



# Université de Bejaia–Université de Bretagne Sud 10 années de collaboration scientifique Bilan et Perspectives

Mustapha Kaci

Laboratoire des Matériaux Polymères Avancés (LMPA), Université Abderrahmane Mira,  
Bejaia 06000, Algérie



## SUPPORT FINANCIER

- ❑ Programme CMEP-TASSILI : 2007-2010 -N° 07 MDU 707  
2012-2015 - N° 12 MDU 871
- ❑ Programme Profas B+: 2015



## AXES DE RECHERCHE

- Matériaux Polymères et Biomatériaux
- Valorisation des Charges Naturelles Locales
  - Durabilité

## RETROSPECTIVE: 1ère VISITE DU Pr YVES GROHENS A L'UNIVERSITE DE BEJAIA EN JUIN 2006



Juin 2006–Campus de Targa–Ouzemmour–Université de Bejaia. Pr Yves Grohens avec Dr Chérifa Remili (Centre) et Dr Naima Touati (droite). Début d'une longue collaboration....

### Juin 2006

- ❑ Signature d'une convention cadre de coopération scientifique entre l'Université de Bejaia et l'Université de Bretagne Sud.

### Octobre 2006

- ❑ Signature de 02 conventions de cotutelle internationale de thèse entre l'Université de Bejaia et l'Université de Bretagne Sud.

Projet CMEP–Tassili: N°07 MDU 707 agréé pour 04 ans (2007 – 2010)

**Intitulé du projet:** Effets combinés de cycles d'extrusion répétés et de la thermo-oxydation sur le recyclage de nanocomposites à matrice thermoplastique et à renforts d'argile

**Responsables du projet:** Pr Mustapha Kaci – Université de Bejaia  
Pr Yves Grohens – Université de Bretagne Sud



**Aboutissement de 03 cotutelles internationales de thèse sur les thèmes:**

1. Effets de la photo-oxydation, de l'irradiation gamma et du recyclage sur les propriétés de nanocomposites polypropylène/Cloisite 15A
2. Elaboration, caractérisation et durabilité de nanocomposites polystyrène/Cloisite 15A
3. Effet de la photo-oxydation et de la biodégradation sur la structure et les propriétés physico-mécaniques de nanocomposites polylactide/Cloisite 30B

## Projet CMEP–Tassili: N°07 MDU 707 agréé pour 04 ans (2007 – 2010)

- ❑ Implication directe de 10 chercheurs dont 06 algériens et 04 français.
  
- ❑ Mobilité des chercheurs:
  - France – Algérie: 06 totalisant un séjour de 60 jours
  - Algérie – France: 13 totalisant un séjour de 839 jours
  
- ❑ Coût approximatif du projet: 1 4400 € (billets d'avion Algérie–France non inclus)
  
- ❑ Bilan scientifique:
  - Publications internationales: 08
  - Communications dans des conférences nationales et internationales: 20
  - Cotutelles de thèse internationales soutenues: 03

## Projet CMEP–Tassili: N°12 MDU 871 agréé pour 04 ans (2012 – 2015)

**Intitulé du projet:** Matériaux Nanobiocomposites : Elaboration, Relations Structures/Propriétés et Application en Emballage Alimentaire.

**Responsables du projet:** Dr Aida Benhamida – Université de Bejaia  
Pr Stéphane Bruzaud – Université de Bretagne Sud



### Aboutissement de 03 cotutelles de thèse internationales sur les thèmes:

1. Etude de mélanges biopolymères à base de polyhydroxyalcanoates (PHA) et de polylactide (PLA).
2. Etude des propriétés thermiques et de la morphologie des nanobiopolymères à base de polyacide lactique: Effet de la composition et de la nature de la nanocharge.
3. Etude de la morphologie et des propriétés de biocomposites poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate) (PHBV)/farine de grignons d'olive.

**01 cotutelle de thèse internationale en voie de finalisation intitulée:** Etude des mélanges PHBV/PBS et des mélanges hybrides PHBV/PBS/Sépiolite : Préparation, caractérisation physico-mécanique et durabilité.

## Projet CMEP–Tassili: N°12 MDU 871 agréé pour 04 ans (2012 – 2015)

- ❑ Implication directe de 10 chercheurs dont 08 algériens et 06 français.
  
- ❑ Mobilité des chercheurs:
  - France – Algérie: 04 totalisant un séjour de 24 jours
  - Algérie – France: 20 totalisant un séjour de 551 jours
  
- ❑ Coût approximatif du projet: 25000 € (billets d'avion Algérie–France non inclus).
  
- ❑ Bilan scientifique:
  - Publications internationales: 21
  - Communications dans des conférences nationales et internationales: 28
  - Cotutelles de thèse internationales soutenues: 03
  - Cotutelles de thèse internationales en cours: 01

## Exemple d'un Thème de Recherche en Partenariat entre l'UB et l'UBS: Matériaux Biocomposites

### Grignons d'olive: Une charge lignocellulosique à fort potentiel!



Olives

Après extraction de l'huile



Grignons d'olive

#### Composition:

- ❖ Huiles alimentaires
- ❖ Cellulose
- ❖ Matière azotée

Grignons d'olive? Des sous-produits du processus d'extraction de l'huile d'olive renfermant la coque du noyau réduite en morceaux, la peau et la pulpe broyée de l'olive et une certaine quantité d'eau.

