

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université A MIRA-BEJAIA



*Faculté des Sciences Exactes*

*Département de Chimie*

## *Mémoire de fin de Cycle*

*En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie*

*Spécialité : Chimie des matériaux*

**Thème :**

*Effet d'un mélange d'oxydants sur la  
dégradation du polypropylène*

**Réalisé par :**

**BOUKHIAR SYLIA & IKHLEF KATIA**

**Devant le jury composé de :**

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
Mme BOUKEHIL Ghouzala	Chimie	Président
Mme ISSAADI Hamida	Chimie	Examineur
Mme DJERADA Farida	Chimie	Encadrant

**Promotion : 2020-2021**

# *Remerciements*

*Louange à Dieu qui nous a donné le courage, la puissance, et la patience pour terminer ce modeste travail.*

*En premier lieu on remercie le bon dieu de nous avoir donné la force et la volonté à finaliser ce travail.*

*Nous remercions nos familles respectives qui nous ont toujours encouragées et soutenues durant toutes nos études.*

*Nous tenons à remercier notre promotrice Mme Djerada Farida qui nous a confié ce travail. Nous la remercions également pour ses précieux conseils et encouragements.*

*Nous exprimons nos vifs remerciements Mme ISSAADI Hamida d'avoir accepté de présider les jurys pour juger notre travail.*

*Nous remercions vivement Mme BOUKESHIL Ghouzala d'avoir accepté d'examiner notre travail. Et sans oublier de remercier Mr REZG'UI Farouk pour sa disponibilité et ses explications et pour toute l'aide qu'il nous a porté durant ce travail. Nous remercions tous nos amis (es) qui nous ont beaucoup aidés à la réussite de ce travail.*

*Enfin, nous remercions tous ce qui a contribué à faciliter la tâche de notre travail, en prodiguant généralement leur aide accompagnée de sympathie et d'encouragements trouvent ici l'expression de notre sincère gratitude.*



*Sylia & Katia-*

# *Dédicace*

*A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études, grâce à eux que je suis arrivée jusque-là aujourd'hui, j'espère qu'un jour je serai capable de leur donner au moins le minimum car quoi qu'il arrive on arrivera jamais à leur rendre tout*

*A ceux qui sont la source de mon inspiration et mon courage, à qui je dois de l'amour et de la reconnaissance*

*A mes chers frères, Fouad, Hocine Et sœurs : Sonia,  
Kahina*

*A mes amis (es) Kamy, Amel et Thiziri et pour tous les bons moments passés et à venir Inchallah. Que ce travail soit l'accomplissement de vos vœux tant allégués, et le fruit de votre soutien infailible, Merci d'être toujours là pour moi.*



# *Dédicace*

*A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études, grâce eux que je suis arrivée jusque-là aujourd'hui, j'espère qu'un jour je serai capable de leur donner au moins le minimum car quoi qu'il arrive on arrivera jamais à leur rendre tout*

*A ceux qui sont la source de mon inspiration et mon courage, à qui je dois de l'amour et de la reconnaissance A mes chers frères, Walid, Amine*

*Et sœurs : Rebiha, Lamia*

*A mes amis (es), Warda, Hayate et Imane ..... etc pour tous les bons moments passés et à venir Inchallah. Que ce travail soit l'accomplissement de vos vœux tant allégués, et le fruit de votre soutien infailible, Merci d'être toujours là pour moi.*

 *Katia-*

# *Sommaire*

# *Sommaire*

---

Liste d'abréviation

Liste des tableaux

Liste des figures

**Introduction Générale ..... 1**

## **Cadre théorique**

### **Chapitre I**

#### **Généralités sur le polypropylène et leur dégradation**

I.1. Historique .....	5
I.2. Présentation de polypropylène .....	5
I.2.3. Structure de polypropylène .....	6
I.2.4. Formule de polypropylène .....	6
I.2.5 Stéréochimie de polypropylène .....	6
a. Polypropylène isotactique (iPP) .....	6
b. Polypropylène syndiotactique (sPP) .....	6
c Polypropylène atactique ( app) .....	6
I.2.6. Différents types de polypropylènes .....	7
I.2.7. Les propriétés de polypropylène .....	7
I.2.8. Domaine d'utilisation de polypropylèn .....	8
I.2.9. Les applications de polypropylène .....	9
I.2.10. Les avantages et l'inconvénient .....	9
II. 3. La dégradation des polymères .....	10
a. La dégradation thermique .....	10
b. La dégradation oxydante .....	10
c . La dégradation mécanique .....	11
II.4.La thermo oxydation .....	11
II.5. La biodégradation .....	11

## *Sommaire*

---

II.6. L'oxo biodégradation .....	12
II.7 . Les additifs .....	12

### **Cadre théorique**

#### **Chapitre II**

##### **Partie expérimentale**

Introduction .....	<b>Erreur ! Signet non défini.</b>
II.1. Stratégie de travail .....	16
II.2. Caractéristique de matériaux utilisés .....	17
II.2.1. Le polypropylène .....	17
II.2.2. Le stéarate de calcium(C <sub>36</sub> H <sub>70</sub> CaO <sub>4</sub> ) .....	17
II.2.3.Le stéarate de sodium .....	18
II.3.Techniques de caractérisation .....	18
II.3.1.Spectroscopie FTIR .....	18
II.3.2.Mesure de la perte de masse .....	20
II.3.3. Extrudeuse .....	21
II. 3.4.Moulage par injection .....	21
II .4.Préparation des échantillons .....	22
II .5. Le vieillissement oxo-thermique .....	23

#### **Chapitre III**

##### **Résultats et discussion**

III.1. Résultats IRTF .....	26
Conclusion .....	<b>36</b>
Références bibliographiques .....	<b>38</b>

## *Liste D'abréviation*

---

### **Liste d'abréviation**

**IF** : indice de fluidité

**PE** : polyéthylène

**PP** : polypropylène

**PPa** : polypropylène atactique

**PPi** : polypropylène isotactique

**PPs** : polypropylène syndiotactique

**PS** : polystyrène

**R** : radicaux libre



## *Liste des tableaux*

---

### Liste des tableaux

<b>Numéro</b>	<b>Titre</b>	<b>page</b>
<b>01</b>	<i>Les caractéristiques de pp utilisés</i>	<b>17</b>
<b>02</b>	<i>Les propriétés chimiques et physiques de calcium</i>	<b>18</b>
<b>03</b>	<i>Les propriétés de stéarate de sodium</i>	<b>18</b>
<b>04</b>	<i>Le pourcentage de la perte de masse en fonction du temps et de taux de pro-oxydant à base pp et mélange</i>	<b>25</b>
<b>05</b>	<i>Les principales bandes d'absorption caractéristiques du pp</i>	<b>26</b>
<b>06</b>	<i>Indice de carbonyle de l'échantillon de polypropylène de 0% de pro-oxydant.</i>	<b>36</b>
<b>07</b>	<i>Indice de carbonyle de l'échantillon de polypropylène de 0.5% de pro-oxydant</i>	<b>36</b>
<b>08</b>	<i>Indice de carbonyle de l'échantillon de polypropylène de 1% de pro-oxydant</i>	<b>36</b>

## Liste des figures

---

### Liste des figures

Numéro	Titre	page
01	<i>Présentation de polypropylène Matériaux utilisés dans la fabrication</i>	5
02	<i>pp vierge</i>	16
03	<i>Stéarate de calcium</i>	17
04	<i>Stéarate de sodium</i>	17
05	<i>Appareil IR AFFINITY</i>	19
06	<i>Balance électronique</i>	19
07	<i>Schémas typique d'une extrudeuse</i>	20
08	<i>Appareil de moulage par injection</i>	21
09	<i>Processus d'obtention des échantillons par moulage</i>	21
10	<i>Etuve fixée a 70C°</i>	22
11	<i>La variation de la perte de masse des échantillons de pp a(0%, 0, 5%, 1%)de pro-oxydant à base de mélange de sodium et calcium</i>	23
12	<i>Spectre FTIR de l'absorbance des films de PP à 0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant avant dégradation dans le domaine 400-4000 Cm-1</i>	25
13	<i>Spectre FTIR de l'absorbance des films de PP à 0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant après 14 jours dans le domaine 400-4000 Cm-1</i>	27
14	<i>Spectre FTIR de l'absorbance des films de PP à 0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant après 21 jours dans le domaine 400-40001/ Cm</i>	28
15	<i>Spectre FTIR de l'absorbance des films de PP à 0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant après 28 jours dans le domaine 400-4000 1/cm</i>	29

## *Liste des figures*

---

<b>16</b>	<i>Spectre FTIR de l'absorbance des films de PP à 0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant après 42 jours dans le domaine 400-4000 Cm-1.</i>	<b>30</b>
<b>17</b>	<i>Spectre FTIR de l'absorbance des films de PP à 0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant après 49 jours dans le domaine 400-4000 Cm-1</i>	<b>31</b>
<b>18</b>	<i>Spectre FTIR de l'absorbance des films de PP à 0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant après 100jours dans le domaine 400-4000 Cm</i>	<b>32</b>
<b>19</b>	<i>Spectre FTIR des échantillons du PP à 0% de pro-oxydant avant et après différentes durées dans le domaine 500-4000 cm-1</i>	<b>33</b>
<b>20</b>	<i>Spectre FTIR des échantillons du PP à 0.5% de pro-oxydant avant et après différentes durées dans le domaine 500-4000 cm-1</i>	<b>34</b>
<b>21</b>	<i>Spectre ATR des échantillons du PP à 1% de pro-oxydant avant et après différentes durées dans le domaine 500-4000 cm-1</i>	<b>35</b>
<b>22</b>	<i>La variation de l'indice de carbonyle des films de PP à (0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant) au cours de la thermo-oxydation</i>	<b>37</b>

# *Introduction générale*

## *Introduction générale*

---

Les polymères sont des matériaux qu'on retrouve dans un grand nombre d'applications diverses et variées telles que l'emballage, le bâtiment et la construction, le transport, les équipements électriques et électroniques, l'agriculture, ainsi que dans les secteurs médical et sportif. La polyvalence des matériaux polymères est due au fait que les propriétés physicochimiques.

Parmi les familles employés dans les polymères : les polyoléfines, et notamment le polypropylène

Le polypropylène vient en seconde position après le polyéthylène, avec plus de 30 millions de tonnes produites chaque année et une croissance annuelle de 7 %. Est considéré comme l'une des polyoléfines linéaires apolaires les plus polyvalentes. Il occupe une place importante dans la fabrication des composites à côté du PE et du PVC]. En Europe, son utilisation dans les composites a dépassé les 70 %, en 2005.

Les polypropylènes comme la majorité des thermoplastiques, se mettent facilement en œuvre par les techniques classiques de transformation : extrusion, extrusion soufflage, moulage par injection et parfois par calandrage.

Les matériaux polymères de synthèse sont très utilisés dans divers domaines de notre vie quotidienne, mais après leur utilisation ils sont accusés d'être des facteurs de pollution à cause de leur grande résistance à la biodégradation des matières [1].

L'objectif de notre travail est de suivre le comportement d'un polymère à base de polypropylène au cours de la dégradation à 70°C pendant 66 jours d'exposition dans une étuve au niveau de laboratoire de l'université de Bejaïa.

