyroxène issu du coton et de l'acide nitrique avec du camphre. En 1909, Dr Leo Hendrick Baekeland a développé les plastiques phénoliques à base de phénol-formaldéhyde, la première matière plastique véritablement artificielle, qui a donné naissance à une variété de matériaux tels que les poignées de fer à repasser, les meules, les prises électriques, etc. D'autres polymères, tels que l'acétate de cellulose, l'urée-formaldéhyde, le chlorure de polyvinyle (PVC) et le nylon, ont suivi dans les années 1920 [5].

### 1.1.2 Classification des polymères

Il existe de nombreuses manières de classer les polymères. La classification la plus évidente repose sur leur origine, qu'elle soit naturelle ou synthétique. D'autres classifications sont basées sur des critères tels que leur structure, leur mécanisme de polymérisation, les techniques de préparation utilisées ou encore leur comportement thermique.

#### — Selon l'origine

##### 1. Polymères naturels

Ils comprennent des structures complexes tels que les enzymes, les acides nucléiques, les protéines et les glucides, tandis que les polymères d'origine végétale, tels que l'amidon, la cellulose et le caoutchouc naturel, ont des structures relativement plus simples que celles des polymères naturels complexes [6].

##### 2. Polymères artificiels

Ces polymères sont produits en modifiant chimiquement des polymères naturels pour transformer certaines de leurs propriétés. Les esters celluloseux, tels que la nitrocellulose et l'acétate de cellulose, ont toujours été économiquement importants [7].

##### 3. Polymères synthétiques

Ils sont produits par l'homme et comprennent une variété de matériaux tels que le polyéthylène, le polystyrène, le PVC et le nylon. Ils sont obtenus par la polymérisation de molécules monomères.

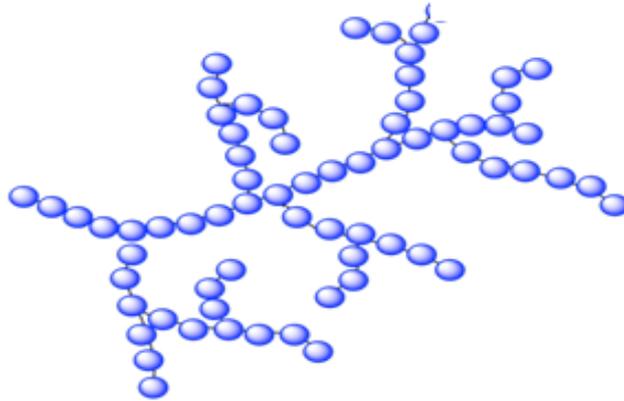
— **Selon la structure**

1. Polymères linéaires

Ce sont des macromolécules formées par la répétition d'un seul type d'unité monomère, disposées de manière linéaire le long de la chaîne (schéma I-01) . La dispersité est une mesure de la variation des tailles des chaînes polymères dans un échantillon donné, exprimée en termes de rapport entre la masse molaire moyenne en poids et la masse molaire moyenne en nombre. Une dispersité égale à 1 signifie que toutes les chaînes ont la même longueur, tandis qu'une dispersité supérieure à 1 indique une distribution de tailles de chaînes plus large [8].

2. Polymères ramifiés

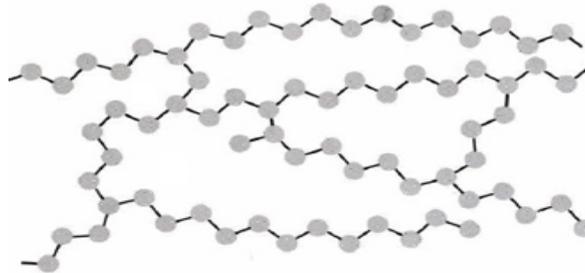
Ces sont des polymères qui résultent de l'union de monomères pour former de longues chaînes comportant des chaînes latérales ou des ramifications de différentes longueurs, comme illustré dans la figure 1.1 Les polymères à chaîne ramifiée ont une structure irrégulière, ce qui leur confère une résistance à la traction et des points de fusion plus faibles que les polymères linéaires. Parmi les exemples courants, on peut citer le polyéthylène basse densité, le glycogène, l'amidon (sous la forme d'amylopectine) [9].



**Figure 1.1:** Représentation d'un polymère ramifié

### 3. Polymères réticulés

Il s'agit de polymères dans lesquels les unités de monomères sont liées entre elles par des liaisons croisées pour former un réseau polymère tridimensionnel. Ces polymères ont une structure en réseau qui les rend durs, rigides et cassants (comme illustré dans la figure 1.2), par exemple la Bakélite, la résine de mélamine-formaldéhyde, etc [9].



**Figure 1.2:** Représentation d'un polymère réticulé

## — Selon les propriétés thermiques

### 1. Thermoplastiques

Sous l'effet de la chaleur et de la pression, les thermoplastiques (TP) se ramollissent et se déforment pour prendre diverses formes, qui se figent à nouveau en refroidissant. Cette transformation est réversible et peut être répétée un grand nombre de fois, ce qui rend les thermoplastiques

facilement recyclables. Environ 80 % de la production commerciale de matières plastiques correspond à des thermoplastiques [10].

## 2. Thermodurcissable

Les matériaux plastiques qui, sous l'effet de la chaleur et/ou de la pression, subissent une réaction de réticulation pour former un réseau solide de molécules, sont qualifiés de thermodurcissables (TD). Ces matériaux présentent une structure tridimensionnelle stable qui les empêche de subir une nouvelle mise en forme [10].

## 3. Thermoélastiques

Actuellement, l'objectif est de développer des polymères qui peuvent maintenir leur élasticité à des températures modérément élevées, afin de résoudre la limite thermique qui constitue le point faible des élastiques actuels [10].

### — Selon le nombre de monomères

#### Homopolymères et copolymères

Les polymères peuvent être classés en deux types - les homopolymères et les copolymères - en fonction de leur composition. Les homopolymères sont constitués d'une seule unité de répétition dans les molécules de polymère. En revanche, les copolymères sont formés à l'aide de techniques qui permettent la création de chaînes polymères contenant plus d'une unité de répétition. Dans les copolymères, deux ou plusieurs unités de répétition différentes sont combinées dans une seule molécule de polymère. Par exemple, lorsque le styrène et l'acrylonitrile sont polymérisés dans le même réacteur, un copolymère est formé qui contient les deux unités de répétition [11].

### — Selon l'ordre moléculaire

1. Polymères amorphes et polymères cristallins L'état amorphe est défini par la configuration de chaînes de polymères enchevêtrées où il n'y a pas d'ordre à grande échelle visible. Cette structure donne au polymère un aspect de liquide figé.

L'état cristallin est caractérisé par la présence d'un ordre à grande échelle. Les chaînes de polymères s'organisent en un ordre régulier, définissant une maille cristalline qui se répète périodiquement dans l'espace. Des microstructures organisées apparaissent. L'état cristallin présente les propriétés suivantes :

2. Le volume spécifique cristallin est inférieur au volume spécifique amorphe (l'arrangement moléculaire est plus compact).
3. Rigidité supérieure à celle de la phase amorphe. Cependant, en raison de la présence d'irrégularités et défauts dans la structure moléculaire, les polymères ne cristallisent jamais totalement, ils coexistent alors dans des proportions variables une phase amorphe et une phase cristalline qui est représentée par le degré de cristallinité [10].

Selon les propriétés physiques Selon son utilisation, un polymère peut être classé en trois catégories [12] :

1. Les caoutchoucs (Elastomères)

Le caoutchouc est un polymère de poids moléculaire élevé avec de longues chaînes flexibles et des forces intermoléculaires faibles. Il présente une plage d'élongation de 300 à 1000 % . Les exemples de caoutchouc comprennent le caoutchouc naturel et le caoutchouc synthétique. Le caoutchouc naturel est principalement utilisé dans la fabrication de pneus, tandis que les caoutchoucs synthétiques tels que le chloroprène et le butadiène-styrène sont couramment utilisés dans les applications industrielles en raison de leur résistance chimique et de leur durabilité accrues.

2. Les plastiques : Ce sont des substances relativement résistantes avec un poids moléculaire élevé qui peuvent être moulées avec ou sans l'application de chaleur. Ils sont plus résistants que le caoutchouc et ont une plage d'élongation à la rupture de 20 à 200 %, voire plus. Les exemples

de plastiques comprennent le polyéthylène, le polypropylène, le PVC et le polystyrène.

3. Les fibres des matériaux qui sont généralement longs et minces, avec un rapport longueur-diamètre élevé. Ils sont constitués de polymères à longue chaîne, qui sont des molécules constituées d'unités répétitives appelées monomères. Ces polymères sont généralement caractérisés par des régions hautement cristallines résultant principalement de forces secondaires. Les fibres ont une élasticité beaucoup plus faible que les plastiques et les caoutchoucs.

Selon le mécanisme de polymérisation Il y a deux types de polymérisations : [12]

1. La polymérisation par condensation

C'est un processus au cours duquel une liaison est établie entre les molécules, et certains des atomes du monomère sont perdus sous forme d'un composé sous-produit.

2. polymérisation par addition

Cette réaction de polymérisation est une réaction d'addition qui implique l'ajout de molécules de monomère les unes aux autres sans aucune perte d'atomes provenant des molécules de monomère d'origine. En d'autres termes, les monomères se lient simplement les uns aux autres pour former des polymères sans subir de modification chimique importante.

