

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université 8 Mai 1945 Guelma  
Faculté : des Sciences et de la Technologie  
Département : Génie des procédés

## **Mémoire de Projet de Fin d'Etude**

**2<sup>ème</sup> année Master**

**Spécialité : Génie des Matériaux**

---

# **Extraction et caractérisation du biopolymère à partir d'une plante médicinale et Optimisation des procédés d'extraction**

---

Présentée par :

**RAGGAB Roufaida**

**ZEDADRA Abir**

Sous la direction de :

**Dr. KOUADRI Imane**

**Année universitaire : 2020/2021**

# Remerciements

Je remercie en premier lieu « **DIEU** » tout puissant de m'avoir accordé la puissance et la force, ainsi que l'audace pour dépasser toutes les difficultés et la volonté pour achever ce travail.

Ce travail a été effectué au niveau des laboratoires pédagogiques à l'Université 08 Mai 1945 de Guelma, dirigée par Madame **Imane KOUADRI**, Maître de Conférence classe B à l'Université 08 Mai 1945 de Guelma, département Génie des procédés.

Tout d'abord, Nous adressons nos sincères remerciements à **Madame Imane KOUADRI** pour son suivi, ses conseils judicieux et ses discussions qui nous a beaucoup aidé au cours de nos recherches qui nous a permis de mener à bien ce travail.

Nous exprimons aussi nos vives reconnaissances à tous **les enseignants** du département de Génie des procédés.

Merci **aux membres du jury** d'avoir accepté de lire et d'évaluer notre travail de recherche.

Aussi, Nos remerciements à l'équipe des laboratoires pédagogiques « Génie des Procédés » et surtout à **Madame BOUYEDDA Meryem** pour son collaboration et son aide.

Afin de n'oublier personne, nos vifs remerciements s'adressent à tous ceux qui nous a aidée à la réalisation de ce modeste mémoire.

**RAGGAB ROUFAIDA**

**ZEDADRA ABIR**

# Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

À mes très chers parents " **SALEH & ZOUINA**",

Aucune dédicace ne saurait être assez éloquente pour exprimer ce que vous méritez pour tous les sacrifices que vous n'avez cessé de faire depuis ma naissance, jusqu'à ce jour. Ce travail est le fruit des sacrifices que vous avez consentis pour mon éducation et ma formation.

Aux bougies qui sont la source de la lumière de ma vie, Mes très chères sœurs"  
**AFEF, AMEL, AMIRA, ASMA & ISMAHANE**".

À mes chers frères "**ALA-EDDINE, ABD EL-MOUNAÏM, RABIE & RAMZI**" qui sont mon bras droit. À mes belles sœurs "**NOUR-HOUDA & HANANE**".

À mes nièces adorés « **DHOHA, HADJER, KHADIJA, ISRAA, ALAE, AMINA, CHAYMA, MARIA, DJINANE, RANIME, TASNIME & YASMINE**".

À mes neveux d'amour "**ABD EL-RAHMEN, ABD EL-MOUMEN, AHMED & MOHAMMED**"

À mes grands-pères "**ISMAÏL & IBRAHIM**". À mes grands-mères "**KHADRA & ZAARA**" qui restent toujours dans la mémoire.

À mon mari "**MOHAMMED**" que dieu le garde.

À mes amies avec qui j'ai vécu des beaux moments au cours de mon cursus à l'université surtout : **RAHMA, SAFA, NADA, OMAYMA, AMIRA** et ma moitié  
**ROUFEIDA**.

À mes cousines surtout "**ZAHRA**" qui m'a aidée beaucoup.

À toute la famille "**ZEDADRA & KHADRI**".

À tous ceux que j'aime et à ceux qui m'ont tout donnée sans rien attendre en retour.

**Abir**

# Dédicaces

Merci **ALLAH** de m'avoir donné la capacité décrire et de réfléchir.

La force d'y croire. La patience d'aller jusqu'au bout du rêve.

C'est avec toute l'ardeur de mes sentiments que me dédie ce modeste travail qui est le fruit de ma profonde reconnaissance à :

Ma très **CHERE MERE**, qui me donne toujours l'espoir de vivre qui n'a jamais cessé de prier pour moi.

Mon très **CHER PERE**, pour ses encouragements, son soutien, surtout pour son amour et son sacrifice Afin que rien n'entrave avant le déroulement de mes études.

Mes frères : **IMED** et **SOHAIB** qui m'ont toujours soutenu et étaient toujours à mes côtés.

Mes chères que j'aime beaucoup : **NIDOU**, **AMIRA** et **LOUBNA** pour son soutien moral.

Tous les membres de ma famille : tante, oncle, cousins maternelle et paternelle.

Je termine avec la personne qui a partagé tout le travail, qui à supporter mon humeur au moment de stresse, mon binôme est ma meilleure amie **ABIR**.

**ROUFEIDA**

---

# Table des matières

---

## Table des matières

Remerciement

Dédicaces

Table des matières

Liste des Figures et Tableaux

Introduction générale..... 1

### Partie théorique

#### Chapitre 1 : Etude bibliographique

1. Introduction .....	3
2. La biomasse : .....	3
2.1. Définition : .....	3
2.2. Classification de la biomasse : .....	3
2.3. L'intérêt de la biomasse : .....	4
2.4. Les avantages et inconvénients de la biomasse : .....	5
2.4.1. Avantages : .....	5
2.4.2. Inconvénients : .....	5
3. Etude bibliographique sur les biopolymères : .....	6
3.1. Définition : .....	6
3.2. Différentes familles des biopolymères : .....	6
3.3. Propriétés des biopolymères : .....	7
3.3.1. La biodégradabilité .....	7
3.3.2. Biocompatibilité et biorésorbabilité : .....	8
3.3.3. Propriété de perméabilité aux gaz : .....	8
3.3.4. Compostabilité : .....	9
3.3.5. Propriétés chimiques : .....	9

---

## Table des matières

---

3.4. Utilisation des biopolymères .....	10
3.4.1. Applications médicales : .....	10
3.4.2. Application dans l’emballage : .....	12
3.4.3. Applications agricoles : .....	13
4. La cellulose : .....	13
4.1. Historique de la cellulose : .....	13
4.2. Définition : .....	14
4.3. La structure de la cellulose : .....	15
4.3.1. La structure chimique : .....	15
4.3.2. Structure moléculaire de la cellulose : .....	16
4.3.3. Cristallinité.....	17
5. L’acétate de cellulose .....	17
5.1 Généralités .....	17
5.2. Elaboration et composition chimique .....	18
5.3. L’estérification de la cellulose : .....	18
5.4. Les applications pratiques de la cellulose acétylée .....	20
 <b><i>Chapitre 2 : Etude botanique et Aperçu bibliographique sur la plante d’Astragalus de la famille Fabaceae</i></b>	
1. Introduction .....	24
2. Généralités sur la famille Fabaceae.....	24
3. Le genre Astragalus.....	25
3.1. Répartition géographique .....	25
3.2. Description botanique du genre Astragalus.....	25
4. Astragalus gombo.....	26
4.1. Position systématique .....	26

---

## Table des matières

---

4.2. Description morphologique .....	26
4.3. Répartition géographique .....	27
4.4. Utilisation en médecine traditionnelle .....	27
4.5. Importance économique et usages traditionnels de quelques espèces du genre Astragalus.....	27

## Partie Expérimentale

### Chapitre 3 : Matériels, Méthodes et techniques de caractérisation

1. Introduction .....	29
2. Matériels et méthodes.....	29
2.1. Matériel végétal .....	29
2.2. Préparation de la matière et technique de séchage, broyage et conservation .....	29
2.3. Produits chimiques (solvants et réactifs) utilisés.....	30
2.4. Procédures d'extraction de la cellulose à partir de la plante d'Astragalus gombo .....	31
2.5. Optimisation des procédés d'extraction, conception expérimentale et analyse statistique : .....	33
2.6. Préparation d'acétate de cellulose .....	34
3. Techniques de caractérisation physico-chimiques .....	37
3.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (ATR-FTIR).....	37

### Chapitre 4 : Résultats et discussions

1. Introduction .....	39
2. Extraction chimique de la cellulose à partir de la plante d'Astragalus gombo .....	39
3. Estimation du rendement massique.....	40
4. Caractérisation de la matière première et les produits finaux d'Astragalus gombo par FTIR-ATR :.....	41
4.1. Caractérisation de la matière première : .....	41

---

## Table des matières

---

4.2. Caractérisation de la cellulose : .....	42
4.3. Caractérisation de l'acétate de cellulose : .....	43
5. Effet des différents facteurs sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo : .....	45
5.1. Effet du temps sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo : .....	45
5.2. Effet de la température sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo : .....	45
5.3. Effet de la concentration d'NaOH sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo : .....	46
6. Analyse statistique par RSM (méthode des surfaces de réponses) : .....	47
7. Effet des paramètres d'extraction sur les facteurs de réponse de surface .....	50
8. Optimisation d'extraction de la cellulose : .....	51
<b>Conclusion générale</b> .....	<b>56</b>
<b>Perspectives</b> .....	<b>57</b>
<b>Résumé</b>	

---

---

# Listes des figures et des tableaux

---

## Liste des Figures

### Chapitre 1 : Etude bibliographique

<b>Figure 1</b> : les différentes ressources de la biomasse.....	<b>4</b>
<b>Figure 2</b> : Cycle de vie des biopolymères. ....	<b>4</b>
<b>Figure 3</b> : Grandes familles des biopolymères .....	<b>6</b>
<b>Figure 4</b> : Sources et biodégradabilité de certains polymères.....	<b>7</b>
<b>Figure 5</b> : Exemple de biodégradabilité d'un gobelet couché avec du PHA.....	<b>7</b>
<b>Figure 6</b> : Applications des polymères biosourcés : libération contrôlée des principes actifs..	<b>8</b>
<b>Figure 7</b> : Polymère poreux perméable aux gaz.....	<b>9</b>
<b>Figure 8</b> : Un bioplastique compostable.....	<b>9</b>
<b>Figure 9</b> : Applications des polymères biosources dans le domaine médical .....	<b>11</b>
<b>Figure 10</b> : L'emballage alimentaire et l'encapsulation médicale. ....	<b>12</b>
<b>Figure 11</b> : Les films plastiques qui sont utilisés par les cultivateurs.....	<b>13</b>
<b>Figure 12</b> : Structures typiques de la cellulose, la lignine et l'hémicellulose dans la biomasse lignocellulosique .....	<b>14</b>
<b>Figure 13</b> : Structure de la cellobiose.....	<b>15</b>
<b>Figure 14</b> : Représentation de la chaîne de cellulose. ....	<b>16</b>
<b>Figure 15</b> :Ponts hydrogènes intramoléculaires et intermoléculaires entre deux macromolécules adjacentes de cellulose. ....	<b>16</b>
<b>Figure 16</b> : Les régions cristallines et amorphes dans les microfibrilles de cellulose .....	<b>17</b>
<b>Figure 17</b> : Composition chimique des acétates de cellulose.....	<b>18</b>
<b>Figure 18</b> : Représentation schématique des étapes d'acétylation de fibres cellulosiques (a) : solution en suspension, (b) : cellulose avec surface acétylée, (c) : acétylates de cellulose dissoute.....	<b>19</b>
<b>Figure 19</b> : Réaction d'acétylation de la cellulose.....	<b>19</b>

---

## Listes des Figures et Tableaux

---

### ***Chapitre 2 : Etude botanique et Aperçu bibliographique sur la plante d'Astragalus de la famille Fabaceae***

<b>Figure 1</b> : Gousses de différentes espèces des Fabacées tropicales. ....	<b>24</b>
<b>Figure 2</b> : Quelques espèces du genre Astragalus présentes en Algérie. ....	<b>25</b>
<b>Figure 3</b> : Description botanique du genre Astragalus L. ....	<b>26</b>
<b>Figure 4</b> : Photographie d'Astragalus gombo. ....	<b>26</b>
<b>Figure 5</b> : Quelques gousses des plantes du genre Astragalus présentes en Algérie. ....	<b>27</b>

### ***Chapitre 3 : Matériels, Méthodes et techniques de caractérisation***

<b>Figure 1</b> : Photo qui représente les graines d'Astragalus gombo. ....	<b>29</b>
<b>Figure 2</b> : Les étapes de préparation de la matière première d'Astragalus gombo. ....	<b>30</b>
<b>Figure 3</b> : Les différentes étapes d'extraction de la cellulose à partir de la plante d'Astragalus gombo. ....	<b>32</b>
<b>Figure 4</b> : Les Etapes De Préparation D'acétate De Cellulose. ....	<b>36</b>

### ***Chapitre 4 : Résultats et discussions***

<b>Figure 1</b> : Résumé sur les étapes d'extraction de la cellulose à partir de la plante d'Astragalus gombo. ....	<b>40</b>
<b>Figure 2</b> : Poudres : <b>(a)</b> : des graines d'Astragalus Gombo avant traitement, <b>(b)</b> : de la cellulose après le traitement de blanchiment. ....	<b>40</b>
<b>Figure 3</b> : Le spectre ATR-FTIR de la poudre des graines d'Astragalus Gombo sans traitement et avant l'extraction. ....	<b>41</b>
<b>Figure 4</b> : Les spectres ATR-FTIR de la cellulose commerciale et la cellulose d'Astragalus Gombo. ....	<b>42</b>
<b>Figure 5</b> : Le spectre ATR-FTIR de l'acétate de cellulose d'Astragalus Gombo. ....	<b>44</b>
<b>Figure 6</b> : Effets de différents temps sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo. ....	<b>45</b>
<b>Figure 7</b> : Effets des températures sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo. ....	<b>46</b>

---

## Listes des Figures et Tableaux

---

<b>Figure 8</b> : Effets de la concentration d'NaOH sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo.....	<b>47</b>
<b>Figure 9</b> : Comparaison des résultats prédits et expérimentaux de la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo. ....	<b>50</b>
<b>Figure 10</b> : Les courbes de la surface de réponse (3D) et (2D) montrant les effets du temps d'extraction et de la concentration d'NaOH sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo.....	<b>51</b>
<b>Figure 11</b> : Courbe de contour de la condition optimale d'extraction pour la cellulose.....	<b>52</b>
<b>Figure 12</b> : les condition optimales d'extraction de la cellulose. ....	<b>53</b>

## Liste des Tableaux

### Chapitre 1 : Etude bibliographique

<b>Tableau 1</b> : Propriétés spécifiques des polymères biosourcés et les applications entendues..	<b>10</b>
<b>Tableau 2</b> : Les applications médicales des polymères biosourcés .....	<b>11</b>
<b>Tableau 3</b> : Les applications des polymères biosourcés dans l'emballage .....	<b>12</b>
<b>Tableau 4</b> : Teneur en cellulose de différentes espèces végétales .....	<b>14</b>
<b>Tableau 5</b> : Degré de Polymérisation de la cellulose selon l'espèce végétale considéré.....	<b>15</b>
<b>Tableau 6</b> : taux de cristallinité et dimension de la phase cristalline de la cellulose native. .	<b>17</b>

### Chapitre 3 : Matériels, Méthodes et techniques de caractérisation

<b>Tableau 1</b> : Produits chimiques, solvants et réactifs .....	<b>30</b>
<b>Tableau 2</b> : Variables indépendantes et leurs niveaux utilisés dans la surface de réponse.....	<b>33</b>
<b>Tableau 3</b> : Les essais utilisée d'optimisation des condition d'extraction de la cellulose.....	<b>34</b>

### Chapitre 4 : Résultats et discussions

<b>Tableau 1</b> : Attribution des différentes bands de vibration pour ATR-FTIR.....	<b>43</b>
--	-----------

---

## Listes des Figures et Tableaux

---

<b>Tableau 2</b> : Les données expérimentales et prédites de la masse de la cellulose avec les variables indépendantes.....	<b>48</b>
<b>Tableau 3</b> : Résultats d'ANOVA pour les données expérimentales. ....	<b>49</b>
<b>Tableau 4</b> : Optimisation de la réponse pour les paramètres de la cellulose. ....	<b>52</b>

---

---

# Introduction générale

---

### Introduction générale

Suite aux exigences environnementales actuelles, les scientifiques et les industriels cherchent à développer de nouvelles stratégies capables de remplacer les matériaux toxiques ou non-biodégradables issus de la pétrochimie par des nouveaux matériaux biosourcés comme les biopolymères, en particulier les polysaccharides qui présentent une source d'innovation à fort potentiel.

