

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République algérienne démocratique et populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
جامعة عين تموشنت بلحاج بوشعيب
Université –Ain Temouchent- Belhadj Bouchaïb
Faculté des Sciences et de Technologie
Département de Génie Mécanique



Projet de Fin d'Etudes
Pour l'obtention du diplôme de Master en :
Domaine : Sciences et Technologies
Filière : Génie des procédés
Spécialité : Génie des procédés des matériaux
Thème

**Synthèse, caractérisation et application des biocomposites à base
de polysaccharides et pouzzolane algérienne**

Présenté Par :

1) Melle BOULENOUAR Fatima Zohra

2) Melle SAID Amel

Devant le jury composé de :

Dr Chouat Nadjat MCA UAT.B.B (Ain Temouchent) Présidente

Dr Fekih Nadia MCA UAT.B.B (Ain Temouchent) Examinatrice

Pr Bachir Cherifa Pr UAT.B.B (Ain Temouchent) Encadrante

Année Universitaire 2023/2024

Remerciements

Ce travail a été réalisé au laboratoire de Chimie Appliquée LAC à l'UAT.B.B.
Avant tout, on tient à remercier Dieu le tout puissant de nous avoir donnée la force, la
patience et le courage pour réaliser ce travail.

Nous tenons, à remercier **Mme. BACHIR Cherifa**, Professeur à l'Université
Belhadj Bouchaib Ain Témouchent pour le grand honneur que vous nous avez
fait d'accepter l'encadrement de ce travail. Votre encadrement a toujours
suscité notre profond respect. Nous vous remercions pour votre accueil et vos
conseils.

Nous exprimons notre parfaite gratitude à **Melle. DEHRAOUI FATIHA**,
Enseignante-Vacataire à l'UAT.B.B, qui nous a accompagné dans notre
recherche, nous vous remercions pour votre gentillesse, votre aide précieuse ,
votre patience et vos précieux conseils.

Nous remercions très chaleureusement **Mme CHOUAT**, Maitre de Conférences à
l'Université Belhadj Bouchaib Ain Témouchent, qui nous a fait l'honneur de présider le jury
de ce mémoire.

Nos vifs remerciements à **Mme FEKIH**, Maitre de Conférences à
l'UAT.B.B, qui nous a fait également l'honneur d'examiner notre travail.

Nous exprimons notre gratitude à Melle Draï Ikram, Enseignante-Vacataire à l'UAT.B.B
pour son aide précieuse dans la rédaction du présent mémoire.
Nous adressons nos sincères remerciements à l'équipe de laboratoire de chimie à l'UAT.B.B,
pour l'aide précieuse lors de la réalisation de ce travail.

Enfin toute personne qui a participé de près ou de loin à l'accomplissement de ce mémoire
soit sincèrement remerciée.

Dédicace

Je rends grâce à Dieu de m'avoir donné la santé, le courage et la volonté ainsi que
la conscience d'avoir terminé mes études.

Que ce travail témoigne de mes respects :

A mon exemple éternel, mon soutien moral et source de joie et de bonheur, celui qui s'est
toujours sacrifié pour me voir réussir, que Dieu te protège, à toi mon père.

A la lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon Cœur, ma vie et mon
bonheur, maman que j'adore.

A ma binôme Fatima.

A mes sœurs, la source de mon bonheur ASMA et MERIEM

Que Dieu vous protège pour moi.

A mon seul frère, DJILLALI qui me donne la force d'avancer dans cette vie, Merci
d'être avec moi.

A toute ma famille.

Amel

Dédicace

Je dédie ce mémoire à : Mes chers parents pour tous
les sacrifices consentis, ainsi que pour leur soutien
durant toutes mes années d'études,

Toute ma famille, mes amies Sakina, Hamida et aussi Mes cousines Zohra et Naima

Ma reconnaissance est également formulée envers
tous mes enseignants et tout le personnel de spécialité Génie des procédés des Matériaux.

Fatima

Sommaire

Remerciements	I
Dédicace.....	II
Dédicace.....	III
Liste des figures.....	VII
Liste des tableaux.....	IX
Liste des abréviations.....	X
المخلص	XI
Abstract	XI
Résumé.....	XI
INTRODUCTION GENERALE	1
Références bibliographique	3

CHAPITRE I Eude bibliographique

I.1.Introduction	3
I.2.Biopolymères.....	3
I.2.1. Généralités sur les biopolymères.....	3
I.3. Classifications des biopolymères.....	3
I.4. Propriétés et applications des biopolymères :.....	4
I.4.1. Propriétés.....	4
I.4.2. Applications.....	5
I.5.Polysaccharides :	6
I.5.A.Cellulose	7
A.1 Structure chimique	7
A.2. Propriétés de la cellulose :	8
A.3.Cellulose microcristalline	8
A.3.1. Origine et procédé de fabrication.....	9
A.3.2. Caractéristiques physico-chimiques requises.....	9
A.3.3. Applications	10
I.5.B. Amidon	11
B.1. Composition de l'amidon.....	11
B.2. Structure de l'amidon.....	11

B.3. Propriétés physico-chimiques de l'amidon	12
B.4. Application de l'amidon.....	13
I.6.Pouzzolane :	13
I.6.1. Définition :	13
I.6.2. Types de pouzzolane	14
I.6.2.1. Pouzzolane naturelle.....	14
I.6.2.2. Pouzzolane artificielle	14
I.6.3. Propriétés de la pouzzolane	14
I.6.4. Domaine d'utilisation de la pouzzolane	14
I.7.Biocomposites	15
I.7.1. Matrice.....	16
I.7.1.1.Rôle de la matrice dans les biocomposites	17
I.7.2.Renforts	17
I.7.2.1. Rôle du renfort dans les biocomposites.....	17
I.7.3. Classification des biocomposites.....	18
I.7.4. Caractéristiques des biocomposites.....	18
I.7.5. Applications des biocomposites	19
Références bibliographiques.....	20

CHAPITRE II Méthode et matériels utilisés

II.1. Méthodes	23
II.1.1. Diffraction de rayons X.....	23
II.1.2. Spectroscopie Infrarouge IR.....	23
II.2. Matériaux	24
II.2.1. Pouzzolane algérienne.....	24
II.2.2. Cellulose.....	24
II.2.3. Amidon.....	24
III.3. Caractérisations.....	25
III.3.1. Diffraction de rayons X	25
a.Pouzzolane	25
b.Cellulose microcristalline	26
c.Amidon.....	26
III.3.2.Spectroscopie Infrarouge IR	27
a.Pouzzolane	27

b.Cellulose	28
c.Amidon.....	28
Références bibliographiques.....	30
CHAPITRE III Synthèses et caractérisation des composites	
III.1. Introduction.....	32
III.2. Synthèse des composites.....	32
III.4. Caractérisation des composites	34
III.4.1. Caractérisation des composites par DRX	34
A)Pouzzolane-CMC.....	34
B)Pouzzolane naturelle / Amidon.....	34
III.4.2. Caractérisation des composites par spectroscopie Infrarouge IR	35
A)Pouzzolane naturelle / CMC.....	35
B)Pouzzolane naturelle / Amidon.....	36
III.5. Adsorption du bleu de méthylène	37
III.5.1 Adsorbat.....	37
III.5.2. Adsorbant.....	38
III.5.3. Matériels et méthodologie.....	38
III .5.4. Détermination de λ_{max}	41
III.5.5. Vérification de la loi de Beer-Lambert	41
III.5.6. Effet de la nature du matériau	42
Référencés Bibliographiques.....	44
Conclusion générale.....	45

Liste des figures

Figure I.1 : Classification des biopolymères.....	4
Figure I.2 : Différents motifs de répétition des polysaccharides	6
Figure I.3 : Structure de la cellulose.....	7
Figure I.4 : Représentation de la chaîne de cellulose.....	8
Figure I.5 : Structure moléculaire de la cellulose microcristalline CMC.....	9
Figure I.6 : Structure de l'amidon.....	12
Figure I.7 : Schéma illustratif d'un matériau composite.....	16
Figure I.8 : Les différentes familles de matrice.....	16
Figure I.9 : Les différentes familles de renforts.....	17
Figure II.1 : Poudre de pouzzolane.....	24
Figure II.2 : Poudre de la cellulose microcristalline CMC.....	24
Figure II.3 : Poudre d'amidon.....	25
Figure II.4 : Diffractogramme DRX de la pouzzolane naturelle utilis..é.....	25
Figure II.5 : Diffractogramme DRX de la CMC.....	26
Figure II.6 : Diffractogramme DRX de l'amidon.....	27
Figure II.7 : Le spectre IR de la pouzzolane naturelle utilisée.....	27
Figure II.8 : Le spectre IR de la cellulose	28
Figure II.9 : Le spectre IR de l'amidon.....	29
Figure III.1 : Protocole de synthèse du biocomposite biopolymère.e pouzzolane.....	33
Figure III.2 : les diffractogrammes DRX de la pouzzolane et du composite pouzzolane- CMC.....	34
Figure III.3 :les diffractogramme DRX de la pouzzolane et du composite pouzzolane naturelle /amidon.....	35
Figure III.4 : Spectre IR de la pouzzolane , la CMC et le composite pouzzolane naturelle /cellulose (CMC).....	36
Figure III.5 : Spectre IR de la pouzzolane dela CMC et du composite pouzzolane naturelle / amidon.....	37
Figure III.6 : Courbe d'étalonnage du colorant Bleu de méthylène (BM).....	41
Figure III.7 : Effet de la nature du matériau sur l'adsorption du BM	42

Liste des tableaux

Tableau I.1 : caractéristiques physico-chimiques des celluloses microcristallines.....	10
Tableau I.2 : Principales applications de la CMC	10
Tableau I.3 : teneur en amylose et amylopectine des amidons de différentes sources botaniques.....	11
Tableau III.1 : Principales caractéristiques physico-chimiques de BM.....	38
Tableau III.2 : Effet de la nature du matériau sur l'adsorption du BM.....	42

Liste des abréviations

ADEME : Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie

DP : Degré de polymère

DRX : Diffraction de rayons X

IR : Spectroscopie Infrarouge

CMC : Cellulose microcristalline

IRTF : Spectroscopie Infra Rouge a Transformé de Fourier

UV/VIS : La spectroscopie ultraviolet-visible

PBSA : Polybutylène succinate adipate

PLA : Acide polylactique

PBAT : Polybutylène adipate téréphtalate

ASTM : Anciennement American Society for Testing and Materials

R : Réductrice

NR : Non réductrice

BM : bleu méthylène

المخلص

في هذا العمل طورنا نوعا من المواد المركبة الهجينة المكونة من البوزولان الطبيعي جزائري و بوليمرات حيوية متعددة السكريد (سيليلوز و اميدون). في هذا السياق تم تصنيع مركبات سيليلوز/بوزولان طبيعي و اميدون/بوزولان طبيعي بطريقة بسيطة .

تم إجراء التوصيفات التفصيلية للمركبات و الكواشف الأولية بواسطة حيود الاشعة السينية DRX و التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء IR-FT اظهرت النتائج الحصول على مركبات جديدة ذات خصائص هامة .اي انه كان هناك تفاعل بين السيليلوز و الاميدون و البوزولان الطبيعي

الكلمات المفتاحية: مركب حيوي، بيوبوليمر، سيليلوز، اميدون، البوزولان .

Abstract

The present work focuses on the synthesis of biocomposite based on pozzolan natural algerian and starch/cellulose polysaccharide biopolymers by simple synthesis method. The structural features of the obtained composites as well as the natural materials were investigated through X-ray diffraction and FTIR spectroscopy.

The results confirmed the formation of new composites, as a result of interactions between cellulose, starch and natural pozzolan algerien

Key words: Biocomposite, Biopolymer, Cellulose, starch, natural pozzolan.

Résumé

Dans ce travail, nous avons élaboré des matériaux biocomposites à base de pouzzolane naturelle algérienne contenant associée à des biopolymères de type polysaccharide : la cellulose et l'amidon. Les composites cellulose/pouzzolane et amidon/pouzzolane ont été synthétisés par une simple méthode de synthèse. Les caractérisations structurales des composites et leurs matériaux de départ ont été réalisées par diffraction de rayons X (XRD) et spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Les résultats obtenus montrent l'obtention des nouveaux composites suite aux interactions cellulose-pouzzolane et amidon-pouzzolane

Mots clés : Biocomposite, Biopolymère, cellulose, Amidon, pouzzolane naturelle algérienne

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Du fait que l'homme cherche continuellement à perfectionner les propriétés des matériaux, de nombreuses techniques ont été proposées afin d'obtenir des matériaux correspondants aux critères exigés, parmi ceux, l'incorporation des charges solides au sein du polymère appelées renforts[1,2], Les composites renforcés de fibres naturelles ont donc attiré une attention de plus en plus grande en raison de leur faible coût, leur densité peu élevée, leur biodégradabilité, leur disponibilité, leur facilité de mise en œuvre et leur haut module spécifique, etc... [3].

Dans ce contexte, le travail de ce mémoire porte sur la synthèse et la caractérisation des biocomposites en combinant des polysaccharides (amidon et cellulose) avec de la pouzzolane naturelle algérienne.

L'originalité de notre travail c'est l'utilisation de la pouzzolane naturelle issue du gisement de BOUHAMIDI de la région de Béni-Saf de l'Ouest algérien comme renfort des composite par une méthode de synthèse simple et rapide. Les matériaux naturels comme l'amidon, la cellulose et la pouzzolane sont de plus en plus valorisés pour leurs avantages écologiques et économiques. L'amidon et la cellulose, en tant que biopolymères, sont renouvelables et biodégradables, réduisant ainsi l'impact environnemental par rapport aux polymères synthétiques. Un autre volet de cette recherche est de tester ces matériaux dans l'adsorption d'un colorant polluant classique le bleu de méthylène.

Cette étude, menée sur la synthèse, la caractérisation et l'application des biocomposites à base de polysaccharides et pouzzolane algérienne, se compose de trois chapitres :

- Le premier chapitre présente une revue bibliographique sur l'amidon, la cellulose, la pouzzolane, les biopolymères et les biocomposites. Ce chapitre fournira un aperçu détaillé des matériaux étudiés, de leurs propriétés et de leurs applications potentielles.
- Le deuxième chapitre est consacré à la caractérisation des matériaux de départ par diffraction de rayons X et spectroscopie Infra-rouge.
- Le troisième chapitre est porté sur la synthèse et la caractérisation des biocomposites à base de cellulose-pouzzolane et d'amidon-pouzzolane et l'étude de leur performance pour l'adsorption.

Une conclusion générale sera donnée à la fin du mémoire et par laquelle nous récapitulerons succinctement les différents travaux entrepris dans ce mémoire et mettrons en valeur les principaux résultats obtenus.

Références bibliographique

- [1] A. BOUDET « Voyage au cœur de la matière plastique ». Toulouse. CNRS Editions décembre 2003. 256 p.
- [2] A. SEYNI, « Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à Charge dégradable produits par co-broyage » Thèse de Doctorat , Institut National Polytechnique de Toulouse, France, 2008,190p.
- [3] V.V. DO THI, « Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non », Thèse de Doctorat, Université de Grenoble, France, 2011, 189 p.

