REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique *Ecole nationale Polytechnique*



DÉPARTEMENT DE GÉNIE DE L'ENVIRONNEMENT

Projet de fin d'étude

Présenté par :

Melle CHOUIREF CHefiria

Pour l'obtention du diplôme
D'Ingénieur d'Etat en Génie de l'Environnement
THEME:

ETUDE DE LA BIODEGRADABILITE DE L'HUILE DE TOURNESOL EPOXYDEE

Soutenu publiquement le 27 Septembre 2004 devant le jury suivant :

Présidente : A. Hellal Professeur ENP Rapporteurs : A. D. Zoghlache Chargée de cours ENP

N. Belhaneche Professeur ENP
ces: S. Boutria Chargée de cours ENP

Examinatrices : S. Boutria Chargée de cours ENP
D. Atek Maître assistante Université de Boumerdes

Invitées: F. Zerrouk Chargée de cours INA

S. Bouchtaoui Chargée de cours ENP

Promotion: 2003/2004

Promotion: 2003/2004
Ecole Nationale Polytechnique
10, Avenue Hacen Badi, El-Harrach, Alger.

Dédicaces:

A la mémoire de mon père (Allah yerhmou);

A ma douce et très chère ma mère;

A mes frères et mes sœurs;

A ma grande famille (El-Menia et Aoulef);

A tous mes amis.



Remerciements:

Ce travail s'est effectué au laboratoire des sciences et techniques de l'environnement sous la direction de *Madame N. Belhaneche*, professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique et *Madmoiselle A. D. Zoghlache*, Chargée de cours à l'Ecole Nationale Polytechnique ainsi *qu'au* laboratoire de pédologie de l'Institut National d'Agronomie (INA). Je tiens à remercier mes deux promotrices vivement, à leur exprimer ici toute ma reconnaissance et qu'elles veuillent accepter l'expression de ma profonde et respectueuse gratitude pour leur aide, *l*a confiance qu'elles m'ont accordée en me proposant ce travail.

J'adresse également mes remerciements à *Madame F.Zerrouk*, Chargée de cours à l'INA pour le suivi quotidien de l'expérimentation, lors de mon séjour à l'INA et pour les conseils qu'elle m'a donné lors du démarrage de mes travaux. Je la remercie vivement pour sa collaboration.

Je tiens à remercier tout particulièrement, *Madame A. Hellal*, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique d'avoir accepté de présider le jury.

J'adresse également mes plus vifs remerciements à *Madmoiselle D. Atek*, Maitre assistante à l'Université de Boumerdes, pour ses remarques constructives et les discussions au cours de la réalisation de ce travail. Je lui suis reconnaissante de m'avoir encouragée à chaque moment de déprime. Je la remercie aussi pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Je remercie vivement *Madmoiselle S. Boutria*, Chargée de cours à l'ENP pour avoir accepté d'examiner ce modeste travail.

Je tiens à remercier vivement *Madame S. Bouchtaoui*, *Chargée de cours à l'ENP* pour sa disponibilité, sa gentillesse et pour tout ce qu'elle m'a apporté lors de ma troisième année de graduation.

Mes remerciements vont aussi à *M R. Labadi*, technicien au laboratoire de pédologie de l'INA pour toute l'aide qu'il m'a apportée lors de mes travaux pratiques à l'INA, je le remercie vivement de sa collaboration.

A l'ensemble du personnel du laboratoire des Sciences et Techniques de l'environnement et du laboratoire de biotechnologies de l'ENP, du laboratoire de pédologie à l'INA et plus particulièrement à ceux qui ont facilité mon intégration au sein de ces laboratoires.

Liste des tableaux :

Tableau I-1 : Quelques stabilisants thermiques autorisés dans les emballages	08
Tableau I-2: Principaux adjuvants et additifs	13
Tableau III-1: Exemple de populations d'organismes dans un sol agricole fertile	33
Tableau III-2 : Bactéries dotés de lipase	35
Tableau III-3: Champignon dotés de lipase	35
Tableau III-4: Bactéries thermophiles productrices du lipases	36
Tableau III-5: Norme Hollandaises de qualité des sols	40
Tableau IV-1: Les caractéristiques de sol utilisé	44
Tableau IV-2: Types de sols en fonction du pH	48
Tableau IV-3: Les formulation des films utilisés dans le test d'enfouissement	51
Tableau IV-4: Formules chimiques des produits utilisés	52
Tableau V-1 : Taux de biodégradation des pastilles de PVC	60

Liste des figures :

Figure II-1: Evolution simultanée substrat-biomasse bactérienne en fonction du temp	s dans
les eaux	16
Figure II-2: Hydrolyse du 1-palmitoyl-2-oléoyl-3-stéoryl-sn-glyérol par une lipase	20
Figure II-3: Catabolisme des lipides.	22
Figure II-4: Fonctionnement d'une enzyme.	23
Figure III-1: Rétention des cations par les micelles du complexes	
argilohumique29	
Figure III-2 : Adénosine triphosphate (ATP).	31
Figure III-3: Le cycle du carbone dans le sol	32
Figure IV-1 : Schéma général présentant le dispositif de la réspirométrie	47
Figure IV-2 : Dispositif de déplacement de CO ₂	49
Figure IV-3 : Schéma général présentant le protocole de dénombrement	50
Figure V-1 : La production quotidienne de CO ₂	55
Figure V-2 : Courbes représentant le CO ₂ cumulé	56
Figure V-3 : Variation du pourcentage de biodégradation en fonction du temps	57
Figure V-4 : La biomasse microbienne du sol, sol + HT, sol + HTE après 28 jours	
d'incubation	59

Sommaire

Introduction générale.....1

Chapitre I- Généralités sur le PVC

I-1-Le PVC	04
I-1-1-La dégradation thermique du PVC	04
I-1-2-Stabilisants thermiques du PVC	05
I-1-2-1-Role du stabilisant	05
I-1-2-2-Choix du stabilisant	06
I-1-2-3-Les corps gras	07
I-1-2-4-Epoxydation de l'huile de tournesol	08
I-1-2-5-Mecanisme d'action de l'HTE sur la dégradation thermique d	du PVC09
I-2-Principaux autres additives	11
I-2-1-Plastifiant	11
I-2-2-Lubrifiant	11
I-2-3-Charge	11
I-2-4-Pigment	11
I-3-Propriétés du PVC	12
I-3-1-Propriétés spécifiques du PVC en poudre	12
I-3-2-Propriétés spécifiques du PVC après transformation	12
I-4-Applications du PVC	12

Chapitre II- Généralités sur la biodégradation

II-1-Introduction	14
II-2-Définition de la biodégradation	14
II-3- Les étapes de la biuodégradation	14
II-4- La biodégradation en présence de l'oxygéne et en abscence d'o	xygéne15
II-4-1-En présence d'oxygène	15
II-4-2-En absence d'oxygène	17
II-5- Principaux paramétres influençant la biodégradation	17
a)La température	17
b) Teneur en eau	17
c) Le pH	18
d) Le rapport C/N/P	18
e) L'oxygéne	18
II-6-Métabolisme microbien	18
II-6-1-Les transformations cataboliques	19
II-6-2-Les transformations anaboliques	19
II-7-Catabolisme des lipides	19
II-8-Fonctionnement des enzymes	21
II-9-Evaluation de l'activité biologique	24
II-9-1-Demande biochimique en oxygène DBO	24
II-9-2-Demande chimique en oxygène DCO	24
II-9-3-Carbone organique total COT	24
II-9-4-Dioxyde de carbone dégagé CO2	24

Chapitre III : Généralités sur le sol _

III-1-Introduction
III-2-Définition du sol
III-3-Propriétés du sol
III-3-1-Propriétes physiques du sol
III-3-1-1-La texture
III-3-1-2-La structure
III-3-1-3-La porosité
III-3-1-4-Le phénomène de rétention dans le sol
III-3-2-Propriétés chimiques du sol
III-3-2-1-pH du sol
III-3-2-2-La capacité d'échange
III-3-2-3-Les éléments minéraux
a)Le phosphore
b) L'azote
c) La matière organique
III-3-2-1- Le cycle du carbone dans le sol
III-3-3-Propriétés biologiques ou microbiologie du sol
III-3-3-1-Les bactéries.
III-3-3-2-Les champignons.
III-3-3-3-Les actinomycètes
III-3-3-4-Les algues
III-4-Pollution du sol
III-5-La décontamination du sol
III-6-principes d'application
III-6-1-Application du traitement hors du site
III-6-2-Application du traitement in situ
III-6-3-Application du traitement sur le situ
III-7-Normalisation

Chapitre IV : Méthodologie expérimentale :

IV-1- Introduction	42
1V-1- Introduction	42
IV-2- Produits utilisés	42
IV-3- Méthodes d'analyse	42
IV-3-1- Humidité à la capacité au champ	43
IV-3-2- carbone organique total (C.O.T) d'un sol	43
IV-3-3- Azote total.	43
IV-3-4- Phosphore assimilable	43
IV-3-5- pH du sol	43
IV-4-1- Critères de validité	44
IV-4-2- Principe de la respirométrie	44
IV-4-3- Dispositif d'incubation	45
IV-4-4- Dispositif de déplacement de CO ₂	45
IV-4-5- Méthode de dosage de CO ₂	46
IV-5- La biomasse microbienne	48
IV-6- Test d'enfouissement	51

Chapitre V : Résultats obtenus et discussion :

Annexes	
Références bibliographiques	62
Conclusion générale	61
V-2- Résultats de test d'enfouissement	60
V-1-5- La biomasse microbienne	58
V-1-4- Le taux de biodégradation	54
V-1-3- Le pH	54
V-1-2- Production cumulée de CO2	53
V-1-1- Production quotidienne de CO2	53
V-1- Résultats de la respirométrie	53

La nature s'est réservée tant de liberté qu'avec notre savoir et notre science nous ne pourrons jamais la pénétrer entièrement ni la pousser			
dans ses derniers re	etranchements.		
	Goethe (1749-1832).		

Introduction générale



L

'activité humaine est principalement tournée vers le développement de la production industrielle de biens et de services marchands; cette production contribue directement et indirectement à l'augmentation de la pollution de l'eau, de l'air, du sol et à la production de déchets. Mais, les déchets, ne s'intégrant pas naturellement dans cette activité, ont été très longtemps négligés. Leur

prolifération incessante et incontrôlée, en dehors des activités de traitement rentable, s'est effectuée au détriment du milieu naturel avec finalement un impact négatif sur la santé humaine.

La prise de conscience progressive de cette situation s'est traduite par le développement d'une réglementation toujours plus pointilleuse et l'introduction du traitement des déchets dans le secteur productif.

Etant donné le nombre toujours croissant de substances organiques synthétiques fabriquées par les grandes industries chimiques du monde entier, l'environnement humain s'enrichit de plus en plus de polluants industriels synthétiques, entre autres, les emballages [1].

Nous abordons, ici, la partie la plus importante de notre poubelle : les emballages qui sont définis par la directive européenne comme suit: «Tout produit constitué de matériaux de toute nature destiné à contenir et à protéger des marchandises données, allant des matières aux produits finis, à permettre leur manutention et leur acheminement et à assurer leur présentation» [2].

Sur les 18 milliards de tonnes annuelles d'ordures ménagères mondiales, les emballages représentent, dans les pays industrialisés, un bon tiers du poids des déchets ménagers, mais la moitié de leur volume [3]. Ils constituent un véritable phénomène ; leur présence dans le marché puis dans nos poubelles, a augmenté d'une manière vertigineuse en l'espace de quelques années. Ils nous permettent de faire nos achats d'une manière rationnelle, simple et hygiénique, mais leur durée de vie cesse, à l'instant même où le produit qu'ils contiennent est dégagé : Qu'en advient-il alors ?

Comme matière d'emballage, le plastique est le plus utilisé, et la première matière thermoplastique utilisée à grande échelle est le polychlorure de vinyle (PVC) [3].

Introduction générale

Pour traiter les déchets d'emballages correspondants, plusieurs voies sont envisagées [4] :

-Le recyclage recouvre une série d'activités : collecte, transformation et réutilisation de déchets, tant de production que de consommation, susceptibles d'être employés en tant que matières pour de nouveaux usages. Mais cette méthode conduit souvent à des produits présentant qualité inférieure à celle des composés originaux.

-L'incinération qui est une technique intéressante s'il y a une valorisation. Mais cette technique est loin d'être sans danger pour l'environnement : les gaz rejetés contiennent des cendres et des poussières toxiques en qualité notable.

-La mise en décharge : c'est la plus utilisée mais cette voie engendre une pollution du sol et des nappes sous-terraines.

-La biodégradation des déchets qui ne s'applique qu'à une gamme bien particulière de matériaux (organiques). Cette technique est robuste, bien éprouvée en pratique dans leurs domaines d'application privilégiés. Elle n'exige pas de technologies sophistiquées et est donc relativement peu onéreuse à mettre en œuvre.

Cependant, un certain nombre de ces polluants sont difficilement biodégradables et toxiques, ou peuvent être biodégradables en libérant lors de leur décomposition moléculaire d'autres substances toxiques.

La détermination moléculaire de la biodégradabilité des substances organiques devient donc une nécessité pour exercer le contrôle des matières polluantes du milieu humain. Il serait même justifié de recommander à chaque pays producteur de substances organiques synthétiques de soumettre ces substances, avant leur commercialisation, à un essai obligatoire de biodégradabilité [1].

Seuls les produits ayant un taux de biodégradation satisfaisant et ne dégageant pas lors de leur biodégradation, de produits intermédiaires toxiques pourraient obtenir un permis officiel de mise sur le marché mondial.

C'est dans cette optique que s'intègre le présent travail. L'huile de tournesol époxydée (HTE) a été obtenue par époxydation de l'huile de tournesol commerciale [5].

Il s'agit d'un additif (stabilisant thermique) obtenu à partir d'une matière première renouvelable (l'huile de tournesol). Cet additif est destiné à l'industrie des matières plastiques, d'une façon générale et, plus particulièrement, à celle des emballages.

Introduction générale

Benaniba [6,7] a procédé à l'époxydation de l'huile de tournesol et à l'étude de performances de l'HTE en tant que stabilisant thermique du PVC. L'étude de son alimentarité a été abordée par Atek [8] dans le cas de PVC rigide et Boussoum [9] dans le cas de PVC souple. Gallouze [10] a étudié le vieillissement du PVC stabilisé à l'HTE sous l'action de la pollution atmosphérique. Quant au présent travail, il a pour objectifs d'étudier :

• La biodégradabilité de l'HTE comme nouvelle substance organique.

• Le comportement du PVC contenant l'HTE dans le sol afin de prévoir les nuisances éventuelles pour l'environnement qui seraient causées par les déchets et les matériaux hors usage correspondants.

Pour cela, il a été procédé à mesurer la production de CO₂ dégagé par l'activité microbienne pour dégrader la substance d'essai (huile de tournesol époxydée). Il convient d'introduire un air exempt de dioxyde de carbone pour aérer le mélange d'essai. Si la biodégradation a lieu, du dioxyde de carbone est libéré avec l'air de sortie. L'air de sortie peut être absorbé dans un piége à dioxyde de carbone.

Par ailleurs, des échantillons de PVC stabilisés à l'HTE ont été enfouis dans le sol pendant 73 jours et le pourcentage de perte de masses a été déterminé.

Le présent mémoire se divise en cinq chapitres :

Le premier chapitre présente des notions sur les corps gras et le PVC.

Les deuxième et troisième chapitres présentent, respectivement, des généralités sur la biodégradation et sur le sol.