En effet, la biomasse lignocellulosique rassemblant résidus agricoles et forestiers, déchets du bois, etc., a été, jusqu'à présent, relativement peu valorisée. Elle est composée essentiellement de trois molécules, dont la cellulose qui représente le polymère le plus abondant sur terre. La transformation de ce biopolymère, en dérivés chimiques ou en source d'énergie sous forme d'alcool ou de gaz, fait l'objet d'intenses recherches dans le monde entier. Ainsi, la cellulose et ses dérivés présentent un intérêt croissant dans l'industrie en raison de leur vaste domaine d'application, de leur caractère neutre et de leur non toxicité.

C'est dans ce contexte, nous sommes intéressés à trouver ou bien valoriser d'une nouvelle source végétale pour l'extraction des biomatériaux ou bien des biopolymères végétale, particulièrement dans la plante « *Astragalus gombo* » de la famille de " Fabaceae ".

Cette mémoire présente les travaux réalisés et comporte quatre chapitres :

Le premier chapitre (I) intitulé : « **Etude bibliographique** » présente une revue de la littérature sur la description de la biomasse végétale et les biopolymères par leurs utilisations et leurs intérêts par des scientifiques et industriels dans le développement de nouvelles ressources d'énergie et aussi de nouveaux matériaux. Il porte aussi une étude bibliographique concernant la cellulose et l'acétate de cellulose avec leur propriété et leur application dans des différents domaines.

Le deuxième chapitre (II) intitulé : « **Etude botanique et Aperçu bibliographique sur la plante d'*Astragalus* de la famille Fabaceae** », est consacré à l'étude botanique de la plante " d'*Astragalus gombo*" (Fabaceae) avec la description des noms vernaculaires, taxonomie et position systématique, des différentes parties de la plante, origine et répartition géographique, actions et effets thérapeutiques, leur composition chimique, leur toxicité et à la fin leur usages traditionnel et populaire.

Le troisième chapitre (III) intitulé : « **Matériels, Méthodes et techniques de caractérisation** », ce chapitre sera composé de deux parties. Dans la première, nous décrirons

## Introduction générale

---

la méthode d'extraction de la cellulose et leur dérivé, la méthode du blanchiment ainsi que la méthode d'optimisation d'extraction de la cellulose que nous avons mises en œuvre. Dans la seconde partie, nous présenterons les différentes techniques utilisées pour caractériser nos échantillons finaux.

Le quatrième chapitre (IV) intitulé : « **Résultats et discussions** », cette partie est destinée à l'interprétation et la discussion des résultats obtenues de l'extraction de la cellulose et l'optimisation des procédés d'extraction ainsi que, les résultats obtenus à partir des différentes méthodes de caractérisation.

Enfin, ce travail se termine par une conclusion générale et des perspectives.

---

# Partie Théorique

---

---

# **Chapitre 1 :**

## **Etude bibliographique**

---

# Chapitre 1 : Etude bibliographique

## 1. Introduction

Dans ce premier chapitre nous présenterons une revue de la littérature sur la description de la biomasse végétale et les biopolymères par leurs utilisations et leurs intérêts par des scientifiques et industriels dans le développement de nouvelles ressources d'énergie et aussi de nouveaux matériaux. Il porte aussi une étude bibliographique concernant la cellulose avec leur propriété et leur application dans des différents domaines.

## 2. La biomasse :

### 2.1. Définition :

Au sens large, « la biomasse » désigne l'ensemble de la matière vivante. Depuis le choc pétrolier de 1973, cette terminologie s'applique aux produits organiques végétaux ou animaux utilisés à des fins énergétiques ou agronomiques, que l'on classe couramment, selon leur taux d'humidité, en deux grandes familles.

### 2.2. Classification de la biomasse :

- La « **biomasse sèche** » qui comprend la « biomasse ligneuse » (bûches, produits connexes de la transformation du bois, bois de rebut, ainsi que les pailles et autres résidus de récoltes).

- La « **biomasse humide** » qui regroupe les flux de déchets organiques issus de l'activité agricole (déjections animales), des industries agroalimentaires (abattoirs, laiteries, etc.) et des collectivités (déchets verts, boues d'épuration, graisses organiques et produits résiduels).

Selon une autre définition, la biomasse est toute matière provenant du vivant. Elle a la propriété d'être une source soit d'énergie soit de matière première. [1]



Figure 1 : les différentes ressources de la biomasse. [1]

### 2.3. L'intérêt de la biomasse :

L'intérêt stratégique de l'utilisation de la biomasse en remplacement des matières fossiles, les analyses de cycle de vie montrent généralement que l'utilisation de ressources renouvelables permet de réduire l'émission de CO<sub>2</sub> de 30 à 75% par rapport à l'utilisation de polymères d'origine pétrolière. La consommation de CO<sub>2</sub>, nécessaire à la croissance de la plante, est égale au rejet de CO dans l'atmosphère lors du recyclage des matériaux en fin de vie. [2]



Figure 2 : Cycle de vie des biopolymères. [2]

Les polymères issus de la biomasse peuvent être regroupés en deux grandes familles, **les polymères issus directement d'organismes vivants** (tels que les polysaccharides, les protéines ou la lignine) et **les polymères synthétisés** à partir de ressources renouvelables (tel que les polymères formés à partir de la polymérisation de monomères d'origine naturelle, comme l'acide poly lactique (PLA) obtenu à partir de glucose). Nous pouvons aussi placer dans cette deuxième catégorie certains **polymères produits par des bactéries**. [2]

### 2.4. Les avantages et inconvénients de la biomasse :

Lors de l'utilisation et la transformation de la biomasse pour produire de l'énergie, cette dernière offre de nombreux avantages et inconvénients qui ont une influence sur l'économie et l'environnement. Parmi ses avantages et ses inconvénients, on cite :

#### 2.4.1. Avantages :

- La biomasse participe au traitement et à la destruction des déchets organiques.
- A l'heure où le prix des carburants ne cesse d'augmenter, cette énergie serait une bonne alternative au pétrole.
- Les ressources de la biomasse sont disponibles à grande échelle.
- La biomasse est une ressource renouvelable lorsqu'utilisée et gérée de façon durable.
- La biomasse peut être convertie en différentes formes d'énergie. Par exemple, le bois peut être traité et converti en gaz.
- L'utilisation du bois-énergie maîtrise le cout de l'énergie sur le long terme puisque, à la différence des énergies fossiles, le combustible bois n'est que très peu influencé par les variations conjoncturelles du prix du baril de pétrole [1.3.4]

#### 2.4.2. Inconvénients :

- La production de biocarburants à un prix conséquent n'est pas encore totalement développée.
- Pour produire de la biomasse, il faut des terres agricoles, sauf qu'il y en a peu de disponible.
- La biomasse peut être polluante si elle est mal utilisée.
- L'inconvénient majeur de la mise en pratique de la biomasse est que le bois, qui devient source d'énergie après combustion, est souvent surexploité par les industriels. Ce qui provoque une déforestation. Cela peut avoir des effets nocifs sur la biodiversité. De plus, la combustion du bois rejette des éléments néfastes dans l'atmosphère [1.3]

### 3. Etude bibliographique sur les biopolymères :

#### 3.1. Définition :

Un biopolymère est défini comme étant constitué par un genre de biomacromolécules, elles-mêmes formées par des organismes vivants. C'est le cas des protéines, des acides nucléiques ou encore des polysaccharides. Lorsque l'on parle de polymère biosourcé, le terme biosourcé signifie que le polymère est composé ou issu en partie ou complètement de la biomasse. Cette caractéristique présente un avantage certain puisqu'elle limite l'utilisation des ressources fossiles [5].

#### 3.2. Différentes familles des biopolymères :

On dénombre cinq types différents de biopolymères que l'on peut regrouper en trois classes :

**3.2.1. Polymères de synthèses :** ce sont des polymères d'origine fossile.

**3.2.2. Polymères biodégradables :** ce sont des polymères d'origine fossile (issus de pétrole) auxquels est ajouté un additif qui permet de favoriser leur dégradabilité.

**3.2.3. Biopolymères de biomasse :** ce sont les polymères issus de la biomasse. Il existe trois sortes :

a) **Biopolymères issus de la faune et de la flore :** cette famille comprend par exemple l'amidon, la cellulose, les protéines, etc.

b) **Biopolymères produits par polymérisation chimique :** cette famille est essentiellement constituée des PLA.

c) **Biopolymères produits par des micro-organismes génétiquement modifiés (PHA, PHV, PHBV).**

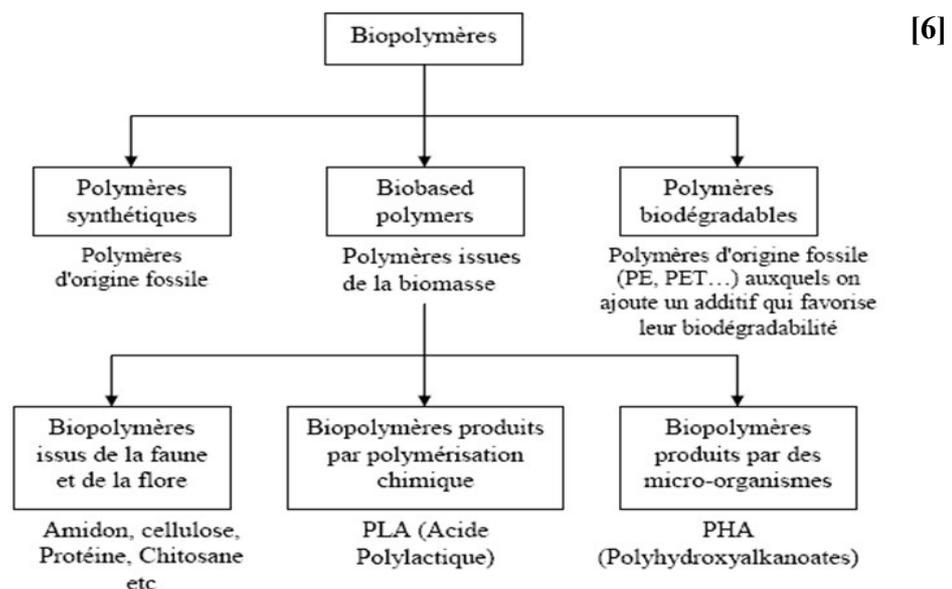


Figure 3 : Grandes familles des biopolymères [6].

### 3.3. Propriétés des biopolymères :

De par leur structure chimique, les biopolymères présentent des propriétés particulières et intéressantes qui peuvent concurrencer celles des polymères classiques issus de ressources pétrolières. Parmi par ces propriétés, on cite :

#### 3.3.1. La biodégradabilité

La biodégradabilité est la propriété la plus importante pour caractériser l'impact d'un produit organique sur l'environnement. C'est une propriété qui concerne l'étape de fin de vie d'un matériau et se définit par la capacité d'un matériau à être dégradé biologiquement. 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 taille. Quatre éléments y concourent : avant tout, les micro-organismes sans lesquels aucune biodégradation ne serait possible, l'humidité, l'oxygène et la température [7,8].

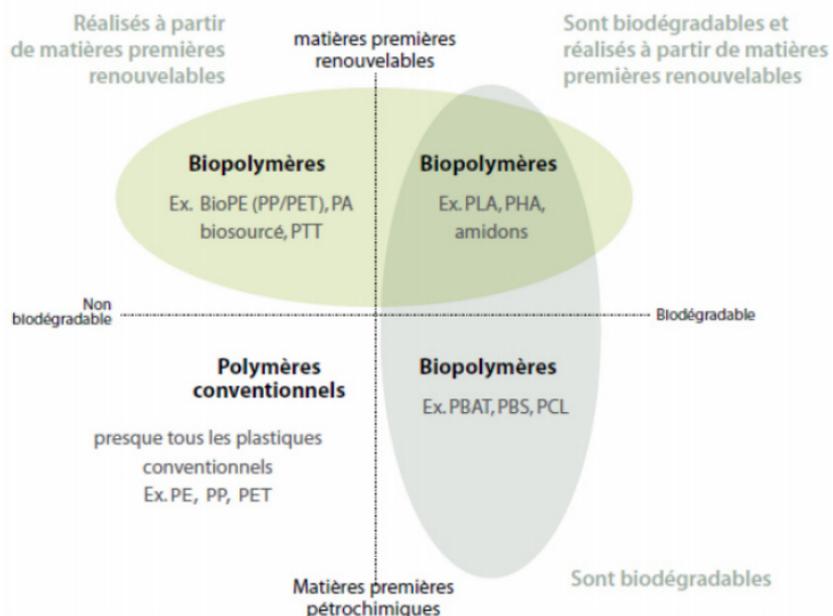


Figure 4 : Sources et biodégradabilité de certains polymères [7].