Le premier chapitre est consacré aux concepts généraux notions des rappels sur le pp dans le deuxième chapitre les méthodes expérimentale de caractérisation et le dernier chapitre présent les résultats expérimentaux et des comparaisons.

Enfin, nous terminons ce travail par une conclusion générale et des perspectives.

# *Cadre théorique*

*Chapitre I*  
*Généralités sur le*  
*polypropylène et leur*  
*dégradation*

### I.1. Historique

La découverte du polypropylène a eu lieu aux débuts des années 1950. Plusieurs sociétés sont à l'origine de cette découverte

Montecatini devenue Montedison (contribution du professeur Giulio Natta qui a obtenue en 1963 un prix Nobel partagé avec Ziegler), le groupe Ziegler, et Philips Petr oléum. Le polypropylène est obtenu par polymérisation à partir d'un catalyseur (dit de Ziegler/Natta) constitué d'un mélange d'un sel de métal de transition (généralement Ti) et d'un alkyl aluminium. Le polypropylène a été commercialisé pour la première fois en 1957 par Montecatini en Italie. Très rapidement, d'autres installations de production ont démarré en Europe, aux États-Unis et au Japon [2].

### I.2. Présentation de polypropylène

Le polypropylène (pp) de formule chimique  $(-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-)_n$  est un membre de la famille des polyéfines. Est aussi est un polymère vinylique  $(-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{R})-)_n$  ( $\text{R}=\text{CH}_3$ ), polyvalent ayant des propriétés physicochimiques et mécaniques intéressantes avec un prix relativement bas. La polymérisation Ziegler Natta ou la catalyse métallo cène des monomères de propylène sont les méthodes d'obtention du PP. Il possède différents arrangements préférentiels en fonction de la position du groupe méthyle ( $\text{CH}_3$ ). [3].

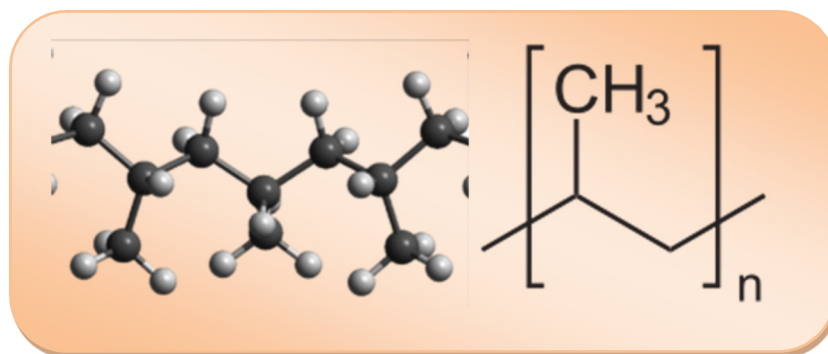


Figure 1 : Présentation de polypropylène

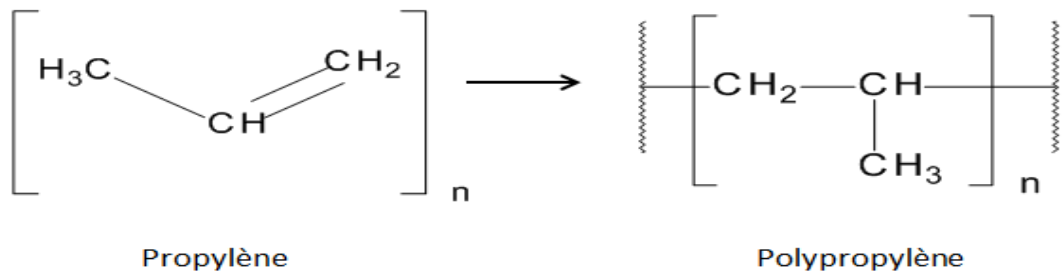


### 1.2.3. Structure de polypropylène

Le pp est, avec un tonnage représentant 21% du total des matières plastiques, l'un des quatre grands thermoplastiques avec le pe, le ps et le poly(chlorure de vinyle). Sous le nom de pp se cache en réalité tout un ensemble de matériaux. On peut au moins distinguer les homopolymères, les copolymères et les compounds. [4].

### 1.2.4. Formule de polypropylène :

La formule développée :



### 1.2.5 Stéréochimie de polypropylène

Les polypropylènes existent sous les trois formes suivantes qui dépendent de la disposition des groupes méthyles par rapport au plan contenant la chaîne carbonée principale :

#### 1.2.5.a Polypropylène isotactique (iPP)

Polypropylène commercial le plus courant.

Les groupes méthyles sont répartis du même côté du plan ; une macromolécule d'iPP est essentiellement constituée de diades meso [5].

#### 1.2.5. b Polypropylène syndiotactique (sPP)

Industrialisé à partir de 1992, tend à se développer. Cette matière, différente de l'iPP, peut être obtenue en utilisant des systèmes à base de métallocènes [5].

Les groupes méthyles sont disposés alternativement de part et d'autre du plan ; une macromolécule de sPP est essentiellement constituée de diades racemo ;

#### 1.2.5. c Polypropylène atactique (aPP)

Est un matériau amorphe affichant une faible résistance mécanique, présente peu d'intérêt industriel dans ce cas, la répétition des groupes méthyles est aléatoire [7].

**1.2.6. Différents types de polypropylènes :**

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

**➤ Homopolymères**

Ils sont obtenus par polymérisation d'un seul monomère, le polypropylène. Les homopolymères ont une grande rigidité et une faible tenue au choc à froid. Les grades à haut niveau de cristallinité sont aussi plus chers ; parfois un niveau d'isotacticité normal de 96 % est suffisant, la rigidité pouvant être acquise par l'ajout d'agents nucléants. Certains de ceux-ci, typiquement à base de diméthyle sorbitol, améliorent aussi sensiblement les caractéristiques optiques, telle la transparence.

**➤ Copolymères statistiques**

Ils sont obtenus par copolymérisation du propylène et, principalement, de l'éthylène mais aussi du butène ou de l'hexane. L'ordre de succession des unités monomères dans la chaîne obéit aux lois de hasard. Ces copolymères, plus souples, sont caractérisés par de bonnes propriétés optiques en film et une tenue au choc moyenne sous forme de pièces injectées.

**➤ Copolymères séquencés ou à bloc**

Obtenus par la polymérisation successive du propylène puis de l'éthylène, ces copolymères hétérosphasiques sont constitués d'une matrice essentiellement isotactique, avec un minimum de 97% d'isotacticité, et d'une dispersion fine de caoutchouc du type EPR (éthylène propylène rubber) avec une troisième phase constituée de polyéthylène présent en tant que sous-inclusions dans l'EPR ou sous forme continue l'EPR [8].

**1.2.7. Les propriétés de polypropylène****➤ Propriétés chimiques**

- Le PP est très résistant au stress-cracking
- L'absorption de l'eau par le PP est très faible
- Bonne inertie chimique.
- Très sensible aux rayons ultraviolets en présence d'oxygène [9].

**➤ Propriétés physiques**

- Masse volumique : le PP est le plus léger des thermoplastiques courant, avec une masse volumique de 0,905 g/cm<sup>3</sup>.
- Perméabilité : le PP est perméable aux gaz, sauf à la vapeur d'eau. La perméabilité décroît lorsque le taux de cristallinité augmente [10].

**➤ Propriétés thermiques**

- Température de fusion : la température de fusion théorique d'un polymère 1000/0 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 considéré, elle est entre (145°C et 155°C) [11]

**➤ Propriétés électriques**

- Le PP est un polymère non polaire donc c'est un très bon isolant électrique.
- Les propriétés électriques du PP ne dépendent ni de la cristallinité ni de la masse moléculaire [12].

**➤ Propriétés mécaniques**

- Caractéristique en traction : La cristallinité élevée du PP lui confère de bonnes propriétés lorsqu'il est soumis à des efforts de tractions, le comportement du 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 du PP augmente avec sa masse moléculaire et varie dans le même sens que la température [13].

**1.2.6. Domaine d'utilisation de polypropylène**

Le polypropylène est utilisé dans différents domaines, comme les emballages alimentaires, des pièces en plastique et des contenants réutilisables de différentes sortes, des pantalons et chemises thermiques de l'armée, du matériel de laboratoire, des composants automobiles, etc. Le polypropylène est l'un des polymères les plus polyvalents. Il est utilisé à la fois en tant que matériau massique et en tant que fibre. Sous sa forme massique, il sert à fabriquer, par exemple, des boîtes pour aliments qui résistent au lave-vaisselle du fait de sa température de fusion supérieure à celle du polyéthylène (160°C au lieu de 140°C), des capsules de bouteilles de boissons, des tiges de stylos, des boîtes à bijoux, des flacons de médicaments, des films d'emballage, des tuyaux...

Comme fibre, le PP est utilisé pour les revêtements extérieurs parce qu'il est très facile à colorer, et parce qu'il est hydrophobe. Il est aussi utilisé dans de nombreux secteurs tels que la fabrication de matelas, de chaussures, de masques, de vêtements chirurgicaux et de laboratoire [14].

### ***1.2.6. Les applications de polypropylène***

#### **➤ Emballages**

Dans le domaine de l'emballage, le pp est présent sous forme films extrudés, de récipients à parois minces injectés, de barquettes thermoformées ou de corps creux.

#### **➤ Automobile**

Dans le domaine de l'automobile, les pièces injectées sont le marché le plus important et toujours l'un des plus porteurs. Dans la carrosserie, le pp est adopté pour les pare-chocs, les panneaux de protection latéraux. Sous le capot, le pp est utilisé pour les bacs d'accumulateur en copolymère séquencé, les conduits de chauffage ou de climatisation sont souvent en pp renforcée talc, les supports de batterie ou de radiateur sont en pp renforcé par des fibres longues [15].

### ***1.2.7. Les avantages et l'inconvénient***

Le pp présente de nombreux avantages : c'est un matériau bon marché. Il peut être utilisé pour le conditionnement alimentaire puisqu'il est non toxique développe aucune odeur particulière, est très résistant, voire indéchirable (ex de produits : emballages alimentaire, bidons pour liquide....). Sa densité le rend très souple et flexible, sans risque d'usure prématurée. Par ailleurs, comme c'est un polymère chimiquement inerte, et il a une bonne résistance à la fatigue.

Par contre il est fragile (cassant) à basse température de transition vitreuse ( $T_v$ ) est proche de la température ambiante), sensible aux UV, moins Résistant à l'oxydation que le PE et difficile à coller. [16]

### **II. 3. La dégradation des polymères**

La dégradation est un processus irréversible entraînant un changement significatif dans la structure du matériau, ce changement est souvent caractérisé par une perte des propriétés initiales (poids moléculaire, structure moléculaire, résistance à la traction) et/ou une fragmentation. La dégradation est affectée par les paramètres environnementaux et procède par une ou plusieurs étapes. [17]

Les types de dégradation :

#### **II.3.1. La dégradation thermique**

La dégradation thermique a lieu quand le polymère est exposé à de hautes températures. Le taux de dégradation dépend de la stabilité thermique du polymère.

