

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université A. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des procédés
Laboratoire de chimie organique

Mémoire
EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE
Master

Domaine : Science et Technologie
Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie des Procédés des Matériaux

Présenté par
BENOUARET Amina

Thème

**Mise en œuvre d'un matériau composite et son application dans le
domaine de l'environnement**

Soutenue le 30/06/2025

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Affiliation	Qualité
IKHELEF Tassadit	MAA	Université de Bejaia	Présidente
BELHAMEL Kamel	Professeur	Université de Bejaia	Examineur
HAMMICHE Dalila	Professeur	Université de Bejaia	Encadrante
KLAAI Lisa	Docteur	Université de Bejaia	Co- Encadrante

Année Universitaire : 2024/2025

Populaire et Démocratique Algérienne République
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



جامعة بجاية
Tasdawit n Bgayet
Université de Béjaïa

Déclaration sur l'honneur
Engagement pour respecter les règles d'authenticité scientifique dans
l'élaboration d'un travail de recherche

Arrêté ministériel n° 1082 du 27 décembre 2020 (*)
fixant les règles relatives à la prévention et la lutte contre le plagiat

Je soussigné,

Nom : BENOURET
Prénom : Amina
Matricule : 181833.002339
Spécialité et/ou Option : Génie des procédés des matériaux
Département : Génie des procédés
Faculté : Technologie
Année universitaire : 2024/2025

et chargé de préparer un mémoire de (Licence, Master, Autres à préciser) : Master

Intitulé : Mise en oeuvre d'un matériau composite et
..... son application dans le domaine de l'environnement

déclare sur l'honneur, m'engager à respecter les règles scientifiques, méthodologiques,
et les normes de déontologie professionnelle et de l'authenticité académique requises dans
l'élaboration du projet de fin de cycle cité ci-dessus.

Fait à Béjaïa le
08.07.2025

Signature de l'intéressé

(*) Lu et approuvé

.....

(*) Arrêté ministériel disponible sur le site www.univ-bejaia.dz/formation (rubrique textes réglementaires)

Populaire et Démocratique Algérienne République
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Déclaration sur l'honneur
Engagement pour respecter les règles d'authenticité scientifique dans
l'élaboration d'un travail de recherche

Arrêté ministériel n° 1082 du 27 décembre 2020 (*)
fixant les règles relatives à la prévention et la lutte contre le plagiat

Je soussigné,

Nom : BENOUARET
Prénom : Amina
Matricule : 181833.002339
Spécialité et/ou Option : Génie des procédés des matériaux
Département : Génie des procédés
Faculté : Technologie
Année universitaire : 2024/2025

et chargé de préparer un mémoire de (Licence, Master, Autres à préciser) : Master

Intitulé : Mise en oeuvre d'un matériau composite et
..... son application dans le domaine de l'environnement

déclare sur l'honneur, m'engager à respecter les règles scientifiques, méthodologiques,
et les normes de déontologie professionnelle et de l'authenticité académique requises dans
l'élaboration du projet de fin de cycle cité ci-dessus.

Fait à Béjaïa le
08/07/2025

Signature de l'intéressé

(*) Lu et approuvé

..... [Signature]

(*) Arrêté ministériel disponible sur le site www.univ-bejaia.dz/formation (rubrique textes réglementaires)

Remerciements

Avant toute chose, je remercie Dieu le

Tout puissant de m'avoir donné la force, la volonté et la patience pour mener à bien ce travail.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à ma directrice de mémoire ***Madame HAMMICHE Dalila***, pour son accompagnement remarquable tout au long de ce travail. Son écoute, la clarté de ses conseils et la qualité de son suivi ont été pour moi un grand soutien à chaque étape de ce projet. Travailler sous sa direction a été une chance et un véritable honneur. Je lui exprime toute ma reconnaissance et mon respect les plus sincères.

Je remercie également mon Co-promotrice ***Madame KLAALI Lisa*** pour sa disponibilité et ses conseils toujours clairs et éclairants. Sa manière simple et efficace d'aborder les problèmes m'a beaucoup aidée à avancer. J'ai beaucoup appris à ses côtés, et je lui suis sincèrement reconnaissante pour son accompagnement tout au long de ce mémoire.

Je tiens aussi à remercier ***Mme IKHELEF Tassadit*** Présidente de jury, ***Mr BELHAMEL Kamel*** Examineur de ce mémoire, Pour leur précieux temps accordé à l'étude de Mon mémoire.

Et enfin je remercie toutes les personnes qui m'ont encouragée de près ou du loin, et qui m'ont aidée à réaliser ce modeste travail.

Dédicace

Je dédie ce mémoire

A mes chers parents pour leurs soutiens, leurs amours et leurs sacrifices durant toutes mes années d'études.

A mes sœurs et mon frère.

A mon cher grand père.

A ma meilleure amie Sara pour ça présence précieuse, son écoute, son soutien, ça capacité à me redonner espoir quand tout semblait difficile. Ton amitié a été une lumière dans ce chemin parfois sombre, et je ne pourrai jamais assez te remercier pour cela.

A tonton Omar et tata Yasmina votre bienveillance, votre générosité et vos attentions m'ont profondément touchée, merci du fond du cœur.

Aux personnes avec qui j'ai partagé de précieux moments au laboratoire, Merci pour votre bonne humeur, votre aide et tous ces instants de complicité qui ont rendu cette expérience plus agréable.

Sommaire

Remerciements

Dédicace

Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale.....	1
Références.....	3

Chapitre I : Etude bibliographique.

I.1 Matériaux composites	4
I.1.1 Définition d'un composite :	4
I.1.2 Les constituants d'un matériau composite :	4
I.1.2.1 Matrice	4
I.1.2.1.a Les matrices synthétiques	5
I.1.2.1.a.1 Polypropylène.....	5
I.1.2.1.a.1.1 Définition.....	5
I.1.2.1.a.1.2 Différents types de polypropylènes	5
I.1.2.1.a.1.3 Propriétés du polypropylène.....	6
I.1.2.1.a.1.3.1 Propriétés physiques :	6
I.1.2.1.a.1.3.2 Propriétés mécaniques :	6
I.1.2.1.a.1.3.3 Propriétés électriques :	6
I.1.2.1.a.1.3.4 Propriétés thermiques :	6
I.1.2.1.a.1.3.5 Propriétés chimiques :	6
I.1.2.1.a.1.4 Morphologie du polypropylène :	7
I.1.2.1.a.1.5 Applications de polypropylène :	7
I.1.2.1.b Les matrices biopolymères :	7
I.1.2.1.b.1 PHBV	7
I.1.2.1.b.1.1 Définition	7
I.1.2.1.b.1.2 Structure du PHBV	8
I.1.2.1.b.1.3 Propriétés du PHBV	8
I.1.2.1.b.1.4 Application du PHBV	8

I.1.2.2 Renfort.....	9
I.1.2.2.a Fibres naturelles	10
I.1.2.2.a.1 Définition de la fibre végétale :.....	10
I.1.2.2.a.1.1 Définition des algues :	10
I.1.2.2.a.1.2 Classification des algues :	10
I.1.2.2.a.1.3 Composition chimique des algues :	11
I.1.2.2.a.1.4 Utilisation des algues :	11
I.1.3 Avantages et inconvénients des matériaux composites :	12
I.1.3.1 Avantages	12
I.1.3.2 Inconvénients	12
I.2 Photocatalyse.....	13
I.2.1 Définition Photo catalyse :.....	13
I.2.2 Principe	13
I.2.3 Les colorants	13
I.2.3.1 Définition :	13
I.2.3.2 Classification des colorants :.....	13
I.2.3.2.a Origine naturelle	13
I.2.3.2.b Origine synthétique.....	14
I.2.4 Application des colorants.....	14
I.2.5 Colorant étudié : le bleu de méthylène	14
I.2.5.1 Le bleu de méthylène (BM)	14
I.2.5.2 Toxicité du bleu de méthylène	15
Références.....	17

Chapitre II: Matériels utilisés et techniques expérimentales

II Matériaux utilisés	20
II.1 Matrice	20
II.1.1 Polypropylène	20
II.1.2 PHBV.....	20
II.2 Renfort	20
II.2.1 Farine d'algue brune	20
II.3 Le colorant	21
II.3.1 Bleu de méthylène	21
II.4 Elaboration du matériau composite et biocomposite	21

II.5 Techniques de caractérisation	22
II.5.1 Caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR)	22
II.5.2 Microscopie optique	22
II.5.3 La Diffraction des rayons X	23
II.5.4 Analyse thermogravimétriques (ATG)	23
II.5.5 Spectrophotométrie UV-visible	24
II.5.6 Essai de traction.....	25
II.5.7 Activité photocatalytique.....	25
Chapitre III: Résultats et Discussion	
Résultats et discussions	20
III.1 Diffraction des rayons X.....	27
III.1.1 Composite PHBV/Farine d'algue.....	27
III.1.2 Composite PP/Farine d'algue	28
III.2 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	28
III.2.1 Farine d'algue	28
III.2.2 Composite PHBV/Farine d'algue.....	29
III.2.3 Composite PP/Farine d'algue	30
III.3 Microscope optique	31
III.4 Test de traction	32
III.4.1 Contrainte à la rupture	33
III.4.2 Allongement à la rupture.....	34
III.5 Analyse thermogravimétrique	35
III.6 Photodégradation du bleu de méthylène.....	37
Références.....	39
Conclusion général.....	42

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1: Propriétés physico-chimiques du bleu de méthylène [32].....	15
---	----

Chapitre II

Tableau II.1: Propriétés physico-chimiques de Bleu de méthylène.....	21
---	----

Chapitre III

Tableau III.1: Résultats d'analyse thermique.....	36
--	----

Liste des figures

Figure I.1 : Représentation schématique d'un matériau composite [3].....	4
Figure I.2 : Présentation du Polypropylène [5].....	5
Figure I.3 : Structure chimique du PHBV [14]	8
Figure I.4 : Applications du PHBV	9
Figure I.5 : Différents types de renfort [16].....	9
Figure I.6 : Classifications des fibres naturelles [17].....	10
Figure I.7 : Structure du colorant bleu de méthylène [32].....	14
Figure II.1 : Granulés du PP vierge	20
Figure II.2 : Granulés du PHBV vierge	20
Figure II.3 : Farine d'algue.....	21
Figure II.4 : Machine spectroscopique FTIR.....	22
Figure II.5 : Microscope optique.....	22
Figure II.6 : Machine de DRX.....	23
Figure II.7 : Appareil d'Analyse ATG/DTG.....	24
Figure II.8 : Spectrophotométrie UV-visible.....	24
Figure II.9 : Exposition de la solution au soleil.....	25
Figure III.1 : Diffractogramme de PHBV pur et PHBV/Farine d'algue.....	27
Figure III.2 : Diffractogramme de PP pur et PP/Farine d'algue.....	28
Figure III.3 : Spectre IRTF de la farine d'algue.....	29
Figure III.4 : Spectre IRTF de PHBV pur et PHBV/ farine d'algue.....	30
Figure III.5 : Spectre IRTF de PP pur et PP/ farine d'algue.....	31
Figure III.6 : Résultats de microscope optique des différents échantillons.....	32
Figure III.7 : Evolution de la contrainte à la rupture des différents échantillons.....	33
Figure III.8 : Evolution de l'allongement à la rupture des différents échantillons.....	34
Figure III.9 : Thermogramme ATG des différents échantillons étudiés	35
Figure III.10 : Thermogramme DTG des différents échantillons étudiés.....	35
Figure III.11 : Profil d'absorbance du bleu de méthylène (BM) en fonction du temps	37
Figure III.12 : Profil de concentration du bleu de méthylène (BM) en fonction du temps.....	37

Liste des abréviations

PP: Polypropylène

PHBV: Polyhydroxybutyrate-co-valérate

BM: Bleu de méthylène

KBr: Bromure de potassium

UV: Spectroscopie Ultraviolet – Visible

IRTF: Infrarouge à Transformée de Fourier

DRX: Diffraction des rayons

ATG: Analyse thermogravimétrique

Introduction

Introduction générale

Les matériaux composites occupent aujourd'hui une place essentielle dans de nombreux domaines industriels en raison de leurs propriétés exceptionnelles. Un matériau composite est constitué de deux ou plusieurs composants de nature différente, généralement une matrice et un renfort, qui une fois combinés donnent un matériau aux performances supérieures à celles des constituants pris séparément. Cette association permet d'obtenir des matériaux à la fois légers, résistants, durables et parfois même à des conditions extrêmes [1].

L'intérêt croissant pour les composites s'explique par leur capacité à répondre à des exigences techniques précises tout en offrant une grande liberté de conception. Ils sont largement utilisés dans les secteurs de l'aéronautique, de l'automobile, du bâtiment, du sport, des énergies renouvelables, et même dans le domaine médical. Par exemple, dans l'aéronautique, les composites permettent de réduire le poids des structures tout en conservant une excellente résistance mécanique, ce qui améliore le rendement énergétique [2].

Dans le domaine environnemental, les composites jouent un rôle de plus en plus important, notamment dans le traitement des polluants grâce à un procédé appelé la photocatalyse. Elle repose sur l'utilisation des matériaux, sous l'effet de la lumière de dégrader les polluants organiques en produits moins nocifs [3].

Dans ce contexte où le développement durable devient une priorité essentielle, cette étude contribue à la valorisation des déchets en se focalisant sur l'élaboration d'un composite et biocomposite à base de PP, PHBV, utilisant la farine d'algue comme charge de renforcement.

Ce travail vise donc à développer des matériaux composites innovants et respectueux de l'environnement, en utilisant des ressources naturelles comme la farine d'algue, tout en répondant à des besoins techniques et environnementaux actuels.

Ce mémoire est structuré en trois chapitres :

- Le premier chapitre est divisé en deux parties :
 - a. La première partie traite les composites, les matrices synthétiques, les matrices naturels

Et le renfort en particulier PP, PHBV, farine d'algue.

- b. La deuxième partie aborde les notions liées aux colorants, notamment le bleu de méthylène, sa toxicité, la classification des colorants, leurs applications, ainsi que les principes de la photocatalyse des polluants.
- Le deuxième chapitre est consacré à la partie expérimentale, dans laquelle sont détaillés les matériaux utilisés, les protocoles de préparation du composite et biocomposite et les méthodes de caractérisation appliquées.
- Le troisième chapitre présente les résultats obtenus ainsi que leur analyse et interprétation.