#### — **Selon la biodégradabilité**

Selon les caractéristiques de biodégradation, les polymères peuvent être classés en deux catégories [8] :

1. Les polymères biodégradables

Un polymère biodégradable est un polymère qui peut être décomposé en molécules plus petites et moins polluantes par des micro-organismes

tels que les bactéries, les champignons et les algues présents dans l'environnement naturel Il existe de nombreux types de polymères biodégradables , ils sont classés selon la figure 1.3 [13] suivante :

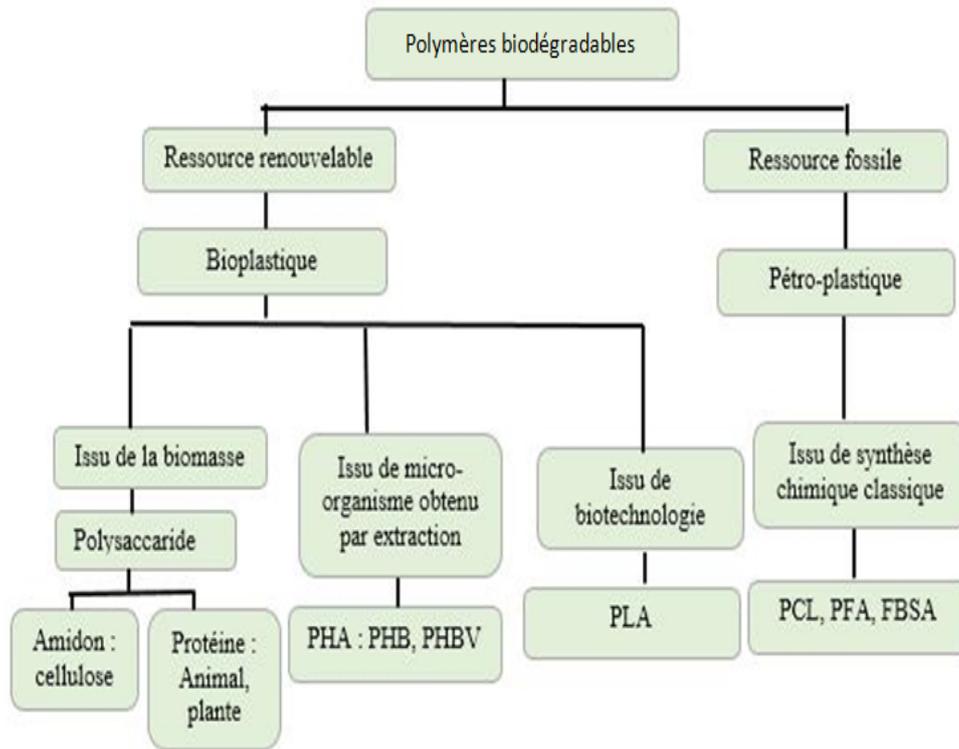


Figure 1.3: Types de polymères biodégradables

## 2. Les polymères non biodégradables

Les polymères non biodégradables sont des matériaux synthétiques qui ne peuvent pas être décomposés par les microorganismes naturels dans l'environnement. la majorité des polymères synthétiques sont considérés comme non biodégradables, ce qui peut entraîner des risques environnementaux importants en raison de leur utilisation généralisée.

## 1.2 Généralités sur les polyuréthanes

Dans les années 1930, la famille de polymères connue sous le nom de polyuréthanes a été inventée. Aujourd’hui, bien sûr, les polyuréthanes, ainsi que tous les polymères développés au cours de cette période, sont devenus une partie intégrante de la vie moderne. La découverte de la chimie des polyuréthanes est attribuée aux efforts d’Otto Bayer et de l’équipe de recherche qu’il a dirigée à la société chimique I.G. Farben AG, aujourd’hui disparue. Le premier brevet associé aux polyuréthanes a été déposé en 1937, et de nombreux autres brevets, notamment pour la production de mousses flexibles résultant de réactions isocyanate-eau, ont été déposés par la suite [14].

### 1.2.1 La synthèse du polyuréthane

Les polyuréthanes sont synthétisés par une réaction de polymérisation entre un polyol, un alcool possédant plusieurs groupes hydroxyles réactifs par molécule, et un diisocyanate ou un isocyanate polymère. Cette réaction est catalysée et nécessite l’ajout d’additifs appropriés. La structure du polyuréthane est ainsi constituée de polyols, éléments constitutifs, et de polyisocyanates, agissant en tant qu’agents de jointoiment. Lors de la réaction, une liaison uréthane est créée par la réaction d’un groupe isocyanate avec un groupe hydroxyle. Il est possible d’obtenir une variété de matériaux de polyuréthane en utilisant différents diisocyanates et polyols, permettant ainsi de répondre à des besoins d’applications spécifiques [15]. La réaction générale du polyuréthane est montrée sur le Figure 1.4 [11].

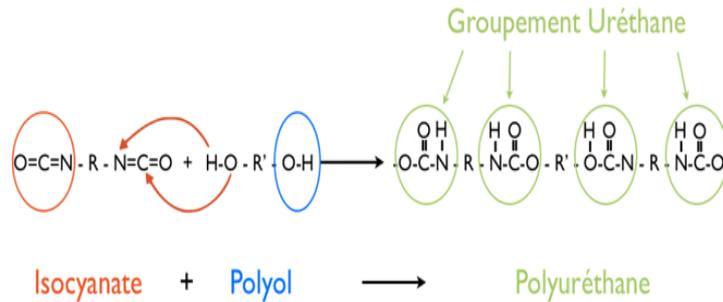


Figure 1.4

### — Les polyols

Le terme "polyol" fait référence à des squelettes polymères contenant au moins deux groupes hydroxyles. Les polyols sont la matière première la plus utilisée en volume dans les applications de polyuréthane, avec des fractions pondérales allant jusqu'à 90 % dans les mastics souples à faible module, 70 % dans les mousses souples, et aussi bas que 30 % dans les mousses isolantes rigides [14]. La figure 1.5 représente la structure du polyol le plus répandu.

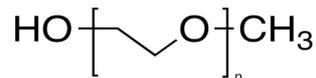


Figure 1.5: La structure du poly(oxypropylène)glycol

### — Les isocyanates

Les isocyanates sont des composés organiques caractérisés par la présence d'une ou plusieurs fonctions  $\text{N}=\text{C}=\text{O}$  dans leur formule. Ces groupements réactifs sont capables de réagir avec un polyol pour former des polyuréthanes (PU), qui font partie de la famille des polymères thermoplastiques. Les isocyanates se différencient selon le nombre de leurs groupes isocyanate, à savoir monoisocyanates, diisocyanates et polyisocyanates. Parmi les isocyanates couramment utilisés dans l'industrie, on trouve le TDI (2,4 et 2,6-toluène diisocyanate, le plus nocif en raison de sa forte volatilité), le HDI (1,6-hexaméthylène diisocyanate, également volatil) et le MDI (2,4-

diisocyanate de diphénylméthane). Tous les isocyanates contenant des groupements  $\text{N}=\text{C}=\text{O}$  libres peuvent causer des pathologies chez l'homme [16].

#### — Catalyseurs et additifs

Ils jouent un rôle important dans la réaction entre un composé à hydrogène labile et un isocyanate.

Dans le cas de la réaction isocyanate-amine, la vitesse est souvent si élevée qu'elle nécessite l'utilisation de techniques de mise en œuvre spécifiques, telles que le moulage par injection réactive (RIM) qui consiste en un mélange fait à haute pression et haute vitesse dans une tête spécifique, puis injecté dans le moule définitif en moins d'une minute.

Cependant, pour la réaction alcool-isocyanate, bien que la vitesse soit généralement assez rapide, il peut être nécessaire de chauffer ou d'utiliser un catalyseur, notamment pour les alcools secondaires et les isocyanates aliphatiques. Les catalyseurs les plus couramment utilisés sont les bases de Brønsted et les acides de Lewis. La première catégorie comprend de nombreuses amines tertiaires suffisamment nucléophiles et peu volatiles, telles que la diazabicyclooctane/triéthylène tétramine (DABCO ou TEDA), la N,N-diméthyl cyclohexylamine (DMCHA) ou la pentaméthyl diéthylène triamine (PMDTA). La seconde catégorie est constituée de divers sels ou complexes organométalliques, dérivés de l'étain, du bismuth, du zirconium, du zinc, du titane, du fer, ou du mercure, par exemple [17].

### 1.2.2 Les mousses polyuréthanes

Les substances nécessaires à la fabrication de mousses en polyuréthane sont un mélange de polyols, de méthylène diisocyanate, qui sont des dérivés issus de la chimie pétrolière, et des agents gonflants comme le dioxyde de carbone ou le chlorure de méthylène. Des stabilisants et des agents ignifuges sont ensuite ajoutés au mélange. Les avancées récentes en termes de nouveaux produits et le développement de polyols biosourcés, qui produisent

peu d'émissions de carbone dans l'environnement, ont contribué à la demande pour ce type de mousse [18].

Les polyuréthanes représentent une part importante de la consommation mondiale de polymères, avec environ 7% de la part de marché aux côtés des autres polymères de grande diffusion (Figure 1.6). Ils se classent en 6ème position avec une production d'environ 18 millions de tonnes en 2011 [19].

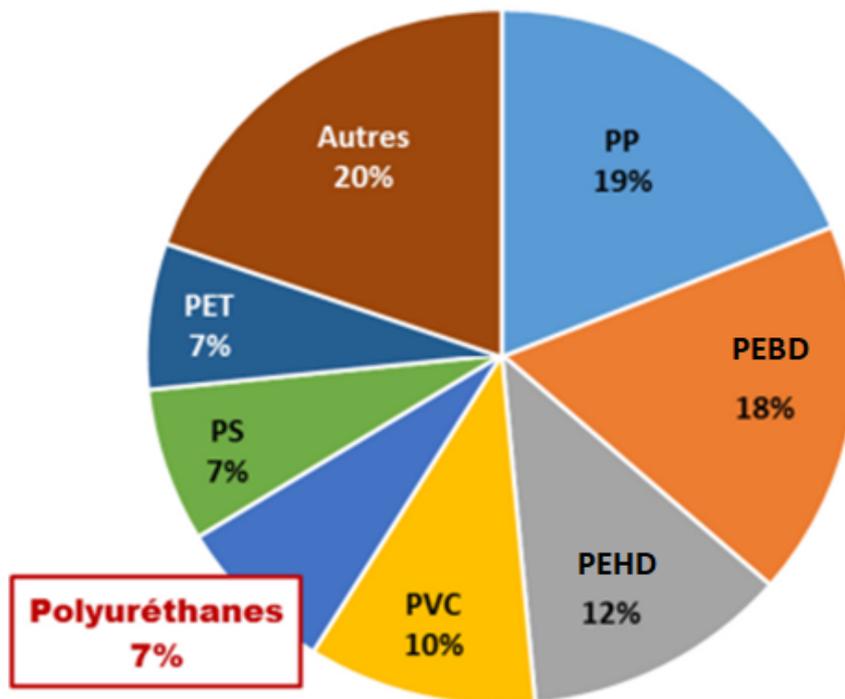
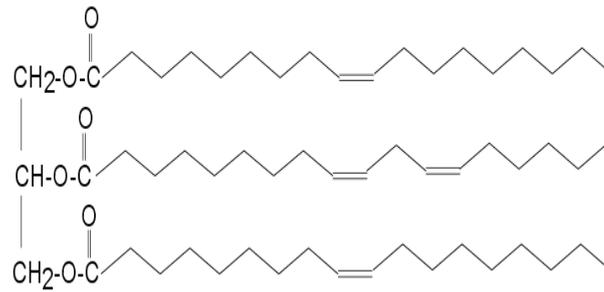