Le quatrième chapitre décrit la méthodologie expérimentale adoptée

➤ Le cinquième et dernier chapitre regroupe les résultats obtenus et leur discussion.

Chapitre I: Généralités sur le **PVC**



Le PVC:

Actuellement, l'un des plastiques les plus utilisés est le PVC. Il est obtenu par polymérisation du chlorure de vinyle (réaction I-1).

$$H_2C = CHCl$$
 $-(CH_2-CH)_n-$ (I-1)
$$Cl$$

$$Chlorure de vinyle Motif du PVC$$

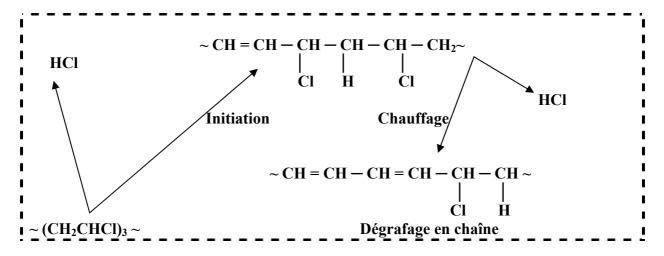
Si les caractéristiques intrinsèques de ce polymère lui permettent de prendre toutes les formes et d'être utilisé dans de multiples applications, il est cependant facilement dégradable sous l'action de la température pendant sa mise en œuvre et/ou son utilisation.

I-1-1-Degradation thermique du PVC :

Sous l'effet d'une source thermique, le chlore labile va partir sous forme d'acide chlorhydrique (HCl) et laisser place à une double liaison. Ce départ d'HCl peut être observé dés que le polymère est chauffé à 80 °C, alors que sa température de transformation est généralement comprise entre 180 °C et 200 °C. Ce chlore, maintenant en position allylique est particulièrement instable et va conduire rapidement à l'élimination d'une autre molécule d'HCl et à la formation d'une double liaison conjuguée. Le phénomène va se poursuivre de façon autoaccélérée conduisant à la formation de longs polyènes conjugués responsables de la forte coloration du PVC pendant sa dégradation. A partir de 5 doubles liaisons conjuguées, le PVC jaunit, puis rapidement, devient marron et noir.

Pour un taux de départ d'HCl d'environ 1%, il y a perte des propriétés mécaniques du matériau [11].De plus, l'HCl libéré est nocif aussi bien pour les ouvriers que pour les machines de transformation.





Réaction I-2: Réaction de deshydrochloruration du PVC [8].

Cette instabilité est éliminée par des substances chimiques appelées stabilisants. En plus des stabilisants, différents additifs sont incorporés au PVC tels que le plastifiant, le lubrifiant, la charge, le pigment...

I-1-2- Stabilisants thermiques du PVC:

Exposé à des températures élevées, à des produits chimiques oxydants ou à la lumière ultraviolette, le PVC risque de s'abîmer et de se dégrader. Les stabilisants assurent une protection contre cette ces phénomènes de dégradation. Par conséquent, lorsqu'ils sont utilisés, ils peuvent être classés comme stabilisants thermiques, antioxydants, et stabilisants à la lumière UV [12].

Il existe en principe, deux types de stabilisants [13]: les primaires (à base de métaux) et les secondaires (co-stabilisants non métalliques ou produits tels que les phosphites organiques, les produits époxydés...).

Les stabilisants primaires, très efficaces, utilisés depuis longtemps comme stabilisants thermiques, cèdent actuellement la place aux secondaires qui sont moins toxiques [14, 15].

I-1-2-1- Rôle de stabilisant:

La complexité du mécanisme de dégradation du PVC amène à imaginer un stabilisant qui aurait des fonctions multiples, par exemple [14]:

-Le blocage des chlores labiles (empêcher la formation d'HCl et de doubles liaisons);

-Le blocage si possible des polyènes conjugués et la diminution de la coloration du PVC;



-Le blocage des radicaux responsables de l'oxydation du polymère :

La réaction (I-3) présente un stabilisant de la forme MY, où :

M doit pouvoir forme un sel de chlore stable.

Y un ligand de substitution nucléophile du chlore labile.

Par ailleurs, le stabilisant MY doit être capable de réagir avec HCl dans une réaction de type acide-base (réaction I-4).

Ainsi, la stabilisation du PVC permet d'empêcher la dégradation de polymère pendant la courte période de mise en forme à température élevée et de protéger la pièce finie contre le vieillissement lent, pendant de longues périodes aux températures de service [12].

I-1-2-2- Choix du stabilisant :

Le choix du stabilisant va se faire sur la base de certaines considérations techniques de performance, de comportement, mais aussi de critères économiques et environnementaux comme [14]:

- ♦ Les performances propres ;
- ♦ Les compatibilités avec la mise en oeuvre (stabilités intrinsèques aux températures et cisaillements mécaniques pendant la transformation) ;
 - ♦ La faible volatilité;
 - ♦ La compatibilité avec les autres additifs ;
 - ♦ La compatibilité avec l'application finale (transparence, couleur, odeur) ;
- ♦ La compatibilité d'usage (par exemple la non toxicité, agréee par les législations gouvernantes);
- ♦ La tenue à long terme (résistance à la migration, résistance à la chaleur ou aux ultraviolets) ;
 - ♦ Le rapport coût/performance.

Il existe aujourd'hui sur le marché plusieurs familles principales de stabilisants du PVC :

Chapitre I:



- ♦ Les stabilisants à base de plomb ;
- Les organoétains ;
- ♦ Les métaux mixtes (savons métalliques);
- ♦ Les composés époxydés.

Le tableau I-1 regroupe quelques stabilisants thermiques autorisés dans les emballages. La chimie des corps gras fournit, pour sa part, plusieurs familles de stabilisants thermiques du PVC, ce sont les dérivés époxydès [16]. Les plus utilisés aujourd'hui sont les huiles de soja époxydées.



Tableau I-1: Quelques stabilisants thermiques autorisés dans les emballages [8].

Type de stabilisant	Formule		
Mercaptoétains	R_1 $S-R_2$ R_1 $S-R_2$ Sn $S-R_2$ R_1 $S-R_2$ Sn $S-R_2$		
	$R_1 = CH_3$ $R_2 = CH_2 - CO - O - R_1$ $R_1 = C_2H_8$ $R_2 = CH_2 - CH_2 - CO - O - R_1$ $R_1 = C_8H$ $R_2 = CH_2 - CH_2 - O - CO - R_1$		
Dilaurate de dibutylétain	$O = C = C_{11}H_{23}$ Sn H_9C_4 $O - C = C_{11}H_{23}$ $O - C = C_{11}H_{23}$		
Maléate d'étain	R R Avec $R = C_4H_9$ Ou bien $R = C_8H_{17}$ O C C C C C		
Esters d'acides gras époxydés	H ₃ C = (CH ₂) ₇ = CH = CH = (CH ₂) ₇ = CO = OR		



I-1-2-3- Les corps gras:

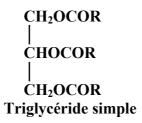
Ce sont les simples constituants des huiles végétales (arachide, tournesol, olive) et des graisses animales (beurre, saindoux). Les lipides sont constitués principalement de triglycérides, mais peuvent contenir des quantités notables de phospholipides, de lipoprotéines...

Ils se forment selon la réaction suivante :



R₁, R₂, R₃: groupes hydrocarbonés à chaînes ouvertes.

Lorsque une molécule de glycérol est liée à trois molécules d'un même acide gras $(R_1=R_2=R_3)$, le triglycéride formé est dit "homogène " ou " simple " [17, 18].



Dans le cas contraire $(R_1 \neq R_2 \neq R_3)$, le triglycéride est dit "mixte".



I-1-2-4- Epoxydation de l'huile de tournesol:

La chaîne saturée des lipides présente une relative inertie chimique, par contre la chaîne insaturée peut être le siège de nombreuses réactions au niveau de l'insaturation [19]. Parmi les réactions d'addition, on trouve une transformation importante, l'epoxydation. Elle est réalisée par les peracides : performique, peracétique, trifluoroperacétique, perbenzoique,



n-chloro perbenzoique, monochloro perphtalique. Le pouvoir oxydant des peracides augmente avec la substitution par des groupes électro-attracteurs.

L'oxygène est transféré du peracide par une addition électrophile selon un mécanisme concerté [17].

L'époxydation de l'huile de tournesol a été effectuée à 50°C, en utilisant l'acide peracétique préparé in situ en faisant réagir le peroxyde d'hydrogène (30%v/v) avec un excès d'acide acétique glacial en présence de la résine échangeuse d'ion Amberlit IR120. Le taux d'oxygène oxyrane (O.O) est de 6,4% [11]. La structure de l'huile de tournesol époxydée est la suivante :

R₂ et R₃ peuvent être identiques ou différents de R1 du point de vue du nombre de groupements époxydes présents.

I-1-2-5- Mécanisme d'action de l'HTE sur la dégradation thermique du PVC :

L'effet stabilisant de l'HTE sur la dégradation thermique du PVC peut étre considéré comme résultant de la réaction de l'HCl avec le groupe époxy (réaction I-6).

$$\sim CH = CH - CH \sim + R - CH - CH_{2}$$

$$CI \qquad O$$

$$\sim CH = CH - CH \sim$$

$$O$$

$$CH_{2} - CHCI - R$$

Réaction I-6: l'effet stabilisant de groupe époxy sur le PVC [11].



I-2- Principaux autres additives :

En plus du stabilisant, d'autres additifs sont généralement utilisés. Le tableau regroupe les principaux additifs.

I-2-1- Plastifiant:

C'est l'adjuvant qui augmente la souplesse du polymère et dont la définition est la suivante [19] :

C'est une substance de volatilité faible ou négligeable, incorporée à un plastique, destinée à abaisser son intervalle de ramollissement, faciliter sa mise en œuvre et augmenter sa flexibilité ou son extensibilité.

I-2-2- Lubrifiant:

Les lubrifiants facilitent la transformation du PVC et contribuent à ce que ce dernier n'adhère pas aux surfaces de contact métalliques des machines. Ils ne présentent aucun risque pour la santé et n'interviennent qu'à très faibles concentrations dans le PVC [13].

I-2-3-Charge:

Les charges sont parfois utilisées afin de réduire le prix de revient du PVC, d'en accroître la résistance au feu ou de renforcer certaines autres propriétés physiques. Le PVC peut contenir jusqu'à 50% de charges. Celles-ci ne présentent aucun danger pour la santé ou l'environnement [13].

I-2-4- Pigment:

Ajoutés à faibles doses en général, ces adjuvants permettent d'obtenir une gamme de coloris très étendue. Ils sont additionnés au PVC et autres matières plastiques à des concentrations de 0,1 à 4% [9,13].



I-3- Propriétés du PVC:

I-3-1- Propriétés spécifiques du PVC en poudre :

C'est un produit pulvérulent de couleur blanche. Il est caractérisé essentiellement par son poids moléculaire moyen variant entre 60000 et 150000.

I-3-2- Propriétés spécifiques du PVC après transformation :

Après transformation, le PVC possédera une série de propriétés physiques (ramollissement, combustibilité, poids spécifique...), mécaniques 'résistance à la compression, à la flexion, au choc...), électriques (constante diélectrique, résistivité...) et chimiques (action des bases, des acides, des composés organiques,...).

Il peut se présenter sous forme rigide ou plastifiée. En ce qui concerne le PVC rigide, des additifs essentiels à la mise en œuvre tels que les lubrifiants, les stabilisants ou encore les antioxydants sont incorporés. Pour ce qui du PVC plastifié, en plus des additifs précédents, des proportions déterminées de plastifiant sont incorporées selon l'application visée et le degré de souplesse recherché [8].

I-4- Applications du PVC:

Le PVC est le polymère qui couvre tous les secteurs de l'activité économique. C'est aussi un des plus utilisés avec une consommation mondiale de 20 millions de tonnes [2]. Parmi ces nombreuses applications, on peut citer [20, 23]:

- ➤ Emballage: flacons, bouteilles, films thermoformés pour le conditionnement ou la réalisation de blisters.
- ➤ Bâtiment: tubes rigides et raccords, revêtement des sols et murs, volets roulants.
 - **Câbles électriques :** isolation des câbles de moyenne et basse tension.
 - ➤ Plasticulture : films, réserves d'eau, tubes pour irrigation et drainage...
- ➤ **Applications médicales :** matériel de transfusion et perfusion, tables de radiologie imperméables aux rayons X.



Tableau I-2- Principaux adjuvants et additifs [8].

Types d'additifs et	Effets	Natures	Matières plastiques les	Taux d'emploi usuels
adjuvants			incorporant	
Plastifiants	Donner de la	Phtalates,	PVC souple	<50%
	souplesse et	phosphates,	Cellulosiques	10 à 20%
	réduire la	adipates,		
	fragilité	stérates.		
Stabilisants	S'opposer au	Sels de Zn, Ba,	Vinyliques	<5%
	vieillissement	Ca, Sn, huile de		
	sous l'effet de	soja époxydée		
	la chaleur et des			
	U.V.			
Anti-oxydants	Lutter contre	Amines	Polyoléfines	<5%
	l'oxydation	aromatiques,	styréniques	
	$(U.V, O_2, O_3).$	dérivés		
		phénoliques.		
Colorants	Conférer un bel	Pigments	Toutes	<1%
	aspect	minéraux		
		(oxydes		
		métalliques de		
		Cd, cr, Fe, Mb,		
		Ti)		
		Pigments		
		organiques		
		(diazonques,		
		noir de		
		carbone).		

Chapitre II:

Généralités sur la biodégradation



II-1- INTRODUCTION:

Dans le sol, les composés organiques nouvellement incorporés sont partiellement vaporisés dans la phase gazeuse, dissous dans la phase aqueuse, et adsorbés sur la matrice du sol. Par la suite, ils évoluent sous l'action de l'activité biologique du sol, par minéralisation. C'est la biodégradation.

II-2- Définition de la biodégradation :

Le terme biodégradation peut être défini de la façon suivante : « il s'agit d'une fragmentation, par l'action des microorganismes, avec perte des propriétés mécaniques ou avec modification chimique » la structure de matériaux se simplifie pour finalement se convertir en CO₂, H₂O et/ou CH₄, une nouvelle biomasse se retrouve éventuellement en résidu [4].

II-3- Les étapes de la biodégradation :

La biodégradation a lieu en deux étapes : la dégradation primaire (ou partielle) et la dégradation totale.

- La première étape correspond à la rupture des chaînes. Cette étape a généralement lieu à l'extérieur des microorganismes en raison de la taille et de l'insolubilité de ces molécules. Les enzymes extracellulaires sont responsables de ces ruptures.
- La deuxième étape correspond à la minéralisation. Il y a alors formation de CO₂, H₂O et d'une nouvelle biomasse.

La biodégradabilité d'un composé organique, selon ALEXANDER, cité par Boutria [22], est freinée par les facteurs suivants :

- La substitution par Cl, SO₃H, NO₂, NH₂;
- La polysubstitution par rapport à la monosubstitution ;
- La présence de plusieurs noyaux aromatiques ;
- La ramification (effet maximum en présence d'un carbone asymétrique);
- Pour les molécules aromatiques, l'ordre de dégradabilité est para>ortho>méta ;
- Pour les dérivés aliphatiques chlorés, l'ordre de dégradabilité est $\omega > \delta > \beta > \alpha$.

