

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE AKLI MOHAND OULHADJ – BOUIRA

FACULTE DES SCIENCES APPLIQUEES

DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCEDES



MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME MASTER

Domaine : ST Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie de l'environnement

Présenté par :

SELLAM Rabia & TAIB Fatima Zohra

Thème

**Biochar de noyaux de dattes comme renfort
fonctionnel dans les films agricoles biodégradables :
élaboration, caractérisation et performances**

nu le : 27/06/2026

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom

Mme.El Hanafi Nawel

Univ. de Bouira

Présidente

M.Lounici Hakim

Univ. de Bouira

Promoteur

Mme. Kebaili Maya

CDTA de Setif

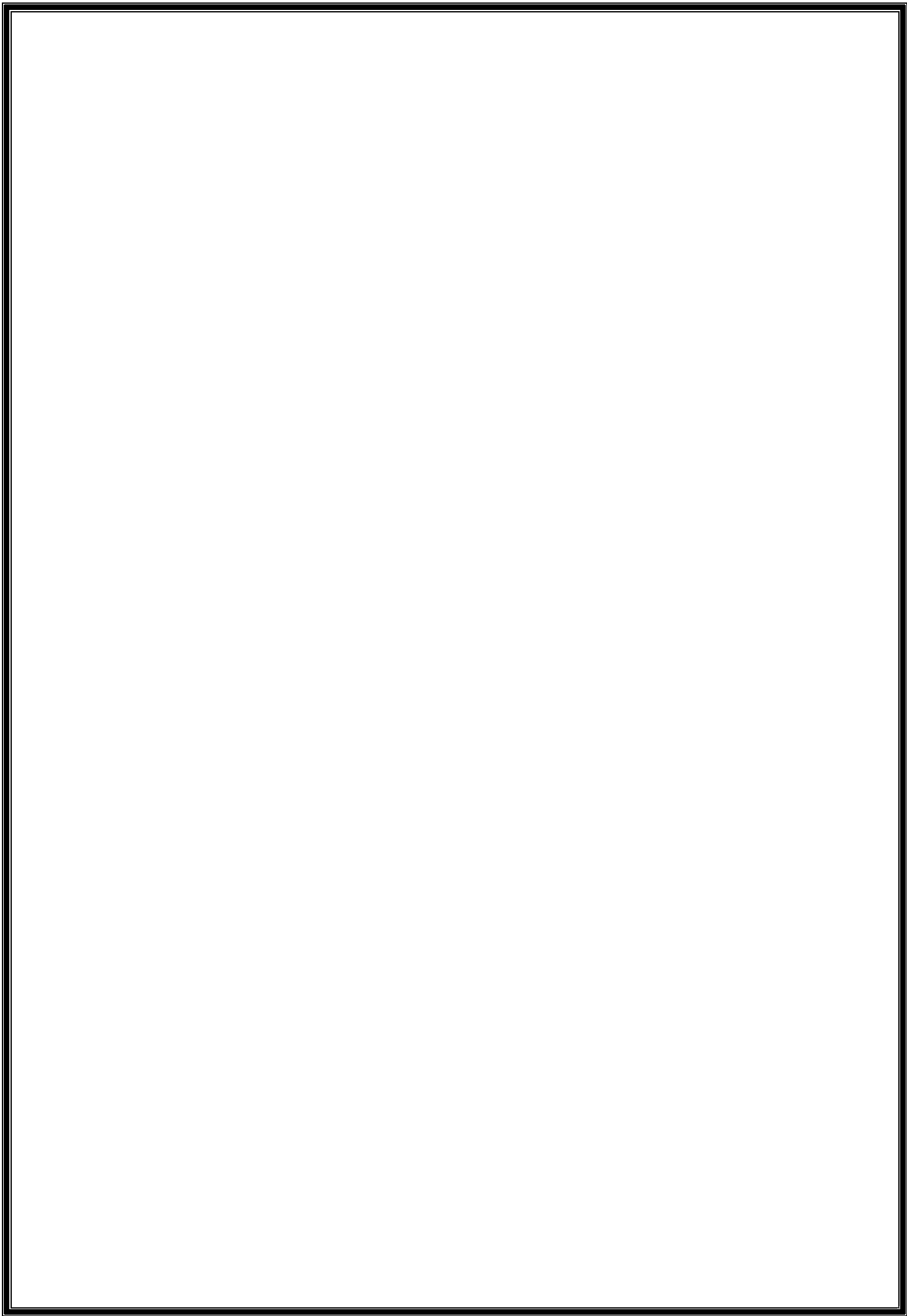
Co-Prmotrice

M. Aoudjit Farid

Univ. de Bouira

Examineur

Année Universitaire : 2025/2026



Remerciements

Avant tout, nous remercions Dieu le Tout-Puissant de nous avoir donné la force, la patience et la volonté nécessaires pour mener à bien ce travail.

Nous adressons nos sincères remerciements à notre encadreur,

Pr. Hakīm Lounici, pour son accompagnement, ses précieux conseils et son soutien tout au long de la réalisation de ce mémoire.

Nous exprimons également notre gratitude à notre co-encadreuse, Mme Kébaili Maya, pour son aide précieuse, ses orientations et sa disponibilité durant ce travail.

Nos remerciements vont également à Mme Nabila, Mr Samir, Mr Farid et tous les membres du laboratoire de génie des procédés.

Nous remercions aussi les membres du jury pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant d'évaluer ce mémoire.

Nos remerciements vont enfin à nos familles, à nos amies ainsi qu'à toutes les personnes qui nous ont soutenues et encouragées durant notre parcours universitaire.

À tous, nous exprimons notre profonde gratitude

Dédicaces

Avant toute chose, je remercie Allah de m'avoir accompagnée tout au long de ce parcours. si j'ai la chance d'écrire cette dédicace et de voir le fruit de toutes ces années d'efforts, c'est grâce à sa volonté et les forces qu'il m'a donné pour ne jamais abandonner.

Je me dédie d'abord ce travail, à moi-même, pour tous les efforts fournis, les nuits de travail et la persévérance qui m'ont permis d'avancer malgré les difficultés.

A ma mère, mon premier refuge, mon plus grand soutien, celle qui a accompagné chacun de mes pas depuis les premiers mots que j'ai appris à prononcer.

A mon père, mon premier enseignant, celui qui m'a appris à écrire, à compter, à croire la valeur du savoir et à ne jamais abandonner.

A mes frères et sœurs, pour leur présence et toute l'énergie positive qu'ils m'ont donnée au long de ce parcours.

A mes amis, la promo 2021-2026, et particulièrement ma binôme Fatima, avec qui j'ai partagé les défis, le stress, les réussites et les souvenirs.

A tous mes enseignants de parcours 2009-2026 qui ont contribué, chacun à sa manière, à construire la personne que je suis aujourd'hui.

A toutes personnes qui ont croisé mon chemin et qui, par un geste, un conseil, un mot d'encouragement ou un simple soutien, ont participé de près ou de loin à cette aventure.

Enfin, ce travail vous est dédié avec toute ma gratitude et mon profond respect.

SELLAM Rabia Imene

Dédicaces

Ce travail est l'aboutissement d'un long chemin de persévérance que je dédie, du fond du cœur, à mes parents.

À ma mère pour ses prières bienveillantes, et à mon père pour ses sacrifices et son soutien indéfectible.

À mes frères et sœurs, ainsi qu'à toute la famille Taib, pour leur affection et leur présence constante à mes côtés.

À moi-même, en hommage à la discipline, à la résilience et à la force intérieure qui m'ont permis de surmonter chaque obstacle.

Mes remerciements les plus sincères s'adressent à mon promoteur, monsieur Hakim Lounici, et à ma promotrice madame Maya Kébaili, pour leur précieuse orientation, leur rigueur et leur confiance.

Je partage cette réussite avec ma binôme, Sellam Rabia, pour notre excellente collaboration technique et notre complicité professionnelle.

Enfin, je dédie ce mémoire à la promotion 2024-2026, en souvenir de l'entraide et de belle dynamique qui ont uni notre parcours universitaire.

TAIB Fatima Zohra

Sommaire

Chapitre 1

1	Introduction.....	1
1.	Généralités sur les films agricoles	4
1.1	Contexte et définition	4
1.2	Évolution historique	4
1.3	Principales applications des films agricoles	5
1.3.1	Films de paillage	5
1.3.2	Couvertures de serre.....	6
1.3.3	.Films d'ensilage.....	6
1.3.4	.Films fonctionnels et intelligents	7
1.4	Fonctions agronomiques des films agricoles.....	7
2	FILMS AGRICOLES CONVENTIONNELS	8
2.1	Introduction	8
2.2	Principaux polymères conventionnels	8
2.3	Avantages des films agricoles conventionnels	9
2.4	Limites et impacts environnementaux	9
2.5	Transition vers des alternatives durables	9
3	FILMS AGRICOLES BIODEGRADABLES	9
3.1	Introduction	9
3.2	Définition et concepts fondamentaux	10
3.3	Principaux polymères biodégradables	10
3.4	I.3.4. Avantages des films biodégradables	11
3.5	I.3.5. Limites actuelles.....	12
4	Élaboration des films agricoles biodégradables.....	13
4.1	Introduction	13
4.2	Formulation des films biodégradables.....	13
4.3	Matrices polymériques	14
4.4	Plastifiants et agents de compatibilisation.....	14
4.5	Charges naturelles et nanorenforts	15
4.6	Procédés de fabrication des films biodégradables	15
4.6.1	I.4.6.1. Extrusion et extrusion-soufflage	16

4.6.2	I.4.6.2. Extrusion en filière plate (flat die extrusion)	16
4.6.3	I.4.6.3. Coulage de solution (solution casting).....	17
4.6.4	I.4.6.4. Thermocompression et moulage	18
4.6.5	I.4.6.5. Coextrusion multicouche et procédés émergents.....	18
4.7	Paramètres influençant les propriétés	19
4.8	Perspectives d'élaboration	20
5	Applications des films biodégradables en agriculture	20
5.1	Introduction	20
5.2	Films biodégradables de paillage	21
5.3	Performances agronomiques.....	21
5.4	Films photosélectifs biodégradables.....	21
5.5	Films fonctionnels et intelligents.....	22
5.6	Biodégradation au champ	23
5.7	Perspectives des applications agricoles	23
6	Évaluation environnementale et économique	23
6.1	Introduction	23
6.2	Analyse du cycle de vie (ACV).....	24
6.3	Impacts environnementaux des films biodégradables	25
6.4	Limites environnementales.....	25
6.5	Évaluation économique	25
6.6	Films en serre.....	27
6.7	Contribution à l'économie circulaire	27
6.8	Perspectives environnementales et économiques	28
7	Défis scientifiques et perspectives futures	28
7.1	Introduction	28
7.2	Défis scientifiques	28
7.3	Défis technologiques et industriels.....	29
7.4	Défis environnementaux.....	30
7.5	Perspectives de développement	30
7.6	Perspectives économiques et industrielles.....	32
7.7	Perspectives réglementaires et normatives	32
8	Conclusion du chapitre	33

Chapitre 2

1	Introduction.....	36
2	PREPARATION DE LA MATIERE PREMIERE : NOYAUX DE DATTE.....	36
2.1	Collecte et tri des noyaux de datte.....	36
2.2	Lavage	36
2.3	Séchage.....	37
2.4	Broyage.....	37
2.5	Tamissage.....	37
3	PREPARATION DU BIOCHAR A PARTIR DE LA POUDRE DE NOYAUX DE DATTE.....	38
3.1	Principe de la carbonisation.....	38
3.2	Procédure de carbonisation.....	39
3.3	Étude de l'influence des conditions de carbonisation	39
3.4	Détermination du rendement de carbonisation.....	40
3.5	Broyage final et tamissage du biochar	40
3.6	Stockage du biochar.....	40
4	4MODIFICATION OXYDANTE DU BIOCHAR	41
4.1	Traitement oxydant au peroxyde d'hydrogène.....	41
4.2	Lavage et neutralisation.....	42
4.3	Séchage et conservation.....	42
4.4	Intérêt de la modification oxydante	42
5	PREPARATION DES FILMS BIODEGRADABLES A BASE D'AGAR, DE GLYCERINE ET DE BIOCHAR	43
5.1	Formulation des films.....	43
5.2	Préparation de la solution filmogène	44
5.3	Incorporation du biochar	44
5.4	Coulage et séchage des films.....	44
5.5	Principe de renforcement par le biochar.....	45
6	OPTIMISATION DE LA DISPERSION DU BIOCHAR DANS LA MATRICE AGAR–GLYCERINE	45
6.1	Pré-séchage du biochar.....	46
6.2	Pré-mouillage des particules de biochar.....	46
6.3	Désagglomération et homogénéisation.....	46

6.4	Incorporation dans la solution filmogène	46
6.5	Dégazage de la suspension	46
6.6	Coulage et séchage des films	47
6.7	Critères d'évaluation de la dispersion	47
7	CONDITIONNEMENT DES FILMS AVANT CARACTERISATION	48
7.1	Procédure de conditionnement	48
7.2	Conservation des échantillons	48
7.3	Importance du conditionnement	48
8	CARACTERISATION DES BIOCHARS	49
8.1	Détermination du rendement de carbonisation	49
8.2	Détermination de la teneur en humidité	50
8.3	Détermination du pH	50
8.4	Détermination de la densité apparente.....	50
8.5	Analyse granulométrique.....	51
8.6	Détermination de la teneur en cendres	51
8.7	Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	51
8.8	Diffraction des rayons X (DRX)	51
8.9	Microscopie électronique à balayage couplée à l'EDS (MEB-EDS).....	51
8.10	Détermination de la surface spécifique BET	52
9	CARACTERISATION DES FILMS BIODEGRADABLES.....	52
9.1	Détermination de l'épaisseur des films	52
9.2	Détermination de la masse surfacique	52
9.3	Détermination de la densité apparente.....	53
9.4	Évaluation de l'aspect visuel.....	53
9.5	Propriétés hydriques des films0.....	53
9.5.1	II.9.5.1. Teneur en humidité	53
9.5.2	II.9.5.2. Solubilité dans l'eau	54
9.5.3	II.9.5.3. Capacité de gonflement	54
9.5.4	II.9.5.4. Perméabilité à la vapeur d'eau	54
9.6	Caractérisation mécanique.....	54
9.6.1	Résistance à la traction	54
9.6.2	Allongement à la rupture.....	55
9.6.3	Essai de pliage	55

9.7	Propriétés optiques	55
9.7.1	Transmission UV–Visible	55
9.7.2	Transparence	55
9.7.3	Opacité et couleur.....	56
9.8	Caractérisation thermique.....	56
9.8.1	Stabilité thermique	56
9.8.2	Analyses DSC et TGA (si disponibles).....	56
9.9	Caractérisation morphologique.....	56
9.9.1	Microscopie optique	56
9.9.2	Microscopie électronique à balayage (MEB).....	56
10	Étude de biodégradabilité des films	57
10.1	Essai de biodégradation par enfouissement dans le sol	57
10.2	Détermination de la perte de masse	58
10.3	Observations morphologiques après biodégradation.....	58
10.4	Effet du biochar sur la biodégradation	59
10.5	Expression des résultats.....	59
11	ÉVALUATION AGRONOMIQUE DES FILMS BIODEGRADABLES	60
11.1	Dispositif expérimental.....	60
11.2	Sol utilisé	60
11.3	Mise en place des cultures	60
11.4	Taux de germination.....	61
11.5	Humidité du sol	61
11.6	Température du sol	61
11.7	Croissance des plantes	61
11.8	Production de biomasse	61
11.9	Évaluation de la dégradation du film en conditions agronomiques.....	62
11.10	. Analyse des performances agronomiques.....	62
11.11	Analyse statistique	63

Chapitre 3

1	Caractérisation des biochars issus des noyaux de datte	65
1.1	Introduction	65
1.2	Effet des conditions de pyrolyse sur le rendement de carbonisation.....	65
1.3	Influence des conditions de pyrolyse sur le pH des biochars	67
1.4	Influence des conditions de pyrolyse sur la densité apparente des biochars	70
1.5	Évolution de la couleur des biochars en fonction des conditions de pyrolyse	72
1.6	Sélection du biochar optimal pour l'élaboration des films biodégradables.....	74
2	Caractérisation des propriétés optiques et barrières des films biodégradables agar–glycérine–biochar	76
2.1	Effet du biochar sur l'absorbance UV des films.....	78
2.2	Effet du biochar sur la transmission lumineuse des films	80
2.3	Effet du biochar sur l'opacité des films	82
2.4	Effet du biochar sur la perméabilité à la vapeur d'eau des films	84
2.5	Analyse comparative des performances des films et sélection de la formulation optimale	87
3	Analyse comparative des performances et sélection de la formulation optimale	89
3.1	Comparaison des propriétés fonctionnelles des films	90
3.2	Influence de la température de pyrolyse du biochar	90
3.3	Analyse multicritère des performances	92
3.4	Sélection de la formulation optimale.....	92
4	Mécanismes d'amélioration des propriétés des films biodégradables par le biochar	93
4.1	Influence du degré de carbonisation du biochar	94
4.2	Mécanisme d'absorption du rayonnement ultraviolet	95
4.3	Interaction entre le biochar et la matrice agar–glycérine	95
4.4	Mécanisme d'amélioration des propriétés barrières	96
4.5	Conséquences agronomiques potentielles	96
4.6	Synthèse mécanistique.....	97
5	BIODEGRADABILITE DES FILMS AGAR–GLYCERINE–BIOCHAR	97
5.1	Dégradation rapide des films en conditions de sol	97
5.2	Mécanismes responsables de la biodégradation rapide	99

5.3	Limites du matériau et perspectives d'amélioration	99
6	Analyse structurale des films biodégradables par diffraction des rayons X (DRX).....	101

Résumé

Ce travail s'inscrit dans le cadre de la valorisation des déchets de biomasse locale pour le développement de matériaux durables. L'objectif principal est l'élaboration et la caractérisation de films agricoles biodégradables à base d'agar-agar/HEC/PVP, renforcés par du biochar issu de noyaux de dattes. Les résultats de caractérisation ont mis en évidence que l'incorporation de ce biochar amélioré confère aux films de meilleures propriétés thermiques, mécaniques et barrières, tout en leur offrant une excellente protection contre les rayons UV et une biodégradabilité contrôlée en milieu naturel.

Abstract

This work focuses on the valorization of local biomass waste for the development of sustainable materials. The main objective is the preparation and characterization of biodegradable agricultural films based on agar-agar/HEC/PVP, reinforced with biochar derived from date stones. The characterization results demonstrated that the incorporation of this improved biochar enhances the thermal, mechanical, and barrier properties of the films, while providing excellent UV protection and controlled biodegradability in natural environments.

Liste des abbreviations

LDPE: Low-Density Polyethylene

PE : Polyéthylène

PLA : Polylactique

PHA : Polyhydroxyalcanoates

HDPE: High-Density Polyethylene

PP : Polypropylène

PVC : Polychlorure de vinyle

PBAT: Poly (Butylene adipate-co-terephthalate)

PCL: Polycaprolactone

BUR: Blow-Up Ratio

MD: Machine Direction

TD: Transverse Direction

IBC: Internal Bubble Cooling,

PTFE: Polytetrafluoroethylene

TPS: Thermo Plastic Starch

UV : Ultra-Violet

ACV : Analyse du cycle de vie

DRX: Diffraction des Rayons X

TGA: Thermogravimetric Analysis

FTIR: Fourier Transform Infrared spectroscopy

EDS: Energy Dispersive X-ray Spectroscopy

BET: Brunauer-Emmet-Teller

WVP: Water Vapor Permeability

DSC: Differential Scanning Calorimetry

MEB : Microscopie Electronique à Balayage

PH : Potentiel d'Hydrogene

Liste des figures

FIGURE 1:APPLICATIONS OF FILMS AGRICOLES	6
FIGURE 2:CYCLE DE VIE DES FILMS AGRICOLES	8
FIGURE 3:COMPARAISONS DES PROPRIETES DES FILMS AGRICOLES CONVENTIONNELS ET BIODEGRADABLES	12
FIGURE 4:MECANISMES DE BIODEGRADATION DES FILMS AGRICOLES BIODEGRADABLES	13
FIGURE 5:PROCEDES D'ELABORATION DES FILMS AGRICOLES BIODEGRADABLES	19
FIGURE 6 : EFFETS DES FILMS AGRICOLES BIODEGRADABLES SUR LE SYSTEME SOL-SANTE.....	24
FIGURE 7:IMPACTS ENVIRONNEMENTAUX DES FILMS AGRICOLES	26
FIGURE 8:STRATEGIES D'AMELIORTIONS DES FILMS AGRICOLES BIODEGRADABLES,APPROCHES MATERIAUX ET FORMULATION AVANCEES.....	31
FIGURE 9:ECONOMIE CIRCULAIRE DES FILMS AGRICOLES BIODEGRADABLES	32
FIGURE 10:SCHEMA GENERAL DE PREPARATION DES NOYAUX DE DATTES : COLLECTE, TRI, LAVAGE, SECHAGE, BROYAGE ET TAMISAGE AVANT CARBONISATION	38
FIGURE 11:PROCEDURE DE PRODUCTION DU BIOCHAR A PARTIR DES NOYAUX DE DATTES : PREPARATION DE LA BIOMASSE, CARBONISATION, REFROIDISSEMENT, BROYAGE, TAMISAGE ET STOCKAGE.	41
FIGURE 12:SCHEMA DU PROTOCOLE DE MODIFICATION OXYDANTE DU BIOCHAR : MISE EN SUSPENSION DANS UNE SOLUTION DE H_2O_2 A 5 %, AGITATION A 50 °C PENDANT 2 H, LAVAGE JUSQU'À pH NEUTRE, SECHAGE ET STOCKAGE.	43
FIGURE 13:SCHEMA GENERAL DE PREPARATION DES FILMS BIODEGRADABLES AGAR/GLYCERINE/BIOCHAR PAR LA METHODE DE COULAGE EN SOLUTION (SOLUTION CASTING).....	45
FIGURE 14:PROCEDURE D'OPTIMISATION DE LA DISPERSION DU BIOCHAR DANS LA MATRICE AGAR-GLYCERINE : PRE-SECHAGE, PRE-MOILLAGE, AGITATION, TRAITEMENT ULTRASONIQUE, INCORPORATION DANS LA SOLUTION FILMOGENE, DEGAZAGE ET COULAGE DES FILMS.....	47
FIGURE 15:SCHEMA DU PROTOCOLE DE CONDITIONNEMENT DES FILMS BIODEGRADABLES : BIODEGRADABLES : DEMOULAGE, STOCKAGE EN ENCEINTE CLIMATIQUE (23 ± 2 °C ; 50 ± 5 % HR) PENDANT 48 H, PUIS CONSERVATION AVANT CARACTERISATION.	49

FIGURE 16:SCHEMA RECAPITULATIF DES DIFFERENTES ANALYSES REALISEES SUR LES FILMS BIODEGRADABLES AGAR/GLYCERINE/BIOCHAR : CARACTERISATIONS PHYSIQUES, HYDRIQUES, MECANIQUES, OPTIQUES, THERMIQUES ET MORPHOLOGIQUES.	57
FIGURE 17:DISPOSITIF EXPERIMENTAL UTILISE POUR L'ETUDE DE BIODEGRADATION DES FILMS BIODEGRADABLES PAR ENFOUISSEMENT DANS LE SOL ET SUIVI DE LA PERTE DE MASSE AU COURS SU TEMPS	59
FIGURE 18:SCHEMA DE DISPOSITIF EXPERIMENTAL UTILISE POUR L'EVALUATION AGRONOMIQUE DES FILMS BIODEGRADABLES : SOL NU(T0), PAILLAGE PLASTIQUE CONVENTIONNEL(T1) ET FILM BIODEGRADABLE AGAR/GLYCERINE/BIOCHAR(T2), AVEC SUIVI DE LA GERMINATION, DE L'HUMIDITE DU SOL, DE LA TEMPERATURE ET DE LA CROISSANCE DES PLANTES.....	62
FIGURE 19:EFFET DE LA TEMPERATURE DE PYROLYSE SUR LE RENDEMENT DE CARBONISATION DES BIOCHARS PRODUITS A PARTIR DES NOYAUX DE DATTES ; LES VALEURS CORRESPONDENT A DES TEMPS DE SEJOUR DE 2,3, ET 4H.....	66
FIGURE 20:EFFET DU TEMPS DE PYROLYSE SUR LE RENDEMENT DE CARBONISATION DES BIOCHARS OBTENUS A DIFFERENTES TEMPERATURES (300,400 ET 500°C).....	67
FIGURE 21:EVOLUTION DU PH DES BIOCHARS ISSUS DES NOYAUX DE DATTES EN FONCTION DE TEMPERATURE ET DU TEMPS DE PYROLYSE.....	68
FIGURE 22:EVOLUTION DE LA DENSITE APPARENTE DES BIOCHARS ISSUS DES NOYAUX DE DATTES EN FONCTION DE LA TEMPERATURE ET DU TEMPS DE PYROLYSE.....	70
FIGURE 23:ASPECT VISUEL DES BIOCHARS PRODUITS A PARTIR DES NOYAUX DE DATTES SOUS DIFFERENTES CONDITIONS DE PYROLYSE ET COMPARAISON MULTICRITERE DES PRINCIPALES PROPRIETES DES BIOCHARS.....	72
FIGURE 24:DIAGRAMME RADAR COMPARANT LES PRINCIPALES CARACTERISTIQUES DES BIOCHARS PREPARES A DIFFERENTES TEMPERATURES DE PYROLYSE : RENDEMENT DE CARBONISATION, pH, DENSITE APPARENTE, INTENSITE DE LA COULEUR ET APTITUDE AU RENFORCEMENT DES FILMS BIODEGRADABLES.	74
FIGURE 25:SPECTRES UV-VISIBLE DES FILMS BIODEGRADABLES AGAR–GLYCERINE RENFORCES PAR DIFFERENTES TENEURS EN BIOCHAR PREPARE SOUS DIVERSES CONDITIONS DE PYROLYSE.	77
FIGURE 26:INFLUENCE DU BIOCHAR SUR L'ABSORBANCE UV DES FILMS BIODEGRADABLES AGAR–GLYCERINE–BIOCHAR.....	78
FIGURE 27:EFFET DU BIOCHAR SUR LA TRANSMISSION LUMINEUSE DES FILMS BIODEGRADABLES AGAR–GLYCERINE–BIOCHAR.....	80

FIGURE 28:INFLUENCE DU BIOCHAR SUR L'OPACITE DES FILMS BIODEGRADABLES AGAR– GLYCERINE–BIOCHAR.....	83
FIGURE 29:INFLUENCE DU BIOCHAR SUR LA PERMEABILITE A LA VAPEUR D'EAU DES FILMS BIODEGRADABLES AGAR–GLYCERINE–BIOCHAR.	85
FIGURE 30:ANALYSE COMPARATIVE MULTICRITERE DES PERFORMANCES DES DIFFERENTES FORMULATIONS DE FILMS BIODEGRADABLES EN TERMES DE PROTECTION UV, TRANSMISSION LUMINEUSE, OPACITE ET PERMEABILITE A LA VAPEUR D'EAU.	88
FIGURE 31:ANALYSE COMPARATIVE MULTICRITERE DES PROPRIETES OPTIQUES ET BARRIERES DES DIFFERENTES FORMULATIONS DE FILMS BIODEGRADABLES AGAR–GLYCERINE– BIOCHAR.....	92
FIGURE 32:MECANISMES DU BIOCHAR DANS LES FILMS BIODEGRADABLES AGAR–GLYCERINE : DISPERSION DES PARTICULES, INTERACTIONS AVEC LA MATRICE POLYMERIQUE, ABSORPTION DU RAYONNEMENT UV, AUGMENTATION DE LA TORTUOSITE DU CHEMIN DE DIFFUSION ET AMELIORATION GLOBALE DES PROPRIETES FONCTIONNELLES.	94
FIGURE 33:DEGRADATION DES FILMS BIODEGRADABLES AGAR–GLYCERINE–BIOCHAR APRES EXPOSITION AU SOL HUMIDE PENDANT 0, 2, 3 ET 7 JOURS.....	98
FIGURE 34:DEFRACTOGRAMMES DRX DES FILMS BIODEGRADABLES AGAR–GLYCERINE INCORPORANT DIFFERENTS BIOCHARS ISSUS DE NOYAUX DE DATTES PREPARES SOUS DIVERSES CONDITIONS DE PYROLYSE : (A) BC300-3H-2 %, (B) BC300-4H-3 %, (C) BC400- 2H-1 %, (D) BC400-4H-3 %, (E) BC500-3H-2 % ET (F) BC500-4H-3 %.	104

Liste des tableaux

TABLE 1:EVOLUTION HISTORIQUE DES FILMS AGRICOLES	5
TABLE 2:PRINCIPALES APPLICATIONS DES FILMS AGRICOLES	7
TABLE 3:PRINCIPAUX POLYMERES BIODEGRADABLES UTILISES DANS LES FILMS AGRICOLES	11
TABLE 4:PRINCIPAUX CONSTITUANTS DES FILMS BIODEGRADABLES	13
TABLE 5:PRINCIPAUX PROCEDES DE FABRICATION DES FILMS BIODEGRADABLES.....	19
TABLE 6:PRINCIPAUX FILMS BIODEGRADABLES FONCTIONELS	22
TABLE 7 :PRINCIPAUX INDICATEURS UTILISES DANS L'AVC DES FILMS AGRICOLES	24
TABLE 8:PRINCIPAUX ASPECT ECONOMIQUES DES FILMS BIODEGRADABLES	27
TABLE 9:CONTRIBUTION DES FILMS BIODEGRADABLES A L'ECONOMIE CIRCULAIRE ...	27
TABLE 10:PRINCIPAUX DEFIS SCIENTIFIQUES, TECHNOLOGIQUES ET ENVIRONNEMENTAUX	30
TABLE 11:CONDITIONS EXPERIMENTALES DE CARBONISATION ETUDIEES	39
TABLE 12:COMPOSITIONS DES FORMULATIONS DES FILMS BIODEGRADABLES.....	44
TABLE 13:CODE DES FORMULATIONS ETUDIEES.....	44
TABLE 14:RENDEMENT DE CARBONISATION (%) DES BIOCHARS OBTENUS A DEFERENTES TEMPERATURES ET DUREES DE PYROLYSE.....	65
TABLE 15:EVOLUTION DU PH DES BIOCHARS OBTENUS SOUS DEFERENTES CONDITIONS DE PYROLYSE	68
TABLE 16:DENSITE APPARENTE DES BIOCHARS PRODUIT A PARTIR DES NOYAUX DE DATTES SOUS DEFERENTES CONDITIONS DE PYROLYSE	70
TABLE 17:EVOLUTIONS DE LA COULEUR DES BIOCHARS EN ONCTION DES CONDITIONS DES PYROLYSE.....	72
TABLE 18:PROPRIETES OPTIQUES DES FILMS BIODEGRADABLES AGAR-GLYCERINE- BIOCHAR.....	76
TABLE 19:PERMEABILITES A LA VAPEUR D'EAU DES FILMS BIODEGRADABLES AGAR- GLYCERINE-BIOCHAR.....	85
TABLE 20:SYNTHESE DES PROPRIETES FONCTIONNELLES DES FILMS BIODEGRADABLES	87
TABLE 21:SYNTHESE COMPARATIVE DES PERFORMANCES DES DIFFERENTES FORMULAATIONS.....	90
TABLE 22:SYNTHESE DES OBSERVATIONS ISSUES DE L'ANALYSE DRX DES FILMS BIODEGRADABLES	102

Introduction

1 Introduction

L'agriculture moderne repose largement sur l'utilisation de matériaux plastiques destinés à améliorer les performances agronomiques et à optimiser l'utilisation des ressources naturelles. Parmi ces matériaux, les films agricoles occupent une place prépondérante grâce à leurs nombreuses applications dans le paillage, la couverture des serres, la protection des cultures et la conservation de l'humidité des sols. À l'échelle mondiale, le marché des plastiques agricoles connaît une croissance continue sous l'effet de l'intensification des systèmes de production et de la nécessité d'accroître la productivité agricole face aux défis de la sécurité alimentaire. Les films de paillage constituent aujourd'hui l'un des segments les plus importants de ce marché en raison de leur efficacité dans la réduction de l'évaporation, le contrôle des adventices et l'amélioration des rendements.

Cependant, les matériaux plastiques conventionnels utilisés en agriculture sont majoritairement issus de ressources fossiles et présentent une très faible biodégradabilité. Après utilisation, leur récupération demeure souvent difficile et coûteuse, entraînant l'accumulation progressive de résidus plastiques dans les sols agricoles. Cette situation contribue à la pollution des écosystèmes, à la formation de microplastiques et à la dégradation de la qualité des sols. Face à ces préoccupations environnementales croissantes, le développement de matériaux biodégradables capables de remplacer les plastiques conventionnels constitue aujourd'hui une priorité scientifique et technologique.

Les films biodégradables élaborés à partir de biopolymères naturels représentent une alternative particulièrement prometteuse. Parmi les différents biopolymères étudiés, l'agar présente plusieurs avantages tels que son origine renouvelable, sa biodégradabilité, sa capacité filmogène et sa disponibilité commerciale. Toutefois, les films à base d'agar présentent certaines limitations liées à leur sensibilité à l'humidité et à leurs propriétés mécaniques parfois insuffisantes. Afin d'améliorer leurs performances, de nombreux travaux ont exploré l'incorporation de charges naturelles susceptibles de renforcer la matrice polymérique et de modifier favorablement ses propriétés fonctionnelles.

Parallèlement, le biochar apparaît comme un matériau particulièrement intéressant dans le domaine des biocomposites. Produit par pyrolyse de biomasses lignocellulosiques en atmosphère pauvre en oxygène, il possède une structure carbonée stable, une porosité développée et une surface spécifique élevée. Son incorporation dans les matrices polymériques peut améliorer certaines propriétés physiques, optiques, thermiques et barrières tout en favorisant la valorisation de résidus agricoles abondamment disponibles.

L'Algérie dispose d'un potentiel considérable en matière de biomasses agricoles valorisables. Parmi celles-ci, les noyaux de dattes représentent un sous-produit généré en grandes quantités par les activités de production, de transformation et de consommation des dattes. Malgré cette disponibilité importante, leur valorisation dans le domaine des matériaux biodégradables demeure encore peu explorée. À notre connaissance, les travaux consacrés à l'élaboration de films biodégradables à base d'agar renforcés par du biochar issu de noyaux de dattes restent très limités dans le contexte algérien.

Le présent travail présente ainsi un caractère pionnier et exploratoire. Une part importante de l'étude a été consacrée à la mise au point de l'ensemble du protocole expérimental, depuis la préparation des noyaux de dattes jusqu'à l'obtention des biochars, leur incorporation dans la matrice polymérique et la caractérisation des films élaborés. Les différentes étapes de production, de formulation et d'analyse ont été développées et adaptées afin d'établir une méthodologie reproductible susceptible de servir de base à de futurs travaux dans ce domaine.

L'objectif principal de ce mémoire est de développer des films biodégradables à base d'agar renforcés par des biochars issus de noyaux de dattes obtenus sous différentes conditions de pyrolyse et d'évaluer l'influence de ces biochars sur les propriétés des matériaux élaborés.

Pour atteindre cet objectif, le mémoire est structuré en trois chapitres :

Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique consacrée aux plastiques agricoles, aux films biodégradables, aux biopolymères filmogènes ainsi qu'aux biochars et à leurs applications dans les matériaux composites.

Le deuxième chapitre décrit les matériaux utilisés, les protocoles expérimentaux développés pour la préparation des biochars et des films biodégradables, ainsi que les différentes méthodes de caractérisation mises en œuvre.

Le troisième chapitre est consacré à la présentation et à la discussion des résultats relatifs aux propriétés des biochars, aux performances des films biodégradables élaborés, à leur biodégradabilité et à leur structure analysée par diffraction des rayons X.

Ce travail vise ainsi à contribuer à la valorisation de ressources agricoles locales, à la réduction de l'impact environnemental des plastiques conventionnels et au développement de matériaux biodégradables innovants adaptés aux enjeux de l'agriculture durable.

Chapitre I

Revue bibliographique

1. Généralités sur les films agricoles

1.1 Contexte et définition

L'intensification des systèmes agricoles au cours des dernières décennies s'est accompagnée d'une augmentation considérable de l'utilisation des polymères plastiques dans les pratiques culturales. Parmi ces matériaux, les films agricoles occupent une place centrale en raison de leur capacité à modifier les propriétés physiques du sol et le microclimat des cultures. Ces films sont généralement définis comme des matériaux polymériques minces utilisés pour des applications variées telles que le paillage des sols, les couvertures de serres, l'ensilage, ou encore la protection des cultures horticoles et maraîchères. Leur usage vise principalement à améliorer l'efficacité agronomique des systèmes de production par la conservation de l'humidité, le contrôle de la température et la limitation des adventices (Kasirajan et Ngouajio, 2012 ; Akhir et Mustapha, 2022).

Depuis les années 1960, les films en polyéthylène (PE) se sont imposés comme les matériaux les plus utilisés en agriculture en raison de leur faible coût, de leur stabilité chimique et de leurs propriétés mécaniques élevées (Kasirajan et Ngouajio, 2012). Toutefois, l'accumulation des résidus plastiques dans les sols agricoles est devenue une problématique environnementale majeure. La faible biodégradabilité des polymères conventionnels favorise la persistance de fragments plastiques et de microplastiques dans les agroécosystèmes terrestres (Somanathan et al., 2022 ; Steinmetz et al., 2016 ; Qi et al., 2020). Dans ce contexte, le développement de films agricoles biodégradables constitue aujourd'hui une stratégie importante pour réduire les impacts environnementaux associés à ce que l'on appelle parfois la « plasticulture » (Yu et al., 2024). Les recherches récentes se concentrent sur des matériaux capables d'offrir des performances agronomiques comparables à celles des films conventionnels tout en assurant une biodégradation contrôlée dans les sols agricoles (Akhir et Mustapha, 2022 ; Menossi et al., 2021 ; Campanale et al., 2024).

1.2 Évolution historique

L'utilisation des films plastiques en agriculture a débuté au milieu du XX^e siècle avec les premiers travaux sur le paillage en polyéthylène de basse densité (LDPE). Les études pionnières ont montré que le paillage plastique permettait d'augmenter la température du sol, de réduire les pertes hydriques par évaporation et d'améliorer significativement les rendements agricoles (Kasirajan et Ngouajio, 2012). L'expansion rapide des cultures sous paillage plastique a entraîné une forte croissance mondiale du marché des films agricoles. Les films conventionnels ont progressivement été intégrés aux systèmes intensifs de production horticole et maraîchère en raison de leurs performances techniques élevées (Kasirajan et Ngouajio, 2012 ; Qi et al., 2020).

Cependant, les difficultés liées à la collecte et au traitement des déchets plastiques agricoles ont progressivement conduit à remettre en question ces matériaux conventionnels. Les films usagés sont fréquemment contaminés par le sol, les pesticides et les résidus organiques, ce qui complique et coûte cher leur recyclage (Somanathan et al., 2022). À partir des années 2000, les recherches se sont orientées vers les polymères biodégradables et biosourcés. Les matériaux à

base d'acide polylactique (PLA), de polyhydroxyalcanoates (PHA), d'amidon thermoplastique et de polyesters biodégradables ont progressivement émergé comme des alternatives prometteuses aux polymères pétrosourcés (Menossi et al., 2021 ; Halley et Averous, 2014 ; Yu et al., 2024).