En général, une dégradation purement thermique est rare, la plus fréquente est la dégradation thermochimique. Trois températures caractérisent la dégradation thermique :

- La température plafond  $T_c$  : correspond à l'équilibre polymérisation- dépolymérisation pour les chaînes porteuses d'au moins une extrémité active.
- La température de décomposition  $T_d$  : température à laquelle la vitesse de décomposition du polymère dans le vide est de  $1\% \cdot \text{min}^{-1}$ . A cette température, il y a formation d'extrémités actives radicalaires par scission de chaînes.
- La température de demi-vie  $T_{1/2}$  : température à laquelle un échantillon doit être chauffé pour que la moitié en soit décomposée après 30 minutes de chauffage [18].

#### **II.3.1.b. La dégradation oxydante**

L'oxygène entrant en réaction est pratiquement toujours situé dans les zones amorphes. La vitesse de la dernière réaction «R» varie avec la nature de l'hydrogène arraché, ainsi  $R_{\text{tert}} > R_{\text{sec}} > R_{\text{pri}}$ . La première espèce chimique thermiquement formée dans la plupart des dégradations oxydantes de polymères est le groupe hydroperoxydes qui est très instable car l'énergie de la liaison O-O est faible. Les macro-radicaux formés par coupure d'un hydro-peroxyde ou d'un peroxyde peuvent arracher un hydrogène sur un des sites réactifs [19].

### ***II.3.1.c La dégradation mécanique***

Les films thermoplastiques peuvent subir plusieurs dégradations mécaniques sous les conditions de terrain. Fréquemment, au niveau macroscopique, les dommages ne sont pas visibles immédiatement, mais la dégradation pourrait commencer au niveau moléculaire. Les facteurs mécaniques ne sont pas prédominants pendant le processus de biodégradation, mais les dommages mécaniques peuvent l'activer ou l'accélérer [20].

### ***II.2.3. La thermo oxydation***

La thermo oxydation est un phénomène de dégradation naturel que subissent la plupart des matériaux polymères. Ce processus est initié à partir de la présence d'oxygène dans l'air ou dans l'eau, et il peut être accéléré en augmentant la température. La thermo oxydation est une réaction radicalaire en chaîne amorcée par la rupture de liaisons faibles conduisant à la formation de radicaux libres, qui se propage par arrachement d'atomes d'hydrogène. L'instabilité des polyoléfines résulte principalement de l'existence d'atomes d'hydrogène dits labiles.

Les macros radicales alkyles qui en résultent, réagissent alors très rapidement avec l'oxygène pour donner des radicaux peroxydes qui se transforment finalement en espèces hydro peroxydes après l'arrachement d'un second atome d'hydrogène. Les hydro peroxydes jouent donc un rôle clé dans l'oxydation des polymères puisqu'ils apparaissent comme la première espèce qui, par sa décomposition thermique, va engendrer la formation de la plupart des autres produits d'oxydation (alcools, cétones, etc.) [21].

## ***II.4. La biodégradation***

La biodégradation d'un matériau résulte d'un ensemble de phénomènes physiques, chimiques et biologiques successifs ou concomitants aboutissant dans tous les cas à une réorganisation de la biomasse et à un dégagement de CO<sub>2</sub> (et/ou de CH<sub>4</sub>), d'H<sub>2</sub>O, d'énergie (sous forme de chaleur), d'une éventuelle production de nouvelles molécules organiques et de possibles résidus minéraux [21].

### ***II.5. L'oxo biodégradation***

L'oxo-biodégradation est l'un des types de biodégradation, c'est un processus qui se fait en deux étapes. Dans la première, le polymère est converti en fragments par l'action de l'oxygène, et dans la seconde ces fragments oxydés sont biodégradés par des microorganismes [22].

Le terme oxo-biodégradation est utilisé pour décrire le processus de deux stades de dégradation des polyoléfines.

La première étape implique la réaction d'oxygène dans l'air avec le polymère. Le squelette carboné du polymère est oxydé en ayant pour résultats la formation de plus petits fragments moléculaires. Cette étape d'oxo-biodégradation est un processus abiotique.

L'incorporation d'oxygène dans le squelette carboné du polymère a pour résultat la formation de groupes fonctionnels tels que les groupes carboxylique ou acide hydrocarboxylique, esters aussi bien qu'aldéhydes et alcools. Les polymères d'hydrocarbures changent leur comportement d'hydrophobe à l'hydrophile permettent ainsi au polymère morcelé d'absorber de l'eau.

Le deuxième stade est la biodégradation des produits d'oxydation par les microorganismes (les bactéries, les champignons et les algues) qui consomment les fragments du squelette carboné oxydé pour former CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O et biomasse. [23].

### ***II.6 Les additifs***

Les additifs sont des matières qui, ajoutées à un polymère, modifient ses propriétés ou ses caractéristiques. Il existe une grande variété d'additifs pour une multitude de fonctions:

Développer ou étendre les propriétés des thermoplastiques, améliorer leur transformation, modifier leur aspect ou augmenter leur résistance à l'environnement extérieur.

Ils sont nécessaires pour assurer une adhérence suffisante entre le renfort fibreux et la matrice et de modifier l'aspect ou les caractéristiques de la matière à laquelle ils sont ajoutés. Les additifs se trouvent en faible quantité (quelques % et moins) et interviennent comme :

- Lubrifiants et agents de démoulage.
- Pigments et colorants.
- Agents anti-retraits.
- Agents anti-ultraviolets.
- Accélérateur. - catalyse [24]



# *Partie théorique*

*Chapitre II*  
*Partie expérimentale*

Dans la nature, il faut 400 à 600 ans pour que la plupart des polymères se dégradent complètement, ce qui est long à l'échelle humaine. Pour afin d'accélérer le processus de dégradation, des additifs et des adjuvants sont ajoutés aux matières premières lors du processus de formulation des polymères. Ces différents composés sont introduits dans le polymère de base pour améliorer les propriétés mécaniques, physiques, chimiques et thermiques. Et accélérer le phénomène dégradés dans la nature, puis nous avons parlé de polymères biodégradables.

### II.1. Stratégie de travail

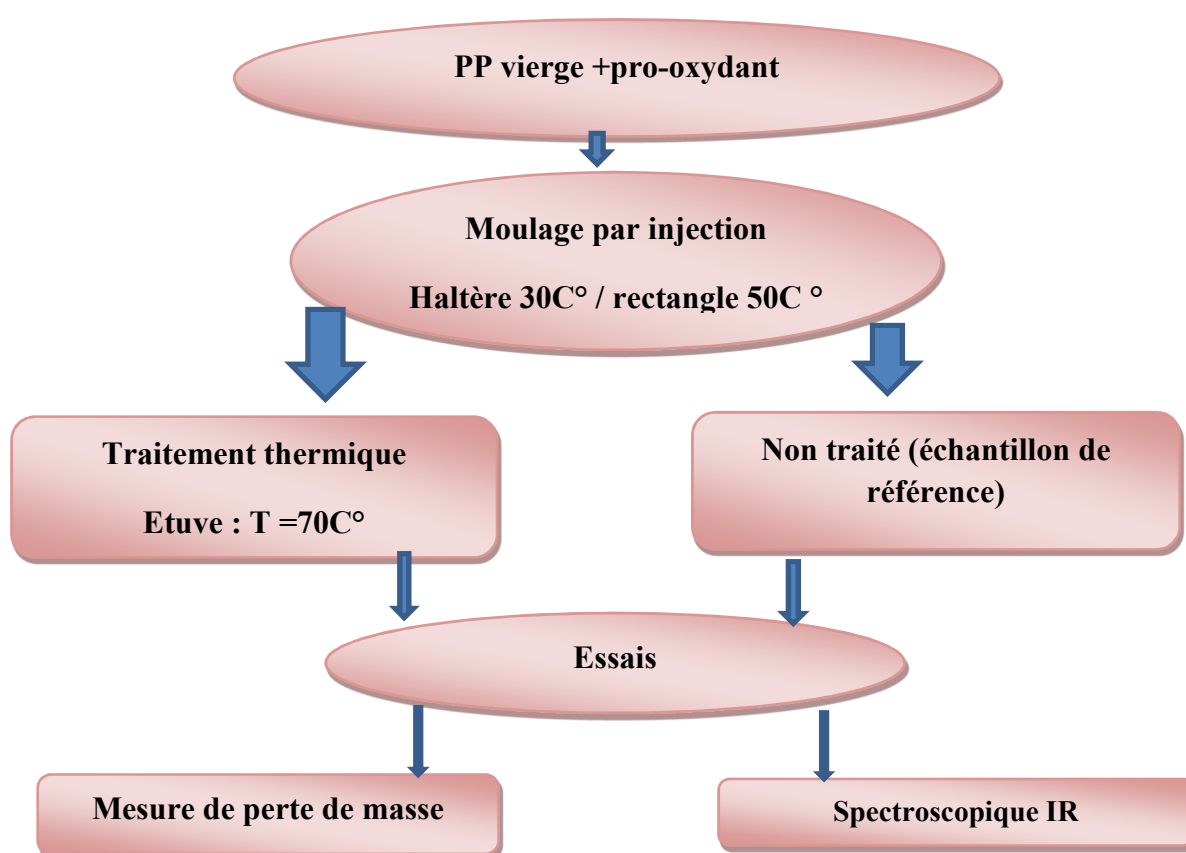


Figure 2 : matériaux utilisés dans la fabrication

## II.2. Caractéristiques des matériaux utilisés

### II.2.1. Le polypropylène



Figure 3 : pp vierge

Le pp est un membre de la famille des polyoléfines et aussi est un polymère polyvalent

Tableau 1 : Les caractéristiques du PP utilisés

Grade commercial	Masse volumique	Indice fluidité (230°C /2, 16kg)	Module de traction	Contrainte de traction	Allongement a la rupture
Type 511 A.	0,905g /cm <sup>3</sup>	25g /10 min.	1520Mpa	35Mpa55	>11%

### II.2.2. Le stéarate de calcium (C<sub>36</sub>H<sub>70</sub>CaO<sub>4</sub>)

Le stéarate de calcium est un carboxylate de calcium qui entre dans la composition de certains lubrifiants ou d'agents de surface (tensioactifs). Il se présente sous la forme d'une poudre blanche cireuse. [25]

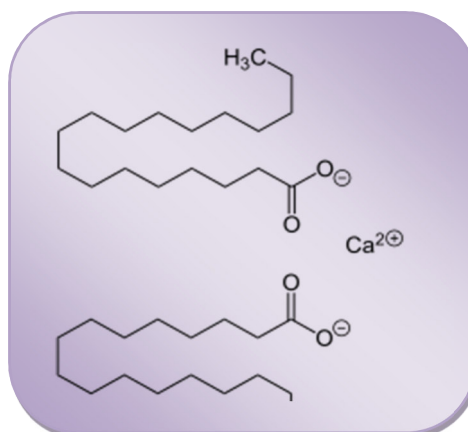


Figure 4 : Stéarate de calcium

Tableau 2 : Les propriétés chimiques et physiques de calcium

Nom UICPA	Formule	Masse molaire	<u>T° fusion</u>	Etat physique
octadécanoate de calcium	$C_{36}H_{70}CaO_4$	$607,017 \pm 0,039 \text{ g/mol}$	140 à 160 °C <sub>1</sub>	solide

### II.2.3. Le stéarate de sodium

Le stéarate de sodium ou octadécanoate de sodium est le sel de sodium de l'acide stéarique. Il est obtenu par Hydrolyse en milieu basique ou saponification de la stéarine [25].