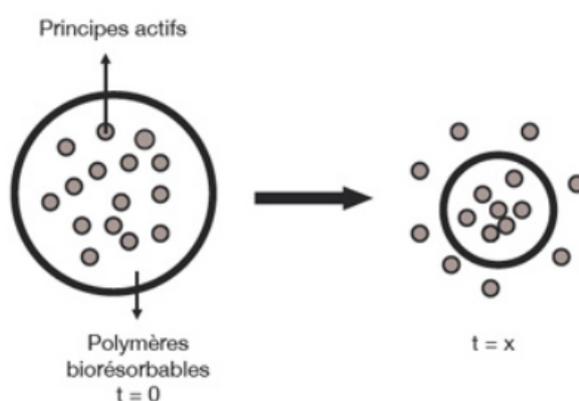


Figure 5 : Exemple de biodégradabilité d'un gobelet couché avec du PHA [7].

### 3.3.2. 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. Les polymères biosourcés, par leur biocompatibilité sont de plus en plus utilisés dans ces domaines très spécifiques [7].

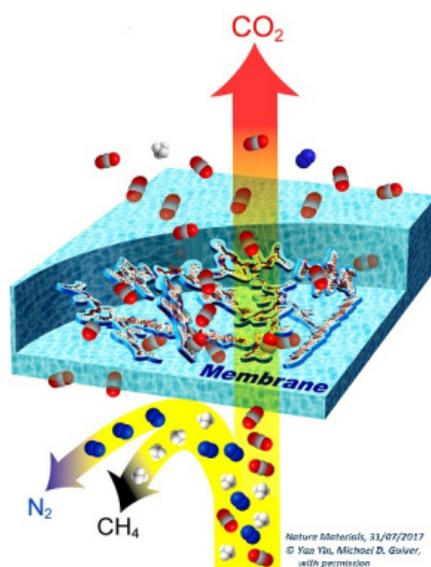
La biorésorbabilité, c'est-à-dire la capacité à se dégrader naturellement dans le corps humain est une propriété recherchée dans les applications médicales ; les polymères biosourcés ont cette aptitude en se dégradant par hydrolyse enzymatique [9].



**Figure 6** : Applications des polymères biosourcés : libération contrôlée des principes actifs.

### 3.3.3. Propriété de perméabilité aux gaz :

L'utilisation des polymères biosourcés dans l'emballage alimentaire exige des matériaux avec des propriétés contrôlées en termes de barrières aux gaz, essentiellement l'eau et l'oxygène afin de remplacer les emballages en verre ou en métal aux capacités barrières très élevées. Ce type d'emballage est très demandé en plus de l'alimentaire, dans des domaines divers tels que le médical et l'optoélectronique. La plupart des polymères biosourcés (l'amidon, la cellulose et les protéines) sont hydrophiles, avec des propriétés naturelles de perméabilité à la vapeur d'eau. La présence de fonctions polaires hydroxyle ou amine contribue à la formation de ponts hydrogènes [7,10].



**Figure 7** : Polymère poreux perméable aux gaz. [7]

### 3.3.4. 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. 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. [7,10]



**Figure 8** : Un bioplastique compostable. [7]

### 3.3.5. 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

## Chapitre 1 : Etude bibliographique

site nucléophile et électrophile. 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 [7,11]

### 3.4. Utilisation des biopolymères

En conséquence des propriétés citées, les polymères biosourcés ont de plus en plus d'applications industrielles. Plusieurs domaines et industries font appel aux polymères biosourcés dues à une tendance dans l'industrie à substituer les polymères dérivés du pétrole dont la réserve n'est pas inépuisable par des composés biodégradables. On les appelle alors des bioplastiques. On les appelle alors des bioplastiques. Les grands axes d'applications concernent l'emballage, la médecine et l'agriculture.

**Tableau 1** : Propriétés spécifiques des polymères biosourcés et les applications entendues

Polymères biosourcés	Propriétés particulières	Application ciblées
Polymères à base d'amidon	Antistatiques, anticondensation, toucher naturel	Emballages et sacs
Polymères à base de cellulose	Transparences, antistatiques	Emballages
Polymères à base de protéine	Comestibles, grandes diversités chimiques des acides aminés, perméabilité sélective aux gaz	Galénique, emballages alimentaires
Polymères à base d'huile	Siccativité	Peinture, vernis
Polymères de synthèse à base d'acide lactique	Anticondensations, brillances, antibactériens	Emballages, textiles
Polyesters bactériens (polyhydroxyalcanoates)	Propriétés piézoélectriques, antioxydants, insolubilité dans l'eau	Médical matériau ostéosynthétique, emballage rigide
Caoutchouc	Elastomère	Vulcanisation

#### 3.4.1. Applications médicales :

L'utilisation des biomatériaux dans ce secteur nécessite une très bonne maîtrise de la technologie thérapeutique. Ainsi le choix de l'utilisation d'un matériau biosourcé dans un corps vivant doit être accompagné d'une connaissance approfondie de la relation contrôlée entre les propriétés mécaniques et le temps de dégradation [13]. On peut trouver ces polymères biosourcés dans les fils de sutures chirurgicales, le greffage vasculaire, les peaux artificielles et comme système de libération contrôlée de médicaments [14].

## Chapitre 1 : Etude bibliographique



**Figure 9** : Applications des polymères biosources dans le domaine médical. [7]

Les applications médicales des polymères biosourcés sont données dans le tableau 2 suivant :

**Tableau 2** : Les applications médicales des polymères biosourcés [7,12]

Polymères biosourcés	Applications médicales
<b>Polyhydroxyalcanoates (PHA)</b>	Fil de suture, galénique, implant vasculaire, vêtement et accessoire médicaux, ostéosynthèse
<b>Polyglycolydes (PGA)</b>	Fil de suture, clip, agrafe, et adhésif
<b>Polyacides (PLA)</b>	Fixation orthopédique, attache, vis et broche, ligament et tendon artificiels, matrice de régénération de tissu, galénique
<b>Polyglactine (PLA-PGA) polydioxanone</b>	Fil de suture, fixation orthopédique, vis et broche, ligament, tendon et vaisseau artificiel
<b>Cellulose</b>	Encapsulation de médicaments, membrane d'hémodialyse
<b>Alginates</b>	Encapsulation de médicament, implantation cellulaire
<b>polyaspartates</b>	Encapsulation de médicaments, fil de suture, peau artificielle
<b>Poly-lysine</b>	Encapsulation des médicaments, biosenseur, bactéricide

### 3.4.2. Application dans l'emballage :

L'utilisation continue des plastiques traditionnels dans le domaine de l'emballage conduit à un problème de gestion et de l'élimination de déchets ; ce qui permet aux matériaux polymères biosourcés, du fait de leur biocompatibilité, leur biodégradabilité et recyclabilité de s'accaparer d'une grande part dans ce secteur toujours en expansion ; comme dans l'emballage alimentaire, industriel et dans l'encapsulation médicale. Aussi, leur transparence et leur résistance aux sollicitations mécaniques consolident aussi l'utilisation des matériaux polymères biosourcés dans des secteurs spécifiques [13]



**Figure 10** : L'emballage alimentaire et l'encapsulation médicale. [7]

Les applications des polymères biosourcés dans l'emballage sont résumées dans le tableau 3 suivant :

**Tableau 3** : Les applications des polymères biosourcés dans l'emballage [12]

Polymères biosourcés	Applications
<b>Amidon</b>	Emballages films alimentaires et produit d'hygiène, sacs de pomme de terre, couverts jetables,...
<b>Cellulose</b>	Emballages films alimentaires, emballages films divers
<b>Poly lactide (PLA)</b>	Raviers et pots, bouteilles d'eau et de lait, gobelets jetables, divers emballages alimentaires, emballages films divers
<b>Polyhydroxyalcanoates (PHA)</b>	Emballages (cosmétiques, films, ...)

### 3.4.3. Applications agricoles :

Dans le domaine de l'agriculture, il est important de savoir les enjeux économiques et environnementaux. Les polymères biosourcés utilisés doivent remplir quelques critères, tels que la biodégradation et la durée de vie.

Parmi les applications, on trouve les films plastiques qui sont utilisés par les cultivateurs pour favoriser la croissance des plantes et quand ils se photodégradent dans les champs, cela évite le coût du ramassage. Ces films servent à :

- Conserver l'humidité ;
- Réduire les mauvaises herbes ;
- Augmenter la température du sol. Le but est d'améliorer la croissance des plantes.

Les polymères biosourcés sont utilisés aussi dans de nouvelles techniques de libération contrôlée des engrais [13] pour contrôler le taux de produits chimiques délivré, la période d'utilisation, la mobilité et l'efficacité du produit...etc. Les autres différentes applications sont [14] le conditionnement de sols ; la protection de graines et la protection de plants.



**Figure 11** : Les films plastiques qui sont utilisés par les cultivateurs [7]

## 4. La cellulose :

### 4.1. Historique de la cellulose :

La cellulose, comme composé biologique, a été découverte en 1838 par le chimiste français Anselme Payen (1795-1871), qui l'a isolé de la matière végétale et a déterminé sa formule chimique. Hyatt Manufacturing Company a utilisé la cellulose pour produire le premier polymère thermoplastique avec succès en 1870, le celluloïd. La production de rayonne ("soie artificielle", viscose) à partir de cellulose a commencé dans les années 1890 et la cellophane a été inventée en 1912. Hermann Staudinger (1881-1965, chimiste allemand) a déterminé la structure polymère de la cellulose en 1920. Le composé a été synthétisé chimiquement pour la

première fois (sans l'utilisation d'enzymes d'origine biologique) en 1992, par Kobayashi et Shoda [15].

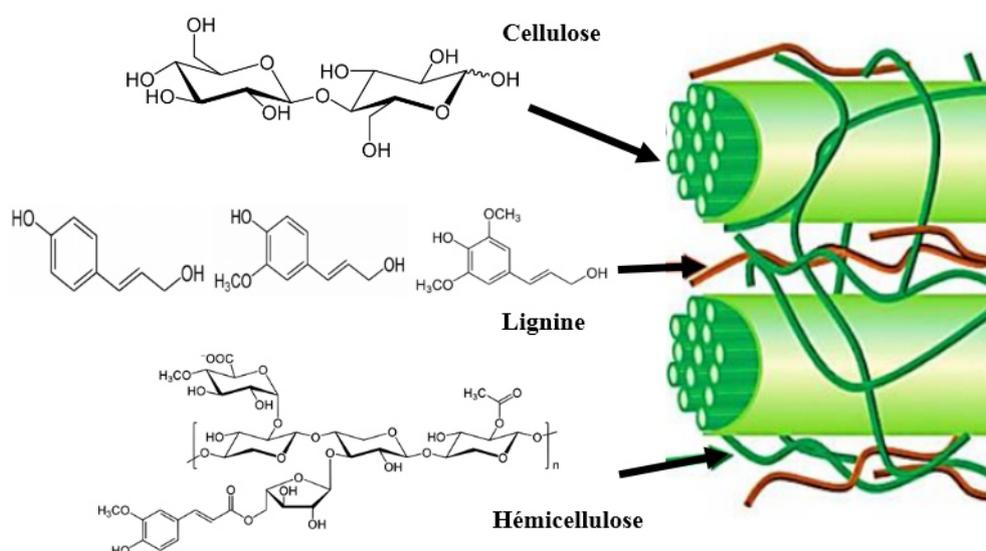
### 4.2. Définition :

La cellulose est la substance organique la plus abondante dans la nature, elle représente à ce titre plus de 50% de la biomasse, soit environ 90 milliards de tonnes par an synthétisées par les végétaux terrestres, et est l'un des principaux polysaccharides constitutifs de la paroi végétale (polysaccharides pariétaux). C'est un composant structural important du coton 95 à 99% et du bois 45 à 50% en masse sèche. Sa production annuelle est approximativement de  $10^{12}$  tonnes. [16]

**Tableau 4 :** Teneur en cellulose de différentes espèces végétales

Espèces végétales	Teneur en cellulose (%)
<b>Coton</b>	95-99
<b>Bois</b>	40-50
<b>Son de maïs</b>	17-20
<b>Paille</b>	50-60

Les fibrilles cellulosiques assurent le soutien et la protection des parois cellulaires des végétaux. Ce polysaccharide est également biosynthétisé selon un processus différent par une bactérie : *acetobacter xylinum*.

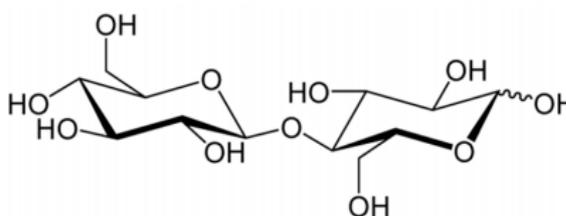


**Figure 12 :** Structures typiques de la cellulose, la lignine et l'hémicellulose dans la biomasse lignocellulosique

### 4.3. La structure de la cellulose :

#### 4.3.1. La structure chimique :

La formule brute de la cellulose ( $C_6H_{10}O_5$ ) a été déterminée par Willtatter et Zechmeister en 1913. Du point de vue chimique, La cellulose est un homo-polysaccharide linéaire formée par la répétition d'unités D-anhydroglucopyranose (AGU) liées entre elles par des liaisons osidiques de type  $\beta$  (1 $\rightarrow$ 4). L'unité répétitive, composée de l'association de deux monomères de glucose (l'un droit, l'autre renversé), est appelée cellobiose. [17]



**Figure 13 :** Structure de la cellobiose.

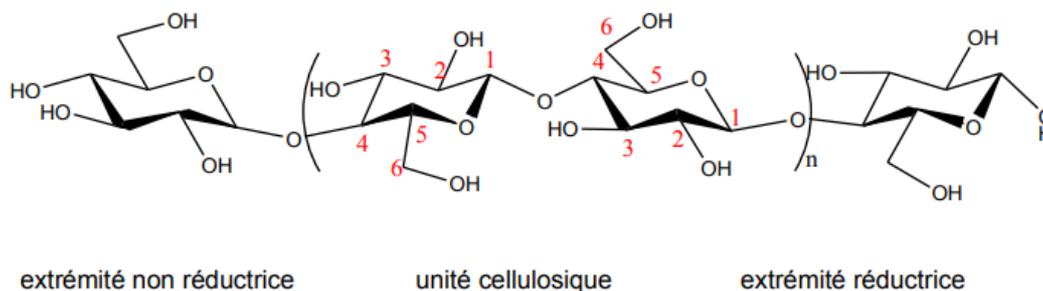
Le nombre d'unités glucose (n), ou degré de polymérisation (DP), détermine la longueur des chaînes, et varie selon l'origine végétale et pariétale. Il peut être compris entre 150 et 26500.

**Tableau 5 :** Degré de Polymérisation de la cellulose selon l'espèce végétale considéré

Espèce végétale	Degré de Polymérisation (DP)
Algue Valonia	26500
Coton	800 à 10000
Cellulose bactérienne	800 à 10000
Pulpe de bois	300 à 1700
Cellulose microcristalline	150 à 350

La masse molaire de la cellulose, ou directement son DP, peuvent être déterminés par diverses méthodes telles que : le viscosimètre, la diffusion de la lumière, ou la chromatographie d'exclusion stérique.