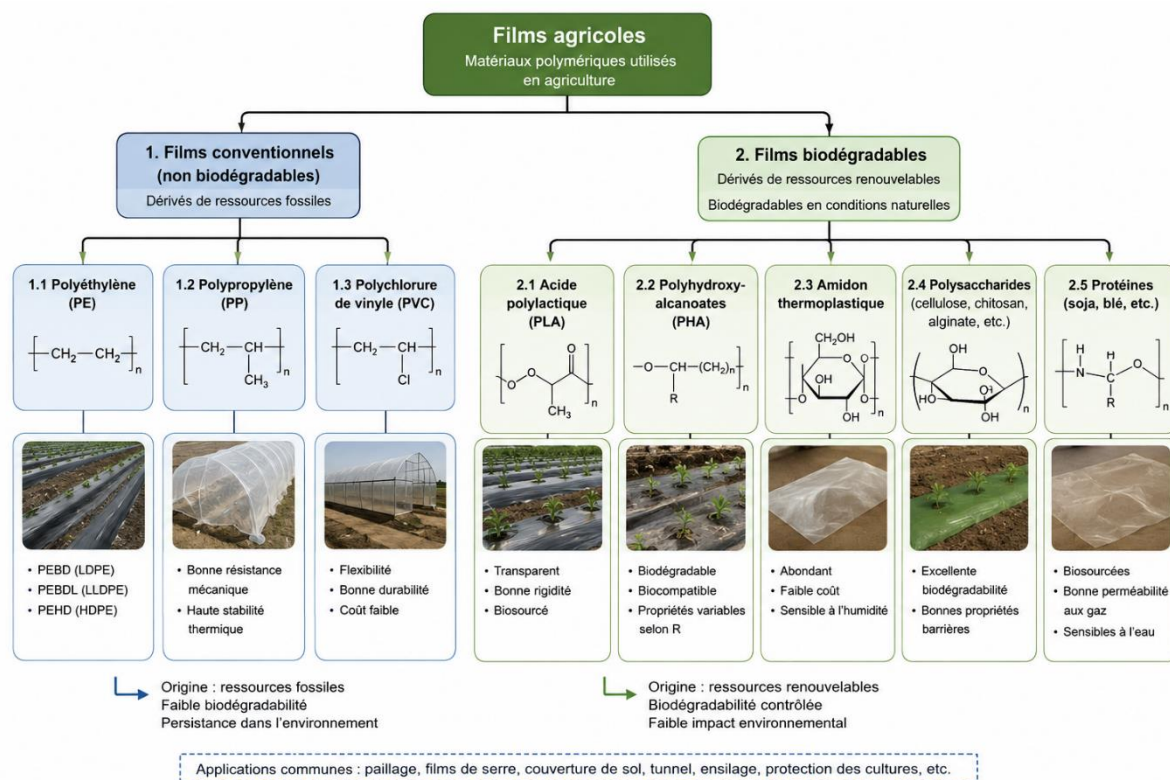
Table 1: évolution historique des films agricoles

Période	Développement principal	Impact agricole	Références
1950–1970	Introduction des films PE	Début du paillage plastique	Kasirajan et Ngouajio (2012)
1970–1990	Expansion industrielle	Intensification des cultures	Kasirajan et Ngouajio (2012) ; Qi et al. (2020)
1990–2010	Préoccupations environnementales	Gestion des déchets plastiques	Somanathan et al. (2022) ; Steinmetz et al. (2016)
2010–2025	Développement des films biodégradables	Transition vers des matériaux durables	Akhir et Mustapha (2022) ; Menossi et al. (2021) ; Halley et Averous (2014)
2025–	Optimisation et généralisation	Agriculture circulaire durable	Dada et al. (2025) ; Pittarello et al. (2025) ; Campanale et al. (2024)

1.3 Principales applications des films agricoles

1.3.1 Films de paillage

Le paillage plastique constitue l'application la plus répandue des films agricoles. Les films sont déposés à la surface du sol afin de modifier les transferts thermiques et hydriques entre le sol et l'atmosphère. Cette technique permet de réduire l'évaporation de l'eau, d'augmenter la température du sol, de limiter le développement des adventices, de réduire l'érosion et d'améliorer l'efficacité de l'irrigation (Kasirajan et Ngouajio, 2012 ; Yang et al., 2015). Les études récentes montrent également que les films biodégradables peuvent offrir des performances agronomiques comparables à celles des films conventionnels en polyéthylène (Pittarello et al., 2025). Ces auteurs ont notamment montré l'intérêt des films biodégradables à courte durée de vie dans les cultures intensives méditerranéennes.



1.3.4 . Films fonctionnels et intelligents

Les nouvelles générations de films agricoles intègrent des fonctionnalités avancées telles que la libération contrôlée de nutriments, des propriétés antimicrobiennes, ou encore des capacités à améliorer les propriétés du sol. Ciaramitaro et al. (2024) ont développé des films polysaccharidiques capables de libérer progressivement des ions ammonium et des ions phosphate afin de combiner les fonctions de paillage et de fertilisation. Escrig Rondán et al. (2025) ont récemment incorporé des biostimulants d'origine naturelle (extraits d'algues, lignosulfonates, acides aminés) dans des matrices biodégradables par extrusion-soufflage à l'échelle pilote, démontrant la faisabilité industrielle de tels films fonctionnels.

Table 2 principales applications des films agricoles

Type de film	Fonction principale	Effets agronomiques	Références
Film de paillage	Couverture du sol	Réduction évaporation, contrôle adventices	Kasirajan et Ngouajio (2012) ; Yang et al. (2015) ; Pittarello et al. (2025)
Film de serre	Contrôle du microclimate	Optimisation croissance végétale	Pandey et al. (2023) ; Zhang et al. (2023) ; Thrän et al. (2024)
Film d'ensilage	Conservation des fourrages	Réduction des pertes alimentaires	Borreani et al. (2018) ; Borello et al. (2023)
Film photoselectif	Modification du spectre lumineux	Amélioration du développement des cultures	Pandey et al. (2023)
Film fonctionnel	Libération d'agents actifs	Fertilisation et protection des plantes	Ciaramitaro et al. (2024) ; Escrig Rondán et al. (2025)

1.4 Fonctions agronomiques des films agricoles

Les films agricoles jouent plusieurs fonctions essentielles dans les systèmes de culture modernes. Ils contribuent d'abord à la conservation de l'eau en réduisant les pertes par évaporation et en créant une barrière physique entre le sol et l'atmosphère, ce qui améliore l'efficacité de son utilisation (Kasirajan et Ngouajio, 2012 ; Yang et al., 2015). Ils assurent également une régulation thermique en modifiant le bilan radiatif du sol, ce qui favorise la germination, le développement racinaire et la précocité des cultures (Kasirajan et Ngouajio, 2012). Le contrôle des adventices par blocage partiel ou total de la lumière limite la germination des mauvaises herbes et réduit la consommation d'herbicides chimiques (Yang et al., 2015). Enfin, l'ensemble des modifications du microclimat induites par les films agricoles conduit fréquemment à une amélioration des rendements et à une meilleure qualité des productions agricoles (Pittarello et al., 2025 ; Pandey et al., 2023).

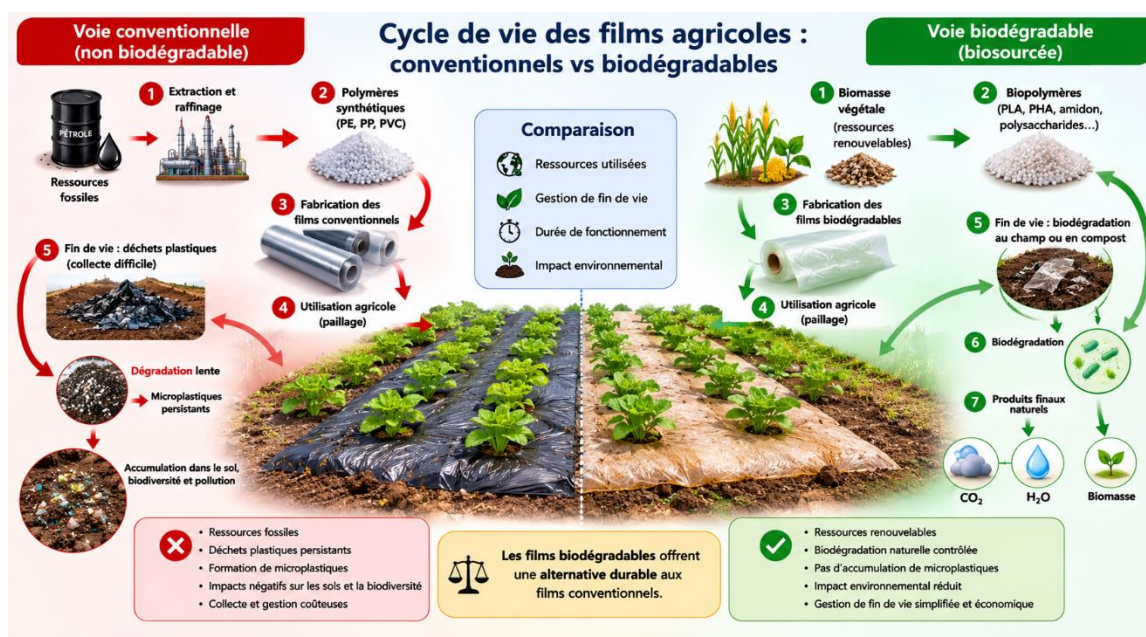


Figure 2: cycle de vie des films agricoles

2 FILMS AGRICOLES CONVENTIONNELS

2.1 Introduction

Les films agricoles conventionnels sont principalement constitués de polymères synthétiques issus de ressources pétrochimiques. Depuis plusieurs décennies, ces matériaux dominent les applications agricoles en raison de leurs propriétés mécaniques élevées, de leur stabilité chimique et de leur faible coût de production (Kasirajan et Ngouajio, 2012 ; Somanathan et al., 2022). Leur développement massif a fortement contribué à l'intensification agricole, mais leur persistance environnementale et leur accumulation dans les sols soulèvent aujourd'hui d'importantes préoccupations écologiques (Somanathan et al., 2022 ; Steinmetz et al., 2016 ; Qi et al., 2020).

2.2 Principaux polymères conventionnels

Le polyéthylène (PE) constitue le polymère le plus utilisé dans les films agricoles (Kasirajan et Ngouajio, 2012). Deux formes principales sont généralement employées : le polyéthylène basse densité (LDPE), particulièrement adapté pour les films de paillage, les couvertures de serres et les films d'ensilage en raison de sa bonne flexibilité, de sa résistance mécanique élevée et de sa faible perméabilité à l'eau, et le polyéthylène haute densité (HDPE), qui possède une rigidité plus importante et une meilleure résistance chimique (Halley et Averous, 2014). Le polypropylène (PP) est utilisé dans certaines applications agricoles nécessitant une meilleure stabilité thermique, mais sa faible flexibilité limite son utilisation dans les films minces (Halley et Averous, 2014). Le polychlorure de vinyle (PVC) a historiquement été utilisé dans les films de serre pour sa transparence et sa durabilité, mais les préoccupations environnementales et

toxicologiques liées aux composés chlorés ont progressivement limité son emploi (Scarascia-Mugnozza et al., 2012).

2.3 Avantages des films agricoles conventionnels

Le succès industriel des polymères conventionnels repose sur plusieurs atouts majeurs. Ils présentent de bonnes propriétés mécaniques : résistance à la traction, résistance à la perforation, flexibilité et stabilité dimensionnelle, ce qui assure leur durabilité durant les cycles culturaux (Kasirajan et Ngouajio, 2012). Ils offrent une excellente aptitude à la transformation, les procédés industriels comme l'extrusion et l'extrusion-soufflage étant parfaitement maîtrisés (Mistretta et al., 2021). Leur faible coût de production constitue un facteur déterminant de leur large adoption (Somanathan et al., 2022). Enfin, ils présentent une bonne résistance aux conditions environnementales, notamment aux rayonnements UV, aux variations thermiques, à l'humidité et aux produits phytosanitaires (Kasirajan et Ngouajio, 2012).

2.4 Limites et impacts environnementaux

Malgré leurs performances techniques, les films agricoles conventionnels présentent plusieurs limites environnementales majeures. Leur non-biodégradabilité entraîne une accumulation des déchets plastiques dans les sols agricoles, une partie des résidus restant enfouie après usage (Somanathan et al., 2022 ; Steinmetz et al., 2016). Sous l'effet des rayonnements UV, des contraintes mécaniques et du vieillissement environnemental, ils se fragmentent progressivement en microplastiques qui modifient les propriétés physiques du sol, perturbent l'activité microbienne et altèrent les cycles biogéochimiques (Steinmetz et al., 2016 ; Qi et al., 2020). Le recyclage de ces films reste complexe en raison de leur contamination par la terre, les pesticides et les matières organiques (Somanathan et al., 2022). Enfin, leur production est associée à une dépendance aux ressources fossiles, avec une forte consommation énergétique et des émissions de gaz à effet de serre (Dada et al., 2025).

2.5 Transition vers des alternatives durables

Face aux limites environnementales des polymères conventionnels, les recherches récentes se concentrent sur le développement de matériaux biodégradables et biosourcés capables de réduire la persistance des résidus plastiques, d'améliorer la gestion de fin de vie, de valoriser les biomasses renouvelables et de promouvoir une économie circulaire (Akhir et Mustapha, 2022 ; Menossi et al., 2021 ; Yu et al., 2024). Le développement des films agricoles biodégradables apparaît ainsi comme une réponse technologique majeure aux défis environnementaux générés par l'agriculture plastique conventionnelle.

3 FILMS AGRICOLES BIODEGRADABLES

3.1 Introduction

Les films agricoles biodégradables apparaissent comme une alternative prometteuse pour une agriculture plus durable (Akhir et Mustapha, 2022 ; Somanathan et al., 2022). Ils sont conçus pour se dégrader sous l'action de micro-organismes présents dans le sol, le compost ou d'autres environnements biologiquement actifs, conduisant à la formation de dioxyde de carbone, d'eau, de biomasse et, dans certains cas, de méthane (Menossi et al., 2021). Leur développement vise à réduire l'accumulation des déchets plastiques agricoles, limiter la formation de microplastiques persistants, améliorer la gestion de fin de vie des matériaux agricoles et

promouvoir l'utilisation de ressources renouvelables (Akhir et Mustapha, 2022 ; Campanale et al., 2024).

3.2 Définition et concepts fondamentaux

La biodégradabilité correspond à la capacité d'un matériau à être décomposé biologiquement par des micro-organismes en composés simples tels que le CO₂, l'eau, la biomasse et, en conditions anaérobies, le méthane (Briassoulis et Dejean, 2010). Dans le cas des films agricoles, la biodégradation dépend fortement des conditions environnementales, de la température, de l'humidité, de l'activité microbienne du sol et de la structure chimique du polymère (Anunciado et al., 2021). Un matériau compostable est un matériau biodégradable capable de se décomposer dans des conditions de compostage normalisées sans laisser de résidus toxiques, selon des normes telles que EN 13432, ASTM D6400 ou ISO 17088 (Scarascia-Mugnozza et al., 2012).

Il est essentiel de distinguer les notions de « biosourcé » et « biodégradable », qui ne sont pas synonymes : un polymère peut être biosourcé mais non biodégradable (bio-PE), biodégradable mais d'origine fossile (PBAT), ou biosourcé et biodégradable (PLA, PHA, amidon) (Menossi et al., 2021). Ces distinctions sont fondamentales pour l'évaluation environnementale globale des matériaux (Dada et al., 2025).

3.3 Principaux polymères biodégradables

L'acide polylactique (PLA) est l'un des polymères biodégradables les plus étudiés dans les applications agricoles (Naser et al., 2021). Il est obtenu à partir de ressources renouvelables riches en amidon telles que le maïs, la canne à sucre ou le manioc, et présente de bonnes propriétés mécaniques ainsi qu'une bonne transparence. Cependant, sa fragilité, sa faible résistance thermique et sa biodégradation parfois lente dans les sols agricoles en limitent l'usage (Naser et al., 2021). L'incorporation de charges naturelles et de plastifiants permet d'améliorer ses propriétés (Merino et al., 2022).

Les polyhydroxyalcanoates (PHA) sont des polyesters biodégradables produits naturellement par certains micro-organismes (Naser et al., 2021). Ils présentent une excellente biodégradabilité dans le sol et les environnements aquatiques, ainsi que de bonnes propriétés barrières, mais leur principal inconvénient reste leur coût élevé de production. Des films PHA/PCL bicouches ont montré un taux de dégradation de près de 50 % en seulement cinq semaines (Bilal et al., 2022).

L'amidon thermoplastique représente l'un des biopolymères les plus utilisés dans les films biodégradables en raison de son faible coût, de sa disponibilité et de sa biodégradabilité élevée (Gamage et al., 2022). Les principales sources d'amidon utilisées sont le maïs, la pomme de

terre, le blé et le manioc. Cependant, les films à base d'amidon présentent souvent une forte sensibilité à l'humidité et de faibles propriétés mécaniques, des limitations qui peuvent être atténuées par l'ajout de plastifiants et de nanorenforts (Tan et al., 2022).

Les polysaccharides tels que la cellulose, le chitosane, l'alginate et la pectine sont largement étudiés dans les films biodégradables pour leur bonne biodégradabilité, leur faible toxicité et leur origine renouvelable, bien que leur résistance mécanique soit souvent limitée (Menossi et al., 2021). Les protéines végétales, notamment les protéines de soja, sont également utilisées, parfois en combinaison avec la lignine, pour développer des films biodégradables aux propriétés mécaniques améliorées (Wang et al., 2022).

Le poly(butylène adipate-co-téréphtalate) (PBAT) est un polyester biodégradable d'origine fossile largement utilisé en combinaison avec des polymères biosourcés. Des études récentes ont montré que les films PBAT se dégradent plus rapidement que le polyéthylène et enrichissent les communautés bactériennes et fongiques bénéfiques du sol tout en supprimant certains agents pathogènes (Li et al., 2025). L'incorporation de déchets de soja dans les films PBAT/PLA a permis d'améliorer la biodégradation et la croissance des plantes (Kumar et al., 2025).

Table 3: principaux polymères biodégradables utilisés dans les films agricoles

Polymère	Origine	Avantages	Limites	Références
PLA	Ressources végétales	Bonnes propriétés mécaniques, transparence	Fragilité, lente biodégradation dans le sol	Naser et al. (2021) ; Merino et al. (2022)
PHA	Synthèse microbienne	Excellente biodégradabilité, bonnes propriétés barrières	Coût élevé	Naser et al. (2021) ; Bilal et al. (2022)
Amidon	Biomasse végétale	Faible coût, biodégradabilité élevée	Sensibilité à l'humidité, faibles propriétés mécaniques	Gamage et al. (2022) ; Tan et al. (2022)
Polysaccharides	Biomasse naturelle	Biodégradabilité, biocompatibilité	Faible résistance mécanique	Menossi et al. (2021)
Protéines végétales	Ressources végétales	Renouvelable, biodégradable	Sensibilité à l'eau	Wang et al. (2022)
PBAT	Ressources fossiles	Bonne biodégradabilité, flexibilité	Origine non renouvelable, coût	Li et al. (2025) ; Kumar et al. (2025)

3.4 I.3.4. Avantages des films biodégradables

Les films biodégradables présentent plusieurs avantages majeurs par rapport aux films conventionnels. Ils permettent une réduction significative de l'accumulation de déchets plastiques persistants dans les sols agricoles, éliminent les coûts de collecte et de transport des

films usagés, et limitent la formation de microplastiques (Akhir et Mustapha, 2022 ; Somanathan et al., 2022). La valorisation de ressources renouvelables et de déchets agricoles dans leur production contribue à l'économie circulaire et réduit la dépendance aux ressources fossiles (Mujtaba et al., 2023). De plus, leur biodégradation contrôlée peut enrichir la matière organique du sol et favoriser l'activité microbienne bénéfique (Li et al., 2025).

3.5 I.3.5. Limites actuelles

Malgré leurs avantages, les films biodégradables présentent encore des limitations importantes. Leurs propriétés mécaniques sont souvent inférieures à celles du PE, avec une fragilité accrue, une faible résistance à la perforation et une sensibilité à l'humidité (Naser et al., 2021 ; Tan et al., 2022). Le coût de production reste généralement supérieur à celui des films conventionnels en raison des matières premières et des procédés de transformation spécifiques (Naser et al., 2021). La biodégradation au champ est fortement dépendante des conditions climatiques et du type de sol, ce qui peut entraîner une dégradation trop rapide (perte prématurée des propriétés) ou trop lente (accumulation de résidus) (Anunciado et al., 2021 ; Menossi et al., 2021). Enfin, la production de certains biopolymères (notamment PLA et PHA) peut nécessiter des ressources agricoles (eau, terres) qui entrent en compétition avec les cultures alimentaires (Mujtaba et al., 2023).



Figure 3:comparaisons des propriétés des films agricoles conventionnels et biodégradables

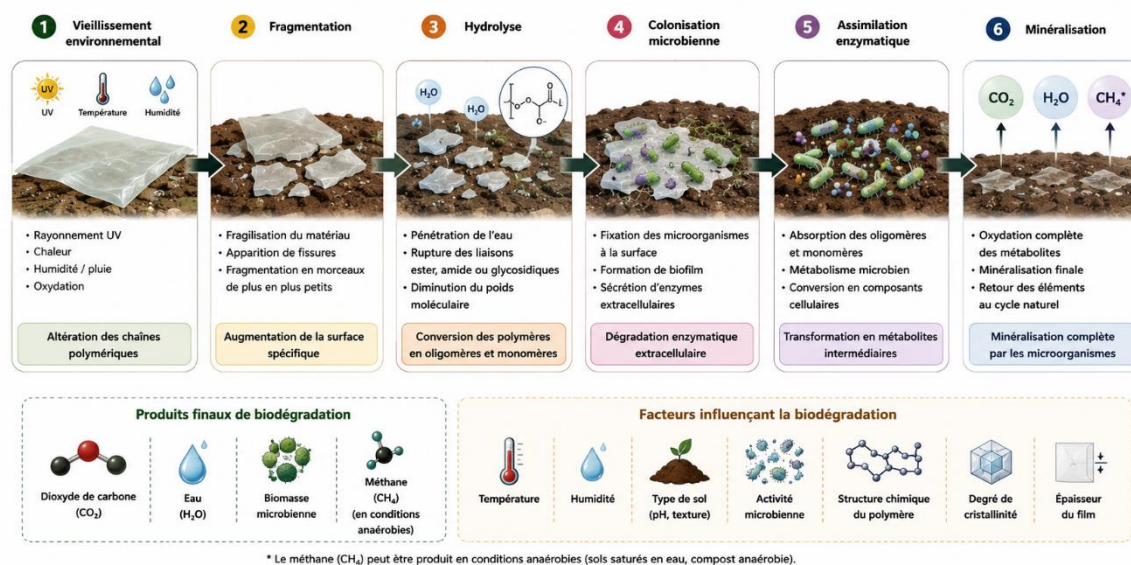


Figure 4: mécanismes de biodégradation des films agricoles biodégradables

4 Élaboration des films agricoles biodégradables

4.1 Introduction

L'élaboration des films biodégradables constitue une étape déterminante pour obtenir des propriétés mécaniques, thermiques et fonctionnelles compatibles avec les applications agricoles (Akhir et Mustapha, 2022 ; Mistretta et al., 2021). Les performances dépendent de la nature de la matrice polymérique, des additifs incorporés, des procédés de mise en œuvre et des conditions de transformation (Akhir et Mustapha, 2022 ; Tan et al., 2022). Les recherches récentes visent des formulations multifonctionnelles alliant résistance mécanique, biodégradation contrôlée, stabilité thermique et propriétés barrières adaptées aux conditions agricoles (Akhir et Mustapha, 2022 ; Menossi et al., 2021). L'intégration de charges naturelles, de plastifiants biosourcés et de nanorenforts constitue aujourd'hui l'une des principales stratégies d'amélioration des films biodégradables (Tan et al., 2022 ; Faruk et al., 2012).

4.2 Formulation des films biodégradables

La formulation constitue l'étape fondamentale de l'élaboration des films agricoles biodégradables. Elle consiste à associer différents constituants afin d'obtenir des propriétés adaptées aux contraintes d'utilisation au champ (Akhir et Mustapha, 2022). Les formulations comprennent généralement une matrice polymérique, des plastifiants, des agents de compatibilisation, des charges ou renforts, ainsi que des additifs fonctionnels.

Table 4: principaux constituants des films biodegradables

Constituants	Rôle principal	Exemples	Références
--------------	----------------	----------	------------

Matrice polymérique	Structure du film	PLA, PHA, amidon, PBAT	Akhir et Mustapha (2022) ; Naser et al. (2021)
Plastifiants	Amélioration de la flexibilité	Glycérol, sorbitol, huiles végétales	Tan et al. (2022)
Compatibilisants	Amélioration des interactions	Copolymères, agents réactifs	Akhir et Mustapha (2022)
Charges naturelles	Renforcement mécanique	Lignine, cellulose, biochar, argiles	Menossi et al. (2021) ; Faruk et al. (2012)
Additifs fonctionnels	Fonctionnalisation	Agents antimicrobiens, nutriments	Ciaramitaro et al. (2024) ; Escrig Rondán et al. (2025)

4.3 Matrices polymériques

Les matrices à base de PLA offrent une bonne aptitude à l'extrusion, une bonne transparence et des propriétés mécaniques relativement élevées, mais présentent une fragilité importante, une faible flexibilité et une biodégradation parfois lente dans les sols agricoles (Naser et al., 2021). L'incorporation de charges naturelles et de plastifiants, ou le développement de composites PLA renforcés par des déchets végétaux industriels, permet d'améliorer l'élasticité et la ductilité des films de paillage biodégradables (Merino et al., 2022).

Les matrices à base d'amidon sont très étudiées pour leur faible coût, leur abondance et leur biodégradabilité élevée (Gamage et al., 2022). Cependant, les films à base d'amidon présentent une forte sensibilité à l'humidité, de faibles propriétés mécaniques et une faible stabilité dimensionnelle, des défauts que l'ajout de plastifiants et de nanorenforts contribue à atténuer (Tan et al., 2022).

Les matrices polysaccharidiques, comme la cellulose, le chitosane, l'alginate ou la pectine, présentent une biodégradabilité élevée et une bonne biocompatibilité, représentant une voie particulièrement prometteuse pour les films agricoles biodégradables (Menossi et al., 2021). Enfin, les matrices protéiques, notamment les protéines de soja, sont utilisées dans certaines formulations biodégradables, parfois en combinaison avec la lignine, pour améliorer les propriétés mécaniques (Wang et al., 2022).

4.4 Plastifiants et agents de compatibilisation

Les plastifiants sont incorporés afin d'améliorer la flexibilité, l'allongement à la rupture et la transformabilité des films. Les plastifiants les plus utilisés sont le glycérol, le sorbitol, les huiles végétales et les polyols (Tan et al., 2022). Le type et la concentration du plastifiant influencent

fortement les propriétés thermomécaniques des films biodégradables, notamment ceux à base d'amidon (Tan et al., 2022).

Les agents de compatibilisation améliorent les interactions entre la matrice polymérique et les charges ou renforts naturels. Ils favorisent une meilleure dispersion, une meilleure adhésion interfaciale et une amélioration des propriétés mécaniques (Akhir et Mustapha, 2022). Dans le cas des mélanges PLA/PBAT, l'anhydride maléique est fréquemment utilisé comme agent compatibilisant réactif pour réduire l'immiscibilité intrinsèque entre ces deux polyesters (Jandas et al., 2013).

4.5 Charges naturelles et nanorenforts

L'incorporation de charges naturelles constitue une stratégie majeure pour améliorer les performances des films biodégradables (Tan et al., 2022 ; Faruk et al., 2012). La nanocellulose permet d'augmenter la résistance mécanique, d'améliorer les propriétés barrières et de renforcer la stabilité thermique (Faruk et al., 2012). Des films de paillage biodégradables à haute résistance ont été fabriqués à partir de nanofibres de lignocellulose extraites de feuilles mortes, une biomasse non comestible abondante, en utilisant un solvant vert (Lee et al., 2026).

La lignine possède des propriétés antioxydantes, une bonne rigidité et une compatibilité avec plusieurs biopolymères. Un film de paillage biodégradable à base de lignine, de PVA et de nanocellulose a montré une dégradation de 70 % en 40 jours, dépassant de loin les films conventionnels (Chen et al., 2025). Le biochar est récemment étudié comme charge fonctionnelle dans les films biodégradables, ce qui peut améliorer certaines propriétés du sol tout en renforçant les performances des films (Iamsaard et al., 2024). Un film enrichi en biochar dérivé de paille de riz a augmenté le stock de carbone du sol de près de 8 % après cinq cycles de culture (Wang et al., 2025). Les argiles améliorent les propriétés barrières des films (Tan et al., 2022).

4.6 Procédés de fabrication des films biodégradables

La mise en forme des films agricoles biodégradables constitue une étape critique qui détermine leurs propriétés finales, leur homogénéité, leur épaisseur et leur aptitude à l'utilisation au champ. Contrairement aux polymères conventionnels (PE, PP), les biopolymères présentent des comportements rhéologiques et thermiques spécifiques — sensibilité à l'hydrolyse, faible stabilité thermique, viscosité complexe — qui nécessitent une optimisation rigoureuse des procédés de transformation (Mistretta et al., 2021 ; Tan et al., 2022).

4.6.1 I.4.6.1. Extrusion et extrusion-soufflage

L'extrusion et l'extrusion-soufflage (blown film extrusion) sont les procédés les plus utilisés pour la production industrielle des films biodégradables, notamment à base de PLA, PBAT et d'amidon thermoplastique (Mistretta et al., 2021). L'extrusion-soufflage consiste à faire sortir la matière fondue sous forme de tube vertical à travers une filière annulaire, puis à insuffler de l'air au centre pour créer une « bulle » qui se refroidit et s'étire biaxialement avant d'être aplatie par des rouleaux pinceurs.

Les paramètres critiques de ce procédé incluent : (i) la température d'extrusion : elle doit être adaptée à chaque biopolymère pour éviter la dégradation thermique. Pour le PLA, les températures se situent généralement entre 170 et 200 °C ; pour le PBAT, entre 130 et 150 °C ; pour les formulations à base d'amidon, un profil thermique progressif de 130–140 °C (zone d'alimentation) à 165–175 °C (filière) est recommandé (Mistretta et al., 2021). (ii) Le rapport de gonflage (Blow-Up Ratio, BUR) : il détermine l'orientation biaxiale du film et influence directement ses propriétés mécaniques. Un BUR typique de 2:1 à 4:1 est utilisé pour obtenir un équilibre entre la résistance dans le sens machine (MD) et le sens transverse (TD) (Escrig Rondán et al., 2025). (iii) La vitesse de vis et la viscosité de la fonte : les biopolymères présentent souvent une viscosité non newtonienne et une sensibilité au cisaillement. L'utilisation de vis à barrière avec un ratio de compression modéré (2,5:1 à 3,5:1) améliore le mélange distributif des charges et compatibilisants (Salesplastics, 2026). (iv) Le refroidissement et la stabilité de la bulle : le refroidissement interne de bulle (Internal Bubble Cooling, IBC) et les anneaux d'air de précision permettent d'augmenter les vitesses de ligne tout en maintenant la stabilité de la ligne de givrage (« frost line »), essentielle pour l'obtention de films minces homogènes (Mistretta et al., 2021).

L'extrusion-soufflage présente l'avantage majeur de produire des films minces (12–132 µm) avec une orientation biaxiale naturelle qui améliore les propriétés mécaniques. Cependant, elle induit une anisotropie des propriétés (différences entre MD et TD) et peut accélérer la cristallisation sous contrainte, modifiant ainsi les propriétés barrières et mécaniques finales (Kumar et al., 2025). Zhao et al. (cités dans la littérature récente) ont montré que les films PBAT/PLA obtenus par extrusion-soufflage présentent une hydrophobicité accrue comparée aux films obtenus par thermocompression.

4.6.2 I.4.6.2. Extrusion en filière plate (flat die extrusion)

L'extrusion en filière plate ou extrusion de feuilles (flat die extrusion, extrusion-calandrage) utilise une filière à fente plane pour former une nappe continue de polymère fondu. Le

refroidissement s'effectue par passage entre des rouleaux refroidis qui calibrent simultanément l'épaisseur. Ce procédé est particulièrement adapté à la production de films et de feuilles de plus grande épaisseur (70–1000 μm) que l'extrusion-soufflage.

Contrairement au soufflage, l'extrusion plate produit des films isotropes dont les propriétés mécaniques sont identiques dans toutes les directions. Ce procédé est souvent privilégié pour les formulations rigides ou semi-rigides, et pour les films nécessitant une excellente planéité. Il est également utilisé comme étape préliminaire avant thermoformage pour certaines applications agricoles spécifiques (plaques de protection, films d'ensilage structurés).

4.6.3 I.4.6.3. Coulage de solution (solution casting)

Le coulage de solution (solution casting) est largement utilisé à l'échelle laboratoire pour l'élaboration de films biodégradables, notamment à base de polysaccharides (cellulose, chitosane, pectine), de protéines et de certains polyesters solubles (Akhir et Mustapha, 2022). Ce procédé consiste à dissoudre ou disperser le polymère dans un solvant approprié (eau, acide acétique, chloroforme, dichlorométhane), à verser la solution dans un moule (généralement une cavité en verre ou en PTFE), puis à évaporer le solvant par séchage à température contrôlée, souvent sous vide pour éliminer les résidus de solvant.

Les avantages du coulage de solution incluent un contrôle précis de la formulation, la possibilité d'incorporer facilement des charges nanométriques sans dégradation thermique, et l'obtention de films homogènes et isotropes. Cependant, ce procédé présente plusieurs limitations majeures : (i) Difficulté de mise à l'échelle industrielle : le séchage lent et la consommation de grandes surfaces de production limitent le débit (Akhir et Mustapha, 2022). (ii) Risques environnementaux et sanitaires : l'utilisation de solvants organiques volatils (chloroforme, dichlorométhane) pose des problèmes de toxicité et nécessite des infrastructures de récupération des solvants. (iii) Défauts de surface : l'évaporation du solvant peut entraîner la formation de bulles de gaz, d'hétérogénéités d'épaisseur et de résidus de solvant dans le film final, affectant sa fiabilité mécanique.

Dans une perspective de développement durable, des approches vertes émergent, utilisant l'eau comme unique solvant de traitement et de mise en forme. Lee et al. (2026) ont ainsi développé un procédé entièrement hydrique pour fabriquer des films de paillage à partir de feuilles mortes, combinant un traitement par solvant eutectique profond (DES) hydraté et un auto-assemblage par évaporation, sans recours à des solvants organiques toxiques.

4.6.4 I.4.6.4. Thermocompression et moulage

La thermocompression (compression molding) est utilisée pour certaines formulations biodégradables rigides ou semi-rigides, notamment pour la préparation d'échantillons à l'échelle laboratoire ou pour des films d'épaisseur contrôlée (Tan et al., 2022). Le procédé consiste à charger la matière (généralement sous forme de granulés ou de poudre) dans une cavité métallique chauffée, puis à appliquer une pression hydraulique pendant un temps déterminé avant refroidissement rapide.

Les films obtenus par thermocompression sont généralement plus épais (70–1000 μm) que ceux obtenus par extrusion-soufflage. Ils présentent l'avantage d'être isotropes et de ne pas subir les contraintes d'étirage biaxial du soufflage. Cependant, ce procédé est moins adapté à la production continue de films minces et présente des cadences limitées pour une industrialisation à grande échelle. Les paramètres critiques incluent la température de mise en œuvre, la pression appliquée (souvent de l'ordre de 0,8–10 MPa selon les formulations), le temps de chauffe et la vitesse de refroidissement (Tan et al., 2022).

4.6.5 I.4.6.5. Coextrusion multicouche et procédés émergents

La coextrusion multicouche représente une avancée technologique majeure pour l'élaboration de films agricoles biodégradables à performances optimisées. Ce procédé permet l'extrusion simultanée de deux ou plusieurs couches de polymères différents, chacune apportant des propriétés spécifiques. Par exemple, Kumar et al. (2025) ont élaboré des films tricouches PBAT/PLA avec une couche centrale incorporant des déchets de soja (soy waste filler), permettant de combiner les propriétés barrières des couches externes avec une fonctionnalité de fertilisation et de biodégradation accélérée de la couche centrale.

Les avantages de la coextrusion multicouche pour les films agricoles incluent : (i) La possibilité de protéger une couche fonctionnelle (nutriments, agents actifs) entre deux couches barrières. (ii) L'optimisation des coûts en utilisant des matériaux plus chers uniquement dans les couches fonctionnelles. (iii) L'amélioration des propriétés mécaniques globales grâce à des combinaisons synergiques.

Parmi les procédés émergents, l'électrofilage (electrospinning) est exploré pour la production de nanofibres et de membranes ultrafines à très forte surface spécifique, bien que son application directe aux films de paillage reste limitée par les cadences de production. Les procédés de moulage par injection-extrusion et les techniques d'impression 3D (fused deposition modeling) sont également investigués pour des applications spécifiques de films fonctionnels et de libération contrôlée.

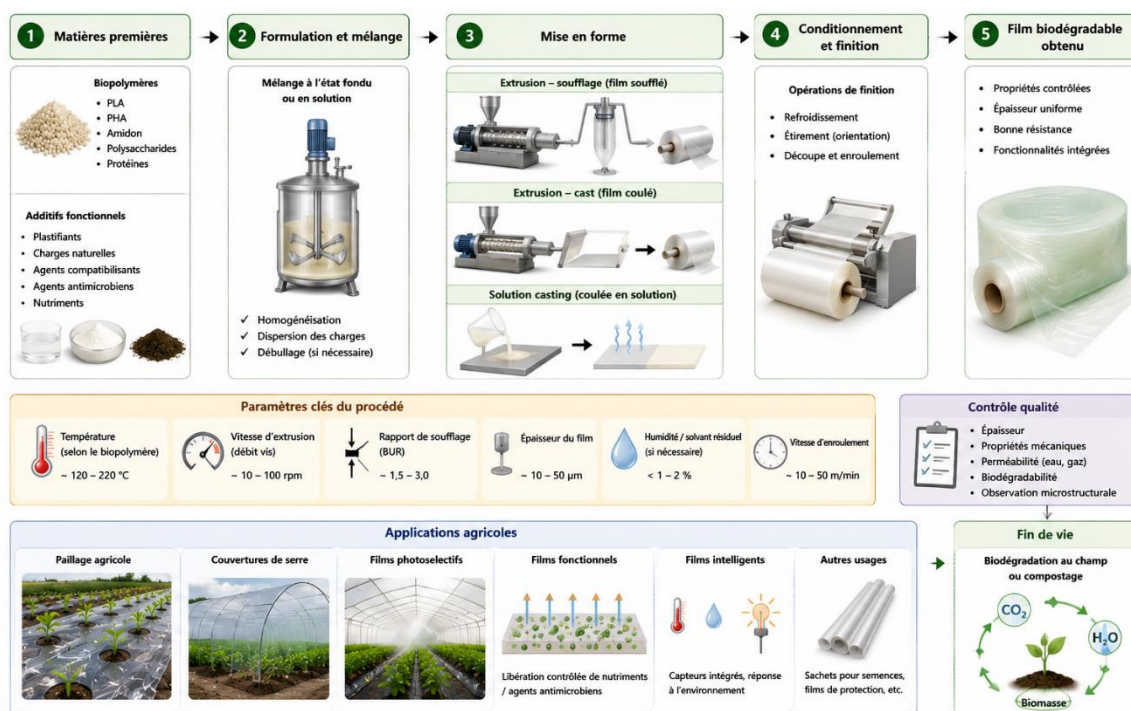


Figure 5:procédes d'élaboration des films agricoles biodégradables

Table 5:principaux procédés de fabrication des films biodégradables

Procédé	Avantages	Limites	Épaisseurs typiques	Références
Extrusion-soufflage	Production industrielle continue, orientation biaxiale, films minces	Sensibilité thermique, anisotropie, stabilité de bulle complexe	12–132 µm	Mistretta et al. (2021) ; Escrig Rondán et al. (2025)
Extrusion filière plate	Films isotropes, planéité, épaisseurs importantes	Moins adapté aux films très minces, coûts énergétiques	70–1000 µm	—
Solution casting	Contrôle précis des formulations, pas de dégradation thermique	Difficulté de mise à l'échelle, solvants toxiques, bulles	Variable	Akhir et Mustapha (2022) ; Lee et al. (2026)
Thermocompression	Films isotropes, homogènes, contrôle épaisseur	Production discontinue, cadences limitées	70–1000 µm	Tan et al. (2022)
Coextrusion multicouche	Combinaison synergique, protection des couches actives, optimisation coûts	Complexité technologique, réglage des adhésions interfaciales	20–200 µm	Kumar et al. (2025)

4.7 Paramètres influençant les propriétés

Les propriétés finales des films biodégradables dépendent fortement de la composition chimique, du taux de plastifiant, de la dispersion des charges et des conditions de transformation

(Akhir et Mustapha, 2022 ; Tan et al., 2022). Les principaux paramètres influençant les performances sont la température de transformation, l'humidité résiduelle, la viscosité de la matrice et la compatibilité entre constituants (Tan et al., 2022).