Références

- [1] M. Tahar, Etude de l'Endommagement dans un composite stratifié. Mémoire de Magister, Université Abd El Hamid iben badis de Mostaganem (2012).
- [2] R. BRAULT, Étude du comportement mécanique des matériaux composites par corrélation volumique : Application à l'analyse des effets du cisaillement transverse, Thèse de Doctorat en Génie mécanique, mécanique des matériaux. Institut National Polytechnique de Toulouse, Université de Toulouse, 195 (2013).
- [3] N.LAID, Dégradation photocatalytique du Mordant Bleu 13 en milieu hétérogène, Université Mentouri Constantine, 17, 163 (2010).

Chapitre I : Etude Bibliographique

Chapitre I : Etude Bibliographique

I.1 Matériaux composites

I.1.1 Définition d'un composite :

Les matériaux composites résultent de l'association d'au moins deux matériaux de nature différente et non miscibles. Cette combinaison permet d'obtenir un matériau aux propriétés uniques, que ses composants pris individuellement ne possèdent pas. Ils sont constitués d'une phase continue appelée matrice au sein de laquelle sont dispersés un ou plusieurs renforts sous forme de phases discontinues [1]. Une interphase se forme entre les deux constituants et assure la transmission des contraintes de l'un à l'autre, garantissant ainsi une bonne adhérence. Des charges et des additifs sous forme d'élément fragmentaire liquides ou poudre peuvent être ajoutés au composite afin d'en modifier certaines propriétés, comme la tenue aux chocs ou la résistance aux flammes et la résistance aux rayons UV [2].

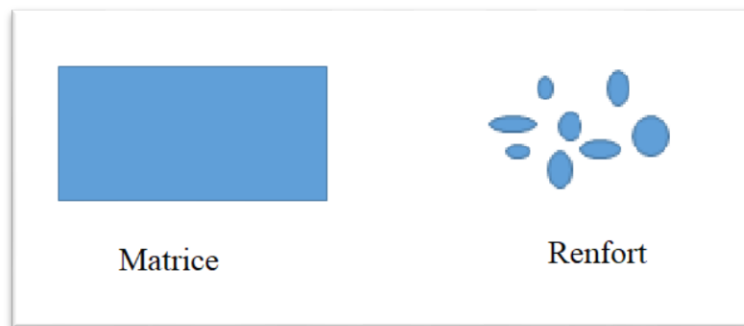


Figure I.1 : Représentation schématique d'un matériau composite [3]

I.1.2 Les constituants d'un matériau composite :

I.1.2.1 Matrice

La matrice d'un matériau composite assure la cohésion des éléments, transmet les contraintes mécaniques et protège contre les agressions extérieures. On distingue deux grands types de matrices : les résines thermodurcissables (TD), rigides et irréversibles après durcissement, et les résines thermoplastiques (TP) [4], réversibles à la chaleur car formées de chaînes polymères reliées entre elles par des liaisons physiques. Parmi les matrices thermoplastiques, on trouve des variantes synthétiques (comme le polypropylène) et des biopolymères issus de ressources renouvelables (comme le PHBV).

Chapitre I : Etude Bibliographique

I.1.2.1.a Les matrices synthétiques

I.1.2.1.a.1 Polypropylène

I.1.2.1.a.1.1 Définition

Le polypropylène noté PP est un plastique de type thermoplastique appartenant à la famille des polyoléfines, il est fabriqué à partir du monomère appelé propylène, la méthode de fabrication la plus courante aujourd'hui utilise un catalyseur hétérogène appelé Ziegler-natta. Ce procédé fonctionne à une pression modérée (entre 1 et 5 MPa) et à une température comprise entre 50 et 110 °C. Il permet d'obtenir différentes structures du polymère : atactique, syndiotactique ou isotactique. Parmi ces formes, la plus répandue est la forme isotactique [5].

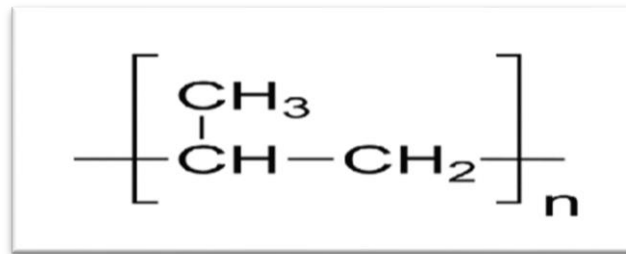


Figure I.2 : Présentation du Polypropylène [5]

I.1.2.1.a.1.2 Différents types de polypropylènes

Les catalyseurs et les procédés actuels permettent la fabrication de trois types de polypropylène:

Homopolymère : Les homopolymères, tels que le polypropylène, sont obtenus par la polymérisation d'un seul type de monomère. Ils présentent une rigidité élevée, mais une faible résistance aux chocs en conditions de froid. Les versions à forte cristallinité sont plus coûteuses, bien qu'un taux d'isotacticité de 96 % soit souvent suffisant. Cette rigidité peut être renforcée par l'ajout d'agents nucléants. Certains, comme ceux à base de diméthyle sorbitol, permettent également d'améliorer les propriétés optiques, notamment la transparence [6].

Copolymère : sont produits par copolymérisation du propylène avec, principalement, de l'éthylène, mais aussi parfois du butène ou de l'hexane. L'enchaînement des unités monomères dans la chaîne se fait de manière aléatoire. Plus souples que les homopolymères, ces matériaux offrent de bonnes propriétés optiques en film ainsi qu'une résistance aux chocs modérée lorsqu'ils sont utilisés sous forme de pièces injectées [6].

Chapitre I : Etude Bibliographique

Copolymère séquencés ou à bloc : Ces copolymères hétérophasiques à base d'éthylène se composent d'une matrice majoritairement isotactique, avec un taux d'isotacticité d'au moins 97 %. Ils intègrent une dispersion fine de caoutchouc de type EPR (éthylène-propylène rubber), ainsi qu'une troisième phase constituée de polyéthylène, qui se présente soit sous forme de sous-inclusion dans la phase EPR, soit sous forme Co-continue avec celle-ci [6].

I.1.2.1.a.1.3 Propriétés du polypropylène

I.1.2.1.a.1.3.1 Propriétés physiques :

- Masse volumique : le PP est le plus léger des thermoplastiques courant avec une masse volumique de $0,905 \text{ g/cm}^3$.
- Perméabilité : le PP est perméable aux gaz sauf à vapeur d'eau. La perméabilité décroît lorsque le taux de cristallinité augmente [7].

I.1.2.1.a.1.3.2 Propriétés mécaniques :

- Caractéristique en traction : La cristallinité élevée du PP confère de bonnes propriétés lorsqu'il est soumis à des efforts de tractions, le comportement de PP à la traction est fortement influencé par la vitesse d'étirage.
- La rigidité : La rigidité élevée du PP permet son emploi pour des pièces destinées à supporter des hautes températures.
- Résistance au choc : Les résistances au choc de PP augmente avec sa masse moléculaire et varie dans le même sens que la température [8].

I.1.2.1.a.1.3.3 Propriétés électriques :

Le PP est un polymère non polaire donc c'est un très bon isolant électrique. Les propriétés électriques de PP ne dépendent pas de la cristallinité et de la masse moléculaire [9].

I.1.2.1.a.1.3.4 Propriétés thermiques :

- Température de fusion : la température de fusion théorique d'un polymère isotactique est de 176°C . La présence pratiquement inévitable de fraction atactique et syndiotactique ramène la température de fusion du PP entre (165°C et 170°C).
- Température de ramollissement : Le point de ramollissement est fonction de la cristallinité du polymère considère elle est entre (145°C et 155°C) [9].

I.1.2.1.a.1.3.5 Propriétés chimiques :

- Le PP très résistant au stress-cracking.
- L'absorption d'eau par le PP et très faible.
- Bonne inertie chimique.

Chapitre I : Etude Bibliographique

- Très sensible aux rayons ultraviolets en présence d'oxygène.

I.1.2.1.a.1.4 Morphologie du polypropylène :

Le polypropylène est un polymère semi-cristallin, ce qui signifie qu'il combine deux structures : une phase amorphe, où les chaînes moléculaires sont désorganisées, et une phase cristalline, dans laquelle les molécules sont agencées de façon ordonnée et périodique [10].

I.1.2.1.a.1.5 Applications de polypropylène :

Le polypropylène trouve une large utilisation dans différents secteurs grâce à ses nombreuses qualités et sa facilité de mise en forme tels que [8,9] :

- Pièces industrielles
- Automobile : bonne résistance à la température et aux produits chimiques (Bacs de batteries, Pare chocs, Carrosseries moulées)
- Corps creux, tuyaux eau chaude, câbles.
- Emballages alimentaires (Bac, pot, couvercle, seau, ...).
- Articles ménagers.
- Les jouets.

I.1.2.1.b Les matrices biopolymères :

Les biopolymères, ou bioplastiques, sont des polymères dérivés de ressources renouvelables ou issues de sources vivantes. Ils font partie des bioproduits, qui incluent une large gamme de matériaux non alimentaires extraits de la biomasse, provenant d'arbres, de plantes, d'algues, ainsi que de sous-produits issus de la production alimentaire et animale [11].

Les biopolymères représentent une alternative écologique aux plastiques traditionnels, généralement dérivés du pétrole. En étant fabriqués à partir de ressources renouvelables, ils aident à réduire l'empreinte carbone et favorisent une économie circulaire. De plus, leur capacité à être biodégradables permet une décomposition naturelle dans l'environnement, contribuant ainsi à la réduction de la pollution plastique [12].

I.1.2.1.b.1 PHBV

I.1.2.1.b.1.1 Définition

Le PHBV, également appelé polyhydroxybutyrate-co-hydroxyvalérate, est un polymère synthétique biodégradable de la famille des polyhydroxyalkanoates. Son élaboration repose sur des ressources renouvelables comme les plantes, les microbes ou les déchets organiques [13].

Chapitre I : Etude Bibliographique

I.1.2.1.b.1.2 Structure du PHBV

La structure du PHBV est constituée de deux types de monomères : l'acide 3-hydroxybutanoïque (3HB) et l'acide 3-hydropentanoïque (3HV), reliés entre eux par des liaisons ester. Des atomes de carbone et d'oxygène sont également présents dans la chaîne du polymère [14].

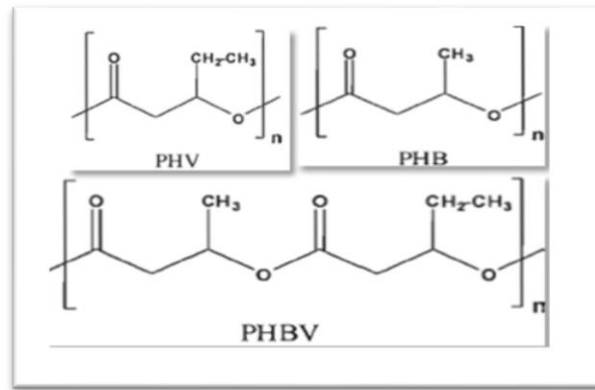


Figure I.3 : Structure chimique du PHBV [14]

I.1.2.1.b.1.3 Propriétés du PHBV

Le PHBV (polyhydroxybutyrate-co-valérate) est un biopolymère aux propriétés intéressantes, qui le rend adapté à diverses applications :

- **Biodégradabilité** : Il se décompose naturellement grâce à l'action des micro-organismes, ce qui limite l'accumulation des déchets plastiques. Compostable, il constitue une solution écologique pour les produits jetables.
- **Propriétés mécaniques** : Plus flexible et résistant aux impacts que le PHB, le PHBV est idéal pour des applications comme les films d'emballage ou les composants industriels. Sa composition en acide hydroxyvalérique peut être modifiée pour ajuster ses caractéristiques [15].
- **Compatibilité biologique** : Étant biocompatible, le PHBV est parfaitement adapté à des applications biomédicales, telles que les sutures résorbables, les implants temporaires et les dispositifs de libération de médicaments [14].

I.1.2.1.b.1.4 Application du PHBV

Les propriétés biocompatibles et biodégradables du PHBV le placent en tant que matériau d'exception, fréquemment employé dans une multitude de domaines d'application.

Le domaine biomédical (Figure I.4) ou il suscite beaucoup d'applications comme : la production des médicaments à libération régulée, fabrication de stents cardiovasculaires,

Chapitre I : Etude Bibliographique

sutures chirurgicales résorbables, emballages médicaux et les applications incluent l'élaboration de patches tissulaires.

Il est aussi utilisé dans d'autres domaines comme l'emballage alimentaire et l'automobile (Figure I.5).

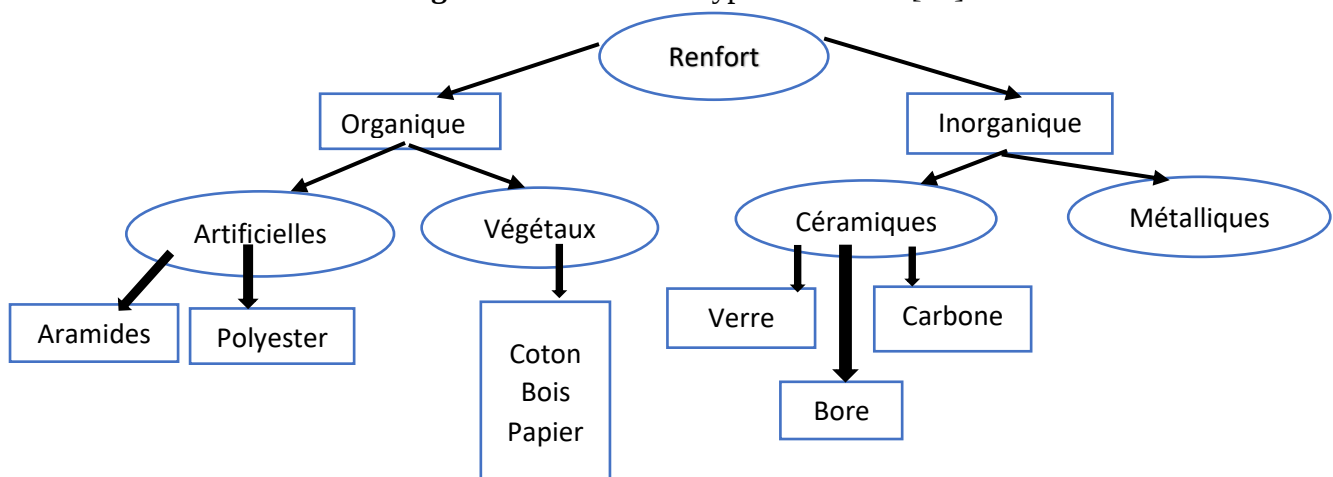


Figure I.4 : Applications de PHBV

I.1.2.2 Renfort

Le renfort représente la phase discontinue d'un matériau composite. Il contribue à améliorer la résistance mécanique de ce dernier et peut se présenter sous forme de particules ou de fibre comme les fibres de verre, de carbone ainsi que les fibres végétales (lin, coton, farine de bois, farine d'algue, jute, bambou, chanvre, grignon d'olive, etc.) [16].