Composition chimique du grignon d'olive de la région de Bejaia (Algérie) en % massique\*:

Cellulose:  $39,00 \pm 0,50$

Hemicellulose:  $29,43 \pm 0,52$

Lignine:  $20,52 \pm 0,40$

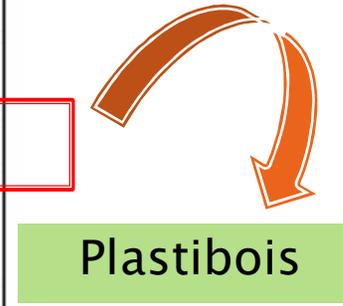
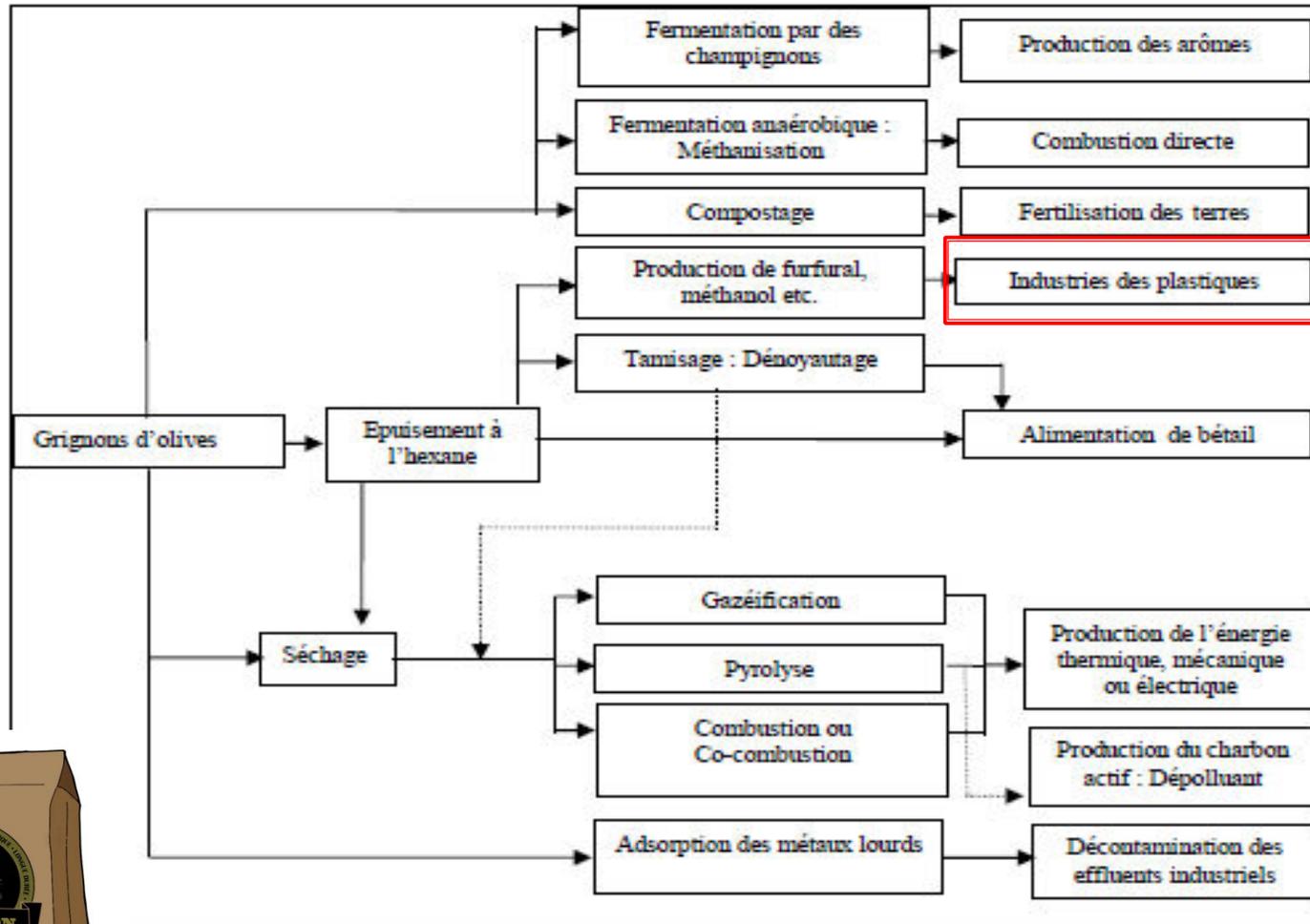
Matières organiques:  $8,05 \pm 0,84$

Matières Minérales:  $3,00 \pm 0,20$

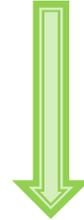
Taux d'humidité:  $7,00 \pm 0,30$



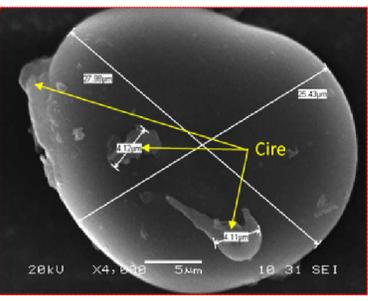
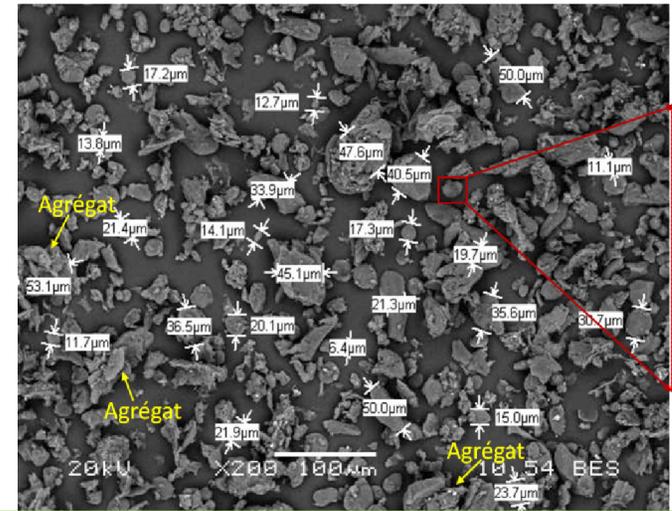
# Filières de valorisation des grignons d'olive



En Algérie, la production d'huile d'olive est estimée à 6,7 millions de quintaux en 2015, générant quelques 2,3 millions de quintaux de grignons d'olives dont une grande partie est abandonnée dans la nature !