Figure 1.6: Répartition de la consommation mondiale de matériaux polymères en 2018

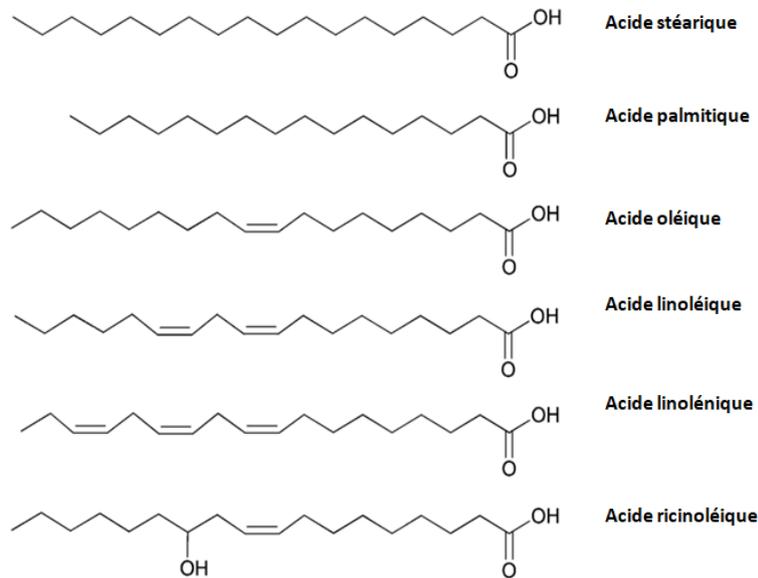
### 1.3 Les huiles végétales

Les huiles végétales sont des triglycérides, également connus sous le nom de triacylglycérols, qui sont des triesters de glycérol et de différents acides gras (figure 1.7). Selon l'origine et le type d'acides gras présents dans les huiles végétales, les chaînes latérales des acides gras contiennent un nombre de carbones compris entre 8 et 24 et un nombre de doubles liaisons carbone-carbone de 0 à 5, ce qui entraîne une grande variabilité des compositions

des huiles végétales [20]. La plupart des huiles végétales sont composées de cinq principaux acides gras (figure 1.8) : l'acide palmitique (C16 :0), l'acide stéarique (C18 :0), l'acide oléique (C18 :1), l'acide linoléique (C18 :2) et l'acide linoléique (C18 :3). Dans la désignation (Cm :n), où Cm représente le nombre d'atomes de carbone et n représente le nombre de liaisons doubles [17].



**Figure 1.7:** Représentation schématique de la structure des triglycérides des huiles végétales



**Figure 1.8:** Structures chimiques des cinq principaux acides gras présents dans les huiles végétales

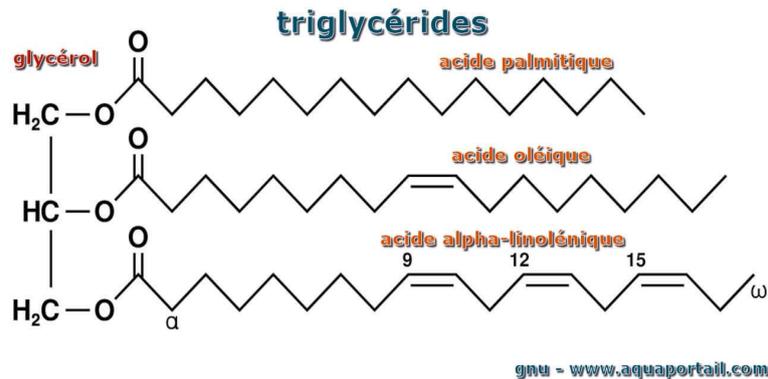
### 1.3.1 Huile de tournesol

#### — Définition

Familièrement connue sous le nom d'huile de tournesol « régulière », seule l'huile de tournesol hautement linoléique (HT) était largement connue il y a quelques décennies. L'huile de tournesol linoléique est l'huile de tournesol d'origine et, jusqu'à récemment, elle était la variété la plus couramment utilisée. Il s'agit d'une huile polyinsaturée avec des niveaux réduits de graisses saturées, un goût propre et léger, et une richesse en vitamine E. Cette huile de tournesol est principalement composée d'acides gras polyinsaturés (65 %). L'acide linoléique (un acide gras oméga-6) est le principal acide gras polyinsaturé qu'elle contient et il est l'un des deux acides gras essentiels. Grâce à des stratégies de mutagenèse, de nouveaux hybrides de tournesol ont été développés, aboutissant à la création de trois types d'huiles de tournesol distincts : l'huile de tournesol régulière, également connue sous le nom d'huile de tournesol linoléique, l'huile de tournesol moyennement oléique (mid oleic) et l'huile de tournesol hautement oléique (High oleic) [19].

#### — Composition

L'huile de tournesol est un mélange constitué à 95 % de triglycérides (formule  $C_xH_yO_z$ ) et à 5 % d'acides gras libres, de stérols, de cires et de diverses impuretés. Il s'agit d'une huile di-insaturée, également appelée semi-siccative, qui se caractérise par un indice d'iode de 132 et une acidité de 0,05 [19].



**Figure 1.9:** Structure chimique du triglycéride

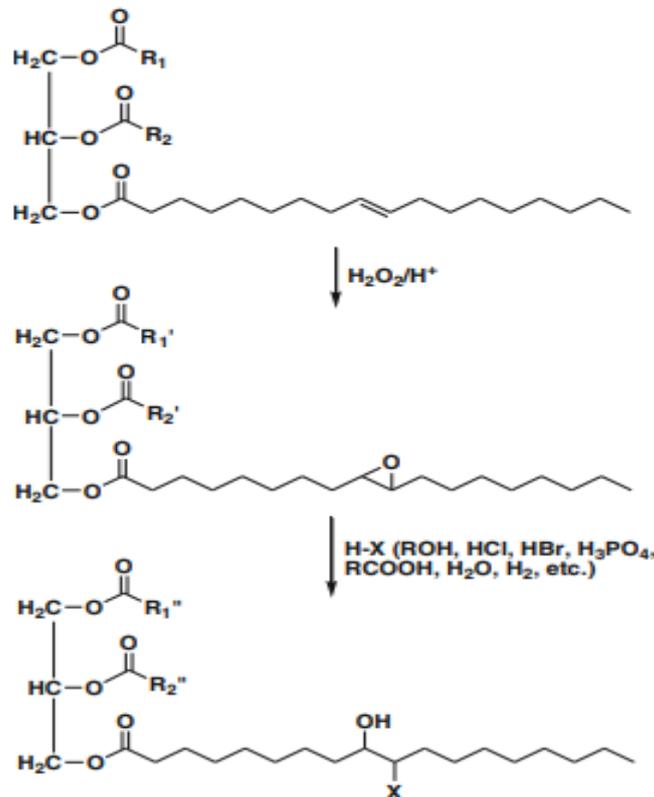
**Acides gras :** L'huile de tournesol est classifiée parmi les huiles hautement poly-insaturées en raison de sa composition. Elle est composée de différentes proportions d'acides gras, se répartissant de la manière suivante : les acides gras saturés représentent 12% de sa composition, les acides gras mono-insaturés représentent 21% avec une prédominance de 19,7% d'acide oléique, et enfin les acides gras poly-insaturés constituent 67% de l'huile de tournesol, principalement composés d'acide linoléique qui est le précurseur essentiel de la famille des acides gras oméga 6 [20].

### 1.3.2 Modification chimique de l'huile de tournesol par époxydation

L'époxydation est l'une des réactions de fonctionnalisation les plus importantes impliquant des doubles liaisons C=C, et les huiles végétales époxydées présentent un excellent potentiel en tant que matériaux renouvelables et peu coûteux pour les applications industrielles. Ces dernières années, des travaux approfondis ont été réalisés afin de développer des polymères à partir de triglycérides ou d'acides gras époxydés [21]. L'époxydation peut être réalisée soit en réacteur fermé, soit en solution avec des précurseurs d'acides peracétiques préformés ou préparés in situ, c'est-à-dire un fournisseur d'oxygène actif, sous catalyse homogène ou hétérogène [22].

Les polyols sont produits à partir d'huile végétale époxydée par des ré-

actions d'ouverture de cycle oxirane utilisant une large gamme de composés contenant de l'hydrogène actif tels que des alcools, des acides inorganiques et organiques, des amines, de l'eau et de l'hydrogène [23]. Une représentation schématique de la production de polyols à partir d'huiles végétales par époxydation suivie d'une ouverture de cycle oxirane est illustrée dans la Figure 1.10. Habituellement, les réactions d'époxydation et d'ouverture de cycle sont réalisées en deux étapes distinctes, bien qu'un procédé en une seule étape combinant les réactions d'époxydation et d'ouverture de cycle ait été rapporté.



**Figure 1.10:** La production de polyols à base d'huile végétale via la voie d'époxydation et d'ouverture de cycle oxirane ( $R_1$  et  $R_2$  représentent les chaînes latérales d'acides gras de l'huile végétale ;  $R_1'$ ,  $R_2'$ ,  $R_1''$  et  $R_2''$  représentent les chaînes latérales d'acides gras modifiées de l'huile végétale)

## 1.4 La biodégradation

La biodégradation implique la désintégration et la transformation de substances organiques par l'activité de micro-organismes tels que les bactéries, les enzymes et les champignons. Ce processus entraîne une fragmentation accompagnée de modifications chimiques et de la perte de caractéristiques mécaniques. Les matériaux sont convertis en dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ), en eau ( $\text{H}_2\text{O}$ ) et/ou en méthane ( $\text{CH}_4$ ), et éventuellement en une nouvelle biomasse et des résidus. La biodégradation est un facteur crucial pour évaluer l'impact environnemental d'un produit organique, et elle est étroitement liée à la vitesse de disparition du produit dans un environnement biologique naturel [24].