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. [17,18]

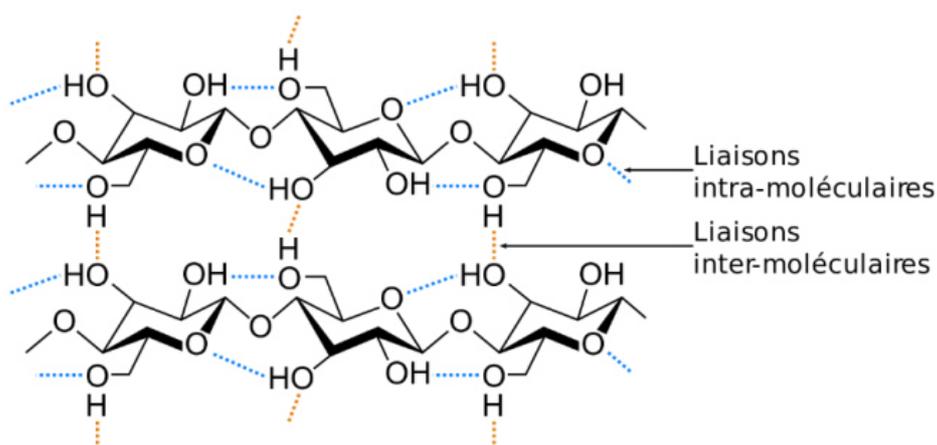


**Figure 14 :** Représentation de la chaîne de cellulose.

Chaque unité anhydroglucose porte trois groupements hydroxyles libres : deux fonctions alcools secondaires sur les carbones -2 et -3 et un alcool primaire sur le carbone -6. Il existe donc trois sites de substitution possibles. [18]

#### 4.3.2. Structure moléculaire de la cellulose :

Par liaisons hydrogène intramoléculaires entre deux résidus glucoses successifs, les chaînes de cellulose adoptent des structures linéaires dites « en ruban », très stables, qui s'associent entre elles via des liaisons hydrogènes intermoléculaires. Ces liaisons hydrogènes, intra- et intermoléculaires peuvent se former entre fonctions alcools ou entre fonction alcool et atome d'oxygène du cycle pyranose, créant ainsi un réseau tridimensionnel rigide de macromolécules de cellulose. [17-19]



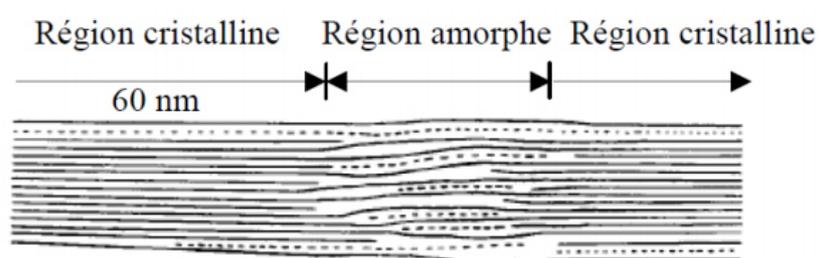
**Figure 15 :** Ponts hydrogènes intramoléculaires et intermoléculaires entre deux macromolécules adjacentes de cellulose.

Ces liaisons favorisent l'organisation des chaînes en domaines cristallins de taille importante et confèrent ainsi aux structures cellulosiques une rigidité et une résistance chimique exceptionnelles. Dans la matière végétale, ces domaines, composés de plusieurs molécules de

cellulose, s'associent en microfibrilles dans lesquelles les régions cristallines alternent avec des régions dites amorphes. [16, 19]

### 4.3.3. Cristallinité

La cellulose est un polymère semi-cristallin. Son taux de cristallinité peut varier de 43 à 56% pour le bois et est d'environ 60% pour le coton. Dans les régions cristallines les molécules présentent un parallélisme quasi parfait formant un réseau stable de liaisons hydrogènes inter et intramoléculaires. Cela entraîne une forte rigidité des chaînes. Tandis que dans les zones amorphes le degré d'organisation est faible, les chaînes sont orientées de manière aléatoire. [16,17,20]



**Figure 16 :** Les régions cristallines et amorphes dans les microfibrilles de cellulose

**Tableau 6 :** taux de cristallinité et dimension de la phase cristalline de la cellulose native.

Source de la cellulose	$\chi_c$ (%)	Dimension de la phase (nm)
Algue	>80	10-35
Bactérie	65-79	4-7
Linters de coton	56-65	7-9
Ramie	44-47	3-12
Lin	44	3-18
Chanvre	44	3-18
Pulpe de bois	43-56	10-30

## 5. L'acétate de cellulose

### 5.1. Généralités

Schützenberger a été le premier à synthétiser de l'acétate de cellulose en 1865. En faisant réagir de l'anhydride acétique sur de la cellulose de coton chauffée dans un tube fermé à 180 °C [21] Produit à grande échelle à partir du début des années 1920, il reste encore de nos jours le plus important des esters organiques de la cellulose au niveau industriel. Dans le procédé le plus classique d'acétylation, les fibres de cellulose natives sont converties progressivement en

acétate de cellulose sous l'action d'un mélange d'acide acétique glacial et d'anhydride acétique en présence d'un catalyseur tel que l'acide sulfurique ou l'acide perchlorique [22].

Une fois que le procédé d'élaboration fut amélioré. Ce composé est utilisé dans de nombreux domaines, notamment pour la fabrication de fibres (pour les textiles), de matières plastiques (thermoplastiques pour moulage) mais également de films (membranes de filtration). Sa production annuelle est d'environ  $10^6$  t. [23,25,26]

### 5.2. Elaboration et composition chimique

Les acétates de cellulose sont des esters organiques de cellulose. Leur structure chimique dérive de celle de la cellulose, les groupements hydroxyles ayant été substitués (en totalité ou en partie) par des groupements acétates. Dans le procédé d'estérification de la cellulose, on accorde une grande importance au degré de substitution en acétyle (noté DS qui représente aussi la teneur massique en groupements acétyle). Celui-ci est compris entre 0 et 3. Sa valeur est fondamentale car les propriétés physico-chimiques du polymère résultant en dépendent. [24]

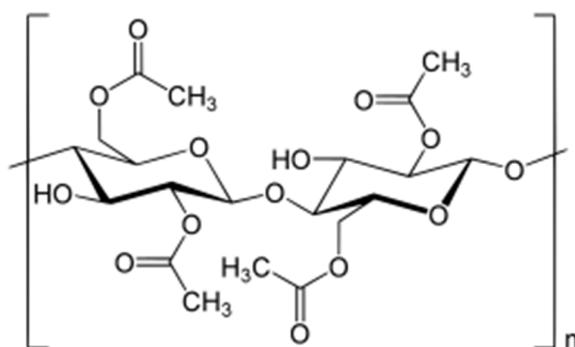


Figure 17 : Composition chimique des acétates de cellulose

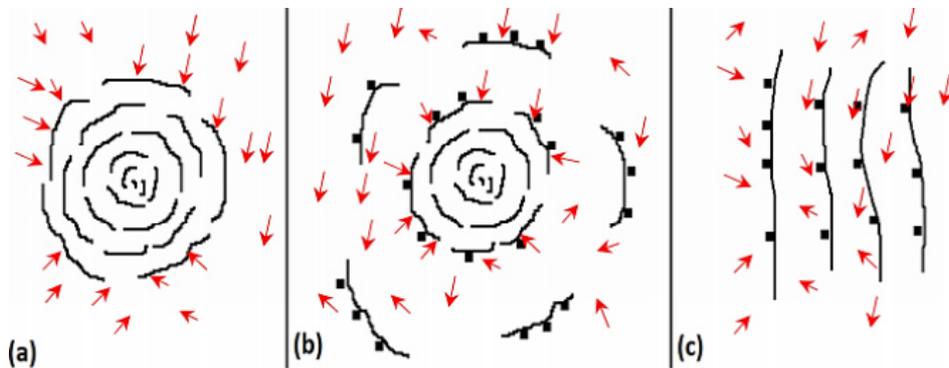
### 5.3. L'estérification de la cellulose :

L'estérification de la cellulose au moyen des anhydrides d'acide est la méthode la plus répandue pour la production d'acétate de cellulose. Cette fabrication se décompose en 4 phases distinctes :

**1) Un traitement préliminaire d'activation** de la cellulose est nécessaire. La cellulose utilisée se caractérise par une forte teneur en cellulose dite alpha (au moins 94 %, cellulose très pure, elle est classiquement issue des linters de coton) et par un  $DP_v$  élevé (typiquement entre 1000 et 7000). On préfère idéalement réaliser le séchage avec de l'acide acétique glacial et non pas par un sur séchage afin d'avoir la cellulose la plus réactive possible. La cellulose est ensuite broyée et malaxée avec de l'acide acétique pur. L'augmentation de la température et de la durée

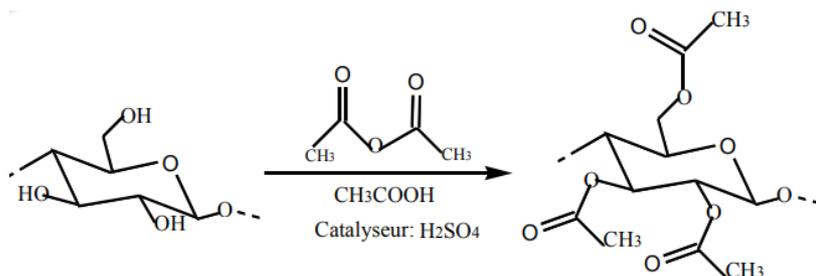
du malaxage augmente l'efficacité du prétraitement. Celui-ci permet de faire gonfler la cellulose (afin de la rendre plus réactive). [22]

2) L'**acétylation** est réalisée en ajoutant l'anhydride acétique et le catalyseur acide ( $H_2SO_4$ ). Il se forme alors un triacétate de cellulose. Les fibres cellulosiques se dissolvent progressivement à mesure que la réaction avance. La dissolution complète ne se produit qu'en présence d'un excès important d'anhydride acétique. Elle indique alors la fin de l'estérification. Cette réaction provoque deux phénomènes : la réaction des groupements hydroxyles de la cellulose, et la fission des chaînes cellulosiques et donc la diminution du DP de la cellulose. La température favorisant l'hydrolyse de la cellulose, il faut veiller à son contrôle précis, d'autant plus que cette réaction est très exothermique. [24]



**Figure 18 :** Représentation schématique des étapes d'acétylation de fibres cellulosiques (a) : solution en suspension, (b) : cellulose avec surface acétylée, (c) : acétylates de cellulose dissoute.

L'acétylation est une méthode efficace pour réduire le nombre de groupement hydroxyle dans la cellulose sous l'action d'un mélange d'acide acétique glacial et d'anhydride acétique en présence d'un catalyseur tel que l'acide sulfurique ou l'acide perchlorique, ce qui augmente d'autant l'hydrophobicité et diminue les liaisons hydrogène. SCHUTZENBERGER a été le premier à synthétiser de l'acétate de cellulose en 1865, Produit à grande échelle à partir du début des années 1920. [25,26]



**Figure 19 :** Réaction d'acétylation de la cellulose

3) L'**hydrolyse** a pour but de transformer le triacétate obtenu lors de l'acétylation en un dérivé soluble dans l'acétone. On additionne de l'eau au mélange précédent (solution d'acide acétique) pour permettre l'hydrolyse du triacétate en diacétate. Cette étape est catalysée également par de l'acide sulfurique. Elle permet surtout de moduler le DS de dérivé synthétisé.

4) La dernière étape correspond à **la précipitation et à la purification**. Une fois que le DS de l'acétate a été ajusté, on précipite l'acétate cellulosique en ajoutant de l'eau à la solution et on lave à nouveau le précipité à l'eau. Cette purification est primordiale afin d'éliminer les traces d'agents chimiques et de recycler l'acide acétique. [25]

### 5.4. Les applications pratiques de la cellulose acétylée

- Le triacétate de cellulose est largement utilisé en tant que films en photographie, isolants électriques, plastiques optiquement transparents et textiles.
- Le diacétate de cellulose peut être utilisé comme matériau de monture de lunettes, comme fibre synthétique dans la fabrication de filtres de cigarette et cartes à jouer, dans l'administration des médicaments osmotiques et comme matériau de renforcement dans des dispositifs optoélectroniques.
- L'acétate de cellulose est utilisé comme additif pour améliorer la résistance à la traction et le module de la matrice polymère hôte dans les applications nanocomposites. [26]

### Les références

- [1] : **FEDDAL Badra (2015)** : Etude des propriétés thermophysiques des mélanges contenant des composés dérivés de la biomasse. Mémoire de master, Université Abou-Bekr Belkaid de Tlemcen.
- [2] : **KOUADRI Imane (2018)** : Recherche de polysaccharides valorisables dans la biomasse végétale : Optimisation des procédés d'extraction et caractérisation physico-chimique. Thèse de doctorat, Université 8 mai 1945 Guelma.
- [3] : **Ademe (2007)** : La valorisation de la biomasse, Guide d'information à l'attention des administrations et des établissements publics ; 1-39.
- [4] : **Techniques de l'Ingénieur (2013)** : La biomasse pour le chauffage ; 1-18.
- [5] : **Houili Amina (2019)** : « Elaboration et caractérisation d'un biocomposite à base de : amidon/charge naturelle ». Mémoire de master, Université Mohamed Khider de Biskra
- [6] : **BADAoui Fouzia (2012)** : Comportement rhéologique de solutions de biopolymères. Mémoire de Mgister. Université M'hamed Bougara Boumerdes.
- [7] : **GHELLAB Djouhaina et FRIoui Rania (2020)** : Introduction aux polymères biodégradables et biosourcés : des matériaux pour un futur durable. Mémoire de Licence, Université 8 Mai 1945 Guelma.
- [8] : **AIMESTHER O. B (2008)**. Analyse, extraction et récupération de poly-3-hydroxybutyrate présent dans la biomasse. Université de Québec à Montréal.
- [9] : **NINA Q (2008)**. Les bioplastiques, caractéristiques et réglementation. Fiche Technique, Mars
- [10] : **CLUB BIO-PLASTIQUE (2007)**. Les bioplastiques d'origine végétal des produits renouvelables et biodégradables, Octobre.
- [11] : **HOLY R, MICHEL P, PHILIPPE B (2006)**. Les polymères issus du végétal : matériaux à propriété spécifiques pour des applications ciblées en industrie plastique. Service des matériaux polymères et composites, Université de Mons.
- [12] : **NATHALIE J (2008)**. Les biopolymères : différentes familles propriétés et applications, Université d'Evry Val d'Essonne.