**Grignons d'olives: Une charge lignocellulosique à fort potentiel**



- Après
- Séchage à l'air libre (15j)
  - Broyage
  - Tamisage (taille moyenne des particules  $\leq 50 \mu\text{m}$ .)

**Micrographies en MEB de la farine de grignons d'olive.  $\times 200^*$**

# Utilisation de Grignons d'Olive dans les Industries Plastiques pour l'Elaboration de Biocomposites

## Exemple d'Applications Industrielles

Industrie Automobile: 8% de pièces fabriquées en matériaux biocomposites

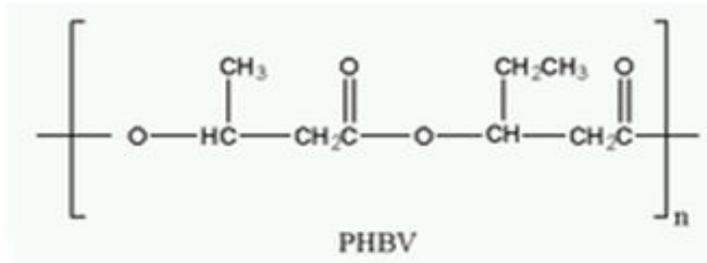


Panneaux de porte

# Procédés de mise en œuvre de matériaux biocomposites PHBV/Farine de grignons d'olive (FGO)



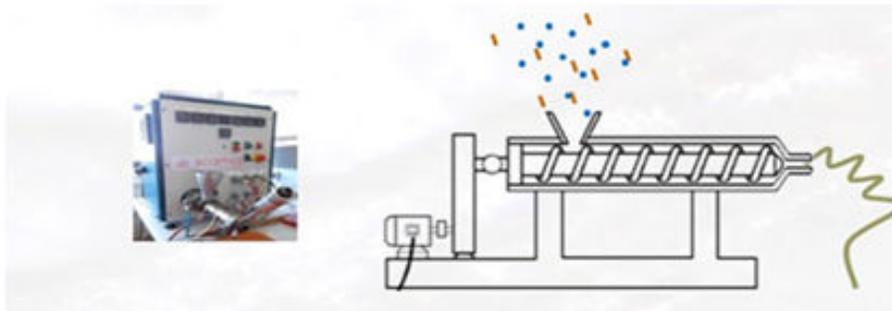
**Farine de grignons d'olive**  
 (Ø ≤ 50µm)  
 20% (en masse)



**Poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate)**  
 80% (en masse)



**Granulats de PHBV**



**Conditions d'extrusion :**

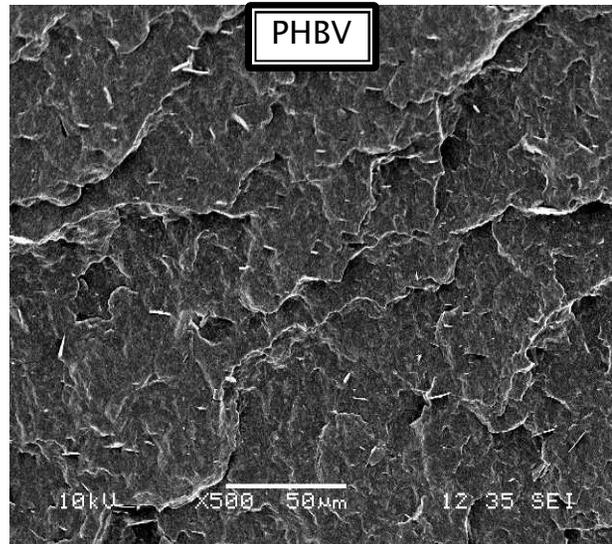
- 175 °C
- 30 rpm
- 2min

**Conditions d'injection :**

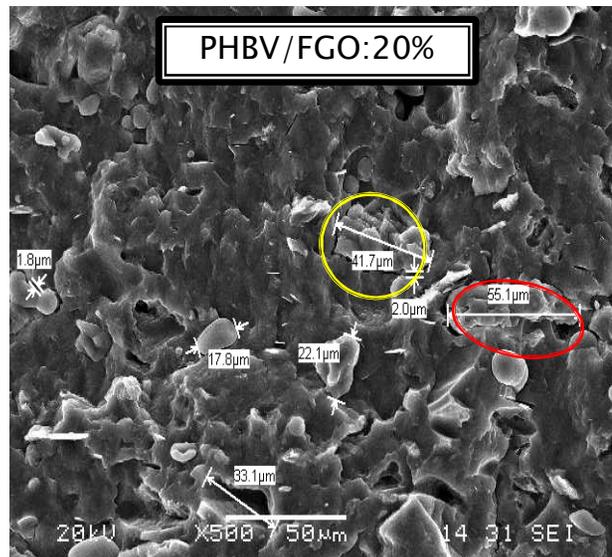
- T= 180°C
- t= 60 s
- P= 16 bars



## Morphologie du mélange PHBV/FGO : 80/20 observée par microscopie électronique à balayage (MEB)



Surface irrégulière

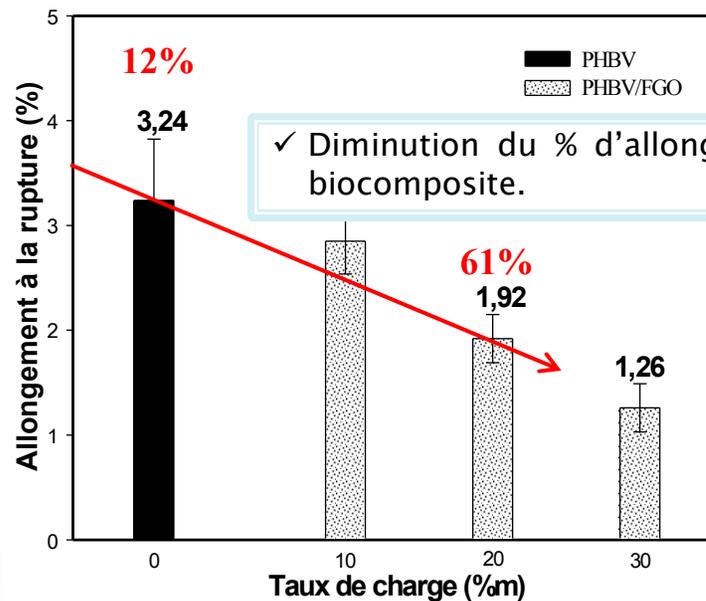
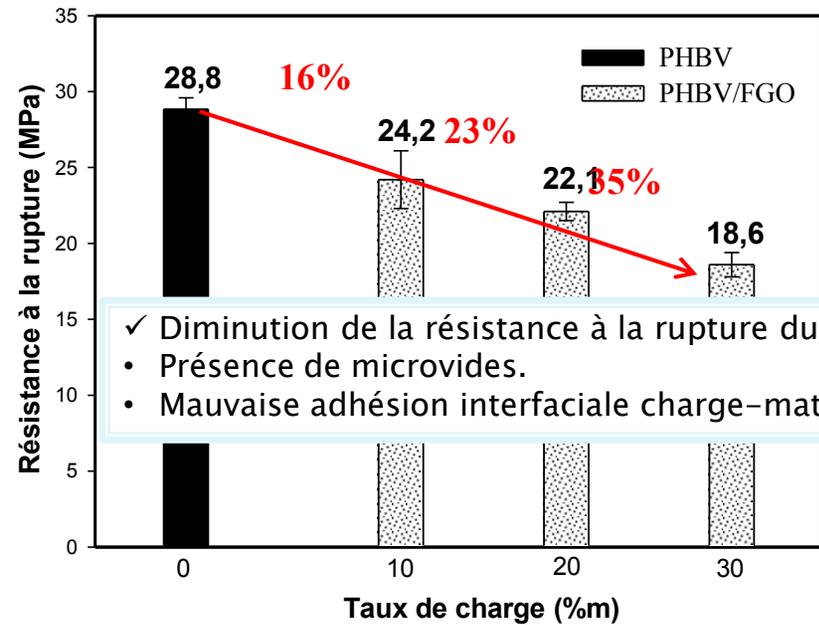
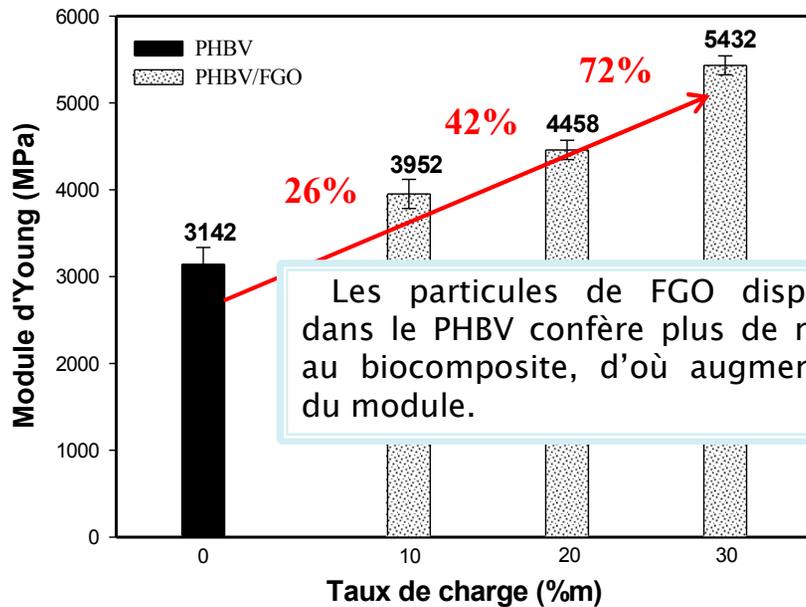