Les polymères biodégradables ont gagné en popularité, mais leur définition n'est pas toujours claire et suscite de nombreuses interprétations. Ils peuvent subir une détérioration ou une perte d'intégrité physique. En réalité, de nombreux polymères prétendent « biodégradables » sont en fait « bio-érodables », « hydro-dégradables », « photo-dégradables », et ainsi de suite.

L'abus du terme « biodégradable » pour qualifier certains plastiques a incité les organismes de normalisation tels que l'ISO, l'ASTM, le DIN, le JPBS et le CEN à établir des définitions spécifiques pour clarifier le concept de plastiques biodégradables [25].

### 1.4.1 Facteurs influençant la biodégradabilité

Les variables clés de la biodégradation sont les paramètres qui peuvent influencer l'activité microbienne. Nous pouvons les classer comme suit [24] :

a) La température : Les bactéries peuvent être classées en fonction de leurs réactions à la température :

- Les psychrophiles : leur croissance est optimale entre 0 et 15°C ;
- Les mésophiles : leur croissance est optimale entre 20 et 40°C ;

- Les thermophiles : leur croissance est optimale entre 45 et 60°C.

La biodégradation des composés organiques diminue avec la baisse de la température, ce qui entraîne une réduction de l'activité microbienne. La température du sol varie en fonction de la profondeur et des différentes couches.

b) La teneur en eau : L'eau est indispensable à la vie telle que nous la connaissons. Elle joue donc un rôle crucial dans la biodégradation en milieu solide comme le sol. La disponibilité en eau est un facteur critique pour le développement microbien et l'activité métabolique. Cependant, il est important de maintenir un équilibre, car un manque d'eau ralentit le métabolisme et le développement des micro-organismes, tandis qu'un excès d'eau provoque un tassement du support et une saturation dans des conditions anaérobies.

c) Le pH : Le pH optimal pour l'activité de la plupart des micro-organismes est proche de la neutralité, ce qui est généralement le cas pour les déchets biodégradables.

d) Le rapport C/N/P : Les éléments nutritifs essentiels pour toute forme d'activité biologique conduisant à la synthèse du protoplasme sont l'azote et le phosphore. Par conséquent, il est important de respecter ce rapport. On observe généralement un rapport C/N/P d'environ 100/10/1.

e) L'oxygène : L'oxygène joue un rôle essentiel dans le processus de biodégradation. L'aération dépend de la quantité d'air présente dans les pores du sol, car la saturation des pores en eau réduit considérablement le transfert d'oxygène dans le sol.

### 1.4.2 Mécanismes de biodégradation

La biodégradabilité des matériaux implique différents mécanismes tels que la fragmentation, la dégradation et la bio-assimilation [26].

#### 1. La fragmentation :

Elle se produit à la fois de manière abiotique et biotique. Elle se caractérise par une dégradation superficielle sans diminution significative

de la masse moléculaire , principalement due à des phénomènes érosifs tels que l'action humaine, l'eau, le vent, le passage d'animaux, les croissances racinaires, l'érosion sableuse, l'alternance de gel et de dégel, etc. Cette fragmentation superficielle n'entraîne pas de perte importante des propriétés physico-chimiques et ne réduit pas la masse moléculaire.

2. La dégradation :

L'hydrolyse ( $H_2O$ ) et l'oxydation ( $O_2$ ) sont les principaux mécanismes de dégradation. Ils provoquent la coupure des chaînes polymères conduisant à la formation d'oligomères et de monomères de poids moléculaire inférieur à 500 Da. Ces processus se déroulent de manière complexe au niveau extracellulaire.

3. La bio-assimilation :

est un processus clé de la biodégradation, aboutissant à la minéralisation des matériaux. En présence d'oxygène (aérobiose), le matériau est transformé en dioxyde de carbone ( $CO_2$ ), eau ( $H_2O$ ), adénosine triphosphate (ATP) et biomasse cellulaire. En l'absence d'oxygène (anaérobiose), le matériau se décompose en méthane ( $CH_4$ ), dioxyde de carbone ( $CO_2$ ), ATP, eau, biomasse cellulaire et résidus carbonés.

## 1.5 Caractéristiques d'une eau usée

L'estimation de la composition d'une eau ne peut pas être réalisée en se basant sur la mesure d'un seul paramètre, mais plutôt en prenant en compte un ensemble de paramètres variés afin d'obtenir une évaluation plus complète et précise.

### 1.5.1 Paramètres organoleptiques

#### 1. La turbidité :

D'après les recherches de [27], l'opalescence désigne la caractéristique d'un milieu trouble. Elle correspond à la diminution de la clarté d'un liquide en raison de la présence de substances non dissoutes. Dans le cas des eaux, cette opalescence est causée par la présence de fines particules en suspension, telles que des argiles, des sédiments, des grains de silice et des microorganismes. Une partie infime de l'opalescence peut également être attribuée à des substances colloïdales d'origine organique ou minérale. Les unités de mesure de l'opalescence sont normalisées selon les directives de l'ASTM (American Society for Testing Material), qui considère les trois unités suivantes comme équivalentes : l'unité JTU (Jackson Turbidity Unit), l'unité FTU (Formazine Turbidity Unit) et l'unité NTU (Nephelometric Turbidity Unit) [26].

#### 2. La couleur :

Les matériaux issus de la décomposition de matières organiques, tels que la végétation, ainsi que des matières inorganiques comme le sol, les pierres et les roches, confèrent une teinte à l'eau, ce qui peut être perçu comme indésirable sur le plan esthétique, mais sans conséquence sur la santé. La mesure de la couleur s'effectue en comparant l'échantillon d'eau à des solutions de référence ou à des disques de verre colorés. Une unité de couleur correspond à la teinte produite par une solution de chloroplatinate de potassium ( $K_2PtCl_6$ ) à une concentration de 1 mg/L. La couleur d'un échantillon d'eau peut être rapportée de deux manières :

- La couleur apparente représente la teinte globale de l'échantillon d'eau, incluant à la fois les composants dissous et les particules en suspension [26].
- La couleur réelle est mesurée après filtration de l'échantillon d'eau afin

d'éliminer toute matière en suspension [28]. La couleur est évaluée sur une échelle de 0 (clair) à 70 unités de couleur. L'eau pure est dépourvue de couleur, ce qui correspond à 0 unité de couleur [26].

### 3. Le goût et l'odeur :

La présence de goût et d'odeur dans l'eau peut être causée par des substances étrangères telles que des matières organiques, des composés inorganiques ou des gaz dissous. Ces substances peuvent provenir de sources naturelles, domestiques ou agricoles.

La valeur numérique de l'odeur ou du goût est déterminée quantitativement en mesurant un volume d'échantillon A et en le diluant avec un volume d'échantillon B d'eau distillée sans odeur, de sorte que l'odeur du mélange résultant soit à peine détectable pour un volume total de mélange de 200 ml. L'unité d'odeur ou de goût est exprimée en termes d'un seuil numérique selon la formule suivante :

$$\text{TON ou TTN} = (A + B)/A$$

où TON représente le seuil d'odeur et TTN représente le seuil de goût [28], [29].

## 1.5.2 Paramètres chimiques

### 1. Le potentiel Hydrogène (pH) :

C'est une mesure utilisée pour exprimer l'acidité, la neutralité ou l'alcalinité d'une solution aqueuse. Il est basé sur la concentration en ions  $\text{H}_3\text{O}^+$  (souvent notés  $\text{H}^+$  pour simplifier) présents dans la solution. Afin de faciliter cette expression, on utilise le logarithme décimal de l'inverse de la concentration en ions  $\text{H}^+$  pour déterminer le pH.

Le pH est défini comme le logarithme décimal de l'inverse de la concentration en ions  $\text{H}^+$  :

$$\text{pH} = \log(1/[\text{H}^+]) \text{ [30].}$$

## 2. La conductivité :

La conductivité électrique (CE) de l'eau est une mesure de sa capacité à conduire un courant électrique. Étant donné que le courant électrique est transporté par les ions en solution, la conductivité augmente avec la concentration d'ions. Par conséquent, la conductivité électrique est l'un des principaux paramètres utilisés pour évaluer la qualité de l'eau pour l'irrigation et la lutte contre les incendies.

Les unités de mesure de la conductivité sont les suivantes : - Unités américaines : micromhos/cm - Unités SI : milliSiemens/m (mS/m) ou deciSiemens/m (dS/m) où (mS/m) = 10 umho/cm (1000 S/cm = 1 dS/m).

L'eau pure est un mauvais conducteur d'électricité. Voici des valeurs typiques de conductivité :

- Eau ultra-pure :  $5.5 * 10^{-6}$  S/m
- Eau potable : 0.005–0.05 S/m
- Eau de mer : 5 S/m

La conductivité électrique peut être utilisée pour estimer la concentration en solides dissous (TDS) de l'eau selon l'équation :

$$\mathbf{TDS \text{ (mg/L)} = EC \text{ (dS/m ou umho/cm)} * \mathbf{(0.55\text{--}0.7)}$$

Le TDS peut être utilisé pour estimer la force ionique de l'eau dans des applications telles que la recharge des eaux souterraines par des eaux usées traitées. La méthode normale de mesure est la méthode électrométrique [31].

## 3. L'oxygène dissous :

Il revêt une importance vitale dans l'eau, car il est indispensable à la vie de la faune et joue un rôle déterminant dans les processus biologiques qui se déroulent au sein des écosystèmes aquatiques. Sa présence conditionne la survie des organismes aquatiques et influence leur activité métabolique [27].

L'oxygène a une solubilité limitée dans l'eau et sa quantité varie en fonction de différents facteurs tels que la pression, la température et la salinité de l'eau. Par exemple, à une température de 20°C, la concentration de saturation est d'environ 9 mg/L, tandis qu'à 0°C, elle atteint 14,6 mg/L.

Pour évaluer cette concentration, différentes méthodes sont utilisées, telles que la méthode colorimétrique (rapide et peu coûteuse), la méthode de titration de Winkler (méthode traditionnelle) et la méthode électrométrique [31].