Il existe trois éléments clés pour la biodégradation :

Chapitre II:



Généralités sur la biodégradation

- 1- Les microorganismes: La base de tout processus biodégradation est l'existence de microorganismes capables de synthétiser les enzymes actives sur la substance à biodégrader.
- 2- L'environnement : certains facteurs sont indispensables au processus de biodégradation, comme la température, l'humidité, et l'oxygène.
- 3- Le substrat : la structure de la molécule influence le processus de biodégradation. Ces facteurs structuraux comprennent les liaisons chimiques, le degré et le type de ramification...

II-4-La biodégradation en présence et en absence d'oxygène :

La biodégradation peut s'effectuer en présence ou en l'absence d'oxygène.

II-4-1 En présence d'oxygène :

Toute substance organique dégradable est en partie oxydée en CO₂ et en H₂O pour obtenir l'énergie nécessaire aux biosynthèses, en partie transformée en métabolites ou en constituants normaux des cellules. Cette métabolisation, se fait par deux réactions schématisées de la manière suivante [23]:

Matière organique + a'
$$O_2$$
 + N + P \rightarrow a microorganismes + CO_2 + H_2O + résidu réfractaire (II-1)

.....

Microorganismes + O2 \rightarrow CO2 + H2 + N + P + résidu non dégradable (II-2)

Avec a : fraction de substrat converti en cellules microbiennes ;

a': fraction du substrat oxydé;

b : fraction de biomasse oxydée par jour ;

k · coefficient d'élimination du substrat

Une part du substrat, va donc servir à la synthèse de la biomasse et le reste aux besoins énergétiques, de croissance et de maintenance cellulaire des microorganismes.

En présence de substrat, La biomasse va évoluer en fonction du temps, et ceci se traduit par les équations II1 et II-2.



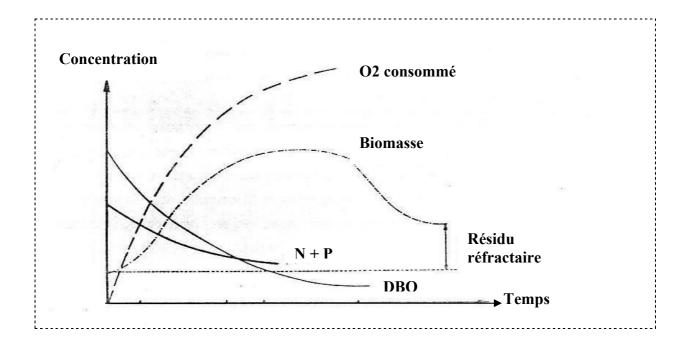


Figure II-1 : Evolution simultanée substrat-biomasse bactérienne en fonction du temps dans les eaux [23].

Le taux de conversion de la matière organique en biomasse est variable selon la biodégradabilité et la quantité d'oxygène disponible. Les phases classiques de développement de populations bactériennes sont :

- Phase de latence (adaptation);
- Phase de croissance exponentielle ;
- Phase de ralentissement des synthèses cellulaires ;
- Phase stationnaire.

Généralités sur la biodégradation



II-4-2- En l'absence d'oxygène :

Toute substance organique dégradable, est en partie, dégradée en CH_4 , CO2 et H_2O pour obtenir, selon un processus de fermentation, l'énergie nécessaire aux biosynthèses ; en partie transformée en métabolites et en constituants normaux des cellules.

II-5- Principaux paramètres influençant la biodégradation :

Les paramètres de la biodégradation sont ceux pouvant influencer l'activité microbienne. On peut distinguer :

a) La température :

On peut classer les bactéries selon leurs comportements à l'égard de la température comme suit :

➤ Psychrophiles : La température de croissance est comprise entre 0 et 15 °C ;

Mésophiles : La température de croissance comprise entre 20 et 40 °C ;

Thermophiles : La température de croissance est comprise entre 45 et 60 °C.

La biodégradation des composés organiques diminue en fonction de la température. Une baisse de cette dernière décroît l'activité microbienne.

La température du sol varie en fonction de profondeur et des couches du sol.

La plus part des espèces microbiennes du sol sont mésophiles. Les espèces psychrophiles et thermophiles ne représentent qu'une faible fraction de la population totale.

b) Teneur en eau:

L'eau est indispensable à la vie telle que nous la connaissons. Elle est donc absolument nécessaire à la biodégradation en milieu solide (sol). La disponibilité en eau est donc un facteur critique pour le développement microbien et l'activité métabolique. Elle ne doit pas être trop faible, ni trop élevée. Un manque d'eau entraîne un ralentissement du métabolisme et du développement des microorganismes. Mais l'excès d'eau provoque un tassement support et l'insaturation, dans les conditions anaérobies.

Généralités sur la biodégradation



c) Le pH:

Le pH optimal pour l'activité de la plupart des microorganismes est aux alentours de la neutralité, ce qui est généralement le cas pour les déchets biodegradables [24].

d) Le rapport C/ N/P:

Les éléments nutritifs essentiels à toute forme d'activité biologique qui mène à la synthèse du protoplasme sont l'azote et le phosphore. Il faut donc respecter ce rapport.

e) L'oxygène:

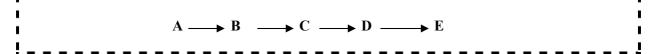
L'oxygène est un facteur essentiel dans le processus de biodégradation. L'aération est dépendante de la quantité d'air présente dans les pores du sol, car, la saturation des pores en eau, réduit considérablement le transfert de l'oxygène dans le sol

II-6- Métabolisme microbien :

Tous les microorganismes possèdent une membrane cytoplasmique lipoproteique qui permet l'entrée ou la sortie du substrat.

C'est à travers cette barrière et à l'aide d'enzyme que l'organisme pourra effectuer les échanges avec le milieu de culture extérieur.

Quels que soient les mécanismes, les aliments ainsi transportés à l'intérieur d'un microorganisme sont soumis à une série de transformations biochimiques aux cours desquelles ils sont ainsi métabolisés, selon la réaction générale suivante [22]:



A : substrat nutritif;

B, C, et D; substances intermédiaires;

E: produit final.



Au cours de ces transformations, chacune de ces réactions est catalysée par une ou plusieurs enzymes spécifiques qui hydrolysent les éléments à haut poids moléculaire pour qu'ils puissent traverser la membrane cytoplasmique.

II-6-1- Transformations cataboliques:

Elles entraînent l'apparition de produits de structure plus simple et de poids moléculaire moins élevé. Ces transformations cataboliques fournissent aux microorganisme de l'énergie métabolique sous forme d'ATP ou d'autres composés riches en énergie. Certains de ces produits de dégradation sont éliminés, tandis que certains autres peuvent servir de précurseurs utilisés pour les réactions de biosynthèse.

II-6-2- Transformations anaboliques:

Elles assurent la synthèse de nombreux constituants de structure plus complexe et de poids moléculaire plus élevé.

Enfin, la nutrition des microorganismes peut se résumer en cinq phases essentielles :

- 1- Transport du substrat (en même temps que l'O₂ en aérobiose) vers la cellule bactérienne.
- **2-** Adsorption des aliments sur la membrane cellulaire.
- **3-** Prédigestion par des enzymes extracellulaires (en surface ou en solution) qui transforment la matière organique en composés plus simples.
- 4- Franchissement de la membrane cellulaire (substrat et O₂ en aérobiose) ou perméation.
- 5- Métabolisation du substrat : le métabolisme du substrat se traduit par une succession de réactions d'hydrolyse, de déshydrogénation,...selon la structure de substrat métabolisé. Et selon les voies de dégradation, soit fermentation soit cycle de krebs

II-7- Catabolisme des lipides :

Les lipides sont des composés importants qui ont deux fonctions essentielles : esters d'acide gras et glycérol. Ce sont des composés pouvant constituer pour les microorganismes des sources d'énergie potentielle importantes [25].

Le premier stade de cette dégradation est l'hydrolyse de la chaîne, par des lipases, le glycérol ainsi libéré entre dans la voie de glycolyse au niveau de la réaction, dihidroxyacétonephosphate [26].



A l'aide de synthèses enzymatiques spécifiques, de nombreux microorganismes sont capables de dégrader les acides gras par l'intermédiaire d'une β-oxydation, c'est la voie d'EMBDEN-MEYERHOF, pour produire finalement de l'acétyl~coenzyme A métabolisé dans le cycle de KREBS selon le schéma de la figure II-3.

Il convient de noter que les biochimistes ont en effet pendant longtemps considéré que l'activité lipasique caractérisait l'hydrolyse des esters d'acides à longues chaînes carbonées (C12 à C18) et n'est possible que chez certains microorganismes possédant des systèmes enzymatiques particuliers, tandis que la dégradation des acides gras à chaînes plus courte est beaucoup plus répandue, et se fait à l'aide d'enzymes appelée estérase [25, 27].

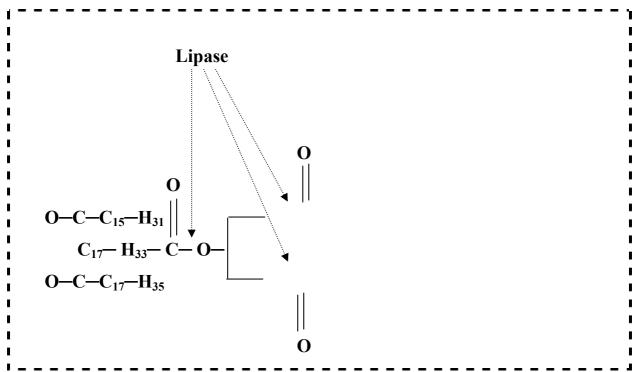


Figure II-2 : Hydrolyse du 1- palmitoyl-2- oléoyl-3- stéoryl- sn- glyérol par une lipase [28].



II-8-Fonctionnement des enzymes :

Les enzymes sont de véritables pièces détachées d'organismes vivants. Elles se caractérisent par des sites appelés « sites actifs » où se concentre toute la puissance de l'enzyme.

Curieusement ces sites portent « en creux » la forme des molécules sur lesquelles agit l'enzyme. Ainsi, les enzymes ont une sorte de « mémoire chimique » qui leur permet de connaître leur substrat. Pour décrire la complémentarité d'une enzyme avec son substrat, l'image la plus statique est celle de la clef dans la serrure.

Une réaction enzymatique se déroule en plusieurs stades, au moins trois [28]:

- Au début l'enzyme fixe la molécule de substrat au niveau du site actif qui lui est exactement complémentaire ;
 - 🖔 Ensuite cet ensemble (complexe enzyme-substrat) est activé, gonflé d'énergie ;
- Enfin il se décompose : le substrat transformé se sépare de l'enzyme qui est prête pour une nouvelle réaction.

Tout cela a lieu à une vitesse fulgurante.



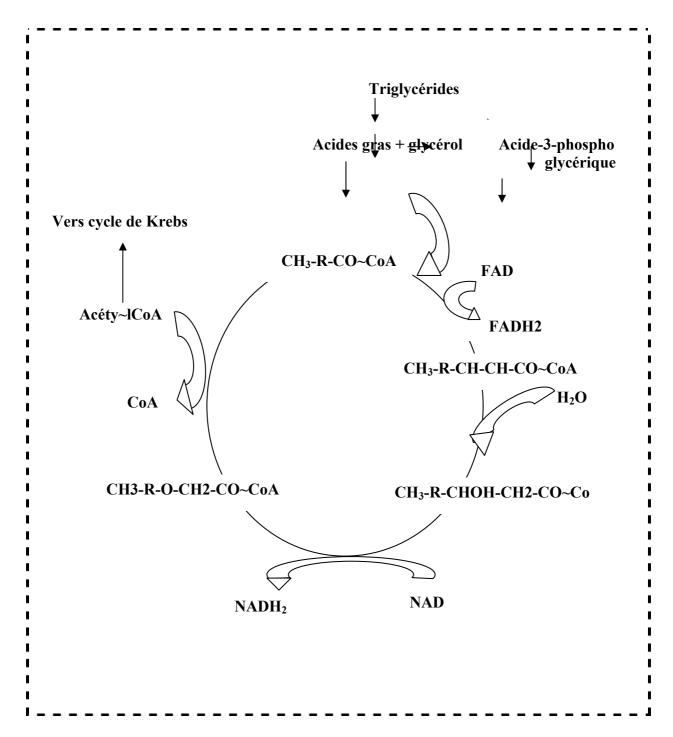


Figure II-3 : Catabolisme des lipides [25].



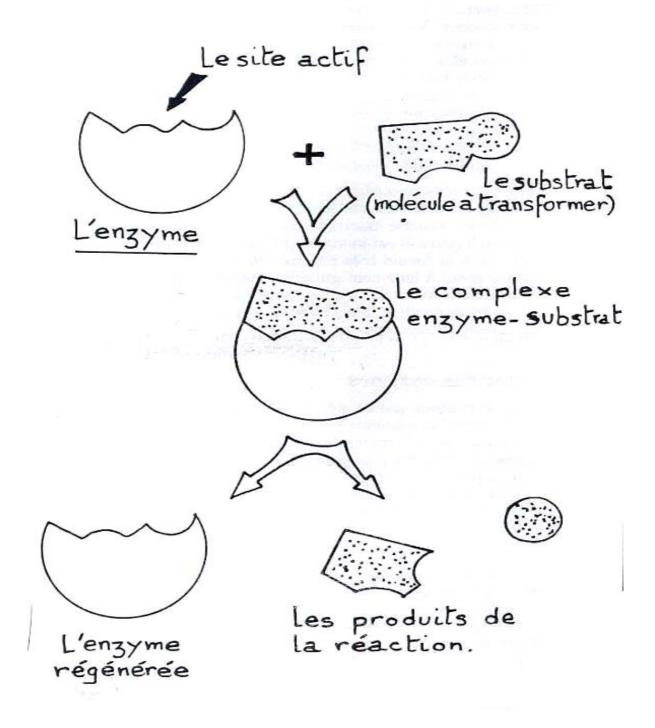


Figure II-4: fonctionnement d'une enzyme [28].



II-9- Evaluation de l'activité biologique :

De nombreux tests de laboratoire ont été mis au point dont le but de prévoir, en routine, la biodégradation des substances organiques dans des conditions simulant les phénomènes intervenant au sein des sols.

On distingue, parmi ces tests:

II-9-1- Demande biochimique en oxygène DBO :

C'est la concentration en masse d'oxygène dissous, consommée dans des conditions définies par l'oxydation biologique aérobie d'un composé chimique ou de matière organique, elle est exprimée en milligrammes d'oxygène absorbé par milligramme de composé à analyser [29]. La DBO5 mesure la quantité d'oxygène en masse consommée par des bactéries pour dégrader en cinq jours, dans l'obscurité et à 20 °C [3]. La biodégradation d'une substance peut être évaluée en mesurant sa DBO en fonction du temps.

II-9-2- Demande chimique en oxygène DCO:

Elle est définie comme la concentration massique, exprimée en oxygène [3] nécessaire pour oxyder par voie chimique et dans les conditions de l'essai les matières organiques oxydables biodégradables ou non [22].

Si la DBO donne une bonne estimation de la pollution que l'on peut éliminer par voie biologique, la DCO permet d'approcher la totalité de la matière organique biodégradable ou non [3].

II-9-3- Carbone organique total (COT):

Le COT permet une estimation de la totalité de la matière organique, y compris celle qui résiste à l'oxydation avec la méthode de la DCO, et ceci grâce à une oxydation énergétique (à 950 °C) et catalytique de substrat [22].

II-9-4- Dioxyde de carbone dégagé CO2:

Chapitre II:



Généralités sur la biodégradation

L'évolution de la biodégradabilité est effectuée, préférentiellement, par des mesures de quantités de CO2 dégagées (mesures respirométriques) [4, 22,30].