## Chapitre 1 : Etude bibliographique

---

[13] : **MANSOURI M (2017)**. Etude des propriétés thermiques et mécaniques des biopolymères sous faisceau d'électrons. Thèse de doctorat. Université Abou-Bekr Belkaid – Tlemcen,

[14] : **BEHLOUL L, HAMD AOUI L (2015)**. Effet d'un Renfort Biodégradable sur les Propriétés Physico-mécaniques d'un Biopolymère PHBV. Mémoire de Master. Université A. MIRA – Bejaia.

[15] : **BADA OUI. Fouzia (2012)**, comportement rhéologique de solutions de biopolymères Application au chitosane, au poly (vinyl alcool) et leurs mélanges, mémoire Magister, université M'hammed bougara Boumerdes.

[16] : **CREPY Lucie (2010)**. Conception et mise en forme de nouveaux matériaux à partir de macromolécules naturelles. Thèse de doctorat, Université d'Artois.

[17] : **Camille DECROIX (2019)**. Développement d'un matériau à base d'acétate de cellulose par plastification réactive en extrusion. Thèse de doctorat de l'université de Lyon.

[18] : **HOCINE Tayeb (2013)**. Acétate de cellulose, synthèse, propriétés et applications. Mémoire de master, Université Abou-Bakr Belkaid –Tlemcen.

[19] : **KOUADRI Imane (2018)**. Recherche de polysaccharide valorisable dans la biomasse végétale : optimisation des procédés d'extraction et caractérisation physico-chimique. Thèse de doctorat de l'université de Guelma.

[20] : **JEBRANE, M. (2009)**. Fonctionnalisation chimique du bois par transesterification des esters. Thèse de doctorat université Bordeaux 1.

[21]: **K. BALSER, et al. (2000)**, Cellulose Esters, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Editions Wiley.

[22]: **G.A. SERAD (1985)**, Fibers, Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Wiley Interscience, New York, 3, 200-226,

[23] : **Groupe français d'étude et d'application des polymères (GFP) (2000)**, Initiation à la chimie et à La physico-chimie macromoléculaire Vol 13 : Les polymères naturels : structures, modifications, applications, Edition Strasbourg.

[24] : **R. E.Lapointe (2000)**, Précis de chimie de la cellulose, 2nd edition, CCDMD.

[25] : **HOCINE Tayeb (2013)**. Acétate de cellulose, synthèse, propriétés et applications. Mémoire de Master en Chimie, université de Abou-Bakr Belkaid –Tlemcen.

[26] : **MESSIOURI Roumaïsa et OUMERICHE Saber Ramadane (2019)**. Elaboration des nanocomposites à base de cellulose extraite de plante et de déchets. Mémoire de master, université de Blida 1.

---

## **Chapitre 2 :**

# **Etude botanique et Aperçu bibliographique sur la plante d'Astragalus**

---

## Chapitre 2 :

### Etude botanique et Aperçu bibliographique sur la plante d'Astragalus de la famille Fabaceae

#### 1. Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude botanique de la plante " d'Astragalus gombo" (Fabaceae) avec la description des noms vernaculaires, taxonomie et position systématique, des différentes parties de la plante, origine et répartition géographique, actions et effets thérapeutiques, leur composition chimique, leur toxicité et à la fin leur usages traditionnel et populaire.

#### 2. Généralités sur la famille Fabaceae

La grande famille des Fabaceae doit son unité à son fruit, appelé gousse ou légume, d'où l'autre dénomination de Légumineuses sous laquelle cette famille est plus connue. Les fabacées constituent une des plus grandes familles des plantes à fleurs, avec plus de 730 genres et 19400 espèces, réparties aussi bien en milieu tempéré que tropical. Les formes arborescentes prédominent dans les pays chauds et les formes herbacées dans les régions tempérées. Néanmoins, la prédilection des plantes de cette famille pour les habitats arides ou semi-arides est reliée à leur métabolisme dépendant de l'azote, qui est considérée comme une adaptation aux variations climatiques et imprévisibles de l'habitat [1].



**Figure 1** : Gousses de différentes espèces des Fabacées tropicales.

### 3. Le genre Astragalus

#### 3.1. Répartition géographique

Le genre Astragalus est réparti partout dans le monde mais majoritairement dans l'hémisphère Nord du globe terrestre. Ce genre est considéré comme le plus grand genre en nombre de la famille des Fabacées avec environ 2500 à 3000 espèces qui se retrouvent dans les régions arides et continentales de l'Ouest de l'Amérique du Nord (400 espèces) et en Asie centrale (2000-2500 espèces), une cinquantaine d'espèces sont rencontrées en Afrique du Nord dont 15 environ au Sahara algérien [1.2]. Les plantes de ce genre se présentent en général sous forme d'un calice tubuleux en cloche, a 5 dents subégales ou très inégales. [1]



Figure 2 : Quelques espèces du genre Astragalus présentes en Algérie.

#### 3.2. Description botanique du genre Astragalus

Les astragales sont des plantes herbacées annuelles ou vivaces à feuilles composées imparipennées généralement stipulées à plus de 3 folioles. Les fleurs sont hermaphrodites à périanthe double. Les plantes de ce genre se présentent en général sous forme d'un calice tubuleux en cloche, a 5 dents subégales ou très inégales. [3]

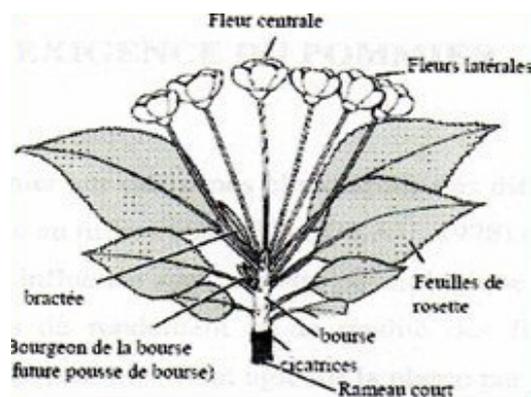


Figure 3 : Description botanique du genre Astragalus L

### 4. Astragalus gombo

#### 4.1. Position systématique

La classification phylogénétique définit la position systématique d'Astragalus gombo :

- ✓ **Famille** : Fabaceae (Leguminosae)
- ✓ **Sous famille** : Papilionacées
- ✓ **Genre** : Astragalus
- ✓ **Espèce** : Astragalus gombo Coss et Dur
- ✓ **Nom vernaculaire** : Faila [4]

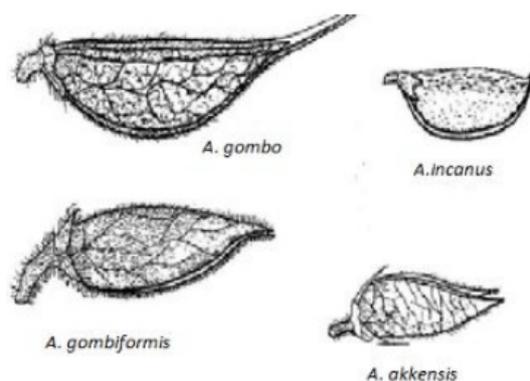
#### 4.2. Description morphologique

Astragalus gombo est une espèce vigoureuse au port dressé de 10 à 50 cm de haut. Les feuilles sont de grande taille, de couleur vert clair. Les fleurs papilionacées sont jaunes, regroupées en grappes denses.

Astragalus gombo a des gousses divisées complètement en deux loges par une cloison longitudinale, à parois épaisses, ligneuse, renflée, très dure, dépassant 1 cm de diamètre. [5]



Figure 4 : Photographie d'Astragalus gombo



**Figure 5 :** Quelques gousses des plantes du genre *Astragalus* présentes en Algérie

### 4.3. Répartition géographique

*Astragalus gombo* est réparti en Amérique du Sud tempérée et au Nord, à l'Est et au Sud de l'Afrique. Elle pousse dans l'ensemble des pays du bassin méditerranéen. En Algérie, *A. gombo* est assez bien représentée au Sud dans les régions arides et semi-arides comme Biskra, El Oued, Djelfa et Boussaâda. [5]

### 4.4. Utilisation en médecine traditionnelle

Plusieurs espèces de *Astragalus* trouvent des applications en médecine traditionnelle et moderne. Les feuilles de *Astragalus caprinus* sont utilisées pour le traitement des hémorroïdes. *Astragalus mongholicus* et *Astragalus membranaceus* sont utilisées comme remède pour plusieurs maladies, *Astragalus gombo* est utilisée pour le traitement de diabète. [6]

### 4.5. Importance économique et usages traditionnels de quelques espèces du genre *Astragalus*

Du point de vue économique et industriel, certaines espèces sont utilisées comme source de gomme adragante, substance largement utilisée dans l'industrie pharmaceutique et dans la production de divers produits alimentaires comme les crèmes glacées, les lotions, les spiritueux et les gommes à mâcher. [7]

### Les références

- [1] : **BOUGANDOURA Amina (2018)**. « Recherche et détermination structurale de métabolites secondaires de trois espèces algériennes ». Thèse de doctorat, Université Frères Mentouri Constantine1.
- [2] : **BOUKHALFA Hamida, BOURAYA Khalissa (2018)**. « Caractérisation phytochimique et activité insecticide des plantes spontanées du Sahara Septentrional Est Algérien : cas de *Atriplex halimus*. L et *Astragalus gombo*. Coss et Dur » Mémoire de master Université Mohamed Khider de Biskra.
- [3] : **BAZIZ Karim. (2015)**. « Organisation du génome et étude palynologique de quelques espèces algériennes du genre *Astragalus* L », Thèse de doctorat, Université Constantine1.
- [4] : **ZOBIRI Ouidad, HAMAITI Meriem (2019)**. Contribution à l'étude de l'activité anti - inflammatoire des polysaccharides hydrosolubles d'*Astragalus gombo* chez les rats Wistar albinos. Mémoire de master, Université Echahid Hamma Lakhdar -El Oued.
- [5] : **CHOUANA Toufik (2017)**. Caractérisation structurale et activités biologiques des polysaccharides d'*Astragalus gombo bunge*. Thèse doctorat, Université Kasdi Merbah Ouargla
- [6] : **MEHELLOU Zineb (2016)**. Caractérisation partielle et activités biologiques des polysaccharides hydrosolubles issus de deux plantes spontanées récoltées au Sahara septentrional Est algérien. Mémoire de magister, Université Kasdi Merbah Ouargla
- [7] **SONDOUS Kiram. (2019)**. Caractérisation des bactéries associées aux nodules de la légumineuse *Astragalus* de la région de Biskra » Mémoire de master, Université Mohamed Khider de Biskra.

---

# Partie Expérimentale

---

---

# Chapitre 3 :

## Matériels, Méthodes et techniques de caractérisation

---

## Chapitre 3 :

### Matériels, Méthodes et techniques de caractérisation

#### 1. Introduction

Ce chapitre sera composé de deux parties. Dans la première, nous décrivons la méthode d'extraction de la cellulose, la méthode du blanchiment ainsi que la méthode d'optimisation d'extraction de la cellulose et l'acétate de cellulose que nous avons mise en œuvre. Dans la seconde partie, nous présenterons les différentes techniques utilisées pour caractériser nos échantillons finaux.

#### 2. Matériels et méthodes

##### 2.1. Matériel végétal

Tout au long de cette étude, nous avons travaillé sur les graines d'Astragalus gombo de la famille des Fabacées ; récoltés à maturité durant le mois de décembre dans la région d'Ouargla, Sud-est algérien.



**Figure 1 :** Photo qui représente les graines d'Astragalus gombo

##### 2.2. Préparation de la matière et technique de séchage, broyage et conservation

Les graines, une fois séparées, sont séchées à l'abri de la lumière, sous ventilation à l'air libre et à température ambiante durant plusieurs semaines. Le broyage de la matière végétale sèche a été réalisé dans un broyeur électrique, il a permis d'obtenir des poudres utilisées pour l'extraction. Après séchage et broyage, la poudre a été conservée dans des boîtes bien fermées afin de garder leur couleur, leur goût et principalement leurs propriétés. La boîte a été stockée soigneusement dans un endroit sec jusqu'à l'analyse de la poudre. [1]



**Figure 2 :** Les étapes de préparation de la matière première d'Astragalus gombo

#### 2.3. Produits chimiques (solvants et réactifs) utilisés

L'ensemble des produits chimiques, solvants et réactifs utilisés dans le cadre de ces travaux sont stockés à l'abri de la lumière. L'origine et la pureté des réactifs et solvants utilisés au cours de ce travail sont décrites dans le tableau 1

**Tableau 1 :** Produits chimiques, solvants et réactifs

Produits chimiques	Formule chimique	Pureté (%)	M (g/mol)
Hydroxyde de sodium	NaOH	97	40
Ethanol	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O	96	46,07
Acide sulfurique	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	95-97	98,08
L'eau distillé	H <sub>2</sub> O	99.5	18
Hypochlorite de sodium	NaClO	98.5	74,43
acétone	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O	99	58,08
méthanol	CH <sub>4</sub> O	99.5	32,04
Toluène	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>	99.5	92,14
Acide acétique	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	99.5	60,05
Acide acétique glacial	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O <sub>3</sub>	98-100	60,05
Anhydride acide	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>3</sub>	98	102

#### 2.4. Procédures d'extraction de la cellulose à partir de la plante d'Astragalus gombo

❖ **La première étape** est consacrée à la poudre de graines d'Astragalus gombo (3,5 g) est prétraité par l'eau distillée (1/80) (g/ml) sous agitation douce à température de 50°C, pendant 8 heures. Après une filtration, le résidu est séché à la température 40°C et l'abri de la lumière. [2].

❖ **Ensuite**, le résidu a été ré-extrait avec un mélange Ethanol/Toluène (2 :1, v/v) dans le rapport (1 :20) (g/ml) sous agitation pendant au moins 10 heures à 60°C. Le résidu résultat a été séché encore une fois et utilisé pour l'extraction suivante. [3].

❖ **Dans la deuxième étape** après le séchage, le résidu séché est macéré dans un solution aqueuse d'NaOH (100ml) à bain d'huile ; pour certaines durées (t), températures (T°) et des concentrations d'NaOH différents (1, 2 et 4h), (30, 60 et 100 °C) et (5, 10 et 20%), respectivement sous l'agitation mécanique. La suspension est filtrée, suivie par un lavage plusieurs fois avec de l'eau purifiée jusqu'à l'obtention du pH neutre, puis séchée [1,4].