CHAPITRE I

Etude bibliographique

I.1.Introduction

Les biopolymères sont des polymères d'origine naturelle, souvent dérivés de matières premières renouvelables telles que l'amidon et la cellulose. En Algérie, l'abondance de ces ressources naturelles suscite un intérêt pour le développement de biocomposites, des matériaux innovants qui combinent des polymères naturels avec d'autres matériaux pour créer des produits durables et respectueux de l'environnement. Les biocomposites à base de bios polymères sont des matériaux avancés qui tirent parti des propriétés uniques des polymères naturels, tels que l'amidon, la cellulose, et d'autres matériaux renouvelables. Ces biopolymères sont souvent combinés avec des charges ou des renforts naturels ou synthétiques pour créer des matériaux composites avec des propriétés spécifiques adaptées à une large gamme d'applications.

I.2.Biopolymères

I .2.1. Généralités sur les biopolymères

Les biopolymères sont des macromolécules constituées d'unités monomères provenant exclusivement d'organismes vivants ou synthétisées à partir de ressources renouvelables. Comme reprise par l'Agence de l'Environnement et de la Maitrise de l'Énergie (ADEME) en France, la définition de biopolymère fait référence aux polymères de la famille des bioproduits. Le terme « bio » indique l'origine biologique des ressources renouvelables employées, et non nécessairement l'utilisation de procédés biotechnologique. Les bioproduits, quant à eux, désignent des produits non alimentaires dérivés de la biomasse (plantes, algues, cultures, arbres, organismes marins et déchets biologiques issus des ménages, de la production alimentaire et la production animale) [1].

I.3. Classifications des biopolymères

Il existe différent type de polymères biodégradables. Avérous [2] a offert une classification des polymères biodégradables en fonction de leur mode de synthèse, la provenance et la nature de la matière première. On trouve quatre grandes catégories (**figure I.1**) :

- Les polymères issus de la biomasse : c'est-à-dire produits à partir d'agro-ressources : ils concernent un coté de polysaccharides tels que l'amidon et ses dérivés, la cellulose, la chitine, le chitosane, la lignine et t d'autre coté des protéines, animales ou végétales.
- Les polymères produits par des micro-organismes et obtenus par extraction : les polyhydroxycanoates.

- Les polymères issus de la biotechnologie : sont les polymères qui sont produits par synthèse classique à base des monomères issus de ressources renouvelables, comme l'acide polylactique.
- Les polymères issus de ressources fossiles : sont obtenus par synthèse classique : il s'agit des polyesters tels que le poly (ϵ -caprolactone), les polyesteramides et les copolymères aliphatiques (PBSA) ou aromatique (PBAT).

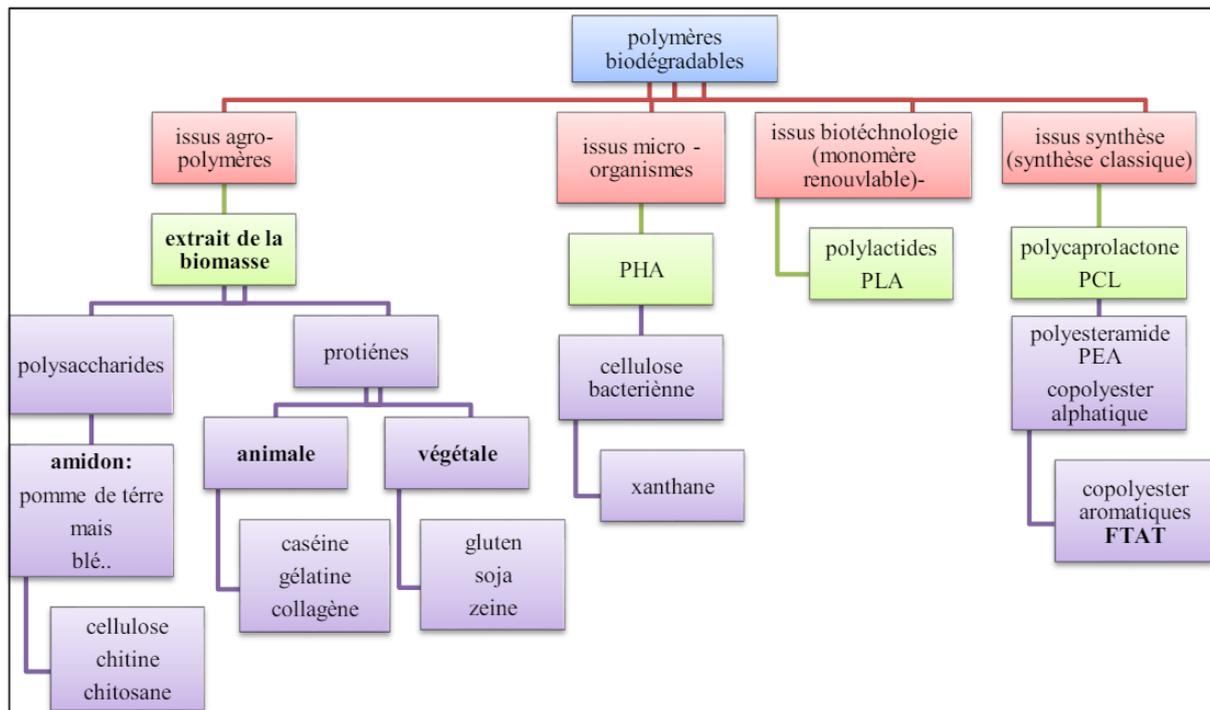


Figure I.1: Classification des biopolymères [3].

I.4. Propriétés et applications des biopolymères :

I.4.1. Propriétés

De par leur structure chimique, les biopolymères présentent des propriétés particulières et intéressantes pour des applications bien spécifiques en industrie plastique. Parmi ces propriétés, on cite :

- Biodégradabilité : la biodégradabilité est la propriété la plus importante pour caractériser l'impact d'un produit organique sur l'environnement. La biodégradabilité est un processus naturel de décomposition de la matière organique. Elle est due à la présence de liaisons facilement clivables comme les liaisons esters ou amides conduisant à la formation de molécules simples et de fragments de plus petite taille [4].

- **Compostabilité** : le compostage est une mise en œuvre contrôlée et optimisée du processus naturel de biodégradation. Aussi, un matériau biodégradable est par définition, toujours compostable. La solution de la compostabilité offre l'avantage de mieux contrôler le processus, en intervenant sur la quantité d'air, le pourcentage d'humidité et la température [5]. L'optimisation du système permet de réduire la durée de compostage de 6 mois à seulement 45 jours. Ainsi, selon la norme ASTM, un matériau compostable doit être susceptible de subir une décomposition biologique aboutissant à la formation d'un compost.
- **Biocompatibilité et biorésorbabilité** : un matériau biocompatible est un matériau qui est capable d'assurer une fonction avec une réponse appropriée et sans effets indésirables sur l'environnement biologique dans lequel il est appelé à fonctionner [5]. En plus de la biocompatibilité, on recherche également pour des applications médicales spécifiques des matériaux biorésorbables pouvant se décomposer tout naturellement dans l'organisme humain pour être remplacés après par un tissu vivant. Les biopolymères se dégradent naturellement dans l'organisme humain par hydrolyse (enzymatique) et libèrent des molécules assimilables et non toxique.
- **Propriétés chimiques** : la présence de fonctions chimiques sur les molécules leur attribue des propriétés particulières et des facilités à réagir avec d'autres molécules. Leur réactivité est due à la présence des fonctions alcool, acide, amine, ou aldéhyde qui réagissent facilement grâce à leur site nucléophile et électrophile [6]. La présence de certaines insaturations et des groupements hydroxydes sur les chaînes alkyles des triglycérides permet leur fonctionnalisation et conduit à la formation de polyuréthanes, polyamides ou polyesters. Dès lors, on peut modifier les propriétés physiques et mécaniques des polymères ainsi que leurs applications.

I.4.2. Applications

Les applications des biopolymères (biodégradables ou durables) sont très diverses. En particulier, les polymères biodégradables sont utilisés dans des domaines très variés tels que l'emballage, l'agriculture, l'automobile et l'électronique . Ils sont également employés pour des applications à forte valeur ajoutée dans le domaine médical, ces applications comportent notamment les implants chirurgicaux, utilisés en chirurgie vasculaire et orthopédique. En ingénierie tissulaire, les biopolyesters sont largement utilisés comme structure poreuse, car ils présentent souvent une bonne résistance et une vitesse de dégradation réglable.

Le secteur de l'agriculture est un autre créneau actuel important pour l'emploi des polymères biodégradables. Le remplacement des films de paillage à partir de polymères conventionnels par des films à base de polymères biodégradables s'impose progressivement. La fonction principale de ces films est de réduire l'évaporation de l'eau et augmenter la température du sol pour favoriser la croissance de jeunes plantes. La biodégradabilité des biopolymères est une propriété très fascinante pour ce secteur ; elle évite la collecte et le traitement parfois onéreux des rebus à effectuer postérieurement des paillis conventionnels. Dans le domaine de l'emballage, les polymères biodégradables offrent une large gamme d'applications. Pour le conditionnement des aliments, on trouve des produits comme, par exemple, les pots de yaourt en PLA, les barquettes destinées aux fruits et légumes, les gobelets jetables, les films et filets pour fruits et légumes... En effet, le PLA présente de bonnes propriétés barrières aux arômes permettant de préserver la qualité de l'aliment [7].

I.5. Polysaccharides :

Les polysaccharides présentent la famille de biopolymères les plus répandus et les plus utilisés. Ils sont constitués de monosaccharides liés entre eux par des liaisons glucidiques, on distingue les homopolysaccharides et les hétéropolysaccharides selon qu'il présente un ou plusieurs types de monosaccharides. Les polysaccharides simples ou complexes synthétisés par des ressources naturelles entrent dans la composition de la plupart des cellules (microbiennes, animales et végétales). Parmi les plus connus, on peut citer la cellulose, l'amidon, la chitine. Ces polysaccharides sont constitués de 100 à 1 000 motifs D-glucopyranose reliés entre eux par des liaisons acétal [8].

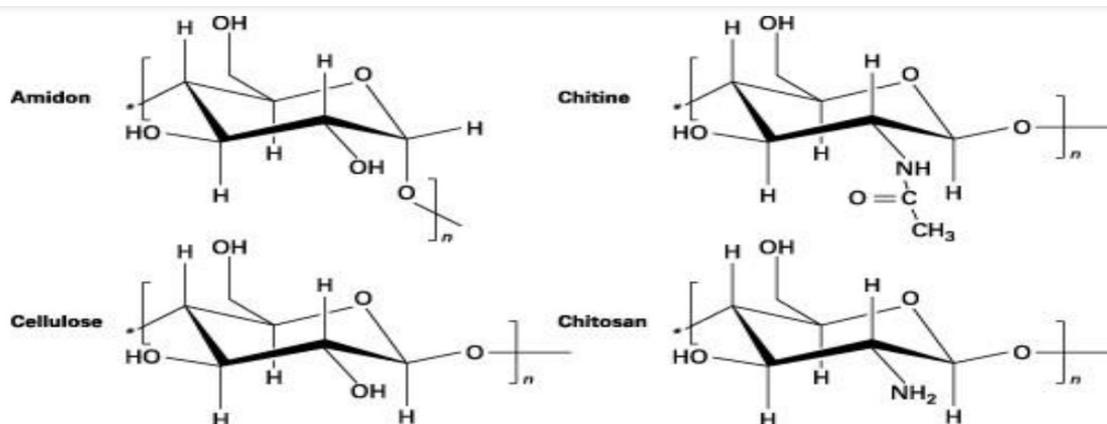


Figure I.2: Différents motifs de répétition des polysaccharides [8].

I.5.A.Cellulose

A.1 Structure chimique

La cellulose est considérée comme le polymère renouvelable le plus abondant sur terre. C'est un homo-polysaccharide linéaire composé d'unités -D-glucopyranose liées entre elles par des liaisons osidiques de type β (1 \rightarrow 4). L'unité répétitive, composée de l'association de deux monomères de glucose (l'un droit, l'autre renversé), est appelée cellobiose. La structure chimique de la molécule est présentée sur **(la Figure I.3)**.

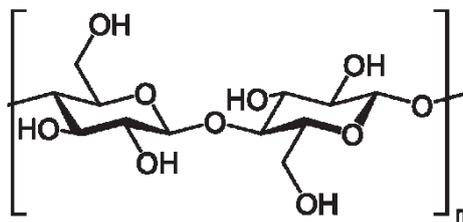


Figure I.3 : structure de la cellobiose

Chaque monomère comporte trois groupes hydroxyle. Grâce à leur capacité à former des liaisons hydrogène, ils jouent un rôle majeur dans les propriétés physiques de la cellulose. La microfibrille de cellulose est l'élément de base de la fibre de cellulose, formée durant la biosynthèse. Les chaînes de poly- -(1-4)-D-glucosyl s'agrègent pour former une fibrille, qui correspond à un assemblage de molécules stabilisées latéralement par des liaisons hydrogène intermoléculaires [9].

En raison de la structure orientée du polymère, les deux extrémités de la chaîne sont différentes et seule l'une d'elle présente un groupe hydroxyle hémiacétalique à propriété réductrice. L'extrémité réductrice (R) du polymère correspond à l'unité glucose dont l'hydroxyle en position anomérique est libre et donc en équilibre avec la forme aldéhyde, contrairement à l'extrémité opposée, dite non réductrice (NR), dans laquelle le groupement hydroxyle anomérique est engagé dans une liaison osidique (Figure I.4) [9].

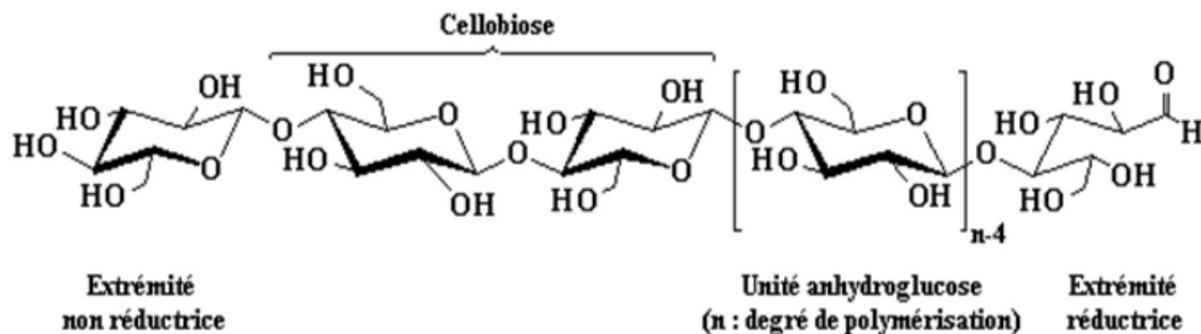


Figure I.4 : Représentation de la chaîne de cellulose.