Figure I.5 : Différents types de renfort [16]



Chapitre I : Etude Bibliographique

I.1.2.2.a Fibres naturelles

Les fibres naturelles sont des structures biologiques principalement constituées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. En plus de ces composants principaux, elles contiennent en plus petite quantité des extraits, des protéines et divers composés inorganiques [17].

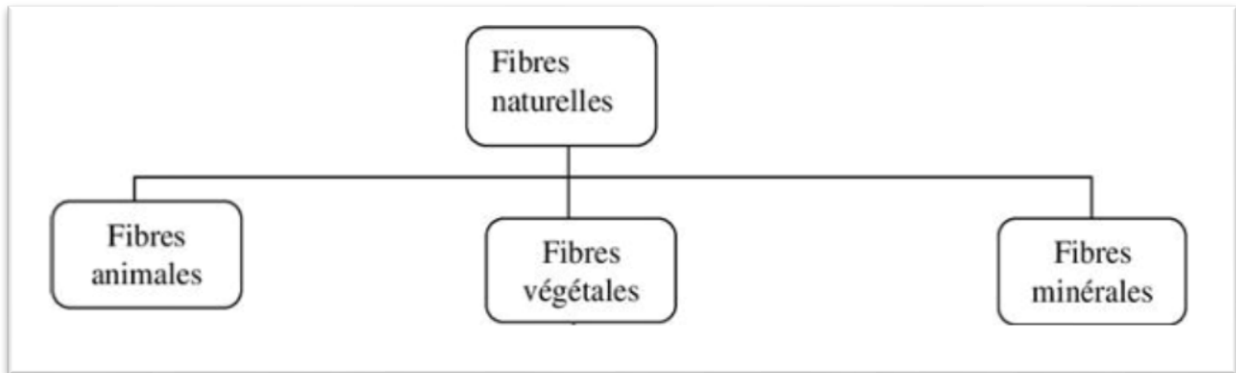


Figure I.6 : Classifications des fibres naturelles [17]

I.1.2.2.a.1 Définition de la fibre végétale :

Les fibres végétales sont des éléments structuraux issus des plantes, principalement composés de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. En plus de ces principaux composants, elles renferment des quantités plus faibles de matières protéiques, lipidiques, minérales et d'extraits non azotés. Leur composition varie largement en fonction de l'espèce de la plante, de son stade de développement et des parties spécifiques de la plante utilisées [18].

I.1.2.2.a.1.1 Définition des algues :

Les algues sont des végétaux photosynthétiques qui se développent dans des environnements aquatiques tels que les eaux douces, thermales et marines. Leur appareil végétatif, simple et appelé « thalle », varie considérablement en termes de formes, couleurs et tailles. Certaines algues sont microscopiques, tandis que d'autres peuvent atteindre plusieurs mètres de longueur [19]. Elles se divisent en deux catégories principales : les microalgues, invisibles à l'œil nu et présentes dans le plancton, comme les cyanobactéries, et les macroalgues, visibles à l'œil nu et qui poussent surtout dans les eaux peu profondes, incluant les algues vertes, brunes et rouges [20].

I.1.2.2.a.1.2 Classification des algues :

La classification des algues se fait selon des caractéristiques spécifiques telles que les composantes de la paroi cellulaire, les pigments présents [21]. En générale, les algues regroupent quatre groupes Chlorophyte, Rhodophyte, Chromophyte et Cyanobactérie qui est

Chapitre I : Etude Bibliographique

différenciées par rapport à la couleur de leurs pigments, et chaque groupe contient des centaines des espèces [22].

I.1.2.2.a.1.3 Composition chimique des algues :

Les algues se différencient des plantes terrestres par leur composition chimique, leur physiologie et leurs caractéristiques morphologiques [23,24]. Elles sont principalement composées de :

- **Glucides** : sous forme de polysaccharides tels que les agars et carraghénanes dans les algues rouges, les alginates dans les algues brunes, et les ulvanes dans les algues vertes. De plus, on y trouve du glucose, de la cellulose, de l'hémicellulose et de la pectine en petites quantités.
- **Protéines** : dont la teneur varie selon l'espèce, la saison et les conditions environnementales.
- **Lipides** : présents en faibles proportions (entre 0,9 et 5,2 % du poids sec), ainsi que des composés phénoliques.
- **Minéraux** : en grande quantité, comprenant le potassium, le chlore, le calcium, le magnésium, le soufre, le phosphore, l'iode, le fer, le cuivre, le manganèse et d'autres oligo-éléments.
- **Vitamines** : telles que A, B1, B2, B6, B12, C, E et K.
- **Pigments** : notamment les caroténoïdes et les chlorophylles a et b.

I.1.2.2.a.1.4 Utilisation des algues :

Les algues, utilisées depuis l'Antiquité principalement pour l'alimentation, sont encore aujourd'hui largement consommées, notamment en Asie. En 2010, environ 16 millions de tonnes d'algues ont été consommées, dont 15,8 millions provenant de l'algoculture [25]. En raison de la diversité de leurs composants, les algues marines sont utilisées dans divers secteurs : alimentation, industrie agro-alimentaire, pharmacie, cosmétique et agriculture. Elles trouvent également des applications dans des domaines comme la fabrication de colles, peintures, isolants thermiques, biocarburants, ainsi que dans la production d'hydrogène. Les algues jouent aussi un rôle dans l'épuration des eaux usées en fixant des métaux lourds et peuvent être traitées avec des ions de zinc pour des applications antibactériennes [26].

Chapitre I : Etude Bibliographique

I.1.3 Avantages et inconvénients des matériaux composites :

Chaque organe a des avantages et des inconvénients, il en est ainsi pour les matériaux composites [27].

I.1.3.1 Avantages

- L'optimisation du design, impliquant une possible diminution du nombre d'éléments.
- L'adaptation au processus de design.
- La résistance à la corrosion et à la fatigue
- La réduction du poids.
- La longue durée de vie.
- Gain de masse.
- Mise en forme de pièces complexes (principe du moulage) et réduction du nombre d'interfaces (boulonnage, rivetage et soudure sur structures métalliques).
- Grande résistance à la fatigue.
- Faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion (sauf en cas de contact entre de l'aluminium et des fibres de carbone).
- Insensibilité aux produits chimiques "mécaniques" comme les graisses, huiles, liquides hydrauliques, peintures, solvants.

I.1.3.2 Inconvénients

- Vieillissement sous l'action de l'eau et de la température
- Faible résistance aux décapants de peinture qui attaque les résine époxydes
- Tenue aux chocs faible
- Mauvaise isolation acoustique.
- La tenue au feu n'est pas bonne pour certaines catégories.

Chapitre I : Etude Bibliographique

I.2 Photocatalyse

I.2.1 Définition Photo catalyse :

La photocatalyse est aujourd'hui considérée comme une solution prometteuse pour résoudre les problèmes de pollution des milieux aquifères, car elle permet d'oxyder la matière organique en produits plus simples et moins toxiques. Ce procédé de dégradation a suscité un grand intérêt ces dernières années pour la purification de l'eau, notamment pour l'élimination des micropolluants organiques (comme les solvants et les pesticides). Récemment, il a également montré son efficacité pour la purification de l'air [28].

I.2.2 Principe

La réaction photocatalytique se divise en cinq étapes clés :

1. La diffusion des polluants depuis le liquide vers l'interface du catalyseur.
2. L'adsorption des réactifs sur la surface du catalyseur.
3. La réaction photocatalytique des molécules adsorbées, entraînant l'oxydation des substances.
4. La désorption des produits intermédiaires et/ou finaux.
5. Le transfert de ces produits depuis la surface solide vers la phase fluide [29].

I.2.3 Les colorants

I.2.3.1 Définition :

Un colorant est une substance naturellement colorée, capable de se fixer sur un support. L'intensité de la coloration des différentes substances dépend de leur composition chimique. En effet, un colorant est une molécule capable d'absorber certaines longueurs d'onde lumineuses et de réfléchir les couleurs complémentaires [30].

I.2.3.2 Classification des colorants :

Les colorants sont classés en fonction de leurs origines [30]:

I.2.3.2.a Origine naturelle

- **Végétale** : safran, curcuma ...
- **Animale** : cochenille, pourpre...
- **Minérale** : oxyde de fer, graphite

Chapitre I : Etude Bibliographique

I.2.3.2.b Origine synthétique

La classification des colorants synthétiques est donnée par leur structure chimique et leur domaine d'application aux différents substrats (textiles, plastiques, papier, cuir, etc.) [31].

I.2.4 Application des colorants

Les colorants présentent de nombreuses applications dans différents domaines, dont voici quelques-unes essentielles :

- Teinture et impression sur fibre et tissus de tous genres.
- Teinture du bain de filage des fibres chimiques.
- Teinture du cuir et des fourrures.
- Teinture du papier et du parchemin.
- Teinture des caoutchoucs, des feuilles et des matières plastiques.
- Préparation des couleurs à la chaux pour les prés colorations et enduits sur bâtiments.
- Colorants pour l'impression des papiers peints.
- Préparation des encres.
- Colorations des denrées alimentaires.
- Colorants pour les emplois médicaux et cosmétiques.

I.2.5 Colorant étudié : le bleu de méthylène

I.2.5.1 Le bleu de méthylène (BM)

Est un colorant azinique (thiazine) de type basique ou cationique, également connu sous le nom de chlorure de bis-(diméthylamino)-3,7-phenazathionium. Par ailleurs, plusieurs dérivés du bleu de méthylène existent, tels que l'Azure de méthylène ($C_{16}H_{18}N_3SO_2$), le violet de méthylène ($C_{16}H_{12}N_2SO$), le rouge de méthylène ($C_{16}H_{18}N_4S \cdot 2(HCl)$), et la base libre du bleu de méthylène ($C_{16}H_{18}N_3S \cdot OH$). Le bleu de méthylène trouve une large gamme d'applications dans des domaines variés, notamment la chimie, la médecine, l'art dentaire et l'industrie des colorants [32].

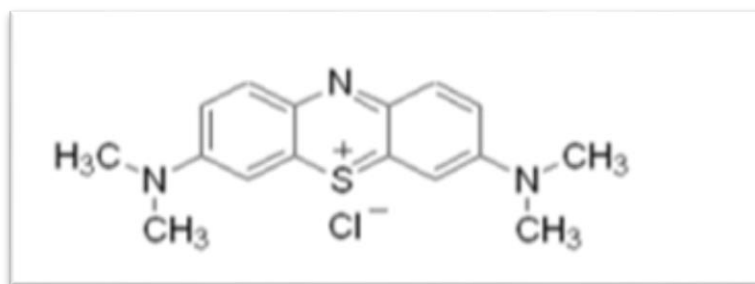


Figure I.7 : Structure du colorant bleu de méthylène [32]

Chapitre I : Etude Bibliographique

Tableau I.1 : Propriétés physico-chimiques du bleu de méthylène [33]

Dénomination	Bleu de méthylène ou chlorure de tétraméthylthionine, Basic bleu 9 (C.I.)
Appellation chimique	Chlorure de 3,7- bis (diméthylamino) Phenazathionium
Famille	Colorant basique
Formule brute	C ₁₆ H ₁₈ Cl N ₃
Masse molaire (mg/l)	319.85
Solubilité dans l'eau (mg/l) à 20 °C	40
Point de fusion (°C)	190
Ph	5.9
PKa	3.8
λ max (nm)	665

I.2.5.2 Toxicité du bleu de méthylène

Les études toxicologiques menées sur l'utilisation du bleu de méthylène chez l'homme au fil des années n'ont montré aucun danger majeur lorsqu'il est utilisé comme médicament, à condition que la dose totale ne dépasse pas 7 mg/kg. Cependant, à des doses élevées, il peut provoquer des symptômes tels que des douleurs thoraciques, une difficulté à respirer (dyspnée), de l'anxiété, des tremblements, de l'hypertension, et même une coloration de la peau [34]. Bien que le bleu de méthylène ne soit pas particulièrement toxique, il peut avoir des effets nocifs sur les organismes vivants et les eaux [35]. L'exposition aigue à ce produit causera :

- Exposition externe: irritation de la peau et des dommages permanentes aux yeux [36].
- Par l'inhalation: respiration rapide ou difficile [35] et augmentation de la fréquence cardiaque [37].
- Par l'ingestion: irritation de l'appareil gastro-intestinal, nausée, transpiration prodigue, confusions mentaux, cyanose et nécrose des tissus humains [35, 37].

Chapitre I : Etude Bibliographique

Le travail réalisé par Klaai et al [38], a pour but de concevoir et étudier les propriétés d'un composite à base de la matrice thermoplastique « Poly Acide Lactique » chargée d'un déchet agriculture connue sous le nom de « Grignon d'Olive », très répandue dans la région méditerranéenne. Le composite est avéré très efficace dans la décoloration de bleu de méthylène. En effet, des tests ont montré que le photocatalyseur PLA/10% Grignon d'Olive permettait d'éliminer 72,5% du bleu méthylène présent dans l'eau après seulement 50 minutes d'exposition au soleil. Cette découverte est très prometteuse pour l'avenir de la purification de l'eau, et montre que le matériau composite peut être utilisé dans des applications environnementales importantes.