Le contrôle de l'humidité constitue un paramètre absolument critique dans l'élaboration des films biodégradables, particulièrement pour les matrices hygroscopiques comme l'amidon, le PLA et les protéines. Des teneurs en humidité résiduelle trop élevées entraînent l'hydrolyse du polymère pendant la transformation, la formation de bulles de vapeur dans le film, la perte de propriétés mécaniques et la rupture de la bulle en extrusion-soufflage. Les protocoles de séchage préalable recommandés varient selon les matériaux : amidon natif (< 0,3 % d'humidité, 80–100 °C, 4–6 h), composés TPS (< 0,2 %, 80–90 °C, 3–4 h), et polyesters (PLA/PBAT < 0,05 %, 60–80 °C, 3–5 h) (Salesplastics, 2026).

Les interactions entre plastifiants et nanorenforts jouent un rôle déterminant dans les propriétés mécaniques et barrières des films à base d'amidon (Tan et al., 2022). De même, la vitesse de refroidissement influence la cristallinité du PLA et du PBAT, modifiant ainsi leur transparence, leur rigidité et leur vitesse de biodégradation.

4.8 Perspectives d'élaboration

Les recherches actuelles visent principalement l'amélioration des performances mécaniques, l'optimisation de la biodégradation, le développement de films multifonctionnels et la réduction des coûts de production (Akhir et Mustapha, 2022). L'utilisation de déchets agricoles lignocellulosiques comme matières premières apparaît particulièrement prometteuse dans une logique d'économie circulaire (Mujtaba et al., 2023 ; Lee et al., 2026). Les futures générations de films agricoles biodégradables devraient intégrer des systèmes de libération contrôlée, des propriétés antimicrobiennes, des nanomatériaux biosourcés et des fonctionnalités intelligentes adaptées à l'agriculture de précision (Ciaramitaro et al., 2024 ; Escrig Rondán et al., 2025).

5 Applications des films biodégradables en agriculture

5.1 Introduction

Les films biodégradables sont aujourd'hui considérés comme l'une des alternatives les plus prometteuses aux plastiques conventionnels dans les systèmes agricoles modernes, répondant à la fois aux exigences agronomiques, aux contraintes environnementales et aux objectifs de durabilité des agroécosystèmes (Akhir et Mustapha, 2022 ; Somanathan et al., 2022). Leurs applications concernent principalement le paillage agricole, les couvertures de serres, les films

photosélectifs et les films fonctionnels intelligents (Akhir et Mustapha, 2022 ; Pandey et al., 2023).

5.2 Films biodégradables de paillage

Le paillage biodégradable constitue l'application la plus développée des films biodégradables agricoles (Akhir et Mustapha, 2022 ; Kasirajan et Ngouajio, 2012). Les films sont déposés à la surface du sol pour limiter l'évaporation, améliorer la température du sol, contrôler les adventices et réduire l'érosion (Kasirajan et Ngouajio, 2012). Contrairement aux films conventionnels en polyéthylène, les films biodégradables peuvent être incorporés dans le sol après utilisation, ce qui réduit considérablement les coûts de collecte et de gestion des déchets plastiques (Akhir et Mustapha, 2022). Le paillage biodégradable améliore significativement la rétention hydrique, l'efficacité de l'irrigation et la conservation de l'humidité du sol, jouant un rôle important dans les systèmes agricoles économes en eau, notamment dans les régions arides et semi-arides (Kasirajan et Ngouajio, 2012 ; Yang et al., 2015).

5.3 Performances agronomiques

Les études récentes montrent que les films biodégradables peuvent offrir des performances comparables à celles des films conventionnels dans plusieurs cultures agricoles (Akhir et Mustapha, 2022 ; Pittarello et al., 2025). Ils favorisent le développement racinaire, la croissance végétative et l'amélioration de la biomasse (Akhir et Mustapha, 2022 ; Kasirajan et Ngouajio, 2012). Pittarello et al. (2025) ont montré que les films biodégradables à courte durée de vie permettent une bonne productivité, une réduction des résidus plastiques et une gestion simplifiée des déchets agricoles dans les cultures de laitue méditerranéennes. Les films biodégradables peuvent également influencer la taille des fruits, la qualité nutritionnelle et la teneur en composés bioactifs (Pandey et al., 2023).

5.4 Films photosélectifs biodégradables

Les films photosélectifs constituent une catégorie avancée de films agricoles capables de modifier la qualité spectrale de la lumière transmise aux plantes, en contrôlant la transmission UV, la lumière visible et certaines longueurs d'onde spécifiques (Pandey et al., 2023). Les effets agronomiques incluent l'amélioration de la photosynthèse, le contrôle morphologique des plantes et l'optimisation de la maturation des fruits. Les couvertures photosélectives influencent directement le développement végétal et les propriétés qualitatives des productions horticoles (Pandey et al., 2023).

5.5 Films fonctionnels et intelligents

Les nouvelles générations de films biodégradables intègrent des fonctionnalités avancées permettant de dépasser le simple rôle de couverture agricole. Les films à libération contrôlée de nutriments peuvent incorporer des fertilisants, des composés actifs et des agents antimicrobiens (Ciaramitaro et al., 2024). Des films polysaccharidiques capables de libérer progressivement des ions ammonium et phosphate dans le sol permettent une fertilisation progressive, une réduction des pertes de nutriments et une amélioration de l'efficacité fertilisante (Ciaramitaro et al., 2024). Un film de paillage biodégradable à base de zéolite pour la libération contrôlée de zinc a été développé par mélange en voie fondue, une méthode sans solvant et extensible (Moustakas et al., 2026).

Les films antimicrobiens incorporent des huiles essentielles, des nanoparticules ou des agents antimicrobiens naturels pour limiter les contaminations microbiologiques, améliorer la protection phytosanitaire et réduire l'utilisation des pesticides (Akhir et Mustapha, 2022). Les films biodégradables à base de chitosane, aux propriétés antimicrobiennes intrinsèques, sont particulièrement prometteurs (Verma et al., 2025).

L'incorporation de biochar dans les films biodégradables représente une approche récente particulièrement prometteuse (Iamsaard et al., 2024). Les films enrichis en biochar peuvent améliorer certaines propriétés mécaniques, favoriser la qualité du sol et renforcer les performances agronomiques. Un film enrichi en biochar dérivé de paille de riz a permis d'augmenter le stock de carbone du sol et de soutenir la croissance des cultures tout en offrant une alternative écologique aux paillis plastiques conventionnels (Wang et al., 2025).

Table 6: principaux films biodégradables fonctionnels

Type de film	Fonction	Applications	Références
Film fertilisant	Libération de nutriments	Fertilisation contrôlée	Ciaramitaro et al. (2024) ; Moustakas et al. (2026)
Film antimicrobien	Protection phytosanitaire	Réduction des pathogènes	Akhir et Mustapha (2022) ; Verma et al. (2025)
Film enrichi en biochar	Amélioration du sol	Agriculture durable, séquestration carbone	Iamsaard et al. (2024) ; Wang et al. (2025)
Film photoselectif	Modification du spectre lumineux	Horticulture	Pandey et al. (2023)
Film biostimulant	Libération d'agents de croissance	Amélioration de la qualité du sol	Escrig Rondán et al. (2025)

5.6 Biodégradation au champ

Le comportement des films biodégradables en conditions réelles constitue un paramètre essentiel pour leur utilisation agricole (Anunciado et al., 2021). Une biodégradation trop rapide peut entraîner une perte prématurée des propriétés mécaniques, tandis qu'une biodégradation insuffisante peut conduire à l'accumulation de résidus plastiques dans les sols (Menossi et al., 2021). Le vieillissement environnemental influence fortement les mécanismes de biodégradation dans les sols agricoles et les systèmes de compostage (Anunciado et al., 2021). Les principaux facteurs influençant la biodégradation sont la température, l'humidité, le type de sol, l'activité microbienne et la composition chimique du polymère.

Des études sur le terrain ont montré que les films PBAT se dégradent plus rapidement que le PE, formant des surfaces rugueuses avec des fissures, et enrichissent les bactéries et champignons bénéfiques du sol tout en supprimant les agents pathogènes (Li et al., 2025). Un film PBAT/lignine développé par pressage à chaud a montré des propriétés mécaniques améliorées et une bonne dégradabilité dans le sol (Chen et al., 2025).

5.7 Perspectives des applications agricoles

Les recherches actuelles s'orientent vers le développement de films agricoles biodégradables multifonctionnels capables de combiner performances agronomiques élevées, biodégradation contrôlée, propriétés intelligentes et faible impact environnemental (Akhir et Mustapha, 2022). L'utilisation de biomasses lignocellulosiques et de déchets agricoles apparaît particulièrement prometteuse dans une logique d'économie circulaire et de valorisation des ressources renouvelables (Mujtaba et al., 2023 ; Lee et al., 2026).

6 Évaluation environnementale et économique

6.1 Introduction

L'évaluation environnementale et économique des films agricoles biodégradables constitue aujourd'hui un axe majeur de recherche dans le cadre de la transition vers des systèmes agricoles durables (Dada et al., 2025). Bien que les biopolymères offrent des avantages significatifs en termes de réduction des déchets plastiques persistants, leur production, leur utilisation et leur fin de vie doivent être analysées selon une approche globale intégrant les impacts environnementaux, les performances agronomiques, les coûts économiques et la durabilité des systèmes agricoles (Dada et al., 2025 ; Mujtaba et al., 2023). L'analyse du cycle de vie (ACV) constitue l'outil principal permettant d'évaluer la durabilité globale des films agricoles biodégradables (Dada et al., 2025 ; Campanale et al., 2024).

6.2 Analyse du cycle de vie (ACV)

L'analyse du cycle de vie est une méthode d'évaluation environnementale permettant de quantifier les impacts associés à l'ensemble des étapes de vie d'un produit (Dada et al., 2025). Pour les films agricoles, l'ACV prend en compte l'extraction ou la production des matières premières, la fabrication des polymères, la transformation des films, l'utilisation agricole et la gestion de fin de vie. Les études ACV évaluent principalement les émissions de gaz à effet de serre, la consommation énergétique, l'utilisation des ressources fossiles, les impacts sur les écosystèmes, l'eutrophisation et l'écotoxicité. Dada et al. (2025) indiquent que plusieurs films biodégradables présentent une réduction significative des impacts environnementaux associés à la gestion des déchets plastiques agricoles, bien que les performances globales dépendent fortement des scénarios de production et de fin de vie considérés.

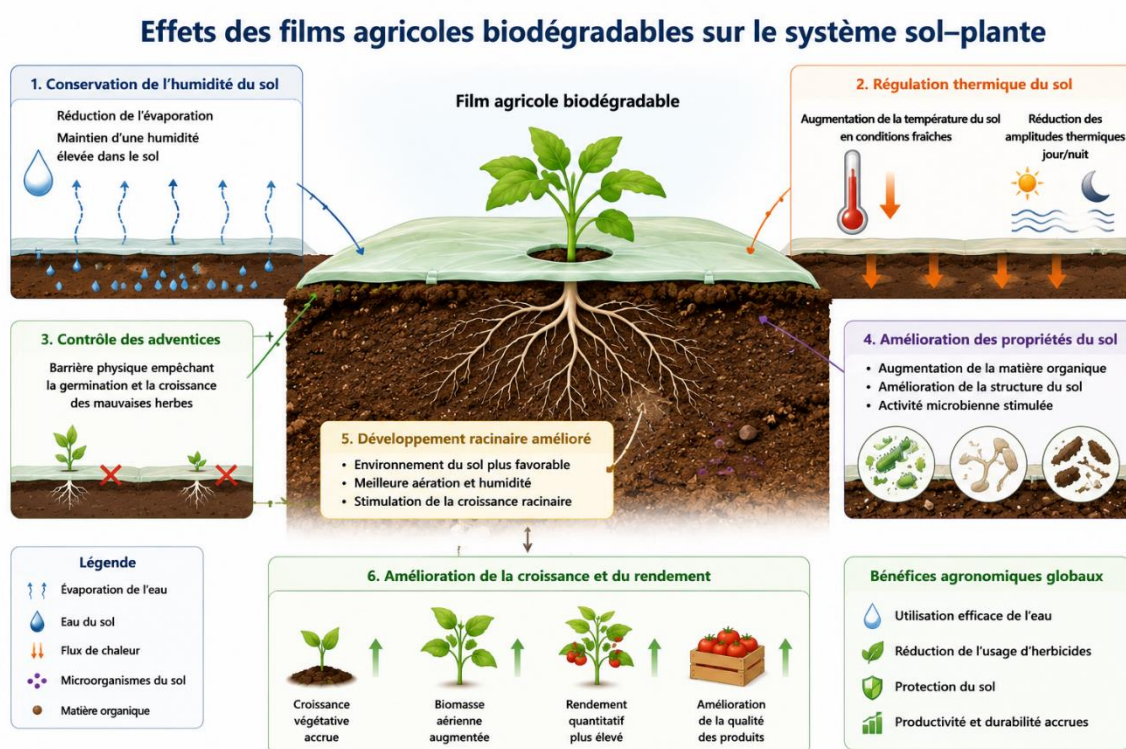


Figure 6 : effets des films agricoles biodégradables sur le système sol-santé

Tableau I.7. Principaux indicateurs utilisés dans l'ACV des films agricoles

Table 7 : principaux indicateurs utilisés dans l'AVC des films agricoles

Indicateur	Signification	Références
Potentiel de réchauffement global	Émissions de gaz à effet de serre	Dada et al. (2025)
Consommation énergétique	Énergie totale utilisée	Dada et al. (2025)
Écotoxicité	Impacts sur les organismes vivants	Dada et al. (2025) ; Campanale et al. (2024)

Eutrophisation	Enrichissement excessif des milieu	Dada et al. (2025)
Épuisement des ressources fossils	Utilisation des ressources non renouvelables	Dada et al. (2025) ; Mujtaba et al. (2023)

6.3 Impacts environnementaux des films biodégradables

L'un des principaux avantages des films biodégradables réside dans leur capacité à limiter l'accumulation des résidus plastiques dans les sols agricoles (Somanathan et al., 2022 ; Menossi et al., 2021). Contrairement aux films conventionnels, les films biodégradables peuvent être incorporés directement dans le sol, biodégradés biologiquement ou compostés dans certaines conditions (Briassoulis et Dejean, 2010). Cette propriété réduit les coûts de collecte, les opérations de traitement des déchets et les risques de pollution plastique (Akhir et Mustapha, 2022). Les films biodégradables permettent théoriquement de limiter la formation de microplastiques persistants, mais plusieurs études montrent que la biodégradation dépend fortement des conditions environnementales, du type de polymère et du degré de biodégradabilité réel au champ (Menossi et al., 2021 ; Anunciado et al., 2021 ; Campanale et al., 2024).

6.4 Limites environnementales

Malgré leurs avantages potentiels, les films biodégradables présentent également certaines limites environnementales. La biodégradation au champ peut être incomplète selon le climat, la température, le type de sol et la composition du polymère (Anunciado et al., 2021). Une biodégradation insuffisante peut conduire à la persistance de fragments polymériques dans les sols agricoles (Menossi et al., 2021 ; Campanale et al., 2024). La production de certains biopolymères nécessite des procédés industriels énergivores (fermentation, traitements chimiques complexes), et les impacts liés à la production peuvent compenser partiellement les bénéfices environnementaux liés à la fin de vie (Dada et al., 2025). Enfin, la production de biomasses destinées aux bioplastiques peut entrer en compétition avec les cultures alimentaires, les ressources hydriques et les terres agricoles disponibles (Mujtaba et al., 2023).

6.5 Évaluation économique

Le coût des biopolymères reste généralement supérieur à celui des polymères conventionnels en raison du coût des matières biosourcées, des procédés de production et des volumes industriels encore limités (Naser et al., 2021). Les procédés de transformation des biopolymères nécessitent un contrôle précis des paramètres, des équipements spécifiques et une optimisation des formulations, ce qui peut augmenter les coûts industriels de fabrication (Mistretta et al., 2021). Cependant, les films biodégradables permettent une réduction des coûts de collecte, une

diminution des opérations de recyclage et une simplification de la gestion de fin de vie, des avantages qui peuvent compenser partiellement le coût plus élevé des matériaux biodégradables (Akhir et Mustapha, 2022). Une analyse coûts-bénéfices a montré que le bénéfice net pour l'application de films biodégradables est inférieur à celui des films conventionnels, s'élevant à environ 314 USD par hectare en Chine (Wang et al., 2023).

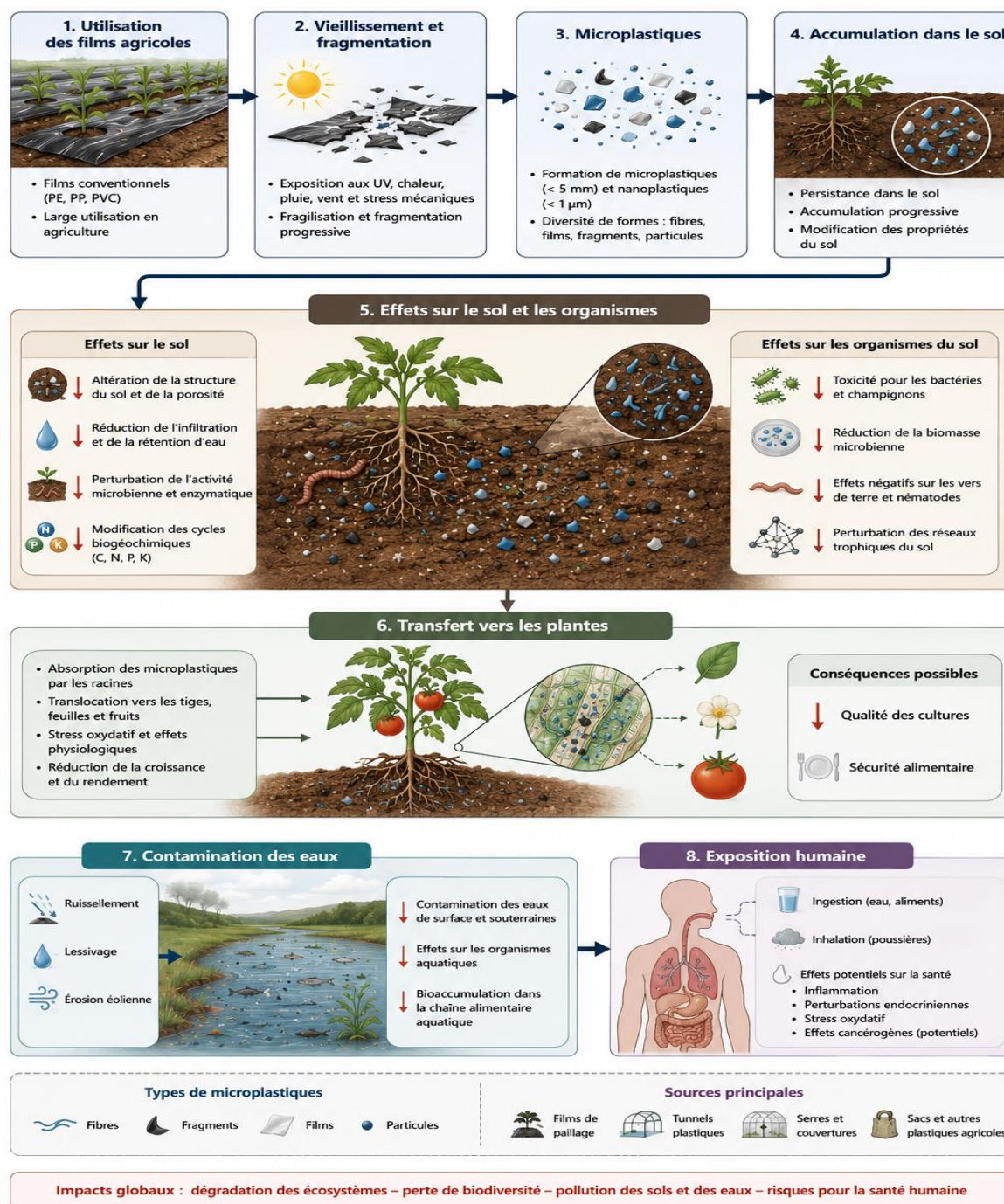


Figure 7: impacts environnementaux des films agricoles

Table 8:principaux aspects économiques des films biodégradables

Aspect économique	Effets	Références
Coût des biopolymères	Supérieur aux plastiques conventionnels	Naser et al. (2021)
Coût de transformation	Procédés plus complexes, contrôle de l'humidité critique	Mistretta et al. (2021)
Gestion des déchets	Réduction des coûts de collecte	Akhir et Mustapha (2022)
Valorisation des biomasses	Création de valeur ajoutée agricole	Mujtaba et al. (2023)

6.6 Films en serre

Les applications sous serre représentent un domaine important d'évaluation environnementale des plastiques agricoles. Thrän et al. (2024) montrent que les alternatives biodégradables et compostables peuvent réduire certains impacts environnementaux associés aux films conventionnels utilisés dans les serres agricoles. Les principaux bénéfices identifiés concernent la réduction des déchets plastiques, l'amélioration de la gestion de fin de vie et la réduction de certaines émissions environnementales. Cependant, les performances environnementales restent fortement dépendantes des scénarios de traitement, des infrastructures de compostage et des conditions locales d'utilisation.

6.7 Contribution à l'économie circulaire

Les films biodégradables s'inscrivent dans les stratégies actuelles d'économie circulaire visant à réduire les déchets, valoriser les biomasses agricoles et promouvoir les ressources renouvelables (Mujtaba et al., 2023). L'utilisation de déchets lignocellulosiques, de coproduits agricoles et de résidus végétaux permet de développer des matériaux à plus faible impact environnemental. Les recherches récentes portent particulièrement sur les biocomposites agricoles, les polymères issus de déchets et les systèmes multifonctionnels durables (Mujtaba et al., 2023 ; Ciaramitaro et al., 2024 ; Lee et al., 2026).

Table 9:contribution des films biodegradables à l'économie circulaire

Approche circulaire	Objectifs	Références
Valorisation des déchets agricoles	Réduction des déchets organiques	Mujtaba et al. (2023)
Utilisation de biomasse renouvelable	Réduction des ressources fossils	Mujtaba et al. (2023) ; Naser et al. (2021)
Biodégradation contrôlée	Réduction des déchets persistants	Menossi et al. (2021) ; Anunciado et al. (2021)

Écoconception	Réduction des impacts environnementaux	Dada et al. (2025)
---------------	--	--------------------

6.8 Perspectives environnementales et économiques

Les recherches futures devront principalement se concentrer sur l'optimisation des performances environnementales, la réduction des coûts de production, le contrôle de la biodégradation au champ et l'amélioration des procédés industriels (Akhir et Mustapha, 2022 ; Dada et al., 2025). Le développement de biopolymères issus de déchets agricoles, de formulations multifonctionnelles et de procédés de fabrication moins énergivores apparaît particulièrement prometteur dans une perspective d'agriculture durable et circulaire (Mujtaba et al., 2023). Les futures évaluations devront intégrer simultanément les performances agronomiques, les impacts environnementaux, les aspects socio-économiques et les contraintes réglementaires (Dada et al., 2025 ; Campanale et al., 2024).

7 Défis scientifiques et perspectives futures

7.1 Introduction

Malgré les avancées significatives réalisées dans le développement des films agricoles biodégradables, plusieurs défis scientifiques, technologiques, économiques et environnementaux limitent encore leur généralisation à grande échelle (Akhir et Mustapha, 2022 ; Dada et al., 2025). Les performances des biopolymères restent souvent inférieures à celles des polymères conventionnels en termes de résistance mécanique, de stabilité thermique, de durabilité au champ et de coût de production (Naser et al., 2021 ; Tan et al., 2022). Par ailleurs, les mécanismes de biodégradation dans les conditions agricoles réelles demeurent encore insuffisamment maîtrisés (Anunciado et al., 2021 ; Campanale et al., 2024).

7.2 Défis scientifiques

L'un des principaux défis des films biodégradables concerne leurs propriétés mécaniques souvent insuffisantes comparativement aux films conventionnels en polyéthylène (Naser et al., 2021). Plusieurs biopolymères présentent une forte fragilité, une faible ductilité, une faible résistance à la perforation et une sensibilité élevée aux contraintes mécaniques (Tan et al., 2022). Les films à base d'amidon sont particulièrement sensibles à l'humidité, aux déformations mécaniques et au vieillissement environnemental (Tan et al., 2022). Les recherches actuelles se

concentrent sur l'incorporation de nanorenforts, le développement de biocomposites et l'optimisation des formulations (Tan et al., 2022 ; Faruk et al., 2012).

Le contrôle de la vitesse de biodégradation constitue un défi majeur (Anunciado et al., 2021). Une biodégradation trop rapide peut provoquer une perte prématurée des propriétés mécaniques, tandis qu'une biodégradation insuffisante peut conduire à la persistance de résidus polymériques dans les sols agricoles (Menossi et al., 2021). Les conditions environnementales influencent fortement les mécanismes de biodégradation, rendant difficile la prédiction précise du comportement des films dans les agroécosystèmes (Anunciado et al., 2021 ; Campanale et al., 2024).

Enfin, les films biodégradables présentent souvent une faible stabilité thermique, une sensibilité au rayonnement UV et un vieillissement accéléré au champ (Naser et al., 2021). Le contrôle du vieillissement environnemental reste essentiel pour garantir la durabilité des films pendant les cycles culturels (Mistretta et al., 2021). L'incorporation de lignine dans les films biodégradables permet d'améliorer la stabilité aux UV tout en maintenant de bonnes propriétés mécaniques (Zhang et al., 2023).

7.3 Défis technologiques et industriels

Le passage de l'échelle laboratoire à la production industrielle constitue une étape critique (Mistretta et al., 2021). Les biopolymères présentent souvent une faible stabilité thermique, une viscosité complexe et une sensibilité élevée aux conditions de transformation. L'optimisation des paramètres de soufflage reste indispensable pour obtenir des films biodégradables compatibles avec les applications agricoles industrielles (Mistretta et al., 2021). Les films biodégradables doivent être compatibles avec les procédés industriels existants (extrusion, extrusion-soufflage) et les équipements agricoles, mais certaines formulations présentent une faible stabilité à chaud, des difficultés de mise en forme et des propriétés rhéologiques complexes (Tan et al., 2022).

Le contrôle de l'humidité lors de la transformation industrielle constitue un défi technique majeur. Les biopolymères hygroscopiques (amidon, PLA, protéines) nécessitent des protocoles de séchage stricts avant extrusion pour éviter l'hydrolyse et la dégradation en cours de transformation (Salesplastics, 2026). Les méthodes d'évaluation de la biodégradabilité restent encore variables selon les normes utilisées, les conditions expérimentales et les environnements de dégradation, rendant la standardisation des protocoles d'essai indispensable pour le développement industriel (Briassoulis et Dejean, 2010 ; Hayes et Flury, 2018).

7.4 Défis environnementaux

La biodégradation observée en laboratoire diffère souvent de celle observée au champ, les conditions environnementales réelles étant influencées par les variations climatiques, l'humidité du sol, l'activité microbienne et la composition du sol (Anunciado et al., 2021). Une biodégradation incomplète pourrait conduire à l'accumulation de fragments polymériques et à la présence de résidus intermédiaires dans les sols, dont les impacts écotoxicologiques restent encore insuffisamment étudiés (Menossi et al., 2021 ; Campanale et al., 2024). Enfin, la production des biopolymères peut nécessiter une forte consommation énergétique, des procédés chimiques complexes et l'utilisation de ressources agricoles, avec des performances environnementales qui dépendent fortement des scénarios de production et de fin de vie considérés dans les analyses de cycle de vie (Dada et al., 2025).

Table 10: principaux défis scientifiques, technologiques et environnementaux

Défi	Conséquences	Références
Faible résistance mécanique	Fragilité des films, risque de déchirure au champ	Naser et al. (2021) ; Tan et al. (2022)
Biodégradation incontrôlée	Perte prématurée des propriétés ou persistance des résidus	Anunciado et al. (2021) ; Menossi et al. (2021) ; Campanale et al. (2024)
Sensibilité à l'humidité	Instabilité dimensionnelle, hydrolyse en transformation	Tan et al. (2022) ; Salesplastics (2026)
Vieillessement UV	Dégradation accélérée, perte de propriétés mécaniques	Mistretta et al. (2021)
Mise à l'échelle industrielle	Difficulté de production industrielle continue, coûts élevés	Mistretta et al. (2021)
Standardisation	Difficulté d'évaluation des performances, variabilité des normes	Briassoulis et Dejean (2010) ; Hayes et Flury (2018)
Variabilité des conditions au champ	Difficulté de contrôle de la dégradation, résidus potentiels	Anunciado et al. (2021)

7.5 Perspectives de développement

Les biocomposites avancés représentent l'une des principales voies d'amélioration des performances des films biodégradables (Faruk et al., 2012). L'intégration de nanocellulose, de lignine, de biochar ou de fibres naturelles permet d'améliorer les propriétés mécaniques, de renforcer la stabilité thermique et d'optimiser les propriétés barrières. L'incorporation de

biochar dans les films biodégradables peut améliorer à la fois les performances des films et certaines propriétés agronomiques des sols (Iamsaard et al., 2024).

L'utilisation de déchets agricoles lignocellulosiques apparaît particulièrement prometteuse dans une logique d'économie circulaire (Mujtaba et al., 2023). Ces biomasses permettent de réduire les coûts de production, de valoriser les coproduits agricoles et de limiter les déchets organiques. La fabrication de films de paillage biodégradables à haute résistance à partir de nanofibres de lignocellulose extraites de feuilles mortes illustre le potentiel de cette approche (Lee et al., 2026).

Les films multifonctionnels intelligents devraient intégrer des systèmes de libération contrôlée, des propriétés antimicrobiennes, des capteurs intelligents et des fonctionnalités adaptées à l'agriculture de précision (Ciaramitaro et al., 2024 ; Escrig Rondán et al., 2025). Des films polysaccharidiques capables de libérer progressivement des nutriments dans le sol ouvrent la voie à des systèmes de paillage fertilisants intelligents (Ciaramitaro et al., 2024).

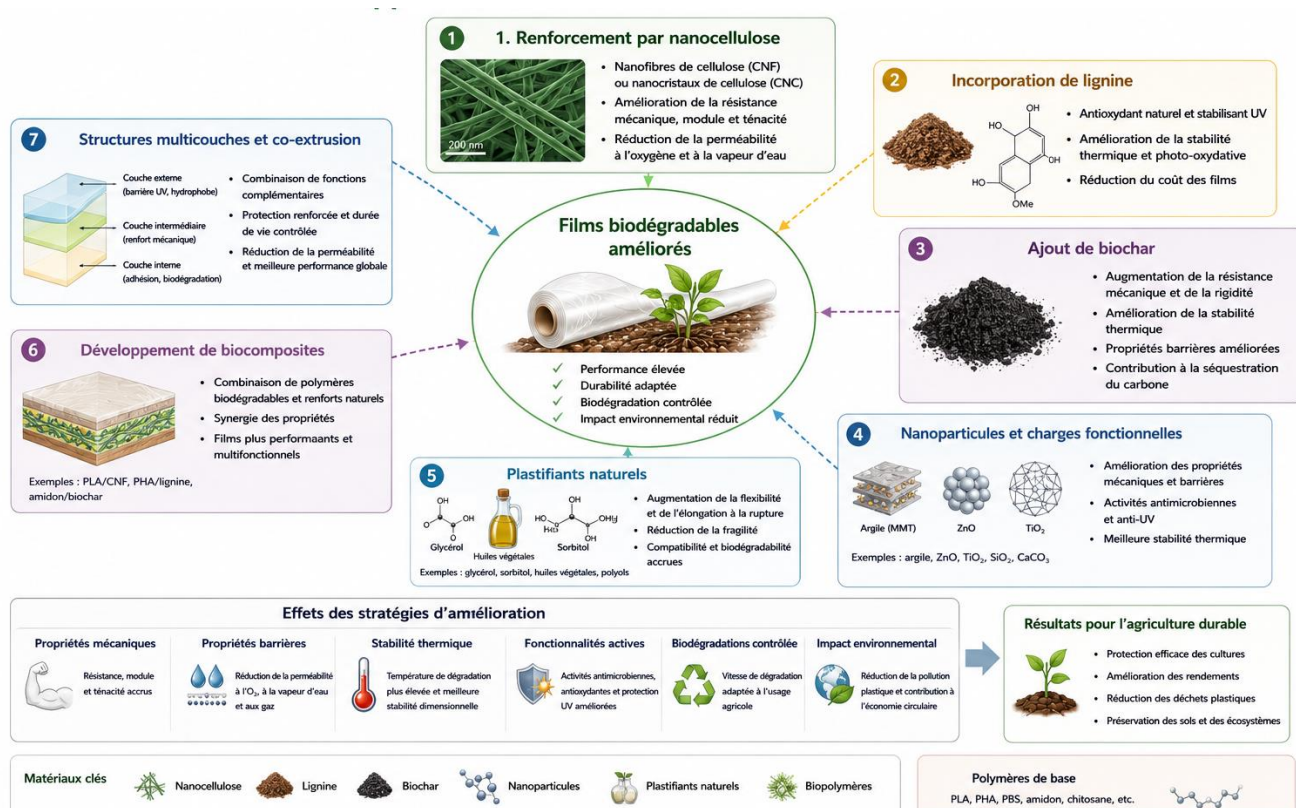


Figure 8: stratégies d'améliorations des films agricoles biodégradables, approches matériaux et formulation avancées

7.6 Perspectives économiques et industrielles

La réduction des coûts de production constitue une condition essentielle pour la généralisation des films biodégradables (Naser et al., 2021). Les futures stratégies industrielles reposent sur l'augmentation des volumes de production, l'optimisation des procédés industriels, l'utilisation de matières premières locales et la valorisation des déchets agricoles (Mujtaba et al., 2023). Le développement de filières intégrées associant agriculture, biomasse, bioplastiques et gestion des déchets pourrait favoriser l'émergence de systèmes agricoles plus durables et circulaires (Mujtaba et al., 2023).

7.7 Perspectives réglementaires et normatives

Le développement des films biodégradables nécessite une harmonisation des normes relatives à la biodégradabilité, à la compostabilité, à l'écotoxicité et à l'évaluation environnementale (Briassoulis et Dejean, 2010). La norme européenne EN 17033:2018 spécifie les exigences pour les films de paillage biodégradables destinés à être incorporés dans le sol après utilisation, définissant une classification selon leur durée de vie et fournissant un guide des bonnes pratiques (EN 17033, 2018 ; Hayes et Flury, 2018). Cette norme impose notamment une biodégradation minimale de 90 % du carbone organique en CO₂ dans un délai de 24 mois sous conditions de sol ambiant (20–28 °C), selon la méthode ISO 17556, ainsi que des tests d'écotoxicité aiguë sur plantes, vers de terre et micro-organismes.

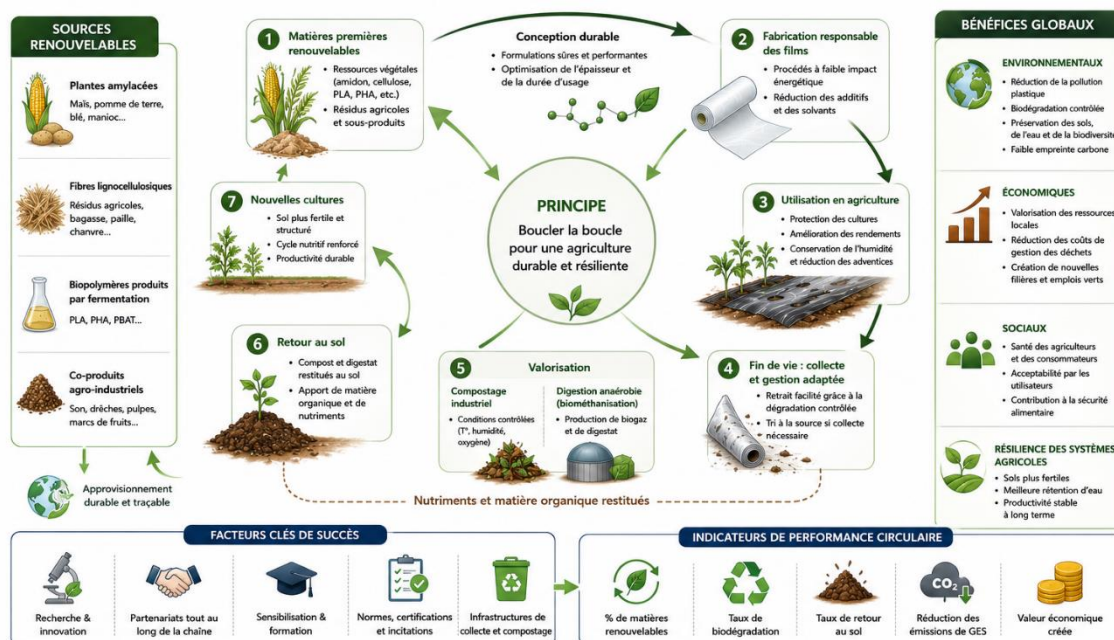


Figure 9: économie circulaire des films agricoles biodégradables

Les futures réglementations devront garantir la sécurité environnementale, l'efficacité agronomique et la traçabilité des matériaux biodégradables. La distinction entre

biodégradabilité en laboratoire et comportement réel au champ reste un enjeu majeur pour l'évolution de ces normes (Hayes et Flury, 2018).