A.2. Propriétés de la cellulose :

La cellulose présente des propriétés inhabituelles par rapport aux autres polysaccharides grâce à sa structure, et à la forte densité des interactions moléculaires qui se développent entre les chaînes de la macromolécule.

En effet, l'orientation équatoriale des trois groupements hydroxyle du cycle glucopyranose confère au cellulose un caractère hydrophile [10], ainsi elle est sensible à l'eau (absorbe l'eau sans être soluble). Elle est également insoluble à l'état natif dans la plupart des solvants [11], chimiquement stable, et relativement insensible ou résistant à la dégradation chimiques et enzymatiques [12], tout cela est dû à l'établissement d'un grand nombre de liaisons hydrogènes intra- et intermoléculaires au sein de la cellulose.

La cellulose est donc un polymère de structure composée d'un assemblage de microfibrilles de type semi-cristallin. En outre, les zones cristallines vont conférer à la cellulose son importante résistance mécanique, alors que la zone amorphe provoque un gonflement du matériau en présence de solvant [13], et une plastification en présence de l'eau.

A.3. Cellulose microcristalline

Parmi les excipients actuellement disponibles pour la production directe des comprimés, la cellulose microcristalline possède la meilleure comprimabilité (capacité à produire des comprimés résistants) [14].

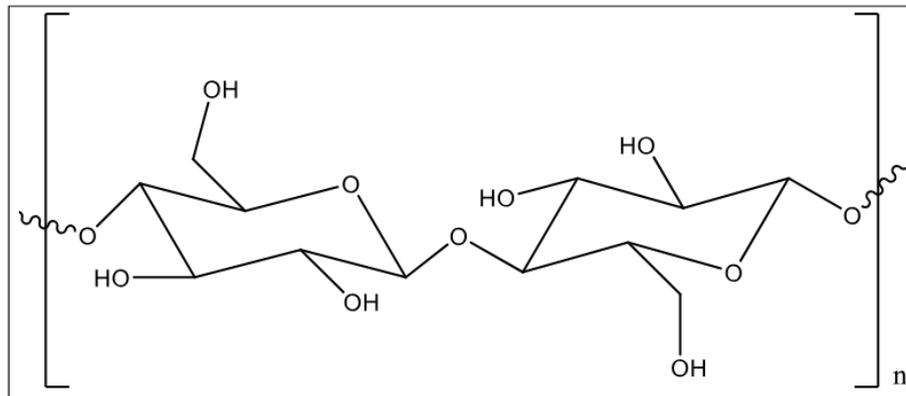


Figure I.5 : Structure moléculaire de la cellulose microcristalline (CMC) [3].

A.3.1. Origine et procédé de fabrication

C'est une cellulose purifiée et partiellement dépolymérisée. Elle est fabriquée par l'hydrolyse contrôlée, avec une solution d'acide minéral dilué, à la température d'ébullition, de l' α – cellulose. La structure fibreuse est ainsi brisée et donne une structure particulière. Ce changement de morphologie est dû à l'hydrolyse préférentielle des chaînes de cellulose dans les parties non organisées donc laissant un haut degré de cristallinité. Cette hydrolyse est suivie de la purification de l'hydrocellulose.

A.3.2. Caractéristiques physico-chimiques requises

La cellulose microcristalline se présente sous la forme d'une poudre blanche ou sensiblement blanche, fine ou granuleuse, inodore, sans saveur.

Sa formule brute est $[C_6H_{10}O_5]_n$ avec $n \approx 220$.

CHAPITRE I : Etude bibliographique

Ses caractéristiques physico-chimiques sont données dans (**le tableau I.1**).

Tableau I.1: Caractéristiques physico-chimiques des celluloses microcristallines

Caractéristiques	
Degré de polymérisation	100 – 200
Masse moléculaire	36000
Taux de cristallinité	53 à 82 % [42]
pH	5,0 – 7,5
Perte à la dessiccation	≤ 6 %
Résidu de calcination	≤ 0,3 %
Substances solubles dans l'eau	≤ 0,25 %
Substances solubles dans l'éther	≤ 0,05 %
Indice de réfraction	1,55
Masse volumique (vraie)	1,512 – 1,668 g/cm ³
Masse volumique (vrac)	0,290 – 0,320 g/cm ³ selon la source
Masse volumique (tassée)	0,350 – 0,450 g/cm ³ selon la source
Solubilité	Pratiquement insoluble dans l'eau, l'acétone, l'éthanol, le toluène, les acides dilués et dans une solution d'hydroxyde de sodium à 50 g/l.
Cendres sulfuriques	≤ 0,1 %
Métaux lourds	≤ 10 ppm

A.3.3. Applications

(**Le tableau. I.2**) résume des principales applications des celluloses microcristallines et le rôle qu'elles jouent sur les propriétés et les performances du produit final [15].

Tableau I.2 : Principales applications de la CMC.

Applications	Fonction de la CMC
Compresse	Liant inerte, diluant, désintégrant, lubrifiant, additif pour l'enrobage sucré.
Suspension	Agent de suspension, stabilisant, agent épaississant.
Emulsions	Emulsifiant, stabilisant.
Chromatographie	Chromatographie de colonne et d'échange ionique ; chromatographie en couche mince ou sur plaque.
Dérivés	Contrôle de la grandeur de particule des dérivés.
Céramiques	Durcissement des vernis.
Alimentation	Matière de remplissage non nutritive pour la réduction de la valeur calorique.
Cosmétiques	Rétention de principes volatils.
Peintures	Contrôle de l'écoulement et la viscosité.

I.5.B. Amidon

L'amidon est un polysaccharide semi-cristallin naturel de plus en plus intéressant pour les utilisations alimentaires et non alimentaires que l'on rencontre dans des végétaux. Les principales sources de production sont les pommes de terre, les céréales et le riz [16, 17].

B.1. Composition de l'amidon

Après extraction et purification des organes de réserve des végétaux supérieurs, l'amidon se présente sous la forme d'une poudre blanche insoluble dans l'eau froide. Selon l'origine végétale, cette poudre est composée d'unités microscopiques, appelées granules d'amidon, d'un diamètre de 2 à 100 μm . Les granules d'amidon ont une structure sphérique avec une orientation radiale moyenne des deux principaux composants macromoléculaires, l'amylose et l'amylopectine [18]. L'amidon contient généralement 20 à 25 % d'amylose et 75 à 80 % d'amylopectine [19] (**Tableau I.3**).

Tableau I.3 : teneur en amylose et amylopectine des amidons de différentes sources botaniques [19].

Source botanique	Amylose (%)	Amylopectine (%)
Mais	28	72
Pomme de terre	21	79
Blé	28	72
Mais cireux	0	100
Amylomais	50-80	50-20
Riz	17	83
Pois	35	65
Manioc	17	83

B.2. Structure de l'amidon

L'amylose est composé d'un réseau linéaire d'unités de maltose qui sont répétées environ 300 fois pour le former soluble dans l'eau avec un degré moyen en nombre de polymérisation supérieur à 100, donc l'amylose est composée d'au moins 100 unités de glucose liées. L'amylopectine est également composée d'unités de maltose, mais la structure est ramifiée, il est composé de centaines de chaînes, ce qui le rend insoluble dans l'eau [20].

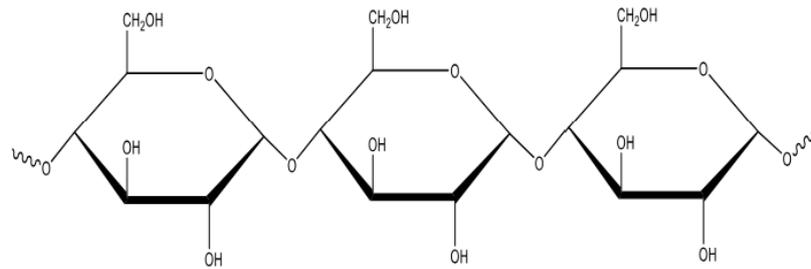


Figure I.6: structure de l'amidon.

B.3. Propriétés physico-chimiques de l'amidon

➤ Propriétés physiques

L'amidon a, comme tout produit, des propriétés physiques qui lui sont propres. Plusieurs facteurs entrent en jeu :

- Influence de la température : l'amidon est insoluble dans l'eau. Il forme, en revanche à chaud (70°C) une solution colloïdale qui épaisse en donnant un gel communément appelé empois.
- Température de gélification : la gélification commence graduellement à partir de 50°C mais est effective ensuite à une température dépendante de l'agitation moléculaire, de la grosseur des grains, de la nature de l'amidon, de l'eau employée et de la concentration en amidon.
- Effet stabilisant : l'épaississement ayant lieu à une température inférieure à celle de la coagulation du jaune d'œuf, les crèmes aux œufs contenant de l'amidon peuvent être portées à ébullition.

➤ Propriétés chimiques

Les amidons sont influencés par trois types d'action : thermique, chimique, Enzymatique.

- Action thermique : elle change la couleur et le goût de l'amidon par dextrinisation.
- Action chimique et enzymatique : les acides entraînent une hydrolyse partielle de l'amidon qui conduit à la formation de dextrans. Le gel formé est moins épais. Cette hydrolyse est accélérée par une augmentation de température. L'amidon peut subir aussi l'action d'enzymes comme des enzymes végétales, ou animales (amylase) ou microbiennes.

➤ Propriétés hydrothermiques

L'amidon est insoluble dans l'eau à température ambiante. A des températures plus élevées, le grain d'amidon passe aux différents états caractéristiques, à température ambiante, l'humidité relative de l'air influence la cristallinité, indiquant par-là la perméabilité du grain

vis-à-vis de l'eau (phénomène de sorption). A une température supérieure à ~ 60 °C, le phénomène d'empesage intervient. Pour terminer, en revenant à température ambiante, il y a gélification par rétrogradation de l'amidon [21].

B.4. Application de l'amidon

L'amidon modifié est utilisé pour un large éventail d'application comme l'extrusion, la production papetière, l'industrie pharmaceutique, la fabrication de colle et pour de nombreux produits alimentaires transformés comme les confiseries, les produits laitiers, la boulangerie, cosmétique, textile, le tissage, les produits extrudés, les pâtes et chapelure, garnitures et glaçages, viande. Dans les dernières années l'amidon est devenu une matière première intéressante pour la production de matières plastiques biodégradables ainsi que pour la production de bioéthanol, en tant que carburant. Néanmoins, dû à leurs valeurs nutritionnelles, les amidons sont surtout utilisés dans l'industrie agroalimentaire car ils exercent une grande influence sur la viscosité, le goût et la texture des produits dans lesquels ils sont incorporés [22].

I.6. Pouzzolane

I.6.1. Définition

Les pouzzolanes proviennent de pouzzoles, nom d'une ville italienne. Elles sont des roches d'origine magmatiques (pyroclastites) projetées dans l'atmosphère au cours des éruptions volcaniques. Le refroidissement rapide de ces roches applique un effet de trempe au magma, ce qui explique la présence de verre volcanique, matière amorphe non cristallisée, composants majeurs dans ces roches volcaniques ainsi que d'autres minéraux tels que : feldspath, pyroxène, olivine, etc. Selon la norme européenne ENV 197-1, les pouzzolanes naturelles sont définies comme étant des matériaux d'origine volcanique (verre volcanique, ponce, rhyolite, tuf, etc.) ou bien des roches sédimentaires (diatomites, gaize, spongolites) ainsi que des argiles et des schistes activés thermiquement.

Les pouzzolanes naturelles sont siliceux ou siliceux-alumineux composées de silice (SiO_2), d'alumine (Al_2O_3), et d'oxyde de fer (Fe_2O_3) [23].

La pouzzolane naturelle ne possède par lui-même aucune ou à peu près aucune valeur liante mais qui, sous forme de poudre très fine et en présence d'humidité, réagit chimiquement avec l'hydroxyde de calcium à des températures ordinaires pour former des composés possédant des propriétés liantes [23].

I.6.2. Types de pouzzolane

I.6.2.1. Pouzzolane naturelle

Les pouzzolanes naturelles sont des matériaux d'origine naturelle qui peuvent avoir été calcinées dans un four ou transformées, puis broyées pour obtenir une fine poudre [24].

➤ Leurs compositions chimiques :

- SiO_2 : 43 à 55%.
- Al_2O_3 : 12 à 24%.
- Fe_2O_3 : 8 à 20 % [25].

I.6.2.2. Pouzzolane artificielle

Les pouzzolanes artificielles sont toute matière essentiellement composée de silice, d'alumine et d'oxyde de fer ayant subi un traitement thermique pour lui assurer des propriétés pouzzolaniques. Elles sont des déchets des différentes industries [24].

I.6.3. Propriétés de la pouzzolane

Les pouzzolanes sont des roches " acides " ayant des teneurs élevées en silice et en alumine (entre 70 et 80% pour les deux composants ensemble), puis en fer, en alcalins, en magnésie et en chaux.

- Propriétés hydrauliques : La pouzzolane est capable de réagir en présence d'eau avec de l'hydroxyde de chaux pour donner naissance à des nouveaux composés, stable, peu solubles dans l'eau et possédant des propriétés liantes [26].
- Propriétés physiques de remplissage : La pouzzolane joue un rôle de remplissage des pores des produits hydratés et de correcteurs granulaires, ce qui améliore la compacité et diminue la perméabilité. L'Algérie possède une quantité appréciable de matériaux pouzzolaniques d'origine volcanique qui s'étend de façon sporadique le long de 160 km entre la frontière Algéro-Marocaine et le Sahel d'Oran.

I.6.4. Domaine d'utilisation de la pouzzolane

Les études et les essais industriels ont démontré la diversité de son utilisation [27] :

- Dans la fabrication du ciment : la pouzzolane est fournie principalement aux cimenteries pour être utilisée autant qu'ajout actif au clinker. L'hiver, elle sert pour le sablage des routes verglacées.
- Dans les travaux publics : elle est utilisée comme matériaux de remblais légers pour la réalisation des terrains de sport, pistes d'athlétismes, amendement de terrains gazonnés.

- Dans l'industrie : additionnée au ciment elle permet la confection de béton léger, elle peut être aussi utilisée pour la fabrication des parpaings et hourdis légers, elle possède des propriétés intéressantes pour l'isolation thermique et phonique.
- Dans l'agriculture : elle sert directement pour le drainage des sols (amendement physiques des sols argileux) la confection de terreaux, la fixation de plantes en conteneurs et les cultures hors sol.
- Elle est aussi utilisée comme filtre d'eau potable ou lits bactériens pour les stations d'épuration, elle est dotée d'un pouvoir décolorant des eaux usées à cause de sa structure poreuse, c'est ça qui nous intéresse, elle est aussi utilisée pour la fertilisation des sols et dans des autres domaines comme la fabrication de meules pour polissage, la fabrication des bouts d'allumettes, la fabrication des produits cosmétique.