Des analyses complémentaires pouvant apporter des renseignements sur la substance étudiée, peuvent être effectuées, par les spectrométries infrarouge (IR), ultraviolet (UV)-visible et la résonance magnétique nucléaire (RMN).

Chapitre III: Généralités Sur le sol



III-1-Introduction:

Une série de produits chimiques organiques peuvent être introduits dans le sol intentionnellement ou accidentellement.

Ces produits introduits peuvent, ou non, se dégrader biologiquement. Pour des produits chimiques qui se dégradent, la vitesse de dégradation peut varier considérablement, en fonction non seulement de la structure moléculaire du produit chimique, mais également des propriétés du sol telles que la température, l'eau et la disponibilité en oxygène qui influencent l'activité microbienne [31]. L'activité des microorganismes joue souvent un rôle majeur dans les processus de dégradation.

Donc toutes les substances organiques ou biodégradables finissent par être attaquées par les microorganismes c'est-à-dire : champignons, levures, ou bactéries auxquels elles procurent de l'énergie.

La décomposition de ces substances assure le retour des éléments minéraux à la nature (C, N, S, P...) et qui sont indispensables à la vie des végétaux et des animaux.

III-2-Définition du sol:

Le sol est la couche superficielle de l'écorce terrestre qui sépare la lithosphère (enveloppe rocheuse rigide du globe terrestre) de l'atmosphère [3].

Cette couche se forme à partir de la dégradation de roche mère, phénomène appelé altération [32].

Les sols constituent des formations géologiques naturelles qui se sont développés sous des conditions très diverses, tant en ce qui concerne le climat que le matériau d'origine c'est-à-dire la roche mère, d'autre part ces formations ne sont pas statiques, mais elles évoluent d'une façon constante, à cette évolution participent des mécanismes physiques, chimiques, et biologiques.

Les principaux constituants des sols sont : l'air et l'eau, les particules minérales, et la matière organique vivante ou morte. La matière organique provient de la lente décomposition des déchets végétaux et animaux.



III-3-Propriétés du sol:

Les sols présentent une grande variété de propriétés chimiques, physiques et biologiques [32].

Les revues d'ALEXANDER (1965), PRÉVOT (1970), DOMMERGUES et MANGENOT (1970), MARTIN et HAIDER (1975) [30] montrent que la biodégradation des composés organiques et la biosynthèse de composés humiques dépendent de la nature des apports organiques (composés simples, polymères, débris végétaux entiers, complexes organominéraux...) et de facteurs de l'environnement (ou propriétés du sol).

III-3-1- Propriétés physiques du sol :

III-3-1-1- La texture :

La texture du sol résulte des proportions relatives en sables, limons, argiles et matière organique. Elle peut être déterminée approximativement au champ par observation et par granulometrie.

Une texture "légère" ou" grossière" est spécifique des sols sableux alors qu'une texture "lourde" et "fine" est caractéristique des sols à forte proportion d'argile [32].

Alors, on peut conclure que les quantités relatives des différents constituants élémentaires définissent la texture du sol.

III-3-1-2- La structure :

L'architecture des sols dépend de l'état des particules qui les constituent. Le sol est formé d'éléments solides parmi lesquels se répartissent de l'air et de l'eau, la partie solide du sol est composée d'éléments de taille variée allant de fragments grossiers aux particules très fines dites colloïdales [33]. Alors, on peut définir la structure du sol comme l'agencement des éléments les uns par rapport aux autres [34].

III-3-1-3- La porosité :

Elle constitue un autre paramètre important qui combine les critères propres à la texture et à la structure du sol considéré.



La porosité peut se définir comme la proportion du volume des lacunes par rapport au volume total [33]. De cette dernière dépend la circulation de l'eau et des gaz dans les sols ce qui détermine l'aération du sol.

III-3-1-4- Phénomène de rétention dans le sol :

La capacité de rétention des polluants par le sol est définie comme étant la capacité à retenir, à neutraliser, à adsorber, et essentiellement à immobiliser un contaminant véhiculé par un liquide.

III-3-2- Propriétés chimiques du sol :

III-3-2-1- pH du sol:

Selon la nature de pH de l'eau interstitielle, on distingue des sols acides (pH<7), neutres (pH voisin de 7), basiques (pH>7). Le pH des sols est généralement voisin de la neutralité ou très légèrement acide entre 6 à 7 [33].

Le pH des sols dépend du CO₂, de la concentration et de la proportion relative des sels minéraux, enfin des molécules organiques dissoutes [35].

III-3-2-2- La capacité d'échange :

La dégradation des matières organiques mortes du sol donne ce qu'on appelle "des composés humiques ", ces composés sont chargés négativement. Ces charges négatives sont non équilibrés, trouvent des charges argileuses qui sont aussi négatives, elles se lient par l'intermédiaire des cations : Al³⁺, K⁺, Ca²⁺, Fe³⁺, Zn²⁺, Mg²⁺,.... sous formes de micelles[34], ou complexes argilo-humique [3,34].

Alors, la capacité d'échange du sol est définie comme le pouvoir que possède le complexe argilo-humique de fixer énergiquement à la surface des ions minéraux provenant de la solution du sol.



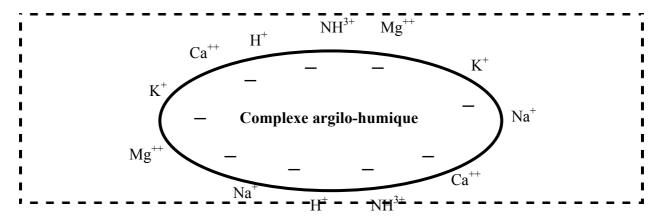


Figure III-1: Rétention des cations par les micelles du complexes argilohumique [33].

La quantité de cations adsorbés sur la surface des complexes argilo-humiques par unité de masse de sol, dans les conditions de neutralité chimique, est presque constante et indépendante de l'espèce de cation, elle est en général connue sous le nom de capacité d'échange cationique. Cette dernière varie d'un sol à un autre, d'une valeur nulle jusqu'à 0,60 meq/gr [34].

III-3-2-3- Les éléments minéraux :

Il s'agit d'une série d'éléments minéraux dont la présence dans les sols est indispensable au développement des communautés vivantes ; entre autres :

a)Le phosphore:

Le phosphore représente un élément indispensable pour tous les êtres vivants puisqu'il est un des constituants essentiels des acides nucléiques [33].

On le trouve essentiellement sous forme de phosphates. Il est un des principaux éléments nutritifs des plantes sous cette forme chimique [33], ou à l'état d'acide phosphorique lié aux micelles du complexes adsorbant argilo-humique, enfin comme anion libre en solution dans l'eau interstitielle des sols [33].

Il constitue, comme nous allons le voir, un élément indispensable pour le métabolisme des êtres vivants.



L'importance primordiale de cet élément chez les êtres vivants vient du fait qu'il entre dans la composition de l'ATP (adénosine triphosphate), véhicule moléculaire permettant de stoker et de transférer l'énergie sous forme chimique dans la plupart des réactions biochimiques. Puis les êtres vivants mobilisent et transforment cette énergie en énergie mécanique, thermique ou chimique (mouvements, chaleur, biosynthèse) [3].

b) L'azote:

Les formes minérales proviennent, pour une grande part, de l'action de microorganismes sur la matière organique fraîche du sol, ou de l'azote ammoniacal fixé par les argiles [3].



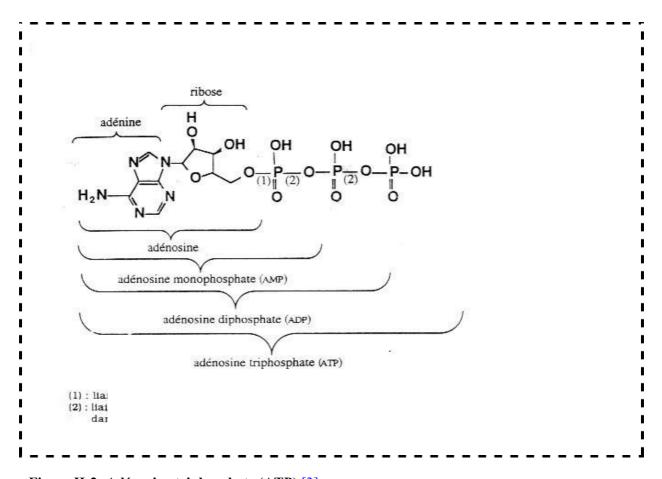


Figure II-2: Adénosine triphosphate (ATP) [3].

III-3-2-4- La matière organique :

Les composes humiques peuvent être définis comme étant des substances de néoformation apparaissant au cours de la décomposition des diverses matières organiques qui arrivent au sol : feuilles, débris de bois, plantes herbacées et cadavres d'animaux...

La matière organique fraîche qui évolue en humus confère au sol des propriétés physiques (structure, porosité, teneur en eau, température), chimiques (acidité, capacité d'échange, éléments nutritifs) et biologiques (microflore et microfaune).

En outre, il a été constaté que le rapport C/N (carbone/azote) est lié au stade d'évolution de la matière organique. Ce rapport diminue dans le temps s'il n'y a pas d'apports extérieurs de matière organique [3,32].



III-3-2-4-1- Le cycle du carbone dans le sol :

Dans le sol, les composés organiques incorporés subissent deux voies de transformation :

- ➤ La minéralisation qui conduit à la destruction des composés organiques et dégagement du CO₂ vers l'atmosphère et la libération des éléments chimiques constitutifs des composés organiques.
- L'humification provoque une modification de la structure et de la composition des composés organiques initiaux pour donner naissance à des composés humiques (humine, acides humiques, acides fulvique) (figure II-3).

Pour la minéralisation primaire, la matière organique qui arrive au sol sera transformée en molécules simples. Celles-ci peuvent être dégagées sous forme gazeuse vers l'atmosphère, absorbées par les plantes lors de leur libération dans la solution du sol, ou distribuées dans le sol.

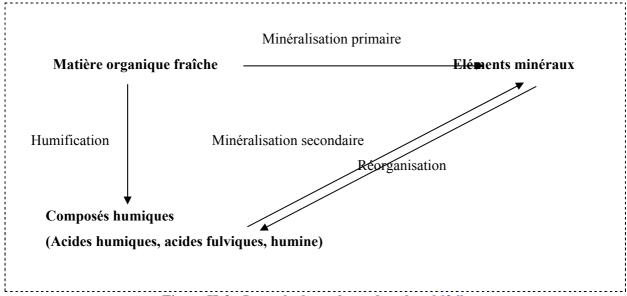


Figure II-3: Le cycle du carbone dans le sol [36].



II-3-3-Propriétés biologiques ou microbiologie du sol :

La population microbienne du sol, connue sous le nom de "microflore tellurique", se compose de six groupes principaux de microorganismes [1] : bactéries, actinomycètes,

champignons, algues, protozoaires et virus. Ces microorganismes telluriques sont en grande majorité des hétérotrophes.

Tableau III-1: Exemple de populations d'organismes dans un sol agricole fertile [1].

Organismes	Nombre par gramme de sol	
Bactérie		
Numération directe Numération sur plaque après dilution	2500.000.000 15.000.000	
Actinomycètes	700.000	
Champignons	400.000	
Algues	50.000	
Protozoaires	30.000	

Beaucoup de microorganismes (voir tableau III-2 et III-3) sont dotés de lipases et peuvent donc être utilisés pour dégrader les huiles et les graisses qui sont rejetés dans la nature.

III-3-3-1- Les bactéries :

Les bactéries du sol sont en général des hétérotrophes, c'est-à-dire des organismes tirant leur énergie de la dégradation de la matière organique du sol.

III-3-3-2- Les actinomycètes :

Les actinomycètes sont des microorganismes unicellulaires et filamenteux que se situent entre les bactéries et les bactéries et les champignons dont ils sont voisins.

Les plus fréquents dans le sol sont [1] : *Streptomyces* et *Nocardia*, qu'ils peuvent dégrader les substances organiques difficilement décomposables.



III-3-3-3- Les champignons :

Les champignons, organismes hétérotrophes eucaryotes, comprennent les levures et les moisissures [1,30]:

- **★** Les levures sont des champignons unicellulaires ;
- ★ Les moisissures croissent à partir d'une graine qui pousse, s'étirent en longs filaments, les hyphes, dont la masse finale est connue sous le nom de mycélium.

III-3-3-4- Les algues :

Elles constituent le principal groupe microbien photosynthétique. Elles peuvent être uni-ou pluricellelaires, micro- ou macroscopiques [30].

Les algues ne sont jamais aussi nombreuses dans le sol que les bactéries, les actinomycètes ou les champignons.

Une fois incorporée au sol, la matière organique est finalement oxydée par les microorganismes telluriques jusqu'au stade gaz carbonique et eau avec libération d'éléments minéraux [37].

Un antagonisme sévère existe entre bactéries et champignons [38] : les seconds émettent généralement dans le milieu des substances antibiotiques ou bactériostatiques inhibant le développement des premiers.



Tableau III-2 : Bactéries dotés de lipases [39]:

Forme	Туре	Genre
Batonnets	Bacillus	Cereus
		Magaterium
	Clostridium	Perfringens
		Welchil
	Aeromonas	Hydrophila
	Proteus	Mirabilis
	Pseudomonas	Acidovorans
		Aeruginosa
		Cepacia
		marcescents
Cocci	Staphylococcus	Sp.
		Aureus
		Parvus
Actynomycétes	Brevibacterium	Lipopyticum
	Corynebacterium	Sp.
	Mycobacterium	Fortuitum
		Phlei
	Nocardia	Corallina
		restrica

Tableau III-3 : Champignons dotés de lipase [39]:

Classe	Туре	Genre
Omycetes	Phytopho	Cactorum
Zygomycétes	Mucor	Flavus
		Meihei
		Heimalis
		Arcinelloides
	Rhizophus	Delemar
	_	Microsporus
		Oligosporus
Hyphomycétes	Aspergillus	Macrosporus
	1 5	Microsporus
		Niger
	Cladosporium	Sp.
	Penicillium	Candidum
		Funiculosum
Hemiascomycetes	Brettanomyces	Lambicus
	Candida	Lipolytica
		Rugosa



En plus des microorganismes cités dans les tableaux ci-dessus, il y a des bactéries thermophiles (vivants à des hautes températures) capables de produire des lipases comme le montrent le tableau III-4 :

Tableau III-4: Bactéries thermophiles productrices du lipase [49].

Bacteries	source	Température (°C)	Enzyme
Bacillus sp	S. T	55	Lipase
Thermus	S. T	65-72	Lipase

S. T : source thermale terrestre.

III-4- Pollution du sol:

Le dictionnaire Larousse [40] définit la pollution comme étant la dégradation nocive de l'environnement (=le milieu naturel dans lequel nous vivons), par la société technologique, qui rejette des produits de l'industrie et des sociétés urbaines qui les ont crées.

Un sol est donc pollué lorsqu'il contient des éléments ou des facteurs nuisibles au sol lui même ou il contient une substance agissant d'une façon néfaste sur les plantes et les microorganismes [34].

Beaucoup de substances chimiques sont considérés comme agent polluants tels que :

Les matériaux à un carbone (C1) qui incluent le monoxyde de carbone, les cyanures et les méthanes halogénés. De nombreuses espèces microbiennes présentes dans le sol utilisent ces composés.

Les hydrocarbures aliphatiques provenant des pétroles bruts et du mazout sont les principaux polluants environnementaux des sols [41, 42, 43].

Des composés à chaîne courte, saturés, non branchés sont plus volontiers dégradés : des

méthylations, autant qu'il y a de longues chaînes et de branchements aboutissent à de faibles

taux d'échecs.