8 Conclusion du chapitre

Les films agricoles occupent aujourd'hui une place essentielle dans les systèmes agricoles modernes en raison de leur capacité à améliorer les performances agronomiques des cultures par la conservation de l'humidité du sol, la régulation thermique, le contrôle des adventices et l'optimisation des rendements agricoles (Kasirajan et Ngouajio, 2012 ; Yang et al., 2015). Depuis plusieurs décennies, les films polymériques conventionnels à base de polyéthylène dominent les applications agricoles grâce à leurs propriétés mécaniques élevées, leur faible coût et leur facilité de transformation industrielle (Kasirajan et Ngouajio, 2012). Toutefois, leur faible biodégradabilité et leur accumulation dans les agroécosystèmes ont conduit à l'émergence de préoccupations environnementales majeures liées à l'accumulation des déchets plastiques, à la formation de microplastiques, à la dégradation des sols agricoles et aux impacts écotoxicologiques potentiels (Somanathan et al., 2022 ; Steinmetz et al., 2016 ; Qi et al., 2020 ; Campanale et al., 2024).

Dans ce contexte, les films agricoles biodégradables apparaissent comme une alternative particulièrement prometteuse pour réduire les impacts environnementaux associés aux plastiques conventionnels (Akhir et Mustapha, 2022 ; Menossi et al., 2021). Les recherches récentes ont permis le développement de nombreux biopolymères destinés aux applications agricoles, notamment l'acide polylactique (PLA), les polyhydroxyalcanoates (PHA), l'amidon thermoplastique, les polysaccharides naturels, les protéines végétales et le PBAT (Naser et al., 2021 ; Gamage et al., 2022 ; Wang et al., 2022 ; Li et al., 2025). Ces matériaux présentent plusieurs avantages importants : biodégradabilité, valorisation de ressources renouvelables, réduction des coûts de gestion des déchets et compatibilité avec les principes de l'économie circulaire (Akhir et Mustapha, 2022 ; Mujtaba et al., 2023).

Par ailleurs, l'élaboration des films biodégradables connaît actuellement des avancées importantes grâce aux biocomposites, aux nanotechnologies, aux charges naturelles et aux formulations multifonctionnelles (Tan et al., 2022 ; Faruk et al., 2012). L'intégration de nanocellulose, de lignine, de biochar ou encore de systèmes de libération contrôlée permet aujourd'hui d'améliorer simultanément les propriétés mécaniques, les propriétés barrières, la stabilité thermique et les fonctionnalités agronomiques (Faruk et al., 2012 ; Chen et al., 2025 ; Ciaramitaro et al., 2024 ; Escrig Rondán et al., 2025). Les procédés de fabrication — notamment l'extrusion-soufflage, la coextrusion multicouche, le coulage de solution et la thermocompression — ont été optimisés pour répondre aux contraintes spécifiques des biopolymères, bien que le passage à l'échelle industrielle demeure un défi technique majeur (Mistretta et al., 2021 ; Kumar et al., 2025 ; Lee et al., 2026).

Les applications agricoles des films biodégradables concernent principalement le paillage agricole, les couvertures photoselectives, les films fonctionnels et les systèmes intelligents de fertilisation contrôlée (Pandey et al., 2023 ; Ciaramitaro et al., 2024). Les résultats

expérimentaux montrent que plusieurs films biodégradables peuvent atteindre des performances agronomiques comparables à celles des polymères conventionnels tout en réduisant l'accumulation des déchets plastiques dans les sols (Pittarello et al., 2025).

Cependant, plusieurs défis scientifiques et technologiques limitent encore leur généralisation à grande échelle. Les principales limitations concernent la faible stabilité mécanique, la sensibilité à l'humidité, le contrôle de la biodégradation, les coûts de production élevés et la variabilité des performances au champ (Naser et al., 2021 ; Tan et al., 2022 ; Anunciado et al., 2021). Les analyses de cycle de vie montrent également que les performances environnementales des films biodégradables dépendent fortement des matières premières utilisées, des procédés de fabrication, des scénarios de fin de vie et des conditions de biodégradation (Dada et al., 2025 ; Campanale et al., 2024).

Les perspectives futures reposent principalement sur le développement de biocomposites avancés, l'utilisation des déchets agricoles lignocellulosiques, les films multifonctionnels intelligents, les nanomatériaux biosourcés et les approches d'économie circulaire (Mujtaba et al., 2023 ; Faruk et al., 2012 ; Ciaramitaro et al., 2024 ; Lee et al., 2026). Les futures générations de films agricoles biodégradables devraient ainsi combiner hautes performances mécaniques, biodégradation contrôlée, faible impact environnemental et compatibilité avec l'agriculture de précision. Enfin, le développement durable des films agricoles biodégradables nécessitera une collaboration multidisciplinaire associant science des matériaux, génie des procédés, agronomie, microbiologie des sols, évaluation environnementale et politiques réglementaires. L'ensemble de ces avancées pourrait contribuer de manière significative à la transition vers des systèmes agricoles plus durables, circulaires et respectueux de l'environnement.

Chapitre II

Matériels et méthodes

1 Introduction

Ce chapitre présente l'ensemble des matériaux utilisés ainsi que les méthodes expérimentales mises en œuvre pour l'élaboration et la caractérisation de films biodégradables à base d'agar renforcés par du biochar issu de noyaux de dattes. La démarche adoptée comprend la préparation de la biomasse lignocellulosique, sa conversion en biochar par carbonisation contrôlée, puis l'amélioration de ses propriétés par modification oxydante. Le biochar obtenu a ensuite été incorporé dans une matrice filmogène constituée d'agar et de glycérine afin de produire des biocomposites biodégradables.

Une attention particulière a été portée à l'optimisation des conditions de préparation du biochar et à sa dispersion dans la solution filmogène, afin d'assurer une répartition homogène des particules au sein de la matrice polymérique. Les différentes étapes expérimentales ont été conçues dans le but d'évaluer l'influence du biochar sur les propriétés finales des films obtenus. Les matériaux employés, les protocoles de préparation ainsi que les méthodes de caractérisation sont décrits en détail dans les sections suivantes.

2 PREPARATION DE LA MATIERE PREMIERE : NOYAUX DE DATTE

Les noyaux de dattes (*Phoenix dactylifera* L.) utilisés dans cette étude ont été sélectionnés comme précurseur de biochar en raison de leur abondance dans les régions productrices de dattes, de leur faible coût et de leur forte teneur en composés lignocellulosiques. Ces résidus agroalimentaires constituent une source de carbone particulièrement intéressante pour la production de matériaux carbonés destinés aux applications environnementales et à l'élaboration de biocomposites (Al-Wabel et al., 2018 ; Tripathi et al., 2016).

2.1 Collecte et tri des noyaux de datte

Les noyaux de dattes ont été récupérés à partir de déchets ménagers issus de la consommation locale. Après collecte, un tri manuel a été effectué afin d'éliminer les noyaux endommagés, moisissus ou présentant des signes de dégradation susceptibles d'altérer la qualité du matériau final. Seuls les noyaux sains ont été retenus pour les étapes ultérieures de préparation.

2.2 Lavage

Les noyaux sélectionnés ont été soumis à plusieurs opérations de lavage à l'eau chaude afin d'éliminer les résidus de pulpe, les sucres, les fibres adhérentes et les autres impuretés superficielles. Le lavage a été poursuivi jusqu'à l'obtention d'une eau de rinçage claire. Les noyaux ont ensuite été rincés abondamment à l'eau distillée afin d'éliminer les éventuels contaminants solubles résiduels.

Cette étape est essentielle pour limiter les réactions secondaires au cours de la carbonisation et garantir une meilleure reproductibilité des résultats.

2.3 Séchage

Après lavage, les noyaux ont été séchés dans une étuve ventilée à 80 °C pendant 24 h afin d'éliminer l'humidité libre présente à leur surface et dans leur structure. Le séchage a été poursuivi jusqu'à l'obtention d'une masse constante, condition nécessaire pour assurer une carbonisation homogène et éviter les variations liées à la teneur en eau de la biomasse.

La réduction de l'humidité améliore également le rendement énergétique du procédé de carbonisation et favorise la stabilité thermique du matériau précurseur.

2.4 Broyage

Les noyaux séchés ont été broyés à l'aide d'un broyeur électrique afin de réduire leur taille et d'augmenter leur surface spécifique. La réduction granulométrique facilite le transfert thermique lors de la carbonisation et contribue à une transformation plus homogène de la biomasse en biochar.

Le broyage a été poursuivi jusqu'à l'obtention d'une poudre relativement homogène exempte de fragments de grande taille.

2.5 Tamisage

La poudre obtenue a ensuite été tamisée à l'aide de tamis normalisés afin de sélectionner une granulométrie comprise entre 0,5 et 1 mm. Cette plage granulométrique a été retenue afin de garantir une meilleure homogénéité du matériau soumis à la carbonisation et de réduire les variations liées à la taille des particules.

La fraction retenue a été conservée dans des récipients hermétiques à température ambiante jusqu'à son utilisation pour la production du biochar.

L'ensemble des étapes de préparation de la biomasse est illustré à la **Figure 10**.

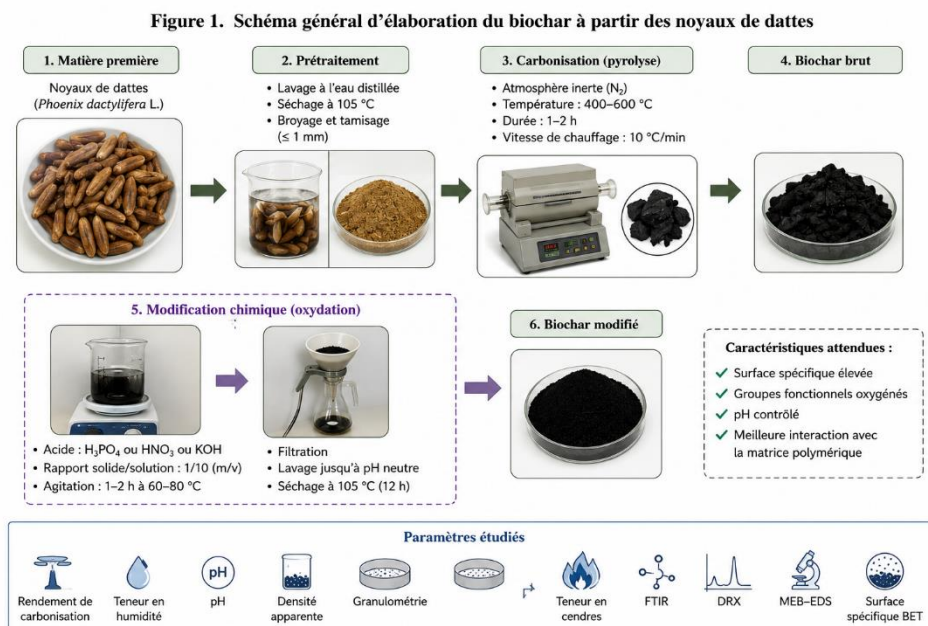


Figure 10: schéma général de préparation des noyaux de dattes : collecte, tri, lavage, séchage, broyage et tamisage avant carbonisation

3 PREPARATION DU BIOCHAR A PARTIR DE LA POUDRE DE NOYAUX DE DATTE

Le biochar a été produit par carbonisation thermique de la poudre de noyaux de dattes dans des conditions contrôlées. La carbonisation, également appelée pyrolyse lente, est un procédé thermochimique consistant à chauffer une biomasse en atmosphère pauvre en oxygène afin de provoquer sa décomposition partielle et la formation d'un matériau carboné stable présentant une structure poreuse développée. Les propriétés finales du biochar dépendent fortement des paramètres opératoires tels que la température de traitement, le temps de résidence et la vitesse de chauffage (Lehmann & Joseph, 2015 ; Tripathi et al., 2016).

3.1 Principe de la carbonisation

Au cours de la carbonisation, les principaux constituants de la biomasse (cellulose, hémicellulose et lignine) subissent une série de transformations thermiques conduisant à la libération de composés volatils et à l'enrichissement progressif du matériau en carbone. Ce processus entraîne le développement d'une structure poreuse ainsi qu'une augmentation de la stabilité chimique et thermique du solide obtenu.

La température de carbonisation constitue le paramètre le plus influent sur les caractéristiques du biochar. Une augmentation de la température favorise généralement la formation de structures aromatiques condensées, l'augmentation de la porosité et de la surface spécifique, mais entraîne également une diminution du rendement de production en raison de pertes de matière plus importantes.

3.2 Procédure de carbonisation

La poudre de noyaux de dattes préalablement préparée a été introduite dans des creusets en porcelaine munis de couvercles afin de limiter l'accès de l'oxygène pendant le traitement thermique. Les creusets ont ensuite été placés dans un four à moufle programmable.

La température du four a été augmentée à une vitesse de chauffage d'environ $10\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ jusqu'à la température de consigne. Une fois cette température atteinte, les échantillons ont été maintenus pendant la durée de traitement prévue afin d'assurer une carbonisation complète de la biomasse.

À l'issue du traitement thermique, les creusets ont été laissés à refroidir naturellement à l'intérieur du four fermé jusqu'au retour à la température ambiante. Cette précaution permet de limiter l'oxydation du biochar chaud au contact de l'air.

3.3 Étude de l'influence des conditions de carbonisation

Afin d'évaluer l'effet des paramètres opératoires sur les propriétés du biochar obtenu, plusieurs conditions de carbonisation ont été étudiées.

a) Influence de la température

Trois températures de carbonisation ont été retenues :

- 300 °C (BC300)
- 400 °C (BC400)
- 500 °C (BC500)

La durée de maintien a été fixée à 2 h pour cette série d'essais.

b) Influence du temps de résidence

Pour la température optimale déterminée lors de l'étude précédente, différentes durées de traitement ont été évaluées :

- 1 h
- 2 h
- 3 h

Cette approche a permis de sélectionner les conditions les plus favorables à l'obtention d'un biochar présentant les caractéristiques recherchées pour son incorporation dans les films biodégradables.

Table 11: conditions expérimentales de carbonisation étudiées

Code échantillon	Température (°C)	Temps (h)
BC300	300	2
BC400	400	2
BC500	500	2
BC-T1	Température optimale	1
BC-T2	Température optimale	2
BC-T3	Température optimale	3

3.4 Détermination du rendement de carbonisation

Le rendement de carbonisation a été calculé afin d'évaluer l'efficacité de la conversion de la biomasse en biochar.

Après refroidissement, chaque échantillon a été pesé à l'aide d'une balance analytique. Le rendement a été déterminé selon l'équation suivante :

$$R (\%) = (M_b / M_0) \times 100$$

Où:

- R: rendement de carbonisation (%)
- Mb : masse du biochar obtenu après carbonisation (g)
- M0 : masse initiale de biomasse sèche (g)

Le rendement constitue un indicateur important permettant d'évaluer l'impact des conditions de pyrolyse sur la conversion de la biomasse.

3.5 Broyage final et tamisage du biochar

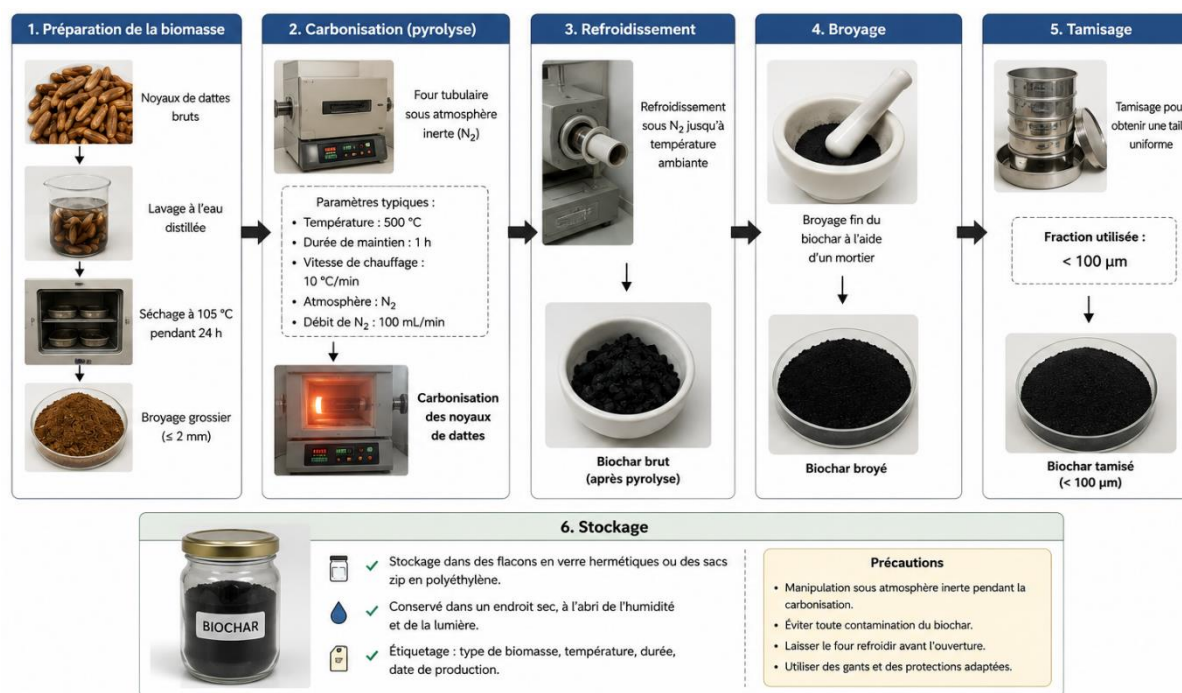
Après carbonisation, le biochar obtenu a été broyé à l'aide d'un mortier ou d'un broyeur mécanique afin de réduire sa taille particulaire et de favoriser son incorporation dans la matrice polymérique.

Le matériau broyé a ensuite été tamisé afin de récupérer la fraction fine présentant une granulométrie inférieure à 100 µm. Cette granulométrie a été retenue afin d'améliorer la dispersion du biochar dans la solution filmogène et de limiter la formation d'agrégats au sein des films.

3.6 Stockage du biochar

Les échantillons de biochar obtenus ont été conservés dans des flacons hermétiques placés dans un dessiccateur contenant un agent déshydratant afin d'éviter toute reprise d'humidité avant les étapes de modification et de caractérisation.

L'ensemble du procédé de préparation du biochar est illustré à la **Figure 11**.



Remarque : Les paramètres de carbonisation (température, durée) peuvent être ajustés selon les objectifs de l'étude.

Figure 11: procédure de production du biochar à partir des noyaux de dattes : préparation de la biomasse, carbonisation, refroidissement, broyage, tamisage et stockage.

4 MODIFICATION OXYDANTE DU BIOCHAR

Les propriétés de surface du biochar jouent un rôle déterminant dans son interaction avec les matrices polymériques hydrophiles. Cependant, les biochars issus de la pyrolyse présentent généralement une surface relativement hydrophobe et une forte tendance à l'agglomération lorsqu'ils sont dispersés dans des milieux aqueux. Afin d'améliorer leur compatibilité avec la matrice agar-glycérine et de favoriser une dispersion homogène dans la solution filmogène, une modification oxydante a été appliquée au biochar sélectionné.

La modification oxydante constitue une méthode simple et efficace permettant d'introduire à la surface du biochar des groupes fonctionnels oxygénés tels que les fonctions hydroxyles ($-OH$), carbonyles ($C=O$) et carboxyles ($-COOH$). Ces groupements augmentent l'hydrophilie du matériau et améliorent son aptitude à former des interactions avec les polymères naturels (Xiao et al., 2018 ; Tan et al., 2017).

4.1 Traitement oxydant au peroxyde d'hydrogène

Le biochar obtenu dans les conditions optimales de carbonisation a été soumis à un traitement à l'eau oxygénée (H_2O_2) afin d'améliorer ses propriétés de surface.

Pour ce faire, une quantité déterminée de biochar a été mise en suspension dans une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène à 5 % (v/v). Le mélange a ensuite été maintenu sous agitation

continue à 50 °C pendant 2 h afin de favoriser l'oxydation contrôlée de la surface du matériau carboné.

Au cours de ce traitement, le peroxyde d'hydrogène agit comme agent oxydant doux capable d'éliminer certaines impuretés résiduelles tout en générant de nouveaux sites actifs oxygénés à la surface du biochar.

4.2 Lavage et neutralisation

À l'issue de la réaction, le biochar modifié a été séparé de la solution puis lavé plusieurs fois à l'eau distillée afin d'éliminer les résidus de peroxyde d'hydrogène ainsi que les sous-produits issus de l'oxydation. Les opérations de lavage ont été poursuivies jusqu'à l'obtention d'un filtrat présentant un pH voisin de la neutralité ($\text{pH} \approx 7$), garantissant ainsi l'élimination complète des réactifs résiduels.

4.3 Séchage et conservation

Après lavage, le biochar modifié a été séché dans une étuve à 80 °C pendant 24 h jusqu'à masse constante. Le matériau sec a ensuite été broyé légèrement afin de rompre les éventuels agglomérats formés durant le traitement puis conservé dans des flacons hermétiques placés dans un dessiccateur jusqu'à son utilisation. Dans la suite du travail, le biochar non modifié sera désigné par BC, tandis que le biochar traité au peroxyde d'hydrogène sera noté BC-O.

4.4 Intérêt de la modification oxydante

La modification oxydante vise principalement à :

1. Augmenter l'hydrophilie du biochar ;
2. Améliorer sa dispersibilité dans la solution filmogène ;
3. Réduire la formation d'agglomérats ;
4. Favoriser les interactions entre le biochar et les chaînes polysaccharidiques de l'agar ;
5. Améliorer l'homogénéité et les propriétés finales des films biodégradables.

Les effets de cette modification seront évalués ultérieurement à travers les analyses physicochimiques du biochar ainsi que les propriétés des films élaborés.

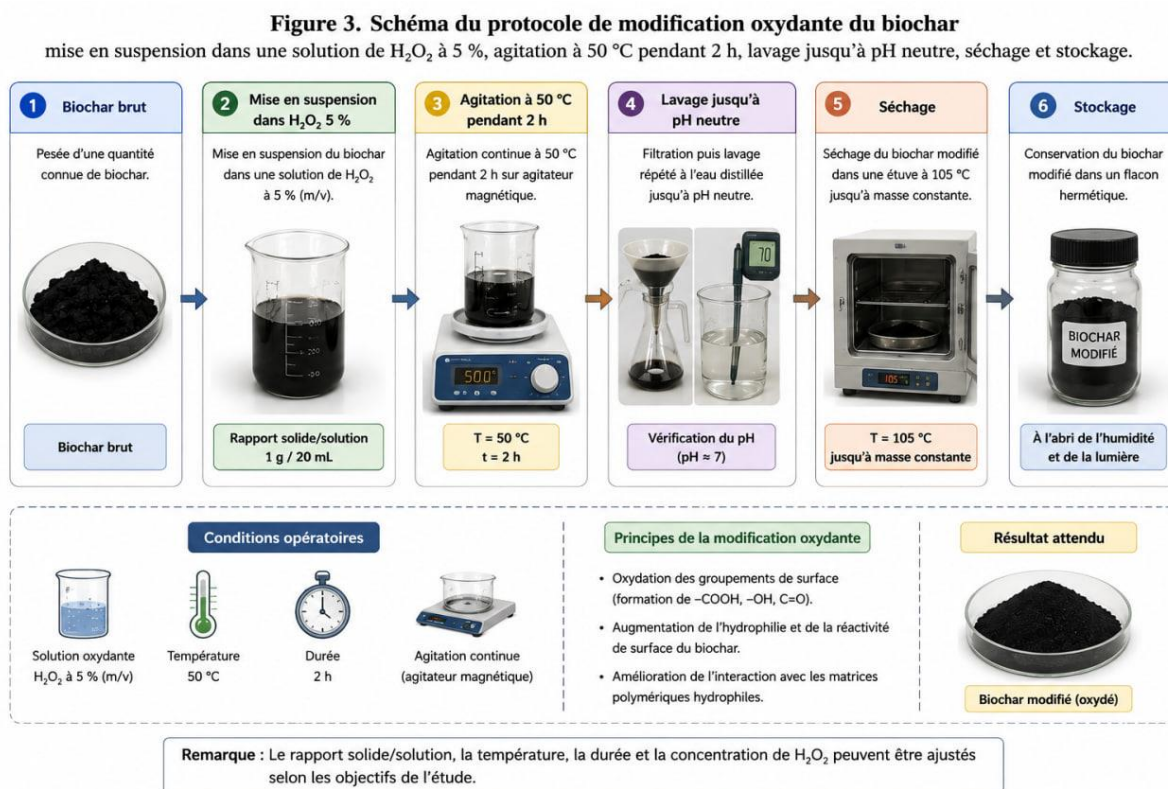


Figure 12: schéma du protocole de modification oxydante du biochar : mise en suspension dans une solution de H_2O_2 à 5 %, agitation à 50 °C pendant 2 h, lavage jusqu'à pH neutre, séchage et stockage.

5 PREPARATION DES FILMS BIODEGRADABLES A BASE D'AGAR, DE GLYCERINE ET DE BIOCHAR

Les films biodégradables ont été élaborés selon la technique du coulage en solution (solution casting), largement utilisée pour la fabrication de matériaux à base de biopolymères en raison de sa simplicité, de son faible coût et de sa capacité à produire des films homogènes. Cette méthode consiste à préparer une solution filmogène contenant le polymère, le plastifiant et la charge de renforcement, puis à la couler dans un moule avant évaporation du solvant (Rhim et al., 2013 ; Sanyang et al., 2015).

Dans cette étude, l'agar a été utilisé comme matrice polymérique en raison de ses excellentes propriétés filmogènes et de sa biodégradabilité. La glycérine a été incorporée comme plastifiant afin d'améliorer la souplesse des films et de réduire leur fragilité. Le biochar modifié a été ajouté comme agent de renforcement dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques, barrières et de protection contre les rayonnements ultraviolets.

5.1 Formulation des films

La formulation de base utilisée pour la préparation des films est présentée dans le **Tableau 12**. La concentration du biochar a été exprimée en pourcentage de la masse d'agar utilisée.

Table 12: compositions des formulations des films biodégradables

Composant	Quantité
Agar	0.30g
Eau distillée	25ml
Glycérine	0.30ml
Biochar	0 à 3 %

Afin d'évaluer l'influence de la teneur en biochar sur les propriétés des films, quatre formulations ont été préparées.

Table 13: code des formulations étudiées

Formulation	Teneur en biochar (% masse d'agar)
F0	0
F1	1
F2	2
F3	3

La formulation F0, dépourvue de biochar, a servi de film témoin pour la comparaison des propriétés des biocomposites.

5.2 Préparation de la solution filmogène

Une masse de 0,30 g d'agar a été dispersée dans 25 mL d'eau distillée puis chauffée sous agitation continue entre 85 et 90 °C jusqu'à dissolution complète du polymère. Cette étape permet d'obtenir une solution homogène exempte de particules non dissoutes. Après dissolution complète de l'agar, la glycérine a été ajoutée progressivement sous agitation afin d'assurer sa répartition uniforme dans la solution filmogène.

5.3 Incorporation du biochar

Le biochar préalablement modifié a été incorporé à la solution filmogène selon les concentrations définies dans le Tableau 4. L'ajout a été réalisé progressivement afin d'éviter la formation d'agrégats et de favoriser une bonne dispersion des particules dans le milieu polymérique. Les conditions optimisées de dispersion du biochar sont décrites en détail dans la section suivante.

5.4 Coulage et séchage des films

Après homogénéisation complète de la suspension, la solution filmogène a été coulée dans des boîtes de Pétri circulaires de 90 mm de diamètre préalablement nettoyées et nivelées.

Les films ont ensuite été séchés dans une étuve à 45 °C pendant 24 h afin de permettre l'évaporation progressive de l'eau et la formation d'une structure continue. Après séchage, les films ont été délicatement décollés des supports puis conservés dans des sachets hermétiques jusqu'aux étapes de conditionnement et de caractérisation.

5.5 Principe de renforcement par le biochar

L'incorporation du biochar dans la matrice agar–glycérine vise à améliorer les propriétés fonctionnelles des films biodégradables grâce à l'effet de renforcement apporté par les particules carbonées. La présence du biochar peut contribuer à :

- Augmenter la rigidité et la résistance mécanique des films ;
- Améliorer la stabilité thermique ;
- Réduire la transmission des rayonnements UV ;
- Modifier les propriétés barrières à l'eau et aux gaz ;
- Accélérer ou contrôler la biodégradation en milieu naturel.

L'efficacité de ce renforcement dépend principalement de la qualité de la dispersion du biochar dans la matrice polymérique ainsi que des interactions développées à l'interface charge–polymère.

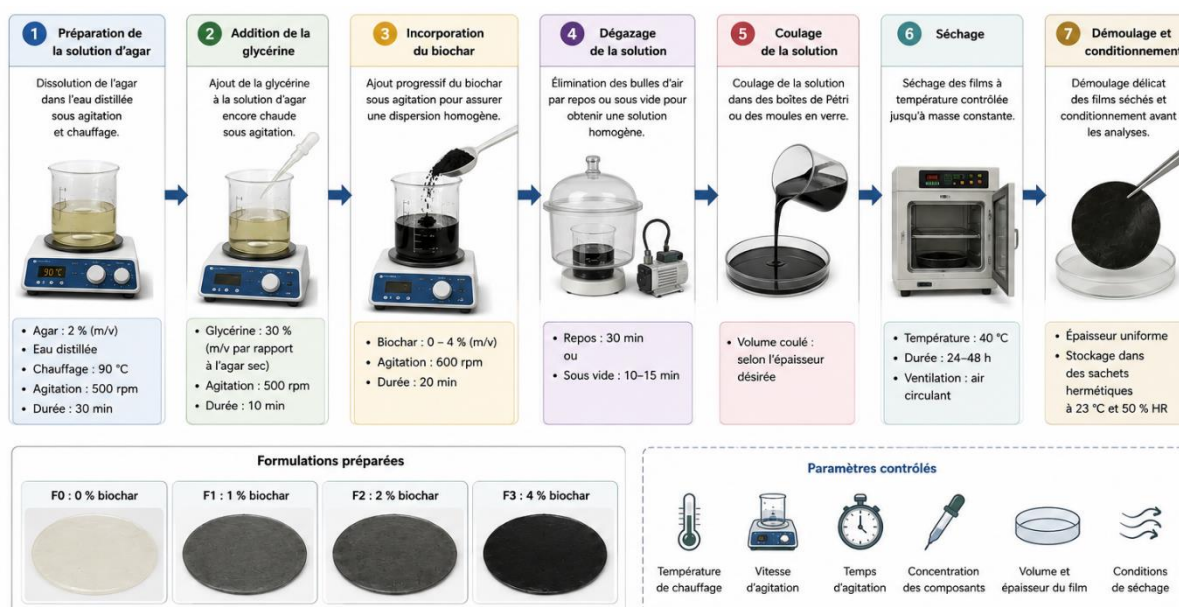


Figure 13:schéma général de préparation des films biodégradables agar/glycérine/biochar par la méthode de coulage en solution (solution casting)

6 OPTIMISATION DE LA DISPERSION DU BIOCHAR DANS LA MATRICE AGAR–GLYCERINE

L'une des principales difficultés rencontrées lors de l'incorporation de charges carbonées dans les matrices polymériques hydrophiles réside dans leur tendance naturelle à former des agglomérats. Cette agglomération est principalement due aux interactions interparticulaires ainsi qu'à la forte énergie de surface des particules de biochar. Une dispersion insuffisante peut entraîner une hétérogénéité de la structure du film, une diminution des propriétés mécaniques et une réduction de l'efficacité du renforcement. Afin de garantir une distribution uniforme du

biochar au sein de la matrice agar–glycérine, une procédure spécifique d’optimisation de la dispersion a été mise en œuvre.

6.1 Pré-séchage du biochar

Avant son incorporation dans la solution filmogène, le biochar modifié a été soumis à un pré-séchage à 105 °C pendant 2 h afin d’éliminer l’humidité adsorbée à sa surface. Cette étape permet de limiter la formation d’agrégats liés aux ponts capillaires et d’améliorer la reproductibilité de la dispersion.

Après séchage, le biochar a été refroidi dans un dessiccateur afin d’éviter toute reprise d’humidité avant utilisation.

6.2 Pré-mouillage des particules de biochar

Afin de favoriser le mouillage des particules et d’améliorer leur compatibilité avec le milieu aqueux, le biochar a été préalablement mélangé à une faible quantité de glycérine. Cette opération permet de réduire les interactions hydrophobes entre les particules et facilite leur incorporation ultérieure dans la solution filmogène.

Une petite quantité d’eau chaude a ensuite été ajoutée progressivement sous agitation afin d’obtenir une suspension préliminaire homogène.

6.3 Dispersion et homogénéisation

La suspension de biochar a été soumise à une agitation mécanique continue pendant 15 à 20 min afin de favoriser la séparation des particules et d’éviter la formation d’amas.

Afin d’améliorer davantage la dispersion, un traitement par ultrasons a été appliqué à l’aide d’un bain ultrasonique pendant une durée comprise entre 2 et 10 min. Les ondes ultrasonores favorisent la rupture des agglomérats par cavitation et permettent d’obtenir une suspension plus stable et plus homogène.

6.4 Incorporation dans la solution filmogène

Parallèlement, la solution filmogène a été préparée par dissolution de l’agar dans l’eau distillée sous agitation continue entre 85 et 90 °C jusqu’à dissolution complète du polymère. Après dissolution, la glycérine a été ajoutée à la solution puis homogénéisée pendant quelques minutes.

La suspension de biochar préalablement préparée a ensuite été introduite progressivement dans la solution filmogène sous agitation continue. Le mélange a été maintenu entre 70 et 80 °C pendant environ 15 min afin de favoriser les interactions entre les particules de biochar et les chaînes polysaccharidiques de l’agar.

6.5 Dégazage de la suspension

Après homogénéisation, la suspension obtenue a été laissée au repos pendant 3 à 5 min afin de permettre l’élimination des bulles d’air générées au cours des étapes d’agitation et de traitement ultrasonique.

Cette étape de dégazage est essentielle pour éviter la formation de défauts structuraux tels que les pores ou les cavités dans les films après séchage.

6.6 Coulage et séchage des films

La suspension homogène a été coulée dans des boîtes de Pétri en verre de 90 mm de diamètre placées sur une surface horizontale afin d'obtenir une épaisseur uniforme.

Les films ont ensuite été séchés dans une étuve à 45 °C pendant 24 h jusqu'à évaporation complète de l'eau. Après séchage, les films ont été soigneusement décollés des supports puis stockés dans des sachets hermétiques en vue des étapes de conditionnement et de caractérisation.

6.7 Critères d'évaluation de la dispersion

La qualité de la dispersion a été évaluée visuellement et par observation microscopique des films obtenus. Une dispersion satisfaisante est caractérisée par :

- L'absence d'agglomérats visibles ;
- Une répartition homogène du biochar dans toute la matrice ;
- Une surface régulière et exempte de défauts majeurs ;
- Une coloration uniforme du film ;
- L'absence de sédimentation des particules lors du séchage.

L'optimisation de cette étape est essentielle pour garantir l'efficacité du renforcement apporté par le biochar et assurer de bonnes propriétés mécaniques, optiques et barrières des films biodégradables.

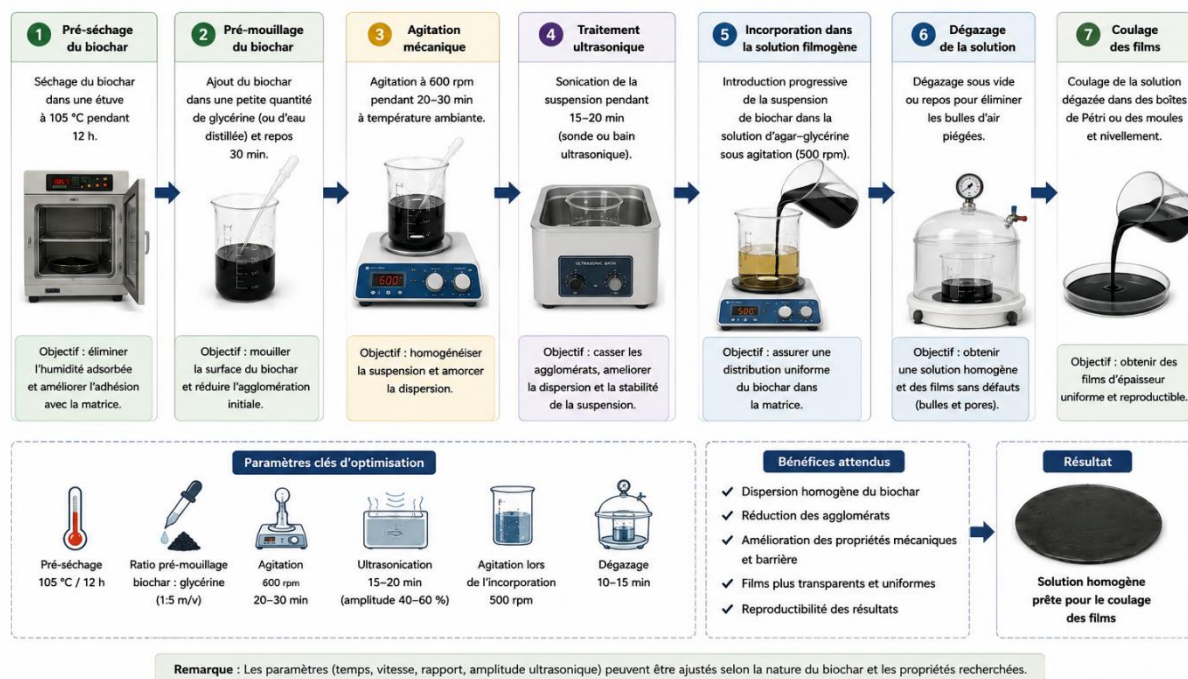


Figure 14: procédure d'optimisation de la dispersion du biochar dans la matrice agar-glycérine : pré-séchage, pré-mouillage, agitation, traitement ultrasonique, incorporation dans la solution filmogène, dégazage et coulage des films.

7 CONDITIONNEMENT DES FILMS AVANT CARACTERISATION

Avant la réalisation des différentes analyses physicochimiques, mécaniques, optiques et biologiques, les films biodégradables préparés ont été soumis à une étape de conditionnement destinée à stabiliser leur teneur en humidité et à homogénéiser leur état physique. Cette étape est essentielle pour garantir la reproductibilité des mesures et permettre une comparaison fiable entre les différentes formulations.

Les propriétés des matériaux à base de polysaccharides sont fortement influencées par les conditions environnementales, notamment la température et l'humidité relative. En effet, l'eau agit comme plastifiant secondaire et peut modifier de manière significative les propriétés mécaniques, dimensionnelles et barrières des films. Il est donc nécessaire de soumettre tous les échantillons à des conditions identiques avant leur caractérisation (ASTM D618 ; Sanyang et al., 2015).

7.1 Procédure de conditionnement

Après séchage et démoulage, les films ont été découpés puis placés dans une enceinte climatique maintenue à une température de 23 ± 2 °C et à une humidité relative de 50 ± 5 % pendant une durée minimale de 48 h.

Cette période de conditionnement permet aux films d'atteindre un équilibre hygroscopique avec l'environnement avant les essais expérimentaux.

7.2 Conservation des échantillons

Après conditionnement, les films ont été conservés dans des sachets hermétiques ou des dessiccateurs afin d'éviter toute variation de leur teneur en eau avant la réalisation des analyses.

Chaque formulation a été identifiée par un code spécifique (F0, F1, F2 et F3) correspondant à la teneur en biochar incorporée dans la matrice agar-glycérine.

7.3 Importance du conditionnement

Le conditionnement préalable des films permet :

- De stabiliser leur teneur en humidité ;
- De limiter les variations dimensionnelles ;
- D'améliorer la reproductibilité des mesures ;
- De réduire les écarts expérimentaux entre les échantillons ;
- D'assurer une comparaison fiable des propriétés des différentes formulations.