F. Liu et al [39], ont synthétisé un monomère de type donneur-accepteur-donneur (D-A-D) (3,6-bis (2-(3,4-éthylènedioxythiophène)) pyridazine) (EPE) avec la pyridazine comme unité intermédiaire (accepteur) et le 3,4-éthylènedioxythiophène (EDOT) comme unité de scellement (donneur). Les nanotubes de carbone multiparois fonctionnalisés (f-MWCNT) ont été liés de manière covalente à la chaîne polymère par polymérisation oxydative chimique du monomère EPE pour former un composite poly(EPE)/f-MWCNT. L'activité photocatalytique du poly (3,6-bis (2-(3,4-éthylènedioxythiophène)) pyridazine)/f-MWCNT a été étudiée pour dégrader une solution de colorant bleu de méthylène (MB) (1×10^{-5} M) sous irradiation à la lumière visible. Comme prévu, l'efficacité de dégradation du poly(EPE)/f-MWCNT est significativement supérieure à celle du poly(EPE) pur ou du poly(EPE)/MWCNT pour le colorant MB. En particulier, la constante cinétique du poly(EPE)/f-MWCNT est plus de 6 fois supérieure à celle du poly(EPE)/MWCNT. De plus, les expériences de piégeage des espèces réactives de l'oxygène indiquent que la dégradation du MB par rapport au composite poly(EPE)/f-MWCNT résulte principalement de l'oxydation des trous. De plus, l'amélioration du taux de photodégradation est principalement attribuée à la stabilité supérieure, à la forte capacité d'absorption de la lumière et à la haute efficacité des paires électron-trou photogénérées du composite poly(EPE)/f-MWCNT. Un mécanisme raisonnable pour cette réactivité accrue a été proposé.

Références

- [1] J.M. Berthelot, composite Matériels. Mechanical Behavior and Structural Analyses, Springs, New York (1999).
- [2] A. Dufressure, Etude de l'interface/interphase des composites modèles DGEBADDA/bille de verre d'informations sur les agromatériaux et les biopolymères. Chargé de mission VANAPA (2006).
- [3] J.M. Berthelot, Matériaux composites. Comportement mécanique et analyse des structures, Ed. Tec & Doc, Lavoisier, Paris (2005).
- [4] B. Castanié, C. Bouvet, and D. Guedra-Degeorges, Structures en matériaux composites stratifiés. Tech. L'ingénieur BM5080. Accessed: Feb. 26, 2020 (2013)
- [5] S. Fuzessery, Polypropylène. Techniques de l'ingénieur, Paris, N° : A3 32,1991, Jérémie Aucher. Étude comparative du comportement composite à matrice thermoplastique ou thermodurcissable. INSA de Rouen, France (2009).
- [6] M. Hernandez et Avila. Etude de mélanges ternaires époxyde /PMMA /montmorillonite. Élaboration, contrôle de la morphologie et des propriétés. INSA de Lyon (2007).
- [7] H. Kausch, N. Heymans, C.J. Plummer, P. Decroly. Traité Des Matériaux. Matériaux Polymères : Propriétés Mécaniques Et Physiques. Presses polytechniques et universitaires romandes. Lausanne (2001).
- [8] M .Carrega. Matériaux industriels, matériaux polymères, Dunod, Paris (2000).
- [9] L. David, S. Etienne. Introduction à la physique des polymères. Dunod, Paris (2002).
- [10] C. Duval : Techniques de l'ingénieur : Polypropylène. AM3. 320 (1991).
- [11] F. JBILOU, P. DRGRAEVE, I. SEBTI. Synthèses sur les différentes méthodes D'évaluation de la biodégradabilité des polymères à base de ressources renouvelables, Université Claude Bernard Lyon 1 (2014).
- [12] L. Avérous. Les systèmes multiphasiques biodégradables à base d'amidon plastifié : une revue. Revue des sciences des macromolécules, partie C : Revues sur les polymères (2004).
- [13] I. Vroman, L. Tighzert. Biodegradable polymers. Materials (2009).
- [14] A. BETANCOURT. Analyse extraction et récupération de poly-3-hydroxybutyrate présent dans la biomasse, Université du Québec à Montréal (2008).
- [15] P. Ma, D.G. Hristova-Bogaerds, P.J. Lemstra, Y. Zhang, S. Wang, Toughening of PHBV/PBS and PHB/PBS blends via in situ compatibilization using dicumyl peroxide as a free-radical grafting initiator, Macromol. Mater.

- [16] S. HUGUET. Application de classificateurs aux données d'émission acoustique: identification de la signature acoustique des mécanismes d'endommagement dans les composites à matrice polymère. Thèse de doctorat. Institut national des sciences appliquées de Lyon (2002).
- [17] E.J. JULES. Couplages entre propriétés thermiques. Réactivité chimique et viscosité des matériaux composites thermodurcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis diélectrique. ECOLE NATIONALE SUPERIEURE D'ARTS ET METIERS (2001).
- [18] I. KOP, O. Pierard, C. Gonzalez, J. Segurado, J. Lorca, I. Doghri, Micromechanics of elasto-plastic materials reinforced with ellipsoidal inclusions. International Journal of Solids and Structures 44, 6945-6962 (2007).
- [19] JR. Durand, et C. Lévêque. Flore et Faune aquatiques de l'Afrique Sahélo Soudanienne. (1980).
- [20] J.M. Kornprobst, Substances naturelles d'origine marine : chimio diversité. Pharmacodiversité. Bio inséparables.Ed : Tec et Doc Lavoisier. 1830 (2005).
- [21] T. Memory, Biologie Module I, Diversité des algues et des plantes, 45 (2006).
- [22] G. Lardiere, Etude structural des polysacharides pariétaux de l'algue rouge *Asparagopsis armata* .université de Bretagne occidentale (2004).
- [23] H. Jung, J. Jong Ki, H. Sung, P. Dong, J.S, Young-Kwon. Removal charéctérestics of copper by marines macro-algae-derived chars .Chemical engineering journal. 205-211 (2013).
- [24] H. Balusson. Ulves Valorisation Nutrition Santé (ULVANS). Présentation Gen2Bio Lorient (2012).
- [25] FAO. Annuaire statistique des pêches et de l'aquaculture 2008.Service des statistiques et de l'information du département des pêches et d'aquaculture. Rome, 72 (2010).
- [26] T.A. Bastide. Savoir-faire ancien et exploitation des algues en Bretagne.Ed FRCIVAM.Bretagne.17 (2006).
- [27] M. Haddadi. Étude numérique avec comparaison expérimental des propriétés thermoplastique des matériaux composites à matrice polymère, université Al Hadj Lakhdar, Batna (2011).
- [28] N. Boubegra. Dégradation photocatalytique d'un micro polluant par le dioxyde de titane (2017).
- [29] J.M. Herrmann. Heterogeneous Photocatalysis: fundamentals and applications to the removal of various types of aqueous pollutants (1999).

- [30] A. Fasla. Synthèse physico-chimie de copolymères hydrogels. Université d'Oran Essénia (2010).
- [31] B. Latifa. Modélisation moléculaire des copolymères. PMMA-PS: USTO MB (2012).
- [32] A.M. BOUCKOULGK. Étude de la décoloration de bleu de methylene en milieu aqueux. L'Université Badji Mokhtar Annaba (2018).
- [33] J.J. Lefrère. Transfusion sanguine: Une approche sécuritaire. JhonLibbeyEurotext. (2000).
- [34] P. Barriot, V. Danel. Intoxications aiguës en réanimation. S.I. Groupe liaisons S.A. 2ème édition (1999).
- [35] M. Rafatullaha, O. Sulaimana, A Ahmad, R.Hashima. Adsorption of methylene blue on low-cost adsorbents. s.l: A review; J. Hazard. Mater, 177: 70–80 (2010).
- [36] L.W. Low, T.T. Teng, M. Rafatullah, N. Morad, B. Azahari, Adsorption studies of methylene blue and malachite green from aqueous solutions by pretreated lignocellulosic Materials Science. Technol., 48: 1688-1698 (2013).
- [37] T. Uddin, A. Islam Mahmud, S. Rukanuzzaman, Adsorptive removal of methylene blue by tea waste. Journal of Hazardous Materials, 164, 53-60 (2009).
- [38] L. Klaai, D. Hammiche. Adsorption of methylene blue dyes in aqueous medium by Polylactic Acid/Olive Husk flours biocomposites. Biopolymer Applications Journal, 4(1), 01-04 (2024).
- [39] F. Liu, R. Jamal, Y. Wang, M. Wang, L. Yang, T. Abdiryim. Photodegradation of methylene blue by photocatalyst of D-A-D type polymer/functionalized multi-walled carbon nanotubes composite Under visible-light irradiation. Chemosphere, 168, 1669-1676 (2017).

Chapitre II :

Matériels et méthodes

Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

Matériels et méthodes

Ce chapitre présente les matériaux utilisés, les techniques de mise en œuvre et de caractérisations ainsi que le protocole expérimental de la photocatalyse.

II Matériaux utilisés

II.1 Matrice

II.1.1 Polypropylène

Le grade commercial de polypropylène ISPLEN PP 040 C1E, fourni par REPSOL, avec un indice de fluidité de 3,0 g/10 min et une température de fusion à 230 °C, a été utilisé comme matrice.

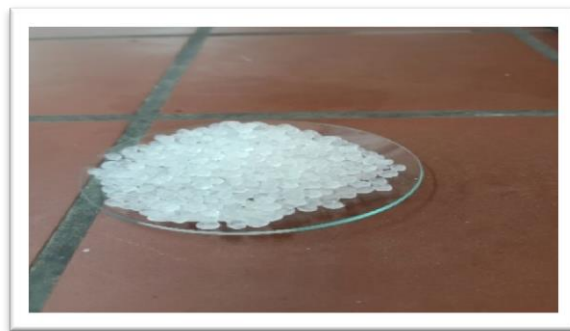


Figure II.1 : Granulés du PP vierge

II.1.2 PHBV

La société « Tianah Biological Materials Co. LTD (chine) » a fourni le copolymère PHBV utilisé dans ce travail. Avec un rapport molaire de 92 :8(HB : HV), il a été commercialisé sous forme de granulés sous le nom ENMAT Y1000P.



Figure II.2 : Granulés du PHBV vierge

II.2 Renfort

II.2.1 Farine d'algue brune

Les algues marines ont été collectées sur les rochers d'AIN BINIANE, Alger. Elles ont d'abord été lavées à l'eau distillée pour éliminer la poussière et autres impuretés, puis séchées à température ambiante pendant environ une semaine. Ensuite, elles ont été séchées dans une

Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

étuve à 40 °C pendant environ 48 heures et stockées dans des contenants hermétiques. Afin d'obtenir la farine d'algues, elles ont été finement fractionnées dans un moulin (Restsch ZM200) avec un rotor ultra-centrifuge à grande vitesse, puis tamisées à l'aide d'un tamis de 0,02 µm. Le méthanol utilisé était pur à 99%, acheté auprès de la société Changshu Yangyuan Chemical Company (Jiansu, Chine).



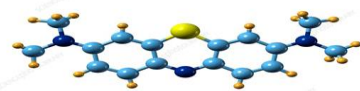
Figure II.3 : Farine d'algue

II.3 Le colorant

II.3.1 Bleu de méthylène

Le colorant étudié dans ce travail était le bleu de méthylène (MB : $C_{16}H_{18}N_3SCl$), ses propriétés physico-chimiques sont détaillées dans le Tableau 1.

Tableau II.1 : Propriétés physico-chimiques de Bleu de méthylène

colorant	Bleu de méthylène
Structure	$C_{16}H_{18}N_3SCl$
Formule chimique	
La Masse molaire (g/mole)	319.85
Longueur d'onde maximal λ_{max} (nm)	664

II.4 Elaboration du matériau composite et biocomposite

Le processus de préparation du composite est le suivant : les quantités nécessaires de matières premières, telles que le PP, PHBV et la charge (10 % de farine d'algue), ont été chargées dans l'extrudeuse. Le mélange a été effectué à l'aide d'une extrudeuse à double vis avec une vitesse de rotor de 80 tr/min ; et la température de l'opération d'extrusion a été maintenue dans la plage de 190 à 230 °C. Le produit extrudé a ensuite été coupé en granulés et séché à température ambiante. Ensuite, les granulés ont été passés dans une machine de moulage par injection (Japan Steel Works, Inde) réglée à 190-210 °C, 100 tr/min et une pression de maintien de 300 bars. Les granulés ont été moulés en formes conventionnelles et refroidis à température ambiante pour les tests et la caractérisation.

II.5 Techniques de caractérisation

II.5.1 Caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est l'une des méthodes les plus utilisées pour l'analyse qualitative et quantitative des matières. A été utilisée afin d'identifier les groupes fonctionnels présent dans les échantillons analysés. Cette technique repose sur l'absorption du rayonnement infrarouge par les liaisons chimiques, ces caractéristiques des différentes fonctions chimiques. Le spectre obtenu fourni ainsi une « empreinte » moléculaire de l'échantillon. . L'obtention des spectres FT-IR a été réalisée en utilisant un spectromètre JASCO-IR, piloté par un ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution de 4 cm^{-1} et dans la région $4000\text{ à }400\text{ cm}^{-1}$. L'analyse est faite sur des échantillons sous forme de films, ainsi qu'une pastille (pour la charge sous forme de poudre) mélange avec 80% de KBr de poudre pressée sous une pression de 60 KN à 70 KN pendant 3 minutes.



Figure II.4 : Machine spectroscopique FTIR

II.5.2 Microscopie optique

Le microscope optique est une technique couramment utilisée pour observer la morphologie des matériaux à l'échelle microscopique. Elle repose sur l'utilisation de la lumière visible d'un système de lentilles pour grossir l'image de l'échantillon observé.

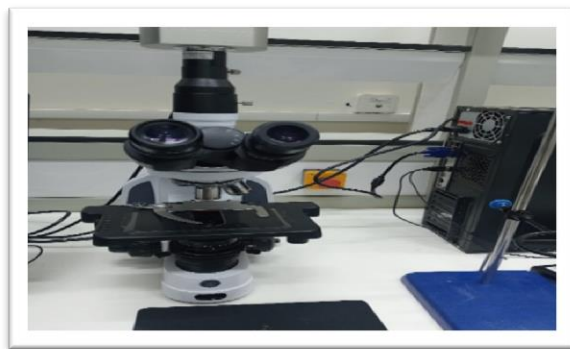


Figure II.5 : Microscope optique

Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

Cette méthode permet d'obtenir des informations sur la structure de surface, l'homogénéité, la distribution des phases, Ou encore la présence de défauts dans les matériaux. Les échantillons PP, PP/Farine d'algue, PHBV et PHBV/Farine d'algue ont été imagés par microscopie optique leica dcm8 version complète de la métrologie de surface 3d, les échantillons ont été placés au niveau de la fracture et les résultats ont été obtenus sous forme d'images.