Les halogénés constituent le plus grand groupe des polluants environnementaux du sol. Ils

ont été préparés essentiellement à partir de solvants et de pesticides. Ils comprennent le

pentachlorophénol, un protecteur du bois et les diphényles polychlorures. Les pesticides se

retrouvent sous forme de dibromure d'éthylène, l'heptachlore, l'alochlore et le lindane [44].

Les polluants contenant de l'azote comprennent les colorants azotés, les colorants et les

herbicides à l'aniline (propanil) et les explosifs (TNT). Alors que les surfactants et les

détergents contenant du soufre sont considérés généralement comme biodégradables.

Le groupe le plus complexe de composés qui sont trouvés comme polluants des sols sont les

polymères comme le nylon, les plastiques et le caoutchouc. Ces composés contribuent

beaucoup à la pollution actuelle.

Les microorganismes du sol ont longtemps été les agents de contrôle des ordures

ménagères de la terre [44]. L'utilisation des microorganismes pour l'enlèvement des polluants

est appelée" biorémèdiation " [45].

III-5- Décontamination du sol:

Les contaminations par des matières organiques des sols résultant d'accidents ou de

négligences ont des conséquences importantes sur l'environnement, contamination des nappes

phréatiques, émission de vapeurs toxiques.

Si la décision de décontamination est effectivement prise, quelle technique ou méthode de

dépollution faudra-t-il choisir ?

Selon P. Lecomte, on distingue cinq groupes de méthodes [46]:



* Les méthodes physiques par évacuation de la pollution, où le principe de la méthode consiste à extraire par voie physique la pollution du milieu où elle se trouve; elles s'adressent aussi bien aux milieux contaminés solides (sols) que liquides.

*Les méthodes physiques par piégeage de la pollution, où, à l'inverse du groupe qui précède, on immobilise physiquement la pollution sur place, soit en la confinant, soit en la stabilisant. L'objectif général commun à toutes méthodes par piégeage, consiste à bloquer une pollution à l'endroit où elle s'est répandue dans le milieu naturel; et à empêcher qu'elle ne s'étende davantage.

*Les méthodes chimiques ou électrochimiques qui feront appel à un principe réactionnel (action d'un solvant, d'un acide,...) pour enlever ou transformer la contamination. Cette technique consiste à provoquer la réaction (oxydation, réduction, déchloration,...) des polluants avec certains réactifs qui génèrent des composés moins toxiques.

*Les méthodes thermiques, où le principe sera de porter le matériel pollué à haute température pour le détruire, l'extraire ou au contraire l'immobiliser. Entre autres : les techniques d'incinération, la désorption thermique, la pyrolyse,...

*Les méthodes biologiques qui s'appuieront sur l'aptitude des microorganismes (bactéries, champignons, végétaux supérieurs) à effectuer une grande diversité de réactions biochimiques qui se traduisent par la production de biomasse, c'est-à-dire de corps cellulaires, et par la dégradation des polluants, et donc suppression de la cause de pollution [29].

Indépendamment de la technologie utilisée, on peut concevoir trois modes de fonctionnement des opérations de dépollution, qui seront appelés « principes d'application du traitement ».



III-6-1- Application du traitement hors du site :

Il s'agit dans ce cas d'enlever le matériel à dépolluer du milieu naturel (par excavation dans le sol), de le transferer hors du site jusqu'à un centre spécialisé dans la technique choisie où il sera traité, et éventuellement de le ramener sur le site pour le remettre en place (cette dernière étape ne concernant généralement que le sol) [46].

III-6-2- Application du traitement in situ :

Le traitement « in situ » offre la particularité de travailler directement dans le milieu pollué, sans procéder au préalable à l'enlèvement des parties contaminées.

Dans le cas de sol : si ce dernier ne peut être retourné mécaniquement ou si la contamination est profonde, alors il convient d'ajouter un accepteur d'électrons pour favoriser la biodégradation (l'air, l'eau oxygénée, les nitrates peuvent être utilisés) [26].

III-6-3- Application du traitement sur le situ :

Ce mode de fonctionnement représente un moyen terme entre les deux premiers présentés ci-dessus. Son principe consiste à enlever de milieu naturel à dépolluer (excavation

dans le sol) -comme pour le mode « hors site »-, mais à le traiter sur place, avec une installation de décontamination mobile [46].

III-7- Normalisation:

Parmi les normes fixes qui définissent pour chaque polluant une valeur seuil facilitant les prises de décisions et permettant de dire qu'un sol doit être dépollué ou non, ce sont celles établies par les hollandais et présentées dans le tableau III-5.



Tableau III-5 : Norme Hollandaises de qualité des sols [41].

Métaux lourds			
mg/kg de matière sècl	ne A seuil de référen	nce B seuil de risque	C seuil de danger
As	20	30	50
Cd	1	5	20
Со	20	50	300
Cr	100	250	800
Cu	50	100	500
Нд	0.5	2	10
Ni Ni	50	100	500
Pb	50	150	600
Zn	200	500	3000
	Composés a	aromatiques	
mg/kg de matière sècl			C seuil de danger
Bezène	0.01	0.5	5
Ethylbenzène	0.05	5	50
Toluène	0.05	3	30
Xylène	0.05	5	50
Phénol	0.02	1	10
Total composés aromatiques	0.1	7	70
aromanques			
	Hydrocarbures po	olycycliques (HAP)	
mg/kg de matière sèc	he A seuil de référe	ence B seuil de risque	C seuil de danger
Naphtalène	0.01	5	50
Anthracène	0.1	10	100
Phénanthrène	0.1	10	100
Fluoranthène	0.1	10	100
Pyrène	0.1	10	100
Benzo(a)pyrène	0.05	1	10
Total HAP	1	20	200
Autres composés			
Pesticides	0.1	2 5	20
Cyclohexane	0.1		60
Styrene	0.1	5	50
Huiles minérales	100	1000	5000
PCB(total)	0.05	1	10



Chapitre III



III-8- Conclusion:

Le sol donc avec ses caractéristiques physiques, chimiques et biologiques, va réagir sur la biodégradation et le taux de biodégradation des substances polluants.

Chapitre IV: Méthodologie expérimentale



IV-1-Introduction:

Les études concernant la biodégradation en sol naturel ou en compost sont bien décrites dans la littérature [4]. Nous avons donc choisi de mettre en place une méthodologie d'étude de la biodégradation de l'huile de tournesol époxydée pour cela nous avons opte pour le test respirométrique. Le test utilisé nous permet, d'une part, d'évaluer la biodégradation de l'HTE en la comparant avec celle de l'huile de tournesol (HT) et, d'autre part d'avoir une idée sur l'évolution du pH dans le sol.

Nous avons aussi, étudie l'influence de ces substrats sur la biomasse bactérienne par un dénombrement sur milieux solides.

Parallèlement au test respirométrique (en laboratoire), des tests d'enfouissement ont été menés avec des bandelettes de PVC de différentes formulations.

IV-2- Produits utilisés:

♦ Substances d'essai (substrats organiques) : Huile de tournesol (HT) ;

Huile de tournesol époxydée (HTE).

♦Le sol:

Dans les expérimentations sur le sol en laboratoire, on utilise généralement un sol « naturel » qui contient du sable, du limon et de l'argile, et de la matière organique. Ce sol est tamisé avant utilisation. Les particules doivent avoir une taille inférieure à 2 mm.

Le prélèvement du sol utilisé correspond à la couche superficielle du sol (20-25) cm, où les microorganismes sont les plus nombreux et les plus variés.

Dans notre cas, le sol a un rapport C/N=7,03419 (ne répond pas au critère de validité). Pour le ramener à C/N=15 (où 15/1 qui compris entre 10/1 et 40/1), on joue sur la teneur en carbone organique en ajoutant le glucose. Le sol utilise est de type agricole.

IV-3- Méthodes d'analyse :

Des analyses de caractérisation de l'échantillon étudié ont porté sur les paramètres suivants :



IV-3-1- Humidité à la capacité au champ [36]:

L'échantillon du sol a été humidifié pendant 24 heures par ascension capillaire puis placé sur un support soumis à une pression atmosphérique pour le drainage. Par la suite, l'humidité pondérale est mesurée après séchage à 105°C pendant 48 heurs.

IV-3-2- carbone organique total (C.O.T) d'un sol [36]:

Le carbone de la matière organique du sol est oxydé à chaud par un excès de bichromate en milieu sulfurique. L'excès de bichromate est dosé en retour par une solution de sel de Mohr.

IV-3-3- Azote total (méthode de Kjeldahl) [36]:

Le dosage de l'azote par la méthode de Kjeldahl permet de déterminer la teneur en composés non oxydés de l'azote : azote organique et azote ammoniacal. Après minéralisation de l'azote organique (réduction en ion NH⁴⁺), on déplace l'ammoniac par la soude concentrée. On l'entraîne alors par distillation pour le recueillir dans une solution d'acide borique. On mesure la quantité d'acide sulfurique nécessaire pour mener et maintenir la solution borique à son pH initial.

IV-3-4- Phosphore assimilable (méthode Olsen)[36]:

L'extraction d'acide phosphorique, dans cette méthode, est faite avec une solution 0,5N de bichromate de sodium ajusté à pH 8,5. Le dosage est basé sur la formation et la réduction d'un complexe de l'acide phosphorique et de l'acide molybdique.

Dans un milieu contenant le complexe phospho-molybdique et en présence d'acide ascorbique provoque, par la chaleur, le développement d'une coloration bleue dont l'intensité est proportionnelle à la concentration en orthophosphates

IV-3-5- pH du sol [36]:

La mesure du pH d'une suspension de sol dans l'eau (noté pH H_2O) rend compte de la concentration en ions H_3O^+ à l'état dissocié dans le liquide surnageant. Ces ions sont en équilibre avec ceux présents à l'état non dissocié, retenus sur le complexe argilohumique. Le pH est d'autant plus bas que le complexe adsorbant (ou argilohumique) est plus riche en ions H_3O^+ échangeables.



Le tableau IV-1 regroupe les caractéristiques du sol utilisé.

Tableau IV-1: Les caractéristiques de sol utilisé :

Profondeur (cm)	(20-25) cm	
pH eau	6,74	
Capacité de rétention en eau (%)	34,0542	
Carbone organique	2,6415	
Azote total (%)	0,1761	
Le rapport carbone/azote (C/N)	15	
Phosphore assimilable : P ₂ O ₅ (ppm)	35,7836	
Biomasse initiale N ₀	2200000 bactéries /g de sol	

IV-4-Test de respirométrie :

IV-4-1- Critères de validité :

Pour la biodégradation en sol, il existe des critères de validité tel que :

- Le dégagement de CO₂ par le sol blanc, c'est-à-dire du sol seul, qui doit être inférieur à 20% de la valeur moyenne de CO₂ dégagé par les autres échantillons [47].
- Le rapport C/N doit être compris entre 10/1 et 40/1 [47].
- La température : il est important de se trouver dans les conditions habituelles propices au développement des microorganismes présents dans le sol. Pour cela, on se place à température constante comprise entre 25 et 28C°. Dans notre cas la température est fixée à 28C°.
- Concentration de substrat dans le sol : la quantité de substance à tester doit être suffisante pour que le dégagement de CO₂ ne soit pas masqué par [47] celui du sol. En pratique, au dessus de 0,5 mg de l'échantillon par gramme du sol, ce qui donne un rapport produit/sol=0.5/1000.
- L'aération du milieu est nécessaire puisqu'on veut se trouver en milieu aérobie. Elle se fait grâce à un air dépourvu de CO₂ [47].



IV-4-2- Principe de la respirométrie :

Les sources de carbone apportées au sol sont soumises à la biodégradation. Quelles que soient ses voies ou ses intermédiaires métaboliques, la biodégradation a pour terme ultime la production de CO₂, c'est-à-dire la minéralisation de la matière organique.

Le dégagement du CO₂ lors de la minéralisation d'un substrat organique permet d'estimer l'activité métabolique globale de la micropopulation d'un sol. Sa mesure constitue le meilleur test de l'intensité des processus oxydatifs et par la même, de la vie dans le sol.

IV-4-3- Dispositif d'incubation :

Dans des erlenmeyers de 100 ml, on introduit :

50g de sol (de rapport C/N=15/1) préalablement tamisé à 2mm, enrichi ou non en substrat organique (1%). Ces erlenmeyers sont portés à 80% de l'humidité équivalente, et ajustée à l'aide d'une seringue à chaque fois qu'il y a des pertes d'eau. L'incubation est menée pendant 28 jours, à une température de 28°C.

L'étude repose sur trois traitements :

```
✓ Sol blanc (témoin);
✓ Sol + HT;
✓ Sol + HTE.
```

Le nombre de répétitions pour l'ensemble des traitements est fixé à trois.

IV-4-4- Dispositif de déplacement de CO₂ :

Le dispositif de déplacement de CO₂ employé est inspiré de celui conçu par GRUCKERT et al (1969) cité par ANDREUX (1978) [42].

Ce dispositif comprend:

- Une pompe à air, reliée à un premier erlenmeyer d'un litre contenant une solution de baryte (hydroxyde de baryum Ba(OH)₂), lequel erlenmeyer est relié à un second contenant de la soude (1N).
- La baryte et la soude servent à capter le CO₂ de l'air, cet air privé de CO₂ traverse ensuite un erlenmeyer contenant de l'eau qui assure l'humidification de l'atmosphère dans les



erlenmeyers d'incubation. Un erlenmeyer est placé entre celui assurant l'humidification et la rampe de distribution de l'air, afin d'éviter des remontées d'eau dans la rampe.

Chaque erlenmeyer d'incubation est relié à un erlenmeyer de 100ml contenant une solution de soude 0,5N (50ml) servant à capter le CO₂ dégagé par l'activité microbienne et déplacé par l'air.

IV-4-5- Méthode de dosage du CO₂ dégagé :

Le CO₂ dégagé lors de l'activité microbienne du sol et des substrats introduits est fixé par la soude (0,5 N). L'excès de soude est dosé volumétriquement par l'acide sulfurique (0,25N).

$$H_2SO_4 + 2 NaOH \longrightarrow Na_2SO_4 + 2 H_2O$$

La formule qui sert à calculer la masse de CO₂ dégagé est la suivante (voir annexe):

$$\mathbf{M}_{\mathrm{CO}_2} = \mathbf{11} \times \mathbf{V}_{\mathrm{H}_2\mathrm{SO}_4}$$

Où : M CO2 : masse de CO2 dégagé par l'activité microbienne en mg ;

 $V_{H_2SO_4}$: volume de H_2SO_4 pour doser l'excès de soude.

Dans cette étude, on a évalué aussi le taux de biodégradation de HTE en comparant toujours avec HT selon la formule suivante [29]:

% de biodégradation de substrat =
$$\frac{\text{CO}_{2 \text{ sol+substrat}} - \text{CO}_{2 \text{ sol}}}{\text{Th CO}_{2}} \times 100$$

Où CO_{2 sol+substrat} : est la quantité cumulé de CO₂ libérée par le mélange sol-substrat en mg par récipient ;

CO₂ sol : est la quantité moyenne de CO₂ libérée par le sol blanc en mg par récipient ;

Th CO_2 ; est la teneur théorique de CO_2 susceptible d'étre produit par le matériau d'essai (substrat) en mg par récipient (1366.5667 mg de CO_2 /.5 g d'huile).