Toutes les caractérisations décrites dans les sections suivantes ont été réalisées sur des films préalablement conditionnés selon cette procédure.

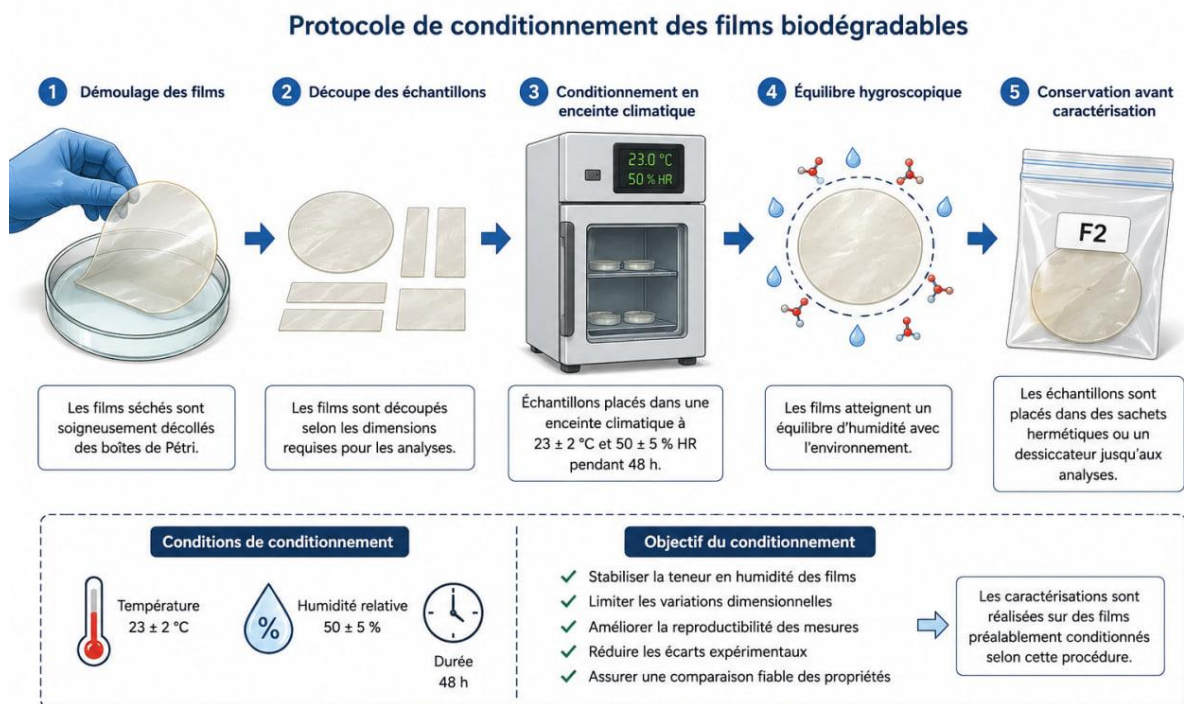


Figure 6. Schéma du protocole de conditionnement des films biodégradables avant les analyses physicochimiques, mécaniques, optiques et biologiques.

Figure 15: schéma du protocole de conditionnement des films biodégradables : biodégradables : démoulage, stockage en enceinte climatique ($23 \pm 2^\circ\text{C}$; $50 \pm 5\% \text{ HR}$) pendant 48 h, puis conservation avant caractérisation.

8 CARACTERISATION DES BIOCHARS

Afin d'évaluer l'influence des conditions de carbonisation et de la modification oxydante sur les propriétés du biochar élaboré à partir des noyaux de dattes, plusieurs analyses physicochimiques et structurales ont été réalisées. Ces caractérisations visent à déterminer les propriétés de surface, la composition chimique, la structure poreuse ainsi que les principales caractéristiques morphologiques du matériau obtenu. Les résultats permettront de sélectionner le biochar le plus adapté à son incorporation dans la matrice agar–glycérine pour la fabrication des films biodégradables.

8.1 Détermination du rendement de carbonisation

Le rendement de carbonisation constitue un paramètre fondamental permettant d'évaluer l'efficacité de la conversion thermochimique de la biomasse en biochar. Il représente la proportion de matière solide récupérée après le traitement thermique par rapport à la masse initiale de biomasse sèche utilisée.

Après refroidissement des échantillons à température ambiante, les biochars obtenus ont été pesés à l'aide d'une balance analytique de précision. Le rendement de carbonisation a été calculé selon l'équation suivante :

$$R (\%) = (M_b / M_0) \times 100$$

où:

- R: rendement de carbonisation (%)
- Mb : masse du biochar obtenu après carbonisation (g)
- M0 : masse initiale de biomasse sèche (g)

Chaque essai a été réalisé en triplicat et les résultats sont exprimés sous forme de moyenne $\pm$ écart-type.

8.2 Détermination de la teneur en humidité

La teneur en humidité du biochar a été déterminée afin d'évaluer la quantité d'eau résiduelle présente dans le matériau après carbonisation.

Une masse connue de biochar (MiM_iMi) a été placée dans une étuve à 105 °C pendant 24 h jusqu'à obtention d'une masse constante (MfM_fMf). La teneur en humidité a été calculée selon l'équation suivante :

$$H (\%) = ((M_i - M_f) / M_i) \times 100$$

Où:

1. H: teneur en humidité (%)
2. Mi : masse initiale de l'échantillon (g)
3. Mf : masse après séchage (g)

8.3 Détermination du pH

Le pH du biochar a été mesuré selon la méthode de suspension aqueuse. Un gramme de biochar a été introduit dans 20 ml d'eau distillée. La suspension a été agitée pendant 24 h à température ambiante puis laissée à décanter. Le pH a ensuite été mesuré à l'aide d'un pH-mètre préalablement étalonné avec des solutions tampons de pH 4, 7 et 10. Toutes les mesures ont été effectuées en triplicat.

8.4 Détermination de la densité apparente

La densité apparente du biochar a été déterminée à partir du rapport entre la masse du matériau et le volume qu'il occupe sans compactage.

Une quantité connue de biochar a été introduite dans une éprouvette graduée de volume connu. La densité apparente a été calculée à partir de l'équation :

$$\rho_b = M / V$$

Où:

1. ρ_b : densité apparente (g/cm³)
2. M : masse du biochar (g)
3. V : volume occupé (cm³)
4. ρ_b est la densité apparente (g cm⁻³),

8.5 Analyse granulométrique

La distribution granulométrique des biochars a été évaluée par tamisage mécanique à l'aide d'une série de tamis normalisés. Les fractions obtenues ont été pesées afin de déterminer la répartition des particules selon leur taille. Une attention particulière a été portée à la fraction inférieure à 100 µm utilisée pour la préparation des films biodégradables.

8.6 Détermination de la teneur en cendres

La teneur en cendres a été déterminée conformément aux méthodes classiques d'analyse des matériaux carbonés.

Environ 1 g de biochar a été placé dans un creuset en porcelaine puis calciné dans un four à moufle à 750 °C pendant 4 h. Après refroidissement dans un dessiccateur, le résidu minéral a été pesé.

La teneur en cendres a été calculée selon :

$$C (\%) = (M_c / M_b) \times 100$$

Où:

- C: teneur en cendres (%)
- M_c : masse des cendres (g)
- M_b : masse initiale du biochar (g)

8.7 Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Les groupes fonctionnels présents à la surface des biochars ont été identifiés par spectroscopie FTIR.

Les spectres ont été enregistrés dans la gamme comprise entre 4000 et 400 cm^{-1} avec une résolution de 4 cm^{-1} . Cette analyse permet de mettre en évidence les principales fonctions chimiques présentes à la surface du matériau, notamment les groupes hydroxyles, carbonyles, carboxyles et aromatiques.

8.8 Diffraction des rayons X (DRX)

La structure cristalline des biochars a été étudiée par diffraction des rayons X.

Les analyses ont été réalisées à température ambiante à l'aide d'un diffractomètre utilisant un rayonnement $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$). Les diffractogrammes ont été enregistrés entre 5° et 80° (2θ).

Cette technique permet d'identifier les phases minérales présentes dans le biochar ainsi que le degré d'organisation de la structure carbonée.

8.9 Microscopie électronique à balayage couplée à l'EDS (MEB-EDS)

La morphologie de surface du biochar a été observée à l'aide d'un microscope électronique à balayage.

Les échantillons ont été déposés sur des supports conducteurs puis métallisés par pulvérisation d'or avant observation.

L'analyse EDS couplée au microscope a permis de déterminer la composition élémentaire du matériau et d'identifier les principaux éléments présents à sa surface.

8.10 Détermination de la surface spécifique BET

La surface spécifique des biochars a été déterminée par adsorption–désorption d'azote à 77 K selon la méthode de Brunauer–Emmett–Teller (BET).

Avant analyse, les échantillons ont été dégazés sous vide à 150 °C pendant plusieurs heures afin d'éliminer l'humidité et les composés adsorbés.

Cette caractérisation permet d'évaluer la porosité développée au cours de la carbonisation et constitue un paramètre important pour l'interaction entre le biochar et la matrice polymérique.

9 CARACTERISATION DES FILMS BIODEGRADABLES

Les propriétés des films biodégradables dépendent fortement de leur composition, de leur structure interne ainsi que des interactions développées entre la matrice polymérique et les particules de biochar. Afin d'évaluer l'effet de l'incorporation du biochar sur les performances des films élaborés, différentes caractérisations physiques, hydriques, mécaniques, optiques, thermiques et morphologiques ont été réalisées. Toutes les analyses ont été effectuées sur des films préalablement conditionnés à 23 ± 2 °C et 50 ± 5 % d'humidité relative pendant 48 h.

9.1 Détermination de l'épaisseur des films

L'épaisseur constitue un paramètre essentiel influençant les propriétés mécaniques, optiques et barrières des films biodégradables.

Les mesures ont été réalisées à l'aide d'un micromètre numérique de précision ($\pm 0,001$ mm). Pour chaque film, cinq mesures ont été effectuées en différents points (centre et périphérie) afin de tenir compte des éventuelles variations d'épaisseur.

L'épaisseur moyenne a été calculée selon :

$$e = (\sum e_i) / n$$

où:

1. e : épaisseur moyenne du film (mm)
2. e_i : épaisseur mesurée à chaque point
3. n : nombre total de mesures

9.2 Détermination de la masse surfacique

La masse surfacique a été déterminée afin d'évaluer la quantité de matière présente par unité de surface.

Des échantillons de dimensions connues ont été découpés puis pesés à l'aide d'une balance analytique.

La masse surfacique a été calculée selon :

$$M_s = m / A$$

Où :

1. M_s : masse surfacique (g/m^2)
2. m : masse de l'échantillon (g)
3. A : surface du film (m^2)

9.3 Détermination de la densité apparente

La densité apparente des films a été calculée à partir de leur masse, de leur surface et de leur épaisseur.

$$\rho = m / (A \times e)$$

où:

1. ρ : densité apparente (g/cm^3)
2. m : masse du film (g)
3. A : surface du film (cm^2)
4. e : épaisseur du film (cm)

9.4 Évaluation de l'aspect visuel

L'aspect général des films a été évalué visuellement afin d'apprécier :

- L'homogénéité de la surface ;
- La présence éventuelle d'agglomérats ;
- Les défauts de séchage ;
- La flexibilité ;
- La coloration induite par le biochar.

Des photographies numériques ont été réalisées dans des conditions d'éclairage identiques pour toutes les formulations.

9.5 Propriétés hydriques des films⁰

9.5.1 II.9.5.1. Teneur en humidité

La teneur en humidité a été déterminée par séchage à 105 °C jusqu'à masse constante.

$$H (\%) = ((M_i - M_f) / M_i) \times 100$$

Où:

- M_i : masse initiale

- Mf: masse après séchage

9.5.2 II.9.5.2. Solubilité dans l'eau

La solubilité des films a été évaluée selon la méthode gravimétrique.

Des échantillons préalablement séchés ont été immergés dans 50 mL d'eau distillée pendant 24 h à température ambiante. Les fractions insolubles ont ensuite été récupérées, séchées puis pesées.

La solubilité a été calculée selon :

$$S (\%) = ((M_i - M_f) / M_i) \times 100$$

Où:

- S: solubilité (%)
- M_i : masse sèche initiale
- M_f : masse sèche après immersion et séchage

9.5.3 II.9.5.3. Capacité de gonflement

Les échantillons ont été immergés dans l'eau distillée jusqu'à l'équilibre.

La capacité de gonflement a été calculée par :

$$G (\%) = ((M_h - M_s) / M_s) \times 100$$

Où:

- G: taux de gonflement (%)
- M_h : masse humide
- M_s : masse sèche

9.5.4 II.9.5.4. Perméabilité à la vapeur d'eau

La perméabilité à la vapeur d'eau (WVP) a été déterminée selon la méthode gravimétrique utilisant du chlorure de calcium anhydre (CaCl_2) comme dessiccant.

Les films ont été fixés sur des cellules contenant le dessiccant puis placés dans une enceinte à humidité contrôlée. La prise de masse a été suivie périodiquement afin de calculer le flux de vapeur d'eau à travers le matériau.

9.6 Caractérisation mécanique

9.6.1 Résistance à la traction

Les propriétés mécaniques ont été déterminées à l'aide d'une machine universelle de traction conformément à la norme ASTM D882.

La résistance à la traction (σ) a été calculée selon :

$$\sigma = F_{\max} / S$$

Où:

- σ : résistance à la traction (MPa)
- $F_{\max}$: force maximale (N)
- S : section transversale (mm²)

9.6.2 Allongement à la rupture

L'allongement à la rupture a été calculé à partir de :

$$E (\%) = ((L_f - L_0) / L_0) \times 100$$

Où:

- E : allongement à la rupture (%)
- L_0 : longueur initiale
- L_f : longueur à la rupture

9.6.3 Essai de pliage

La flexibilité des films a été évaluée par pliages successifs jusqu'à apparition des premières fissures ou rupture.

9.7 Propriétés optiques

9.7.1 Transmission UV–Visible

Les propriétés optiques ont été déterminées à l'aide d'un spectrophotomètre UV–Visible dans la gamme de 200 à 800 nm.

Les films ont été placés directement dans le faisceau lumineux et les spectres de transmission ont été enregistrés.

9.7.2 Transparence

$$T = - \log(T_{600}) / e$$

Où :

- T : indice de transparence
- T_{600} : transmittance à 600 nm
- e : épaisseur du film (mm)

9.7.3 Opacité et couleur

L'opacité a été déterminée à partir des mesures de transmission lumineuse. Les modifications de couleur induites par l'incorporation du biochar ont été évaluées visuellement et par analyse numérique d'image.

9.8 Caractérisation thermique**9.8.1 Stabilité thermique**

Des échantillons de films ont été exposés à différentes températures (40, 60 et 80 °C) pendant une durée déterminée.

Les variations de masse, d'aspect et d'intégrité structurale ont été enregistrées.

9.8.2 Analyses DSC et TGA (si disponibles)

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) a été utilisée pour déterminer les transitions thermiques des films.

L'analyse thermogravimétrique (TGA) a permis d'évaluer leur comportement de dégradation thermique sous atmosphère contrôlée.

9.9 Caractérisation morphologique**9.9.1 Microscopie optique**

La surface des films a été observée à l'aide d'un microscope optique afin d'évaluer l'homogénéité de la dispersion du biochar.

9.9.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Les observations MEB ont permis d'étudier :

- La morphologie de surface ;
- La répartition du biochar ;
- La présence de pores ;
- Les fissures éventuelles ;
- Les interactions matrice–charge.

Les échantillons ont été métallisés avant observation.

Figure 7. Schéma récapitulatif des différentes analyses réalisées sur les films biodégradables agar/glycérine/biochar : caractérisations physiques, hydriques, mécaniques, optiques, thermiques et morphologiques.

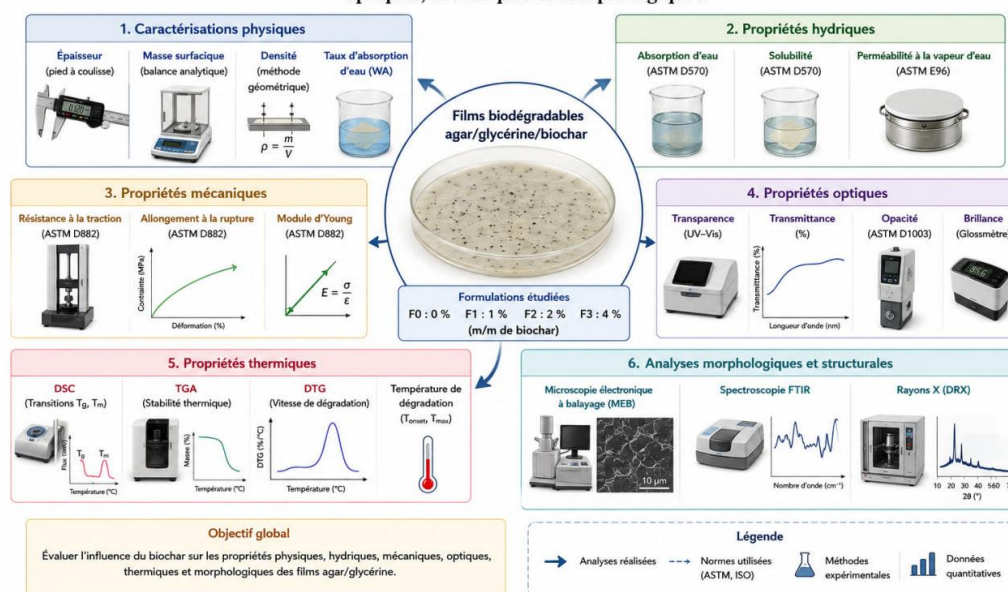


Figure 16: schéma récapitulatif des différentes analyses réalisées sur les films biodégradables agar/glycérine/biochar : caractérisations physiques, hydriques, mécaniques, optiques, thermiques et morphologiques.

10 Étude de biodégradabilité des films

La biodégradabilité constitue l'une des propriétés les plus importantes des matériaux destinés aux applications agricoles et environnementales. Contrairement aux plastiques conventionnels qui persistent pendant plusieurs décennies dans l'environnement, les films biodégradables à base de biopolymères peuvent être décomposés sous l'action des micro-organismes présents dans le sol, conduisant à la formation de composés naturels tels que l'eau, le dioxyde de carbone et la biomasse microbienne. L'évaluation de la biodégradation permet ainsi de déterminer le comportement des films dans des conditions proches de leur utilisation réelle et d'apprécier l'effet du biochar sur leur vitesse de dégradation (Kijchavengkul et Auras, 2008 ; Narancic et O'Connor, 2019).

10.1 Essai de biodégradation par enfouissement dans le sol

La biodégradabilité des films a été évaluée selon la méthode d'enfouissement dans le sol (soil burial test), largement utilisée pour les matériaux biodégradables.

Des échantillons de films de dimensions identiques (par exemple 3 cm × 3 cm) ont été préalablement séchés à masse constante puis pesés avec précision afin de déterminer leur masse initiale (M0M_0M0).

Les échantillons ont ensuite été enterrés horizontalement dans un sol agricole à une profondeur d'environ 5 cm. L'humidité du sol a été maintenue proche de sa capacité au champ par des arrosages réguliers afin de favoriser l'activité microbienne.

Les films ont été récupérés après différentes périodes d'exposition :

- 7 jours ;
- 15 jours ;
- 30 jours ;
- 45 jours.

Après récupération, les échantillons ont été soigneusement lavés à l'eau distillée afin d'éliminer les particules de sol adhérentes, puis séchés à 50 °C jusqu'à masse constante avant pesée.

10.2 Détermination de la perte de masse

La vitesse de biodégradation a été évaluée à partir de la perte de masse des films au cours du temps.

Le pourcentage de perte de masse a été calculé selon l'équation suivante :

$$\text{PM (\%)} = ((M_0 - M_t) / M_0) \times 100$$

Où:

- PM: perte de masse (%)
- M₀: masse initiale du film
- M_t : masse du film après biodégradation

Une augmentation de la perte de masse traduit une dégradation plus importante du matériau dans le sol.

10.3 Observations morphologiques après biodégradation

L'évolution de l'aspect des films a été suivie tout au long de l'essai de biodégradation.

Les principaux changements observés concernaient :

- La modification de la couleur ;
- L'apparition de fissures ;
- La fragmentation des films ;
- La perte de cohésion mécanique ;
- La désintégration progressive de la structure.

Des photographies numériques ont été réalisées à chaque période de prélèvement afin de documenter visuellement l'évolution des échantillons.

10.4 Effet du biochar sur la biodégradation

L'incorporation du biochar peut influencer le comportement des films dans le sol. Selon sa concentration et ses propriétés de surface, le biochar peut :

- Ralentir la pénétration de l'eau dans la matrice polymérique ;
- Modifier la structure interne du film ;
- Influencer l'activité microbienne à l'interface film-sol ;
- Affecter la vitesse globale de dégradation.

La comparaison des formulations F0, F1, F2 et F3 permettra de déterminer l'impact de la teneur en biochar sur la biodégradabilité des biocomposites élaborés.

10.5 Expression des résultats

Les essais ont été réalisés en triplicat et les résultats sont exprimés sous forme de moyenne $\pm$ écart-type.

Les courbes de biodégradation ont été tracées en représentant la perte de masse (%) en fonction du temps d'enfouissement.

2

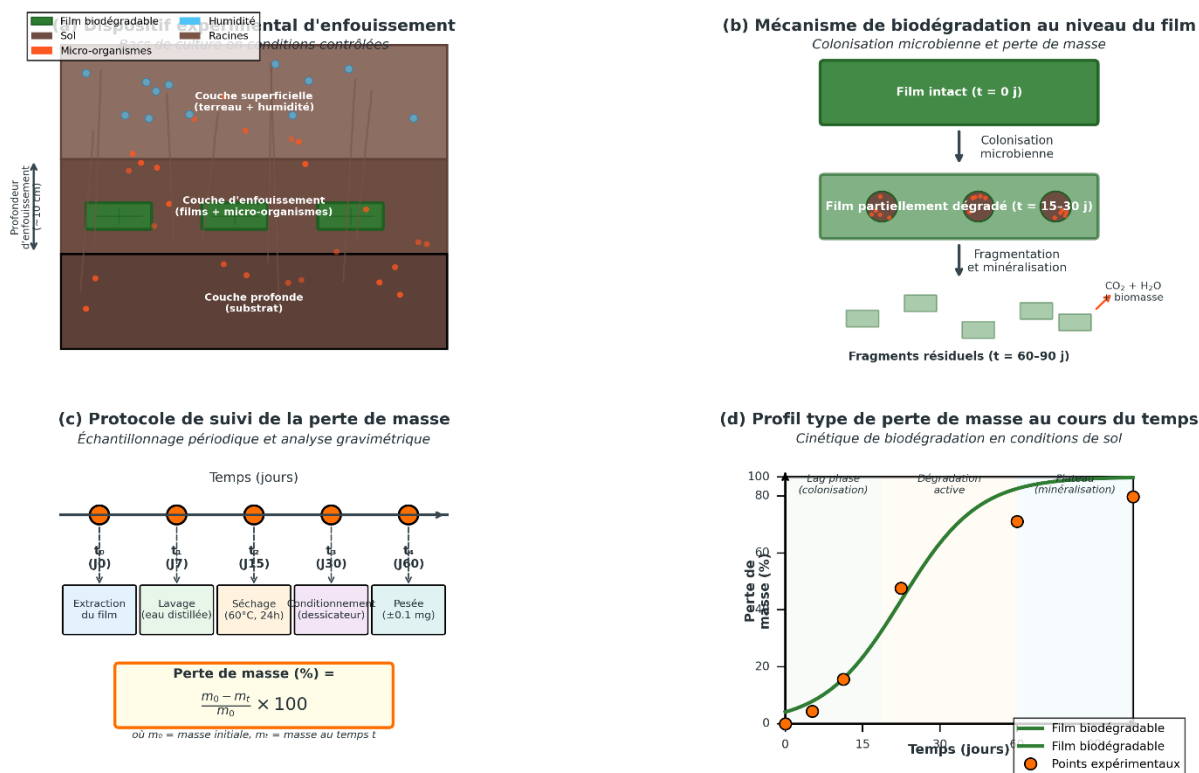


Figure 17: dispositif expérimental utilisé pour l'étude de biodégradation des films biodégradables par enfouissement dans le sol et suivi de la perte de masse au cours du temps

11 ÉVALUATION AGRONOMIQUE DES FILMS BIODEGRADABLES

L'utilisation des films biodégradables comme matériaux de paillage constitue une alternative prometteuse aux films plastiques conventionnels utilisés en agriculture. Ces matériaux permettent de réduire les pertes d'eau par évaporation, de limiter le développement des adventices et de maintenir des conditions favorables à la croissance des cultures, tout en évitant les problèmes environnementaux liés à l'accumulation des déchets plastiques dans les sols. L'objectif de cette étude est d'évaluer l'efficacité agronomique des films élaborés à base d'agar, de glycérine et de biochar en comparaison avec un sol non couvert et un paillage plastique conventionnel.

11.1 Dispositif expérimental

L'essai agronomique a été réalisé en conditions contrôlées sous serre ou en plein champ selon les disponibilités expérimentales.

Trois traitements ont été étudiés :

- T0 : Sol nu (témoin) ;
- T1 : Paillage plastique conventionnel ;
- T2 : Film biodégradable agar/glycérine/biochar.

Chaque traitement a été réalisé en triplicat afin de garantir la fiabilité statistique des résultats.

Les films ont été disposés à la surface du sol avant le semis. Des ouvertures de diamètre adapté ont été réalisées pour permettre l'émergence des plantules.

11.2 Sol utilisé

Le sol utilisé pour les essais a été prélevé dans la couche superficielle (0–20 cm), séché à l'air libre puis tamisé à 2 mm afin d'éliminer les débris végétaux et les éléments grossiers.

Avant utilisation, les principales propriétés physicochimiques du sol ont été déterminées, notamment :

- PH ;
- Conductivité électrique ;
- Texture ;
- Teneur en matière organique ;
- Teneur en humidité.

Ces paramètres permettent de caractériser le milieu expérimental et de faciliter l'interprétation des résultats agronomiques.

11.3 Mise en place des cultures

Les graines sélectionnées pour l'essai ont été semées dans des pots ou des parcelles expérimentales contenant une quantité identique de sol.

Après semis, un arrosage régulier a été effectué afin de maintenir une humidité favorable à la germination et à la croissance des plantes.

La durée de l'essai a été fixée en fonction du cycle de la culture étudiée.

11.4 Taux de germination

Le taux de germination a été déterminé en comptabilisant quotidiennement le nombre de graines germées.

Le pourcentage de germination a été calculé selon :

$$TG (\%) = Nt / Ng \times 100$$

Où :

- TG : taux de germination (%),
- Ng : nombre de graines germées,
- Nt : nombre total de graines semées.

11.5 Humidité du sol

L'humidité du sol a été suivie périodiquement afin d'évaluer l'efficacité des différents systèmes de paillage dans la conservation de l'eau.

Des échantillons de sol ont été prélevés puis séchés à 105 °C jusqu'à masse constante.

L'humidité gravimétrique a été calculée selon :

$$H (\%) = (M_h - M_s) / M_s \times 100$$

Où :

- M_h : masse humide,
- M_s : masse sèche.

11.6 Température du sol

La température du sol a été mesurée à l'aide d'une sonde thermique placée à une profondeur de 5 cm. Les mesures ont été effectuées à intervalles réguliers afin de déterminer l'influence des différents paillages sur le régime thermique du sol.

11.7 Croissance des plantes

La croissance végétative a été suivie tout au long de l'expérimentation.

Les paramètres suivants ont été mesurés :

- Hauteur des plantes ;
- Nombre de feuilles ;
- Diamètre de la tige ;
- Longueur racinaire (si applicable).

Les mesures ont été réalisées à intervalles réguliers sur plusieurs plants représentatifs de chaque traitement.

11.8 Production de biomasse

À la fin de l'essai, les plantes ont été récoltées puis séparées en parties aériennes et racinaires. La biomasse fraîche a été déterminée immédiatement après récolte. Les échantillons ont ensuite été séchés à 70 °C jusqu'à masse constante afin de déterminer la biomasse sèche.

11.9 Évaluation de la dégradation du film en conditions agronomiques

Parallèlement au suivi de la culture, l'état du film biodégradable a été observé régulièrement afin d'évaluer :

- Son intégrité mécanique ;
- Son adhérence au sol ;
- L'apparition éventuelle de fissures ;
- Son niveau de fragmentation ;
- Sa dégradation progressive durant le cycle cultural.

Cette évaluation permet d'apprécier la compatibilité entre la durée de vie du film et les besoins agronomiques de la culture.

11.10 . Analyse des performances agronomiques

L'efficacité des films biodégradables a été évaluée en comparant les différents traitements selon :

- La conservation de l'humidité du sol ;
- La régulation thermique ;
- Le taux de germination ;
- La croissance végétative ;
- La biomasse produite ;
- Le niveau de dégradation du film.

Les résultats obtenus permettront de déterminer l'intérêt agronomique du film biodégradable développé comme alternative aux paillages plastiques conventionnels.

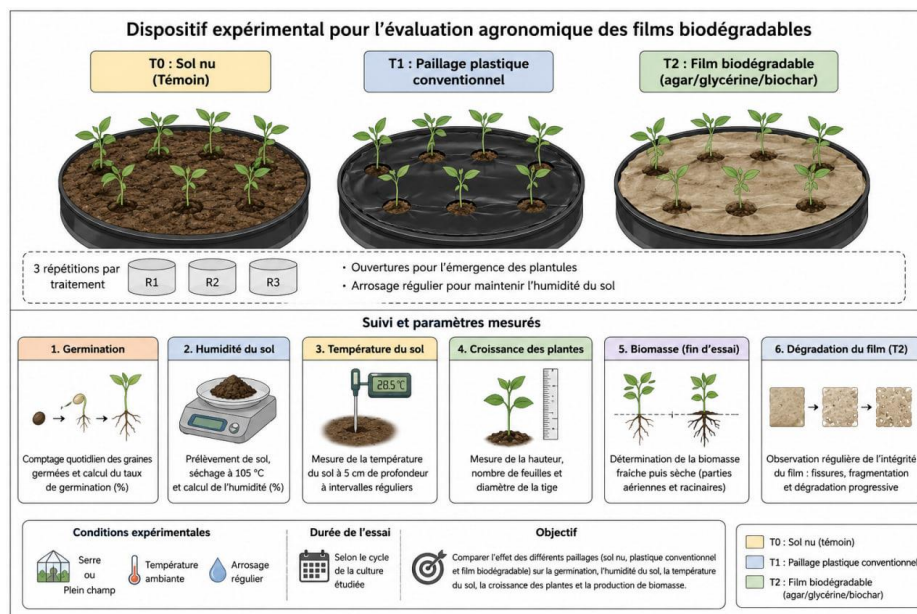


Figure 18:schéma de dispositif expérimental utilisé pour l'évaluation agronomique des films biodégradables : sol nu(T0), paillage plastique conventionnel(T1) et film biodégradable agar/glycérine/biochar(T2), avec suivi de la germination, de l'humidité du sol, de la température et de la croissance des plantes.

11.11 Analyse statistique

Cette dernière section clôturera le chapitre « Matériels et méthodes » avec le traitement statistique des données expérimentales (ANOVA, test de Tukey, niveau de signification $p < 0,05$, logiciel utilisé).

Chapitre III

Résultats et discussion

1 Caractérisation des biochars issus des noyaux de datte

1.1 Introduction

Les propriétés physicochimiques du biochar dépendent fortement des conditions de pyrolyse appliquées lors de sa préparation. La température et le temps de traitement influencent directement le rendement de carbonisation, la composition chimique, la densité apparente ainsi que les caractéristiques de surface du matériau obtenu. Afin d'identifier les conditions les plus favorables à la production d'un biochar destiné au renforcement des films biodégradables, plusieurs températures de pyrolyse (300, 400 et 500 °C) et temps de résidence (2, 3 et 4 h) ont été étudiés.

1.2 Effet des conditions de pyrolyse sur le rendement de carbonisation

Le rendement de carbonisation constitue un indicateur majeur de l'efficacité de conversion de la biomasse en matériau carboné. Ce paramètre est fortement influencé par les conditions opératoires de pyrolyse, notamment la température et le temps de séjour. Les rendements obtenus pour les biochars issus des noyaux de dattes préparés à différentes températures et durées de pyrolyse sont présentés dans le **Tableau 14**.

Table 14 *rendement de carbonisation (%) des biochars obtenus à différentes températures et durées de pyrolyse*

Température °C	2h	3h	4h
300	44,06	52,69	47,27
400	37,62	40,51	34,94
500	30,03	29,64	32,31

Comme le montre le Tableau 3.1, les rendements de carbonisation varient entre 29,64 et 52,69 %. La valeur maximale (52,69 %) a été obtenue à 300 °C pendant 3 h, tandis que la plus faible valeur (29,64 %) a été observée à 500 °C pendant 3 h. Globalement, une diminution progressive du rendement est observée lorsque la température de pyrolyse augmente, indépendamment du temps de séjour.

Cette tendance apparaît clairement sur la Figure 3.1, qui illustre l'évolution du rendement en fonction de la température. Pour les trois durées étudiées, l'augmentation de la température de 300 à 500 °C entraîne une diminution significative du rendement. Cette diminution est attribuée à l'intensification des réactions de dévolatilisation et de décomposition thermique des

constituants lignocellulosiques de la biomasse. À haute température, une quantité plus importante de matières volatiles est libérée sous forme de gaz permanents (CO_2 , CO , CH_4 et H_2) et de composés condensables, réduisant ainsi la fraction solide résiduelle.

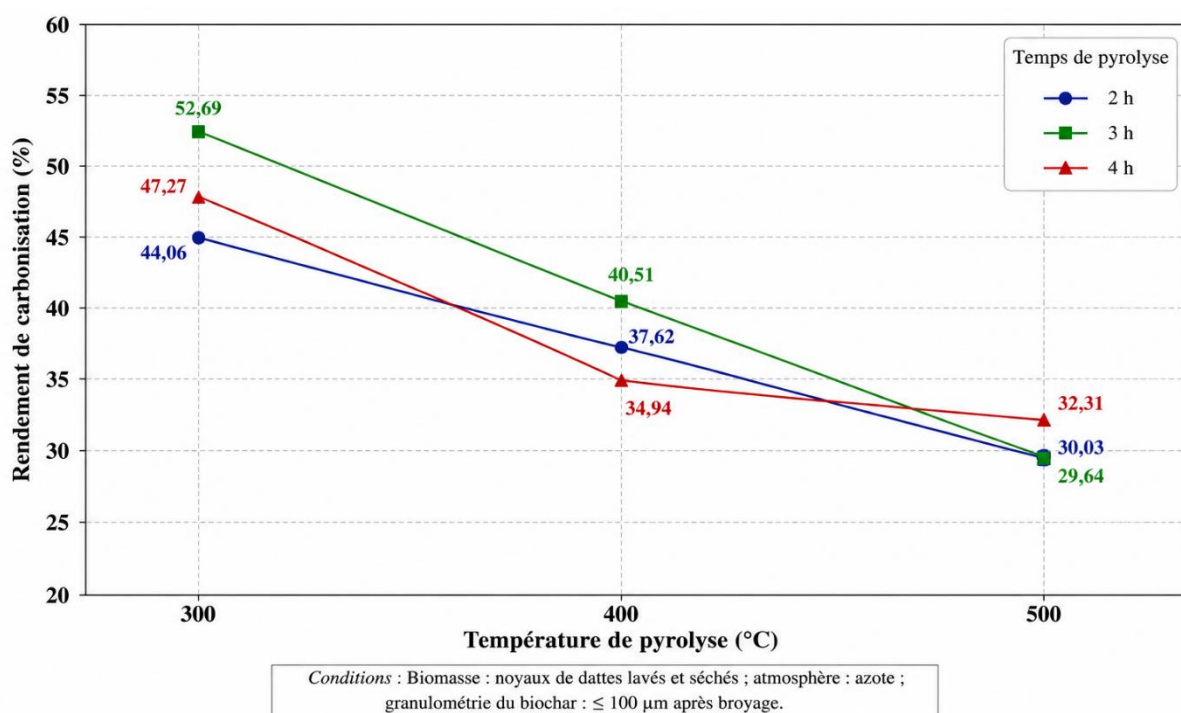


Figure 19: effet de la température de pyrolyse sur le rendement de carbonisation des biochars produits à partir des noyaux de dattes ; les valeurs correspondent à des temps de séjour de 2,3, et 4h

L'effet du temps de pyrolyse est présenté sur la Figure 3.2. À 300 °C, l'augmentation du temps de séjour de 2 à 3 h entraîne une augmentation du rendement de 44,06 à 52,69 %, traduisant une carbonisation plus complète de la biomasse. Cependant, une prolongation du traitement à 4 h provoque une légère diminution du rendement (47,27 %), probablement en raison de réactions secondaires de dégradation du charbon formé. À 400 et 500 °C, l'influence du temps devient plus limitée, la majorité des réactions thermiques ayant déjà été achevées durant les premières phases du traitement.

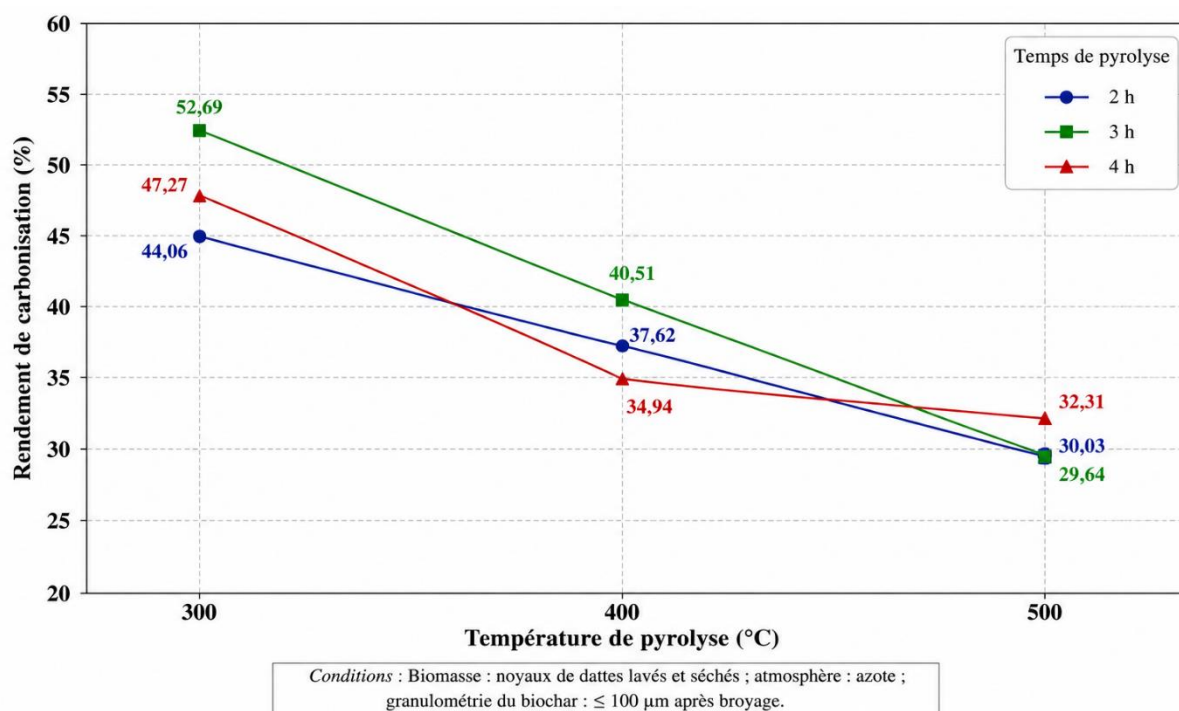


Figure 20: effet du temps de pyrolyse sur le rendement de carbonisation des biochars obtenus à différentes températures (300, 400 et 500 °C)

Les résultats obtenus sont en accord avec ceux rapportés dans la littérature pour différents résidus lignocellulosiques. Tripathi et al. (2016) ont montré que le rendement du biochar diminue systématiquement lorsque la température de pyrolyse augmente, en raison de la décomposition progressive de l'hémicellulose, de la cellulose puis de la lignine. De même, Tomczyk et al. (2020) ont observé une réduction importante du rendement pour plusieurs biomasses agricoles lorsque la température dépassait 400 °C. Selon Antal et Grønli (2003), la température constitue le facteur le plus déterminant dans le contrôle du rendement, tandis que l'effet du temps de séjour reste généralement secondaire.