I.7. Biocomposites

De nos jours, les matériaux composites à base de ressources renouvelables font l'objet d'une attention accrue en raison de leur importance économique, environnementale et thermique ainsi que de leurs applications diverses.

Un "bio-composite" est un matériau composite dans lequel au moins l'une des composantes, soit la matrice soit le renfort, est fabriquée à partir de ressources renouvelables, comme les fibres naturelles ou les bios polymères.

La recherche sur les bio-composites est principalement axée sur le développement de propriétés thermiques élevées. Toutefois, l'utilisation limitée des bio polymères en raison de leur stade de développement précoce, de la variabilité des propriétés des fibres et des défis associés au traitement des composites ont entravé leurs performances et limité leur capacité à rivaliser avec les matériaux composites synthétiques traditionnels.

Malgré ces défis, les bio-composites présentent des avantages évidents en termes de propriétés thermiques et acoustiques, ce qui a incité à de nouveaux efforts pour développer de nouveaux matériaux et améliorer les propriétés des bio-composites existants. Des progrès continus dans ce domaine peuvent conduire à une industrie de bio-composites performante, respectueuse de l'environnement et économiquement viable [28].

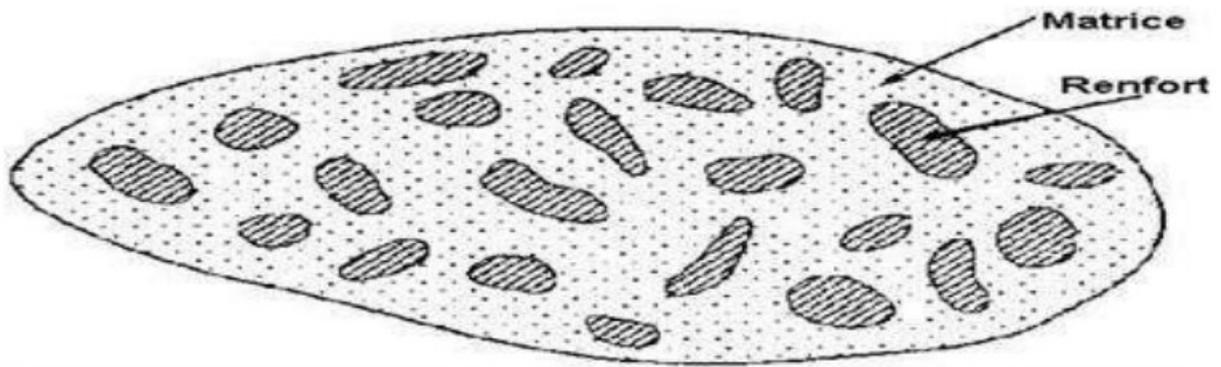


Figure I.7 : Schéma illustratif d'un matériau composite [28].

I.7.1. Matrice

La matrice joue un rôle crucial dans les matériaux composites en liant les fibres renforts ensemble, en répartissant les contraintes subies par le matériau, en fournissant une protection chimique à la structure et en aidant à donner la forme désirée au produit final. Dans de nombreux cas, les matériaux composites sont composés d'une matrice en résine polymère. Il existe de nombreux types de résines polymères, chacun ayant des domaines d'utilisation spécifiques [28].

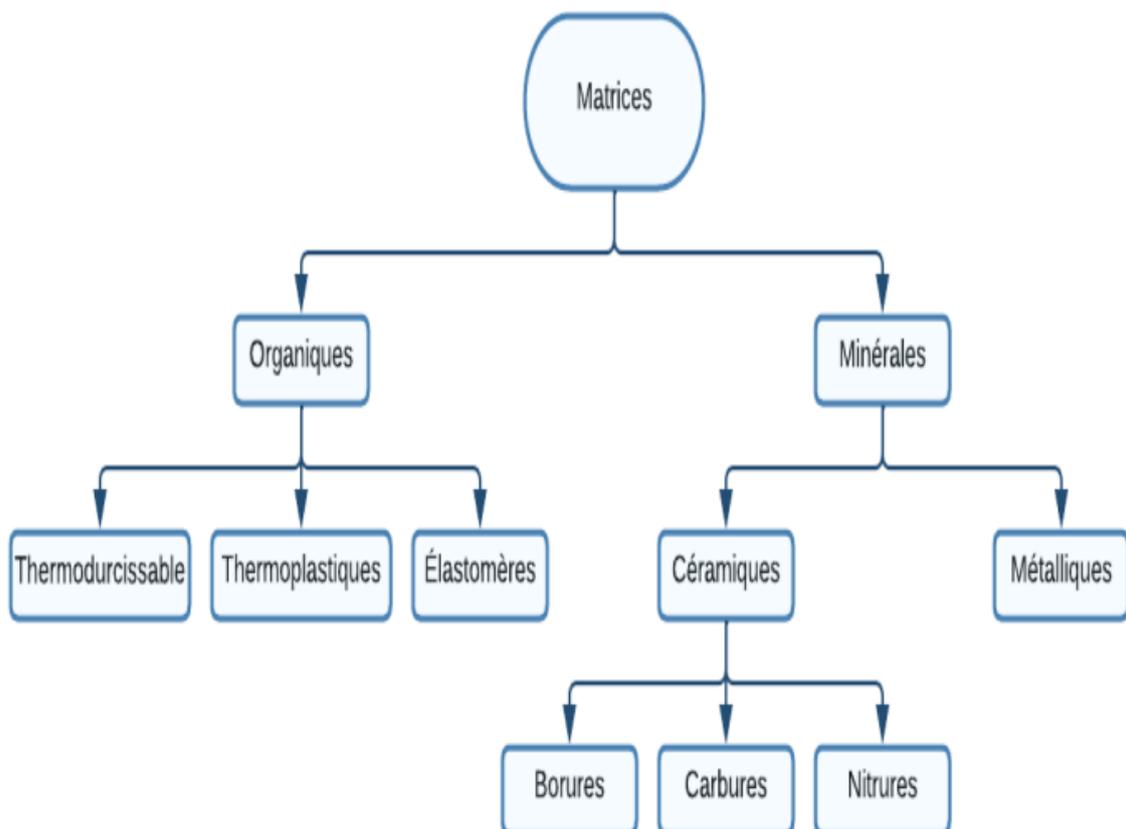


Figure I.8: Les différentes familles de matrice.

I.7.1.1. Rôle de la matrice dans les biocomposites

Les matrices jouent un rôle important dans la structure des matériaux composites :

- elles maintiennent la disposition géométrique des fibres
- elles apportent au composite ses caractéristiques chimiques et thermiques
- elles répartissent les efforts (résistance à la compression ou à la flexion)
- elles assurent la protection chimique des renforts [29].

I.7.2. Renforts

Les renforts sont essentiels pour les propriétés mécaniques des matériaux composites, et il existe de nombreux types de fibres disponibles sur le marché, chacune ayant un coût de revient différent pour la structure finale. [28]

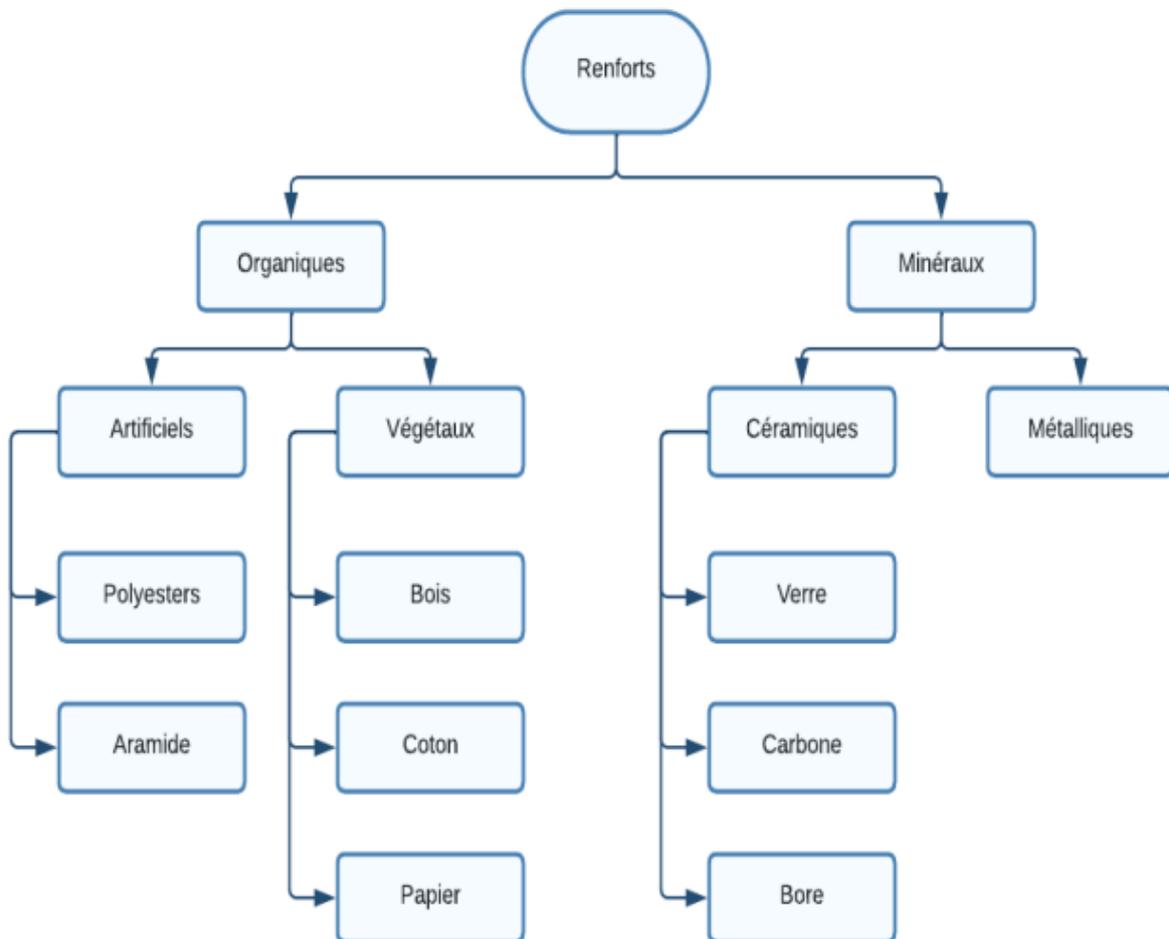


Figure I.9 : Les différentes familles de renforts [28].

I.7.2.1. Rôle du renfort dans les biocomposites

- Les renforts contribuent à améliorer la tenue mécanique à la traction et la rigidité des matériaux.

- L'orientation des fibres du renfort permet de moduler les propriétés mécaniques et de contrôler l'anisotropie du matériau : cette possibilité finie par une conception et une fabrication adaptées aux propriétés souhaitées.
- Les particules du renfort sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux tels que : la dureté, la conductivité électrique.....etc [29].

I.7.3. Classification des biocomposites

On peut distinguer trois catégories de biocomposites [30] :

- Biocomposites à matrice synthétique et renfort naturel.
- Biocomposites à matrice naturelle et renfort synthétique.
- Biocomposites à matrice et renfort naturels.

I.7.4. Caractéristiques des biocomposites

De nombreux projets de recherche visent à développer des biocomposites dotés de propriétés mécaniques élevées. Toutefois, en raison de l'imaturité des biopolymères, de la variabilité des propriétés des fibres et des difficultés de traitement des composites, leurs performances ont été limitées, ce qui les empêche de rivaliser avec les matériaux composites synthétiques conventionnels. Cependant, les avantages environnementaux indéniables des biocomposites ont stimulé de nouvelles tentatives de création de nouveaux matériaux ainsi que de définition et d'amélioration des caractéristiques des matériaux biocomposites déjà créés. Grâce à ces progrès constants, le secteur des biocomposites devrait être prospère, écologiquement inoffensif et économiquement stable [31].

Parmi ces propriétés :

- Propriétés mécaniques ;
 - Performance mécanique : rigidité moyenne-élevée et excellente résistance aux chocs.
 - Propriétés de déformation.
 - Stabilité dimensionnelle.
- Isolation acoustique ;
- Légèreté ;
 - Réduction de l'épaisseur et du poids.
- Respect de l'environnement ;
 - Utilisation de ressources naturelles et locales.
 - Réduction de l'empreinte carbone.
 - Réduction de la toxicité des matériaux.

- Fin de vie (biodégradabilité / recyclabilité).
- Fabrication ;
 - Excellente thermoformabilité.
 - Réduction des coûts énergétiques de production.
 - Réduction des coûts.
- Esthétique [32].

I.7.5. Applications des biocomposites

Généralement, les biocomposites ont de bonnes propriétés mécaniques et thermiques qui dépendent fortement des constituants utilisés. Les bioplastiques peuvent être utilisés dans différentes applications, nous citons quelques-unes :

- Le secteur des emballages : sous forme d'emballage alimentaire, sacs-poubelles, sacs de caisse, sacs fruits et légumes, couverts, gobelets, boîtes etc.
- Produits d'hygiène et cosmétiques : des bioplastiques peuvent être incorporés dans des produits variés : cotons-tiges, couches et produits d'hygiène.
- Applications agricoles : utilisés comme de films de paillage biodégradables, pots de culture, agrafes pour les plantes et comme sacs à compost.
- Secteur automobile : les bioplastiques peuvent aussi servir de composant pour des pneumatiques de véhicules ou entrer dans la fabrication de pièces automobiles.
- Applications diverses : des applications à durées de vie variables, sont également disponibles, comme des liens de parachutes, des manches de couteaux suisses, des coques de téléphone [33].

Références bibliographiques

- [1] R. Megherbi, Polycopie de cours sur les biopolymère. Université des Sciences et Technologies d'Oran, 2021.
- [2] L. Averous, "Biodegradable multiphase systems based on plasticized starch: a review," *Journal of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews*, vol. 44, no. 3, pp. 231-274, 2004.
- [3] I. DRAI and M. BOUATOUICHE, Caractérisations des composites Pani-Cellulose Microcristalline : Analyse thermique, mesures texturales et morphologiques. Mémoire de Master, Centre Universitaire Belhadj Bouchaib, Aïn-Témouchent, 2020.
- [4] A. Ojito Betancourt, Analyse, extraction et récupération de Poly-3-Hydroxybutyrate présent dans la biomasse. Mémoire de master en chimie, Université de Québec, Montréal, 2008.
- [5] N. Quelenis, Les bioplastiques, caractéristiques et réglementation. Fiche Technique, 2008.
- [6] H. Rabetalika, M. Paquot, and P. DuBois, Les polymères issus du végétal : matériaux à propriétés spécifiques pour des applications ciblées en industrie plastique. Service des matériaux polymères et composites, Université de Mons Hainaut, Belgique, 2006.
- [7] F. Walha, Élaboration de mélanges à base de Bio-polymères : Étude des corrélations entre structure, propriétés et transformation. Thèse de doctorat, Université de Lyon, 2017.
- [8] F. Badaoui, Comportement rhéologique de solutions de biopolymères. Application au Chitosane, au Poly (vinyle alcool) et à leur mélanges. Mémoire de Magister, Université M'Hamed Bougara-Boumerdès, 2012.
- [9] O. Pras, Utilisation de cellulose pour l'élaboration de matériaux photoluminescents ou conducteurs. Thèse de doctorat, Université de Grenoble, 2011.
- [10] J. Rebiere, Nouvelle méthodologie pour la caractérisation de distributions de masses molaires d'échantillons cellulose complexes. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2017.
- [11] M. Ragoubi, Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne. Thèse de doctorat, Nancy 1, 2010.