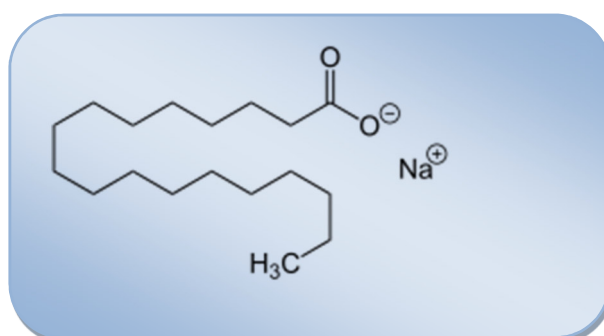


Figure 5 : Stéarate de sodium

Tableau 3 : Les propriétés de stéarate de sodium

Nom UICPA	Formule	Masse molaire	Etat physique	T de fusion
octadécanoate de sodium	octadécanoate de sodium	$306,4591 \pm 0,0175 \text{ g/mol}$	solide	148 C°

## II.3. Techniques de caractérisation

### II.3.1. Spectroscopie FTIR

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse structurale qui identifie les groupes fonctionnels des liaisons entre atomes dans une molécule. Le principe de cette méthode consiste à mesurer la quantité de la lumière absorbée par un matériau ou d'une

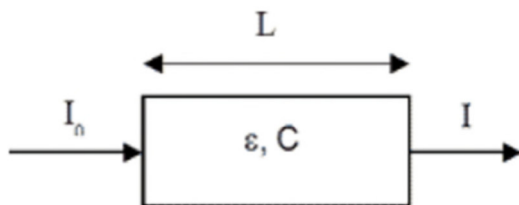
substance en fonction de la longueur d'onde lors d'une interaction entre ce dernier et la radiation électromagnétique.

Le dispositif expérimental utilisé dans ce travail est un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) FTIR, de type SCHIMADZU8400 (Université A. Mira Bejaia) [26].



Figure 6 : l'appareil IRAffinity-1

- Loi de Beer –Lambert :



$$A = \epsilon \cdot l \cdot c = I_0/I \quad (\text{I})$$

L'atténuation d'un rayonnement monochromatique est reliée au nombre de molécules absorbantes le long d'un trajet optique :

A : absorbance (sans unité)

$\epsilon$  : coefficient d'absorption moléculaire ou coefficient d'extinction molaire (l.mol<sup>-1</sup>.cm<sup>-1</sup> ou cm<sup>2</sup> mol<sup>-1</sup>).

I : trajet optique (cm)

C : concentration de la substance dans la solution (mol. l-1)

### II.3.2. Mesure de la perte de masse

Se base sur la pesée de l'échantillon avant et après le traitement thermique à l'aide d'une balance analytique.

La perte de masse a été calculée à l'aide d'une balance analytique

$$\text{Perte de masse (\%)} = \frac{m_0 - m}{m_0} \cdot 100\% \quad (\text{II})$$

Où  $m_0$  et  $m$  représentent la masse des films de pp avant et après la dégradation, respectivement.



Figure07 : Balance électronique.

### II.3.3. Extrusion des échantillons :

Une extrudeuse est constituée principalement d'une vis d'Archimède (hélice transporteuse) tournant en continu à l'intérieur d'un fourreau chauffé (et servant à faire des profilés). On peut aussi retrouver des modèles bi-vis. Dans ce cas, les vis peuvent être Co-rotatives ou contrarotatives, intercalées ou pas.

Cette méthode permet de fabriquer des produits en continu. tubes, films, feuilles, sacs, plaques, ...

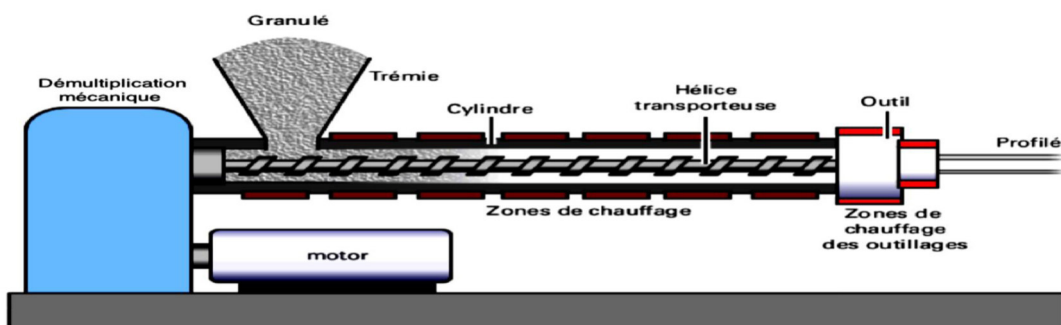


Figure 08 : schémas typique d'une extrudeuse:

### II. 3.4.Moulage par injection

Le moulage par injection, aussi appelé injection plastique, est un procédé de mise en œuvre de matière thermoformables, surtout les matières thermoplastiques mais aussi divers métaux, alliages et céramiques techniques.

Ce procédé permet de donner aux matières plastiques une fois ramollies la forme - simple ou complexe - du moule dans lequel elles ont été injectées.

Après extrusion des échantillons, nous avons transféré la matière fluide et chaude dans un porte échantillon que nous avons placé dans le système à moulage (figure 9). Nous avons réglé la température du moule et nous avons procédé au moulage qui nous a permis d'obtenir des films sous une forme rectangulaire





**Figure 9** : appareil moulage par injection

#### ***II .4.Préparation des échantillons***

Des formulations à base de PP et d'un mélange de stéarates, de sodium (S1) et de Calcium (S2) à 50% ont été réalisées selon le tableau suivant :

<b>Formulation</b>	<b>F1 (%)</b>	<b>F2 (%)</b>	<b>F3(%)</b>
% (S1 +S2)	0	0 .5	1

Les échantillons ont été préparés par extrusion dans une mini extrudeuse au laboratoire des matériaux organiques.

L'ensemble de pp et stéarate est introduit à travers la trémie de l'extrudeuse bi-vis, dans un fourreau chauffé à  $T=190^{\circ}\text{C}$  avec une vitesse des vis corotatif de 75 tr /min et un temps de séjour de (10 min).

La matière fondue obtenue est récupérée dans un porte échantillon puis transférée pour être moulée PAR Injection à  $T =50^{\circ}\text{C}$  ; l'éprouvette obtenue est rectangulaire.

Ces films sont mis dans l'étuve à  $70^{\circ}\text{C}$ , pendant 100 jours, la dégradation de ces échantillons a été suivie par IRTF, perte de masse et indice de carbonyle.

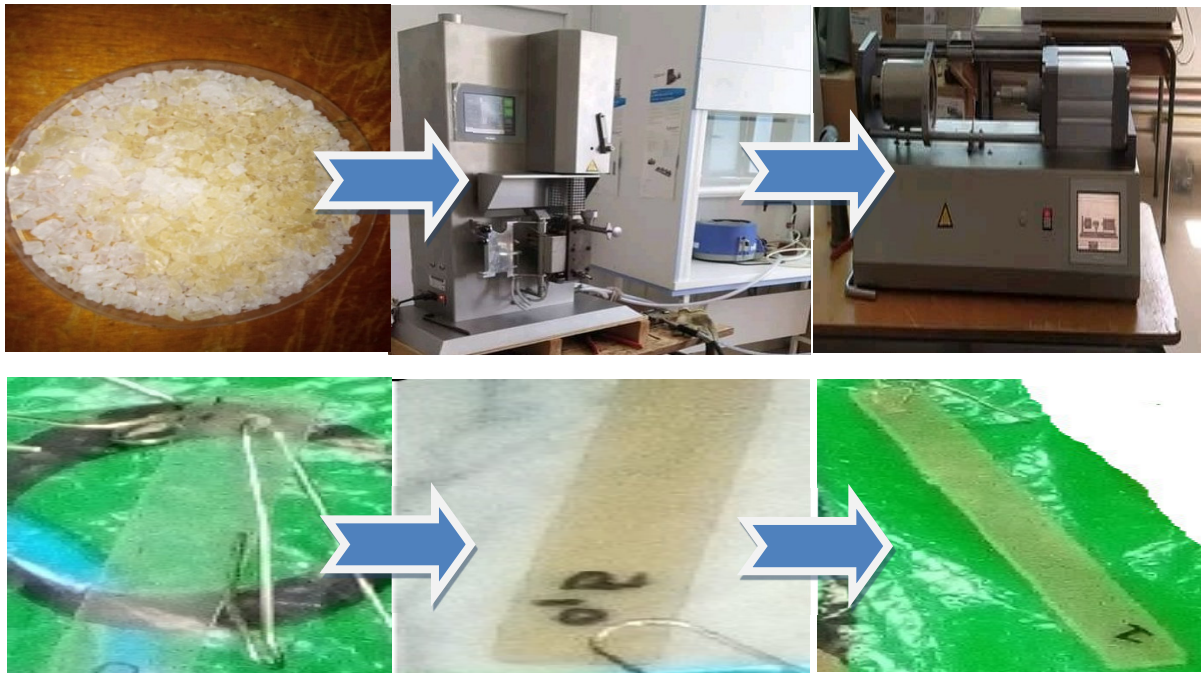


Figure : 10 processus d'obtention des échantillons par moulage

### II.5 . Le vieillissement oxo-thermique

Les éprouvettes des échantillons (0%, 0,5%, et 1% de pro-oxydant) ont été posées dans une étuve réglée à une température de 70°C, au niveau du laboratoire pédagogique du département de chimie à l'université de Bejaia.