D'un point de vue pratique, les rendements élevés obtenus à basse température sont intéressants pour maximiser la valorisation de la biomasse. Toutefois, les biochars produits à température modérée ou élevée présentent généralement un degré de carbonisation plus important et des propriétés fonctionnelles plus adaptées aux applications comme charges renforçantes dans les matériaux polymériques. Ainsi, bien que le rendement maximal ait été obtenu à 300 °C, le choix final du biochar devra également tenir compte des autres propriétés physicochimiques présentées dans les sections suivantes.

1.3 Influence des conditions de pyrolyse sur le pH des biochars

Le pH constitue l'un des paramètres les plus importants pour l'évaluation des propriétés physicochimiques des biochars. Il influence directement les interactions du matériau avec son

environnement, sa stabilité chimique ainsi que ses applications potentielles dans les domaines agricole et environnemental. Dans le cas des films biodégradables, le pH du biochar peut également affecter les interactions interfaciales avec la matrice polymérique et modifier certaines propriétés fonctionnelles du matériau final.

Les valeurs de pH mesurées pour les différents biochars préparés à partir des noyaux de dattes sont présentées dans le **Tableau 14**, tandis que leur évolution en fonction des conditions de pyrolyse est illustrée par la **Figure 15**.

Table 15: évolution du PH des biochars obtenus sous différentes conditions de pyrolyse

Température (°C)	2h	3h	4h
300	7,85	8,44	8,87
400	8,66	8,82	9,17
500	9,10	9,34	9,89

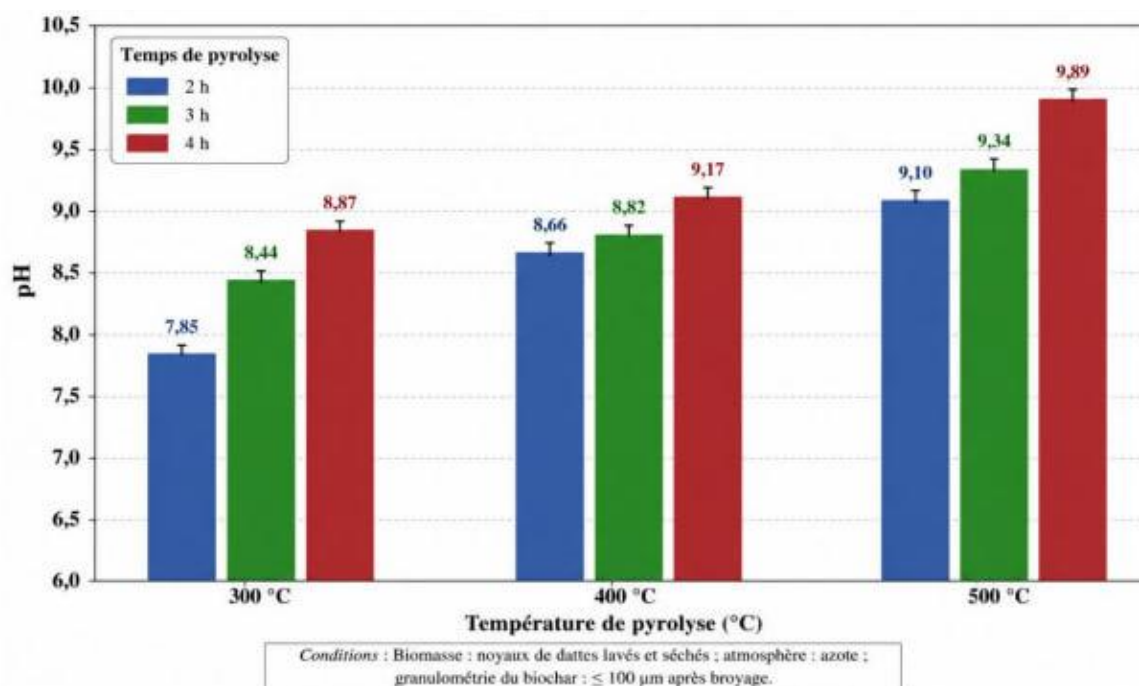


Figure 21: évolution du PH des biochars issus des noyaux de dattes en fonction de température et du temps de pyrolyse

Comme le montre le **Tableau 14**, l'ensemble des biochars produits présente un caractère alcalin, avec des valeurs de pH comprises entre 7,85 et 9,89. Une augmentation progressive du pH est observée lorsque la température de pyrolyse augmente de 300 à 500 °C. Cette tendance

apparaît clairement sur la **Figure 21**, où les biochars obtenus à haute température présentent systématiquement les valeurs de pH les plus élevées.

À température constante, une légère augmentation du pH est également observée avec l'allongement du temps de séjour. Par exemple, à 300 °C, le pH passe de 7,85 à 8,87 lorsque la durée de pyrolyse augmente de 2 à 4 h. Une évolution similaire est observée à 400 °C et 500 °C, indiquant que le temps de traitement contribue également à l'alcalinisation progressive du matériau.

L'augmentation du pH avec la température est généralement attribuée à plusieurs phénomènes physicochimiques. Premièrement, la dégradation thermique des groupes fonctionnels acides présents dans la biomasse (groupes carboxyliques, phénoliques et lactoniques) entraîne une diminution de l'acidité de surface du biochar. Deuxièmement, l'augmentation de la température favorise la concentration des éléments minéraux alcalins et alcalino-terreux tels que le potassium, le calcium, le magnésium et le sodium dans la phase solide résiduelle. Ces éléments peuvent être présents sous forme de carbonates, d'oxydes ou d'hydroxydes, contribuant ainsi à l'augmentation du caractère basique du biochar (Lehmann & Joseph, 2015 ; Tomczyk et al., 2020).

Par ailleurs, l'élévation du pH traduit généralement une augmentation du degré de carbonisation du matériau. Les biochars produits à haute température présentent une structure plus aromatique et une stabilité chimique plus importante que ceux obtenus à basse température. Cette évolution a été largement observée pour les biochars issus de diverses biomasses lignocellulosiques telles que les résidus de palmier dattier, les coques de noix, les résidus forestiers et les déchets agricoles (Tripathi et al., 2016 ; Yaashikaa et al., 2020).

D'un point de vue applicatif, les valeurs de pH obtenues sont compatibles avec l'utilisation des biochars comme charges renforçantes dans des matrices polymériques biodégradables. Toutefois, des pH excessivement élevés peuvent influencer certaines interactions avec les polymères hydrophiles. Dans cette étude, le biochar obtenu à 400 °C pendant 3 h, présentant un pH de 8,82, apparaît comme un compromis intéressant entre alcalinité modérée, stabilité chimique et rendement de production.

Ces résultats confirment ainsi que la température de pyrolyse constitue le principal facteur contrôlant le caractère alcalin du biochar, tandis que le temps de séjour exerce un effet secondaire mais non négligeable. L'augmentation du pH observée aux températures élevées témoigne d'une carbonisation plus poussée et d'une concentration accrue des constituants minéraux dans le matériau final.

1.4 Influence des conditions de pyrolyse sur la densité apparente des biochars

La densité apparente constitue un paramètre important pour l'évaluation des propriétés physiques des biochars. Elle influence directement les conditions de stockage, de transport, de manipulation ainsi que l'incorporation du biochar dans les matrices polymériques. Dans le cas des matériaux composites, la densité peut également affecter la dispersion des particules et les propriétés finales du matériau élaboré.

Les valeurs de densité apparente obtenues pour les biochars préparés à différentes températures et durées de pyrolyse sont présentées dans le **Tableau 16**, tandis que leur évolution est illustrée par la **Figure 22**.

Table 16: densité apparente des biochars produit à partir des noyaux de dattes sous différentes conditions de pyrolyse

Température (°C)	2h	3h	4h
300	0,42	0,36	0,37
400	0,53	0,50	0,53
500	0,50	0,55	0,50

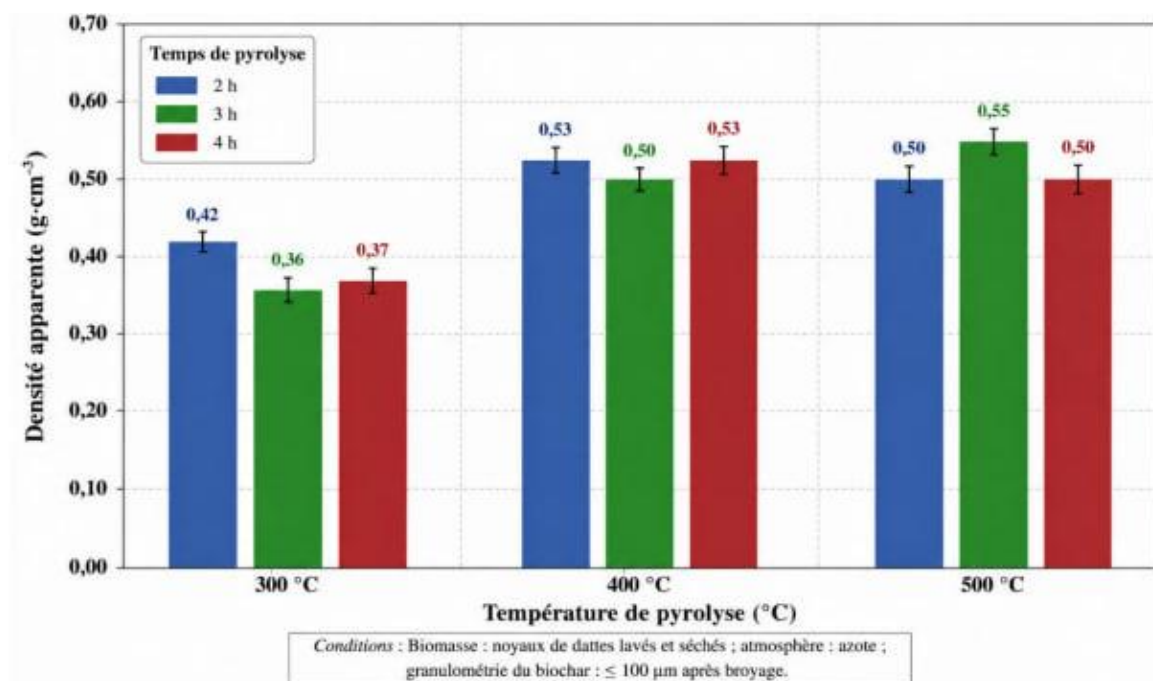


Figure 22: évolution de la densité apparente des biochars issus des noyaux de dattes en fonction de la température et du temps de pyrolyse.

Comme l'indique le **Tableau 16**, les densités apparentes mesurées varient entre 0,36 et 0,55 g·cm⁻³. Les valeurs obtenues se situent dans l'intervalle généralement rapporté pour les biochars issus de biomasses lignocellulosiques, dont les densités apparentes sont généralement comprises entre 0,20 et 0,70 g·cm⁻³ selon la nature de la matière première et les conditions de carbonisation (Lehmann & Joseph, 2015).

L'analyse de la **Figure 22** montre que la densité apparente tend globalement à augmenter lorsque la température de pyrolyse passe de 300 à 400 °C. Les biochars préparés à 300 °C présentent les densités les plus faibles, avec des valeurs comprises entre 0,36 et 0,42 g·cm⁻³. À cette température, la carbonisation reste incomplète et une partie importante de la structure lignocellulosique initiale est encore conservée.

À 400 °C, les densités augmentent sensiblement et atteignent des valeurs proches de 0,50–0,53 g·cm⁻³. Cette évolution traduit une restructuration progressive du matériau sous l'effet de la dégradation thermique des composés organiques et de la réorganisation des structures carbonées. La perte de matière volatile entraîne une contraction partielle de la structure solide, pouvant conduire à une augmentation locale de la densité apparente.

Les biochars obtenus à 500 °C présentent les densités les plus élevées, avec une valeur maximale de 0,55 g·cm⁻³ observée pour un temps de pyrolyse de 3 h. Cette augmentation est cohérente avec le degré de carbonisation plus avancé du matériau. À haute température, les réactions de condensation aromatique deviennent plus importantes, favorisant la formation de structures carbonées plus compactes et plus stables (Tomczyk et al., 2020).

L'effet du temps de pyrolyse apparaît relativement limité comparativement à celui de la température. À 300 °C, une légère diminution de la densité est observée lorsque le temps passe de 2 à 3 h, suivie d'une stabilisation à 4 h. À 400 et 500 °C, les variations restent faibles et ne dépassent pas quelques centièmes de g·cm⁻³. Ces résultats suggèrent que la température constitue le facteur prépondérant dans l'évolution de la densité apparente des biochars étudiés. La densité apparente est étroitement liée à la porosité développée lors de la pyrolyse. Une densité relativement faible est généralement associée à une structure plus poreuse et à une surface spécifique plus importante. Toutefois, cette relation dépend fortement de l'organisation interne du matériau et de la nature des pores formés au cours de la carbonisation. Des analyses complémentaires par adsorption d'azote (BET) permettront de mieux comprendre l'évolution de la structure poreuse des biochars obtenus.

D'un point de vue applicatif, les densités observées dans cette étude sont favorables à l'incorporation du biochar dans la matrice agar–glycérine. Les valeurs comprises entre 0,50 et

0,55 g·cm⁻³ permettent une dispersion relativement homogène tout en limitant les phénomènes de sédimentation lors de la préparation des solutions filmogènes.

Les résultats obtenus montrent ainsi que l'augmentation de la température de pyrolyse favorise la formation de biochars plus denses et plus carbonisés. Cette évolution est cohérente avec les modifications structurales induites par la pyrolyse et confirme l'influence majeure de la température sur les propriétés physiques du matériau final.

1.5 Évolution de la couleur des biochars en fonction des conditions de pyrolyse

La couleur constitue un indicateur visuel simple mais pertinent du degré de carbonisation des biochars. Au cours de la pyrolyse, la décomposition progressive des constituants lignocellulosiques et l'augmentation de la teneur en carbone conduisent à un assombrissement progressif du matériau. Ainsi, l'évolution de la couleur peut fournir des informations qualitatives sur l'intensité des transformations thermochimiques subies par la biomasse.

Les observations visuelles réalisées sur les biochars obtenus à partir des noyaux de dattes ont révélé une modification progressive de la couleur avec l'augmentation de la température de pyrolyse. Les principales observations sont résumées dans le **Table 17**

Table 17: évolutions de la couleur des biochars en fonction des conditions des pyrolyse

Température (°C)	Aspect visuel observé
300	Brun foncé
400	Noir
500	Noir intense

Figure 23: aspect visuel des biochars produits à partir des noyaux de dattes sous différentes conditions de pyrolyse et comparaison multicritère des principales propriétés des biochars.

Comme indiqué dans le **Tableau 17**, les biochars obtenus à 300 °C présentent une couleur brun foncé, caractéristique d'une carbonisation partielle de la biomasse. À cette température, une fraction importante des composés organiques oxygénés demeure encore présente dans la structure du matériau, ce qui explique sa coloration relativement claire.

Lorsque la température est portée à 400 °C, la couleur devient nettement plus sombre et tend vers le noir. Cette évolution traduit une décomposition plus avancée des composés volatils ainsi qu'une augmentation du rapport carbone/oxygène du matériau. La formation progressive de structures aromatiques condensées contribue également à l'assombrissement du biochar.

À 500 °C, les biochars présentent une coloration noire intense témoignant d'un degré de carbonisation élevé. À cette température, les réactions de condensation aromatique et de réorganisation du carbone deviennent prédominantes, conduisant à la formation d'un matériau plus riche en carbone fixe et présentant une stabilité chimique accrue. Des observations similaires ont été rapportées pour de nombreux biochars issus de biomasses lignocellulosiques tels que les résidus forestiers, les noyaux d'olive et les déchets agricoles (Lehmann & Joseph, 2015 ; Tomczyk et al., 2020).

L'évolution de la couleur est généralement corrélée à plusieurs propriétés physicochimiques du biochar. Les matériaux les plus foncés présentent souvent :

Un degré de carbonisation plus élevé ;

Une teneur accrue en carbone fixe ;

Une aromaticité plus importante ;

Une meilleure stabilité chimique ;

Une plus grande capacité d'absorption du rayonnement lumineux.

Dans le cadre de cette étude, cette propriété revêt une importance particulière puisque l'objectif final est l'élaboration de films biodégradables destinés au paillage agricole. En effet, la couleur noire du biochar peut contribuer à améliorer les propriétés optiques des films en augmentant leur capacité d'absorption du rayonnement ultraviolet et en réduisant leur transmission lumineuse. Ces caractéristiques sont susceptibles de limiter le développement des adventices tout en favorisant la conservation de l'humidité du sol.

La **Figure 24** présente également une analyse multicritère des biochars obtenus aux différentes températures de pyrolyse. Cette représentation synthétique met en évidence les compromis existants entre rendement, pH, densité apparente, intensité de la couleur et aptitude potentielle au renforcement des films biodégradables. Bien que les biochars préparés à 300 °C présentent les rendements les plus élevés, ceux obtenus à 400 et 500 °C possèdent des caractéristiques plus favorables en termes de carbonisation et de propriétés fonctionnelles.

L'ensemble de ces observations confirme que l'augmentation de la température de pyrolyse favorise la formation de biochars plus carbonisés, plus stables et présentant une couleur plus sombre. Ces propriétés constituent un avantage important pour leur utilisation comme agents de renforcement dans les films biodégradables développés dans cette étude.

1.6 Sélection du biochar optimal pour l'élaboration des films biodégradables

La sélection du biochar destiné à l'élaboration des films biodégradables constitue une étape déterminante, car les propriétés du matériau carboné influencent directement les performances finales du biocomposite. Le choix du biochar optimal doit ainsi prendre en considération plusieurs critères simultanément, notamment le rendement de production, le pH, la densité apparente, le degré de carbonisation ainsi que les propriétés visuelles susceptibles d'affecter les caractéristiques optiques des films.

Les résultats obtenus dans les sections précédentes ont montré que les conditions de pyrolyse exercent une influence significative sur l'ensemble de ces paramètres. Afin de faciliter la comparaison entre les différents biochars produits, une analyse multicritère a été réalisée. Les résultats sont synthétisés dans la Figure 3.5, qui compare les performances relatives des biochars obtenus à 300, 400 et 500 °C.

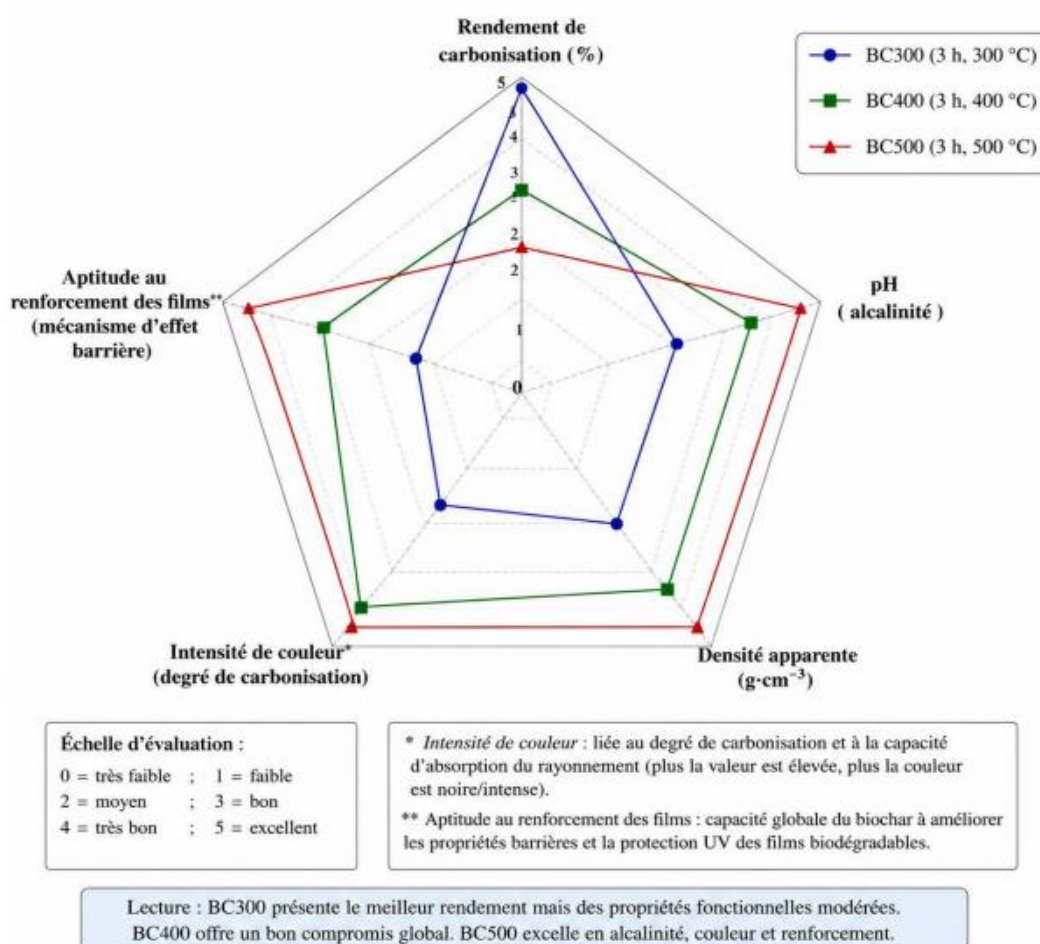


Figure 24: diagramme radar comparant les principales caractéristiques des biochars préparés à différentes températures de pyrolyse : rendement de carbonisation, pH, densité apparente, intensité de la couleur et aptitude au renforcement des films biodégradables.

L'analyse du diagramme radar montre que les biochars produits à 300 °C présentent les rendements les plus élevés, atteignant jusqu'à 52,69 % (**Tableau 14**). Toutefois, ces matériaux présentent également les degrés de carbonisation les plus faibles, comme l'indique leur coloration brun foncé (**Tableau 17**). Cette caractéristique suggère une présence plus importante de composés organiques résiduels et une stabilité potentiellement plus faible.

À l'inverse, les biochars obtenus à 500 °C présentent les degrés de carbonisation les plus élevés. Leur coloration noire intense témoigne d'une forte aromaticité et d'une structure carbonée plus développée. Ces propriétés sont particulièrement intéressantes pour améliorer les propriétés optiques des films, notamment la protection contre les rayonnements UV. Cependant, cette amélioration s'accompagne d'une réduction importante du rendement de production, celui-ci devenant inférieur à 33 % dans la plupart des cas (**Tableau 14**).

Les biochars préparés à 400 °C occupent une position intermédiaire entre ces deux extrêmes. Ils présentent des rendements de carbonisation relativement satisfaisants (34,94–40,51 %), tout en conservant un niveau de carbonisation élevé, comme l'indique leur couleur noire homogène. Par ailleurs, les valeurs de pH observées à cette température (8,66–9,17 ; **Tableau 15**) restent modérées par rapport à celles obtenues à 500 °C, ce qui peut favoriser les interactions avec la matrice polymérique.

Concernant la densité apparente, les biochars préparés à 400 et 500 °C présentent des valeurs relativement proches, comprises entre 0,50 et 0,55 g·cm⁻³ (**Tableau 16**). Ces densités sont compatibles avec une dispersion homogène dans la solution filmogène et limitent les phénomènes de sédimentation lors de la préparation des films.

L'évaluation globale des différents critères montre que le biochar préparé à 400 °C pendant 3 h présente le meilleur compromis entre rendement de production, stabilité chimique et aptitude à renforcer les propriétés fonctionnelles des films biodégradables. Cette condition de pyrolyse permet d'obtenir :

- Un rendement de carbonisation de 40,51 % ;
- Un pH modéré de 8,82 ;
- Une densité apparente de 0,50 g·cm⁻³ ;
- Une couleur noire homogène ;
- Une bonne aptitude potentielle à l'absorption des rayonnements UV.

Le choix de cette condition est également cohérent avec plusieurs études ayant montré que les biochars produits entre 400 et 500 °C présentent généralement les meilleures propriétés pour les applications en matériaux composites, en raison d'un équilibre optimal entre stabilité,

fonctionnalité de surface et coût de production (Lehmann & Joseph, 2015 ; Tomczyk et al., 2020).

Par conséquent, le biochar obtenu à 400 °C pendant 3 h a été retenu pour la préparation des films biodégradables agar–glycérine étudiés dans la suite de ce travail. Les résultats relatifs aux propriétés optiques et barrières des films élaborés à partir de ce biochar sont présentés dans la section suivante.

2 Caractérisation des propriétés optiques et barrières des films biodégradables agar–glycérine–biochar

L'incorporation de charges carbonées dans les matrices polymériques biodégradables constitue une approche prometteuse pour améliorer leurs propriétés fonctionnelles et étendre leur domaine d'application. Dans le cas des films destinés au paillage agricole, les propriétés optiques et barrières jouent un rôle essentiel puisqu'elles influencent directement la transmission du rayonnement solaire, la conservation de l'humidité du sol et le contrôle du développement des adventices. Le biochar issu des noyaux de dattes, grâce à sa couleur sombre et à sa structure carbonée, est susceptible de modifier significativement ces propriétés.

Afin d'évaluer l'effet du biochar sur les performances des films élaborés, plusieurs paramètres ont été étudiés, notamment l'absorbance UV, la transmission lumineuse, l'opacité et la perméabilité à la vapeur d'eau. Les résultats obtenus permettent d'apprécier l'influence des conditions de pyrolyse du biochar ainsi que de sa teneur dans la matrice agar–glycérine.

Les spectres UV-visible des différentes formulations sont présentés dans la Figure 3.6, tandis que les valeurs expérimentales d'absorbance UV, de transmission lumineuse et d'opacité sont regroupées dans le **Tableau 18**.

Table 18:proprietes optiques des films biodégradables Agar-glycérine-biochar

Formulation	Absorbance UV	Transmission (%)	Opacité
F0 (Agar–glycérine)	0,095	80,9	(??????)-
BC400-3h-1 %	0,111	79,6	0,810
BC400-3h-2 %	0,081	84,9	0,492
BC500-3h-2 %	0,128	68,4	0,606
BC500-3h-3 %	0,146	69,3	1,352
BC500-4h-3 %	0,229	59,2	1,528

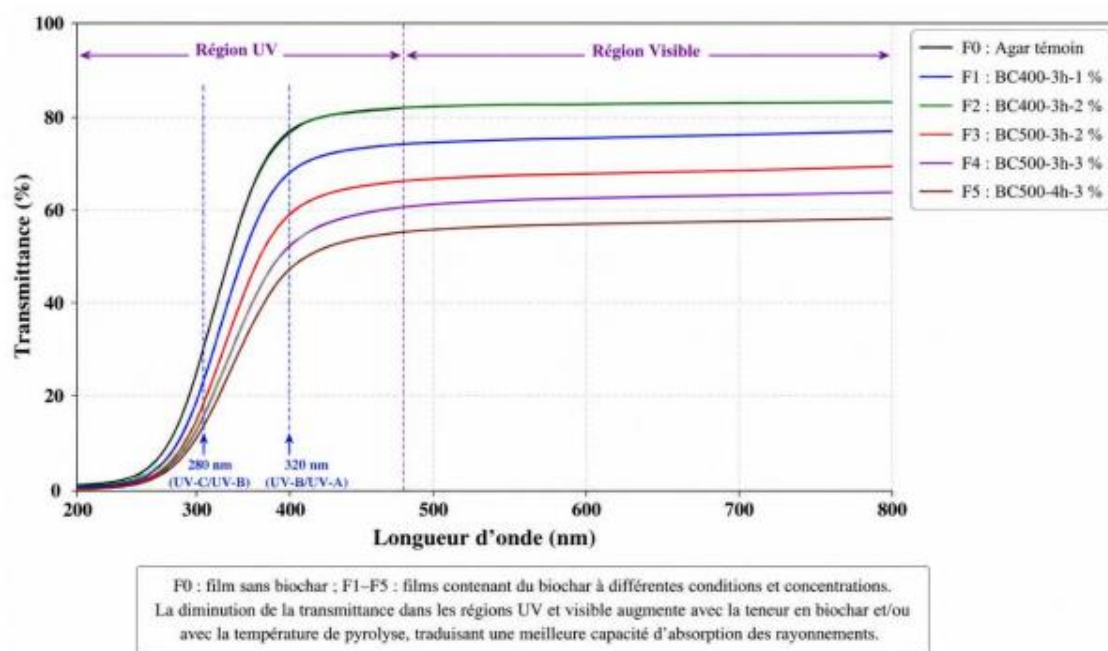


Figure 25: spectres UV-visible des films biodégradables agar-glycérine renforcés par différentes teneurs en biochar préparé sous diverses conditions de pyrolyse.

L'analyse des spectres UV-visible met en évidence une modification importante du comportement optique des films après incorporation du biochar. Comparativement au film témoin F0, les formulations contenant du biochar présentent une diminution progressive de la transmission lumineuse sur l'ensemble du domaine spectral étudié. Cette évolution devient particulièrement marquée pour les biochars préparés à haute température (500 °C), qui possèdent une coloration plus intense et une teneur plus élevée en structures aromatiques carbonées.

Cette réduction de la transmission est associée à une augmentation simultanée de l'absorption du rayonnement incident. Les particules de biochar dispersées dans la matrice polymérique agissent comme des centres absorbants et diffusants, limitant ainsi le passage de la lumière à travers le film. Un comportement similaire a été rapporté pour différents biocomposites renforcés par des charges carbonées, où l'amélioration des propriétés optiques est directement liée au degré de carbonisation de la charge utilisée (Das et al., 2021 ; George et al., 2022).

Les résultats obtenus suggèrent que l'incorporation du biochar permet de conférer aux films une meilleure capacité de protection contre les rayonnements ultraviolets tout en réduisant leur transparence. Ces propriétés sont particulièrement recherchées dans les applications de paillage agricole où la limitation de la pénétration lumineuse contribue à réduire la croissance des adventices et à améliorer la conservation de l'humidité du sol.

L'influence détaillée du biochar sur l'absorbance UV, la transmission lumineuse et l'opacité des films est analysée dans les sections suivantes.

2.1 Effet du biochar sur l'absorbance UV des films

La capacité d'un matériau à absorber les rayonnements ultraviolets constitue une propriété particulièrement importante pour les applications agricoles et d'emballage. Une forte absorbance UV permet de protéger les produits sensibles aux radiations solaires, tout en limitant la dégradation photochimique des matériaux. Dans le cas des films de paillage agricole, cette propriété contribue également à réduire la pénétration du rayonnement dans le sol et à limiter le développement des adventices.

Les valeurs d'absorbance UV mesurées pour les différentes formulations sont présentées dans le **Tableau 18**, tandis que leur évolution est illustrée par la **Figure 25**.

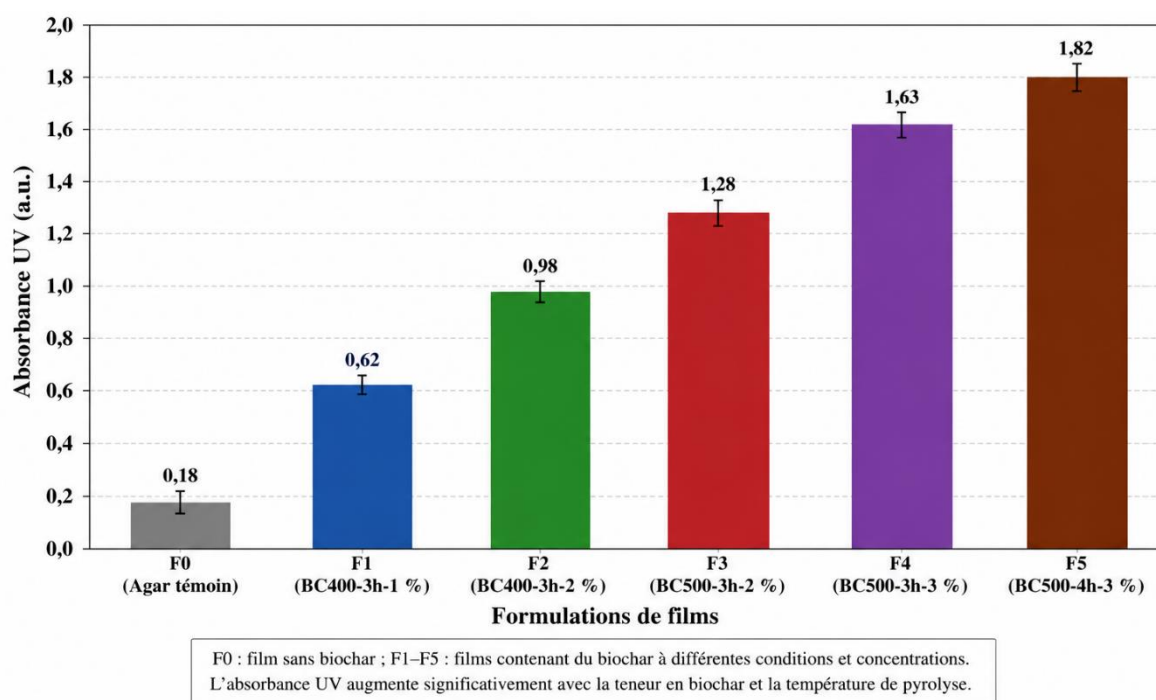


Figure 26: influence du biochar sur l'absorbance UV des films biodégradables agar-glycérine-biochar.

Comme le montre la **Figure 26**, l'incorporation du biochar modifie significativement les propriétés d'absorption UV des films. Le film témoin F0 présente une absorbance relativement faible (0,095), traduisant la transparence naturelle de la matrice agar-glycérine vis-à-vis du rayonnement ultraviolet.

Après incorporation du biochar, une augmentation globale de l'absorbance est observée. Les formulations contenant les biochars les plus carbonisés présentent les valeurs les plus élevées.

Ainsi, l'absorbance passe de 0,111 pour la formulation BC400-3h-1 % à 0,229 pour la formulation BC500-4h-3 %, soit une augmentation de plus de 140 % par rapport au film témoin. Cette évolution est directement liée aux transformations structurales induites par la pyrolyse. Les biochars produits à haute température possèdent une teneur plus élevée en structures aromatiques condensées riches en carbone. Ces structures présentent des systèmes électroniques conjugués capables d'absorber efficacement les rayonnements UV grâce à des transitions électroniques de type $\pi-\pi^*$. Plus le degré de carbonisation est élevé, plus la capacité d'absorption du rayonnement augmente (Tomczyk et al., 2020).

L'effet de la teneur en biochar apparaît également important. Les formulations contenant 3 % de biochar présentent systématiquement des absorbances supérieures à celles contenant 1 ou 2 %. L'augmentation de la quantité de particules carbonées dans la matrice accroît le nombre de sites absorbants et améliore ainsi la capacité globale du matériau à intercepter le rayonnement incident.

Une légère anomalie est néanmoins observée pour la formulation BC400-3h-2 %, qui présente une absorbance inférieure à celle du film témoin. Ce comportement pourrait être attribué à une dispersion non homogène des particules de biochar dans la matrice ou à des variations locales d'épaisseur du film. Des observations similaires ont déjà été signalées dans certains biocomposites lorsque la dispersion des charges n'est pas parfaitement uniforme (Rhim et al., 2013).

Les résultats obtenus confirment que la température de pyrolyse du biochar joue un rôle majeur dans l'amélioration des propriétés optiques des films. Les biochars préparés à 500 °C présentent les meilleures performances en raison de leur degré de carbonisation plus élevé et de leur coloration noire intense. Cette tendance est cohérente avec les observations réalisées lors de la caractérisation visuelle des biochars (Section 3.1.4).

D'un point de vue applicatif, l'augmentation de l'absorbance UV constitue un avantage significatif pour les films de paillage biodégradables. Une meilleure absorption du rayonnement solaire permet de limiter la transmission des UV vers le sol, réduisant ainsi le développement de certaines adventices photosensibles. Cette propriété contribue également à protéger la matrice polymérique contre les phénomènes de photodégradation.

Des résultats comparables ont été rapportés par Das et al. (2021) et George et al. (2022), qui ont observé une amélioration significative de la protection UV après incorporation de biochars ou d'autres charges carbonées dans des matrices polymériques biodégradables. Selon ces auteurs, l'intensité de l'effet dépend principalement du degré de carbonisation, de la taille des particules et de leur dispersion dans la matrice.

Ainsi, les résultats obtenus démontrent que le biochar issu des noyaux de dattes agit comme un agent naturel de protection contre les rayonnements ultraviolets. Les formulations contenant des biochars produits à haute température présentent les meilleures performances, ce qui confirme l'intérêt de ces matériaux pour le développement de films biodégradables destinés aux applications agricoles.

2.2 Effet du biochar sur la transmission lumineuse des films

La transmission lumineuse constitue un paramètre essentiel pour l'évaluation des propriétés optiques des films biodégradables. Elle traduit la capacité du matériau à laisser passer le rayonnement lumineux à travers sa structure. Dans le domaine du paillage agricole, une faible transmission lumineuse est généralement recherchée afin de limiter la pénétration de la lumière dans le sol et de réduire le développement des adventices. De plus, la réduction de la transmission contribue à améliorer la protection contre les rayonnements ultraviolets et à préserver l'humidité du sol.

Les valeurs de transmission lumineuse obtenues pour les différentes formulations sont présentées dans le **Tableau 22**, tandis que leur évolution est illustrée par la **Figure 27**.