#### 4. La demande biochimique en oxygène (DBO) :

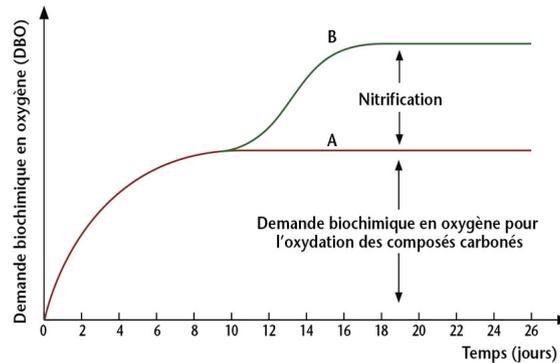
Les bactéries et autres microorganismes utilisent des substances organiques comme source de nourriture. Lorsqu'ils métabolisent ces matières organiques, ils consomment de l'oxygène. Les composés organiques se décomposent en substances plus simples, telles que le CO<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>O, et les microbes utilisent l'énergie ainsi libérée pour leur croissance et leur reproduction.

Lorsque ce processus se produit dans l'eau, l'oxygène consommé est la concentration en oxygène dissous (OD) dans l'eau. Si l'oxygène n'est pas continuellement remplacé par des moyens naturels ou artificiels dans l'eau, la concentration en OD diminuera au fur et à mesure que les microbes décomposent les matières organiques. Ce besoin en oxygène est appelé demande biochimique en oxygène (DBO). Plus il y a de matière organique dans l'eau, plus la DBO utilisée par les microbes sera élevée. Elle est utilisée comme mesure de la charge polluante des eaux usées ; les eaux usées fortes ont une DBO élevée, tandis que les eaux usées faibles ont une DBO faible.

La décomposition complète des matières organiques par les microorganismes prend du temps, généralement 20 jours ou plus dans des conditions ordinaires. La quantité d'oxygène utilisée dans un volume spéci-

fié d'eau pour décomposer ou stabiliser complètement toutes les substances organiques biodégradables est appelée demande biochimique en oxygène ultime ou DBO ULT [31].

Le courbe suivante représente la variation de la DBO en fonction du temps (figure 1.11) [32].



**Figure 1.11:** La courbe de la DBO

Une représentation graphique de la DBO en fonction du temps est illustrée dans la Figure 1.11. Cette courbe, appelée courbe de la DBO, peut être exprimée mathématiquement par l'équation suivante :  $DBO_t = DBOL \times (1 - 10^{-kt})$

où  $DBO_t$  représente la DBO à un instant donné  $t$ , en mg/L ;  $DBOL$  est la DBO ultime, en mg/L ;  $k$  est une constante représentant la vitesse de réaction de la DBO ;  $t$  correspond au temps, en jours. La valeur de la constante  $k$  dépend de la température, du type de matières organiques et du type de microorganismes impliqués dans la DBO [31] .

##### 5. La demande chimique en oxygène (DCO) :

Elle représente la quantité d'oxygène nécessaire à la dégradation des matières présentes dans l'eau, qu'elles soient d'origine organique ou minérale. Elle permet d'estimer le niveau de substances oxydables présentes dans l'eau en fonction des conditions expérimentales définies. En d'autres termes, la DCO mesure la capacité d'oxydation des composés présents dans l'eau, indépendamment de leur nature [27].

La Demande Chimique en Oxygène (DCO) correspond à la quantité d'oxygène, exprimée en mg/L, équivalente à la consommation de dichromates par les matières dissoutes et en suspension lors du traitement d'un échantillon d'eau avec cet oxydant, dans des conditions spécifiées par la norme [27].

6. L'azote :

L'eau renferme de l'azote sous deux formes distinctes : l'azote organique et l'azote minéral. L'azote organique englobe principalement les composés tels que les protéines, les polypeptides, les acides aminés et l'urée. Bien souvent, ces substances se trouvent en très faibles concentrations dans l'eau. En revanche, l'azote minéral, comprenant l'ammoniac, les nitrates et les nitrites, constitue la majeure partie de l'azote total [31].

# Chapitre 2

## Partie Expérimentale

### 2.1 Désignation des produits et des mousses PUs utilisés

#### 2.1.1 Réactifs chimiques employés

Les réactifs chimiques utilisés, sont mentionnés dans le tableau 2.1 :

**Tableau 2.1: Les réactifs chimiques utilisés**

Produit	Formule chimique	N°CAS	Densité	Poids moléculaire [g.mol-1]	Fournisseur
Huile de tournesol	-	-	-	-	Cevital
Soude caustique (pastilles)	NaOH	1310-73-2	-	40	Scharlau
Acide hydrochlorique (37%)	HCl	7647-01-0	1,19	36,46	Scharlau
Gélose nutritive	-	-	-	-	Préparée à l'école nationale polytechnique
Kit HACH LCK 214	-	-	-	-	HACH
Kit HACH LCK 014	-	-	-	-	LANGE
Chlorure de sodium	NaCl	7647-14	-	58,44	GMBH VWRPROLABO
Inhibiteur de nitrification pour DBO formule 2533	-	-	-	-	HACH ®

#### 2.1.2 Les mousses PUs étudiées

Les mousses polyuréthanes étudiées dans ce travail ont été obtenues en utilisant deux polyols à base de tournesol (HT-P1 et HT-P2) avec des nombres d'hydroxyles différents synthétisés dans le cadre des travaux de recherche du

LSTE par ouverture de cycles époxydes de l'huile époxydée et la réduction partielle subséquente des liaisons éthyléniques pour donner des groupements hydroxyles. Les principales propriétés physicochimiques des polyols de tournesol HT-P1 et HT-P2 obtenus sont présentées dans le tableau 2.2 [33].

**Tableau 2.2:** Les principales propriétés physicochimiques des polyols

Paramètre	Produit	
	HT-P1	HT-P2
Masse volumique, Kg/m <sup>3</sup>	1012,0±0,5	10302±0,5
Viscosité dynamique mPa.s	6811 ± 0,4	10503 ± 0,9
Indice d'acide, mgKOH/g	3,74±0.06	4,02± 0,08
Indice d'hydroxyde, mg-KOH/g	156,0±2	198,0±2
Contenu biosourcé, %	>90	>90

Une série de mousses PUs a été synthétisée à partir de ces bio-polyols à base de tournesol avec une fraction massique de l'ordre de 40 à 100% et un polyester polyol pétrochimique. Leur désignation et formulation sont données dans le Tableau 2.3. Les mousses ont été nommées F1-40, F1-60, F2-40... etc., selon les deux types et teneur en HT-P impliqué dans le mélange moussant [33].

**Tableau 2.3:** Désignation et formulation

Matière(% massique)	Type	Désignations		
		Control	F2-60	F1-60
Polyol pétrochimique	Confortchem	40-100	40	40
Bio-polyol HT-P1	Bio-polyol	40-100	-	60
Bio-polyol HT-P2	Bio-polyol		60	-

## 2.2 Caractérisation de l'eau épurée utilisée

### 2.2.1 Échantillonnage

L'étude de la biodégradation des mousses PUs synthétisées en milieu aqueux a été examinée par respirométrie expérimentale (ISO 9408) où l'eau

épurée a été utilisée comme milieu expérimental. Cette eau a été collectée au niveau de la station d'épuration de l'ONA de la wilaya de Bouira , Oued hous .



**Figure 2.1:** Emplacement de la station d'épuration de la wilaya de Bouira

### 2.2.2 Analyse de l'eau

L'analyse de l'échantillon a été effectuée au niveau de l'IAP de Boumerdes et du laboratoire physico-chimique de la station d'épuration de Bouira , afin de caractériser sur le plan physico-chimique et bactériologique notre milieu expérimental, en se référant aux méthodes normalisées.

#### — Paramètres physico-chimiques

##### 1. Le potentiel d'hydrogène

La mesure du pH de l'eau épurée a été effectuée en utilisant le titreur compact pour le titrage potentiométrique 916 Ti-Touch qui nous donne à la fois la valeur du Ph , conductivité , selon la norme ISO10523 [34].

## 2. Conductivité

L'estimation de la conductivité a été opérée au moyen du 916 Ti-Touch [34].

## 3. La demande chimique en oxygène « DCO »

Elle est mesurée par le biais du Spectrophotomètre HACH DR 1900 qui est un instrument de mesure optique utilisant le principe de la spectroscopie pour déterminer la DCO tout en passant par le four HACH 200 S qui a pour but d'oxyder les composés organiques (Annexe A.1).



**Figure 2.2:** Le titreur 916 Ti-Touch



**Figure 2.3:** Le four HACH 200 S



**Figure 2.4:** Le spectrophotomètre HACH DR 1900

4. **La demande biologique en oxygène «  $DBO_5$  »** La détermination de la demande biochimique en oxygène par dilution et ensemencement avec suppression de la nitrification par apport d'allylthio-urée a été exécutée selon la norme NF EN 1899-1 (Annexe A.2) .



**Figure 2.5:** BOD Direct Plus HACH

## 5. Matières en suspension

le dosage des matières en suspension dans les eaux usées, a été fait par filtration sur filtre en fibres de verre selon la norme suivante : ISO 11923 :1997 [34] (Annexe A.3).

### — Paramètres biologiques

#### 1. Biomasse microbienne

Il s'agit du dénombrement des microorganismes revivifiables (Flore totale) sur le milieu PCA par étalement des différentes dilutions de la suspension bactérienne dans le but de déterminer la concentration en bactéries présentes dans l'eau usée, selon Méthode de dénombrement des micro-organismes en milieu liquide (Méthode dite du nombre le plus probable). Cette technique nécessite plusieurs dilutions décimales en série afin d'avoir un nombre d'UFC significatif. La dilution consiste à prélever aseptiquement à l'aide d'une pipette 1 ml de la solution mère que l'on injecte dans un tube à essais contenant 9ml de diluant (eau physiologique) afin d'obtenir la dilution  $10^{-1}$ .

## 2. Préparation des dilutions

Cette technique consiste à prélever aseptiquement à l'aide d'une pipette 1 ml de la suspension mère (1g de sol dans 10 ml d'eau physiologique) que l'on injecte dans un tube à essais contenant 9 ml d'eau physiologique afin d'obtenir la dilution  $10^{-1}$ . À l'aide d'une nouvelle pipette, on récupère 1 ml de la dilution  $10^{-1}$  qu'on introduit dans un tube contenant 9 mL d'eau physiologique pour obtenir la dilution  $10^{-2}$ . Avant de prélever 1 ml de chaque solution, il faut veiller à l'homogénéiser par agitation.