Surface rugueuse, irrégulière avec présence de microvides

Tendance de la farine de grignons d'olive à former des agrégats

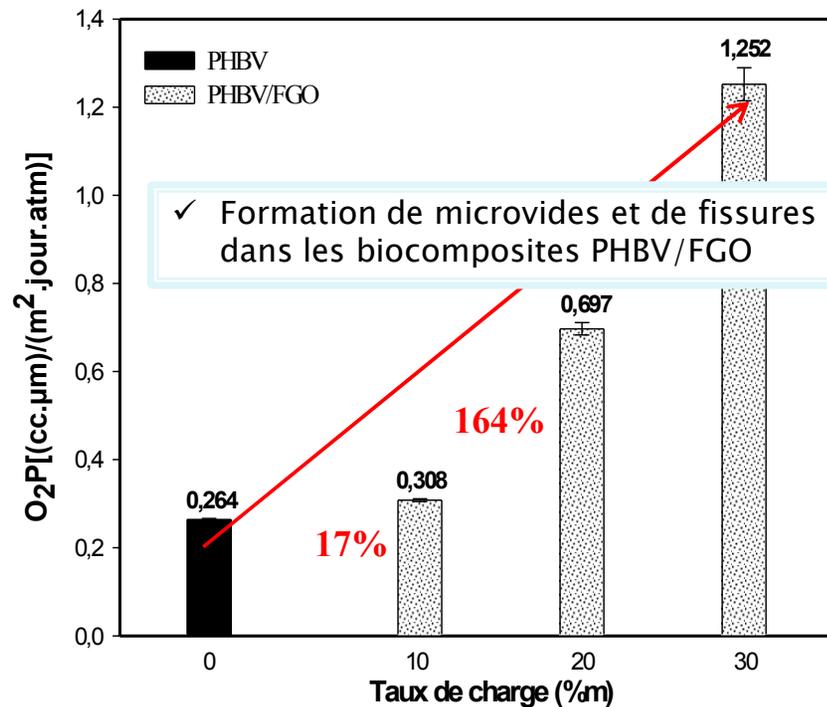
Micrographies en MEB du PHBV et du biocomposite PHBV/FGO : 80/20. X500

# Essais mécaniques de traction des mélanges PHBV/FGO

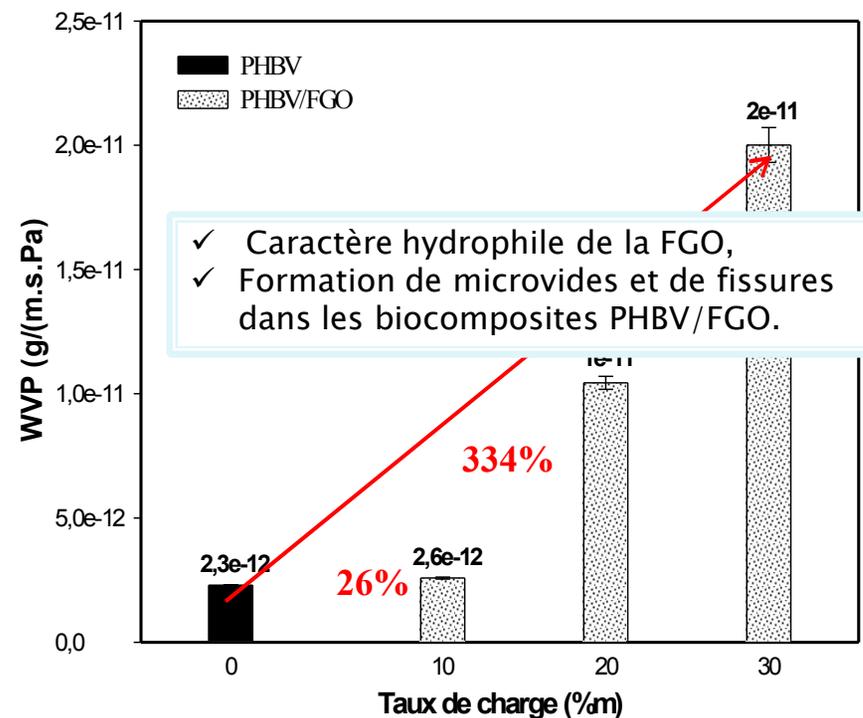


# Propriétés barrières des mélanges PHBV/FGO

## Perméabilité à l'oxygène



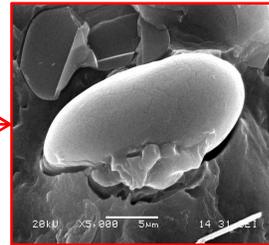
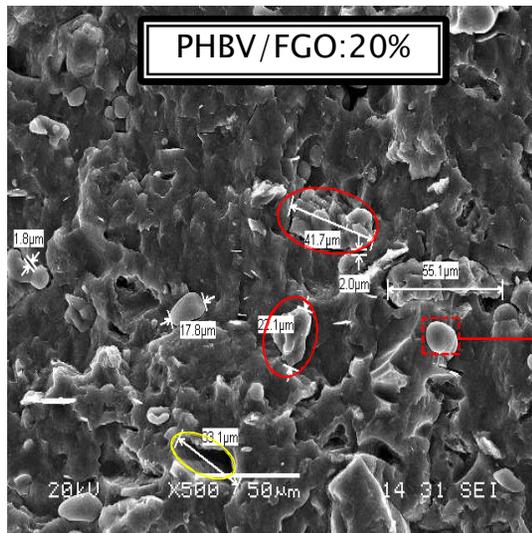
## Perméabilité à la vapeur d'eau



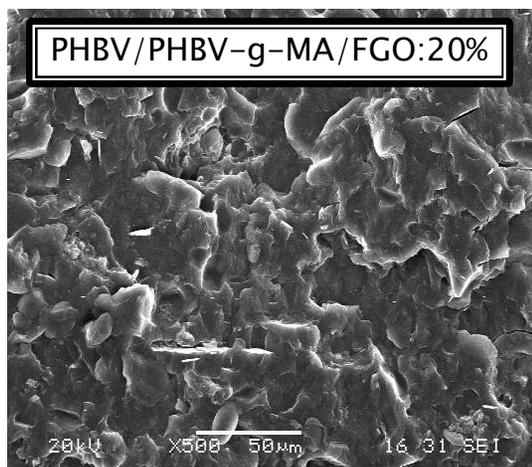
Évolution de la perméabilité à l'oxygène (OP) du PHBV et des biocomposites PHBV/FGO en fonction du taux de charge.

Évolution de la perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) du PHBV et des biocomposites PHBV/FGO en fonction du taux de charge.

## Morphologie de biocomposite PHBV/FGO: 80/20 en absence et en présence de compatibilisant (PHBV-g-MA)



Particules de taille micrométrique



Surface homogène avec moins de défauts (microvides et fissures).