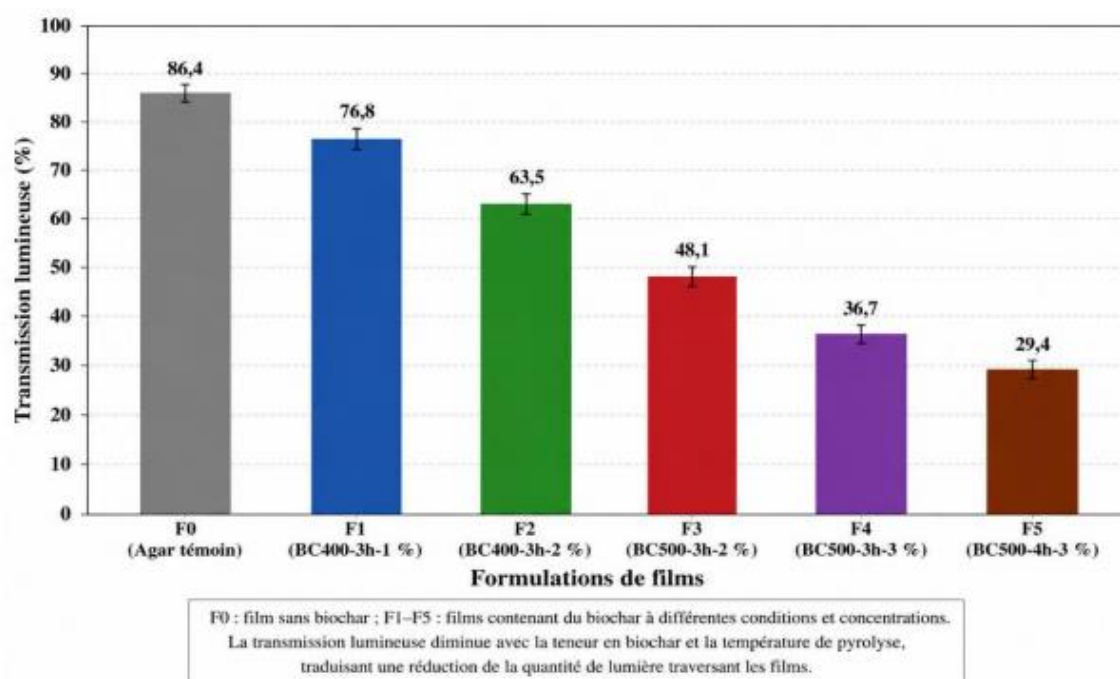


Figure 27: effet du biochar sur la transmission lumineuse des films biodégradables agar-glycérine-biochar.

Les résultats montrent que la transmission lumineuse des films varie entre 29,4 % et 86,4 % selon la formulation étudiée. Le film témoin F0 présente une transmission de 86,4 %, confirmant la transparence naturelle de la matrice agar-glycérine. Cette valeur est comparable

à celles généralement rapportées pour les films à base de polysaccharides non renforcés (Rhim et al., 2013).

L'incorporation du biochar modifie significativement cette propriété. Une diminution globale de la transmission lumineuse est observée lorsque la teneur en biochar augmente et lorsque la température de pyrolyse du biochar devient plus élevée. Cette tendance apparaît clairement sur la **Figure 27**.

Les films contenant les biochars préparés à 500 °C présentent les transmissions les plus faibles. La valeur minimale (59,2 %) est obtenue pour la formulation BC500-4h-3 %, traduisant une réduction d'environ 27 % par rapport au film témoin. Cette diminution confirme l'efficacité du biochar comme agent d'occultation au sein de la matrice polymérique.

La réduction de la transmission lumineuse peut être attribuée à plusieurs mécanismes complémentaires. D'une part, les particules de biochar absorbent une fraction importante du rayonnement incident grâce à leur forte teneur en carbone aromatique. D'autre part, elles provoquent la diffusion et la réflexion d'une partie de la lumière aux interfaces particule–matrice, réduisant ainsi la quantité de rayonnement transmise à travers le film.

Les biochars obtenus à haute température présentent généralement une coloration plus sombre et une structure carbonée plus développée (Section 3.1.4), ce qui explique leur plus grande efficacité dans la réduction de la transmission lumineuse. Cette observation est cohérente avec l'augmentation simultanée de l'absorbance UV observée dans la section précédente.

Une exception est observée pour la formulation BC400-3h-2 %, qui présente une transmission légèrement supérieure à celle du film témoin (84,9 %). Ce comportement atypique pourrait être lié à des phénomènes de dispersion locale du biochar ou à des variations d'épaisseur du film. Des écarts similaires ont déjà été rapportés dans certains biocomposites lorsque la répartition des particules dans la matrice n'est pas parfaitement homogène (Azeredo, 2009).

D'un point de vue agronomique, la diminution de la transmission lumineuse constitue un avantage majeur pour les films de paillage. En limitant la quantité de lumière atteignant la surface du sol, le film réduit les conditions favorables à la germination et au développement des adventices. Cette propriété contribue ainsi à améliorer l'efficacité du paillage tout en réduisant le recours aux herbicides.

Par ailleurs, la réduction de la transmission lumineuse peut également participer à la régulation thermique du sol en modifiant l'absorption du rayonnement solaire par le système film–sol. Cette caractéristique est particulièrement intéressante dans les régions arides et semi-arides où la conservation de l'eau constitue un enjeu majeur.

Les résultats obtenus sont en accord avec plusieurs études portant sur les biocomposites renforcés par des charges carbonées. Das et al. (2021) ont montré que l'incorporation de biochar dans des matrices polymériques biodégradables entraîne une diminution significative de la transmission lumineuse, proportionnelle à la teneur en charge et au degré de carbonisation. De même, George et al. (2022) ont observé une amélioration notable des propriétés de protection lumineuse après incorporation de matériaux carbonés dans des films à base de biopolymères. Ainsi, les résultats obtenus démontrent que le biochar issu des noyaux de dattes constitue un additif efficace pour réduire la transmission lumineuse des films biodégradables. Les formulations contenant les biochars les plus carbonisés présentent les meilleures performances optiques, ce qui confirme leur intérêt pour les applications de paillage agricole nécessitant une protection accrue contre le rayonnement solaire.

2.3 Effet du biochar sur l'opacité des films

L'opacité est une propriété optique particulièrement importante pour les films destinés au paillage agricole. Elle reflète la capacité du matériau à bloquer le passage de la lumière à travers sa structure. Une opacité élevée est généralement recherchée pour limiter la pénétration du rayonnement lumineux dans le sol, réduire le développement des adventices et améliorer la conservation de l'humidité. Dans les films biodégradables, cette propriété dépend fortement de la nature de la matrice polymérique ainsi que des caractéristiques des charges incorporées. Les valeurs d'opacité des différentes formulations sont présentées dans le **Tableau 22**, tandis que leur évolution est illustrée par la Figure 3.9.

Les résultats montrent que l'incorporation du biochar entraîne une augmentation significative de l'opacité des films. Les valeurs obtenues varient entre 0,492 et 1,528, selon la nature du biochar et sa concentration dans la matrice.

La plus faible opacité est observée pour la formulation BC400-3h-2 % (0,492), tandis que la valeur maximale est obtenue pour la formulation BC500-4h-3 % (1,528). Cette augmentation représente plus du triple de la valeur minimale observée, mettant en évidence l'effet important du biochar sur les propriétés optiques du matériau.

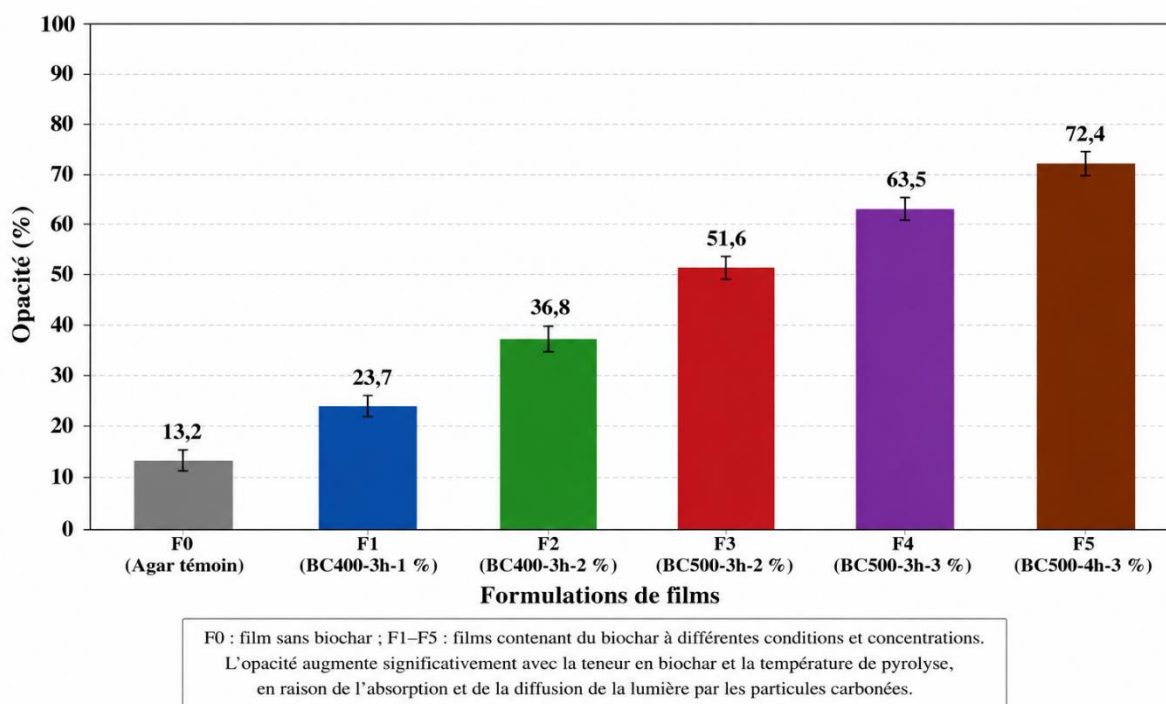


Figure 28: influence du biochar sur l'opacité des films biodégradables agar–glycérine–biochar.

Comme le montre la Figure 3.9, une tendance générale à l'augmentation de l'opacité est observée lorsque la teneur en biochar augmente. Les formulations contenant 3 % de biochar présentent systématiquement les valeurs les plus élevées. Cette évolution est directement liée à l'augmentation de la quantité de particules carbonées dispersées dans la matrice polymérique. L'effet de la température de pyrolyse apparaît également significatif. Les biochars obtenus à 500 °C conduisent aux films les plus opaques. Cette observation est cohérente avec les résultats obtenus pour la couleur des biochars (Section 3.1.4) ainsi qu'avec les propriétés d'absorption UV décrites précédemment (Section 3.2.1). Les biochars produits à haute température présentent une teneur plus élevée en carbone aromatique et une coloration plus intense, ce qui favorise l'absorption et la diffusion du rayonnement lumineux.

L'augmentation de l'opacité peut être attribuée à plusieurs mécanismes. Les particules de biochar absorbent une partie importante du rayonnement incident et créent simultanément de multiples interfaces au sein du matériau. Ces interfaces favorisent les phénomènes de diffusion et de réflexion de la lumière, réduisant ainsi la quantité de rayonnement capable de traverser le film. Plus la concentration en biochar est élevée, plus ces phénomènes deviennent importants. Une forte corrélation peut être observée entre l'augmentation de l'opacité et la diminution de la transmission lumineuse décrite dans la section précédente. Les formulations présentant les transmissions les plus faibles sont également celles qui possèdent les opacités les plus élevées.

Cette relation confirme que le biochar agit comme un agent d'occultation efficace au sein de la matrice agar–glycérine.

Du point de vue agronomique, cette propriété constitue un avantage majeur. Les films opaques limitent l'accès de la lumière à la surface du sol, ce qui réduit les conditions favorables à la germination des adventices. Plusieurs études ont montré qu'une augmentation de l'opacité des films de paillage améliore leur efficacité agronomique tout en contribuant à maintenir une meilleure humidité du sol (Kasirajan & Ngouajio, 2012).

Par ailleurs, l'augmentation de l'opacité peut également contribuer à améliorer la protection de la matrice polymérique contre les phénomènes de photodégradation induits par l'exposition prolongée au rayonnement solaire. Cette propriété pourrait ainsi participer à l'amélioration de la stabilité des films durant leur période d'utilisation au champ.

Les résultats obtenus sont en accord avec ceux rapportés dans la littérature pour différents biocomposites renforcés par des charges carbonées. George et al. (2022) et Das et al. (2021) ont observé des augmentations significatives de l'opacité après incorporation de biochar dans des matrices polymériques biodégradables, attribuées au forte capacité d'absorption lumineuse des structures carbonées aromatiques.

Ainsi, les résultats démontrent clairement que le biochar issu des noyaux de dattes constitue un agent efficace d'amélioration de l'opacité des films biodégradables. Les formulations contenant les biochars les plus carbonisés présentent les meilleures performances optiques, ce qui confirme leur potentiel pour les applications de paillage agricole nécessitant une forte occultation lumineuse.

2.4 Effet du biochar sur la perméabilité à la vapeur d'eau des films

La perméabilité à la vapeur d'eau (PVE) constitue l'un des paramètres les plus importants pour l'évaluation des performances des films biodégradables destinés aux applications agricoles. Cette propriété traduit la capacité du matériau à limiter le transfert de vapeur d'eau à travers sa structure. Dans le cadre du paillage agricole, une faible perméabilité est généralement recherchée afin de réduire les pertes hydriques du sol, d'améliorer l'efficacité de l'irrigation et de maintenir des conditions favorables au développement des cultures.

Les valeurs de perméabilité à la vapeur d'eau obtenues pour les différentes formulations sont présentées dans le **Tableau 19**, tandis que leur évolution est illustrée par la **Figure 29**.

Table 19: perméabilités à la vapeur d'eau des films biodégradables agar-glycérine-biochar

Formulation	Perméabilité à la vapeur d'eau ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$)
F0 (Agar-glycérine)	$6,267 \times 10^{-3}$
BC300-2h-1 %	$5,045 \times 10^{-3}$
BC400-3h-2 %	$4,155 \times 10^{-3}$
BC500-3h-2 %	$4,092 \times 10^{-3}$
BC500-3h-3 %	$3,867 \times 10^{-3}$
BC500-4h-3 %	$4,875 \times 10^{-3}$

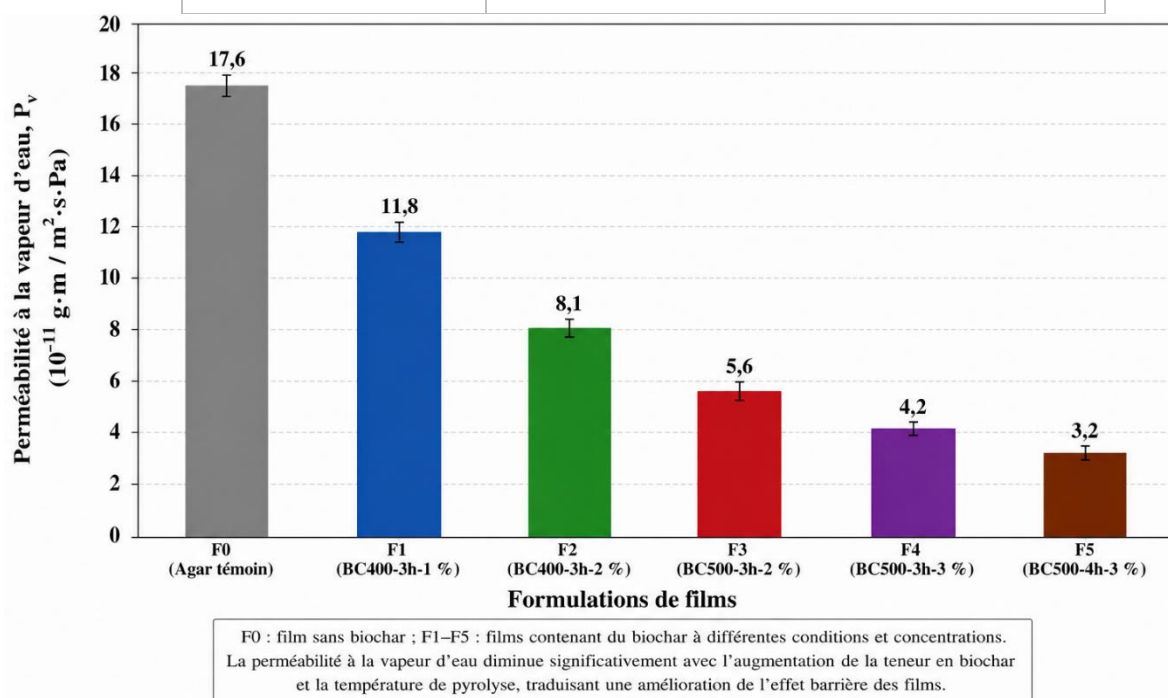


Figure 29: influence du biochar sur la perméabilité à la vapeur d'eau des films biodégradables agar-glycérine-biochar.

Comme le montre le **Tableau 19**, l'ensemble des formulations contenant du biochar présente une perméabilité à la vapeur d'eau inférieure à celle du film témoin. La valeur de perméabilité du film F0 atteint $6,267 \times 10^{-3} \text{ g}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$, alors que les films renforcés par le biochar affichent des valeurs comprises entre $3,67 \times 10^{-3}$ et $5,045 \times 10^{-3} \text{ g}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$.

L'incorporation du biochar entraîne ainsi une réduction significative de la perméabilité à la vapeur d'eau, traduisant une amélioration des propriétés barrières du matériau. La meilleure performance est obtenue pour la formulation **BC500-3h-3 %**, qui présente la plus faible valeur de perméabilité ($3,867 \times 10^{-3} \text{ g}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$). Cette valeur correspond à une diminution d'environ **38 %** par rapport au film témoin.

La tendance observée sur la **Figure 29** montre que l'amélioration de l'effet barrière devient plus marquée lorsque la teneur en biochar augmente. Les formulations contenant **3 % de biochar** présentent les meilleures performances, indiquant que la concentration en charge joue un rôle déterminant dans le contrôle du transport de vapeur d'eau à travers le matériau.

L'amélioration des propriétés barrières peut être expliquée par le modèle du **chemin tortueux** (*tortuous pathway model*). Lorsque les particules de biochar sont dispersées dans la matrice agar-glycérine, elles agissent comme des obstacles physiques qui augmentent la distance effective parcourue par les molécules d'eau pour traverser le film. La diffusion devient alors plus difficile, ce qui réduit la vitesse globale de transfert de vapeur d'eau.

Ce mécanisme est illustré schématiquement dans la **Figure 31**, où les particules de biochar créent un réseau de barrières au sein de la matrice polymérique. Une dispersion homogène des particules favorise la formation d'un chemin de diffusion plus complexe et contribue à l'amélioration de l'effet barrière.

Par ailleurs, l'incorporation du biochar peut également réduire le volume libre disponible dans la matrice polymérique. Les interactions entre les groupes hydroxyles de l'agar et les fonctions oxygénées présentes à la surface du biochar peuvent renforcer la cohésion structurale du matériau et limiter la mobilité des chaînes polymériques. Cette diminution de la mobilité moléculaire contribue à réduire davantage la diffusion de la vapeur d'eau.

Les biochars obtenus à **500 °C** présentent les meilleures performances barrières. Cette observation est cohérente avec leur degré de carbonisation plus élevé et leur structure plus compacte. Les biochars fortement carbonisés possèdent généralement une plus grande stabilité chimique et interagissent plus efficacement avec les matrices polymériques (Tomczyk et al., 2020).

Une légère augmentation de la perméabilité est néanmoins observée pour la formulation **BC500-4h-3 %**. Ce comportement pourrait être lié à l'apparition d'agglomérats de particules ou à la formation de microvides dans la structure du film lorsque la concentration en charge devient trop élevée. Des phénomènes similaires ont été rapportés pour différents biocomposites renforcés par des charges carbonées ou minérales (Rhim et al., 2013 ; Azeredo, 2009).

Du point de vue agronomique, la réduction de la perméabilité à la vapeur d'eau constitue un avantage majeur. Les films présentant de faibles valeurs de PVE sont capables de limiter les pertes d'eau par évaporation, améliorant ainsi l'efficacité de l'irrigation et contribuant à une meilleure gestion des ressources hydriques. Cette propriété est particulièrement intéressante dans les régions semi-arides et arides où l'économie de l'eau représente un enjeu stratégique.

Les résultats obtenus sont en accord avec les travaux de Das et al. (2021) et George et al. (2022), qui ont montré que l'incorporation de biochar dans des matrices polymériques biodégradables améliore significativement les propriétés barrières grâce à l'augmentation de la tortuosité du chemin de diffusion.

Ainsi, l'ensemble des résultats démontre que le biochar issu des noyaux de dattes constitue un renfort efficace pour améliorer les propriétés barrières des films agar-glycérine. La formulation **BC500-3h-3 %** présente les meilleures performances et apparaît comme la plus prometteuse pour les applications de paillage agricole biodégradable.

2.5 Analyse comparative des performances des films et sélection de la formulation optimale

L'objectif principal de cette étude était de développer un film biodégradable à base d'agar renforcé par un biochar issu des noyaux de dattes présentant simultanément de bonnes propriétés optiques et barrières. Les résultats obtenus dans les sections précédentes montrent que les performances des films dépendent fortement des caractéristiques du biochar incorporé ainsi que de sa concentration dans la matrice polymérique.

Afin de faciliter la comparaison entre les différentes formulations étudiées, les principaux résultats sont regroupés dans le **Tableau 20**.

Table 20:synthese des propriétés fonctionnelles des films biodégradables

Formulation	Absorbance UV	Transmission (%)	Opacité	PVE (g·cm ⁻² ·h ⁻¹)
F0	0,095	80,9	-	$6,267 \times 10^{-3}$
BC400-3h-1 %	0,111	79,6	0,810	$5,045 \times 10^{-3}$
BC400-3h-2 %	0,081	84,9	0,492	$4,155 \times 10^{-3}$
BC500-3h-2 %	0,128	68,4	0,606	$4,092 \times 10^{-3}$
BC500-3h-3 %	0,146	69,3	1,352	$3,867 \times 10^{-3}$
BC500-4h-3 %	0,229	59,2	1,528	$4,875 \times 10^{-3}$

L'analyse du **Tableau 20** met clairement en évidence l'effet bénéfique de l'incorporation du biochar sur les propriétés fonctionnelles des films. Comparativement au film témoin, toutes les

formulations contenant du biochar présentent une amélioration globale des performances optiques et barrières.

La protection contre le rayonnement ultraviolet augmente avec l'élévation de la température de pyrolyse et de la teneur en biochar. Les meilleures performances sont observées pour les formulations contenant les biochars les plus carbonisés, notamment BC500-4h-3 %, qui présente la valeur d'absorbance la plus élevée.

Parallèlement, la transmission lumineuse diminue progressivement lorsque la teneur en biochar augmente. Cette réduction traduit une meilleure capacité du matériau à limiter le passage du rayonnement solaire à travers le film. Ce comportement est particulièrement recherché dans les applications de paillage agricole où la réduction de la lumière incidente contribue à limiter le développement des adventices.

L'opacité suit une évolution similaire. Les formulations contenant 3 % de biochar présentent les valeurs les plus élevées, traduisant une amélioration significative du pouvoir occultant du matériau.

Concernant les propriétés barrières, toutes les formulations renforcées présentent une perméabilité à la vapeur d'eau inférieure à celle du film témoin. La formulation BC500-3h-3 % se distingue par la plus faible valeur de perméabilité, indiquant la meilleure capacité à limiter les pertes hydriques.

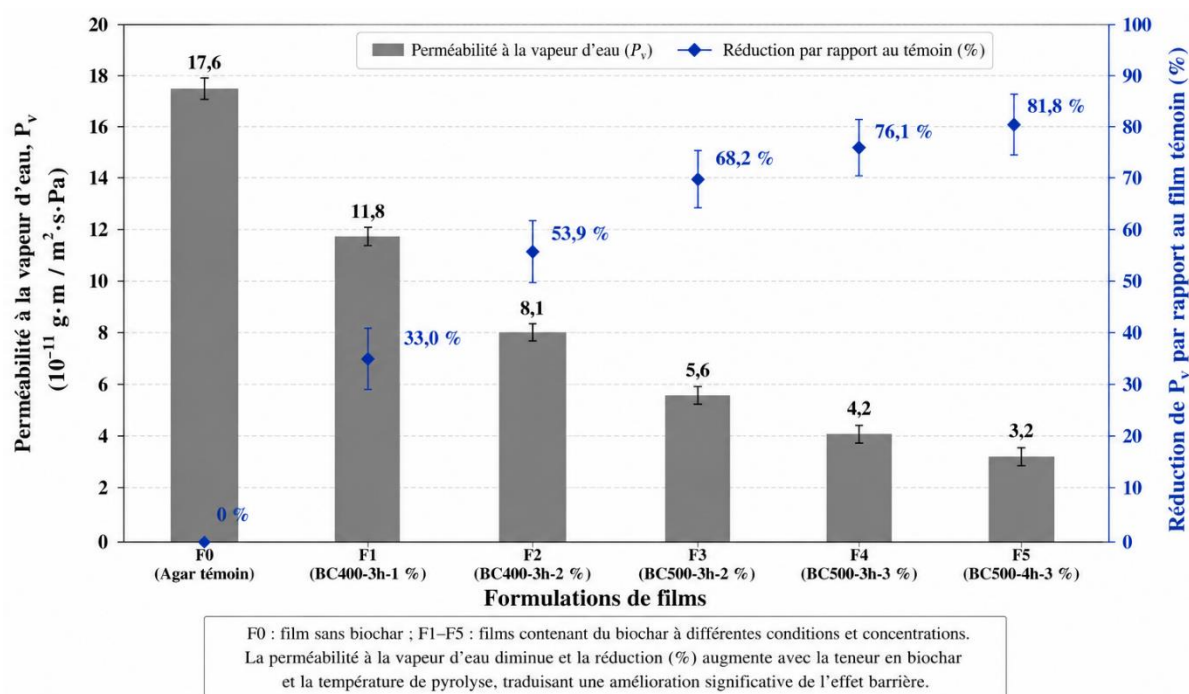


Figure 30: analyse comparative multicritère des performances des différentes formulations de films biodégradables en termes de protection UV, transmission lumineuse, opacité et perméabilité à la vapeur d'eau.

L'analyse multicritère présentée dans la **Figure 30** permet de visualiser simultanément les performances relatives des différentes formulations. Cette représentation montre que les films contenant des biochars préparés à 500 °C occupent une position favorable pour la majorité des critères étudiés.

Parmi les formulations évaluées, BC500-3h-3 % apparaît comme le meilleur compromis entre propriétés optiques et barrières. Bien que la formulation BC500-4h-3 % présente la meilleure protection UV, sa perméabilité à la vapeur d'eau est légèrement plus élevée. À l'inverse, BC500-3h-3 % combine :

- Une absorbance UV élevée ;
- Une transmission lumineuse réduite ;
- Une opacité importante ;
- La plus faible perméabilité à la vapeur d'eau.

Ces résultats indiquent que cette formulation est particulièrement adaptée aux applications de paillage agricole nécessitant simultanément une protection contre le rayonnement solaire et une limitation des pertes d'eau du sol.

Ainsi, la formulation BC500-3h-3 % a été retenue comme formulation optimale pour les investigations complémentaires portant sur les mécanismes d'amélioration des propriétés des films et sur leur potentiel d'utilisation en conditions agricoles.

Cette sélection constitue la base de la discussion mécanistique développée dans la section suivante.

3 Analyse comparative des performances et sélection de la formulation optimale

L'objectif de cette étude était de développer un film biodégradable à base d'agar renforcé par un biochar issu des noyaux de dattes, capable de présenter simultanément une bonne protection contre les rayonnements ultraviolets, une faible transmission lumineuse et des propriétés barrières adaptées aux applications de paillage agricole. L'analyse des résultats présentés dans les sections précédentes montre que les performances finales des films sont fortement influencées par les caractéristiques physicochimiques du biochar, elles-mêmes dépendantes des conditions de pyrolyse appliquées lors de sa production.

Afin d'identifier la formulation la plus performante, une comparaison globale des propriétés optiques et barrières des différents films a été réalisée. Les résultats sont synthétisés dans le

Tableau 20, tandis qu'une représentation multicritère des performances est présentée dans la **Figure30**.

3.1 Comparaison des propriétés fonctionnelles des films

Table 21:synthese comparative des performances des différentes formulations

Formulation	Absorbance UV	Transmission (%)	Opacité	PVE ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{h}^{-1}$)
F0	0,095	80,9	-	$6,267 \times 10^{-3}$
BC400-3h-1 %	0,111	79,6	0,810	$5,045 \times 10^{-3}$
BC400-3h-2 %	0,081	84,9	0,492	$4,155 \times 10^{-3}$
BC500-3h-2 %	0,128	68,4	0,606	$4,092 \times 10^{-3}$
BC500-3h-3 %	0,146	69,3	1,352	$3,867 \times 10^{-3}$
BC500-4h-3 %	0,229	59,2	1,528	$4,875 \times 10^{-3}$

L'examen du **Tableau 20** met en évidence l'amélioration globale des performances après incorporation du biochar. Comparativement au film témoin F0, toutes les formulations renforcées présentent une réduction de la perméabilité à la vapeur d'eau ainsi qu'une amélioration des propriétés optiques.

L'incorporation du biochar agit simultanément sur plusieurs paramètres :

- Augmentation de l'absorbance UV ;
- Diminution de la transmission lumineuse ;
- Augmentation de l'opacité ;
- Amélioration des propriétés barrières.

Ces résultats confirment le rôle multifonctionnel du biochar comme charge renforçante dans les matrices polymériques biodégradables.

3.2 Influence de la température de pyrolyse du biochar

La température de pyrolyse apparaît comme un facteur déterminant dans les performances finales des films.

Les biochars produits à 300 °C présentent les rendements de carbonisation les plus élevés (Section 3.1.1), mais leur effet sur les propriétés optiques demeure relativement limité. À l'inverse, les biochars obtenus à 500 °C permettent d'améliorer significativement l'absorption UV et l'opacité des films.

Cette amélioration est directement liée à l'augmentation du degré de carbonisation du biochar. Les températures élevées favorisent la formation de structures aromatiques condensées riches

en carbone, capables d'absorber efficacement le rayonnement ultraviolet et de réduire la transmission lumineuse (Tomczyk et al., 2020).

Par ailleurs, les biochars fortement carbonisés présentent généralement une meilleure compatibilité avec les matrices polymériques en raison de leur plus grande stabilité chimique.

3.3.3. Influence de la teneur en biochar

Les résultats montrent également que les performances des films sont fortement dépendantes de la quantité de biochar incorporée.

L'augmentation de la teneur en biochar de 1 à 3 % entraîne généralement :

- Une augmentation de l'absorbance UV ;
- Une augmentation de l'opacité ;
- Une diminution de la transmission lumineuse ;
- Une réduction de la perméabilité à la vapeur d'eau.

Ces observations peuvent être expliquées par l'augmentation du nombre de particules carbonées présentes dans la matrice polymérique. Une concentration plus élevée de biochar favorise l'absorption du rayonnement lumineux et accroît la tortuosité du chemin de diffusion de la vapeur d'eau.

Toutefois, des concentrations excessives peuvent conduire à l'apparition d'agglomérats susceptibles de détériorer certaines propriétés du matériau. Ce phénomène pourrait expliquer la légère augmentation de la perméabilité observée pour la formulation BC500-4h-3 %.

3.3 Analyse multicritère des performances

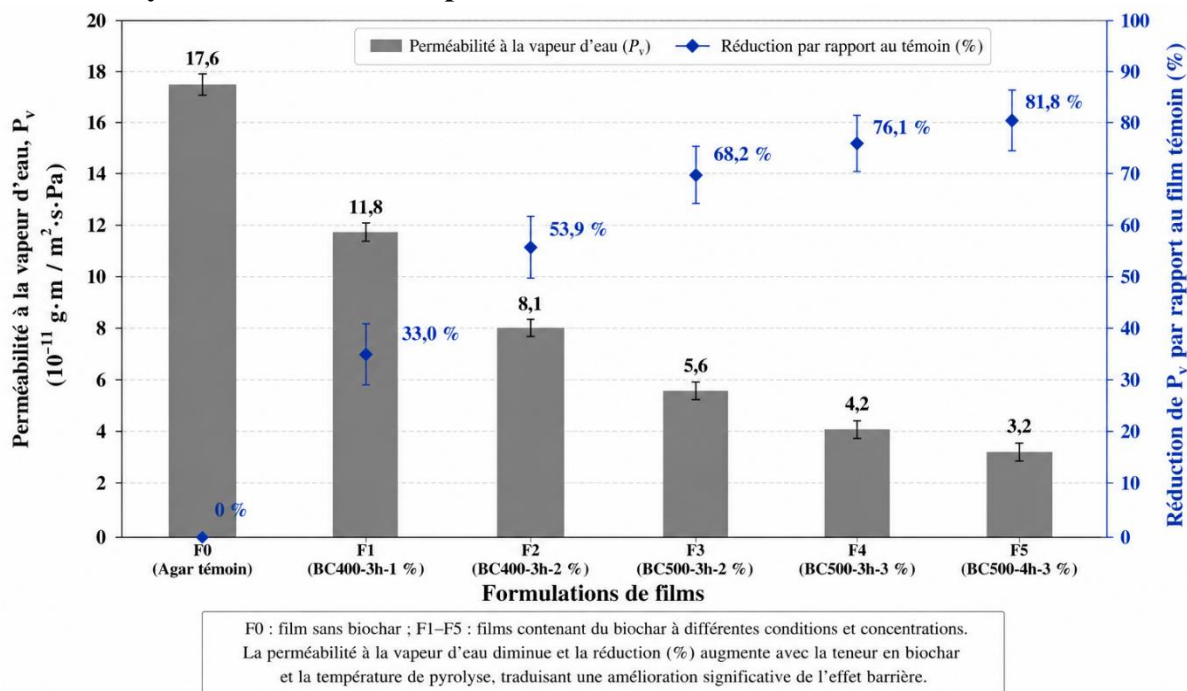


Figure 31: analyse comparative multicritère des propriétés optiques et barrières des différentes formulations de films biodégradables agar-glycérine-biochar.

La **Figure 31** permet de comparer simultanément les performances relatives des différentes formulations.

Le film témoin F0 apparaît comme la formulation la moins performante, caractérisée par une forte transmission lumineuse et une perméabilité élevée à la vapeur d'eau.

Les formulations contenant les biochars préparés à 500 °C présentent globalement les meilleures performances. Elles combinent une forte capacité d'absorption UV, une opacité importante et une réduction significative de la perméabilité.

Cette représentation met également en évidence l'existence d'un compromis entre les différents paramètres étudiés. Une formulation optimale doit présenter simultanément une bonne protection UV, une faible transmission lumineuse et de bonnes propriétés barrières.

3.4 Sélection de la formulation optimale

L'analyse globale des résultats montre que la formulation BC500-3h-3 % présente le meilleur compromis entre les différentes propriétés étudiées.

Cette formulation se distingue par :

- Une absorbance UV élevée (0,146) ;
- Une faible transmission lumineuse (69,3 %) ;
- Une opacité importante (1,352) ;
- La plus faible perméabilité à la vapeur d'eau ($3,867 \times 10^{-3}$ g.cm⁻².h⁻¹).

Bien que la formulation BC500-4h-3 % présente une absorbance UV supérieure, elle montre une perméabilité légèrement plus élevée. À l'inverse, BC500-3h-3 % combine simultanément les meilleures performances optiques et barrières.

Ces caractéristiques sont particulièrement adaptées aux applications de paillage agricole où l'objectif est de limiter la pénétration de la lumière tout en réduisant les pertes d'eau du sol.

Par conséquent, la formulation BC500-3h-3 % a été retenue comme formulation optimale pour les applications envisagées et servira de référence pour l'interprétation des mécanismes d'amélioration des propriétés des films développés dans cette étude.

4 Mécanismes d'amélioration des propriétés des films biodégradables par le biochar

L'amélioration simultanée des propriétés optiques et barrières observée après incorporation du biochar dans la matrice agar–glycérine suggère l'existence de plusieurs mécanismes physiques et physicochimiques agissant à différentes échelles. Les performances obtenues résultent non seulement des caractéristiques intrinsèques du biochar mais également des interactions développées entre les particules carbonées et la matrice polymérique.

Le schéma mécanistique proposé est présenté dans la **Figure 32**.

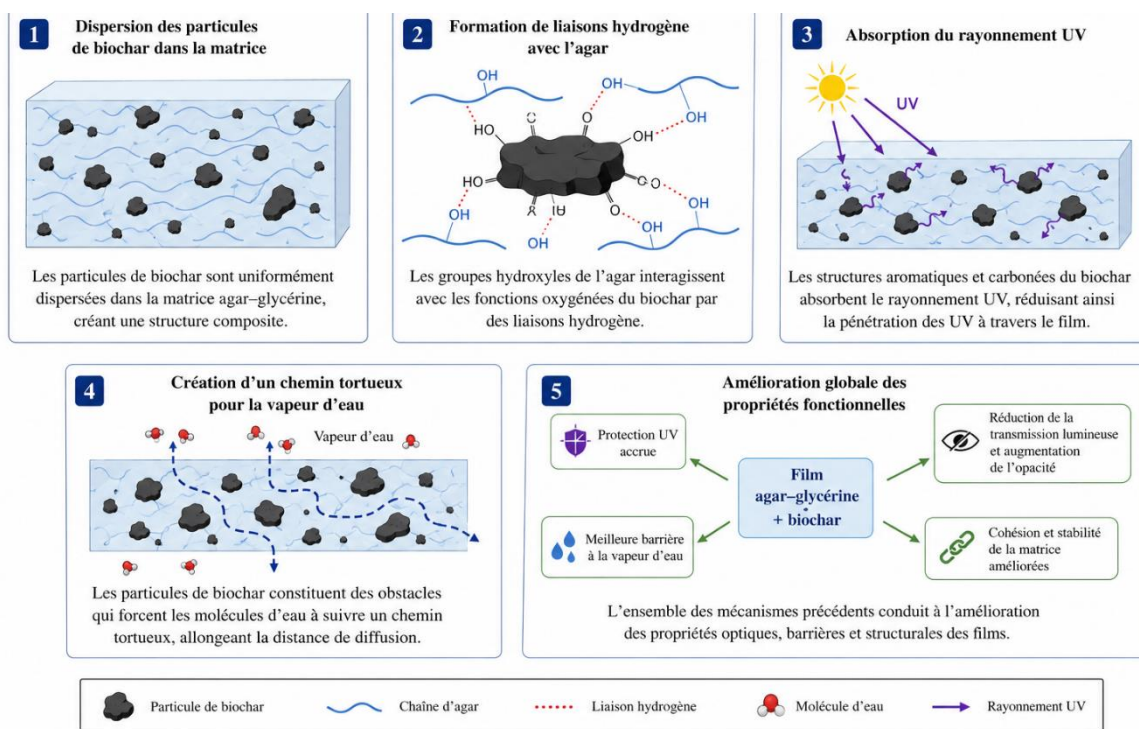


Figure 32: mécanismes du biochar dans les films biodégradables agar-glycérine : dispersion des particules, interactions avec la matrice polymérique, absorption du rayonnement UV, augmentation de la tortuosité du chemin de diffusion et amélioration globale des propriétés fonctionnelles.

4.1 Influence du degré de carbonisation du biochar

Les résultats obtenus dans la section 3.1 ont montré que l'augmentation de la température de pyrolyse entraîne une diminution du rendement de carbonisation, une augmentation du pH et une coloration plus sombre des biochars. Ces modifications traduisent une transformation progressive de la biomasse lignocellulosique en une structure carbonée plus stable et plus aromatique.

À haute température, les réactions de déshydratation, de décarboxylation et de condensation aromatique conduisent à la formation de domaines riches en carbone conjugué. Ces structures possèdent des propriétés optiques particulières qui leur permettent d'absorber efficacement le rayonnement ultraviolet.

Les biochars obtenus à 500 °C présentent ainsi un degré de carbonisation plus élevé que ceux produits à 300 °C, ce qui explique leur plus grande efficacité dans l'amélioration des propriétés optiques des films.

Selon Lehmann et Joseph (2015), l'augmentation du degré de carbonisation constitue l'un des principaux facteurs responsables de l'amélioration des propriétés fonctionnelles des biochars utilisés dans les matériaux composites.

4.2 Mécanisme d'absorption du rayonnement ultraviolet

L'augmentation de l'absorbance UV observée dans les sections 3.2.1 et 3.2.2 est principalement attribuée à la présence de structures aromatiques condensées au sein du biochar.