## 3. Ensemencement en masse et incubation

Chaque micro-organisme qui est invisible à l'œil nu se multipliera après l'incubation en développant ainsi une colonie, qui par contre, est visible à l'œil nu. Donc le nombre de colonies développées correspond au nombre de micro-organismes présents initialement dans le 1ml de la solution correspondante.

## 4. Dénombrement de la flore totale

Le comptage des UFC après incubation à  $37^{\circ}\text{C}$  pendant 48h ne doit pas être réalisé au hasard. Il faut que le nombre d'UFC soit significatif et il ne faut pas qu'il soit trop important ( $< 300$  ou  $< 150$  en cas d'agent de différenciation des colonies).

Ce dénombrement des micro-organismes repose sur le principe selon lequel une colonie se forme par division d'un seul micro-organisme. On effectue le dénombrement à la fin de l'incubation, à travers le couvercle, c'est-à-dire, on compte les colonies en les marquant sur le fond de la boîte avec un marqueur.



**Figure 2.6:** Photo prise avant l'incubation

## 2.3 Évaluation de la biodégradabilité des mousses PUFs

### 2.3.1 principe

La biodégradation des mousses PUFs dans un milieu aqueux (eau épurée) en laboratoire a été évaluée selon la norme ISO 9408

Elle permet d'évaluer la biodégradabilité aérobie ultime des composés organiques par détermination de la demande en oxygène dans un respiromètre fermé.

Le mélange d'essai pour évaluer cette biodégradabilité est composé d'un milieu inorganique et du composé organique en tant que seule source de carbone et d'énergie. La dégradation est suivie sur une période de 28 jours, en déterminant la consommation d'oxygène de façon automatique. La quantité d'oxygène consommée par le composé organique (après correction par comparaison avec un essai à blanc) est exprimée en pourcentage de la demande biologique en oxygène (DBO).

### 2.3.2 Préparation des échantillons de mousse PUF

Pour préparer les échantillons de polymère en vue des tests, une méthode couramment utilisée consiste à broyer chaque mousse en une fine poudre avec une granulométrie moyenne inférieure à 25  $\mu\text{m}$ . Cela a été réalisé à l'aide d'un broyeur Molinex AR11. L'objectif de cette technique est d'augmenter la surface de contact entre le milieu d'incubation, contenant les microorganismes capables de biodégrader le polymère, et le polymère étudié.

Deux échantillons d'essai d'environ 0,5 g ont été créés à partir des différentes mousses broyées.



**Figure 2.7:** Photo prise lors du broyage des mousses

### 2.3.3 Préparation de l'inoculum

Le respiromètre contenant des récipients d'essai utilisé pour évaluer la dégradation avaient un volume 500 mL, et étaient remplis de 244 mL d'eau usée, en remplissant les coupelles d'étanchéité avec 3 à 4 gouttes de solution de KOH qui permet le captage de  $\text{CO}_2$  produit par les microorganismes en métabolisant le composé organique dans le milieu d'essai.

Cela permet d’obtenir des mesures plus fiables de la consommation d’oxygène et de déterminer avec précision la biodégradation des composés organiques étudiés.

### 2.3.4 Environnement d’essai

Pour garantir des conditions optimales, l’incubation doit être réalisée dans l’obscurité ou sous une lumière diffuse, à une température constante pendant toute la durée de l’essai, avec une marge d’erreur de  $\pm 1^\circ\text{C}$ . La température recommandée est  $20^\circ\text{C}$ .

**Tableau 2.4:** Poste de mesure

ID tête :	2021-11-00247
Démarrage auto :	Non
Plage de mesure :	0-200 mg/l
<i>Volume Echant :</i>	244 ml
Durée de mesure :	28 <i>jours</i>
Intervalle de mesure :	Standard



Figure 2.8: Le dispositif d'incubation



Figure 2.9: Flacons contenant le mélange (eau+substrat)

### 2.3.5 Calcul et évaluation de la biodégradation

#### — Calcul du taux de biodégradation

Afin d'estimer le taux de biodégradation du matériau dans le milieu aqueux pour chaque échantillon de mousse on utilise l'équation suivante [33] :

$$\% \text{biodegradation du substrat} = \frac{m_{CO_2}(\text{eau+substrat}) - m_{CO_2}(\text{eau})}{m_{CO_2}(\text{Th})} \times 100$$

Où :

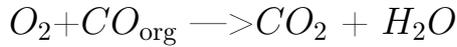
-  $m_{CO_2}(\text{eau+substrat})$  : est la quantité de  $CO_2$  libéré par le mélange eau-substrat en mg par récipient ;

-  $m_{CO_2}$  : est la quantité moyenne de  $CO_2$  libéré par le blanc en mg par récipient ;

-  $m_{CO_2}Th$  : est la teneur théorique de  $CO_2$  susceptible d'être libéré par le substrat en mg par récipient.

Dans notre cas on a une consommation d'oxygène plutôt qu'une production de  $CO_2$ . Pour remonter de l'équation de la biodegradation du substrat

en termes de  $CO_2$  à l'équation en termes d' $O_2$ , nous devons utiliser la relation molaire entre le  $CO_2$  et l' $O_2$  dans la réaction de dégradation suivante :



La première étape consiste à convertir la masse de  $CO_2$  en masse d' $O_2$  utilisant les masses molaires respectives :

$$m_{O_2} = (m_{CO_2} * 32) / 12$$

Ensuite, nous pouvons substituer cette relation dans l'équation de la biodegradation du substrat en termes d' $O_2$  :

$$\% \text{biodegradation du substrat} = \frac{m_{O_2(\text{eau+substrat})} - m_{O_2(\text{eau})}}{m_{O_2(\text{Th})}} \times 100$$

Où :

-  $m_{O_2(\text{eau+substrat})}$  : est la quantité de  $O_2$  consommé par le mélange eau-substrat en mg par récipient ;

-  $m_{O_2\text{eau}}$  : est la quantité moyenne de  $O_2$  consommé par le blanc en mg par récipient ;

-  $m_{O_2\text{Th}}$  : est la teneur théorique de  $O_2$  susceptible d'être consommé par le substrat en mg par récipient.

#### — Calcul de la teneur théorique en oxygène

La teneur théorique en oxygène ( $CO_2$  Th), par récipient est la quantité susceptible d'être consommée par le matériau d'essai. Elle est calculée selon l'équation suivante :

$$O_2\text{Th} = m_{\text{substrat}} \times C_{\text{tot}} \times \frac{32}{12} \text{ Où :}$$

-  $m_{\text{substrat}}$  : est la masse de matières sèches totales du substrat introduit dans les récipients de compostage au début de l'essai en grammes ;

-  $C_{\text{tot}}$  : est la teneur relative en carbone organique total des matières sèches totales contenue dans le matériau d'essai, en grammes par gramme ;

- 32 et 12 : sont les masses moléculaires et atomique relatives du  $O_2$  et du carbone, respectivement.

### 2.3.6 Caractérisation du substrat par spectroscopie FTIR

Les modifications structurales survenues au cours de la biodégradation des échantillons ont été suivies par une analyse spectroscopique FTIR en mode de réflexion totale atténuée (ATR) à l'aide d'un spectrophotomètre FTIR SHIMADZU®. Quarante scans ont été collectés pour chaque mesure sur la plage spectrale 4000-600  $\text{cm}^{-1}$  avec une résolution de 4  $\text{cm}^{-1}$

# Chapitre 3

## Résultats et interprétations

### 3.1 Caractéristiques de l'eau de usée utilisée

Les caractéristiques de l'eau usée obtenues sont répertoriées dans le tableau 3.1

**Tableau 3.1:** Les caractéristiques de l'eau usée

Paramètre	Résultat
pH	6.953
Conductivité ( $\mu$ S/cm)	1181
DCO (mg O <sub>2</sub> /L)	155.
DBO <sub>5</sub> (mg O <sub>2</sub> / L)	26
MES (mg/L).	155
Biomasse microbienne (UFC) (Blanc)	830

### 3.2 Résultats de la biomasse bactérienne

Après incubation, les résultats de dénombrement de la biomasse bactérienne ont donné un nombre d'UFC allant de  $30 \cdot 10^3$  à  $80 \cdot 10^3$  pour tous les échantillons (F1 60, F2 60) et une valeur de 830 UFC pour le blanc.



**Figure 3.1:** Photo prise après incubation de la mousse



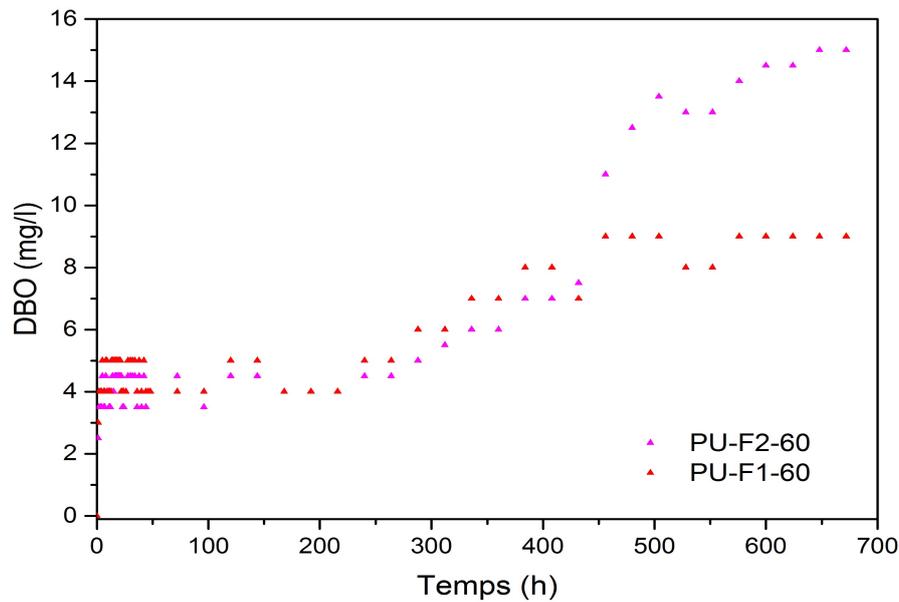
**Figure 3.2:** Photo prise après incubation du blanc

### 3.3 Étude de la biodégradation des mousses par le test respirométrique

#### 3.3.1 Consommation d'oxygène

Le graphe représente la variation de la demande biologique en oxygène (DBO) en fonction du temps pour deux types de mousses différentes, notées PU-F1-60 et PU-F2-60. Les valeurs de DBO pour chaque mousse ont été calculées en soustrayant les valeurs moyennées de DBO du blanc aux valeurs mesurées.