Meilleure mouillabilité de la FGO dans le PHBV.

Micrographie en MEB des biocomposites PHBV/FGO en absence et en présence du PHBV-g-MA. × 500

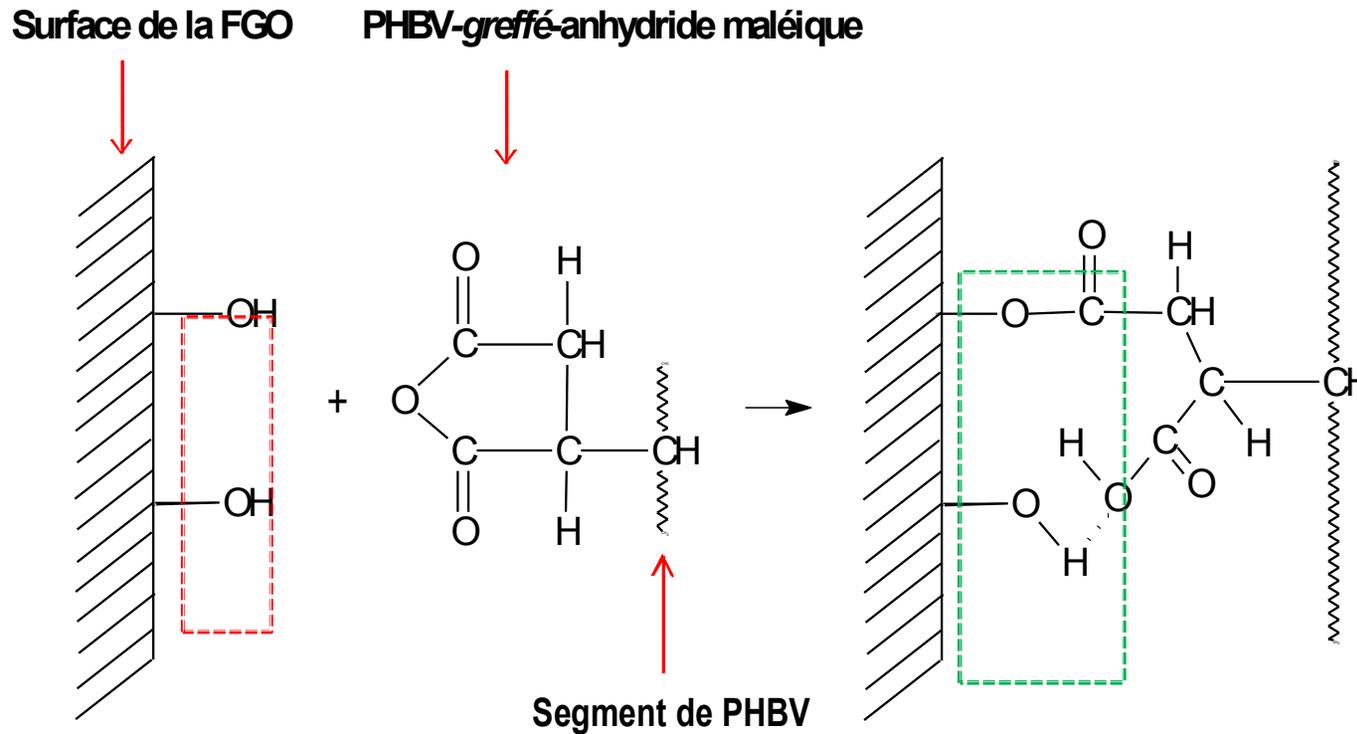
Mouillabilité de de biocomposites  
 PHBV/FGO (80:20) et PHBV/PHBV-g-MA/FGO (80:5:20)  
 Mesure de l'angle de contact et l'énergie de surface

Valeurs de l'angle de contact de l'eau et l'énergie de surface du PHBV et de biocomposites PHBV/FGO en absence et en présence du comptabilisant PHBV-g-MA.

Composition	Angle de contact de l'eau (°)	Énergie de surface (mJ.m <sup>-2</sup> )
PHBV	70,0±0,4	35,4±0,3
PHBV/FGO: 80/20	64,8±0,9	40,1±1,5
PHBV/PHBV-g-MA/FGO (80/5/20)	68,4±0,5	38,3±0,9