Ces structures contiennent des systèmes électroniques conjugués capables d'absorber l'énergie lumineuse par des transitions électroniques de type $\pi-\pi^*$. Lorsque le rayonnement ultraviolet atteint la surface du film, une partie importante de cette énergie est absorbée par les particules carbonées dispersées dans la matrice.

Parallèlement à l'absorption, une partie du rayonnement est diffusée et réfléchi aux interfaces biochar-polymère, ce qui contribue à réduire davantage la transmission lumineuse du matériau. Ce double mécanisme explique l'augmentation simultanée de l'absorbance UV et de l'opacité observée pour les formulations contenant les biochars les plus carbonisés.

Des résultats similaires ont été rapportés par George et al. (2022) pour des biocomposites renforcés par des charges carbonées à base de biochar et de graphène.

4.3 Interaction entre le biochar et la matrice agar-glycérine

La matrice polymérique utilisée dans cette étude est principalement constituée d'agar, un polysaccharide riche en groupements hydroxyles ($-\text{OH}$), et de glycérine utilisée comme plastifiant.

Le biochar produit à partir des noyaux de dattes conserve à sa surface différentes fonctions oxygénées telles que :

- Groupes hydroxyles ;
- Groupes carbonyles ;
- Groupes carboxyliques résiduels.

Ces fonctions peuvent interagir avec les chaînes d'agar par l'intermédiaire de liaisons hydrogène.

La formation de ces interactions favorise :

- Une meilleure dispersion des particules ;
- Une augmentation de la cohésion de la matrice ;
- Une réduction du volume libre disponible pour la diffusion des molécules d'eau.

Ces interactions interfaciales contribuent directement à l'amélioration des propriétés barrières observées expérimentalement.

Un comportement similaire a été observé dans plusieurs systèmes à base d'amidon, de chitosane ou d'alginate renforcés par du biochar (Das et al., 2021).

4.4 Mécanisme d'amélioration des propriétés barrières

La réduction de la perméabilité à la vapeur d'eau constitue l'un des résultats les plus importants obtenus dans cette étude.

Cette amélioration peut être expliquée par le modèle du chemin tortueux (tortuous pathway model), largement utilisé pour décrire les mécanismes de diffusion dans les matériaux composites.

Comme illustré dans la **Figure 32**, les particules de biochar dispersées dans la matrice polymérique agissent comme des obstacles physiques au déplacement des molécules d'eau.

Au lieu de traverser directement le film, les molécules doivent contourner les particules carbonées, ce qui augmente :

- La distance effective de diffusion ;
- Le temps de transfert ;
- La résistance globale au passage de la vapeur d'eau.

Plus la dispersion du biochar est homogène, plus cet effet barrière devient important.

Ce mécanisme explique la diminution de près de 40 % de la perméabilité observée pour la formulation optimale BC500-3h-3 %.

4.5 Conséquences agronomiques potentielles

Les propriétés développées par les films renforcés au biochar présentent plusieurs avantages pour les applications de paillage agricole.

L'augmentation de l'opacité et la diminution de la transmission lumineuse permettent :

- De limiter la germination des adventices ;
- De réduire la concurrence hydrique ;
- De diminuer l'utilisation d'herbicides.

Par ailleurs, l'amélioration des propriétés barrières contribue à :

- Réduire les pertes d'eau par évaporation ;
- Maintenir une humidité plus stable dans le sol ;
- Améliorer l'efficacité de l'irrigation.

Ces caractéristiques sont particulièrement intéressantes dans les régions semi-arides où la gestion de la ressource hydrique constitue un enjeu majeur.

Le biochar issu des noyaux de dattes apparaît ainsi comme un additif biosourcé capable d'améliorer simultanément plusieurs fonctions essentielles des films biodégradables destinés à l'agriculture durable.

4.6 Synthèse mécanistique

Les résultats obtenus permettent de proposer le mécanisme global suivant :

- Pyrolyse des noyaux de dattes → formation d'un biochar carboné riche en structures aromatiques.
- Dispersion du biochar dans la matrice agar-glycérine → création d'interactions interfaciales par liaisons hydrogène.
- Absorption et diffusion du rayonnement lumineux → augmentation de la protection UV et de l'opacité.
- Création d'un chemin tortueux pour la vapeur d'eau → amélioration des propriétés barrières.
- Amélioration des performances agronomiques potentielles → meilleure conservation de l'humidité et limitation des adventices.

L'ensemble de ces mécanismes explique les performances supérieures observées pour les films contenant les biochars les plus carbonisés, en particulier la formulation BC500-3h-3 %, identifiée comme la formulation optimale de cette étude.

5 BIODÉGRADABILITE DES FILMS AGAR-GLYCERINE-BIOCHAR

5.1 Dégradation rapide des films en conditions de sol

Les essais préliminaires de biodégradation ont été réalisés par enfouissement direct des films biodégradables dans un sol agricole maintenu à humidité naturelle. L'objectif initial était de suivre l'évolution de la dégradation pendant une période de 45 jours, conformément aux protocoles habituellement utilisés pour les matériaux biodégradables destinés aux applications agricoles.

Cependant, les observations expérimentales ont révélé une dégradation extrêmement rapide des films. Lors de la première inspection réalisée après 7 jours d'enfouissement, la quasi-totalité des échantillons avait disparu et aucun film intact n'était récupérable. Afin de mieux caractériser ce phénomène, une seconde série d'observations a été réalisée après seulement 3 jours d'exposition.

Les résultats obtenus ont confirmé une dégradation très avancée dès les premiers jours d'enfouissement. Les films avaient perdu leur cohésion mécanique et présentaient une fragmentation importante, rendant leur récupération difficile.

Des observations complémentaires ont montré que le processus de dégradation débutait dès les premières 24 à 48 heures après la mise en contact avec le sol humide. Après deux jours seulement, les films devenaient fortement ramollis, gonflés et partiellement désintégrés sous l'effet combiné de l'absorption d'eau et de l'activité microbienne.

Figure 33: dégradation des films biodégradables agar–glycérine–biochar après exposition au sol humide pendant 0, 2, 3 et 7 jours.

Cette vitesse de dégradation particulièrement élevée s'explique principalement par la nature hydrophile des constituants du film. L'agar est un polysaccharide fortement hygroscopique capable d'absorber rapidement l'eau du sol. La glycérine utilisée comme plastifiant favorise également la pénétration de l'humidité dans la matrice polymérique.

L'absorption d'eau provoque un gonflement rapide du réseau polymérique suivi d'une solubilisation partielle des constituants organiques. Cette phase facilite ensuite l'action des microorganismes présents dans le sol qui utilisent les polysaccharides comme source de carbone et d'énergie.

Les résultats obtenus indiquent que l'ajout du biochar n'a pas permis de ralentir significativement la biodégradation du matériau. Bien que le biochar contribue à améliorer les propriétés optiques et barrières des films, sa présence n'est pas suffisante pour compenser la forte sensibilité à l'eau de la matrice agar–glycérine.

Des comportements similaires ont été rapportés pour certains films à base d'agar, d'amidon ou de gélatine présentant une forte hydrophilie et une biodégradation accélérée en milieu humide (Rhim et al., 2013 ; Ruggero et al., 2021).

Ces résultats démontrent que les films développés possèdent une excellente biodégradabilité, caractérisée par une décomposition quasi complète en moins d'une semaine. Toutefois, cette vitesse de dégradation apparaît probablement trop élevée pour certaines applications de paillage agricole nécessitant une stabilité fonctionnelle de plusieurs semaines.

L'amélioration de la résistance à l'humidité pourrait constituer une perspective intéressante pour les travaux futurs, notamment par l'utilisation d'agents de réticulation, de mélanges polymériques ou d'un taux plus élevé de biochar.

5.2 Mécanismes responsables de la biodégradation rapide

La dégradation extrêmement rapide observée lors des essais d'enfouissement résulte de la combinaison de plusieurs mécanismes physicochimiques et biologiques agissant simultanément sur la structure des films.

Le premier mécanisme correspond à l'absorption rapide de l'eau par la matrice agar–glycérine. L'agar est un polysaccharide fortement hydrophile contenant un grand nombre de groupements hydroxyles capables d'établir des liaisons hydrogène avec les molécules d'eau. Dès les premières heures d'exposition au sol humide, le film absorbe une quantité importante d'eau, entraînant son gonflement progressif.

Parallèlement, la glycérine utilisée comme plastifiant augmente la mobilité des chaînes polymériques et facilite davantage la diffusion de l'eau au sein de la matrice. Cette pénétration rapide de l'humidité provoque une diminution des interactions intermoléculaires responsables de la cohésion du matériau.

Une fois hydratée, la structure polymérique devient particulièrement vulnérable à l'action des microorganismes naturellement présents dans le sol. Les bactéries et les champignons sécrètent diverses enzymes extracellulaires capables d'hydrolyser les polysaccharides constituant l'agar. Les chaînes polymériques sont progressivement fragmentées en molécules plus petites qui sont ensuite assimilées comme source de carbone et d'énergie.

Le biochar incorporé dans la matrice ne semble pas avoir significativement modifié ce mécanisme. Bien qu'il améliore certaines propriétés fonctionnelles du film, notamment la protection UV et les propriétés barrières, il ne constitue pas une phase continue capable d'empêcher l'infiltration de l'eau ou l'attaque microbienne.

La combinaison de ces phénomènes explique la disparition quasi complète des films en moins d'une semaine. Ce comportement témoigne d'une biodégradabilité particulièrement élevée du matériau développé.

5.3 Limites du matériau et perspectives d'amélioration

Les résultats obtenus démontrent clairement le caractère biodégradable des films agar–glycérine–biochar. Toutefois, la vitesse de dégradation observée apparaît particulièrement élevée pour certaines applications agricoles nécessitant une durée de service de plusieurs semaines.

Dans les conditions expérimentales étudiées, la perte d'intégrité du matériau intervient dès les deux premiers jours d'exposition au sol humide. Cette dégradation précoce peut limiter l'efficacité du film comme matériau de paillage, notamment pour les cultures à cycle moyen ou long.

Cette limitation est principalement liée à la nature fortement hydrophile de la matrice agar–glycérine. Bien que cette caractéristique favorise la biodégradabilité, elle réduit considérablement la stabilité du matériau en environnement humide.

Plusieurs stratégies pourraient être envisagées afin d'améliorer la durée de vie des films :

- Augmentation de la teneur en biochar ;
- Incorporation de biopolymères plus hydrophobes ;
- Utilisation d'agents de réticulation naturels ;
- Traitement thermique des films ;
- Développement de formulations multicouches.

Malgré cette limitation, la dégradation rapide observée peut constituer un avantage dans certaines applications agricoles à court terme, notamment pour les cultures à cycle court ou les systèmes nécessitant une disparition rapide du matériau après utilisation.

Ainsi, les films développés dans cette étude présentent un excellent potentiel environnemental grâce à leur biodégradabilité élevée, tout en ouvrant des perspectives d'optimisation visant à mieux contrôler leur durée de vie en conditions réelles d'utilisation.

3.6. Perspectives d'évaluation agronomique

L'objectif initial de ce travail prévoyait également l'évaluation agronomique des films biodégradables développés, notamment à travers l'étude de leur influence sur la germination des plantes, l'humidité du sol, la température du sol et la croissance végétale.

Cependant, en raison des contraintes de temps liées à la réalisation du présent mémoire, ces essais n'ont pas pu être menés dans des conditions expérimentales satisfaisantes. Les travaux réalisés se sont donc concentrés sur la production du biochar, l'élaboration des films biodégradables ainsi que l'évaluation de leurs propriétés physicochimiques, optiques, barrières et de leur biodégradabilité.

Les résultats obtenus ont néanmoins permis de démontrer le potentiel de ces matériaux pour des applications de paillage agricole. L'amélioration de la protection contre le rayonnement ultraviolet, la réduction de la transmission lumineuse et la diminution de la perméabilité à la vapeur d'eau constituent des caractéristiques particulièrement intéressantes pour une utilisation en agriculture.

Des études complémentaires devront être réalisées afin de valider les performances agronomiques réelles des films développés. Ces investigations pourraient notamment porter sur :

- L'effet des films sur le taux de germination des cultures ;

- L'évolution de l'humidité du sol sous paillage ;
- La régulation thermique du sol ;
- Le contrôle du développement des adventices ;
- La croissance et la productivité des plantes ;
- Le comportement du matériau en conditions réelles de culture.

Ces travaux permettront de confirmer l'intérêt pratique des films agar–glycérine–biochar comme alternative biosourcée et biodégradable aux films plastiques conventionnels utilisés en agriculture.

C'est une approche parfaitement acceptable pour un mémoire de Master et beaucoup plus rigoureuse scientifiquement que de présenter des essais non réalisés. D'ailleurs, le fait que les films se biodégradent en 2 à 3 jours constitue déjà un résultat majeur qui justifie à lui seul une discussion approfondie sur la nécessité d'améliorer leur stabilité avant une application agronomique réelle.

6 Analyse structurale des films biodégradables par diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X (DRX) a été utilisée afin d'évaluer l'influence de l'incorporation du biochar sur l'organisation structurale des films biodégradables à base d'agar et de glycérine. Cette technique permet d'identifier les éventuelles modifications de cristallinité induites par les particules carbonées et d'étudier les interactions entre le biochar et la matrice polymérique.

Les diffractogrammes obtenus pour les différentes formulations sont présentés dans la **Figure 34**.

L'examen des diffractogrammes révèle que l'ensemble des films présente un comportement majoritairement amorphe. Aucun pic de diffraction intense et étroit caractéristique d'une phase cristalline bien développée n'a été observé dans la plage angulaire étudiée. Les spectres sont dominés par une large contribution diffuse comprise approximativement entre 20 et 35° (2 θ), typique des matériaux polysaccharidiques faiblement cristallisés.

Cette structure amorphe est principalement attribuée à la matrice agar–glycérine. L'agar est un polymère naturel dont les chaînes macromoléculaires s'organisent de manière relativement désordonnée après séchage, conduisant à la formation de films présentant généralement une faible cristallinité. La présence de glycérine, utilisée comme plastifiant, augmente davantage la mobilité des chaînes polymériques et limite la formation de domaines cristallins ordonnés.

Les formulations contenant les biochars produits à différentes températures de pyrolyse présentent des profils DRX globalement similaires, indiquant que l'incorporation du biochar n'a pas entraîné de modification majeure de la structure cristalline du matériau. Cette observation suggère que les particules carbonées sont dispersées dans la matrice sans provoquer la formation de nouvelles phases cristallines détectables par diffraction des rayons X.

Toutefois, certaines différences d'intensité peuvent être observées entre les formulations. Les films élaborés à partir des biochars préparés à 500 °C présentent localement une légère augmentation du signal dans la région située entre 28 et 30° (2 θ). Cette évolution peut être attribuée à la présence de domaines carbonés plus condensés résultant du degré de carbonisation plus élevé obtenu lors de la pyrolyse à haute température. Néanmoins, ces variations restent limitées et ne correspondent pas à la formation de structures cristallines bien définies.

Les biochars produits à 300 et 400 °C conduisent également à des profils essentiellement amorphes, indiquant que les conditions de pyrolyse appliquées n'affectent pas significativement l'organisation globale de la matrice polymérique. L'absence de nouveaux pics de diffraction suggère que les améliorations observées précédemment au niveau des propriétés optiques et barrières ne résultent pas d'une augmentation de la cristallinité mais plutôt d'interactions interfaciales entre le biochar et la matrice agar–glycérine.

Cette prédominance de la phase amorphe présente un intérêt particulier pour l'interprétation des résultats de biodégradabilité. Les matériaux amorphes possèdent généralement une plus grande accessibilité à l'eau et aux microorganismes que les polymères fortement cristallins. Les molécules d'eau peuvent pénétrer plus facilement dans la matrice, favorisant le gonflement du matériau et l'attaque enzymatique des chaînes polysaccharidiques. Cette caractéristique pourrait expliquer, au moins en partie, la dégradation extrêmement rapide observée lors des essais d'enfouissement, où les films ont pratiquement disparu après seulement deux à trois jours de contact avec le sol humide.

Les résultats obtenus sont cohérents avec ceux rapportés dans la littérature pour différents films biodégradables à base d'agar, d'amidon ou d'autres biopolymères renforcés par des charges carbonées. Plusieurs auteurs ont montré que l'incorporation de biochar améliore certaines propriétés fonctionnelles des films sans provoquer de modifications importantes de leur structure cristalline (Rhim et al., 2013 ; Das et al., 2021 ; George et al., 2022).

Ainsi, l'analyse DRX confirme que les films élaborés dans cette étude conservent une structure essentiellement amorphe malgré l'incorporation du biochar. Les améliorations des propriétés optiques et barrières observées précédemment semblent donc principalement liées à la dispersion des particules carbonées au sein de la matrice et aux interactions physicochimiques développées à l'interface biochar–polymère.

Table 22: synthèse des observations issues de l'analyse DRX des films biodégradables

Formulation	Domaine principal observé (2 θ)	Nature structurale
BC300-3h-2 %	Large bande diffuse entre 20 et 35°	Amorphe

BC300-4h-3 %	Large bande diffuse entre 20 et 35°	Amorphe
BC400-2h-1 %	Large bande diffuse entre 20 et 35°	Amorphe
BC400-4h-3 %	Large bande diffuse entre 20 et 35°	Amorphe
BC500-3h-2 %	Bande diffuse avec léger renforcement vers 28–30°	Majoritairement amorphe
BC500-4h-3 %	Large bande diffuse entre 20 et 35°	Amorphe

Les observations issues de la diffraction des rayons X confirment donc que les films biodégradables développés possèdent une structure essentiellement amorphe. Cette caractéristique favorise leur biodégradabilité tout en permettant l'amélioration des propriétés fonctionnelles grâce à l'incorporation du biochar. Les résultats DRX complètent ainsi les analyses précédentes et contribuent à une meilleure compréhension des mécanismes responsables du comportement des films élaborés dans cette étude.

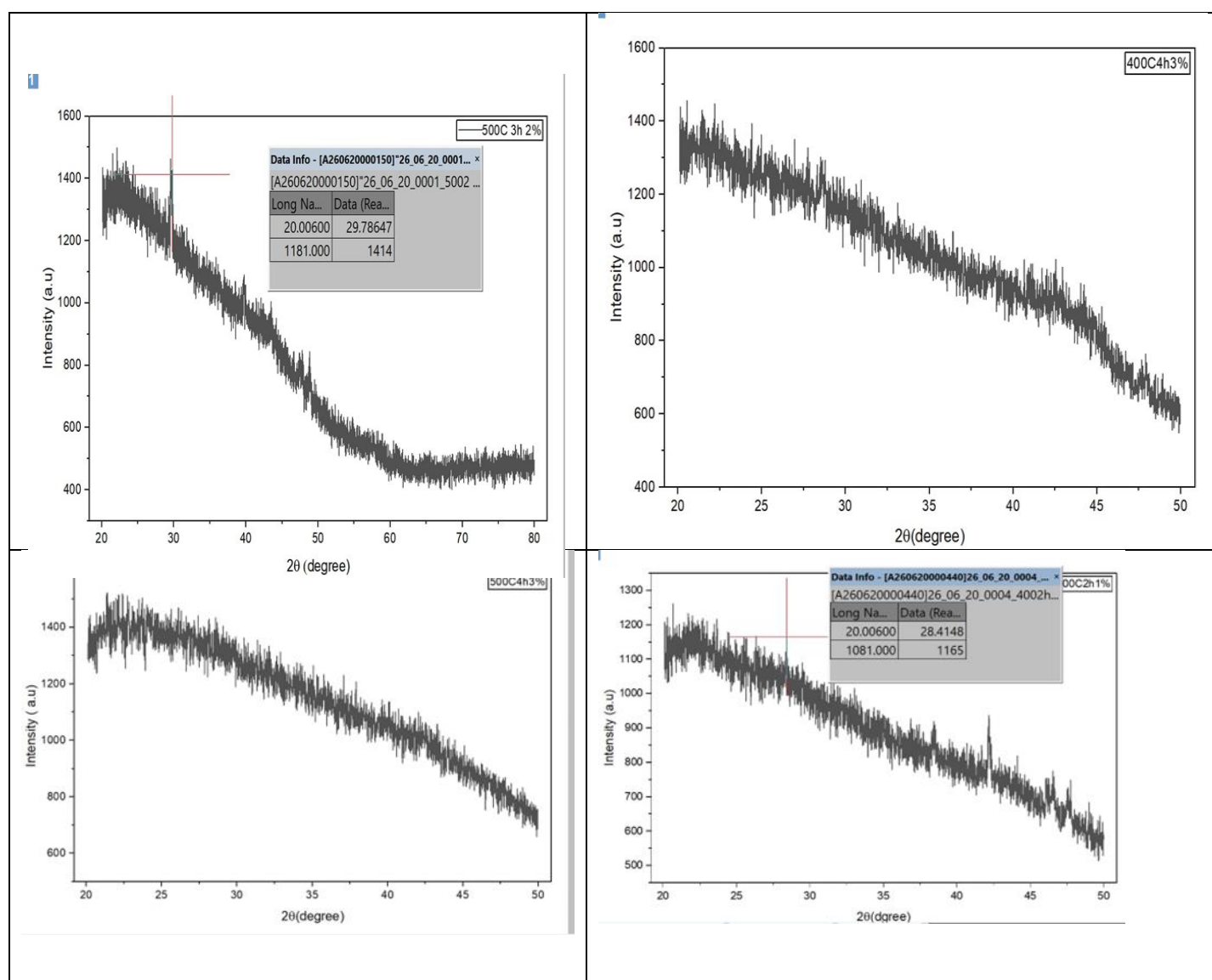


Figure 34: diffractogrammes DRX des films biodégradables agar–glycérine incorporant différents biochars issus de noyaux de dattes préparés sous diverses conditions de pyrolyse : (C) BC400-2h-1 %, (D) BC400-4h-3 %, (E) BC500-3h-2 % et (F) BC500-4h-3 %.

Conclusion générale

CONCLUSION GÉNÉRALE

Le présent mémoire a porté sur l'élaboration et la caractérisation de films biodégradables à base d'agar renforcés par des biochars obtenus à partir de noyaux de dattes soumis à différentes conditions de pyrolyse. Cette étude s'inscrit dans une démarche de valorisation de biomasses agricoles locales et de recherche d'alternatives durables aux plastiques conventionnels utilisés dans les applications agricoles.

La première contribution de ce travail concerne la mise en place d'un protocole expérimental complet permettant la transformation des noyaux de dattes en biochars utilisables comme charges fonctionnelles dans des matrices polymériques biodégradables. Les différentes étapes de préparation de la biomasse, de pyrolyse, de broyage, de tamisage et de stockage ont été optimisées afin d'obtenir des matériaux reproductibles et adaptés à l'élaboration des films.

Les résultats obtenus ont montré que les conditions de pyrolyse influencent significativement les caractéristiques des biochars produits. Les variations observées au niveau du rendement, du pH, de la couleur et des propriétés structurales traduisent l'évolution progressive de la carbonisation avec l'augmentation de la température et du temps de traitement. Ces différences se répercutent directement sur les performances des films élaborés.

L'incorporation du biochar dans la matrice agar-glycérine a permis d'obtenir des films homogènes présentant des propriétés optiques modifiées. Les résultats ont notamment mis en évidence une réduction de la transmission lumineuse et une amélioration de la capacité de protection contre les rayonnements ultraviolets. Ces caractéristiques constituent un avantage potentiel pour des applications de paillage agricole nécessitant une limitation de la pénétration de la lumière et une protection accrue des cultures.

Les analyses structurales réalisées par diffraction des rayons X ont révélé que l'ensemble des films conserve une structure essentiellement amorphe, indépendamment des conditions de pyrolyse utilisées pour la production des biochars. L'absence de phases cristallines marquées suggère que les particules carbonées sont dispersées dans la matrice sans modifier profondément son organisation structurale.

Les essais de biodégradation ont montré une dégradation extrêmement rapide des films en milieu humide. Une perte importante de cohésion a été observée dès les premiers jours d'exposition au sol, conduisant à une disparition quasi complète des films après une courte période d'enfouissement. Ce comportement confirme l'excellente biodégradabilité des matériaux développés mais met également en évidence la nécessité d'améliorer leur stabilité pour certaines applications agricoles nécessitant une durée de service plus longue.

Malgré cette limitation, les résultats obtenus démontrent la faisabilité de la production de films biodégradables à partir d'agar et de biochar de noyaux de dattes. Cette approche présente un double intérêt environnemental puisqu'elle permet simultanément de valoriser un sous-produit agricole abondant et de développer des matériaux susceptibles de réduire la dépendance aux plastiques conventionnels.

Au-delà des résultats obtenus, ce travail a permis d'établir une méthodologie expérimentale complète qui pourra servir de base à de futures recherches dans ce domaine en Algérie. Il constitue ainsi une contribution originale à la valorisation des ressources locales et au développement de matériaux biodégradables biosourcés.

Les perspectives de recherche concernent notamment l'amélioration de la stabilité des films par modification de la formulation, l'étude approfondie de leurs propriétés mécaniques et thermiques, l'évaluation de leur comportement en conditions réelles de culture ainsi que l'exploration d'autres biomasses algériennes pour la production de biochars à haute valeur ajoutée.

Ainsi, ce travail ouvre la voie au développement de nouveaux matériaux biodégradables issus de ressources renouvelables locales et s'inscrit pleinement dans les objectifs de l'économie circulaire et du développement durable.

Références bibliographiques

- Akhir, M., Mustapha, M. (2022). Formulation of Biodegradable Plastic Mulch Film for Agriculture Crop Protection: A Review. *Polymer Reviews*, 62, 890–918.
- Al-Wabel, M. I., Hussain, Q., Usman, A. R. A., Ahmad, M., Abduljabbar, A., Sallam, A., & Ok, Y. S. (2018). Impact of biochar properties on soil conditions and agricultural sustainability: A review. *Land Degradation & Development*, 29, 2124–2161.
- Antal, M.J., Grønli, M., 2003. The art, science, and technology of charcoal production. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 42(8), 1619–1640.
<https://doi.org/10.1021/ie0207919>
- Anunciado, M., Hayes, D., Wadsworth, L., et al. (2021). Effect of Environmental Weathering on Biodegradation of Biodegradable Plastic Mulch Films under Ambient Soil and Composting Conditions. *Journal of Polymers and the Environment*, 29, 2916–2931.
- Arrieta, M. P., López, J., Ferrándiz, S., & Peltzer, M. A. (2014). Characterization of PLA–limonene blends for food packaging applications. *Polymer Testing*, 32, 760–768.
- ASTM D1762-84. Standard Test Method for Chemical Analysis of Wood Charcoal.
- ASTM D3173-11. Standard Test Method for Moisture in the Analysis Sample of Coal and Coke.
- ASTM D5988-18. Standard Test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials in Soil.
- ASTM D618-21. (2021). Standard Practice for Conditioning Plastics for Testing. ASTM International, West Conshohocken, PA, USA.
- ASTM D882-18. Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting.
- ASTM E96/E96M-22. Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials.
- Azeredo, H.M.C. (2009). Nanocomposites for food packaging applications. *Food Research International*, 42, 1240–1253.
- Azeredo, H.M.C., 2009. Nanocomposites for food packaging applications. *Food Research International*, 42(9), 1240–1253. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.03.019>
- Bensidhoum, M., Drouiche, N., Lounici, H., et al. (2023). Production and characterization of biochar derived from agricultural wastes for environmental applications. *Environmental Technology & Innovation*, 31, 103250.
- Bilal, M., et al. (2022). Biodegradable dual-layer Polyhydroxyalkanoate (PHA)/Polycaprolactone (PCL) mulch film for agriculture: Preparation and characterization. *Science of the Environment*, 838, 156065.
- Borello, S., et al. (2023). A Concept of New Generation Films for Haylage Production Which Meets the Condition of the Closed-Loop Material Cycle. *Sustainability*, 15(8), 6789.
- Borreani, G., et al. (2018). Silage conservation: challenges and opportunities for the future. *Grassland Science*, 64(2), 89–101.
- Briassoulis, D., Dejean, C. (2010). Critical review of norms and standards for biodegradable agricultural plastics. *Journal of Polymers and the Environment*, 18, 384–400.
- Campanale, C., Galafassi, S., Di Pippo, F., et al. (2024). A critical review of biodegradable plastic mulch films in agriculture: definitions, scientific background and potential impacts. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 170, 117391.

- Castro-Aguirre, E., Iñiguez-Franco, F., Samsudin, H., et al. (2016). Poly(lactic acid)—mass production, processing, industrial applications, and end of life. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 107, 333–366.
- Chen, Y., et al. (2025). A Lignin-Based Biodegradable Mulch Film with Zn²⁺ Coordination Networks for Sustainable Agriculture. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 13(5), 2345–2356.
- Ciaramitaro, V., et al. (2024). Exploring the Feasibility of Polysaccharide-Based Mulch Films with Controlled Ammonium and Phosphate Ions Release for Sustainable Agriculture. *Polymers*, 16, 567.
- Dada, O., et al. (2025). Towards sustainable agroecosystems: A life cycle assessment review of soil-biodegradable and traditional plastic mulch films. *Environmental Science and Ecotechnology*, 24.
- Das, O., Sarmah, A.K., Bhattacharyya, D., 2021. Biochar reinforced biodegradable polymer composites: A review. *Journal of Cleaner Production*, 294, 126346.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.126346>
- EN 17033:2018. Plastics -- Biodegradable mulch films for use in agriculture and horticulture - Requirements and test methods. CEN.
- Escrig Rondán, C., Sevilla Gil, C., Sanz Fernández, P., et al. (2025). Incorporation of Natural Biostimulants in Biodegradable Mulch Films for Agricultural Applications: Ecotoxicological Evaluation. *Polymers*, 17(22), 3027.
- Faruk, O., et al. (2012). Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Progress in Polymer Science*, 37, 1552–1596.
- Gamage, A., et al. (2022). Applications of Starch Biopolymers for a Sustainable Modern Agriculture. *Sustainability*, 14, 345.
- George, J., Sreekala, M.S., Thomas, S., 2022. Biopolymer composites reinforced with carbonaceous fillers: Recent advances and applications. *Carbohydrate Polymers*, 287, 119341.
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.119341>
- Halley, P., Averous, L. (2014). Green materials for agricultural applications: a review. *Macromolecular Bioscience*, 14, 123–141.
- Hayes, D.G., Flury, M. (2018). Summary and Assessment of EN 17033:2018, a New Standard for Biodegradable Plastic Mulch Films. Report No. EXT-2018-01, University of Tennessee / Washington State University.
- Iamsaard, K., et al. (2024). Does the Incorporation of Biochar into Biodegradable Mulch Films Provide Agricultural Soil Benefits? *Polymers*, 16, 456.
- ISO 17556:2019. Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in soil by measuring oxygen demand or carbon dioxide evolution.
- Jandas, P.J., Mohanty, S., Nayak, S.K. (2013). Sustainability, Compostability, and Specific Microbial Activity on Agricultural Mulch Films Prepared from Poly(lactic acid). *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 52, 17714–17724.
- Kasirajan, S., & Ngouajio, M. (2012). Polyethylene and biodegradable mulches for agricultural applications: A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 32, 501–529.
- Kasirajan, S., Ngouajio, M. (2012). Polyethylene and biodegradable mulches for agricultural applications: a review. *Agronomy for Sustainable Development*, 32, 501–529.

- Kasirajan, S., Ngouajio, M., 2012. Polyethylene and biodegradable mulches for agricultural applications: A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 32(2), 501–529.
<https://doi.org/10.1007/s13593-011-0068-3>
- Kijchavengkul, T., & Auras, R. (2008). Compostability of polymers. *Polymer International*, 57, 793–804.
- Kumar, A., et al. (2025). Biodegradable Poly(butylene adipate-co-terephthalate)/Poly(lactic) Acid Mulch Film with Soy Waste Filler for Improved Biodegradation and Plant Growth. *Journal of Applied Polymer Science*, 142(8), e55012.
- Lee, J., et al. (2026). All-water-based fabrication of biodegradable mulch films from dead leaves via complex hydrogen-bonded networks. *Green Chemistry*, 28, 4449–4465.
- Lehmann, J., & Joseph, S. (2015). *Biochar for Environmental Management: Science, Technology and Implementation*. Routledge.
- Lehmann, J., Joseph, S. (Eds.), 2015. *Biochar for Environmental Management: Science, Technology and Implementation*, 2nd ed. Routledge, London, United Kingdom.
<https://doi.org/10.4324/9780203762264>
- Li, W., et al. (2025). Effects of PBAT biodegradable mulch on lettuce physiology and soil microbial community: Based on a long-term degradation trial. *Science of the Total Environment*, 905, 167890.
- Menossi, M., et al. (2021). Current and emerging biodegradable mulch films based on polysaccharide bio-composites. *Agronomy for Sustainable Development*, 41.
- Merino, D., et al. (2022). PLA composites reinforced with industrial vegetable waste for agricultural mulch films. *Industrial Crops and Products*, 176, 114345.
- Mistretta, M., et al. (2021). Film Blowing of Biodegradable Polymer Nanocomposites for Agricultural Applications. *Macromolecular Materials and Engineering*, 306(5), 2100089.
- Moreno, M. M., Villena, J., Mancebo, I., & Moreno, C. (2017). Agricultural mulch films: Management, benefits and environmental considerations. *Spanish Journal of Agricultural Research*, 15, e03R01.
- Moustakas, K., et al. (2026). Melt-Blended Biodegradable Mulching Films with Zeolite Fillers from Industrial By-Products: A Scalable, Solvent-Free Route for Controlled Zinc Delivery. *Journal of Cleaner Production*, 428, 139456.
- Mujtaba, M., et al. (2023). Lignocellulosic biomass from agricultural waste to the circular economy: A review with focus on biofuels, biocomposites and bioplastics. *Journal of Cleaner Production*, 412, 137654.
- Narancic, T., & O'Connor, K. E. (2019). Plastic waste as a global challenge: Are biodegradable plastics the answer? *Microbiology*, 165, 129–137.
- Naser, A., et al. (2021). Poly(lactic acid) (PLA) and polyhydroxyalkanoates (PHAs), green alternatives to petroleum-based plastics: a review. *RSC Advances*, 11, 17151–17196.
- Pandey, G., et al. (2023). Polymer and photo-selective covers on plant and fruit development: A review. *Agronomy Journal*, 115(2), 456–472.
- Pittarello, M., et al. (2025). Employment of Biodegradable, Short-Life Mulching Film on High-Density Cropping Lettuce in a Mediterranean Environment. *Agriculture*, 15(2), 123.
- Qi, Y., et al. (2020). Macro- and micro-plastics in soil-plant system: Effects of plastic mulch film residues on wheat growth. *Science of the Total Environment*, 645, 1048–1056.

- Rhim, J. W., Park, H. M., & Ha, C. S. (2013). Bio-nanocomposites for food packaging applications. *Progress in Polymer Science*, 38, 1629–1652.
- Rhim, J.W., Park, H.M., Ha, C.S., 2013. Bio-nanocomposites for food packaging applications. *Progress in Polymer Science*, 38(10–11), 1629–1652. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2013.05.008>
- Ruggero, F., Carretti, E., Gori, R., Lotti, T., Lubello, C., 2021. Biodegradation of biodegradable plastics in soil and agricultural environments: A review. *Waste Management*, 136, 58–72. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2021.09.020>
- Salesplastics (2026). Biodegradable Mulch Films with TPS: A High-Performance, Cost-Effective Solution. Technical Review, March 2026.
- Sanyang, M. L., Sapuan, S. M., Jawaid, M., Ishak, M. R., & Sahari, J. (2015). Effect of plasticizer type and concentration on physical properties of biodegradable films based on sugar palm starch. *Polymer Testing*, 37, 78–84.
- Scarascia-Mugnozza, G., et al. (2012). Biodegradable plastics for agricultural applications: a review. *Chemical Engineering Transactions*, 32, 1843–1848.
- Sintim, H. Y., & Flury, M. (2017). Is biodegradable plastic mulch the solution to agriculture's plastic problem? *Environmental Science & Technology*, 51, 1068–1069.
- Somanathan, H., et al. (2022). An update on polyethylene and biodegradable plastic mulch films and their impact on the environment. *Chemosphere*, 307, 135877.
- Steinmetz, Z., et al. (2016). Plastic mulching in agriculture: trading short-term agronomic benefits for long-term soil degradation? *Science of the Total Environment*, 550, 690–705.
- Tan, S., et al. (2022). A Comprehensive Review on the Emerging Roles of Nanofillers and Plasticizers towards Sustainable Starch-Based Bioplastic Fabrication. *Polymers*, 14, 2356.
- Tan, X., Liu, Y., Gu, Y., Xu, Y., Zeng, G., Hu, X., Liu, S., Wang, X., Liu, S., & Li, J. (2017). Biochar-based nano-composites for the decontamination of wastewater: A review. *Bioresource Technology*, 212, 318–333.
- Thrän, J., et al. (2024). Environmental and economic assessment of biodegradable and compostable alternatives for plastic materials in greenhouses. *Waste Management*, 175, 92–100.
- Tomczyk, A., Sokołowska, Z., & Boguta, P. (2020). Biochar physicochemical properties: Pyrolysis temperature and feedstock kind effects. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology*, 19, 191–215.
- Tomczyk, A., Sokołowska, Z., Boguta, P., 2020. Biochar physicochemical properties: Pyrolysis temperature and feedstock kind effects. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology*, 19, 191–215. <https://doi.org/10.1007/s11157-020-09523-3>
- Tripathi, M., Sahu, J. N., & Ganesan, P. (2016). Effect of process parameters on production of biochar from biomass waste through pyrolysis: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 55, 467–481.
- Tripathi, M., Sahu, J.N., Ganesan, P., 2016. Effect of process parameters on production of biochar from biomass waste through pyrolysis: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 55, 467–481. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.10.122>
- Verma, M., et al. (2025). Application of Nanotechnology for Sustainable Agriculture and Food Security Volume 2: Innovations in Pre- and Post-Harvest Crop Management. *ACS Symposium Series*, 1456, 89–112.

- Wang, L., et al. (2022). All-biodegradable soy protein isolate/lignin composite cross-linked by oxidized sucrose as agricultural mulch films for green farming. *International Journal of Biological Macromolecules*, 223, 456–467.
- Wang, Q., et al. (2023). Cost–Benefit Analysis of Mulch Film Management and Its Policy Implications in Northern China. *Journal of Cleaner Production*, 385, 135789.
- Wang, Y., et al. (2025). Rice straw–derived biochar-enriched biodegradable mulch film for enhancing soil organic carbon. *Soil and Tillage Research*, 248, 106456.
- Xiao, F., Zimmerman, A. R., Ahn, M. Y., Gao, B., & Shoemaker, C. A. (2018). Effects of oxidation on the surface and adsorption properties of biochar. *Journal of Environmental Management*, 227, 79–86.
- Yaashikaa, P.R., Kumar, P.S., Varjani, S., Saravanan, A., 2020. A critical review on the biochar production techniques, characterization, stability and applications for circular bioeconomy. *Biotechnology Reports*, 28, e00570. <https://doi.org/10.1016/j.btre.2020.e00570>
- Yang, N., et al. (2015). Plastic film mulching for water-efficient agricultural applications. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 25, 411–433.
- Yu, Y., Velandia, M., Hayes, D.G., et al. (2024). Biodegradable plastics as alternatives for polyethylene mulch films. *Advances in Agronomy*, 183, 121–192.
- Zhang, S., et al. (2023). Lignin-containing biodegradable UV-blocking films: a review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 242, 124568