Figure11: Etuve fixée à 70C°

*Chapitre III*  
*Résultats et discussion*

La perte de masse est calculée avec la relation suivante :

$$\text{Perte de masse (\%)} = \frac{m_0 - m}{m_0} \cdot 100\%$$

Tableau 4 : Perte de masse en fonction du temps et du taux de pro-oxydant

Temps (jrs) Taux D'additif	0 jours	7 jours	14 jours	21 jours	28 jours	42 jours	100 jours
Pp vierge	0	0.176	0.352	0.529	0.529	1,410	2.00
PP+0,5	0	0,675	0,675	2.116	2.116	2,380	3.9
PP+1	0	0,132	1,851	1.882	1.351	1.452	2.5

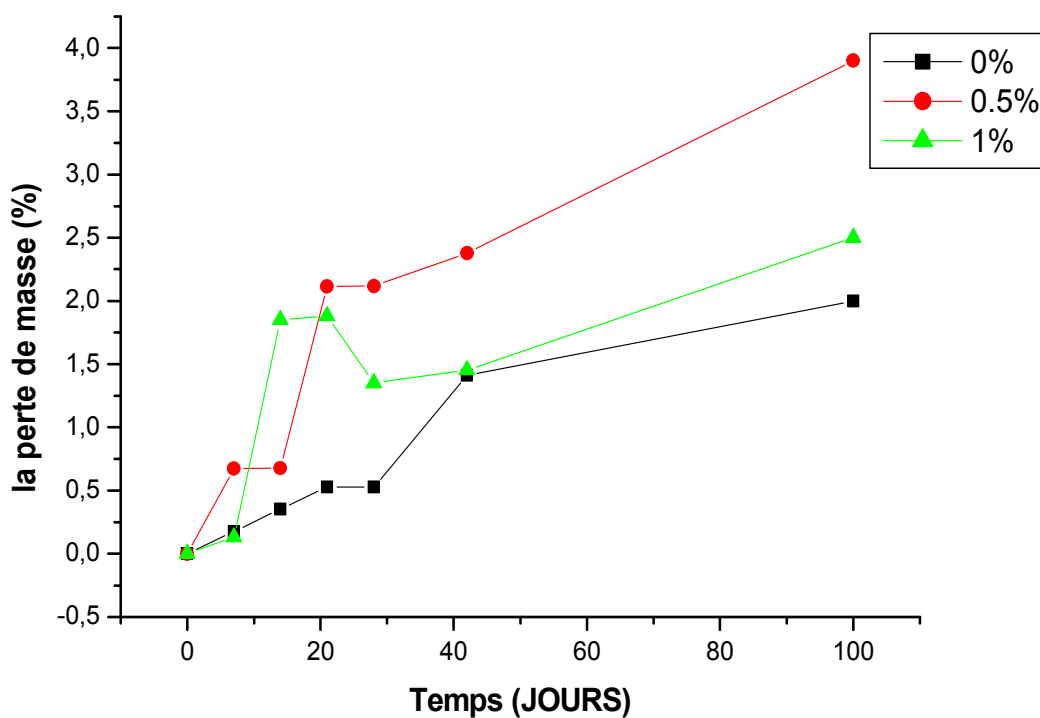


Figure12 : Variation de la perte de masse des échantillons de PP à (0%, 0,5,et 1% de pro-oxydant à base de mélange de sodium et calcium

La figure montre l'évolution de la perte de masse des films F1, F2 et F3, au cours de temps. Nous avons remarqué une augmentation de la perte de masse de différents échantillons, au cours du temps, ceci peut être attribué au mécanisme de dégradation qui s'effectue par scission de chaînes. Jusqu'à 42 jours, la perte de masse augmente de la même manière pour tous les échantillons, c'est une période d'induction. Au-delà de cette période la perte de masse devient plus grande pour le taux 0.5% de pro-oxydant et elle est proportionnelle au taux de pro-oxydant.

### III.1. Résultats IRTF

#### ➤ Caractérisation des différents échantillons avant et après la dégradation par la spectroscopie FTI

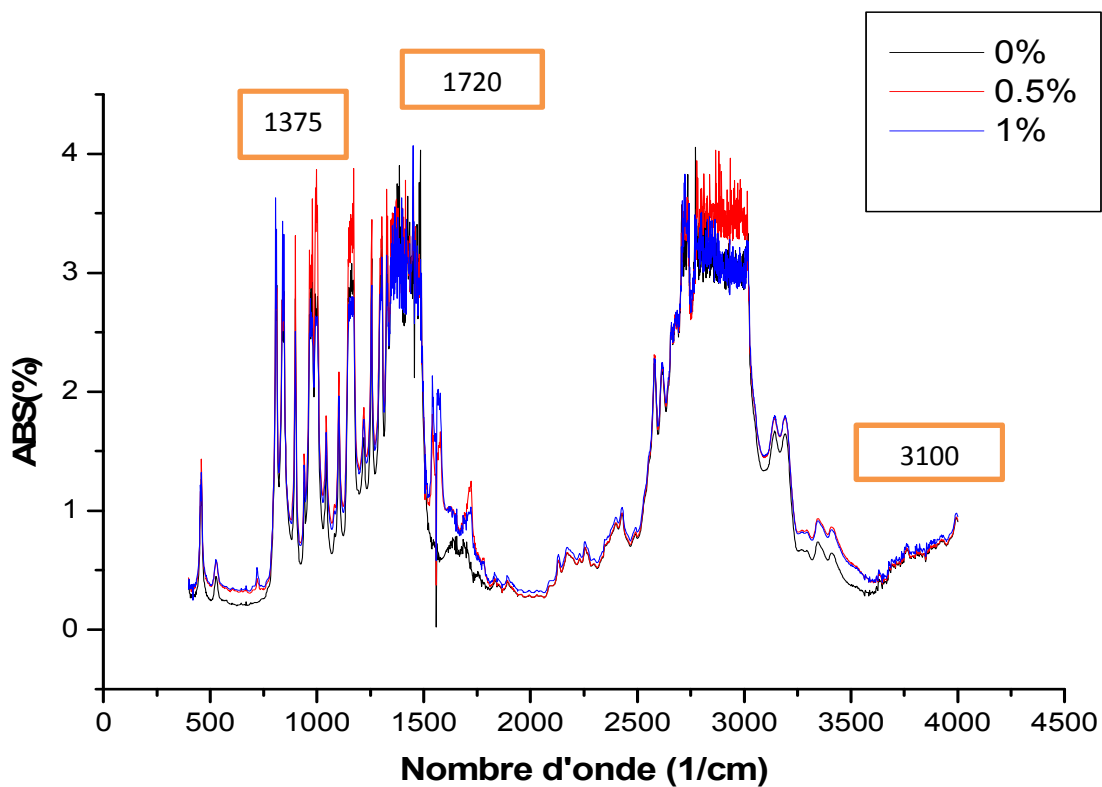
La spectroscopie FTIR nous a permis de suivre et étudier la dégradation des formulations au cours de la thermo-oxydation. En effet, elle indique tous les groupements présents dans les échantillons avant et durant la dégradation.

Dans le tableau 5 sont résumées les principales bandes caractéristiques du polypropylène.

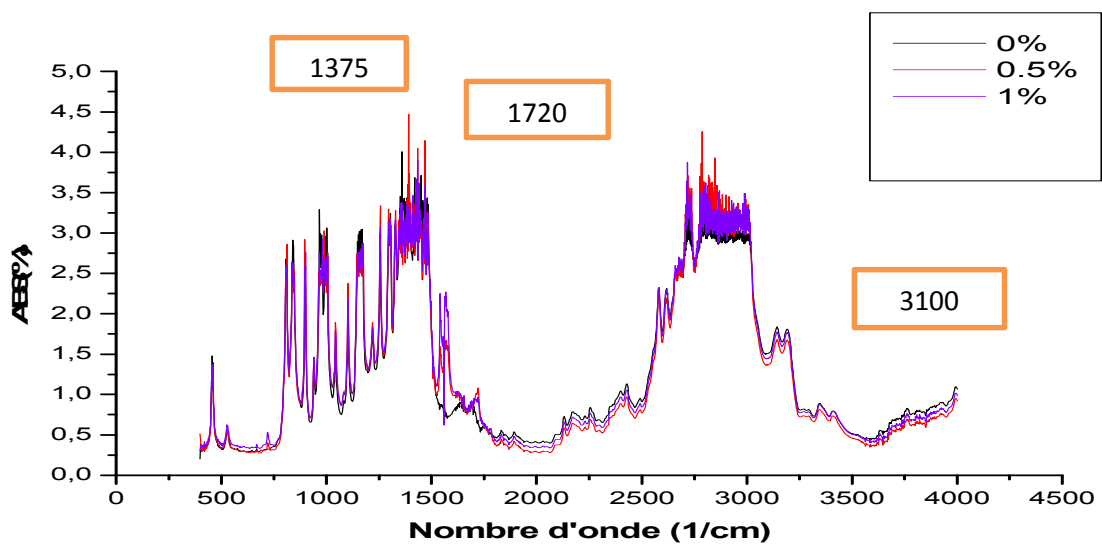
**Tableau 5 :** les principales bandes d'absorption caractéristiques du PP.

Nombre d'onde (1/cm)	Attribution
➤ 2885-3100	➤ Bande caractéristique du groupement méthylique
➤ 1452	➤ Déformation dans le plan des CH <sub>2</sub>
➤ 1375	➤ Déformation symétrique des CH <sub>3</sub>

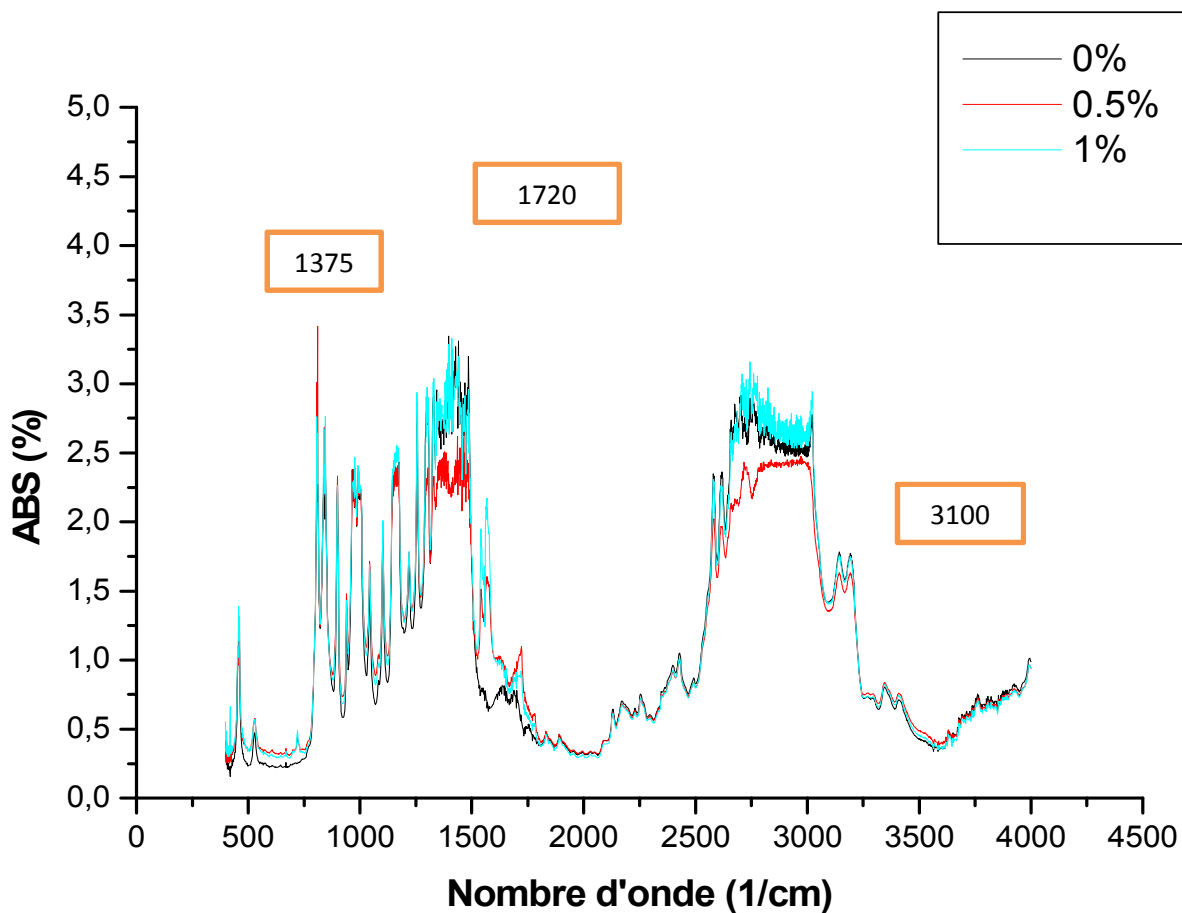
Les figures ci-dessous illustrent les spectres IRTF des formulations F1, F2 et F3 et montrent les changements qui ont lieu dans les échantillons de pp avant et durant le processus de dégradation dans le domaine 400-4500 cm<sup>-1</sup>. On repère sur chaque spectre les principaux pics et bandes d'absorption en FTIR.