II.5.3 La Diffraction des rayons X

Est une technique utilisée pour étudier la structure cristalline des matériaux. Elle permet d'identifier les phases cristallines présentes et d'évaluer le degré de cristallinité d'un échantillon. Le principe repose sur l'interaction des rayons X avec les plans atomiques d'un cristal. Lorsque les conditions de la loi de Bragg ($n\lambda=2d\sin\theta$) sont respectées, une diffraction constructive se produit, générant des pics caractéristiques sur le Diffractogramme. Chaque phase cristalline possède un motif de diffraction unique, ce qui permet de déterminer la nature du matériau ou les changements structuraux.

Où :

d: distance interfoliaire;

θ : angle d'incidence des rayons X;

λ : longueur d'onde de rayons X;

n: nombre entier positif, appelé ordre de diffraction.



Figure II.6 : Machine de DRX

II.5.4 Analyse thermogravimétriques (ATG)

La décomposition thermique des formulations analysées a été enregistrée dans une plage de température 25-700 °C à une vitesse de chauffage de 10°C/min, sous un flux d'azote à l'aide de l'appareil SETARAM TGDTA92. L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une méthode

Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

D'analyse thermique qui permet de suivre la variation de la masse d'un échantillon en fonction de la température. Une telle analyse suppose une bonne précision pour les trois mesures : masse, température et variation de température. Comme les courbes de variations de masse sont souvent similaires, il faut souvent réaliser des traitements de ces courbes afin de pouvoir les interpréter. La dérivée de ces courbes montre à quels points ces variations sont les plus importantes. L'ATG est souvent employée dans la recherche et les essais pour déterminer les caractéristiques de matériaux tels que les polymères, pour estimer la cinétique d'oxydation en corrosion à haute température, pour déterminer les températures de dégradation, l'humidité absorbée par le matériau, la quantité en composés organiques et inorganiques d'un matériau, le point de décomposition d'un explosif et des résidus de solvants.



Figure II.7 : Appareil d'Analyse ATG/DTG

II.5.5 Spectrophotométrie UV-visible

Dans cette étude, les mesures de spectrophotométrie UV et visible ont été réalisées à l'aide d'un spectrophotomètre SpectroScan 50 UV-Vis.



Figure II.8 : Spectrophotométrie UV-visible

Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

Spectrophotomètre est un instrument utilisé pour mesurer l'absorbance d'une solution en fonction de la longueur d'onde en utilisant des cuves en quartz de 1cm de trajet optique contenant la solution à traiter.

L'absorbance est liée à la concentration de l'échantillon par la loi de Beer-Lambert :

$$A = \epsilon \cdot l \cdot c$$

- A : absorbance (sans unité).
- ϵ : coefficient d'absorption molaire ($\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$).
- l : longueur de la cuve (cm).
- C : concentration de la solution ($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$).

II.5.6 Essai de traction

Les propriétés en traction ont été mesurées à température ambiante conformément à la norme ASTM D638, à l'aide de la machine d'essai universelle Instron 5969 équipée d'un extensomètre vidéo sans contact SVE 2. La vitesse de déplacement de la traverse a été fixée à 5 mm/min, avec une cellule de charge de 50 KN. Pour chaque matériau, six éprouvettes différentes ont été soumises à des essais de traction, et les valeurs moyennes de la résistance à la traction et l'allongement à la rupture ont été calculées.

Les caractéristiques mécaniques des métaux jouent un rôle essentiel, car elles influencent à la fois leur comportement dans diverses applications industrielles. Le choix d'un matériau dépend donc de sa rigidité, sa dureté ou encore sa ductilité. Pour évaluer ces propriétés, les essais mécaniques sont indispensables.

II.5.7 Activité photocatalytique

L'activité photocatalytique du catalyseur a été évaluée par le suivi de la dégradation d'un polluant organique en solution aqueuse sous irradiation solaire (Figure II.9). Le bleu de méthylène a été choisi comme molécule modèle en raison de son utilisation courante dans l'industrie textile et de sa toxicité environnementale. La concentration initiale de la solution de bleu de méthylène était de 10 mg/L.



Figure II.9 : Exposition de la solution au soleil

Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

Pour chaque essai, 5 g d'échantillons photocatalytique (PP, PP/ Farine d'algue ou PHBV, PHBV/ Farine d'algue) ont été dispersés dans 1 L de la solution colorée. Le mélange a été placé dans un cristalliseur en verre et agité magnétiquement pendant 60 minutes afin d'atteindre un équilibre d'adsorption entre le colorant et le catalyseur. Cette étape garantit que toute diminution initiale de concentration est due à l'adsorption seule. Après cette période d'équilibrage, la solution a été exposée à la lumière solaire, marquant le début de la réaction photocatalytique. Des échantillons de 5 mL ont été prélevés à intervalles de temps réguliers au cours de l'irradiation. Les échantillons filtrés ont ensuite été analysés à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible afin de suivre l'évolution de la concentration du colorant.

Chapitre III :

Résultats et discussions

III Résultats et discussions

III.1 Diffraction des rayons X

III.1.1 Composite PHBV/Farine d'algue

La Figure III.1, présente les Diffractogramme de PHBV pur et PHBV/Farine d'algue :

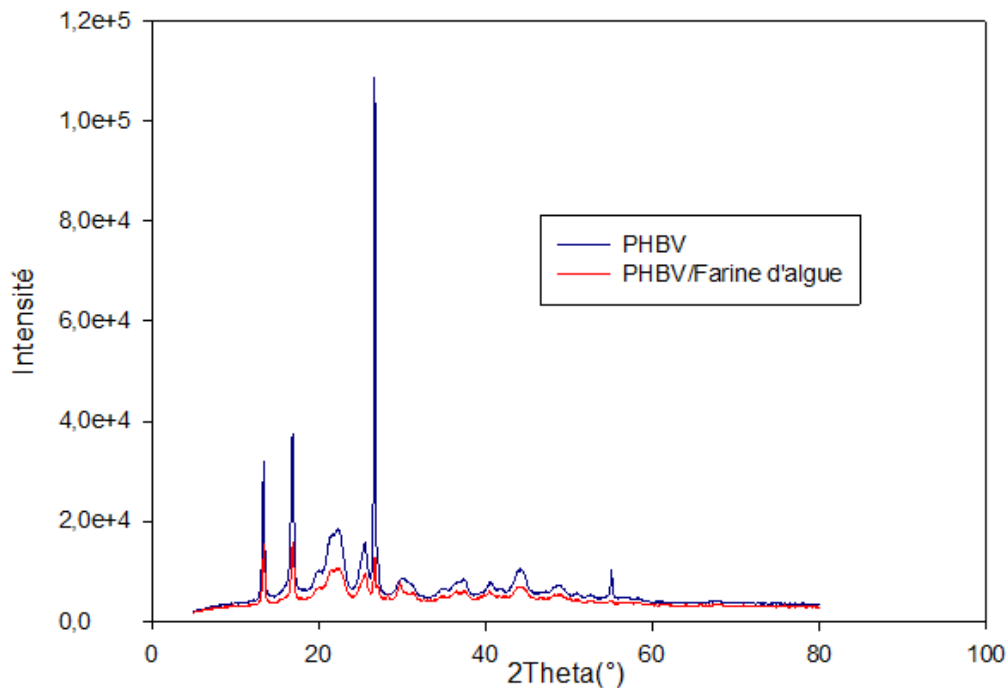


Figure III.1 : Diffractogramme de PHBV pur et PHBV/Farine d'algue

Le diagramme DRX de PHBV met en avant la présence d'une phase cristalline justifiée par la présence des pics aux angles 2θ : 13.5, 16.88, 22.6, 25.6, 26.75, 30.8, qui correspondent aux plans cristallographiques orthorhombiques (020), (110), (101), (111), (121), (002).

Les deux courbes présentent des pics intenses aux mêmes positions indiquant que la structure cristalline principale de PHBV est conservée après l'ajout de la farine des algues.

L'intensité des pics du PHBV/farine d'algue réduit par rapport au PHBV pur cela peut suggérer une diminution de cristallinité due à une perturbation du réseau cristallin du PHBV par l'ajout de la farine

On conclut que l'ajout de la farine des algues ne modifie pas la structure cristalline du PHBV mais entraîne une diminution de l'intensité des pics indiquant probablement une baisse de cristallinité.

Ces résultats sont cohérents avec les données de la littérature [1-3].

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1.2 Composite PP/Farine d'algue

La Figure III.2, présente les Diffractogramme de PP pur et PP/Farine d'algue :

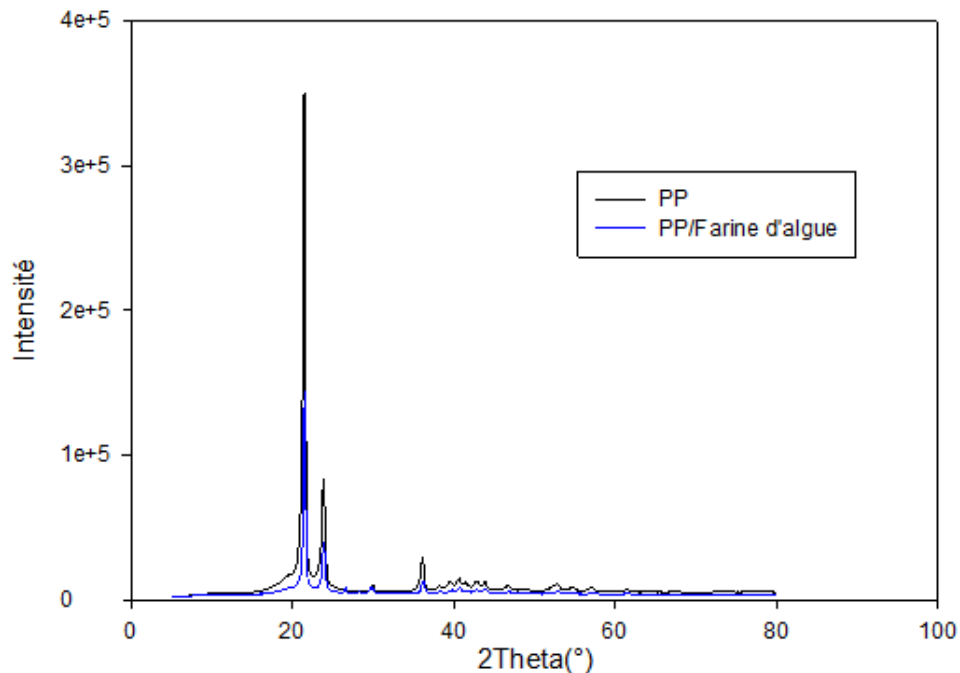


Figure III.2 : Diffractogramme de PP pur et PP/Farine d'algue

Le PP présente des pics de diffraction caractéristiques, situés à $2\theta=21^\circ$, 24° et 36° indiquant sa structure semi cristalline, Lors de l'ajout de la farine d'algues (PP/Farine d'algue) on remarque une diminution de l'intensité des pics suggère une réduction du degré de cristallinité cela peut s'expliquer par la mauvaise dispersion des particules d'algues dans la matrice polymère qui perturbe l'organisation des chaines macromoléculaires et limite la croissance des cristallites [4,5].

- ✓ L'effet des algues sur la cristallinité semble plus marqué dans le PP que dans le PHBV cette différence peut être expliquée par la nature chimique des deux polymères.

III.2 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

III.2.1 Farine d'algue

La structure de la farine d'algue est analysée en absorbance à partir des pastilles. La Figure ci-dessous présente le spectre IRTF de la farine d'algue.

Les spectres sont focalisés dans la région spectrale entre 4000 et 400 cm^{-1} . Chaque bande d'absorption qui apparaît sur les spectres correspond à une fonction ou groupement chimique [6].

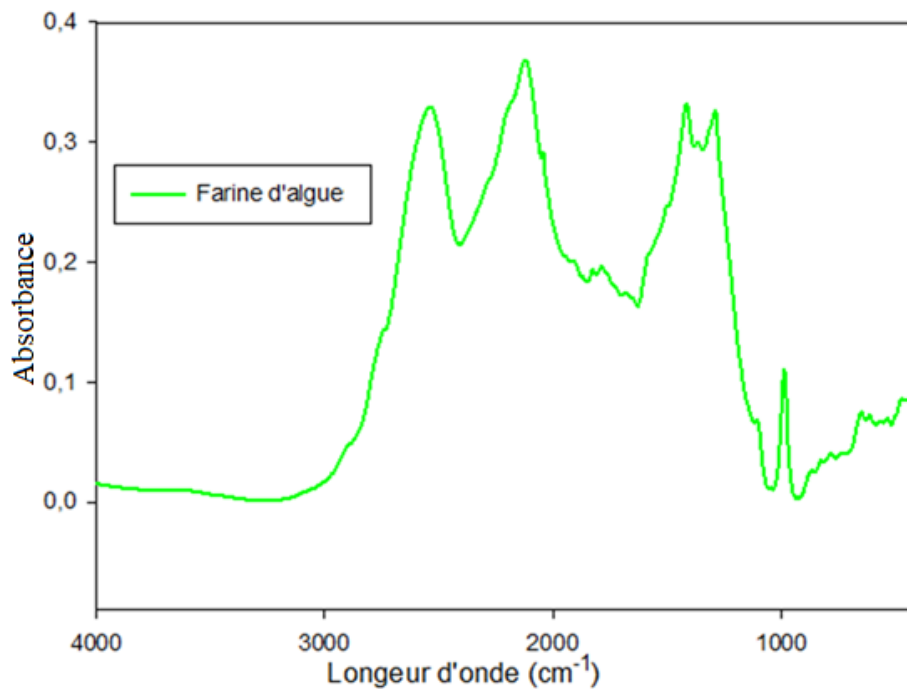


Figure III.3 : Spectre IRTF de la farine d'algue

- Des bandes entre 2524 cm^{-1} et 2101 cm^{-1} correspondent aux vibrations des liaisons C-H (présence de chaînes carbonées aliphatiques) [7].
- Un pic de 1601 cm^{-1} correspond aux vibrations des liaisons C=C [7].
- Un pic autour de 1403 cm^{-1} correspond à la déformation de liaison C-H [7].
- Un pic d 1284 cm^{-1} correspond aux vibrations des liaisons C-O [7].
- Une bande à $600\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ correspond aux vibrations des liaisons SI-O-SI (silicates minéraux) [7].