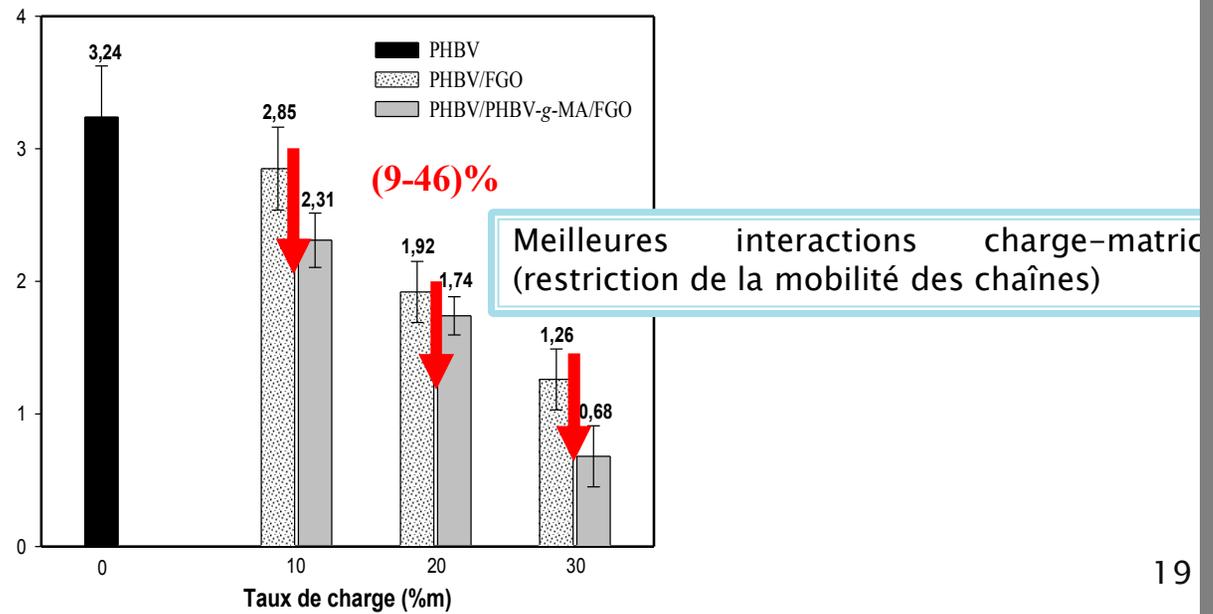
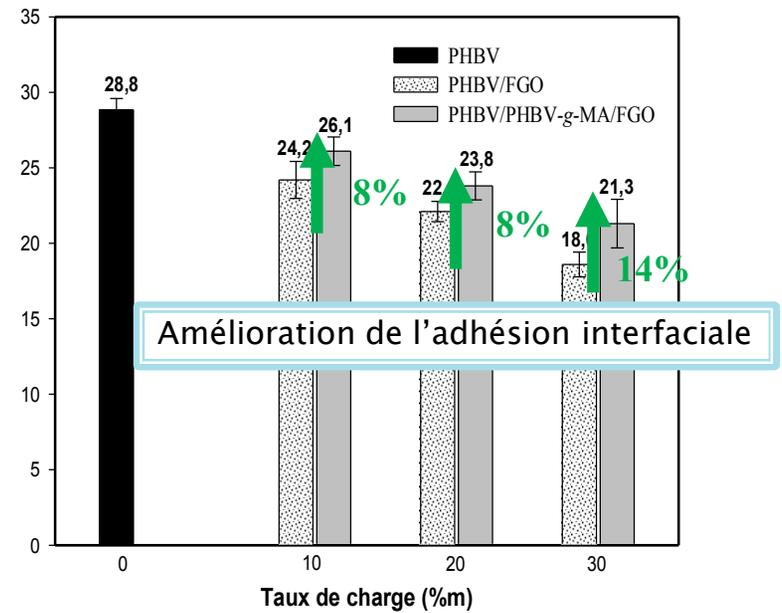
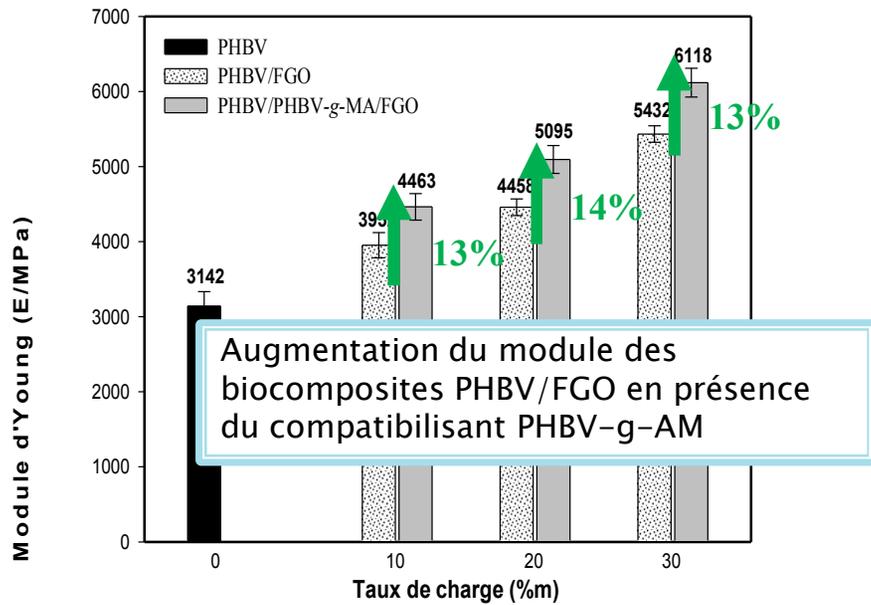
Diminution du caractère hydrophile du Biocomposite en présence du compatibilisant

# Activités réactionnelles du compatibilisant (PHBV-g-MA) dans le biocomposite PHBV/FGO: 80/20



Mécanisme général des réactions chimiques plausibles entre les groupements anhydride maléique du compatibilisant et les groupements hydroxyles de la FGO.