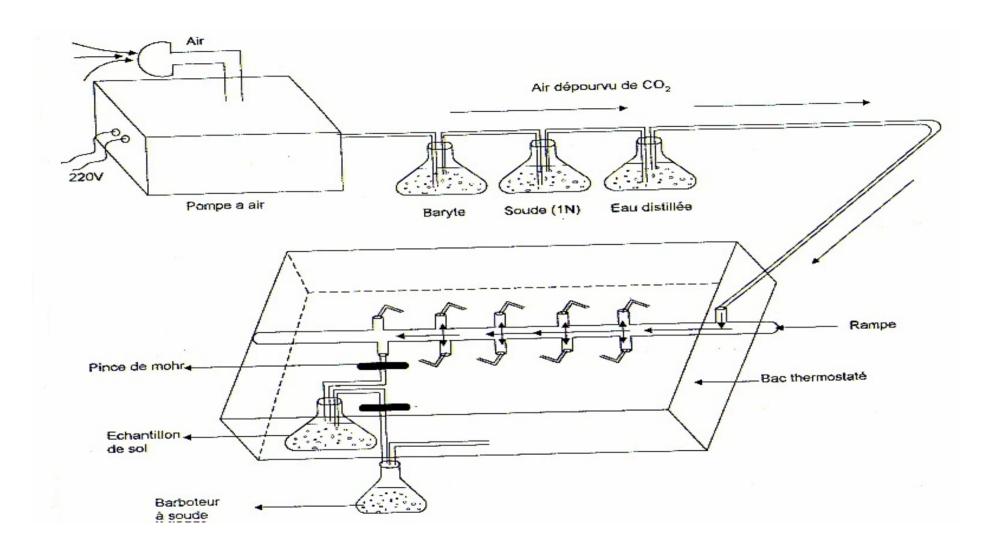


Figure IV-1- Schéma général présentant le dispositif de la respirométrie.



Généralement, les phénomènes de pollution se traduisent par des modifications des caractéristiques physicochimiques et/ou microbiologiques du milieu pollué.

Dans le présent travail, on a mesuré les variations du pH (à t = 0 et à t = 28 jours):

Le tableau IV-2 illustre les types de sols en fonction du pH.

Tableau IV-2: types de sols en fonction du pH [39].

PH<5,0	Très acide	
5,0 <ph<5,9< td=""><td colspan="2">Acide</td></ph<5,9<>	Acide	
6,0 <ph<6,5< td=""><td>Légèrement acide</td></ph<6,5<>	Légèrement acide	
6,6 <ph<7,3< td=""><td colspan="2">Neutre</td></ph<7,3<>	Neutre	
7,4 <ph<7,7< td=""><td colspan="2">Légèrement alcalin</td></ph<7,7<>	Légèrement alcalin	
PH>7,7	Alcalin	

IV-5- La biomasse microbienne :

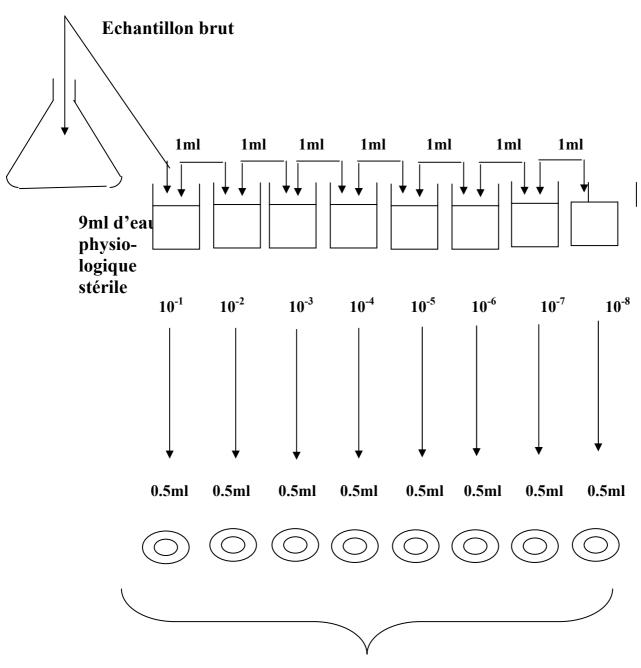
Nous venons de voir dans cette partie que le substrat organique (HT ou HTE) a un effet sur l'activité biologique du sol. Afin de compléter ces observations il nous a semblé utile d'examiner (voir figure IV-2) l'incidence de ce substrat sur l'évolution de la biomasse microbienne au bout de 28 jours.





Figure IV-3- Dispositif de déplacement de CO2.





Boites de pétries contiennent un milieu nutritif.

Incubation pendant 48 heurs (30°C).

↓ Dénombrement.

Figure IV-2: Schéma général présentant le protocole de dénombrement



IV-6-Test d'enfouissement :

Les tests d'enfouissement ont été menés sur 5 matériaux tests de formulations différentes (tableau ci-dessous). Les films sont découpés aux dimensions de 20 mm × 25 mm. Chaque film est placé dans un filet. Les films sont placés dans des récipients contenant 1,5 Kg de terre prélevée à l'INA, deux prélèvements sont fait après une durée de 73 jours (**F**5.50 et **F**5.10), et de 67 jours (**F**HT vierge, **F**0.30 et **F**5.30).

Tableau IV-2-Les formulations des films utilisés dans le test d'enfouissement :

	Formulation	Teneur (% en poids)
FHT vierge	PVC	100
T III vierge	Stéarate de calcium	1
	Stéarate de zinc	1
	Acide stéarique	1
	Huile de tournesol vierge	5
	Di-octyl-phtalate (DOP)	30
F _{0.30}	PVC	100
1'0.30	Stéarate de calcium	1
	Stéarate de zinc	1
	Acide stéarique	1
	Huile de tournesol époxydée	0
	Di-octyl-phtalate (DOP)	30
F _{5.30}	PVC	100
F 5.30	Stéarate de calcium	1
	Stéarate de zinc	1
	Acide stéarique	1
	Huile de tournesol époxydée	5
	Di-octyl-phtalate (DOP)	30
F5.50	PVC	100
	Stéarate de calcium	1
	Stéarate de zinc	1
	Acide stéarique	1
	Huile de tournesol époxydée	5
	Di-octyl-phtalate (DOP)	50
F _{5.10}	PVC	100
1, 2.10	Stéarate de calcium	1
	Stéarate de zinc	1
	Acide stéarique	1
	Huile de tournesol époxydée	5
	Di-octyl-phtalate (DOP)	10

 $\mathbf{F}_{\mathbf{x},\mathbf{y}}$ avec \mathbf{x} : le pourcentage de HTE, \mathbf{y} : le pourcentage de DOP.



Les formulations ont été réalisées en présence d'un même système stabilisant thermique à base de stéarates de Zn et de Ca et d'HTE, d'acide stéarique comme lubrifiant et de dioctylphtalate comme plastifiant.

Des taux variables de plastifiant (10, 30, et 50% en poids) ont été considérés. Les formules chimiques des additifs utilisés sont regroupées dans le tableau IV-3.

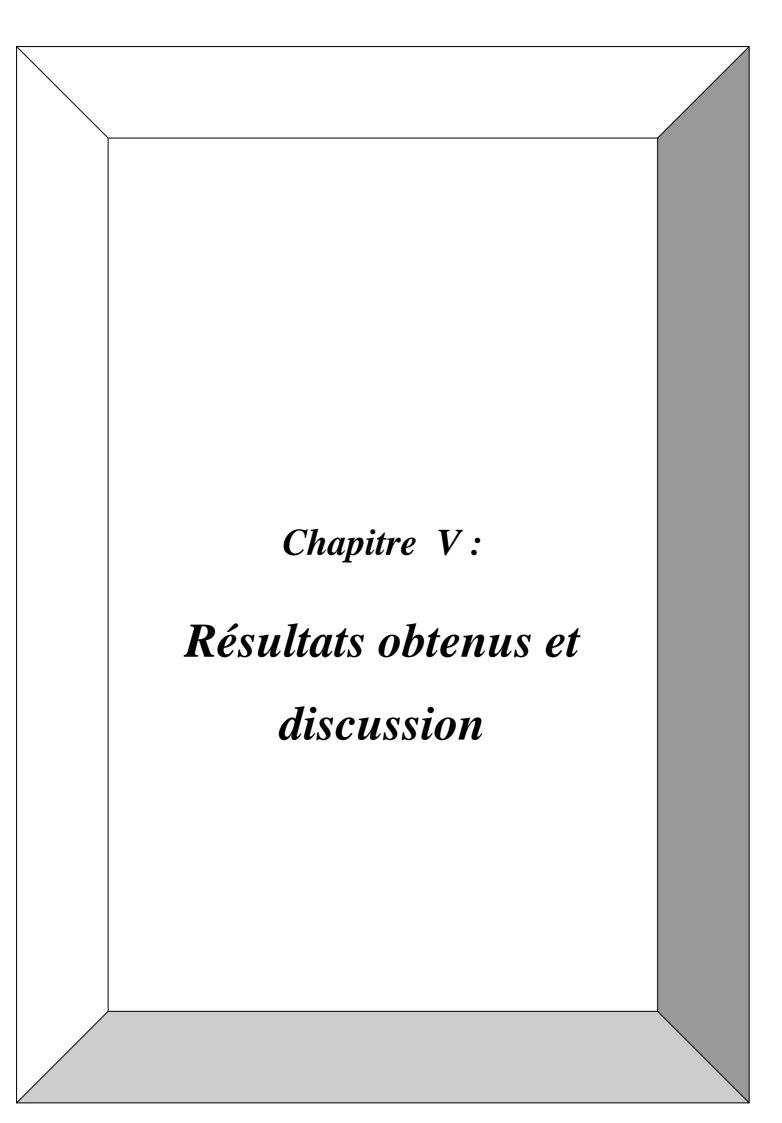
Produit Formule chimique Fournisseur Stéarate de Zn $Zn (OCOC_{17}H_{35})_2$ Aldrich (France) Stéarate de Ca $Ca (OCOC_{17}H_{35})_2$ Prolabo (France) Acide stéarique CH_3 — $(CH_2)_{16}$ —COOHHenkel (Allemagne) Dioctyl phtalate $COO-(CH_2)_7-CH_3$ Société générale des $COO-(CH_2)_7-CH_3$ Plastifiants (Tunisie)

Tableau IV-3- Formules chimiques des produits utilisés.

La biodégradation est évaluée par la perte de masse. Les échantillons sont débarrassés de toutes les souillures par lavage à l'eau, séchés dans l'étuve à 80°C pendant 8 heures, puis pesés. Le pourcentage de perte de poids est déterminé par la formule suivante :

% de perte de poids =
$$\frac{\text{Mi - M}}{\text{Mi}} \times 100 \text{ [4]}$$

Mi et M représentent la masse initiale et la masse au moment du prélèvement de l'échantillon.





V-1- Résultats du test de respirométrie :

V-1-1- Production quotidienne de CO₂:

Les courbes de production journalière de CO₂ obtenues après 28 jours d'incubation sont représentées dans la figure V-1.

Les Courbes de production quotidienne de CO₂ montrent que dans les sols ayant reçu les huiles (HT et HTE) l'activité respirométrique se déroule selon trois phases :

- Une première phase dans laquelle on observe un dégagement de CO₂ et qui correspond à la dégradation des substances les plus labiles ;
- A partir de dixième (10) jour, s'entame la phase de décroissance de l'activité biologique, du fait de la diminution des composés facilement métabolisables, suivie au vingtième (20) jour par une petite reprise qui s'étale jusqu'au vingt quatrième (24) jour et qui correspond à la dégradation des produits néoformés [48];
- Une troisième et dernière phase à partir du vingt quatrième (24) jour pendant laquelle la minéralisation continue mais lentement et se caractérise par un faible dégagement de CO₂ lié à la biodégradation des substances les plus résistantes [49].

L'examen de ces courbes montre que la production atteint un maximum au dixième jour pour les sols enrichis en HT ou HTE, puis elle décroît rapidement. D'après la figure V-1, on peut comparer la biodégradation des sols enrichis avec celle du sol non enrichi, et on peut noter que les microorganismes commencent à dégrader les substrats à partir de neuvième (9) jour et finissent au vingt quatrième (24) jour. Ainsi, la dégradation de l'HTE est supérieure à celle de l'HT.

V-1-2- Production cumulée deCO₂:

Le dégagement cumulé de carbone, sous forme de CO2, par unité d'incubation en fonction du temps, est représenté dans la figure V-2.

Ces résultats montrent que le dégagement de CO₂ cumulé est beaucoup plus élevé dans les cas du sol enrichi en HT et en HTE que dans le cas du sol témoin.

Chapitre V:



L'incorporation dans le sol de substrat organique (HT ou HTE) ne réduit pas la respiration. L'activité biologique n'est donc pas inhibée en présence de ces substrats.

V-1-3- pH:

	Sol	Sol + HT	Sol + HTE
	(avant incubation)	(après incubation)	(après incubation)
рН	7,74	6,76	6,39

V-1-4- Le taux de biodégradation :

La quantité de carbone organique engagée dans le sol dans le processus de biodégradation varie en fonction du temps et de la matière organique contenue dans le sol (constante dans notre cas).

Le taux de biodégradation correspond au rapport suivant :

Les courbes de la figure V-3 présentent trois phases de croissance bactérienne [29];

- La phase de latence qui s'étale jusqu'au huitième (8) jour. C'est la phase d'adaptation des microorganismes.
- La phase de dégradation : entre le huitième (8) jour et le dixième (10) jour pour la biodégradation de HT, par contre elle continue jusqu'au onzième (11) jour pour l'HTE.
- La phase stationnaire où le dégagement de CO₂ devient pratiquement stable et la population bactérienne ne dégrade pas les substrats



Les résultats de taux de biodégradation montrent qu'après 28 jours d'incubation, le taux de biodégradation du carbone organique de l'HTE est plus élevé que celui de l'HT. En effet, la minéralisation de l'HT est de l'ordre de 6,15%, alors que celle de l'HTE est de 10,77%.

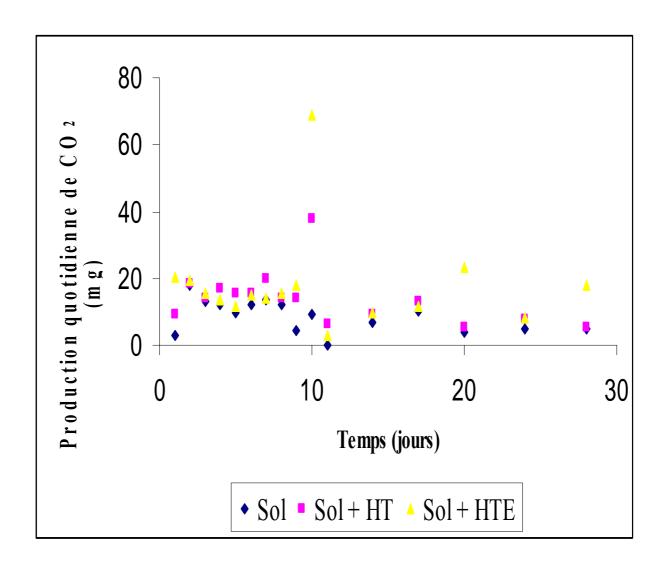


Figure V-1: La production quotidienne de CO₂



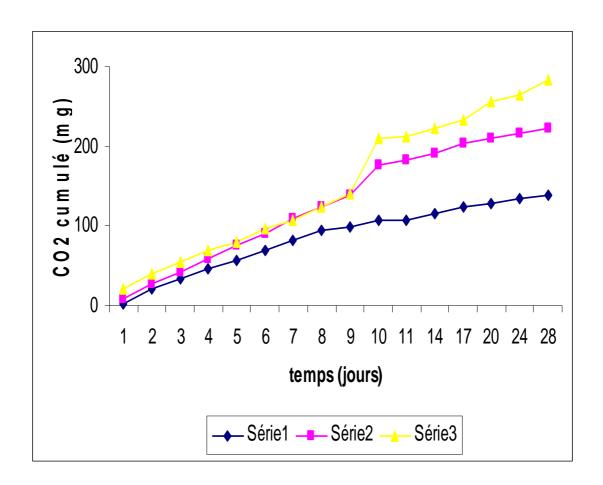


Figure V-2-Courbes représentant le CO2 cumulé.