❖ **A la fin**, Le résidu est blanchi à l'aide d'une solution d'Hypochlorite de sodium (NaClO) mélangée avec l'eau distillée (H<sub>2</sub>O) (300 :150 ml) (v/v) et deux 02 gouttes d'acide acétique. Le mélange est porté à 80°C pendant quatre heures. A la fin, la suspension est filtrée puis lavée abondamment à l'eau. L'opération est répétée jusqu'à ce que les fibres de cellulose deviennent blanches et finalement lyophilisée pour obtenir une poudre sèche. [1].

La figure 3 représente un schéma qui résume toutes les étapes d'extraction de la cellulose à partir de la plante d'Astragalus gombo.

### Chapitre 3 : Matériels, Méthodes et techniques de caractérisation

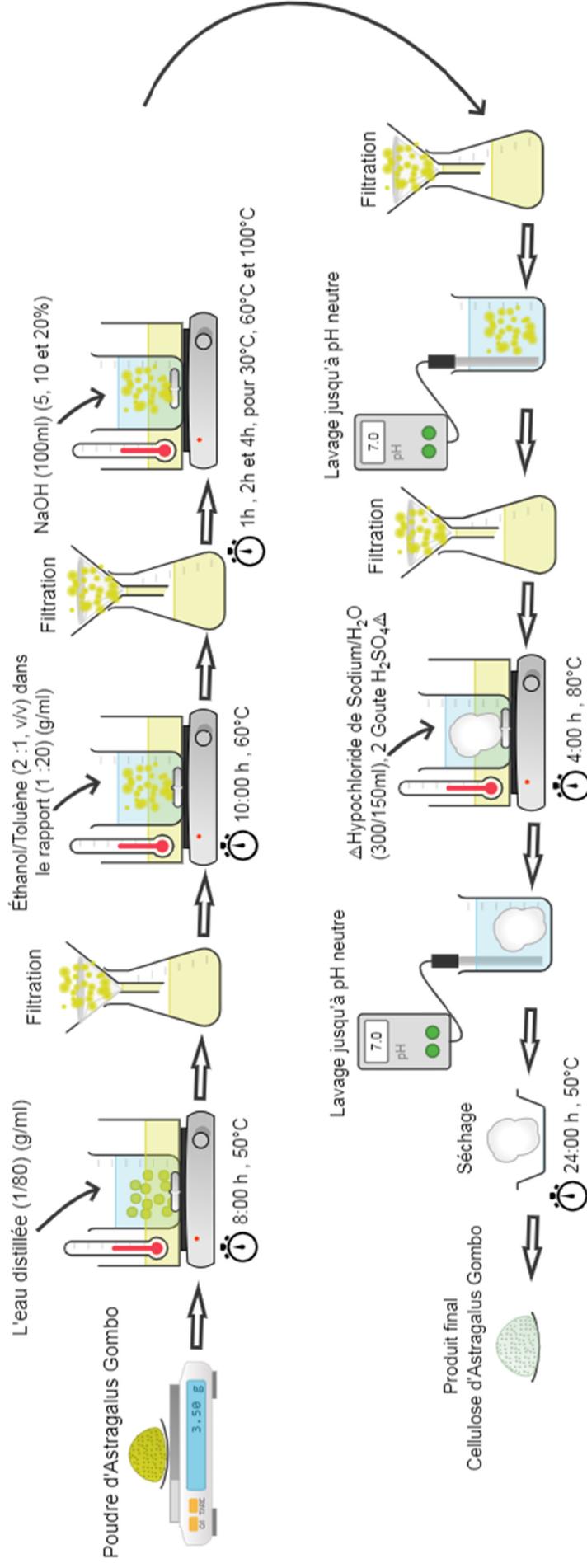


Figure 3 : Les différentes étapes d'extraction de la cellulose à partir de la plante d'Astragalus gombo.

**2.5. Optimisation des procédés d'extraction, conception expérimentale et analyse statistique :**

La méthodologie de surface de réponse (RSM) a été utilisée pour estimer l'effet des paramètres d'extraction ( $X_1$  : Temps d'extraction,  $X_2$  : Concentration d'NaOH et  $X_3$  : Température d'extraction) sur la masse finale de la cellulose, comme indiqué dans le tableau 2.

**Tableau 2 :** Variables indépendantes et leurs niveaux utilisés dans la surface de réponse.

Variables indépendantes	Symbole	Niveau de facteur		
		-1	0	+1
Temps d'extraction (h)	$X_1$	1	2	4
Concentration d'NaOH (%)	$X_2$	5	10	20
Température d'extraction (°C)	$X_3$	30	60	100

L'équation quadratique complète utilisée est la suivante :

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i X_i + \sum_{ij} b_{ij} X_i X_j + \sum_{i=1}^k b_{ii} X_i^2 + \varepsilon_{ij}$$

Où  $b_0$ ,  $b_i$ ,  $b_{ij}$  et  $b_{ii}$  représentent respectivement le terme constant, les coefficients des termes linéaires, des termes représentant les interactions entre variables et des termes quadratiques.  $X_i$  et  $X_j$  représentent les variables indépendantes codées ; et  $Y$  représente la réponse prédite.

Pour faire une analyse de variance (ANOVA) et pour déduire les constantes des différents modèles mathématiques ainsi que la présentation en 3D sous forme d'une surface de réponse  $Y = f(X_1, X_2)$ , nous avons utilisé un logiciel de statistique appelé Design-Expert.

L'objectif de cette analyse est de déterminer les facteurs et les interactions qui ont un effet statistiquement significatif sur les paramètres étudiés. La signification statistique des modèles de prédiction est évaluée par P-value et F-value d'ANOVA.

Les valeurs de  $R^2$  et  $R^2$  adjusted des modèles ont été évaluées pour vérifier le modèle adéquat. En outre, des expériences de confirmation supplémentaires ont été menées par la suite pour vérifier la validité du plan d'expérience statistique. P-valeurs de moins de 0,05 ont été considérées comme statistiquement significatives [5-7].

**Tableau 3 :** Les essais utilisée d'optimisation des condition d'extraction de la cellulose

	<b>X<sub>1</sub> : Temps d'extraction (h)</b>	<b>X<sub>2</sub> : Concentration d'NaOH (%)</b>	<b>X<sub>3</sub> : Température d'extraction (°C)</b>
<b>1</b>	1	5	30
<b>2</b>	1	5	60
<b>3</b>	1	5	100
<b>4</b>	1	10	30
<b>5</b>	1	10	60
<b>6</b>	1	10	100
<b>7</b>	1	20	30
<b>8</b>	1	20	60
<b>9</b>	1	20	100
<b>10</b>	2	5	30
<b>11</b>	2	5	60
<b>12</b>	2	5	100
<b>13</b>	2	10	30
<b>14</b>	2	10	60
<b>15</b>	2	10	100
<b>16</b>	2	20	30
<b>17</b>	2	20	60
<b>18</b>	2	20	100
<b>19</b>	4	5	30
<b>20</b>	4	5	60
<b>21</b>	4	5	100
<b>22</b>	4	10	30
<b>23</b>	4	10	60
<b>24</b>	4	10	100
<b>25</b>	4	20	30
<b>26</b>	4	20	60
<b>27</b>	4	20	100

#### 2.6. Préparation d'acétate de cellulose

Dans un ballon de 500ml on met 10 g de cellulose d'Astragalus gombo, 60 ml d'acide acétique glacial et quelques gouttes d'acide sulfurique à 95 %, le mélange est adapté à un reflux

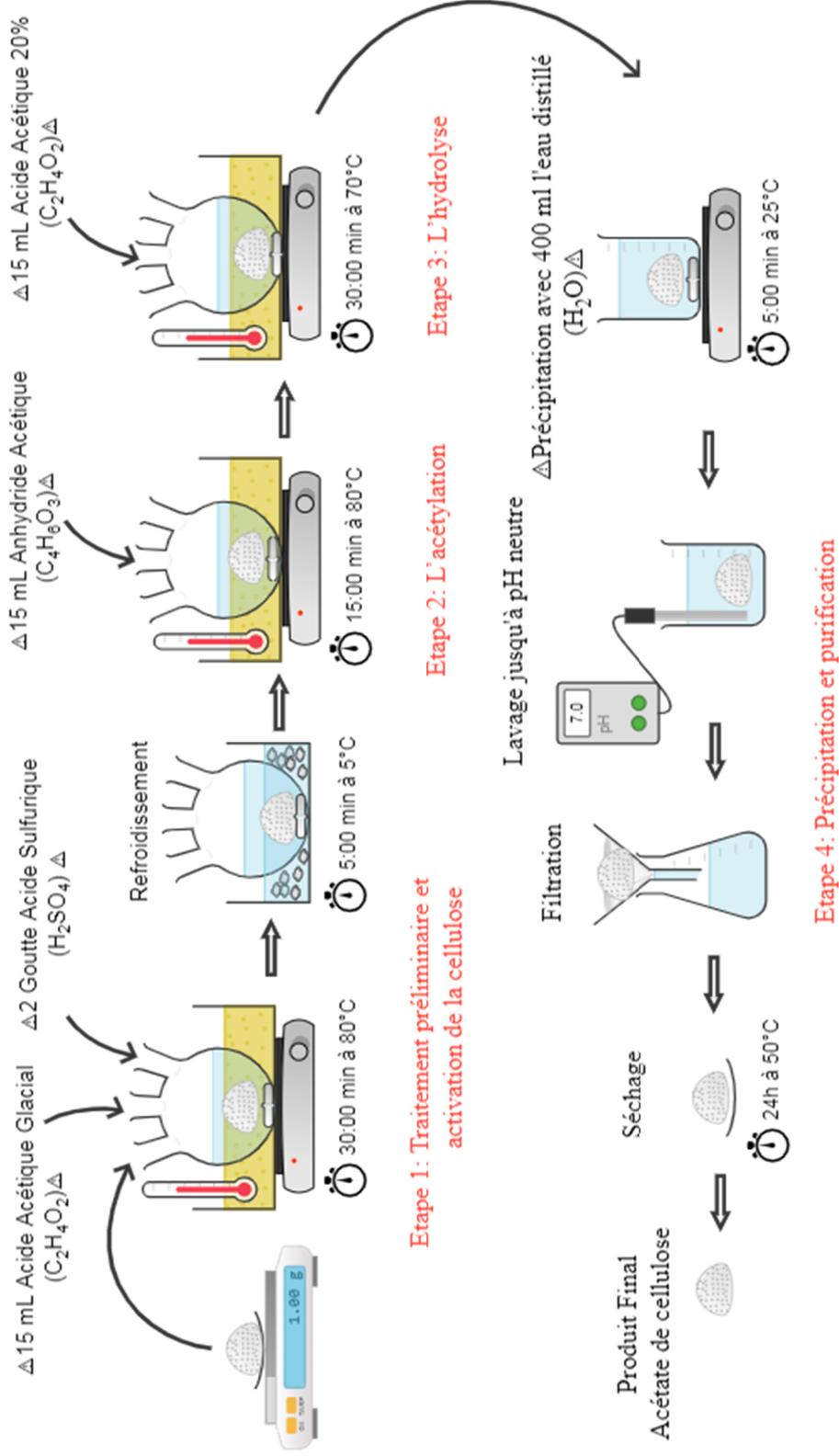
à (80-90 °C) pendant 30 min, après refroidissement on ajoute 60 ml d'anhydride acétique et on chauffe de nouveau jusqu'à ce que le coton ait disparu totalement.

On ajoute à la fin de réaction une solution aqueuse d'acide acétique à 20% et on chauffe de nouveau à 70 °C pendant 10 min. Cette solution est ensuite portée au bain marie pendant 10 min pour détruire l'excès d'anhydride acétique.

Transférer alors la solution dans un bécher de 400 ml et ajouter lentement au minimum 250 ml d'eau distillée en agitant constamment, le triacétate de cellulose se précipite, on filtre sur Buchner et on lave avec de l'eau distillée jusqu'à un pH neutre. Le produit est séché dans l'étuve à 90 °C jusqu'à une masse constante. [8-11].

La figure 4 représente un schéma qui résume toutes les étapes de préparation d'acétate de cellulose.

### Chapitre 3 : Matériels, Méthodes et techniques de caractérisation



La figure 4 : Les étapes de préparation d'acétate de cellulose.

### 3. Techniques de caractérisation physico-chimiques

Cette partie est consacrée à la méthode de caractérisation physicochimique utilisée au cours de ce travail avec une description détaillée pour faciliter la compréhension des résultats.

#### 3.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (ATR-FTIR)

Cette technique nous permet d'accéder directement à l'information moléculaire, à la nature chimique et à l'organisation conformationnelle et structurale des matériaux analysés. Sous l'effet du rayonnement IR, les molécules de l'échantillon analysé vont subir des changements d'état vibrationnel, à des fréquences de vibration caractéristiques de chaque groupement moléculaire.

Les spectres Infrarouge à Transformée de Fourier (IR-TF) ont été enregistrés sur un Spectrophotomètre infrarouge Thermo Scientific Nicolet iS10 (Smart iTR), équipé d'un dispositif de réflexion totale atténuée (ATR ; Attenuated Total Reflection).

**Mode opératoire :** Les échantillons (sous forme solide ou liquide) sont directement déposés sur la cellule de l'accessoire ATR traversée par le faisceau infrarouge qui se réfléchit sur la surface de l'échantillon avec un angle de 45° pour ensuite traverser à nouveau le cristal vers le détecteur.

Les nombres d'onde sont exprimés en  $\text{cm}^{-1}$ . Les spectres sont tous enregistrés en réalisant 32 acquisitions entre 500 et 4000  $\text{cm}^{-1}$  avec une résolution de 4  $\text{cm}^{-1}$  (64 scans). Les positions des pics ont été déterminées par le logiciel ORIGIN. De plus, c'est une méthode rapide et peu gourmande en quantité d'échantillon (1mg). Les bandes caractéristiques de tous les échantillons étudiés sont décrites dans le chapitre suivant.