III.2.2 Composite PHBV/Farine d'algue

D'après les spectres FTIR du PHBV pur et PHBV/Farine d'algue, on peut distinguer les bandes suivantes :

- Un pic intense autour de 3400 cm^{-1} correspond aux vibrations O-H (alcools, acides carboxyliques) [8].
- Région $2800\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$: ces bandes sont liées aux vibrations des liaisons C-H présentent dans le polymère [9].
- Le pic autour de 1760 cm^{-1} caractéristique des groupes ester dans sa structure [10].
- Région $1470\text{-}1000\text{ cm}^{-1}$: ces bandes sont associées aux liaisons C-H et C-O du PHBV [9].
- Un pic autour de 510 cm^{-1} , correspond aux vibrations S-O [10].

Chapitre III : Résultats et discussion

Une semblance entre le PHBV et PHBV/Farine d'algue peut indiquer une interaction entre les algues et la matrice polymère.

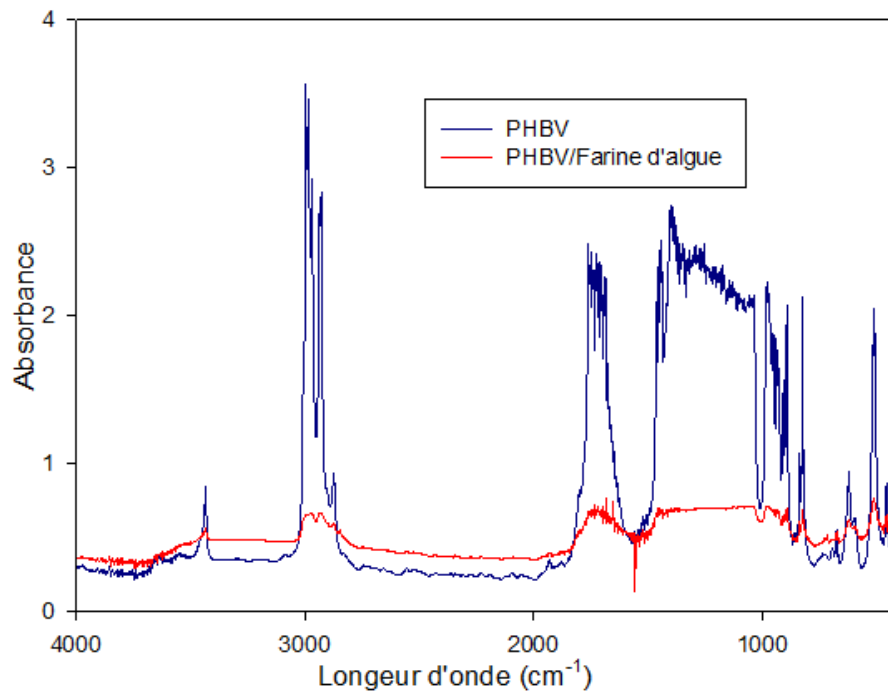


Figure III.4 : Spectre IRTF de PHBV pur et PHBV/ farine d'algue

III.2.3 Composite PP/Farine d'algue

D'après les spectres FTIR du PP pur et PP/Farine d'algue, on peut distinguer les bandes suivantes :

- A 3400 cm^{-1} : un pic indiquant la présence de groupes hydroxyles (-OH) issus des algues ce qui n'est pas présent dans le PP pur [11].
- Entre 2800 et 3000 cm^{-1} : ces bandes correspondent aux vibrations d'élongation des liaisons C-H caractéristique de la structure de polypropylène [11].
- A 1700 cm^{-1} : ce pic correspond aux vibrations d'élongations C=O (carbonyle) liés aux composants organiques des algues [12].
- Entre 1600 et 1400 cm^{-1} : cette bande associée aux vibrations de doubles liaisons C=C des composants insaturés [11].
- $1000\text{-}1100\text{ cm}^{-1}$: ces bandes d'absorptions liées aux vibrations des liaisons C-O typiques des polysaccharides confirmant la présence de composés issus des algues [12].
- 700 cm^{-1} : est attribuée aux vibrations de déformation des liaisons C-H des groupements CH_2 et CH_3 [12].

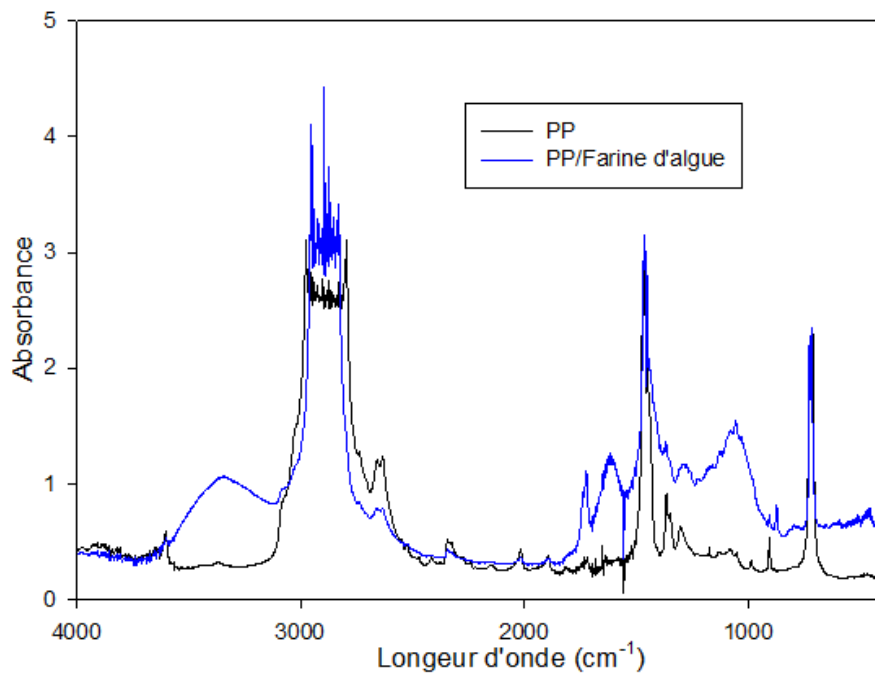


Figure III.5 : Spectre IRTF de PP pur et PP/ farine d'algue

La comparaison entre le spectre du PP pur et celui de PP chargé en algues montre l'apparition des nouvelles bandes notamment dans la région des hydroxyles (-OH) et des carbonyles (C=O) cela indique une mauvaise interaction entre la charge et la matrice polymère [13].

- ✓ L'ajout de la farine d'algues provoque des modifications sur plusieurs bandes du spectre. Cela pourrait affecter sur la structure et la cristallinité ce qui est confirmé par d'autres analyses comme DRX.

III.3 Microscope optique

Le microscope est un instrument optique permettant d'observer des objets très minces (qui peuvent être traversés par la lumière) en les grossissant. Les images ci-dessous présentent les résultats de microscope optique des différents échantillons.

Pour le PHBV et le PP pur : La surface semble lisse et homogène, ce qui indique que les chaînes polymères sont bien organisées [14].

PP avec la farine des algues : L'image montre une structure hétérogène avec des zones mal dispersées. Cette mauvaise intégration de la farine des algues dans la matrice polymère est due à une différence de nature chimique [15]. En effet, les algues étant très polaires, elles n'interagissent pas bien avec le PP, qui est totalement apolaire [16]. L'absence de liaisons chimiques entre ces deux composants entraîne une séparation de phases.

Chapitre III : Résultats et discussion

Pour le PHBV avec la Farine des algues : on observe moins de zones sombres et une surface plus homogène, ce qui montre une meilleure dispersion des algues. Cela peut s'expliquer par le caractère plus polaire du PHBV par rapport au polypropylène, donc il peut interagir plus facilement avec les groupes hydroxyles (-OH) très polaire, ce qui améliore l'adhésion entre la matrice et les charges [17].

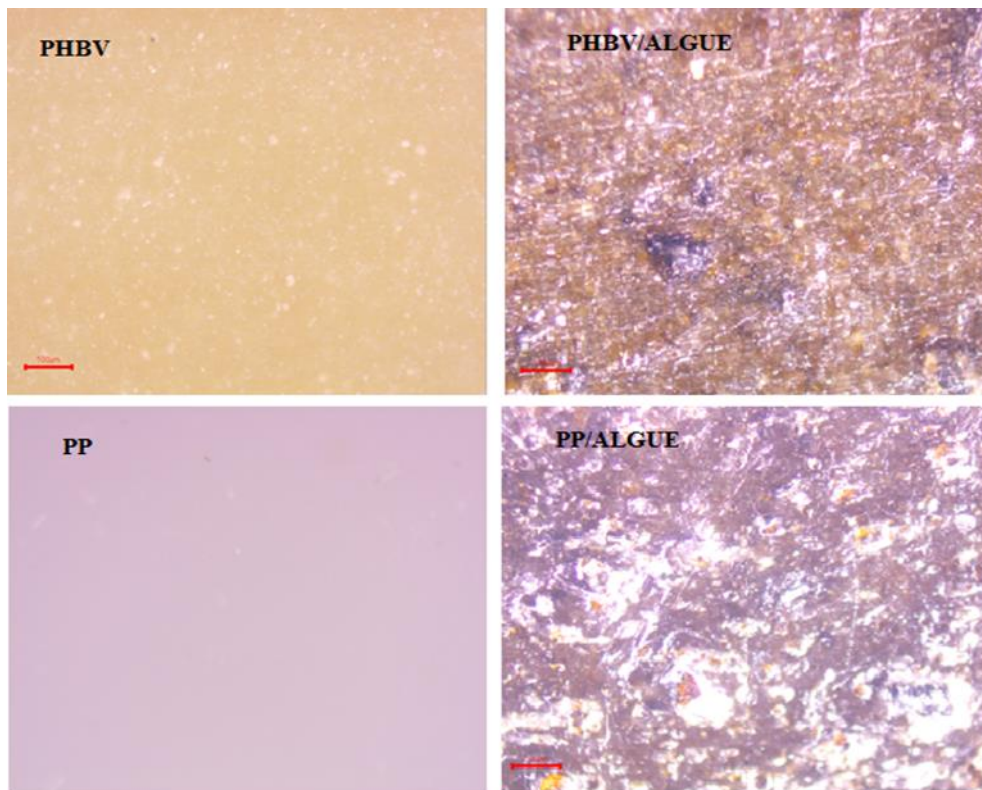


Figure III.6 : Résultats de microscope optique des différents échantillons

- ✓ La farine des algues semblent mieux dispersées dans le PHBV que dans le PP bien que la dispersion reste imparfaite dans les deux cas. Cette meilleur intégration dans le PHBV est due à sa légère polarité qui permet une interaction minimale avec la farine des algues par contre dans le PP la différence de polarité est trop grande ce qui empêche toute bonne intégration la farine des algues.

III.4 Test de traction

Les propriétés mécaniques des composites à matrice thermoplastiques comme le PHBV et PP dépendent de plusieurs facteurs, telles que la dispersion des fibres, la quantité d'air emmagasinée dans le composite durant le mélangeage.

Chapitre III : Résultats et discussion

III.4.1 Contrainte à la rupture

La contrainte à la rupture correspond à la rupture rapportée à la section de l'échantillon pendant la traction. Cette caractéristique est habituellement exprimée en (MPa). La résistance à la traction des composites à base d'une charge fibreuse dépend de la fibre, distribution, orientation et la force de liaison interrassiale avec la matrice.

Les histogrammes de la Figure III.7, illustrent l'évolution de la contrainte à la rupture du polymère avec et sans renfort.

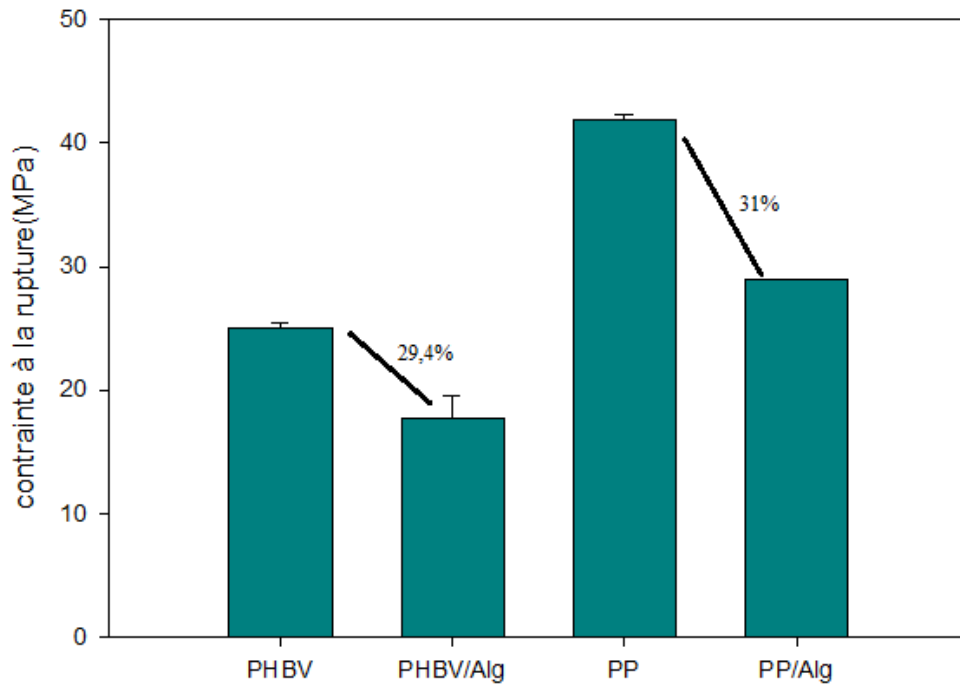


Figure III.7 : Evolution de la contrainte à la rupture des différents échantillons

Le polypropylène (PP) présente la contrainte à la rupture la plus élevée (28Mpa), ce qui signifie qu'il résiste mieux à la traction avant de se casser. Cette bonne résistance peut s'expliquer par la nature semi cristalline du PP, ainsi que par sa structure homogène qui permet une meilleure répartition des efforts mécaniques dans la matrice. Cela rend le matériau plus rigide et plus solide [18].