- [12] A. Mogni, Fractionnement des complexes lignine-polysaccharides issus de différentes biomasses lignocellulosiques par extrusion bi-vis et séparation chromatographique. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2015.
- [13] A. Lepetit, Élaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène. Thèse de doctorat, Université du Québec à Trois-Rivières, 2017.
- [14] J. Ribet, Fonctionnalisation des excipients : Application à la compressibilité des celluloses et des saccharoses. Thèse de doctorat, Université de Limoges, 2003.
- [15] J. Reguant and M. Rinaudo, Étude bibliographique sur les matériaux issus de la biomasse végétale. Étude co-financée par Agrice (Ademe), CERMAV-CNRS, BP 53, 38041 Grenoble Cedex 9, France, 1999.
- [16] S. A. Bahrani, Modification des propriétés physico-chimiques de l'amidon par procédés hydrothermiques : Contribution à l'étude des transferts couplés chaleur-masse. Thèse de doctorat, Université de La Rochelle, 2012.
- [17] D. Nouani, Étude des polymères biodégradables. Mémoire de Master, École Nationale Polytechnique, Alger, 2016.
- [18] Z. Boukerkour, Synthèse de bioplastique à partir de l'amidon (Synthèse bibliographique). Mémoire de master, Université Echahid Hamma Lakhdar d'El-Oued, 2022.
- [19] J.-L. Wertz, L'amidon et le PLA : deux bio-polymères sur le marché. Note de synthèse, Document FARR-Wal, 2011.
- [20] F. Badaoui, Comportement rhéologique de solutions de biopolymères : application au chitosane, au poly (vinyle alcool) et à leurs mélanges. Thèse de doctorat, Université de Boumerdès - M'hamed Bougara , 2012
- [21] M. Djebbari, Étude des propriétés structurales d'un matériau à base d'Amidon, polymère et argile préparé par mélange à l'état fondu. Mémoire de master, Université Mohamed Khider – Biskra, 2016.
- [22] S. A. Bahrani, Modification des propriétés physico-chimiques de l'amidon par procédés hydrothermiques : Contribution à l'étude des transferts couplés chaleur-masse. Mémoire de doctorat, École Doctorale Sciences et Ingénierie en Matériaux, Mécanique, Énergétique et Aéronautique (SI-MMEA), 2012.
- [23] F. E. Z. Rahmani, Effet de la pouzzolane naturelle et des filler calcaire et de fumée de silice sur les propriétés physico-mécaniques des mortiers résineux. Mémoire de master, Université Amar Telidji de Laghouat, 2017.

- [24] S. Bezout and H. Belferoum, Étude de l'influence d'un sable préparé sur le comportement mécanique d'un mortier à base de ciment Portland. Mémoire de master, Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi B.B A, 2015.
- [25] W. Hanafi and K. A. Boudissa, Effet de la carbonatation sur les mortiers à base de la pouzzolane et la poudre de marbre. Mémoire de master, Centre Universitaire Belhadj Bouchaib d'Ain-Témouchent, 2019.
- [26] V. Michel, La pratique des ciments, mortier et bétons : caractéristiques des liants, des bétons, mise en œuvre des coulis et mortiers. Chapitre 1, 1989.
- [27] SMPC Spa Béni-Saf, Fiche technique de la pouzzolane, 2008.
- [28] S. Ouanèche, Étude et élaboration de nouveaux matériaux composites isolants. Mémoire de master, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, 2014.
- [29] I. E. K. Bouladjeraf and A. Neguadi, Synthèse et caractérisation des films biodégradables. Mémoire de master, Université Belhadj Bouchaib d'Ain-Témouchent, 2022.
- [30] C. Idres, Élaboration et caractérisation de biocomposites à base de polyesters bactériens renforcés de fibres d'Aloe Vera. Mémoire de master, Université A. MIRA de Bejaïa, 2019.
- [31] G. Cutter and A. Gillian, Development and characterization of renewable resource-structural composite materials. Thèse de doctorat, Centre Universitaire San Diego Electronic, 2008.
- [32] M. Carus, A. Eder, and L. Dammer, et al. Wood-plastic composites (WPC) and natural fibre composites (NFC). Nova-Institute, Hürth, Germany, 2015.
- [33] A. Maghchiche, "Characterisation of Esparto Grass Fibers Reinforced Biodegradable Polymer Composites," Biosci Biotechnol Res Asia, vol. 10, no. 2, 2013

Chapitre II

Méthode et Matériels utilisées

Dans cette partie, nous détaillerons les techniques de caractérisation employées dans cette étude, notamment la spectroscopie infra-rouge à transformée de Fourier et la diffraction de rayons X DRX. Cette étape permet d'acquérir une compréhension approfondie des propriétés des matériaux impliqués.

Ensuite, nous entamerons la caractérisation des matériaux de départ utilisés dans la synthèse des composites à savoir pouzzolane algérienne l'amidon et la cellulose.

II.1. Méthodes

II.1.1. Diffraction de rayons X

La diffraction de rayons X (DRX) est une technique fondamentale pour l'étude des matériaux cristallins. L'application la plus importante en diffractométrie X est l'identification des phases cristallines présentes dans un échantillon et sa structure cristalline. La diffraction de rayons X nous permet donc d'étudier des matériaux constitués d'une multitude de cristaux d'orientation différente. Cette technique est basée sur la diffraction d'un faisceau mono-chromatique de rayon X par les plans réticulaires dans un solide ordonné.

La loi de Bragg établit relie la distance inter-réticulaire à l'angle de diffraction selon l'équation :

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n \lambda \quad (\text{II.1})$$

tel que :

d: la distance entre deux plans réticulaires (hkl)

θ : demi-angle de diffraction n: ordre de diffraction

λ : longueur d'onde du faisceau de rayons [1]

Les matériaux ont été analysés par un diffractomètre de type Bruker AXS D8 en utilisant une anticathode en cuivre ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$). Ces solides ont été balayés de $2\theta = 1-75^\circ$ avec un pas de $0,02^\circ$ et avec un temps d'acquisition de 4s par pas.

II.1.2. Spectroscopie Infrarouge IR

La technique infrarouge est l'une des plus anciennes techniques ; elle traite des fréquences de vibration des liaisons dans une molécule [2]. Elle exprime l'interaction des radiations électromagnétiques avec les différentes liaisons de la molécule, les radiations font vibrer les liaisons entre les atomes de la molécule. Cette méthode est basée sur l'absorption de l'énergie lumineuse par la matière [3]. Elle donne une identification des groupements chimiques.

La caractérisation par spectroscopie FTIR a été réalisée par un appareil de type BRUKER dans l'intervalle de longueur d'onde $500-4000 \text{ cm}^{-1}$

II.2. Matériaux

II.2.1. Pouzzolane algérienne

Dans notre étude, la pouzzolane provient du gisement de Bouhamidi de la région de Béni Saf de l'ouest de l'Algérie, connu pour ses importantes réserves de ce matériau volcanique. Cette pouzzolane a été prélevée et broyée au niveau du laboratoire de génie civil.



Figure II.1 : Poudre de pouzzolane.

II.2.2. Cellulose

La cellulose microcristalline CMC utilisée dans cette étude est constituée de microcristaux rassemblés, se présentant sous forme de poudre blanche fournie (**figure II.2**). Elle est souvent privilégiée comme référence de cellulose en raison de sa capacité à bien se disperser dans les solvants et les matrices organiques, et est principalement composée de la cellulose.

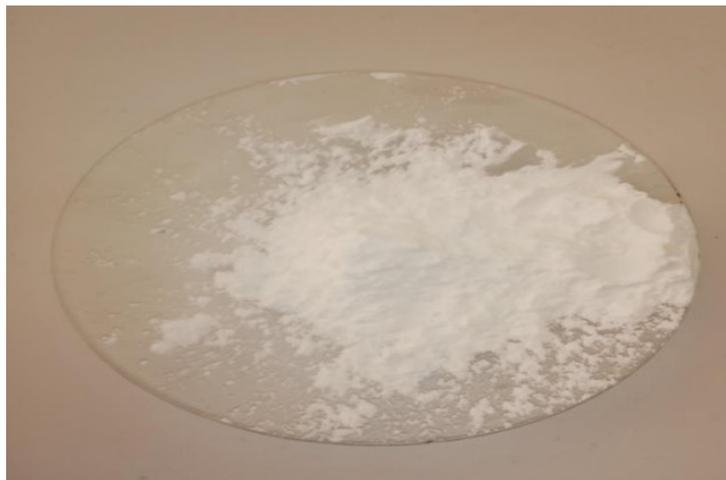


Figure II.2 : Poudre de la cellulose microcristalline CMC.

II.2.3. Amidon

L'amidon utilisée dans ce travail, est une poudre blanche sans odeur douce au toucher, un glucide complexe d'origine végétale (**figure II.3**).

En général, l'amidon est présent dans un grand nombre de matières premières agricoles comme les céréales (30 à 70%), les tubercules (60 à 90%), les légumineuses (25 à 50%) et dans certains fruits. L'amidon est un polysaccharide naturel semi cristallin qui suscite un intérêt croissant dans des applications alimentaires et non alimentaires [4].

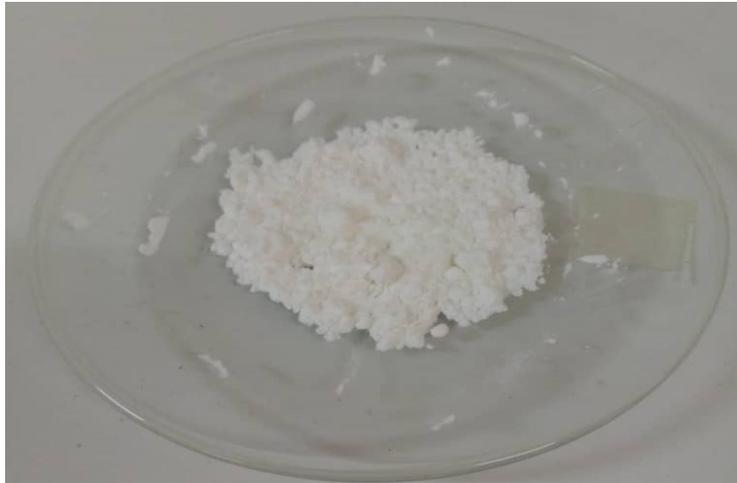


Figure II.3 : Poudre d'amidon.

III.3. Caractérisations

III.3.1. Diffraction de rayons X

a. Pouzzolane

Le diffractogramme DRX de la pouzzolane naturelle est présenté dans (la figure II.4).

Les résultats obtenus montrent la présence du quartz, de l'hématite, de la Basanite, et de la Chabazite [5].

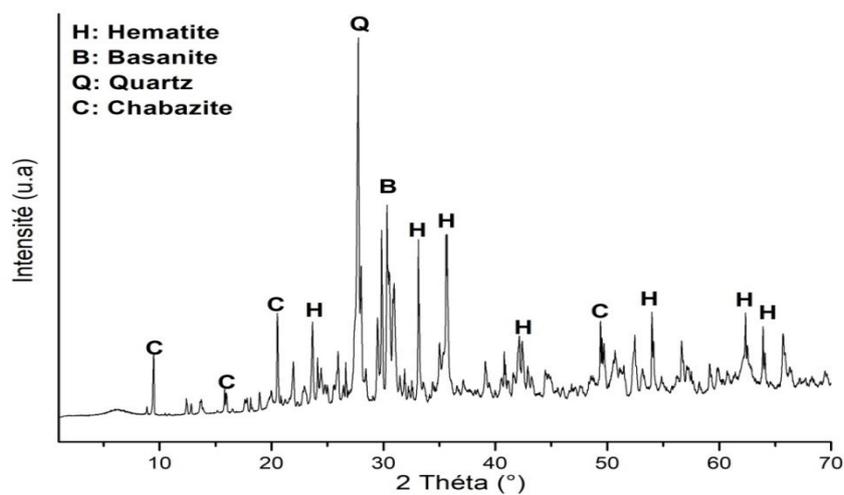


Figure II.4 : Diffractogramme DRX de la pouzzolane naturelle utilisée

b. Cellulose microcristalline

Le diffractogramme DRX du matériau (**Figure II.5**) montre l'apparition des pics situés à environ 2θ : 15, 17 et 23° caractéristiques de la cellulose microcristalline [6-7].

Ces pics indiquent la présence des zones cristallines. Au-delà de 26° , la présence des pics larges suggère la présence des zones amorphes. La coexistence des phases cristallines et amorphes dans la cellulose indique une structure semi-cristalline.

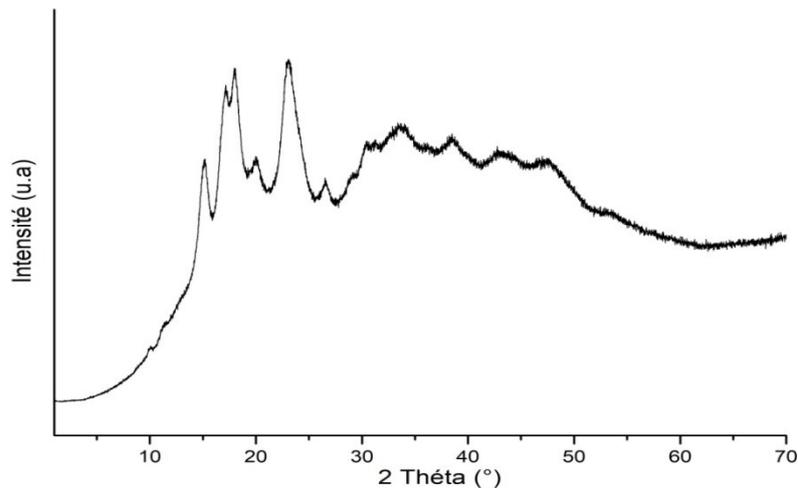


Figure II.5 : Diffractogramme DRX de la CMC

c. Amidon

Le diffractogramme DRX de l'amidon (**Figure II.6**) présente des pics distincts à environ $15, 20, 17, 18, 20,$ et 23° . On constate également la présence des pics larges situés de 2θ : 26° à 50° . Ces résultats montrent que l'amidon utilisé dans ce travail est l'amidon de type A, que l'on trouve dans les céréales [8].

Ainsi, ce spectre montre que l'amidon possède une structure semi-cristalline due à la coexistence des zones cristallines et amorphes.