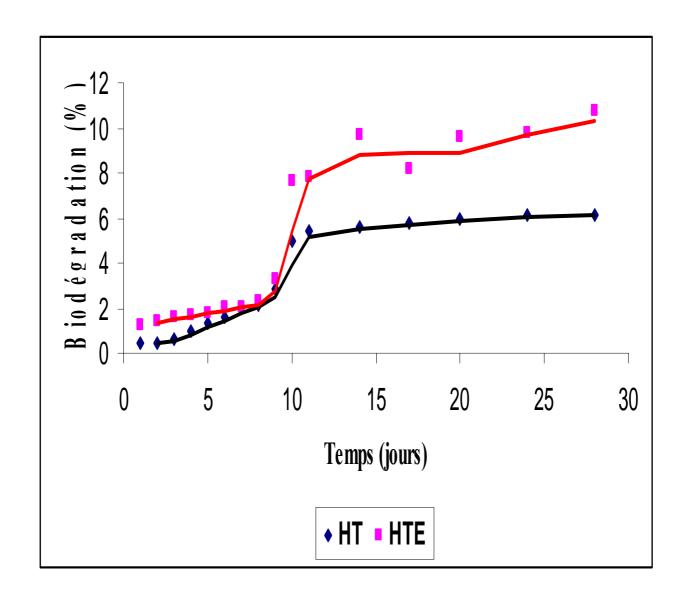


Figure V-3 : Variation du pourcentage de biodégradation en fonction du temps.



V-2- Résultats de la biomasse microbienne:

Les résultats relatifs au dénombrement de la microflore totale du sol sont représentés dans la figure V-4.

\odot Sol + HT:

L'examen des résultats du dénombrement indique que le nombre de germes dans le traitement du sol seul est de 405 .10⁴ germes/g de sol, alors que pour le sol enrichi en HT il est de 56 .10⁴ germes/gde sol. De ceci, on déduit que le nombre de bactéries est de 7,23 fois supérieur dans le sol seul que dans le sol enrichi en HT.

♦ Sol + HTE:

La population bactérienne dans le sol enrichi en HTE est de **59** .10⁴ germes/g de sol. Ceci nous permet de constater que l'adjonction de l'HTE a entraîné une diminution de la densité des populations de **6.8644** fois supérieur dans le sol seul que dans le sol enrichi en HTE.

L'apport des ces substances organiques a provoqué une diminution de la population microbienne et sur pH du sol. Ces résultats peuvent s'expliquer soit :

- ♦ Par le dégagement des acides gras ce qui résulte en une diminution du pH, et les microorganismes du sol utilisé se développent dans un milieu basique ;
- ♦ La dégradation de HT et HTE se fait par les champignons du sol ;
- ♦ La biodégradation atteint la phase endogène après 28 jours d'incubation.



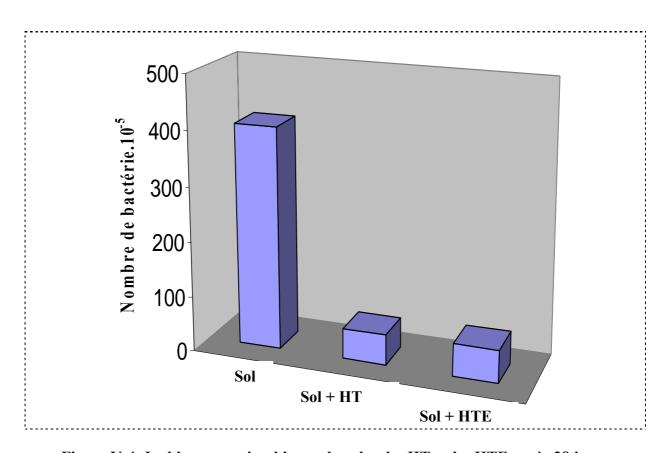


Figure V-4- La biomasse microbienne du sol, sol + HT, sol + HTE après 28 jours d'incubation.

 $\mathbf{F}_{5.10}$



V-3- Résultats du test d'enfouissement :

Les résultats de ce test montrent que les pastilles sont légèrement biodégradés (tableau V-1).

Les pastilles Le taux de Le taux de Le taux de Le taux de biodégradation biodégradation biodégradation biodégradation après 21 jours après 67 jours après 73 jours après 27 jours (%). (%). (%). (%). 0,4515 0,8373 FHT vierge 0,8206 1,3803 F_{0.30} 0,1521 0,2906 $\mathbf{F}_{5.30}$ 0,3620 0,6268 $\mathbf{F}_{5.50}$

Tableau V-1: Taux de biodégradation des pastilles de PVC.

D'après le tableau V-1 on peut remarquer que :

➤ Pour une même teneur en plastifiant (30%), le taux de biodégradation de **F**0.30 qui ne contient pas d'HTE est plus élevé que celui de **F**5.30 qui en contient;

0,1293

- ➤ Le taux de biodégradation de FHT vierge est plus important que celui de F5.30, sachant que le premier contient aussi 30% de DOP;
- ➤ Pour une meme teneur en HTE (5%), le taux de biodégradation de **F**5.50 est supérieur à celui de **F**5.30 qui est lui-même supérieur à celui de **F**5.10.
- Ainsi, la biodégradation augmente avec la teneur en plastifiant.

Ainsi, on peut dire que l'HT se dégrade mieux que l'HTE, que cette dernière inhibe la biodégradation et enfin, qu'il y a une relation proportionnelle entre le pourcentage de plastifiant (DOP) et le taux de biodégradation.

0.1993

Conclusion générale

Conclusion générale

Notre étude avait pour objectif principal d'évaluer la biodégradabilité de l'huile de

tournesol époxydée dans le sol.

Les résultats obtenus ont révélé que la biodégradation de l'huile de tournesol

époxydée atteint un taux de 10,77% au bout de 28 jours.

L'apport de cette substance au sol induit une diminution de la population microbienne et une

diminution du pH. En comparaison, le taux de biodégradation de l'huile de tournesol est de

6,15% au bout de la même période.

La deuxième partie de ce travail a montré que l'addition de l'HTE au PVC

provoque une inhibition de la biodégradation de ce dernier. Et que le plastifiant la

favorise.

Cette étude au laboratoire a montré qu'il existait naturellement dans le sol une

microflore active ayant les capacités métaboliques nécessaires pour dégrader l'huile de

tournesol époxydée.

Du point de vue de l'environnement, les résultats obtenus sont satisfaisants car, d'une

part, en cas de rejet accidentel de l'HTE dans l'environnement, cette dernière est

biodégradable, et, d'autre part, il a été trouvé une inhibition de la biodégradation dans le cas

du PVC stabilisé à l'HTE, une récupération des déchets en vue de leur recyclage est tout à fait

envisageable.

Toutefois, ce travail pourra être approfondi par des études portant sur l'évaluation de la

biodégradabilité du PVC stabilisé à l'huile de tournesol époxydée dans des conditions

contrôlées de compostage pendant une durée d'essai plus longue, en se référant à la norme

ISO 14855:1999.

<u>Mémoire de PFE</u>: Etude de la biodégradabilité de l'huile de tournesol époxydée. ENP. 2004. Alger.

61

Références bibliographiques





Références bibliographiques :

- [1]: A.J.Drapeau, S.Jankovic, « Manuel de microbiologie de l'environnement », édition Organisation mondiale de la santé, Genéve (1997).
- [2]: A.Danien, « Guide de traitement des déchets », édition Dunod, Paris (2002).
- [3]: G.Andé, V.Dartiailh, F.Maksud, S.Pak-Blanés, J.Fournier, « Ecolochimie: chimie appliquée à l'environnement », édition Association Culture et Techniques. Nantes (1994).
- [4]: S.Grima, « Biodégradation de matériaux polymères à usage agricole: Etude et mise au point d'une nouvelle méthode de test; analyse des produits de dégradation et impact environnemental », thése de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse (2002).
- [5]: M. T. Benaniba. « Epoxydation de l'huile de tournesol et application », Thèse de doctorat d'état, Université de Sétif (2003).
- [6]: M.T.Benaniba, N.Belhaneche-Bensemra, G.Gelbard, « Stabilizing effect of epoxydized sunflower oil on the thermal degradation of poly (vinyl chloride) », Polym Degrad and stab, $N^{\circ}74$, pp 501-505 (2001).
- [7]: M.T.Benaniba, N.Belhaneche-Bensemra, G.Gelbard, « Stabilization of PVC by epoxidized sunflower oil in on the presence of zinc and calcium stearates», Polym Degrad and stab, N°82, pp 245-249 (2003).
- [8]: D. Atek, « Etude d'interaction contenent-contenu dans le cas du polychlorure de vinyle stabilisé par l'huile de tournesol 'poxydée », mémoire de magister, Ecole Nationale Polytechnique (2002).
- [9]: M.O.Boussoum, « Etude d'interaction contenent-contenu dans le cas du polychlorure de vinyle stabilisé par l'huile de tournesol époxydée », thèse d'ingénieur, Ecole Nationale Polytechnique (2003).
- [10]: N. Gallouze, « Etude de vieillissement du PVC stabilisé à l'huile de tournesol époxydée sous l'action de la pollution atmosphérique », mémoire de magister, Ecole Nationale Polytechnique (2004).
- [11]: M.T.Benaniba, N.Belhaneche-Bensemra, "Application de l'huile de tournesol époxydée à la stabilisation du polychlorure de vinyle », A. J. O. T. International Publication, V. 15, N°1, pp 79-84 (2002).
- [12]: http://irc.nrc-cnrc.gc.ca/cbd/cbd151F.html



Les références bibliographiques



- [14] : S.Girois, « Stabilisation de PVC», techniques de l'ingénieur, AM 3233, pp 1-9, Paris (2003).
- [15]: http://www.hudroplymers.com/fr/products/pvc/8 pvc/pvc compounds/compounds major additives.html
- [16]: : A.Karleskind, « Manuel des corps gras », Tome2, édition Lavoisier, TEC & DOC, Paris (1992).
- [17]:: A.Karleskind, « Manuel des corps gras », Tome1, édition Lavoisier, TEC & DOC, Paris (1992).
- [18]: F.Roger, « Les industries des corps gras : Biochimie, Extraction, Raffinage, Nuisance et Réglementation », édition Lavoisier, TEC & DOC, Genéve, (1974).
- [19]: P.Verrier, « Plastifiants », techniques de l'ingénieur, A 3231, pp 1-12, Paris (1992).
- [20]: J. P. Trotignon, J. Verdu, « Précis de matiéres plastiques », édition Fernand Nathan, Paris (1984).
- [21]: G. Chrétien, « Initiation aux plastiques et aux composites », TEC & DOC, Paris (1991).
- [22]: D.Champiat, J.P.Larpent, « Biologie des eaux : Méthodes et techniques », édition Masson, Paris, (1988).
- [23]: S.Boutria, « Etude de la biodégradabilité d'un tensio-actif anionique commercial alkylbenzene sulfonates de sodium lineaires (LAS) », thése de majistér, Ecole Nationale Polytechnique (1997).
- [24]: R.Gourdan, « Traitment biologique des déchets », techniques de l'ingénieur, G2060, pp 1-13, Paris (2001).
- [25] : : P.Simon, R.Meunier, « Microbiologie industrielle et génie biochimique », édition Masson et C^{ie}, Paris (1970).
- [26]:: R.Scriban, « Biotechnologie », édition Lavoisier, TEC & DOC, Paris (1999).
- [27]: G. Kouber, K. E. Jaeger, « Specific and Sensitive plate Assay for Bacterial Lipases », Lyon, Octobre (1985).
- [28]: D.Pasirac, « La biotechnologie des cellules domestiquées », édition Collection "Synthése", Lyon, Octobre (1985).



Les références bibliographiques



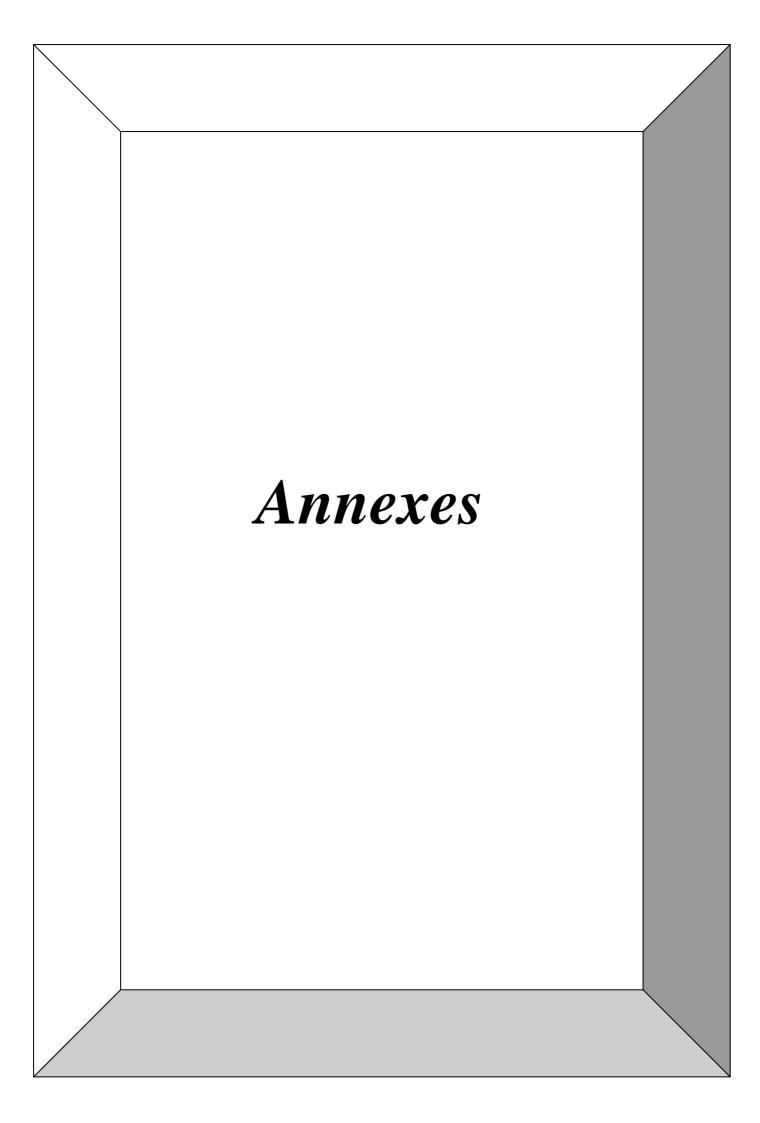
- [29] : Norme internationale ISO 14855-1999, «Evaluation de la biodégradabilité aérobie ultime et de la desintégration des matériaux plastiques dans des conditions controlées de compostage : Méthode par analyse du dioxyde de carbone libéré».
- [30]: M.Bonneau, B.Soudier, « Pédologie », édition Masson, Paris (1979).
- [31]: Norme internationale ISO 11266-1994, « Qualité du sol : Lignes directrices relatives aux essais en laboratoire pour la biodégradation de produits chimiques dans le sol sous conditions aérobies ».
- [32] :B. O. C. K. Olsa, L. H. Ole, R. Ian, « Agriculture et fertilisation », édition HUDRO, Avril (1990).
- [33] : F.Ramade, « Elements d'écologie : écologie fondamentale », édition MC.Graw HILL, Paris (1984).
- [34] : M. Nakib, « Cours de déchets solides de 5 ^{éme} année », Département de génie de l'environnement, Ecole Nationale Polytechnique.
- [35]: M.Pansu, J.Gautheyrou, J.Y.Loyer, « L'analyse du sol : échantillonage, instrmentation en contrôle », édition Masson, Paris (1998).
- [36]: Zerrok. F, « Biodegradation des hydrocarbures dans un sol agricol : Effet sur la biomasse microbienne », mémoire de magister, Institut National agronomique (2002).
- [37]: Y.Dommergues, F.Mangenot, « Ecologie microbienne du sol », édition Masson, Paris (1970)
- [38]: S.Frontier, D.Pichodviale, « Ecosystémes: structure, fonctionnement, evolution », édition Dunond, Paris (1998).
- [39]: http://perso.club-internet.fr/fderad/lipides.htm
- [40]: Dictionnaire « Larousse », Paris (1977).
- [41]: W.Belhabib, « La biodégradation biologique d'un sol contaminé par les ydrocarbures », mémoire d'ingénieur, Ecole Nationale Polytechnique (2000).
- [42]: A.Laribi, « Etude de la composition des déchets d'hydrocarbures en vue de leur utilisation en agriculture », mémoire d'ingénieur, Institut National Agronomie (1998).
- [43]: T.Abbassene, « Un essai de bioréstauration d'un sol contaminé par les hydrocarbures dans un biophile », mémoire d'ingénieur, Ecole Nationale Polytechnique (2001).