Les résultats moyennés obtenus au cours des 28 jours d'incubation, sont représentés sur la figure 3.1



**Figure 3.3:** Graphe représentant la variation de la DBO(mg/l) en fonction du temps(h)

La consommation de l'oxygène témoigne la présence de l'activité biologique dans l'eau usée et montre qu'une partie du carbone organique a été assimilée. Cela indique que les micro-organismes présents dans le milieu aqueux ont la capacité d'assimiler les échantillons de mousses.

Ainsi, on peut conclure que la présence des différents échantillons de mousses PUs n'a pas entraîné d'inhibition de l'activité des micro-organismes.

### 3.3.2 Evolution de la biodégradabilité des échantillons étudiés

Un élément significatif à souligner est la DBO ultime de la mousse PU-F2-60, qui s'élève à environ 15 mg/l et est atteinte après 27 jours. En revanche, pour la mousse PU-F1-60, on observe une DBO ultime d'environ 9 mg/l, qui est atteinte en seulement 19 jours.

Ces résultats mettent en évidence des différences notables dans la biodégradation des mousses PU-F2-60 et PU-F1-60, ce qui indique que la composition ou les propriétés de ces mousses influencent leur capacité à être dégradées par les microorganismes présents dans le milieu. La mousse PU-F2-60 semble être plus biodégradable, atteignant une DBO ultime plus élevée

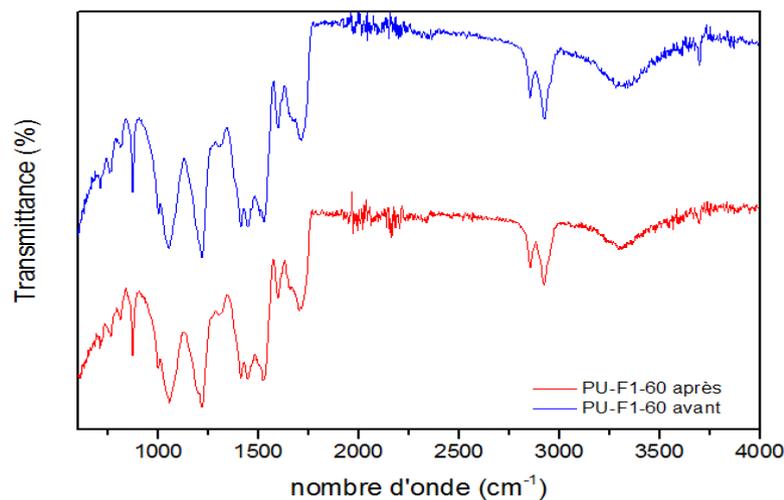
après une période de dégradation plus longue.

On constate qu'après 28 jours d'expérimentation, les mousses en polyuréthane ont montré des taux de biodégradation de 2,5% pour la mousse PU-F1-60 et 1,43% pour la mousse PU-F2-60.

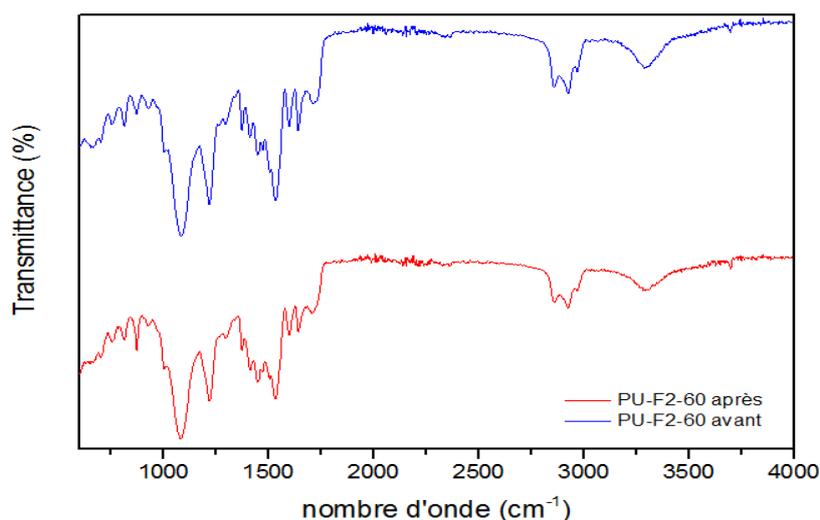
Les mousses en polyuréthane incubées dans l'eau usée ont montré des taux de biodégradation faibles, ce qui est cohérent avec une étude antérieure réalisée dans l'eau de mer sur une période d'expérimentation différente de 42 jours. Les taux de biodégradation observés dans cette étude variaient entre 2,55% et 4,50%. Ces résultats soulignent la résistance des mousses PUs à la dégradation biologique dans différents milieux.

### 3.4 Etude des échantillons incubés par analyse spectroscopique FTIR

La Figure III-8 et Figure III-9 donnent les spectres IR de la mousses PU-F1-60 et PU-F2-60 avant et après le test de biodégradation.



**Figure 3.4:** Spectres IR de la mousse F1-60 et F1-60 avant et après le test de biodégradabilité.



**Figure 3.5:** Spectres IR de la mousse F2-60 et F2-60 avant et après le test de biodégradabilité.

Les Tableau 3.1 répertorie les différents composés correspondant aux longueurs d'ondes visualisées dans les spectres IR des différentes mousses respectivement

**Tableau 3.2:** Pics caractéristiques des différentes mousses.

Nombre d'onde (cm-1)	Identification
1003	Vibration du squelette -CH <sub>2</sub> -
1223-1086	Etirement asymétrique C-O-C de l'éther
1447	Flexion N-H et étirement C-N des liaisons -C-N-H- de
1595-1506	Flexion N-H et étirement C-N des liaisons -C-N-H- de
1643-1657	Etirement des carbonyles C=O de l'urée
1705	vibration d'étirement C=O des uréthanes
2972-2928	Vibration d'élongation -CH <sub>3</sub>
3366-3298	Vibration d'étirement symétrique et asymétrique du groupe amine N-H de l'uréthane

D'après l'analyse des données figurant dans les graphiques 3.2 et 3.3 aucune différence significative n'est remarquée entre les spectres infrarouges obtenus avant et après une incubation de 28 jours. Ces résultats corroborent les faibles taux de biodégradation constatés.

# Conclusion Générale

Les plastiques biodégradables ont suscité un grand intérêt en tant qu'alternative prometteuse pour résoudre les problèmes environnementaux associés aux déchets plastiques. Ils ont été conçus spécifiquement pour se dégrader dans des conditions de gestion des déchets appropriées, comme le compostage.

Cependant, malgré leurs caractéristiques biodégradables, il est essentiel de prendre en compte les défis liés à leur utilisation. L'un de ces défis réside dans la possibilité que ces nouveaux matériaux atteignent les milieux naturels de manière indésirable.

L'objectif de la présente étude était d'évaluer la biodégradation des mousses polyuréthane (PU) synthétisées à partir d'une huile de tournesol époxydée dans de l'eau usée, qui avait été caractérisée au préalable. Pour atteindre cet objectif, nous avons utilisé un dispositif de respirométrie, qui permet de mesurer les taux d'oxygène consommé pendant le processus de biodégradation.

En utilisant cette approche, nous avons pu étudier l'interaction entre les mousses PU et l'eau usée, et on a observé des changements dans les niveaux d'oxygène au fil du temps, ce qui atteste la présence de l'activité biologique qui n'a pas été inhibée par la présence de ces substrats dans l'eau usée.

Après une période d'expérimentation de 28 jours, les résultats de notre étude ont révélé que la consommation d'oxygène n'a pas atteint une phase stationnaire. Au contraire, elle a continué à croître, bien que de manière lente. Ces observations suggèrent que les microorganismes présents dans notre système sont encore en phase d'adaptation aux conditions expérimentales.

En ce qui concerne la biodégradation des mousses biosourcées, les taux obtenus après 28 jours étaient de 1,43% et 2,5%. Ces résultats soulignent la complexité de la biodégradation des mousses biosourcées.

Il est important de noter que bien que les résultats de notre étude ne puissent être extrapolés à une dégradation réelle dans des milieux aqueux, ils soulignent clairement que la biodégradation complète des plastiques, même ceux qui sont biosourcés ou étiquetés comme dégradables, ne peut être garantie.

Il serait donc intéressant de continuer la recherche dans le domaine de la biodégradation des plastiques pour améliorer notre compréhension des mécanismes de dégradation et développer des matériaux plus efficaces sur le plan environnemental, tout en prenant en considération les aspects suivants :

1. Augmenter la période de l'essai de biodégradation.
2. Observer l'évolution de la croissance bactérienne pendant toute la durée du test.
3. Déterminer les souches bactériennes impliquées dans la biodégradation.
4. Effectuer des analyses complémentaires : Réaliser des analyses complémentaires pour évaluer d'autres paramètres liés à la biodégradation, tels que la variation du pH, la mesure des enzymes spécifiques, ou encore l'identification des produits de dégradation. Ces analyses approfondies permettraient d'obtenir une vision plus détaillée des mécanismes de dégradation.
5. Collaborer avec d'autres domaines de recherche : Établir des collaborations interdisciplinaires avec des chercheurs travaillant dans des domaines connexes tels que la microbiologie, la chimie environnementale ou l'ingénierie des matériaux. Cette approche collaborative favoriserait l'échange de connaissances et l'émergence de nouvelles perspectives pour approfondir la recherche sur la biodégradation des matériaux.