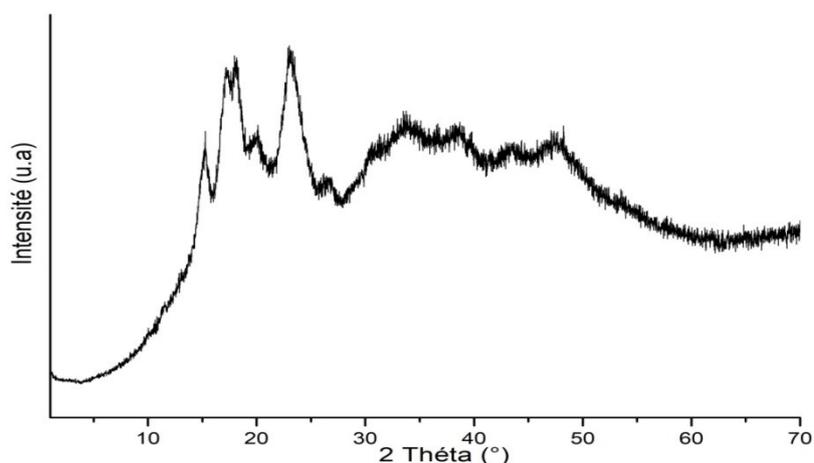


Figure II.6 : Diffractogramme DRX de l'amidon

III.3.2.Spectroscopie Infrarouge IR

a.Pouzzolane

Le spectre infrarouge de la pouzzolane naturelle révèle plusieurs bandes caractéristiques des liaisons chimiques présentes dans ce matériau. Les bandes larges autour de $3400-3500\text{ cm}^{-1}$ et 1645 cm^{-1} sont attribuées, respectivement, aux bandes d'élongation et de déformation des groupes $-\text{OH}$ d'eau adsorbée. La bande autour de 1000 cm^{-1} est liée aux vibrations des liaisons Si-O , typiques des silicates. Des bandes entre $800 - 900\text{ cm}^{-1}$, et autour de $500-600\text{ cm}^{-1}$, sont attribuées aux liaisons Si-O-X , avec $\text{X}=\text{Al}, \text{Fe}, \text{Mg}$ [9]. Ces bandes confirment la présence de groupes fonctionnels caractéristiques des matériaux aluminosilicates.

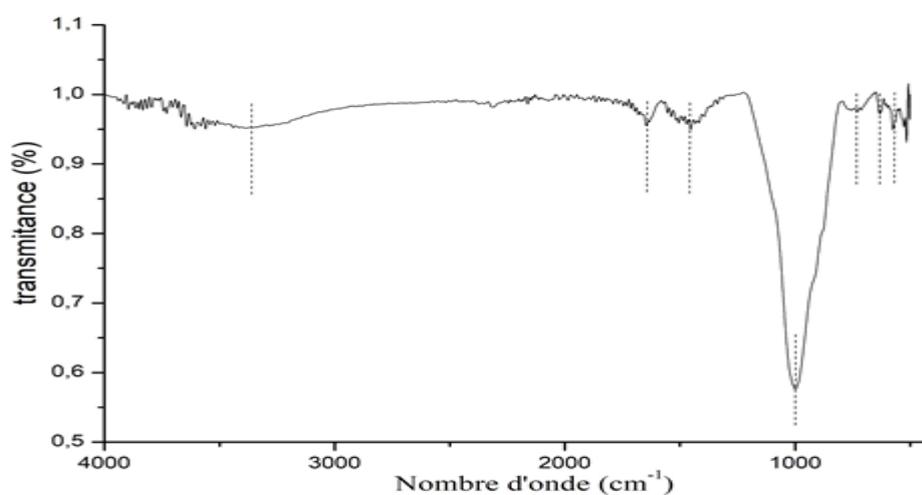


Figure II.7 : Le spectre IR de la pouzzolane naturelle utilisée

b.Cellulose

Le spectre infrarouge de la cellulose montre plusieurs bandes caractéristiques correspondant à des liaisons spécifiques dans sa structure :

- Une bande large à $3351,89\text{ cm}^{-1}$ attribuée aux élongations des groupes hydroxyles (O-H).
- Une bande située à $2915,31\text{ cm}^{-1}$ reflète l'élongation des liaisons CH des chaînes carbonées du cycle pyranose
- Une autre bande à $1642,66\text{ cm}^{-1}$ indique les vibrations de déformation des OH.
- Une bande située à $1362,37\text{ cm}^{-1}$ est associée aux déformations des groupes CH_2 du CH_2OH .
- La bande située envers 1147 cm^{-1} montre une liaison C-O d'un alcool primaire ($-\text{CH}_2\text{OH}$).
- On constate également la présence d'une bande intense envers 1000 cm^{-1} correspond à la vibration C-O-C du cycle pyranose.

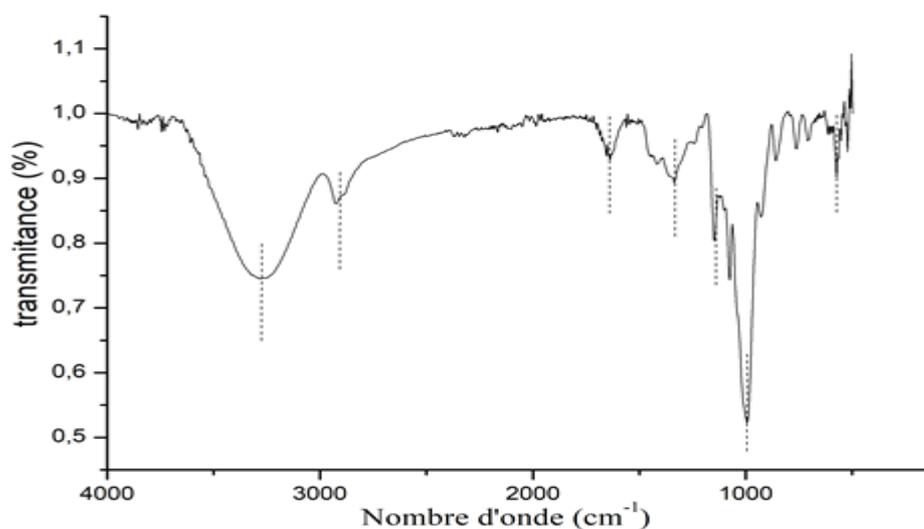


Figure II.8 : Le spectre IR de la cellulose

c.Amidon

Le spectre IR de l'amidon est présenté dans **(la Figure II.9)**.

On y observe une bande large autour de $3284,64\text{ cm}^{-1}$, attribuée aux élongations des groupements hydroxyle (OH) de la molécule d'amidon. Une bande de faible intensité à $2923,61\text{ cm}^{-1}$ correspond à la vibration d'élongation symétrique des liaisons C-H de la structure polysaccharidique. Le spectre IR de l'amidon présente également une bande de

faible intensité à $1646,61\text{ cm}^{-1}$, attribuée aux déformations des OH, ainsi qu'une bande à $993,96\text{ cm}^{-1}$, correspondant à la liaison C-O des carboxylates.

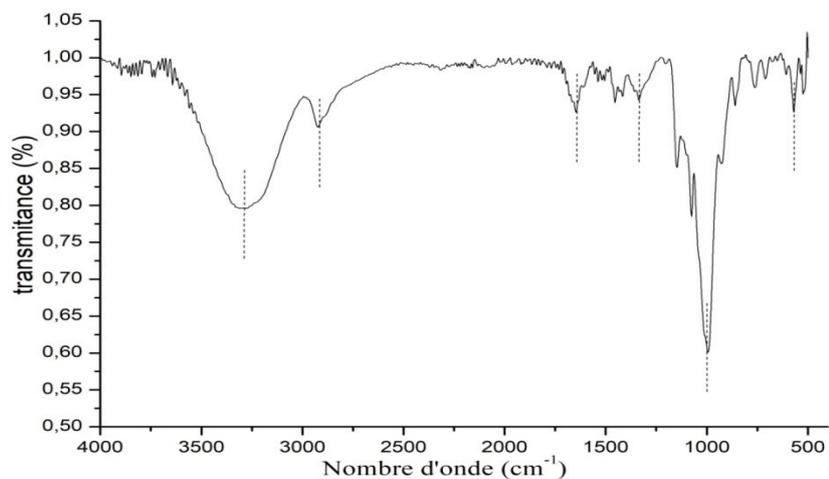


Figure II.9 : le spectre IR de l'amidon

Références bibliographiques

- [1] Y. Saadi, Z. C. Sahraoui. Synthèse, caractérisation et application des composites à base de chitosane et diatomite algérienne. Mémoire de Master, Université Belhadj Bouchaib Ain Temouchent. 2021.
- [2] N. Othman. IR Spectroscopy in Qualitative and Quantitative Analysis. Mémoire de Master, Département de Chimie, College of Science, Université de Mossoul, Iraq. 2019.
- [3] R. M. Silverstein, F. X. Webster, D. J. Kiemle. Spectrometric Identification of Organic Compounds (7th ed.). John Wiley & Sons, Inc. ISBN 0-471-39362-2. 2005.
- [4] S. A. Bahrani. Modification des propriétés physico-chimiques de l'amidon par procédés hydrothermiques : Contribution à l'étude des transferts couplés chaleur-masse. Thèse de doctorat, Université de La Rochelle. 2012.
- [5] S. N. Benaouda, F. Dehraoui. Élaboration et caractérisation de composites polyaniline / matrice naturelle. Mémoire de Master, Université Belhadj Bouchaib Ain Temouchent. 2018.
- [6] N. Terine, R. Ibbett, K. C. Schuster. Overview on native cellulose and microcrystalline cellulose I structure studied by x-ray diffraction (waxd): comparison between measurement techniques. *Lenzinger Berichte*, 89, 118-131. 2011.
- [7] A. M. Ashutosh, R. K. Rui, M. E. Himmel, D. K. Johnson. Effects of alkaline or liquid-ammonia treatment on crystalline cellulose: changes in crystalline structure and effects on enzymatic digestibility. *Biotechnology for Biofuels*, 4(41), 6. 2011.
- [8] P. Malumba Kamba, S. Janas, C. Deroanne, et al. Structure de l'amidon de maïs et principaux phénomènes impliqués dans sa modification thermique. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 15(2). 2011.
- [9] B. Saikia, G. Parthasarathy, R. Borah, R. Borthakur. Raman and FTIR Spectroscopic Evaluation of Clay Minerals and Estimation of Metal Contaminations in Natural Deposition of Surface Sediments from Brahmaputra River. *International Journal of Geosciences*, 7, 873-883. 2016.
- [10] A. Gauthier. Étude des différents types d'eau de la cellulose par échange des hydrogènes labiles avec le D₂O. Mémoire de Master en sciences des pâtes et papiers, Université du Québec à Trois-Rivières. 1993.

- [11] G. Togonal. Matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène. Mémoire de Master, Université du Québec à Trois-Rivières. 2016.

Chapitre III

Synthèses et caractérisation des composites

III.1. Introduction

Les composites sont des matériaux préparés en combinant deux ou plusieurs éléments distincts afin d'obtenir des propriétés supérieures à celles de leurs composants de départ.

Dans cette étude, nous visons principalement à synthétiser et caractériser un nouveau composite à base d'un biopolymère de type polysaccharide et de la pouzzolane algérienne.

Pour cela, nous suivrons une méthodologie précise englobant les étapes de synthèse des biopolymères composites et les conditions expérimentales nécessaires. Nous utiliserons diverses techniques de caractérisation, notamment la diffraction de rayons X (DRX) et la spectrophotométrie IR infra-rouge. Ensuite les composites obtenus sont testés dans l'adsorption d'un colorant cationique qui est le Bleu de méthylène.

III.2. Synthèse des composites

La synthèse du biopolymère composite à base de pouzzolane et du biopolymère se déroule comme suit [1] :

La première étape consiste à la préparation de la solution du biopolymère, pour cela, 2g de ce dernier sont dissouts dans 20 ml d'acide acétique. Le mélange est agité pendant 30 min pour permettre une bonne dissolution du biopolymère. D'un autre côté, on disperse 4 g de la pouzzolane dans 100 ml d'eau bidistillée. Cette suspension est également agitée pendant 30 min pour assurer une dispersion homogène de la pouzzolane dans l'eau.

Ensuite, la solution contenant l'acide acétique et le biopolymère est introduit dans la suspension pouzzolanique. Le mélange résultant est laissé homogénéiser sous agitation continue à température ambiante pendant 24 h. Cette étape permet une interaction efficace entre les composants pour former le biopolymère composite désiré. Le mélange est ensuite filtré, lavé trois fois à l'eau distillée et séché pendant 24h à 60 °C (**figure III.1**)

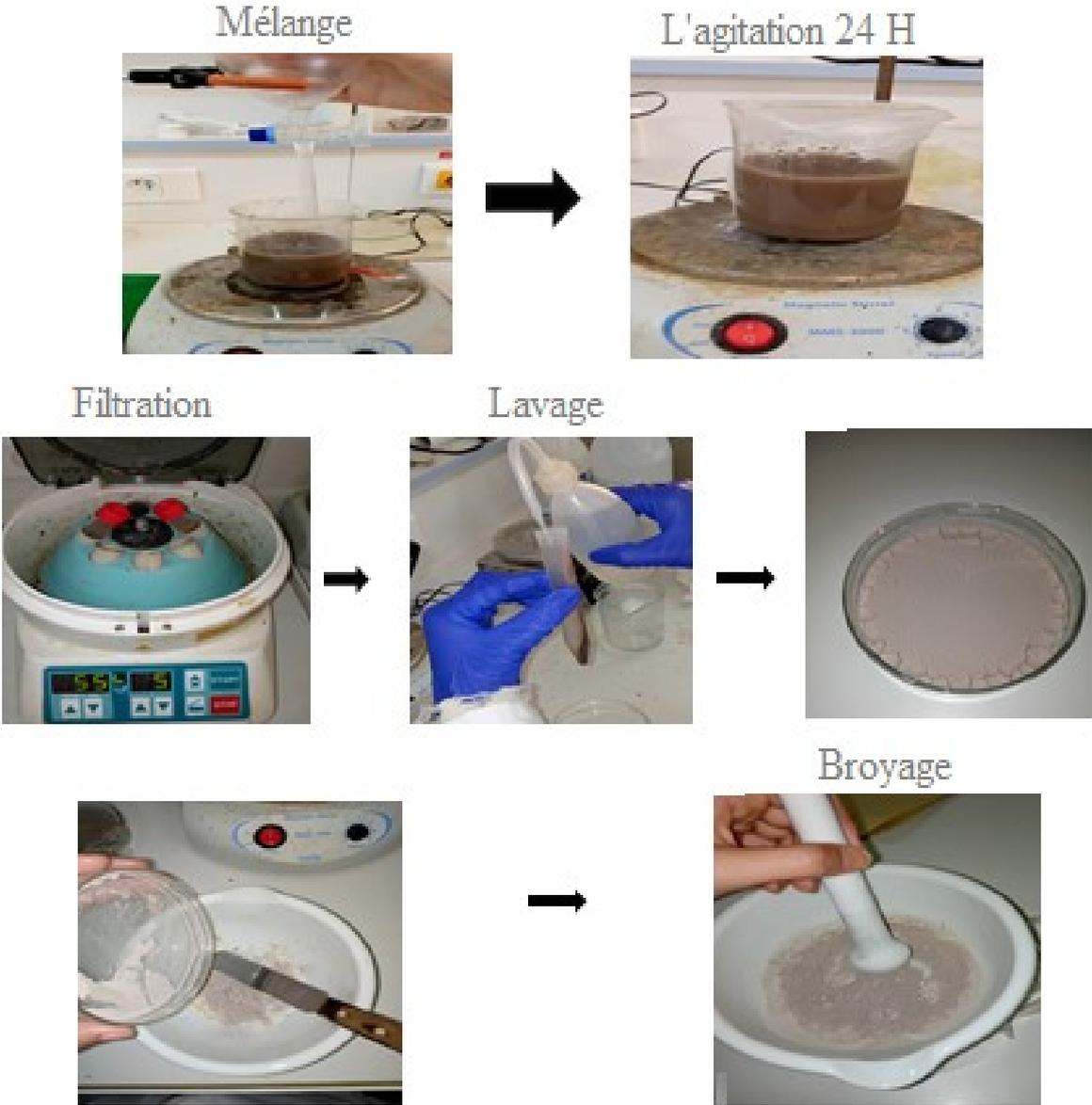


Figure III.1 : protocole de synthèse du biocomposite biopolymere /pouzzolane

III.4. Caractérisation des composites

III.4.1. Caractérisation des composites par DRX

A) Pouzzolane-CMC

Les résultats de l'analyse DRX du composite pouzzolane-CMC est présenté dans (**la Figure III.2**). Le diffractogramme DRX du composite présente les mêmes pics caractéristiques de la pouzzolane d'intensité moins faible, suggérant que la structure cristalline de la pouzzolane est majoritairement conservée dans le composite.