**Figure13 :** Spectre FTIR de l'absorbance des films de PP à 0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant avant dégradation dans le domaine 400-4500  $\text{Cm}^{-1}$ .

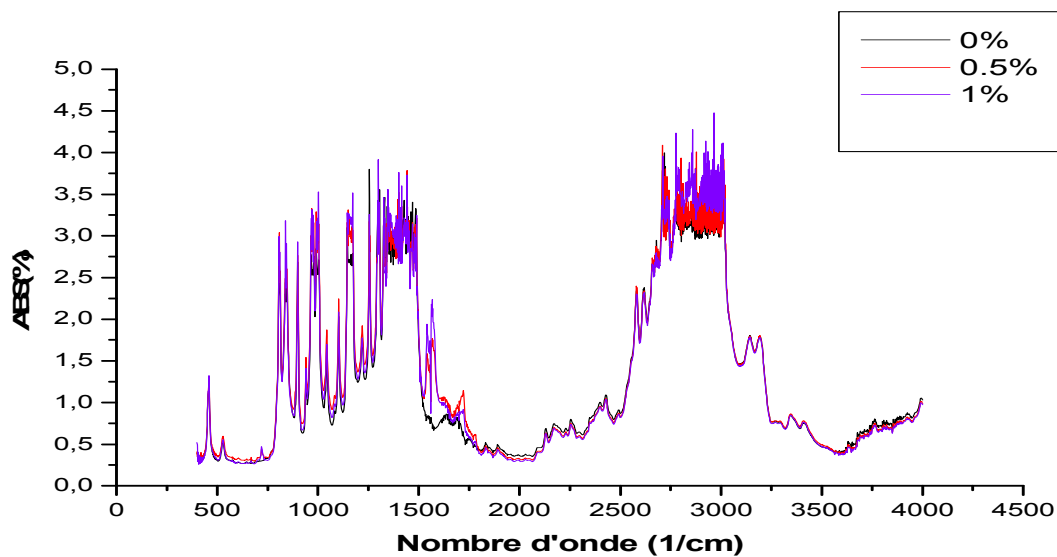


**Figure14:** Spectre FTIR de l'absorbance des films de PP à 0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant après 14 jours dans le domaine 400-4500  $\text{Cm}^{-1}$ .

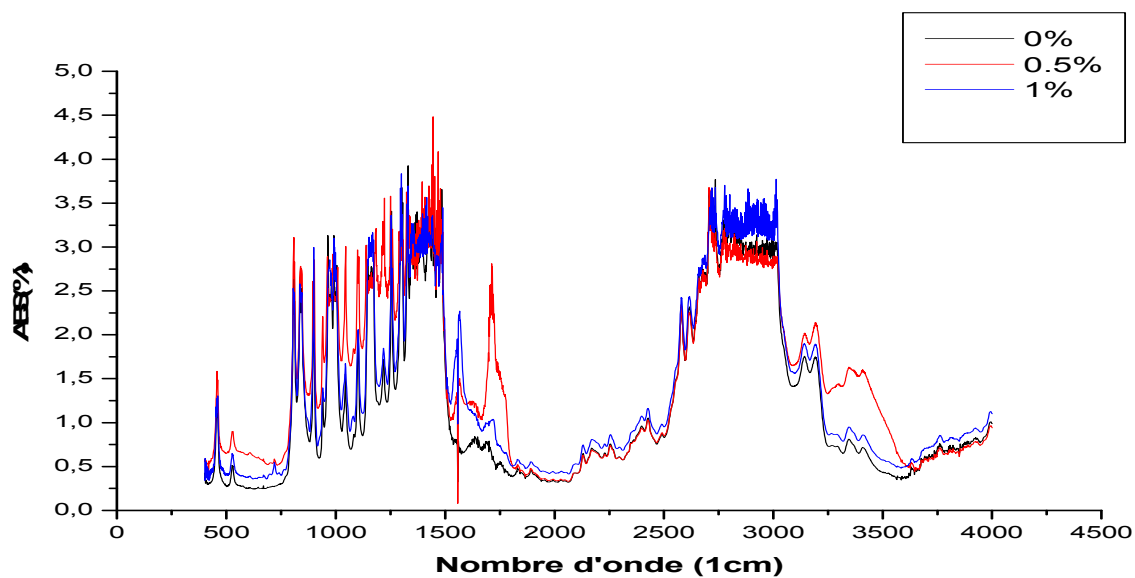


**Figure15** : Spectre FTIR de l'absorbance des films de PP à 0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant après 21 jours, dans le domaine 400-4500 Cm-1.

Les figures (13, 14 et15) correspondent aux spectres d'absorption en FTIR des échantillons à différents taux de pro-oxydant, respectivement avant dégradation, à 14 jours et 21 jours d'exposition à 70°C montrent des bandes d'absorption caractéristiques du PP.



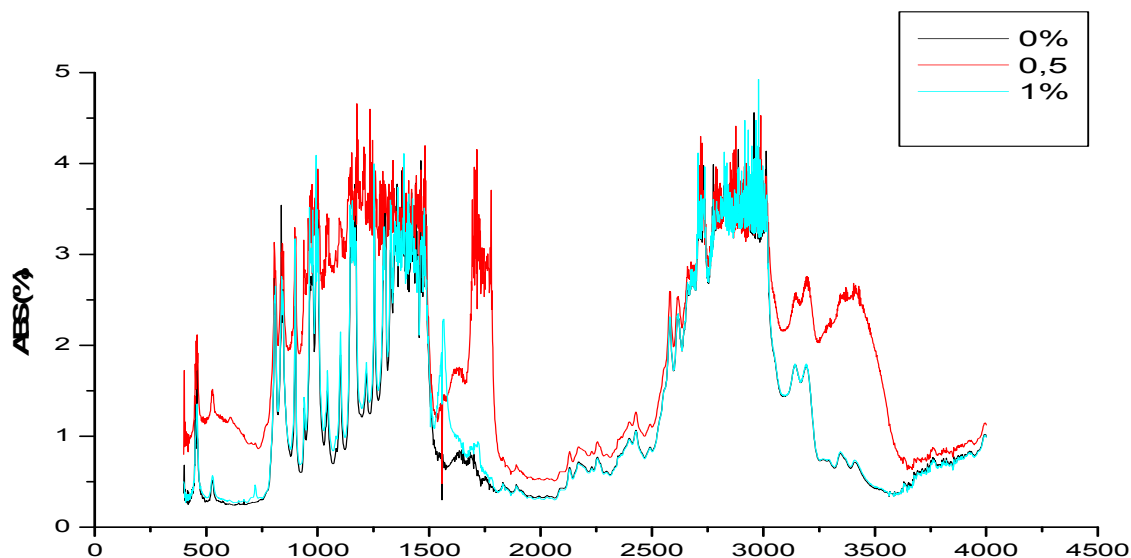
**Figure16** : Spectre FTIR de l'absorbance des films de PP à 0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant après 28 jours dans le domaine 400-4000 Cm-1.



**Figure17** : Spectre FTIR de l'absorbance des films de PP à 0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant après 42 jours dans le domaine 400-4500 Cm-1.



Pour les figure (16 et 17 ) Après exposition des différents échantillons à la thermo-dégradation, on remarque, l'apparition d'une bande à [1720cm-1] caractéristique des groupements carbonyles (C=O), et une autre [3100 cm-1] caractéristique des groupements hydroxyles (OH) ces groupements sont formés suite à la dégradation des échantillons.

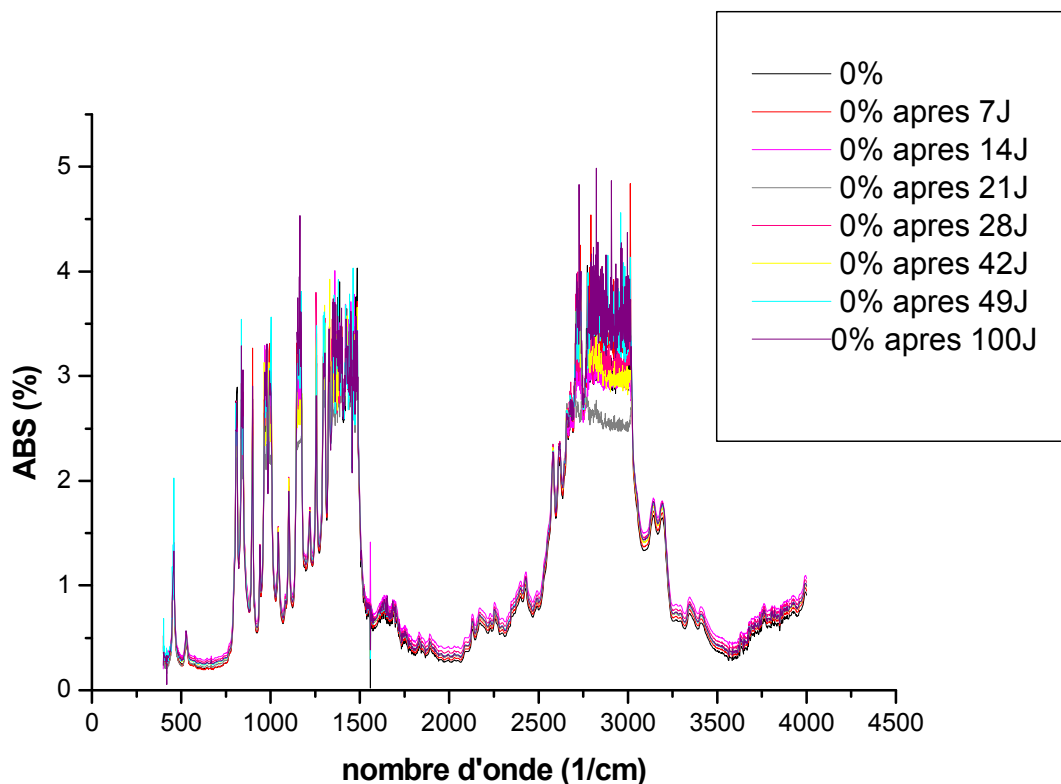


**Figure18** : Spectre FTIR de l'absorbance des films de PP à 0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant après 100 jours dans le domaine 400-4500 Cm-1.

Pour les figures (18) Après exposition des différents échantillons à la thermo-dégradation, on constate en plus des bandes qui caractérisent le polypropylène, l'apparition d'une bande à [1720cm-1] caractéristiques des groupements carbonyles (C=O), et une autre entre [3100 cm-1] caractéristique des groupements hydroxyles (OH) ces groupements sont formés suite à la dégradation des échantillons.