# Bibliographie

- [1] Isabelle Vroman and Lan Tighzert. Biodegradable polymers. *Materials*, 2(2) :307–344, 2009.
- [2] Pathiraja A Gunatillake, Raju Adhikari, and G Felton. Biodegradable polyurethanes : design, synthesis, properties and potential applications. *Biodegradable Polymers : Processing, Degradation and Applications ; Felton, GP, Ed*, pages 431–470, 2011.
- [3] Luis Serrano, Esther Rincón, Araceli García, Jesús Rodríguez, and Rodrigo Briones. Bio-degradable polyurethane foams produced by liquefied polyol from wheat straw biomass. *Polymers*, 12(11) :2646, 2020.
- [4] Patrick Combette and Isabelle Ernoult. *Physique des polymères*. 2005.
- [5] Robert O Ebewe. *Polymer science and technology*. CRC press, 2000.
- [6] M Fontanille and Y Gnanou. Chimie et physico-chimie des polymères (3è éd.), 2014.
- [7] Yves Gnanou and Michel Fontanille. *Organic and physical chemistry of polymers*. John Wiley & Sons, 2008.
- [8] Niranjana Karak. Vegetable oil-based polymers : properties, processing and applications. 2012.
- [9] Paul C Painter and Michael M Coleman. *Essentials of polymer science and engineering*. DEStech Publications, Inc, 2009.
- [10] Matthieu Zinet. *Modélisation de la cristallisation des polymères dans les procédés de plasturgie : quantification des effets thermiques et rhéologiques*. PhD thesis, INSA de Lyon, 2010.

- 
- [11] Germán Sánchez, Gilbert Weill, and Roger Knoesel. Synthèse et réactions photochimiques d'homopolymères et de copolymères de la p-vinylbenzophénone et du vinylferrocène. *Die Makromolekulare Chemie : Macromolecular Chemistry and Physics*, 179(1) :131–146, 1978.
- [12] Lynda Djoudi. *Etude de la stabilisation du polychlorure de vinyle (PVC) et les phénomènes de dégradation*. PhD thesis, Université Mohamed Khider-Biskra, 2007.
- [13] Saliha Chaoui. *Elaboration et caractérisation de nanocomposite à matrice polymère : Approche expérimentale*. PhD thesis, 2018.
- [14] Mark F Sonnenschein. *Polyurethanes : science, technology, markets, and trends*. John Wiley & Sons, 2021.
- [15] Felipe M de Souza, Pawan K Kahol, and Ram K Gupta. Introduction to polyurethane chemistry. In *Polyurethane Chemistry : Renewable Polyols and Isocyanates*, pages 1–24. ACS Publications, 2021.
- [16] Eram Sharmin and Fahmina Zafar. Polyurethane : an introduction. *Polyurethane*, 1 :3–16, 2012.
- [17] Françoise Méchin. Les polyuréthanes, «couteau suisse» des matériaux polymères. *L'Actualité Chimique*, 2020.
- [18] Kaneyoshi Ashida. *Polyurethane and related foams : chemistry and technology*. CRC press, 2006.
- [19] Maurizio Crippa, Bruno De Wilde, Rudy Koopmans, Jan Leysens, Jane Muncke, Anne-Christine Ritschkoff, Karine Van Doorselaer, Costas Velis, and Martin Wagner. *A circular economy for plastics : Insights from research and innovation to inform policy and funding decisions*. 2019.
- [20] Daniel P Pfister, Ying Xia, and Richard C Larock. Recent advances in vegetable oil-based polyurethanes. *ChemSusChem*, 4(6) :703–717, 2011.
- [21] Frank Gunstone. *Vegetable oils in food technology : composition, properties and uses*. John Wiley & Sons, 2011.

- 
- [22] Badra Bouchareb. *ÉTUDE DE L'UTILISATION DE L'HUILE DE TOURNESOL ÉPOXYDÉE COMME PLASTIFIANT DU PVC*. PhD thesis, 2018.
- [23] Ron Herrington and Kathy Hock. *Flexible polyurethane foams*. Dow Chemical, 1997.
- [24] Daniel WYART. Les polymères biodégradables. *Techniques de l'ingénieur. Plastiques et composites*, (AM3579), 2007.
- [25] Marina Galià, Lucas Montero de Espinosa, Joan Carles Ronda, Gerard Lligadas, and Virginia Cádiz. Vegetable oil-based thermosetting polymers. *European journal of lipid science and technology*, 112(1) :87–96, 2010.
- [26] Eugene W Rice, Laura Bridgewater, American Public Health Association, et al. *Standard methods for the examination of water and wastewater*, volume 10. American public health association Washington, DC, 2012.
- [27] F Rejsek. Analyse des eaux : Aspects réglementaires et techniques. scéren (crdp aquitaine). coll. biologie technique. *Sciences et techniques de l'environnement*. 360p, 2002.
- [28] Nayla Hassan Omer. Water quality parameters. *Water quality-science, assessments and policy*, 18 :1–34, 2019.
- [29] George Tchobanoglous, Franklin L Burton, and H David Stensel. Wastewater engineering. *Management*, 7(1) :4, 1991.
- [30] Clément Mathieu, Françoise Pieltain, and E Jeanroy. *Analyse chimique des sols : Méthodes choisies*. Tec & doc, 2003.
- [31] NH Omer. Water quality parameters, water quality-science, assessments and policy, 2020.
- [32] Louis Tessier. *Technologies des bioprocédés industriels*. Centre collégial de développement de matériel didactique (CCDMD), 2018.

- [33] Zineb Kahlerras, Ratiba Irinislmane, Stephane Bruzaud, and Naima Belhaneche-Bensemra. Elaboration and characterization of polyurethane foams based on renewably sourced polyols. *Journal of Polymers and the Environment*, 28 :3003–3018, 2020.
- [34] Hamama-Lisa Azizen et al. Étude de la biodégradabilité de nouvelles mousses polyuréthanes biosourcées dans un environnement marin. 2021.

# Annexe A

## Analyse de l'eau

### A.1 La demande chimique en oxygène « DCO »

#### Mode opératoire

1. Chauffer le thermostat à 148 °C (298.4 °F).
2. Mélanger le contenu pour avoir une solution homogène.
3. Pipetter dans le Test en Cuve avec précaution : **Valeur à blanc du réactif** : 2.0 mL eau exempte de DCO **Cuve d'analyse** : 2.0 mL échantillon homogénéisé
4. Fermer les cuves et nettoyer l'extérieur de celle-ci.
5. Retournez et chauffer dans le thermostat préchauffé à 148 °C (298.4 °F) pour 2 heures.
6. Sortir les cuves chaudes. Laisser refroidir à environ 60 °C (140 °F) et retourner plusieurs fois.
7. Laisser refroidir à température ambiante
8. Bien nettoyer l'extérieur des cuves et mesurer.
9. Insérez le blanc dans le porte-cuve. DR 1900 : accédez à méthodes LCK/TNTplus. Sélectionner le test, appuyer sur MESURER 1.
10. Retirez la référence.

11. Insérer la cuve de l'échantillon dans le compartiment pour cuves. DR 1900 : Appuyer sur MESURER 2

## A.2 La demande biochimique en oxygène « DBO »

### Mode opératoire

1. Choisir le volume de l'échantillon à analyser selon l'intervalle de mesure.
2. Verser le volume nécessaire dans le flacon de DBO5
3. Insérer le barreau magnétique et quelques gouttes d' l'ATU : l'Allyl Thio Urée qui permet d'inhiber la nitrification car l'oxydation des dérivés ammoniacaux et des nitrites en nitrates absorbe également de l'oxygène.
4. Déposer deux pastilles de soude qui vont piéger le CO2 formé lors de l'oxydation des matières organiques dans le godet en caoutchouc avec lequel on referme le flacon.
5. Bien visser l'Oxitop IS8 WTW sur le flacon.
6. Lancer la mesure et mettre le flacon dans l'incubateur régler à 20 °C, faire la lecture après 05 jours d'incubation

### Calcul

La valeur de la DBO5 est approximativement estimée à 80% de la DCO mesurée, choisir le volume de la prise d'essai selon les intervalles de mesure de la DBO5 dans le tableau ci dessous.

**Tableau A.1:** Tableau du volume de prise d'essai et facteur.

Volume de la prise d'essai [mL]	Intervalle de mesure[mg.L-1]	Facteur
432	0-40	1
365	0-80	2
250	0-200	5
164	0-400	10
97	0-800	20

La valeur de la DBO5 [mg.L<sup>-1</sup>] est la valeur lue directement sur l'écran digital de l'OxiTop multipliée par le facteur donné dans le tableau ci-dessus.

$$\text{Valeur lue} \times \text{Facteur} = \text{DBO5 mg.L}^{-1}$$

### A.3 Matières en suspension

#### Mode opératoire

1. Placer le filtre dans le creuset et le peser à vide (balance analytique, à 0.1 mg près de résolution).
2. Placer ensuite le filtre dans l'entonnoir du dispositif de filtration et insérer l'entonnoir sur la fiole à vide.
3. Filtrer la prise d'essai (le volume destiné à être filtré est mesuré avec une éprouvette).
4. Retirer avec précaution le filtre de l'entonnoir à l'aide de pinces à extrémités plates
5. Replacer le filtre dans le creuset et le sécher dans l'étuve à (105) C pendant 2 heures.
6. Retirer les creusets de l'étuve et les laisser refroidir à l'air ambiant.
7. Après total refroidissement des creusets, les peser de nouveau.

#### Calcul

$$\text{MES} = \frac{m_1 - m_0}{V_{\text{ech}}} \times 1000$$

Où  $m_1$  est la masse du creuset plein de résidu et séché à 105°C (mg/L),  $m_0$  masse du creuset vide (mg) et  $V_{\text{ech}}$  volume d'eau introduit (mL)

## Annexe B

### Analyse des échantillons

#### B.1 Détermination de la teneur en carbone organique total

La teneur en Carbone Organique Total est déterminée selon la méthode par voie sèche sous l'action conjuguée de température de pas moins de 1000°C, et un flux de gaz contenant de l' $O_2$ , et exempt de gaz carbonique. Un équipement CS-2000 - ELTRA Corp. est utilisé à cette fin. Le  $C_{org}$  est oxydé et désorbé sous forme de  $CO_2$ . L'hélium est utilisé comme gaz vecteur. Un système informatisé calcule et affiche la concentration du COT présent dans l'échantillon.



**Figure 2.1:** Analyseur CS-2000 - ELTRA Corp

La prise deessai pour l'analyse du COT était d'environ 50 mg. Exemple :  
 Mousse F1-60 : %COT = 81,98 % —————> Donc pour 1g de PUF1 60  
 (ou 1000 mg) on a 81,98 mg en carbone.

**Tableau B.1:** La teneur en carbone organique total

Nom d'échantillon	La prise d'essai (mg)	COT (%)
F2 60	50	77,76
F1 60	25	81,98