Les variations mineures des pics de la pouzzolane peuvent être attribuées à l'interaction entre la cellulose et la pouzzolane ce qui pourrait indiquer une légère perturbation de la cristallinité due à l'ajout de la cellulose semi-cristalline.

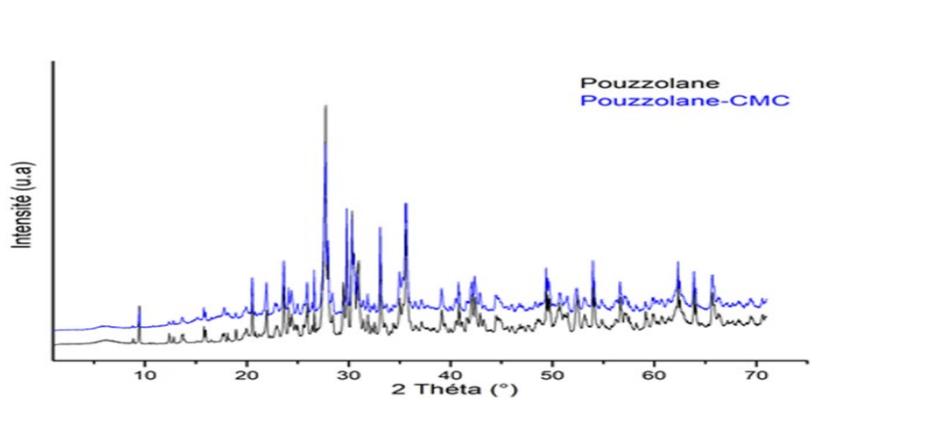


Figure III.2: les diffractogramme DRX de la pouzzolane et du composite pouzzolane-CMC.

B) Pouzzolane naturelle / Amidon

Les diffractogrammes DRX de la pouzzolane et du composite amidon-pouzzolane sont présentés dans (**la figure III.3**).

On note que les pics cristallins de la pouzzolane restent dominants dans le spectre DRX du composite, indiquant que la structure cristalline de la pouzzolane est largement préservée.

Un nouveau pic apparaît autour de 15° indiquant la présence d'amidon de type A.

Les pics du composite sont légèrement plus larges, suggérant une perturbation de la cristallinité due à l'interaction entre l'amidon et la pouzzolane.

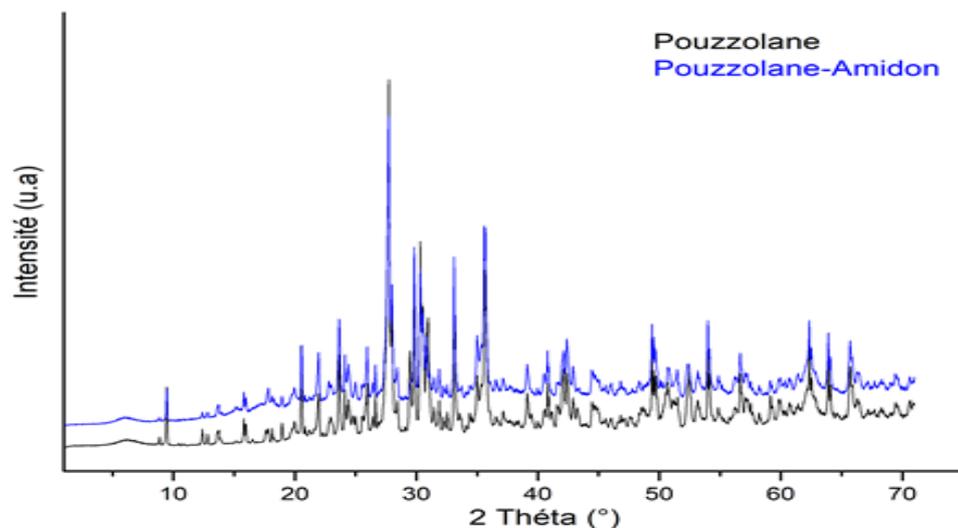


Figure III.3: les diffractogrammes DRX de la pouzzolane et du composite pouzzolane naturelle / amidon.

III.4.2. Caractérisation des composites par spectroscopie Infrarouge IR

A) Pouzzolane naturelle / CMC

Les résultats de l'analyse FT-IR du composite obtenu et les matériaux de départ utilisés sont présentés dans (**la figure III.4**).

La bande caractéristique située entre 3300 et 3600 cm^{-1} s'affaiblit d'intensité pour le composite due au chevauchement de l'étirement OH de la pouzzolane et la bande des groupements hydroxyle OH de la CMC. Une diminution de l'intensité de la bande de déformation des groupements OH a été également noté pour le composite.

Concernant les liaisons carbonées C-H, le composite montre une bande moins intense située à 2928 cm^{-1} similaire à celle de la CMC reflétant les chaînes carbonées de la cellulose.

Pour le composite, on note également la disparition de la bande de déformation située à $1336,11\text{ cm}^{-1}$ des groupes CH_2 du CH_2OH le la CMC.

Le composite présente des bandes à 1000 cm^{-1} , intégrant les caractéristiques des silicates de la pouzzolane et des liaisons C-O de la cellulose.

Pour la zone entre $500\text{-}900\text{ cm}^{-1}$, le composite affiche des bandes similaires de la pouzzolane et de la CMC.

Ces résultats confirment que le composite présente des fortes interactions entre la cellulose et la pouzzolane.

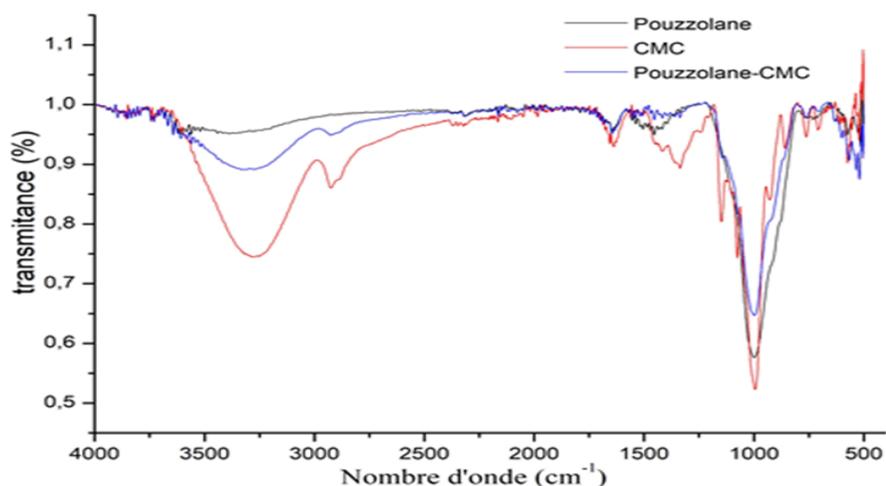


Figure III.4: Spectres IR de la pouzzolane, la CMC et le composite pouzzolane naturelle /cellulose (CMC).

B) Pouzzolane naturelle / Amidon

Le spectre infrarouge (IR) du composite amidon-pouzzolane révèle des interactions spécifiques entre les groupes fonctionnels des deux composants, confirmant la formation du composite. En effet, La bande large des groupes hydroxyles (O-H) de l'amidon à environ 3287 cm⁻¹ et les bandes des groupes fonctionnels -SiOH de la pouzzolane autour de 3400-3500 cm⁻¹ s'affaiblissent en intensité dans le composite, indiquant un chevauchement des étirements OH et une interaction entre ces groupes.

De plus, une diminution de l'intensité de la bande de déformation des groupes OH est observée. Les bandes des liaisons C-H de l'amidon à 2924 cm⁻¹ est moins intense pour le composite. Les bandes des silicates (Si-O-Si et Si-O-Al) de la pouzzolane autour de 1000 cm⁻¹ sont présentes dans le composite avec des modifications mineures.

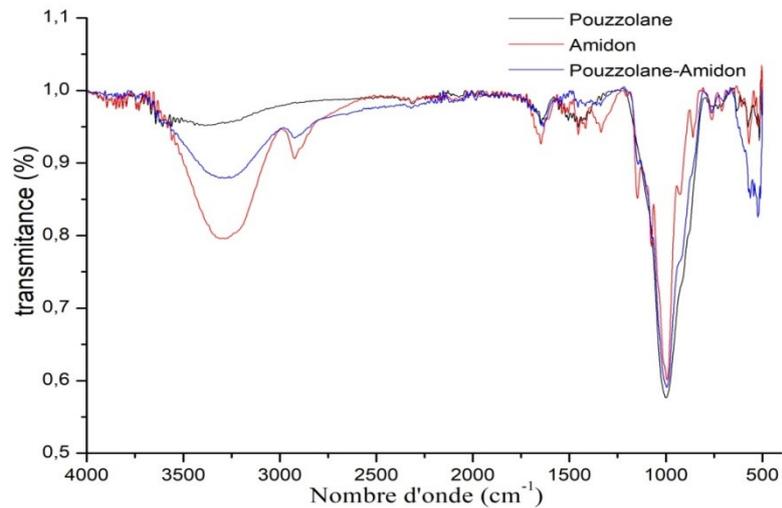


Figure III.5: Spectres IR de la pouzzolane, de la CMC et du composite pouzzolane naturelle /amidon.

III.5. Adsorption du bleu de méthylène

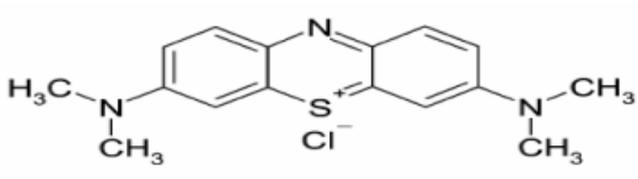
III.5.1 Adsorbat

L'adsorbat utilisé dans ce travail est le bleu de méthylène (BM) est un colorant azinique (thiazine) de la famille basique ou cationique [2].

Il est largement utilisé en biologie en tant qu'antimicrobien et agent photodynamique, en piles solaires comme photosensibilisateur, dans la photocatalyse et principalement dans les industries textiles [3].

Les différentes caractéristiques de ce colorant sont présentées dans (le tableau III.1)

Tableau III.1: Principales caractéristiques physico-chimiques du BM [4].

Nom	Bleu de méthylène (BM)
Famille	Colorants Basiques
Formule brute	$C_{16}H_{18}N_3SCl$
Appellation chimique	3,7-bis-(diméthylamino) phenazathionium
Masse molaire (g/mol)	320 g mol^{-1}
Dimensions (A°)	15 (diamètre)
λ_{max}	665 nm
Structure	

III.5.2. Adsorbant

Les adsorbants utilisés dans cette étude sont :

- L' Amidon
- La Cellulose
- La Pouzzolane naturelle utilisée
- Le Composite pouzzolane algérienne /cellulose
- Le Composite pouzzolane algérienne /amidon

III.5.3. Matériels et méthodologie

✓ Produits chimiques

Bleu de méthylène, acétone, eau distillée

✓ Matériels Verrerie courante de laboratoire

Fioles jaugées, entonnoirs, béchers, éprouvette, pissette, agitateur magnétique, spectrophotomètre UV-Visible, balance, centrifugeuse.

✓ Analyse spectroscopique UV /VIS

La spectroscopie ultraviolet-visible (UV-Vis) est l'une des techniques analytiques plus populaires. La lumière UV-Vis est passe à travers l'échantillon et la transmittance T est mesurée.

Par suite, l'absorbance A est calculée à partir de T selon l'équation :

$$A = -\log(T) \quad \text{(III.1)}$$

Un spectre d'absorption présente l'absorbance d'un composé à différentes longueurs d'onde. Le maximum de l'absorbance à une longueur d'onde est dû à la structure chimique de la molécule [5].

- **Principe**

Sous l'effet des radiations ultra-violet (200 – 400 nm) ou le visible (400-800 nm), les électrons périphériques des atomes et des molécules sont portés de leur état la plus stable (état fondamental) vers un état énergétique plus élevé (état excité). Le passage de l'électron de l'état fondamental à l'état excité se fait en absorbant de l'énergie électromagnétique [5]

Le spectrophotomètre d'absorption est en général constitué d'une couche lumineuse d'un système de sélection de la longueur optique d'une cuve, d'un trajet optique, d'un détecteur de lumière, système d'amplification et d'affichage des mesures et un système de contrôle de l'appareil [5].

- **Loi de Beer-Lambert**

La proportion de lumière incidente absorbée par un milieu transparent est indépendante de l'intensité de la lumière (pourvu qu'il n'y ait pas d'autres changements physiques ou chimiques dans le milieu) [7].

L'absorption de la lumière est directement proportionnelle à la fois à la concentration du milieu absorbant et à l'épaisseur de la cuve où se trouve le milieu.