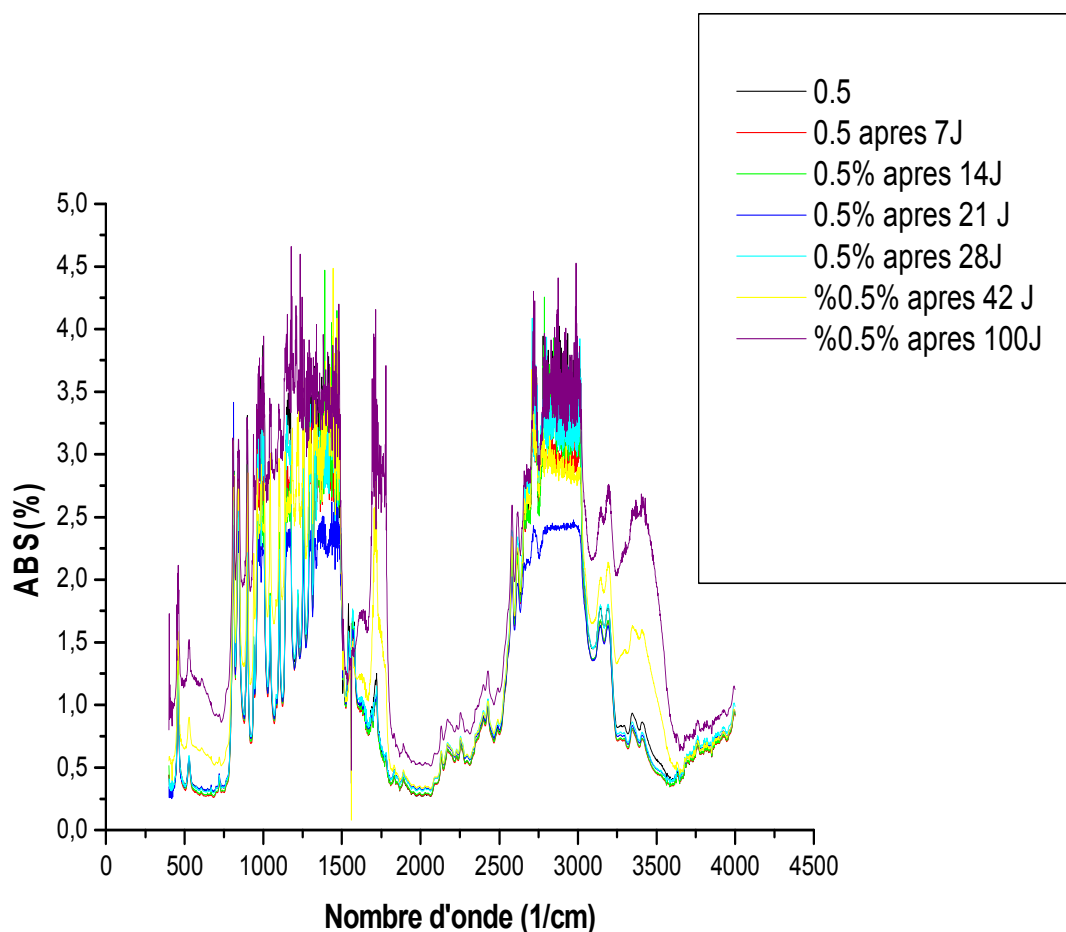
On a donc scission de chaînes macromoléculaires. On remarque que l'intensité des pics qui apparaissent augmente au cours du temps, quelque soit le taux de pro-oxydant. Cependant, les échantillons à 0.5 % ont subi une dégradation plus importante que ceux à 1% et 0% après 100 jours de thermo-dégradation.

- Caractérisation des différents taux de pro-oxydant avant et après la dégradation par Spectroscopie FTIR



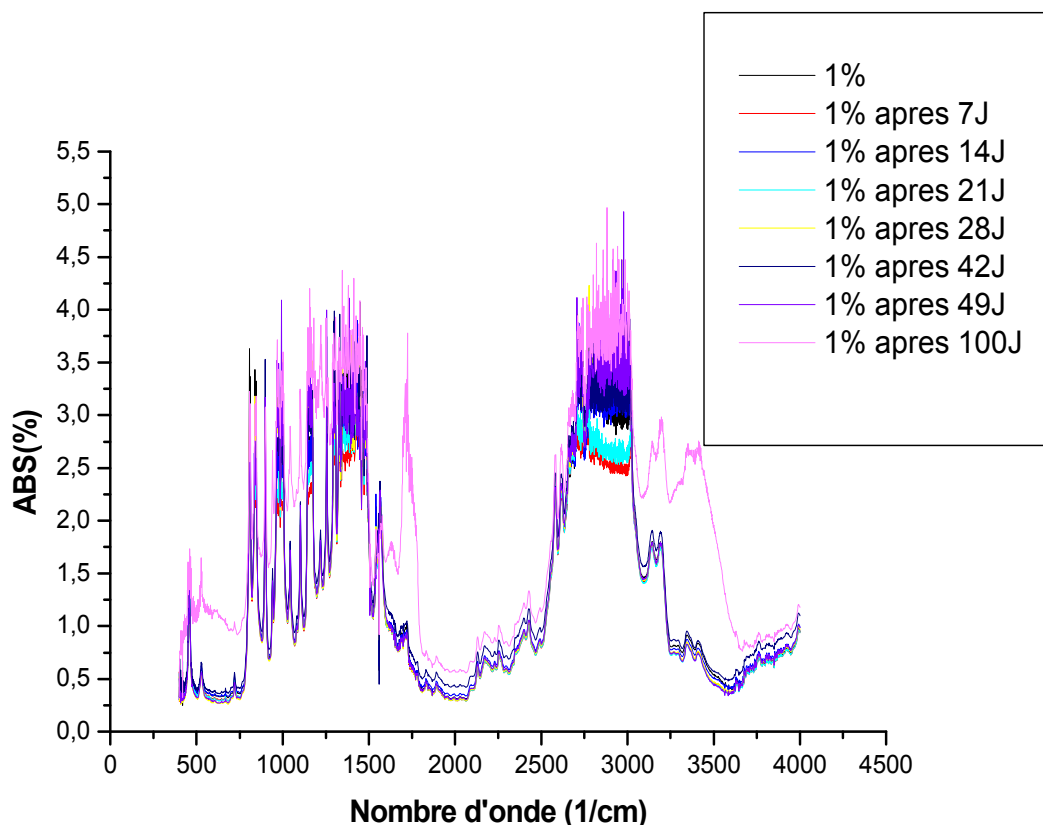
**Figure19** : Spectre FTIR des échantillons du PP à 0% de pro-oxydant avant et après différentes durées dans le domaine 400-4500  $\text{cm}^{-1}$ .

La figure montre le spectre IR l'échantillon à 0% d'additif au cours du temps, elle montre l'absence de bande d'absorption  $1720\text{cm}^{-1}$  ce qui signifie la non-formation des groupements carbonyles et formation d'une bande à  $3100\text{cm}^{-1}$ , attribuée à la formation des groupements hydroxyles au cours de cette période de vieillissement du polypropylène à 0% d'agent oxydant.



**Figure 20:** Spectre FTIR des échantillons du PP à 0.5% de pro-oxydant avant et après différentes durées dans le domaine 400-4500 cm<sup>-1</sup>.

Cette figure, nous montre l'échantillon à 0,5% d'additif exposé au vieillissement thermique au cours du temps, elles montrent la présence de bandes d'absorption à [1375cm<sup>-1</sup>] Caractéristique des liaisons CH<sub>3</sub> qui apparaît à 0 jours et qui disparaissent au cours du temps, et une bande à 3100cm<sup>-1</sup> qui apparaît au bout de 42<sup>ème</sup> jour, et qui diminue après 100<sup>ème</sup> jours qui signifie la formation des groupements carbonyles et des groupements hydroxyles au cours de cette période de vieillissement.



**Figure 21** : Spectre ATR des échantillons du PP à 1% de pro-oxydant avant et après différentes durées dans le domaine 400-4500  $\text{cm}^{-1}$ .

Cette figure, nous montre l'échantillon à 1% d'additif exposé au vieillissement thermique au cours du temps, elles montrent la présence de bandes d'absorptions à [1375 $\text{cm}^{-1}$ ] Caractéristique des liaisons CH<sub>3</sub> et une bande à 3100 $\text{cm}^{-1}$  qui apparait au bout de 42<sup>ème</sup> jours, et qui augmente après 100<sup>ème</sup> jours qui signifie la formation des groupements carbonyles et des groupements hydroxyles au cours de cette période de vieillissement.

Par contre, on note que l'intensité des pics correspondant aux groupements carbonyles augmente avec l'augmentation du taux d'oxydant.

**L'indice de carbonyle**

L'indice de carbonyle est une mesure de la concentration des groupes carbonyles dans les films de polypropylène lors de la dégradation.

$$\text{Indice de carbonyle(IC)} = (\text{C=O}) * 100 / (\text{CH})$$

A(C=O) : absorption des carbonyles (bande de localisée dans la région (cm-1).

A(CH<sub>2</sub>) : absorption de référence de groupement méthyliques dans la région (cm-1).

Les résultats sont portés dans les tableaux si dessous :

**Tableau 06:** Indice de carbonyle de l'échantillon de polypropylène de 0% de pro-oxydant.

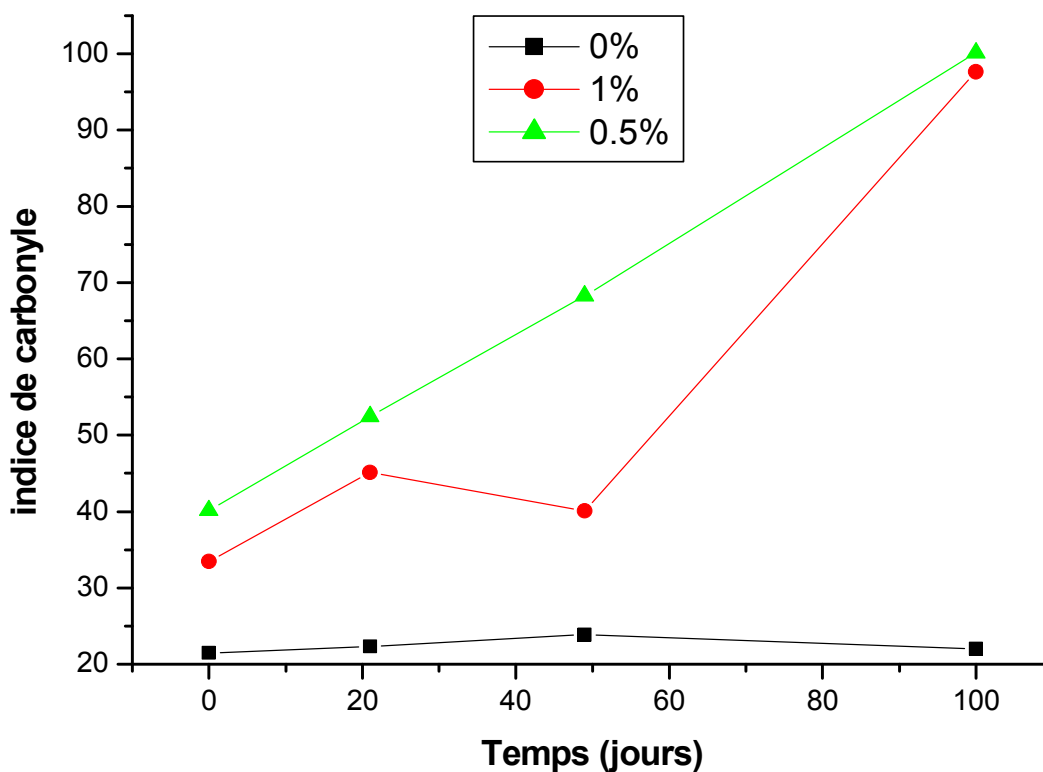
Echantillon	0% A.D	0% après 21J	0% après 49J	0% après 100J
A(c=o)	0.474	0.52	0.53	0.51
A(CH <sub>2</sub> )	2.19	2.33	2.22	2.24
IC	21.46	22.31	23.87	22