#### Les références

- [1] : **KOUADRI Imane (2018)** : Recherche de polysaccharides valorisables dans la biomasse végétale : Optimisation des procédés d'extraction et caractérisation physico-chimique. Thèse de doctorat, Université 8 mai 1945.
- [2] : **DI, T., et al (2017)**. Antioxidant and immunostimulating activities in vitro of sulfated polysaccharides isolated from *Gracilaria rubra*. *Journal of Function Food*. 28: 64-75.
- [3]: **YUAN, Q., et al (2015)**. Extraction optimization, characterization and antioxidant activity in vitro of polysaccharides from mulberry (*Morus alba* L.) leaves. *Carbohydrate Polymers* 128: 52-62.
- [4]: **ZHAO, S., et al. (2015)**. Extraction of a soluble polysaccharide from *Auricularia polytricha* and evaluation of its antihypercholesterolemic effect in rats. *Carbohydrate Polymers* 122: 39-45.
- [5]: **YOLMEH, M., JAFARI, S.M. (2017)**. Applications of response surface methodology in the food industry processes. *Food Bioproduct Technology* 10: 413-433
- [6]: **YE, C.L., JIANG, C.J. (2011)**. Optimization of extraction process of crude polysaccharides from *Plantago asiatica* L. by response surface methodology. *Carbohydrate Polymers* 84: 495-502.
- [7]: **SIN, H.N., et al. (2006)**. Optimization of hot water extraction for sapodilla juice using response surface methodology. *Journal of Food Eng.* 74 : 352-358.
- [8] : **HOCINE Tayeb (2013)**. Acétate de cellulose, synthèse, propriétés et applications. Mémoire de Master en Chimie, université de Abou-Bakr Belkaid –Tlemcen.
- [9] : **MESSIOURI Roumaïsa et OUMERICHE Saber Ramadane (2019)**. Elaboration des nanocomposites à base de cellulose extraite de plante et de déchets. Mémoire de master, université de Blida 1.
- [10] : **DJABOU Nour Elhouda et AYACHE Imane (2019)**. Extraction de cellulose à partir de déchets végétaux frais et des résidus de buissons de pommes de terre pour préparer l'acétate de cellulose. Mémoire de master, université de El-oued.
- [11] : **DELUZARCHE Michel** - professeur de chimie en CPGE au lycée Kléber de Strasbourg  
TP de chimie - année 2008-2009.

---

# **Chapitre 4 :**

# **Résultats et discussions**

---

## Chapitre 4 :

### Résultats et discussions

#### 1. Introduction

Cette partie est destinée à l'interprétation et la discussion des résultats obtenues de l'extraction de la cellulose, l'acétate de cellulose et l'optimisation des procédés d'extraction ainsi que, les résultats obtenus à partir des différentes méthodes de caractérisation.

#### 2. Extraction chimique de la cellulose à partir de la plante d'*Astragalus gombo*

Dans cette étude, l'extraction de la cellulose de graines d'*Astragalus Gombo* a été réalisée grâce à un procédé d'extraction chimique, comme illustré sur le chapitre précédent.

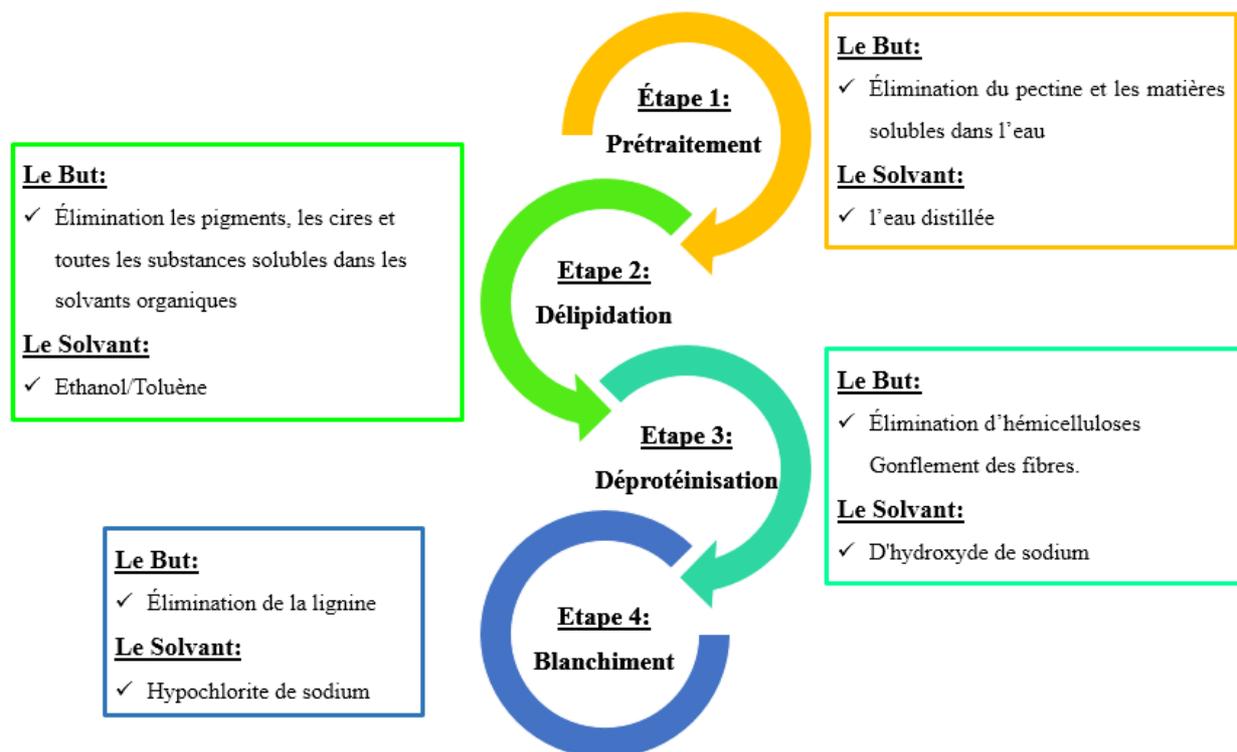
✓ La première étape c'est une étape de prétraitement par l'eau distillée, dans le but d'éliminer la pectine et les matières solubles dans l'eau et aussi pour faciliter l'opération d'extraction [1].

✓ La deuxième étape consiste à extraire le matériau lipidique avec le mélange Ethanol/Toluène, aussi afin d'éliminer les pigments, les cires et toutes les substances solubles dans les solvants organiques [2].

✓ Concernant la troisième étape de la déprotéinisation des graines d'*Astragalus Gombo* broyées dans une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium, dans lequel la soude élimine les hémicelluloses et entraîne un gonflement des fibres. Ces dernières sont transformées en microfibrilles individualisées après blanchiment [3,4].

✓ A la fin, le traitement de blanchiment permet l'élimination de toutes les incrustations organiques de la paroi (la lignine) grâce au pouvoir oxydant du chlorite de sodium [3].

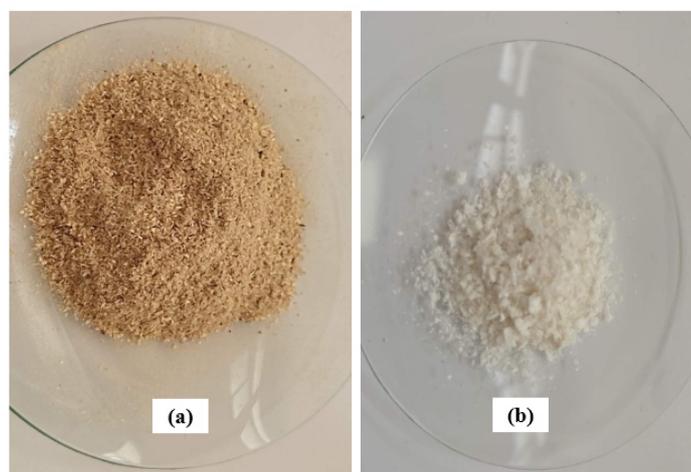
La figure 1 représente un schéma qui résume toutes les étapes d'extraction de la cellulose à partir de la plante d'*Astragalus gombo*



**Figure 1 :** Résumé sur les étapes d'extraction de la cellulose à partir de la plante d'Astragalus gombo.

### 3. Estimation du rendement massique

Nous avons observé un changement de couleur pour les extraits après chaque étape d'extraction de la couleur marron clair à la couleur blanche, ce changement montre l'efficacité des traitements d'extraction de déprotéinisation et le traitement de blanchiment effectués pour purifier la cellulose et d'éliminer la lignine et l'hémicellulose. [3].



**Figure 2 :** Poudres : (a) : des graines d'Astragalus Gombo avant traitement, (b) : de la cellulose après le traitement de blanchiment.

Les rendements massiques pour l'extrait final d'Astragalus Gombo après le traitement du blanchiment est 7,38g.

On peut voir que lors les quatre étapes d'extraction il y a une grande perte de poids, ça commence au départ avec  $m_0 = 20\text{g}$  et on obtient après  $m_f = 7,38\text{g}$ .

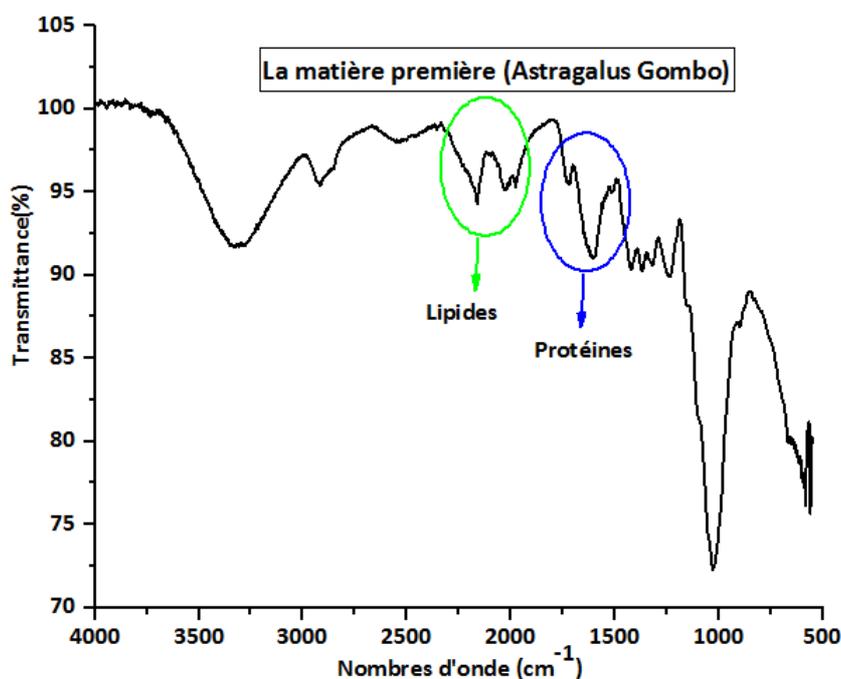
Pour expliquer ces différences de rendement massique, on note qu'une proportion importante du matériau lipidique a également été éliminée lors de l'étape de déprotéinisation, en raison de la formation d'un système tri-phasique (phase lipidique/phase aqueuse/phase insoluble dans l'eau) dans ces conditions d'extraction. [3].

Alors, le pourcentage de la cellulose trouvée dans les graines d'Astragalus gombo est de 37%. Ces estimations sont en bon accord avec des données de la littérature sur l'extraction de la cellulose d'après kouadri 2018 [3].

#### 4. Caractérisation de la matière première et les produits finaux d'Astragalus gombo par FTIR-ATR :

##### 4.1. Caractérisation de la matière première :

La spectroscopie ATR-FTIR a été utilisée pour analyser les extraits obtenus après l'extraction. La figure 3 montre l'évolution de spectre ATR-FTIR de la poudre des graines d'Astragalus Gombo sans traitement et avant l'extraction de la cellulose.



**Figure 3** : Le spectre ATR-FTIR de la poudre des graines d'Astragalus Gombo sans traitement et avant l'extraction.

Le spectre de la figure 3 montre clairement que la matière première d'Astragalus contient une quantité des lipides et des protéines, caractérisés par la présence des signaux typiques de lipides (Environ  $1745\text{ cm}^{-1}$ ) et des protéines (Environ  $1641\text{ cm}^{-1}$ ).

#### 4.2. Caractérisation de la cellulose :

La figure 4, montre l'identification structurale par ATR-FTIR de la cellulose commerciale et la cellulose obtenu par isolement à partir d'Astragalus Gombo après le traitement de blanchiment dans la gamme de  $500\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ .

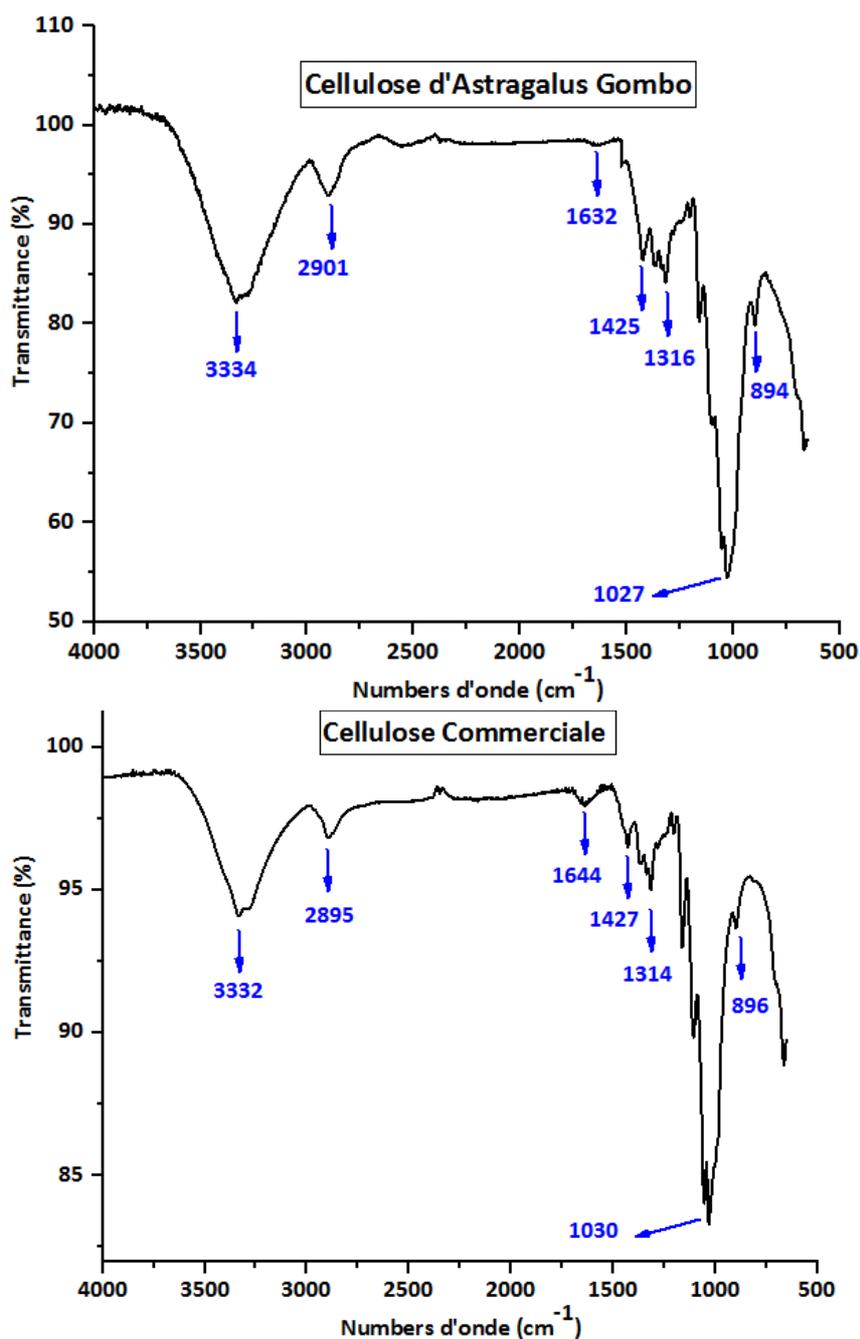


Figure 4 : Les spectres ATR-FTIR de la cellulose commerciale et la cellulose d'Astragalus Gombo.