Les références bibliographiques



- [44]: A.Mackenzie, A.S.Ball, S.R.Virdee, « L'ensemble en : Ecologie », édition BERTI, Paris, juillet (2000).
- [45]: H.Mecheraoui, N.Lardjane, « Etude de la biorémediation d'un sol pollué », mémoire d'ingénieur, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene (2001).
- [46]: P.Lecomte, « Les sites pollués: traitement des sols et des eaux souterraines », édition Lavoisier, TEC & DOC, Paris (1998).
- [47]: Norme internationale ISO 1999b, « Determination of the ultimate aerobic biodegradability in soil by measuring the oxygen demand in a respirométer of amount of carbon dioxid released ».
- [48]: Y. Dommergues, "Dégagement tellurique du CO2: Mesure et signification", Ann.Institut Pasteur, 115, pp 627-656 (1968).
- [49]: D. Jenkinson, « The effect of biocidal treatment on metabolism in soil method for measuring soil biomass », Soil. Biochem, V. 8, N°2, pp 197-181.



A-1- Traitement sol (témoin) :

Temps	CO ₂ quotidien	CO ₂ cumulé	Taux de
(jours)	(mg)	(mg)	biodégradation
			(%)
1	2,9590	2,959	
2	18,0235	20,9825	
3	12,9206	33,9031	
4	12,2485	46,1516	
5	9,8648	56,0164	
6	12,2485	68,2649	
7	13,75	82,0149	
8	12,3453	94,3602	
9	4,4	98,7602	
10	9,075	107,835	
11	0,0605	107,896	
14	6,8442	114,743	
17	10,0837	124,824	
20	3,7587	128,582	
24	4,7058	133,288	
28	4,95	138,238	

A-2- Traitement sol enrichi en HT:

Temps	CO ₂ quotidien	CO ₂ cumulé	Taux de
(jours)	(mg)	(mg)	biodégradation
			(%)
1	9,0090	9,009	0,4427
2	18,6450	27,6540	0,4882
3	14,2656	41,9196	0,5866
4	17,1985	59,1181	0,9488
5	15,3648	74,4829	1,3513
6	15,3648	89,8477	1,5793
7	19,6779	109,5256	2,0131
8	14,2395	123,7651	2,1517
9	13,9183	137,6834	2,8482
10	37,8824	175,5718	4,9567
11	6,1721	181,7439	5,4039
14	9,1674	190,9113	5,5737
17	13,3221	204,2334	5,8109
20	5,2250	209,4584	5,9182
24	7,5779	217,0363	6,1284
28	5,3163	222,3526	6,1552

A-3- traitement sol enrichi en HTE:

Temps	CO ₂ quotidien	CO ₂ cumulé	Taux de
(jours)	(mg)	(mg)	biodégradation
			(%)
1	20,2543	20,2543	1,2656
2	1 9,5811	39,8354	1,3796
3	15,4704	55,3058	1,5662
4	13,6543	68,9601	1,6690
5	11,7898	80,7499	1,8099
6	14,9985	95,7484	2,0111
7	14,3000	110,0484	2,0514
8	15,5837	125,6321	2,2884
9	18,0125	143,6446	3,2845
10	68,6895	212,3341	7,6468
11	2,8015	215,1356	7,8474
14	9,6250	224,7606	9,5142
17	11,4884	236,2490	8,1536
20	23,0703	259,3193	9,5668
24	8,0674	267,3867	9,8128
28	18,0884	285,4751	10,7742

A-4- Les résultats de l'humidité :

Temps	H₂O	H ₂ O	H₂O
(jours)	consommée	consommée	consommée
	dans le	dans le	dans le
	traitement	traitement	traitement
	sol (témoin)	sol enrichi	sol enrichi
	(g)	en HT	en HTE
		(g)	(g)
1	2,8445	2,379	1,7315
2	0,239	0,0735	0,2307
3	0,037	0,0173	0,0235
4	0,029	0,015	0,025
5	0,09	0,064	0,0613
6	0,189	0,0775	0,096
7	0,1005	0,0775	0,0917
8	0,052	0,055	0,085
9	0,0705	0,06	0,0707
10	0,055	0,0503	0,0795
11	0,06833333	0,06	0,0673
14	0,01	0,083	0,0343
17	0,0525	0,0885	0,0523
20	0,0165	0,04	0,043
24	0,003	0,067	0,0383
28	0,0335	0,0523	0,044

A-5- Raisonnement:

* Capture de CO₂:

* Dosage de l'eccée de NaOH:

$$2NaOH + H_2SO_4$$
 ______ $Na_2SO_4 + 2H_2O$(II)

Et on a:

1 mole de H_2SO_4 \longrightarrow 2N

X mole de $H_2SO_4 \longrightarrow 0.25N$

$$X = 0.125$$
 mole de H_2SO_4

D'aprés les reactions (I) et (II):

1 mole de
$$H_2SO_4(0.25 \text{ N})$$
 \longrightarrow 2 moles de $NaOH$ \longrightarrow 2 moles de CO_2

Ou: 1 mole de H_2SO_4 (0.25 N) \longrightarrow 2 moles de CO_2

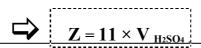
$$0.125$$
 mole de H_2SO_4 (0.25 N) \longrightarrow Y mole de CO_2

$$Y = 0.25$$
 mole de CO2 dosé.

Masse de CO_2 (g) dosé = 0.25 mole × poids moléculaire de CO_2

Alors;

La masse de CO_2 (g) dosé = $0.25 \times 44 = 11$ g de CO_2 dosé.



<u>Mémoire de PFE</u>: Etude de la biodégradabilité de l'huile de tournesol époxydée. ENP. 2004. Alger.

B-1- Les analyses du sol:

B-1-1- Détermination du pH (mode opératoire) :

Peser 20 gr de terre finement broyée, préalablement séchée. Placer cette terre dans un bécher et ajouter 50 ml d'eau distillée. Agiter durant 10 minutes puis laisser reposer 15 minutes. Et prendre le pH de la suspension.

B-1-2- Détermination du COT (mode opératoire) :

On pèse précisément 1g de terre sèche, que l'on place dans le ballon. Avec 15ml d'acide sulfurique concentré et 10 ml de solution de bichromate de potassium. On chauffe ensuite le ballon à reflux de façon à obtenir une douce ébullition durant 5 minutes à compter de la première goutte de condensation. On laisse refroidir puis on transvase le contenu du ballon dans une fiole jaugé de 200 ml.

Prélever ensuite 20 ml de cette suspension et les verser dans un erlenmeyer de 250 ml. Ajouter ensuite dans l'erlenmeyer :

≥200ml d'eau distillée

➤ Une pincée de fluorure de sodium, qui a pour fonction de former avec les ions Fe^{3+} un complexe FeF_6^{3-} assez stable pour soustraire ces ions à d'autres complexant. Sous forme de $(Fe(CN)_6)^{3-}$ ils oxyderaient la diphénylamine en donnant une coloration bleue persistant après la réduction du bichromate.

≥3 à 4 gouttes de solution de diphénilamine.

Titrer ensuite le bichromate en excès par la solution de sel de MOHR; au cours du titrage, la solution passe par les couleurs suivantes: brune, noirâtre, violette, bleue puis verte au moment du virage.

Les réactions qui se déroulent sont les suivantes :

Soit la réaction d'oxydation :

$$2 \operatorname{Cr}_2 \operatorname{O}_7^{2-} + 3 (\operatorname{Corg}) + 16 \operatorname{H}^+ \longrightarrow 3 \operatorname{CO}_2 + 4 \operatorname{Cr}^{3+} + 8 \operatorname{H}_2 \operatorname{O}_2$$

On titre ensuite en retour le bichromate par le sel de MOHR :

$$6 \text{ Fe}^{2+} + \text{Cr}_2 \text{ O}_7^{2-} + 14 \text{ H}^+$$
 \longrightarrow $6 \text{ Fe}^{3+} + 2 \text{ Cr}^{3+} + 7 \text{ H}_2 \text{O}$

ANNEXE: B

$$C\% = \frac{(N'-N) \times 0,615}{P}$$

Où: N'est le volume de sel de Mohr pour doser la solution témoin en ml;

N est le volume de sel de Mohr pour doser l'échantillon.

B-1-3- Détermination d'azote total (Mode opératoire) :

La plus grande partie de l'azote dans les sols se trouve sous forme organique. Pour le dosage on emploi la méthode de Kjeldahl où on transforme l'azote des composés organiques en azote ammoniacal par l'acide sulfurique concentré (qui agit comme oxydant et détruit les matières organiques) à ébullition.

Le carbone et l'hydrogène se dégagent à l'état de gaz carbonique et d'eau. L'azote transformé en ammoniaque est fixé par l'acide sulfurique à l'état de sulfate d'ammonium :

$$MO + 2H^{+} + SO_{4}^{-}$$

$$\longrightarrow 2NH_{4}^{+} + SO_{4}^{-} + CO_{2} + H_{2}O$$

On déplace ensuite l'ammoniaque par addition de soude :

$$2NH_4^+ + SO_4^- + 2Na^+ + 2OH^- \longrightarrow 2NH_3 + 2Na^+ + SO_4^- + 2H_2O$$

Ensuite l'ammoniague est distillé et recueilli dans une solution de H₂SO₄ (0,1N).

Le dosage de l'azote total se fait en deux étapes :

Minéralisation:

- ➤ Introduire 1g de terre fine dans un matras de Kjeldahl;
- Ajouter 20ml d'eau distillée, agiter légérement ;
- ➤ Laisser reposer 30 minutes;
- ➤ Ajouter une pincée de catalyseur (10g de K₂SO₄, 1g de CuSO₄5H₂O, 0,1g de sélinium);
- ➤ Porter à la rampe d'attaque, chauffer d'abord doucement jusqu'à ce que l'eau soit évaporée ;
- ➤ Augmenter la chaleur et laisser bouillir ;

ANNEXE: B

- Continuer le chauffage 1 heure après la décoloration ;
- Laisser refroidir et enlever les fioles quand il n'y plus de dégagement de vapeur ;
- ➤ Ajouter l'eau distillée pour tous rassembler au fond de la fiole ;
- Laisser refroidir et transvaser dans une fiole jaugée de 100ml et compléter jusqu'à 100ml par l'eau distillée.

Distillation et dosage:

- ➤ Pipeter 10ml de l'acide borique à 2% et ajouter 3 gouttes d'indicateur coloré dans un erlen de 150ml;
- ➤ Plonger le tube du réfrigérant de l'appareil de distillation dans la solution contenue dans l'erlen ;
- Agiter bien la solution de terre et prélever 20ml de la solution mère ;
- ➤ Passer les 20ml dans le matras de Kjeldahl;

Ajouter 20ml de soude (1N);

- Commencer à chauffer et distiller jusqu'à ce que 20ml de distillat soient recueillis ;
- ➤ Faire le dosage de NH₃ par titrage de l'acide sulfurique (0,1N) jusqu'à l'obtention d'une couleur rose.

$$N\% = 0.0014 (X - Y) \times (V / V) \times (100 / P)$$

Où : X est le nombre en ml d'acide sulfurique pour le dosage de l'echantillon ;

Y est le nombre en ml d'acide sulfurique pour le dosage de témoin ;

P est le poids de l'echantillon (1g);

V est le volume de la fiole jaugée (100ml);

v est le volume prélevé de la fiole (20ml).

B-1-4- Détermination du phosphore assimilable :

Le dosage de phosphore assimilable se fait aussi en trois étapes :

- Extraction:

ANNEXE: B

▶ Peser 5g de terre fine, ajouter 10ml de NaHCO₃ (0,5N);
▶ Ajouter une pincée de charbon actif jusqu'à l'obtention d'une solution claire;
▶ Agiter, puis filtrer et récupérer le filtrat.
- Complexation et réduction :
▶ Prélever 5ml du filtrat;
▶ Ajouter 3ml du réactif (CSM), il faut laisser le CO₂ se dégager;
▶ Ajouter 15ml d'eau distillée;

Ajouter 2ml d'acide ascorbique, puis chauffer au bain Marie (à 80°C durant 5

- Dosage par colorimétrie :

Passer au colorimètre pour effectuer une lecture de la de densité optique ;

minutes), jusqu'au développement d'une couleur bleu.

$$P_2O_5 \text{ ppm} = (X / 1000) \times (U / v) \times (V / P) \times 1000$$

 $\begin{array}{c} \sum Lectures \\ X \ est \ la \ concentration \ obtenue \ en \ function \ du \ coefficient \ de \ lecture \ C \ (C = \frac{\sum Lectures}{\sum Concentrations}) \end{array}$

U est le volume colorimétrique (25ml);

V est le volume de la prise d'essai (5ml);

V est le volume de la solution d'extraction (100ml);

P est le poids de la prise d'essai de terre (5g).

PVC . 28 10,77%

– PVC

Résumé:

Cette étude porte sur l'évaluation de la biodégradation de l'huile de tournesol époxydée dans le sol.

Pour cela, il a été procédé à un test respirométrique basé sur la détermination de la production de CO₂ d'une part, ainsi qu'à un test d'enfouissement dans le sol, d'autre part.

Les résultats obtenus ont montré que l'huile de tournesol époxydée seule atteint un taux de biodégradation de 10,77 % au bout de 28 jours. Par contre, en présence de PVC et d'autres additifs la biodégradation est inhibée.

Mots clés : PVC, stabilisation thermique, huile de tournesol époxydée, biodégradation, test respirométrique, test d'enfouissement.

Abstract:

The aim of this work is to study the evaluation of the epoxidized sunflower oil biodégradation in the ground.

For that, it was proposed at resperometric test, based on the determination of CO₂ production in the first part, and hiding test in the ground, in the second part.

The results showed that the epoxidized sunflower only reached a rate of the biodegradation 10. 77% around 28 days.

In the other hand, the presens of PVC and other additives the biodegradation is hinibites.

Key mods: PVC, Thermic stabilisation, epoxidizes sunflower oil, biodegradation, respirometric test, hiding test.