**Tableau 07 :** Indice de carbonyle de l'échantillon de polypropylène de 1% de pro-oxydant.

Echantillon	1% A.D	1% après 21 J	1%après 49 J	1%après 100 J
A(c=o)	0.98	1.02	0.91	2.54
A(CH <sub>2</sub> )	2.21	2.26	2.27	2.60
IC	33.45	45.13	40.08	97.62

**Tableau 08 :** Indice de carbonyle de l'échantillon de polypropylène de 0.5% de pro-oxydant.

Echantillon	0.5 A.D	0.5% après 21 J	0.5après 49J	0.5%après 100J
A(c=o)	1.29	1.06	1.72	0.84
A(CH <sub>2</sub> )	2.27	2.02	2.52	0.74
IC	40.13	52.47	68.25	100.13



**Figure 22 :** La variation de l'indice de carbonyle des films de PP à (0%, 0.5%, et 1% de pro-oxydant) au cours de la thermo-oxydation.

D'après la figure on constate que l'indice de carbonyle augmente avec le temps d'une façon remarquable pour les deux échantillons à 0.5% et 1% d'additifs

Au cours de la dégradation, contrairement pour l'échantillon à 0% d'additifs, sur lequel on remarque une variation négligeable de l'indice de carbonyle.

# *Conclusion générale*

## *Conclusion générale*

---

Les déchets plastiques sont la principale de pollution environnement. Par conséquent, ils posent un réel problème dans l'élimination des déchets, et par conséquent, il est intéressant de concentrer nos travaux sur cette question et d'étudier les effets de la température et le taux de pro-oxydant sur des échantillons de PP destinés à l'industrie. Les résultats obtenues à travers de cette étude sont :

Au cours de ce travail, nous avons synthétisé des échantillons à base de PP, élaborés à différentes concentrations d'un mélange de deux pro-oxydants (sans additif, 0%, 0.5, et 1%) afin de suivre leur dégradation thermique à 70°C au cours du temps, et l'effet de pro-oxydant sur la dégradation des échantillons élaborés.

Le suivi de la dégradation thermique a été fait par spectroscopie Infra rouge (FTIR), et l'évaluation de la perte de masse.

La spectroscopie IR des échantillons de pp à base des deux pro-oxydant montre une apparition des pics caractéristiques des groupements carbonyle et hydroxyle et une augmentation de leur intensité au cours du temps. ces groupements sont une conséquence de la dégradation par scission de chaines.

D'après l'intensité des pics, l'échantillon à 0.5% de pro-oxydant est le plus dégradé, d'un degré Plus que l'échantillon de 1%.

La perte de masse, la spectroscopie IR est montrée que la dégradation des Échantillons soumis à 70°C devient importante lorsque le taux est 0.5%.

L'indice de carbonyle augmente avec le temps et le taux de pro-oxydant.



*Références  
bibliographiques*

## *Références bibliographiques*

---

[1] : DJEELLALI Souad, Thèse de Doctorat, « Elaboration, caractérisation et biodégradabilité des mélanges PEBD/PLA et PEBD/EGMA/PLA », Université FERHAT ABBAS SETIF (2014).

[2] : Wust Jr., D. C. Bogue. « **Stress Optical Behavior In Polystyrene; Residual Stresses And Birefringences In Large, Quenched Samples** », *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.28, p 1931–1947, 1983.

[3] : Kelly A., Zweben C., *Comprehensive composite materials : polymer matrixcomposites*, Vol. 2, Elsevier, 2000

[4] : B. Lotz, B. Fillon, A. Thierry. « *Low Tc growth transitions in isotactic polypropylene:  $\beta$  to  $\alpha$  and  $\alpha$  to smectic phases* », *Polymer Bulletin*, Vol.25, p 101-105, 1991.

[5] : chimie et physico-chimie des polymères

[6] : Kelly A., Zweben C., *Comprehensive composite materials : polymer matrixcomposites*, Vol. 2, Elsevier, 2000

[7] : chimie et physico-chimie des polymères

[8] : H.H.Kausch, N.Heymans, C.J.Plummer, P.Decroly. « *Traité Des Matériaux, Vol. 14. Matériaux Polymeres : Propriétés Mécaniques Et Physiques* », Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne, 2001.

[9] : Z. Wei, W. Zhang, C. Guangyi, J. Liang, S. Yang, P. Wang. « *Crystallization And Melting Behavior Of Isotactic Polypropylene Nucleated With Individual And Compound Nucleating Agents* ». *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Vol.102, p 775-783, 2010

[10] : A. J. Peacock. « *Handbook Of Polyethylene: Structures, Properties And Applications* », Marcel. Dekker, New York, 2001.

[11] : D. Li, Y. You, R. Li, X Deng. « *Effects Of Nanometer-Tio2 Surface Modification And Concentration On The Mechanical Performances Of polypropylene/Polyamide Maleic Anhydride-Grafted Polypropylene Composite* », *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, Vol.32, p 1807-1820, 2013.

## *Références bibliographiques*

---

[12] : J.P.Trotignon, J.Verdu, A.Dobraczynski, M. Piperaud. « *Précis De Matières Plastiques : Structure, Propriétés, Mise En OEuvre, Et Normalisation* », Nathan, Paris, 1996.

[13] : J.Reault. « *Les Polymères Solides* », Cépadués, Paris, 2002.

[14] : **Mohammad Dalour Hossen Beg**; “**The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites**”; Thèse de doctorat, University of Waikato, Hamilton, New Zealand, 2007.

[15] : modern plastics.june2002. p.42-43

[16] : U. Bach, P. Comte, J. E. Moser, F. Weisso, M. Grätzel . « *Solid-State Dye-Sensitized Mesoporous TiO<sub>2</sub> Solar Cells With High Photon-To-Electron Conversion Efficiencies*», Nature, Vol. 395, p 583-585, 1998.

[17] : U. Pagga, D.B. Beimborn, M. Yamamoto. Biodegradability and compostability of polymers-test methods and criteria for evaluation. J. Environ. Polym. Degrade. Vol 4 No 3 (1996) 173-178

[18] : **S. Kinzy, R. Falcone**, « Thermogravimétric analysis of polymers », In: H. Labo and J. V. Bonilla (Ed.), Handbook of lastics Analysis, Marcel Dekker, New York, (2003).

[19] : Jean Pierre Mercier Ernest maréchal, «Chimie des Polymères», vol. 13, chap.10, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1993

[20] : **S. Kinzy, R. Falcone**, « Thermogravimétric analysis of polymers », In: H. Labo and J. V. Bonilla (Ed.), Handbook of lastics Analysis, Marcel Dekker, New York, (2003).

[21] : BERRANEM Mahrez, Mémoire de magister, «étude de vieillissement sur les propriétés physiques et mécaniques du polyéthylène a basse densite(PEBD), Université de Badji Mokhtar(2010).

[22] : MURALI Mohan Reddy, Doctora thesis,«Oxo-biodegradation of Polyethylene»,RMIT University, ( 2008).

## *Références bibliographiques*

---

**[23] : PIETER GIJSMAN, GUIDO MEIJERS, GIACOMOVITARELLI.** Comparison of the UV- degradation chemistry of polypropylene, polyethylene, polyamide 6 and polybutyleneterephthalate. Polym. Degrad. Stab. Vol 65 (1999) 433-441.

**[24] : O.Zaki,** «Contribution à l'étude et à la modélisation de l'influence des phénomènes de transferts de masse sur le comportement mécanique de flacons en polypropylène», Thèse de doctorat, Université de Paris-Est, Paris (2008).

**[25] : Kargin, V.A., T.I. Sogolova, and V.M. Rubshtein,** Effect of artificial nuclei on temperature - time dependences of recrySTALLIZATION and strength of polypropylene. Polymer science U.S.S.R., 1967.9(2):p.315-322

**[26] : A. FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. PALOMO, I. SOBRADOS, J. SANZ,** «The role played by the reactive alumina content in the alkaline activation of fly ashes». Micropor. Mater, 91 (1-3), p. 111-119, (2006).Malaysia, (2006).

# *Effet d'un mélange d'oxydants sur la dégradation du polypropylène*

## *Résumé*

Ce travail est centré sur l'effet du taux de pro-oxydant de calcium et de sodium sur les échantillons à base de Polypropylène, Elaborés à différentes concentrations de pro-oxydant (sans additif, 0.5% et 1, %)

Les échantillons de polypropylène ont subi un traitement thermique dans l'étuve à 70°C Pendant 100 jours d'exposition. Les analyses de perte de masse et les tests spectroscopiques (FTIR) ont été effectués après chaque prélèvement.

Le suivi de la dégradation thermique a été fait par la perte de masse, et de Test : Spectroscopique (FTIR). Les résultats obtenus ont montré que le comportement de dégradation des échantillons dépend du taux de pro-oxydant.

La perte de masse et la spectroscopie IR est montré que la dégradation des échantillons soumis à 70°C devient importante lorsque le taux de dégradant atteint à 0.5%. L'analyse comparative des échantillons traités par les additifs à base de pro-oxydant de mélange de Calcium et de sodium, par infrarouge montre que le pro- oxydant à Base de mélange de deux stéarates est plus dégradant que celui de résultats de mémoire FENDI Karim et AIT BESSAI Siham

**Mots clés :** polyoléfine, polypropylène, pro-oxydant, stéarate.

## *Abstract*

This work focuses on the effect of the level of pro-oxidant of calcium and sodium on samples based on Polypropylene, Elaborated at different concentrations of pro-oxidant (without additive, 0.5% and 1, %)

The polypropylene samples were heat treated in the oven at 70 ° C for 100 days of exposure. Mass loss analyzes and spectroscopic tests (FTIR) were performed after each sample.

The monitoring of thermal degradation was done by mass loss, and Test: Spectroscopic (FTIR). The results obtained showed that the degradation behavior of the samples depends on the level of pro-oxidant. The loss of mass and IR spectroscopy is shown that the degradation of samples subjected to 70 ° C becomes significant when the rate of degradation reaches 0.5%.

The comparative analysis of the samples treated with additives based on a pro-oxidant mixture of Calcium and sodium, by infrared shows that the pro-oxidant based on a mixture of deux stearates is more degrading than that of FENDI Karim and memory results. AIT BESSAI Siham

**Key words :** polyolefin, polypropylene, pro-oxidant, stearate.