Le PP/Farine d'algue : on observe alors une baisse de la contrainte à la rupture (19 MPa), ce qui indique que l'ajout de la charge a affaibli les propriétés mécaniques du polymère. Cette diminution peut être due à une mauvaise dispersion des particules de la farine d'algue dans la matrice qui peut créer des zones de faiblesse, ce qui rend le matériau plus fragile [19].

Enfin, la contrainte du PHBV/Farine d'algue est de (17.7 MPa). Cela montre que l'ajout de la charge a réduit les performances mécaniques du PHBV. Cette diminution est liée à une

Chapitre III : Résultats et discussion

mauvaise dispersion de la farine des algues dans la matrice polymère ce qui limite le transfert des contraintes. [20,21].

La diminution de la contrainte est estimée de 29.4% et de 31% pour le PHBV/algue et PP/algue, respectivement. Cela signifie que la meilleure dispersion a eu lieu dans la matrice PHBV que dans la matrice PP. ce qui confirme les résultats des analyses en microscope optique.

III.4.2 Allongement à la rupture

L'allongement à la rupture est une caractéristique sans dimension des composites. Il correspond à la déformation de la zone utile atteinte à la contrainte maximale ou au seuil.

Les histogrammes de la Figure III.8, illustrent l'évolution de l'allongement à la force maximale en avec et sans la farine des algues.

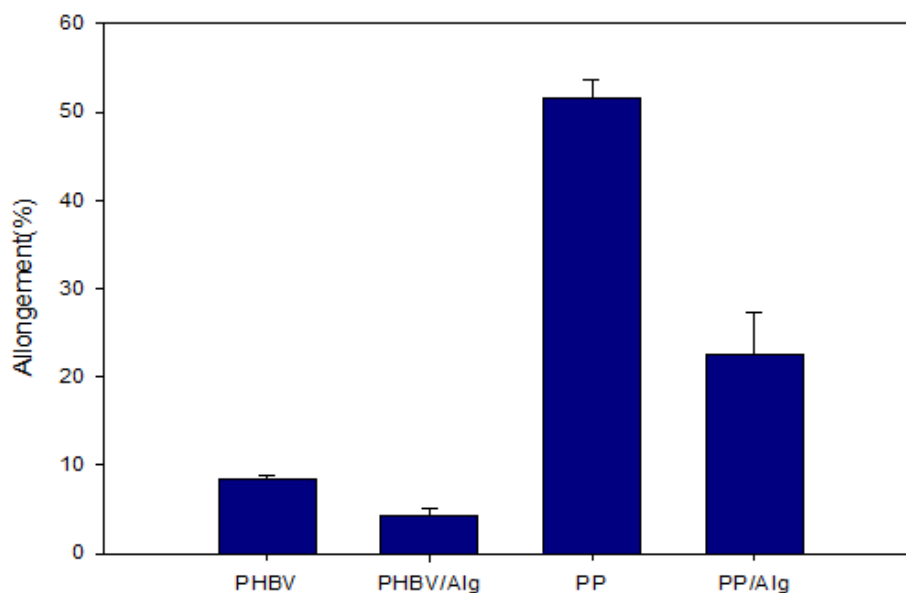


Figure III.8 : Evolution de l'allongement à la rupture des différents échantillons

Les résultats montrent que le PHBV pur a un faible allongement à la rupture ce qui signifie qu'il est rigide et cassant sous l'effet de la traction. Cela vient de sa structure cristalline qui empêche les chaînes polymères à se déplacer et de s'étirer avant de se rompre.

Avec l'ajout de la farine des algues l'allongement diminue plus encore, cela veut dire que le matériau devient plus rigide. Cette diminution est peut être causée par rigidité de la farine des algues.

Pour le PP son allongement est beaucoup plus élevé par rapport au PHBV pur ce qui montre qu'il est plus souple et qu'il peut mieux s'étirer avant de se casser. Cette flexibilité vient du fait que sa structure permet aux chaînes polymères de bouger sous l'effet de la traction.

Chapitre III : Résultats et discussion

En ajoutant de la farine des algues au PP, l'allongement diminue fortement ce qui rend le matériau plus rigide et moins résistant aux déformations. Cela s'explique principalement par la rigidité de la fibre et aussi la mauvaise dispersion de la farine des algues et par une interaction interfaciale médiocre entre la farine et la matrice.

Ces résultats sont cohérents avec ceux d'autres chercheurs, indiquant que l'ajout de charges à une matrice diminue la ductilité du matériau [22-24].

Ces observations confirment aussi la baisse de la contrainte à la rupture qu'on a vue précédemment.

III.5 Analyse thermogravimétrique

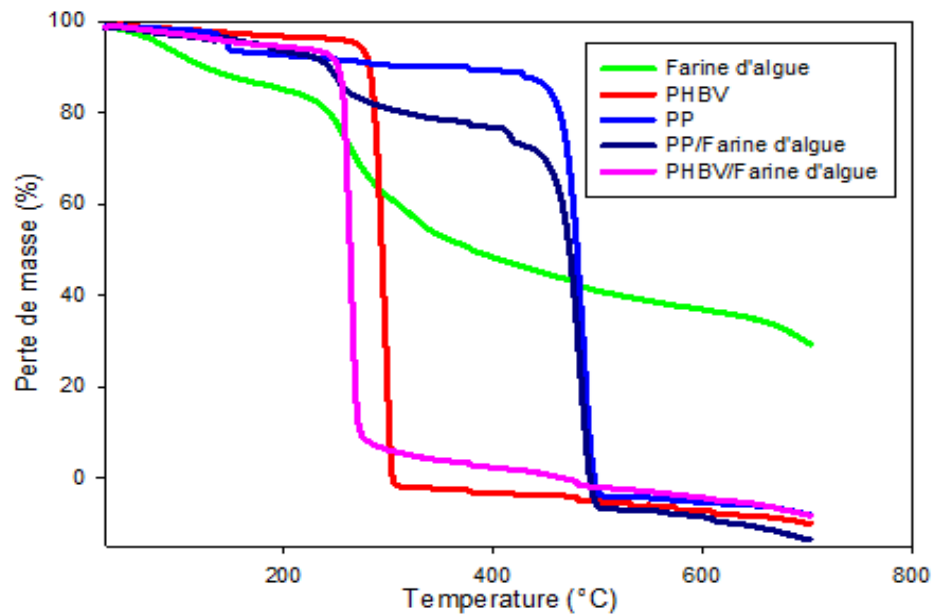


Figure III.9 : Thermogramme ATG des différents échantillons étudiés

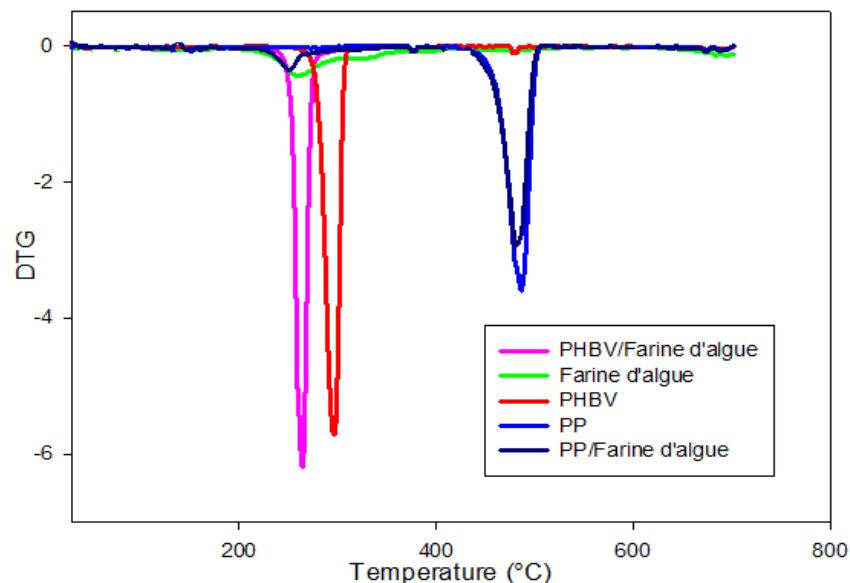


Figure III.10 : Thermogramme DTG des différents échantillons étudiés

Chapitre III : Résultats et discussion

La stabilité thermique des différents échantillons a été étudiée avec analyse thermique, et les résultats sont présentés dans les figures précédentes qui montrent également la perte de poids (DTG) par rapport aux courbes de température, qui fournit le taux auquel ces échantillons se décomposent.

Le premier graphique montre la perte de masse en fonction de la température pour différents matériaux :

- Pour le PHBV : la dégradation se produit en une seule étape autour de 270 °C.
- le PP présente une meilleure stabilité thermique avec un début de dégradation autour de 450 °C.
- La farine d'algue subit une dégradation progressive commençant dès 200 °C et s'étendant jusqu'à 400 °C ce qui est lié à la décomposition de leurs constituants organiques.
- PP/Farine d'algue : on remarque un léger décalage de la dégradation vers des températures plus basses, indiquant que l'ajout d'algues réduit la stabilité thermique du PP.
- PHBV/Farine d'algue : la température de dégradation diminue également légèrement.

La masse résiduelle est plus élevée pour les composites contenant des algues ce qui indique que ces charges ne se décomposent pas totalement [24].

Le deuxième graphe présente la DTG :

- PHBV pur : un pic net autour de 300 °C, indiquant une dégradation en une seule phase
- PP pur : un pic vers 450°C correspondant à sa dégradation thermique.
- PHBV/Farine d'algue : ce pic est légèrement décalée qui suggère une interaction entre la matrice et la charge.
- PP/Farine d'algue : un pic autour de 250°C correspond à la dégradation de la matière organique contenue dans les algues.

L'analyse ATG et DTG montre que l'ajout de la farine d'algue influence la stabilité thermique des polymères.

Tableau III.1 : Résultats d'analyse thermique

Nom	T _d 5% (°C)	T _d 10% (°C)	T _d 50% (°C)	T _{max} de décomposition (°C)
PHBV	271.11	279.26	295.33	305.39
PHBV/Farine d'algue	196.17	251.57	258.17	272.69
PP	145.9	365.8	479.4	498.5
PP/Farine d'algue	191.17	241.70	479.3	497.69

III.6 Photodégradation du bleu de méthylène

La photodégradation du bleu de méthylène (BM) sous irradiation UV constitue une méthode efficace pour évaluer les performances des matériaux composites en matière de dépollution. Dans cette étude, quatre types de matériaux ont été comparés : PP, PHBV, PP/farine d'algue et PHBV/farine d'algue. L'évolution de l'absorbance à 664 nm montre une diminution progressive pour tous les échantillons, indiquant la dégradation du colorant au fil du temps.

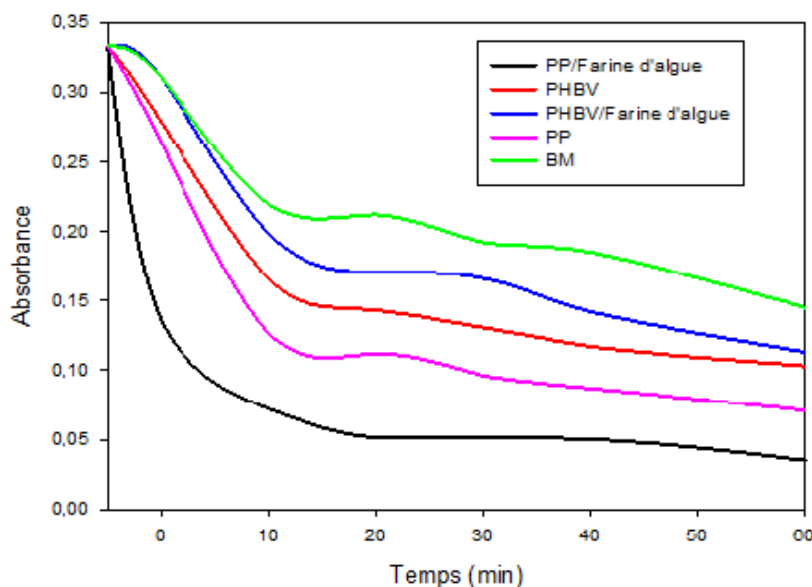


Figure III.11 : Profil d'absorbance du bleu de méthylène (BM) en fonction du temps

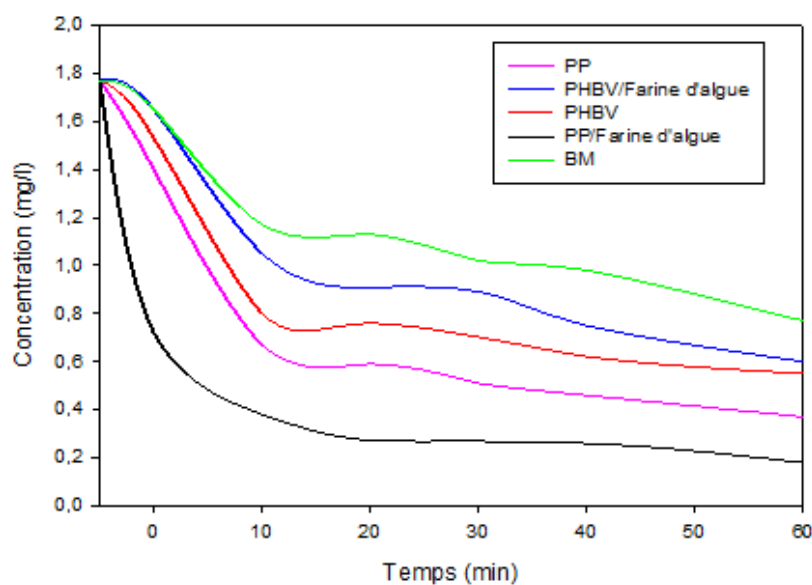


Figure III.12 : Profil de concentration du bleu de méthylène (BM) en fonction du temps

Chapitre III : Résultats et discussion

L'échantillon PHBV/farine d'algue s'est distingué par la plus grande efficacité de photodégradation, atteignant environ 90 % de réduction d'absorbance après 60 minutes. En comparaison :

- Le composite PP/farine d'algue a montré une dégradation de l'ordre de 75 %,
- Le polymère PHBV pur environ 60 %,
- Et le PP pur seulement 45 %.
- Tandis que la solution contenant uniquement le bleu de méthylène (BM) a montré une faible diminution de l'absorbance, autour de 20% après 60 minutes. Cette faible dégradation montre que le bleu de méthylène est faiblement dégradé seul.