Une combinaison de ces deux lois (la loi de Beer-Lambert) donne la relation entre l'absorbance (A) et la transmittance (T)

La loi de Beer -Lambert s'exprime par :

$$A = \log(I_0 / I) = \log(100 / T) = \epsilon .C.l \quad \text{(III.2)}$$

Avec :

A = absorbance (sans unité)

ϵ = coefficient d'absorption molaire ou d'extinction (L. mol.⁻¹ . cm.⁻¹)

C = concentration molaire (mol. L⁻¹)

l = longueur de la cuve (cm) ou trajet lumineux

Les analyses de spectroscopie UV /VIS ont été effectuées à l'aide d'un spectrophotomètre de type «Jenway 6800 UV /VIS»

Cet instrument fonctionne en mesurant directement l'absorbance de chaque échantillon, permettant ainsi d'inférer sa concentration à partir de la courbe d'étalonnage, conforme à la loi de Beer-Lambert. De plus, il permet de quantifier la quantité de colorant fixée par gramme d'adsorbant grâce à l'équation suivante :

$$Q_e = (C_i - C_e) \cdot V / m \quad (\text{III.3})$$

Où

- Q_e représente la quantité de colorant en mg adsorbée par gramme d'adsorbant (mg/g)
- C_i et C_e sont respectivement les concentrations initiales et d'équilibre du colorant (mg/l)
- V est le volume de la solution (l)
- m est la masse de l'adsorbant utilisée (g)

Une autre relation permettant de calculer le pourcentage d'adsorption ou d'élimination du colorant.

$$P = (C_e - C_i) \cdot 100 / C_i \quad (\text{III.4})$$

La première étape de cette méthode implique la détermination de λ_{\max} , l'absorbance maximale, et la vérification de la loi de Beer-Lambert dans une plage de concentrations définie, avant d'examiner les divers paramètres affectant le processus d'adsorption du colorant sur les différents matériaux.

III .5.4. Détermination de λ_{max}

Le spectre d'absorption du bleu de méthylène en UV-Visible présente une absorption maximale à une longueur d'onde de 664 nm. Les mesures ont été effectuées sur des solutions obtenues par dilution de la solution mère du colorant. La bande d'absorption à 664 nm est caractéristique du bleu de méthylène

III.5.5. Vérification de la loi de Beer-Lambert

En partant de la solution mère de bleu de méthylène, nous avons élaboré des solutions avec des concentrations croissantes pour établir la courbe d'étalonnage. (La Figure III.6) illustre la variation de l'absorbance en fonction de la concentration du colorant.

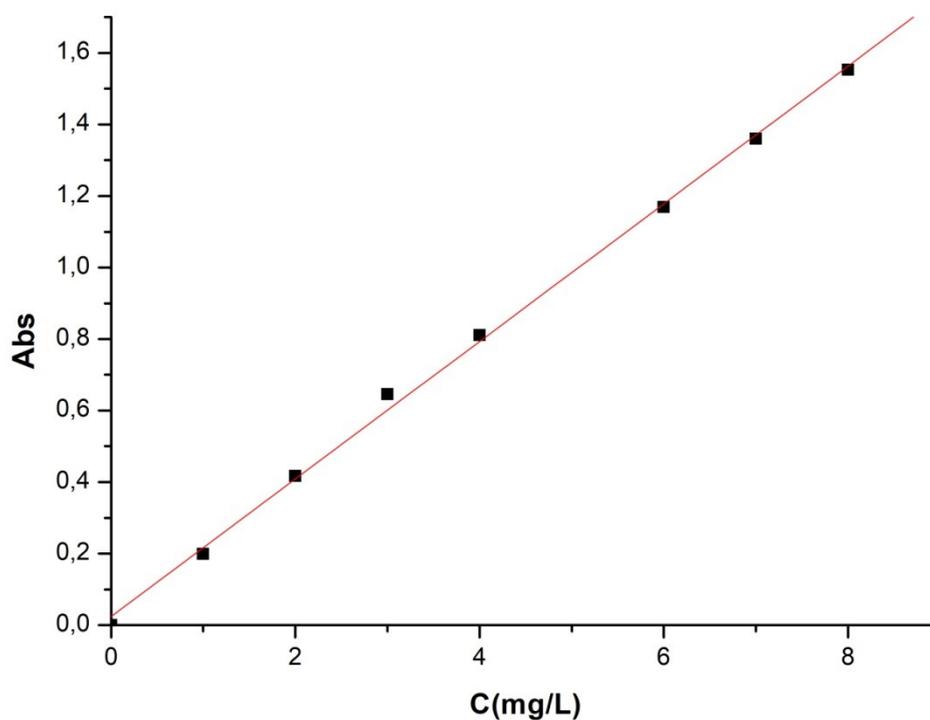


Figure III.6 : Courbe d'étalonnage du colorant Bleu de méthylène (BM).

III.5.6. Effet de la nature du matériau

L'étude a été réalisée avec une concentration de 20 mg/L et une masse de matériau de 0,075 g au bout de 24 h pour qu'on soit sûr que l'équilibre est atteint. Les résultats montrant l'influence de la nature des matériaux sur l'adsorption du bleu de méthylène sont présentés dans (le tableau III.2) et (la figure III.7). L'efficacité est évaluée en mesurant le pourcentage de décoloration (P%) et la quantité adsorbée (Qe).

Tableau III.2: Effet de la nature du matériau sur l'adsorption du BM.

Matériau	PZ	Cellulose	Amidon	PZ/Cell	PZ/Amidon
Ce (mg/l)	0,78	11,33	12,01	0,94	2,55
Qe(mg/g)	25,63	11,56	10,66	25,42	23,27
P(%)	96	43	40	95	87

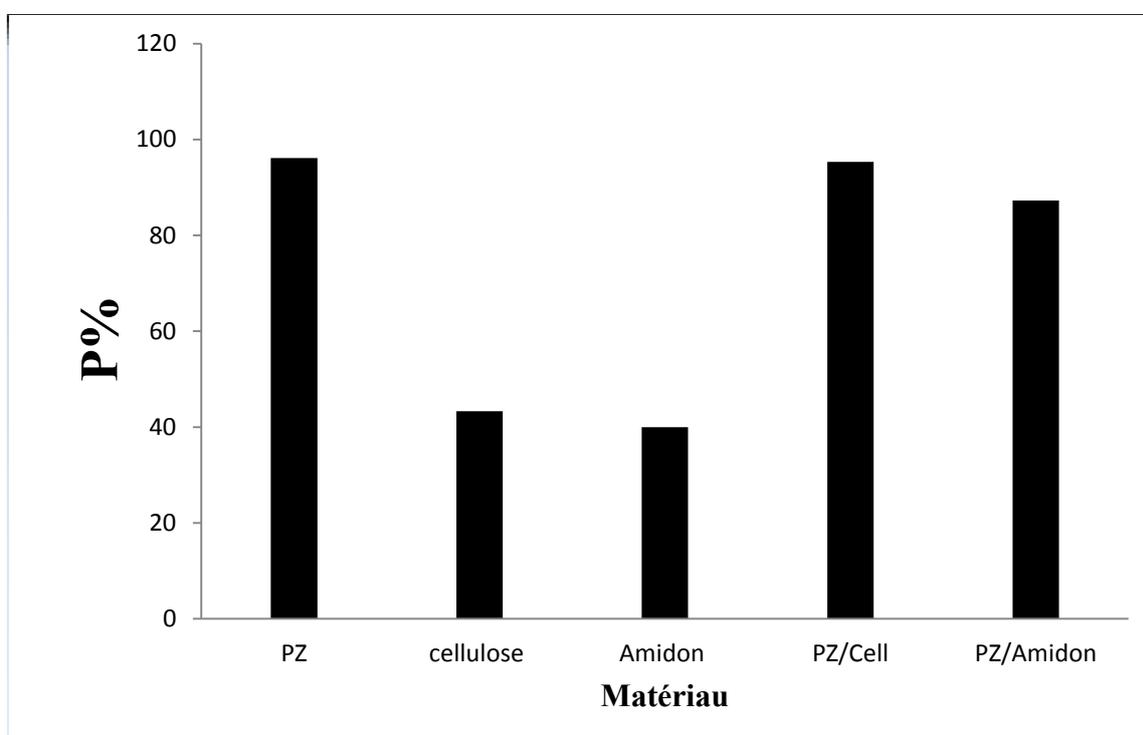


Figure III.7 : Effet de la nature du matériau sur l'adsorption du BM.

Interprétation des Résultats d'adsorption

La Pouzzolane présente la concentration C_e la plus faible, montrant une adsorption efficace. Avec une quantité adsorbée Q_e : 25,63 mg/g, la plus élevée, signifiant une grande capacité d'adsorption. Un pourcentage de décoloration de 96%, indiquant une élimination presque complète du bleu de méthylène. Ces résultats signifient que La pouzzolane est très efficace pour l'adsorption du bleu de méthylène.

Les deux biopolymères indiquent une faible adsorption, une quantité adsorbée Q_e inférieure à celle de la pouzzolane et un pourcentage de décoloration relativement faible.

Pour le Composite Pouzzolane-CMC, nous avons obtenu un taux de décoloration proche à celui de la pouzzolane seule et une quantité adsorbée élevée.

Le composite PZ-CMC combine les propriétés avantageuses de la pouzzolane avec celles de la cellulose, ce qui améliore considérablement l'efficacité globale. L'ajout de cellulose n'affecte pas négativement la performance, ce qui suggère que la pouzzolane reste le composant principal dans l'adsorption.

Pour le Composite Pouzzolane/Amidon (PZ/Amidon), l'adsorption s'est amélioré après ajout de la pouzzolane. Une Quantité adsorbée légèrement inférieure à celle de la pouzzolane, un pourcentage de décoloration important, mais inférieur à celui de la pouzzolane seule et du composite pouzzolane-CMC.

Le composite Pouzzolane-Amidon est également efficace pour l'adsorption, bien que légèrement moins performant que PZ seul ou le composite PZ-CMC. L'ajout de la pouzzolane améliore la performance par rapport à l'amidon seul, montrant que la pouzzolane est le composant clé pour l'adsorption.

Les résultats montrent que la pouzzolane est extrêmement efficace pour l'adsorption du bleu de méthylène, et son incorporation dans des composites avec la cellulose ou l'amidon améliore significativement l'efficacité globale de ces matériaux. Les composites tirent parti des propriétés favorables de la pouzzolane, tandis que les matériaux individuels comme la cellulose et l'amidon, avec des performances inférieures, bénéficient de cette synergie. Cette étude met en évidence l'importance de la combinaison des matériaux pour optimiser les performances d'adsorption pour des applications de filtration spécifiques.

Les résultats de l'adsorption confirment l'obtention des composites biopolymère-pouzzolane aussi bien pour l'amidon et la cellulose.

Références Bibliographiques

- [1] I. Kouda, N. Ben Seddik, A. Laaziz, M. Hadri, K. Draoui, A. Elmidaoui. Efficient removal of cationic dye from wastewater using novel low-cost adsorbent, cellulose-clay composite: Insights from isotherm, kinetic, thermodynamic, and molecular dynamics simulation studies. *Journal of Molecular Structure*, 1291, 135865. 2023.
- [2] T. M. Wilson. The chemistry and staining properties of certain derivatives of the methylene blue. *American Journal of Physiology*, 19, 647-670. 1907.
- [3] T. Y. Zhang, T. Oyama, S. Horikoshi. Photocatalyzed N-demethylation and degradation of methylene blue in titania dispersions exposed to concentrated sunlight. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 73, 287-303. 2002.
- [4] N. Bouchemal, Z. Merzougui, F. Addoun. Adsorption en milieux aqueux de deux colorants sur charbons actifs à base de noyaux de dattes. *Journal de la Société Algérienne de Chimie*, 21, 1-14. 2011.
- [5] F. Rouessac, A. Rouessac. *Chemical Analysis. Modern Instrumentation Methods and Techniques* (2nd ed.). Wiley, England. 167. 2007.

Conclusion Générale

Conclusion générale

Ce travail de recherche a porté sur la synthèse et la caractérisation de composites à base de pouzzolane naturelle algérienne et de polysaccharides tels que la cellulose et l'amidon. L'objectif principal était de synthétiser des biocomposites aux propriétés améliorées, combinant les caractéristiques des polysaccharides avec celle de la pouzzolane naturelle.

Ainsi le présent travail avait trois principaux axes :

- Synthèse des biocomposite (Pouzzolane-CMC) ;(Pouzzolane-amidon)
- Caractérisation des matériaux de départ et des composites par DRX et spectroscopie IR
- Application à l'adsorption de Bleu de méthylène sur les biocomposites synthétisés

La première partie de l'étude a été consacrée à caractériser les matériaux de départ par plusieurs techniques. Les résultats de la DRX montrent que la pouzzolane est un aluminosilicate contenant l'oxyde de fer l'hématite. Le spectre IR prouve la présence des liaisons Si-O et Si-O-X, avec X=Al, Fe.

La diffraction de rayons X des polymères amidon et cellulose montrent que les deux sont des polymères semi-cristallins. La spectroscopie FTIR quant à elle montre la présence des bandes d'absorption caractéristiques de la cellulose celles des groupements OH, CH, CH₂ et C-O. Ainsi, la présence des groupements OH et C-O pour le biopolymère amidon.

Pour la suite du travail, la méthode adoptée pour l'élaboration des deux biocomposites est la méthode de mélange en solution. La caractérisation des composites par DRX a révélé des faibles interactions entre la pouzzolane et les deux matrices organiques, la cellulose et l'amidon.

La spectroscopie IRTF confirme les résultats de la DRX. En effet, les spectres des composites présentent les mêmes bandes caractéristiques des matériaux de départ, majoritairement moins intenses, suites aux interactions pouzzolane-biopolymères.

L'étude des propriétés d'adsorption des différents matériaux a montré que la pouzzolane est le matériau le plus efficace pour l'adsorption du bleu de méthylène, Lorsqu'elle est combinée avec d'autres matériaux, tels que la cellulose et l'amidon, la pouzzolane améliore significativement l'efficacité globale de l'adsorption des composites.

Le composite pouzzolane-cellulose a démontré une adsorption presque aussi efficace que la pouzzolane seule. Le composite pouzzolane-amidon, bien que légèrement moins performant que le composite pouzzolane-cellulose, a aussi montré une amélioration par rapport à l'amidon seul, soulignant l'importance de la pouzzolane dans l'amélioration de l'adsorption.

Le composite pouzzolane-cellulose est le plus performant pour des applications nécessitant une haute efficacité d'adsorption. En revanche, le composite pouzzolane-amidon peut être préférable pour des applications nécessitant des solutions plus économiques.

Pour la synthèse de biocomposites, l'amidon est souvent plus économique que la cellulose en raison de sa disponibilité, de son coût de production plus bas, et de la simplicité de ses procédés d'extraction et de traitement. Bien que la cellulose soit très abondante dans les plantes, son extraction et sa purification peuvent être plus coûteuses.

Enfin, Les polysaccharides, tels que l'amidon et la cellulose, sont essentiels pour la synthèse de biocomposites en raison de leur biodégradabilité et de leur renouvelabilité, ce qui améliore l'écologie des matériaux. L'intégration de la pouzzolane augmente leur capacité d'adsorption.