# Tests mécaniques de traction des mélanges PHBV/FGO

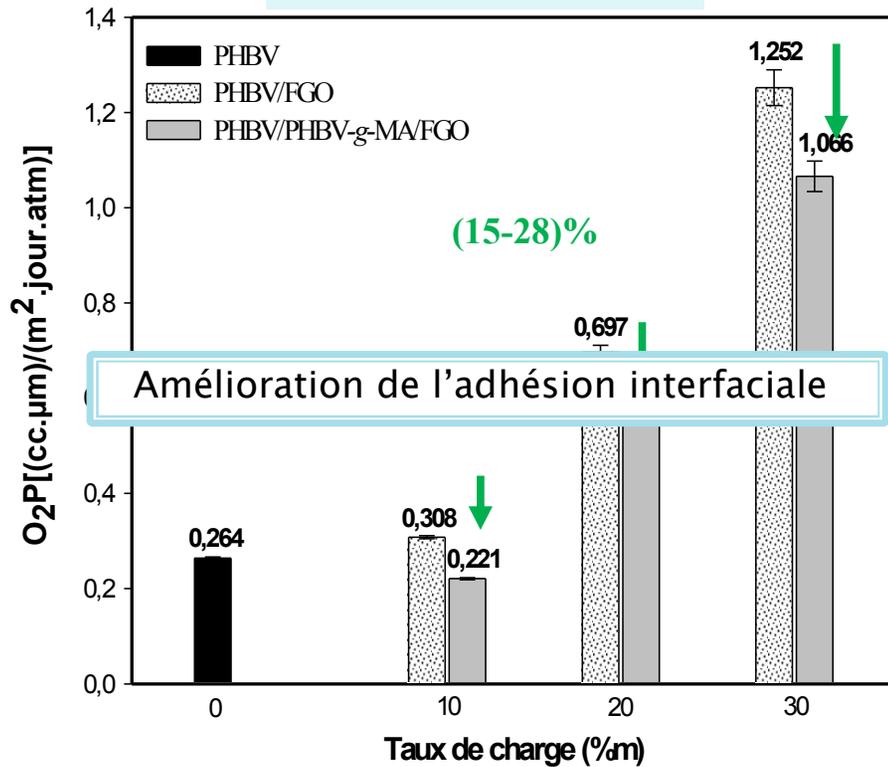


Allongement à la rupture (%)

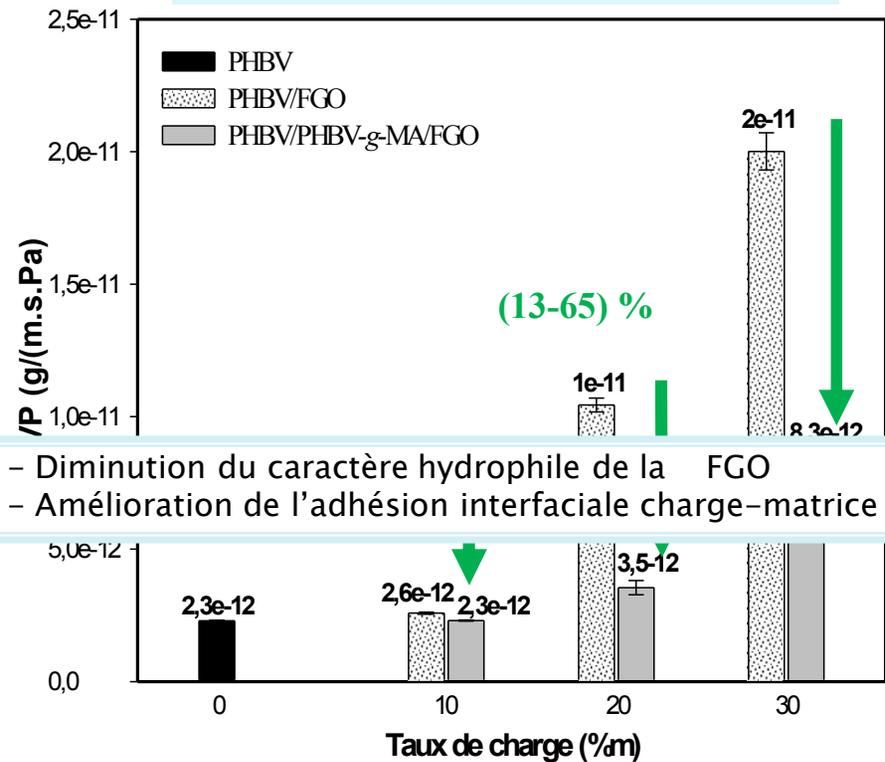


# Propriétés barrières des biocomposites PHBV/FGO en présence du compatibilisant PHBV-g-MA

Perméabilité à l'O<sub>2</sub>



Perméabilité à la vapeur d'eau



Évolution de la perméabilité à l'oxygène (OP) du PHBV et des biocomposites PHBV/FGO en fonction du taux de charge.

Évolution de la perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) du PHBV et des biocomposites PHBV/FGO en fonction du taux de charge.

## Conclusion

- ❑ L'emploi de la farine de grignons d'olive comme renfort dans une matrice biopolymère de type PHBV est potentiellement intéressant au regard de son impact sur les propriétés du biocomposite nettement améliorées en présence du PHBV-g-AM utilisé comme compatibilisant.
- ❑ L'amélioration des propriétés fonctionnelles des biocomposites PHBV/farine de grignons d'olive ouvre de nouvelles perspectives en biotechnologie, notamment par une extension des applications industrielles de la farine de grignons d'olive.

## Collaborations Université de Bejaia–Université de Bretagne Sud: Perspectives

- ❑ Les travaux de recherche entrepris dans le cadre de la collaboration UB–UBS dans le domaine des biocomposites PHBV/FGO montrent clairement des résultats intéressants dans la mesure où il est possible de moduler la compatibilité et les propriétés fonctionnelles du système par l'ajout d'un compatibilisant de type PHBV/FGO. Ceci ouvre de nouvelles pistes.
  
- ❑ Les travaux futurs devraient être orientés vers la diversification de:
  - ❖ La matrice biopolymère sur la base de mélanges PHBV/poly(hydroxybutyrate-co-hydroxyhexanoate) (PHBHH)<sub>x</sub> de nature caoutchouteuse.
  - ❖ Le traitement thermique de la farine de grignons d'olive.
  - ❖ La combinaison d'un système compatibilisant à base de PHBV-g-AM/argiles dont les premiers résultats semblent prometteurs pour des systèmes bionanocomposites.
  - ❖ Prototypage des biocomposites élaborés par impression 3D FDM avec applications industriels.