Ces résultats indiquent clairement que l'ajout de farine d'algue améliore significativement la dégradation du BM, probablement grâce à une augmentation de la surface d'adsorption, et la présence de groupements fonctionnels actifs, à la fois sur les chaînes du PHBV et celui de la charge, favorisant les réactions de photodégradation. Cette efficacité accrue est cohérente avec les études précédentes ayant montré que des biopolymères naturels ou leurs dérivés peuvent servir d'agents photosensibles ou adsorbants efficaces [25–28].

Ces résultats renforcent l'intérêt de ces biocomposites pour les applications environnementales, notamment dans le traitement des eaux usées colorées.

La figure III.12 qui montre l'évolution de la concentration en fonction du temps confirme les résultats obtenus par absorbance. On constate que la concentration diminue progressivement avec le temps pour tous les échantillons contenant un polymère ou un composite, alors qu'elle reste relativement élevée pour la solution qui contient le Blue de méthylène seul.

Références

- [1] P. Saha. Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkalisteam Treatment. *Bioresource Technology*. 101, 3182–3187 (2010).
- [2] M.A. Sawpan. K.L. Piquekering et A. Fernyhough, Effect of various chemical treatments on the fiber structure and tensile properties of industria hemp fibers. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*. 42, 888–955 (2011).
- [3] D. Sedan. Etude des Interactions Physico-Chimiques aux Interfaces Fibres de Chanvre/Ciment. Influence sur les Propriétés Mécaniques du Composite. Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges, France, 129, (2007).
- [4] F. Rouabah, M. Ibos, L.A. Boudenne, C. Picard, D. Dadache, N. Haddaoui. Mechanical and thermal properties of polycarbonate Part II : Influence of titanium dioxide content and free quenching on pigmented Polycarbonate. *Journal of Applied Polymer Science*. 109, 1505-1514 (2008).
- [5] J.K. Verney, M.F.S. Lima, D.M. Lenz. Comparison of injection moulded, natural fibre-reinforced composites with PP and PLA as matrices. 11, 447–451 (2009).
- [6] I. Singh, P.K. Bajpal, D. Malik, A.K. Sharma, P. Kumar. Comparison of injection moulded, natural fibre reinforced composites with PP and PLA as matrices. *Akademeia*, 1, 1–6 (2011).
- [7] M.J.M. Ridzuan, M.S. Abdul Majid, M. Afendi, S.N. Aqmariah Kanafiah, J.M. Zahr, A.G. Gibson. Characterisation of natural cellulosic fibre from Pennisetum purpureum stem as potential reinforcement of polymer composites. *Materials and Design*. 89, 839–847 (2016).
- [8] N. Ayrlmis, A. Kaymakci, F. Ozdemir. Physical, mechanical, and thermal properties of polypropylene composites filled with walnut shell flour Physical. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 19, 908–914 (2013).
- [9] H. Imam, A. Barghini, I. Vassilka, and E. Chiellini. Poly-(ε- caprolactone) (PCL) and poly (hydroxy-butyrate) (PHB) blends containing seaweed fibers: morphology and thermal-mechanical properties. *Journal of polymer science: Part A*. 48, 5282–5288 (2010).

- [10] L. Danyadi, J. Moczo, and B. Pukanszky. Effect of various surface modifications of wood flour on the properties of PP/ wood composites, composites Part A. 199-204 (2014).
- [11] R. Poirier. Des données disponibles relatives aux dangers et à l'exploitation éventuelle à la baignade et la consommation touchées par des proliférations d'algue verte. Ed: Anses. France, 45 (2012).
- [12] Y. Xia, X. Zhao, L. Qun, M. Xiaomei, F. Quan, J. Wang. The preparation of alginate–AgNPs composite fiber with green approach and its antibacterial activity. Journal of Industrial and Engineering Chemistry. 24, 188–195 (2015).
- [13] H. Ku, H. Wang, N. Pattarachaiyakoo, M. Trada, A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites. Composites Part B. 42, 856–873 (2011).
- [14] A. N. Oumer, D. Bachtar. Modeling and experimental validation of tensile properties of sugar palm fiber reinforced high impact polystyrene composites. Fibers and Polymers. 15, 334-339 (2014).
- [15] C. Fragassa, C. Santulli, A. Pavlović. Improving performance and applicability of green composite materials by hybridization. Contemporary Materials. 35-43 (2015).
- [16] R. Shahroze, M. Chandrasekar, K. Senthilkumar, T. Senthilmuthukumar, M.R. Ishak, M.R.M Asyraf. A review on the various fibre treatment techniques used for the fibre surface modification of the sugar palm fibres. Proceedings of the Seminar Enau Kebangsaan. 48-52 (2019).
- [17] Y. Yu, Z. Jiang, Fei B, Wang G, Wang H. An improved micro tensile technique for mechanical characterisation of short plant fibers: a case study on bamboo fibers. Journal of Materials Science. 46, 739-46 (2011).
- [18] T S M. Kumar. Influence of Fillers on the Thermal and Mechanical Properties of Biocomposites: An Overview. Biofibers and Biopolymers for Biocomposites. 111-133 (2020).
- [19] D. Jun, Z. Guomin, P. Mingzhu, Z. Leilei, L. Dagang, Z. Rui. Crystallization and Mechanical Properties of Reinforced PHBV Composites Using Melt Compounding: Effect of CNCs and CNFs. Carbohydrate Polymers. 168, 255–262 (2017).

- [20] A.P.B. Silva, L.S. Montagna, F.R. Passador, M.C. Rezende, A.P. Lemes. Biodegradable Nanocomposites Based on PLA/PHBV Blend Reinforced with Carbon Nanotubes with Potential for Electrical and Electromagnetic Applications. *Express Polymer Letters*. 15, 987–1003 (2021).
- [21] A. Espert, F. Vilaplana, S. Karlsson. Comparison of Water Absorption in Natural Cellulosic Fibres from Wood and One-Year Crops in Polypropylene Composites and Its Influence on Their Mechanical Properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 35 ,1267–1276 (2004).
- [22] L. Jiang, F. Chen, J. Qian, J. Huang, M. Wolcott, L. Liu, J. Zhang. Reinforcing and toughening effects of bamboo pulp fiber on poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) fiber composites. *Industrial & Engineering Chemistry Research*. 49, 572–577 (2009)
- [23] S. Luo, A.N. Netravali. Mechanical and thermal properties of environment-friendly “green” composites made from pineapple leaf fibers and poly (hydroxybutyrate-co-valerate) resin. *Polymer Composites*. 20, 367–378 (1999).
- [24] E. Ferreira, F.C. Agnelli, J.A. Marconcini, J.M. Mattoso, L.H. Rosa, M.F. Water uptake. Water solubility, mechanical and morphological properties of corn gluten meal and poly (hydroxybutyrate-co-hydroxyvalerate) composites reinforced with green coconut fibers. *Polímeros*. 23, 807–813 (2013).
- [25] L. Klaai, D. Hammiche, Green composites: Adsorption of methylene blue dyes in aqueous medium by Polylactic Acid/olive Husk flours biocomposites. *Biopolymer Applications Journal* (2800-1729), 4:1, 01-04 (2025).
- [26] Y. Ammari, K. Elatmani, S. Qourzal, I. Bakas, E. Ejakouk, Y. Ait-Ichou. Kinetic study of the photocatalytic degradation of methylene blue dye in the presence of titanium dioxide (TiO₂), in aqueous suspension. *Journal of Materials and Environmental Science*. 7 (2), 671-678 (2016).
- [27] F. Sakr, A. Sennaoui, M. Elouardi, M. Tamimi, A. Assabbane, Etude de l’adsorption du bleu de méthylène sur un biomatériau à base de Cactus *Journal of Materials and Environmental Science*, 6(2): 397-406 (2015).
- [28] A. Kassale, K. Barouni, M. Bazzaoui, A. Albourine. Kinetics and Modeling of the adsorption of methylene blue by the grafted cotton. *Journal of Chemical. Biological and Physical Sciences*, 5(2): 1205-1216 (2015)

Conclusion générale

Conclusion générale

Les matériaux composites ont un intérêt croissant en raison de leurs nombreuses propriétés avantageuses, telles qu'une bonne résistance mécanique et chimique, une légèreté notable, une réduction des besoins en maintenance, ainsi qu'une grande liberté de conception. Ces matériaux permettent notamment d'accroître la durabilité des équipements, tout en contribuant à une démarche plus respectueuse de l'environnement.

Ce travail consiste à élaborer et analyser des matériaux composites constitués de polymères thermoplastiques (PHBV et PP), renforcés par de la farine d'algue, un déchet organique issu de la biomasse marine. Cette approche vise à valoriser des ressources naturelles renouvelables dans une optique de développement durable. Les résultats obtenus à travers diverses techniques de caractérisation (DRX, FTIR, ATG, tests mécaniques, UV, microscopie optique) ont permis de mettre en évidence les effets de l'incorporation de la farine d'algue sur les propriétés mécaniques, structurales, thermiques et environnementales des composites.

Sur le plan mécanique, l'ajout de la farine d'algue a conduit à une amélioration notable de la rigidité des matériaux. Cependant, cette amélioration s'est accompagnée d'une diminution de la résistance à la traction et de l'allongement à la rupture, traduisant un compromis entre rigidité et ductilité. Cette tendance est davantage marquée dans la matrice PP que dans le PHBV, en raison de la mauvaise interaction entre cette matrice non polaire et la charge hydrophile.

D'un point de vue morphologique et structural, les résultats montrent une meilleure dispersion de la charge dans la matrice PHBV, grâce à une interaction plus favorable entre la charge et la matrice légèrement polaire. Dans les deux cas, la présence de la farine d'algue a induit une diminution de la cristallinité, sans toutefois modifier fondamentalement la structure cristalline du PHBV.

Les tests thermiques ont révélé une diminution de la température de début de décomposition des composites, mais une amélioration de la vitesse de dégradation des composites PP/algue indiquant ainsi que la charge ralentit la dégradation du composites.

Enfin, l'aspect environnemental de ce travail a montré des résultats prometteurs. Le composite PHBV/farine d'algue a démontré une capacité remarquable à dégrader le bleu de méthylène sous rayonnement solaire, atteignant 90 % d'élimination en seulement 60 minutes.

Conclusion générale

Ce comportement souligne le potentiel photocatalytique du matériau pour des applications dans le domaine du traitement et de la dépollution des eaux.

Résumé

Dans un contexte où le développement durable devient une priorité, ce travail vise à élaborer des matériaux composites innovants et respectueux de l'environnement. Il s'agit de développer des composites et biocomposites à base de polymères thermoplastiques (PP et PHBV), renforcés par de la farine d'algue, un déchet organique issu de la biomasse marine. L'objectif est de valoriser des ressources naturelles tout en répondant à des besoins techniques et environnementaux actuels.

Les résultats ont montré que l'ajout de farine d'algue améliore la rigidité des matériaux, avec une interaction plus favorable dans la matrice PHBV que dans le PP. Sur le plan thermique, les composites présentent une amélioration dans la vitesse de dégradation, et d'un point de vue environnemental, le composite PHBV/farine d'algue a montré une capacité remarquable à dégrader le bleu de méthylène (90%) sous lumière solaire en 60 minutes. Ce travail met ainsi en évidence le potentiel de ces matériaux pour des applications dans le traitement des eaux et la réduction de l'impact environnemental, en alliant performance technique et éco responsabilité.

Mots clés : matériaux composites, polypropylène, polyhydroxybutyrate-co-valérate(PHBV), caractérisations, photodégradation, bleu de méthylène.

Abstract

In a context where sustainable development is becoming a growing priority, this work aims to develop innovative and environmentally friendly composite materials. The study focuses on thermoplastic polymer-based composites — polypropylene (PP) and poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) (PHBV) — reinforced with seaweed flour, an organic waste derived from marine biomass. The objective is twofold: to valorize underutilized natural resources and to design high-performance materials that meet current technical and environmental challenges. The results show that the addition of seaweed flour significantly enhances the stiffness of the composites, with better compatibility observed in the PHBV matrix compared to PP. Thermally, the composites exhibit improved degradation rates, indicating more favorable biodegradability.

Moreover, the PHBV/seaweed flour composite demonstrated a remarkable ability to degrade methylene blue — up to 90% under sunlight exposure in just 60 minutes. Highlighting its potential for environmental applications, particularly in water treatment. This study thus emphasizes the potential of these biocomposites to combine technical performance with ecological responsibility, paving the way for new sustainable solutions in the field of materials science.

الملخص

في سياق أصبح فيه التنمية المستدامة أولوية، يهدف هذا العمل إلى تطوير مواد مركبة مبتكرة وصديقة للبيئة. يتمثل الهدف في تطوير مركبات وببوكومبوزيتات تعتمد على البوليمرات الحرارية (PP) و (PHBV)، مدعمة بدقيق الطحالب، وهو نفاية عضوية مستخلصة من الكتلة الحيوية البحرية. والغاية من ذلك هي تأمين الموارد الطبيعية مع تلبية الحاجيات التقنية والبيئية المعاصرة.

أظهرت النتائج أن إضافة دقيق الطحالب يحسن من صلابة المواد، مع تفاعل أكثر ملاءمة داخل مصفوفة PHBV مقارنة بـ PP. من الناحية الحرارية، أظهرت المركبات تحسناً في سرعة التحلل، أما من الناحية البيئية، فقد أظهر المركب PHBV/دقيق الطحالب قدرة ملحوظة على تحلل أزرق الميثيلين بنسبة 90% تحت ضوء الشمس خلال 60 دقيقة. يبرز هذا العمل بالتالي الإمكانيات الكبيرة لهذه المواد في مجالات معالجة المياه وتقليل الأثر البيئي، من خلال الجمع بين الأداء التقني والمسؤولية البيئية.

الكلمات المفتاحية: المواد المركبة، البولي بروبيلين، بولي هيدروكسي بيوتيرات-كو-فاليرات (PHBV)، التوصيفات، التحلل الضوئي، أزرق الميثيلين.