Comme illustré sur la figure 4, les spectres ATR-FTIR des celluloses sont complètement similaires. L'identification de la cellulose d'Astragalus Gombo a été réalisée par la comparaison avec le spectre ATR-FTIR de la cellulose commerciale.

A partir de cette comparaison, on constate que le spectre ATR-FTIR de la cellulose d'Astragalus Gombo est similaire à la cellulose commerciale par la présence de pics identiques dans les deux spectres. Ainsi, on peut dire que la cellulose commerciale est le polysaccharide majeur dans l'extrait final des graines d'Astragalus Gombo. Ces résultats sont en accord avec littérature sur l'extraction de la cellulose d'après Kouadri 2018 [3,5,6]

Le tableau 1 détermine et explique l'interprétation des spectres de chaque échantillon.

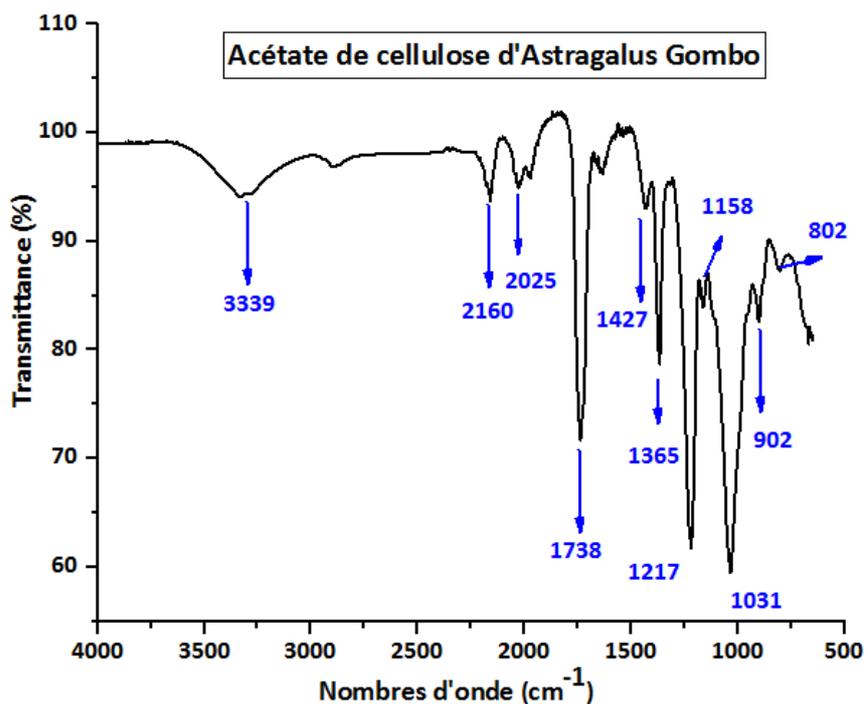
**Tableau 1** : Attribution des différentes bandes de vibration pour ATR-FTIR. [5,7]

Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Attribution
3334	Vibration d'élongation de liaison O-H liée avec les C=O par liaison hydrogène
2901	Vibration d'élongation des liaisons C-H et C-H <sub>2</sub> de squelette de polysaccharide
1632	vibration de liaison O-H de l'eau absorbée dans la cellulose
1425	Vibration de déformation de Liaison C-H
1027	Vibrations d'élongation C-O-C des liaisons cycliques β-1,4-glycosidiques entre les unités D-glucose dans la cellulose
896	Vibration de déformation de liaison β glucosidique des unités glucose

Selon la comparaison et les résultats de tableau obtenus, il n'y a pas des différences entre les spectres de cellulose commerciale et la cellulose d'Astragalus Gombo. L'absence des pics à 1641 et 1745 cm<sup>-1</sup> indique l'extraction et l'élimination des protéines et des lipides respectivement. Aussi l'absence des pics à 1507 et 1595 cm<sup>-1</sup> indique l'élimination de la lignine et l'efficacité des processus de blanchiment [5,6].

### 4.3. Caractérisation de l'acétate de cellulose :

La figure 5 montre le spectre ATR-FTIR de l'acétate de cellulose. L'analyse par spectroscopie ATR-FTIR de l'acétate de cellulose utilisé, confirme la disparition presque totale des fonctions hydroxyles (O-H) sur la chaîne.



**Figure 5** : Le spectre ATR-FTIR de l'acétate de cellulose d'Astragalus Gombo.

Les quatre changements majeurs observés dans le spectre de l'acétate de cellulose par rapport à la cellulose sont :

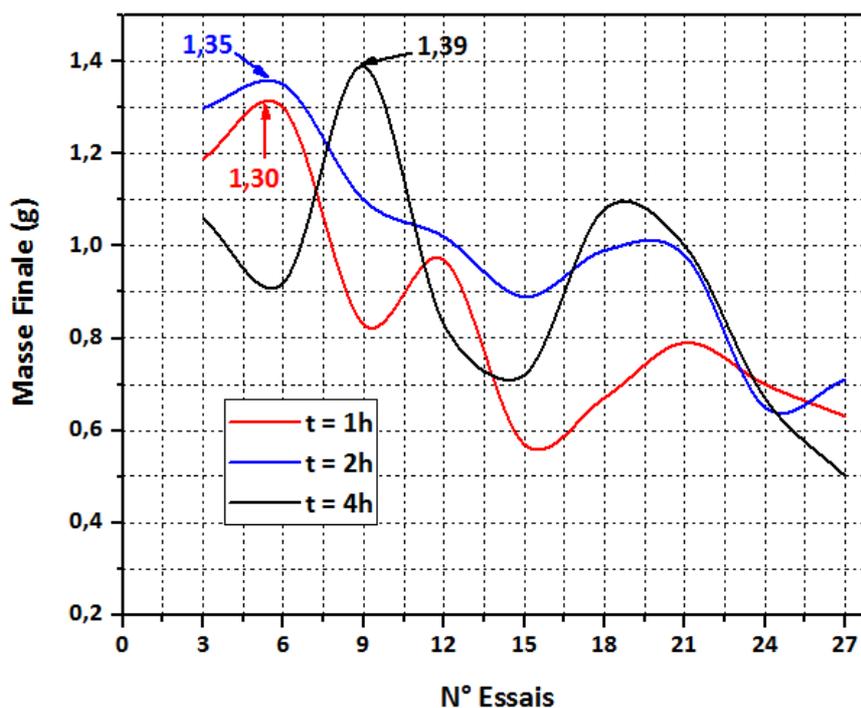
- i. Une diminution de la bande d'élongation du liaison hydroxyle(O-H) à  $3322\text{ cm}^{-1}$ , (confirme la disparition presque totale des fonctions hydroxyles, car une grande partie des groupements hydroxyles a été transformée en groupements acétates).
- ii. Une augmentation de la vibration de valence des doubles liaisons (C=O) à  $1751\text{ cm}^{-1}$ , (Ce pic n'existe pas pour la cellulose : il ne peut provenir que des groupements acétates (COCH<sub>3</sub>) lors de l'acétylation de la cellulose).
- iii. Une augmentation de la vibration de déformation du liaison carbone hydrogène (C-H) à  $1369\text{ cm}^{-1}$ .
- iv. Une augmentation des vibrations d'élongation de liaison l'oxygène du carbone (C-O) à  $1220\text{ cm}^{-1}$ (dû à la liaison C-O appartenant au groupe acétate, c'est-à-dire (CH<sub>3</sub>-CO-O.).

Les spectres IR d'acétate de cellulose obtenu expérimentalement sont très proches des ceux théoriques ce qui nous confirme l'obtention de l'acétate de cellulose désiré par estérification. [7-9].

## 5. Effet des différents facteurs sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo :

### 5.1. Effet du temps sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo :

Le temps d'extraction est l'une des variables importantes qui affectent l'efficacité des polysaccharides [10,11]. Dans ce travail, le temps d'extraction a été fixé à 1, 2 et 4h pour étudier son influence sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo.

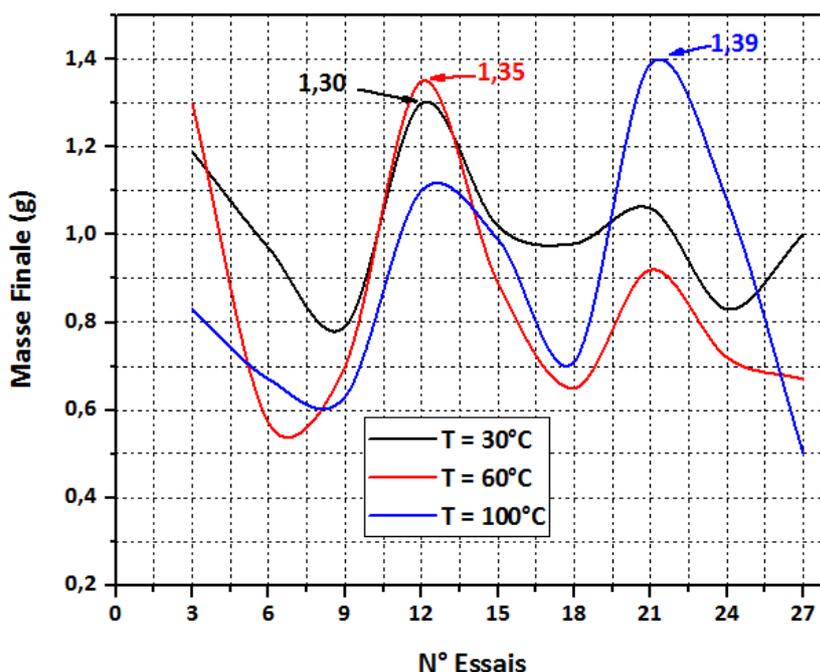


**Figure 6 :** Effets de différents temps sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo.

Comme le montre la figure 6, la masse augmente significativement lorsque le temps variait de 1 à 4h. La masse maximale 1,39g a été atteinte au temps de 4h. Quand le temps d'extraction était supérieur à 4h, la masse diminuait avec l'augmentation du temps. Ces résultats suggèrent que l'utilisation d'un temps d'extraction plus élevé peut conduire à la dégradation et l'hydrolyse de la cellulose [10-12]. Par conséquent, le temps de 4h a été sélectionné comme temps d'extraction optimal.

### 5.2. Effet de la température sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo :

La température est un facteur d'efficacité qui influencerait la masse finale de la cellulose [10,13]. L'effet des différentes températures (30, 60 et 100 °C) sur l'efficacité d'extraction de la cellulose a été étudié comme suit :



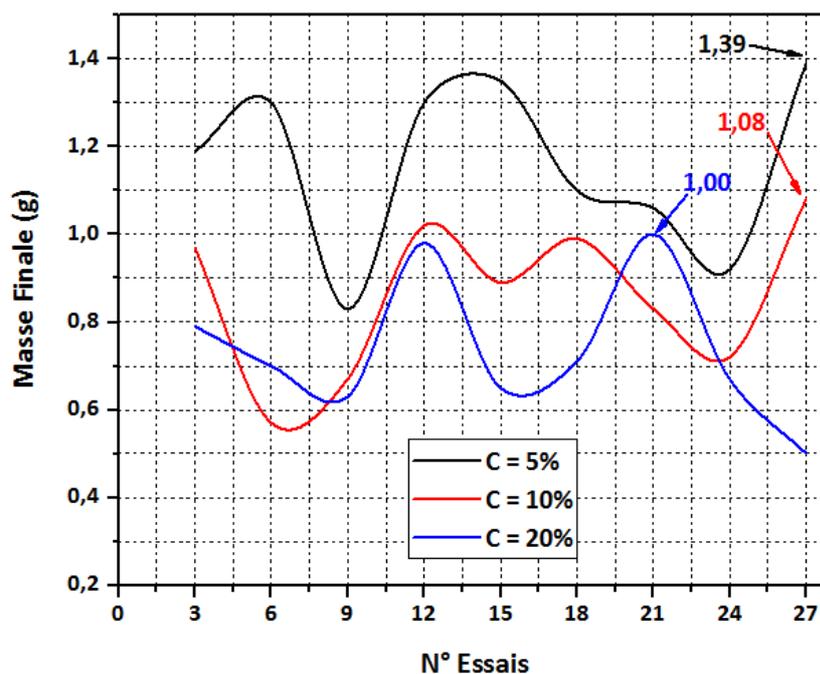
**Figure 7 :** Effets des températures sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo.

Comme le montre la figure 7, la masse augmente significativement avec l'augmentation de la température de 30 à 100°C. Le taux d'extraction a augmenté jusqu'à atteindre le niveau maximal de 1,39 g à 100°C, puis a diminué avec l'augmentation de la température.

Le bon effet de la température d'extraction pourrait s'expliquer par la solubilité des polysaccharides dans le solvant d'extraction, le coefficient de diffusion des molécules extraites et le transfert de masse amélioré à une température plus élevée. Cette tendance est en accord avec les rapports d'autres auteurs dans l'extraction des polysaccharides [10,13,14].

### **5.3. Effet de la concentration d'NaOH sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo :**

La concentration d'NaOH est également l'une des variables importantes qui influencent sur l'extraction de la cellulose d'Astragalus Gombo. Pour trouver une meilleure valeur du concentration d'NaOH ; le procédé d'extraction a été effectué à différents concentration de 5, 10 et 20 %. L'effet de différents concentration sur la masse finale a été montré dans la figure 8



**Figure 8** : Effets de la concentration d'NaOH sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo.

La masse de la cellulose a été diminuée avec des concentrations croissantes de 5 à 20%. La masse de la cellulose variait de 1.39 g à 1 g, avec une variation du temps d'extraction et de la température d'extraction. Il est indiqué que l'augmentation de la concentration du solvant conduit à la dégradation de la cellulose [10], et 5% a été choisi comme la meilleure concentration.

#### 6. Analyse statistique par RSM (méthode des surfaces de réponses) :

RSM est plus efficace que l'optimisation traditionnelle à un seul paramètre car elle réduit le nombre d'expériences et fait gagner du temps. Il y a au total 27 essais pour l'optimisation des trois variables individuelles ( $X_1$  : Temps d'extraction (h),  $X_2$  : Concentration d'NaOH (%) et  $X_3$ : Température d'extraction (°C)), comme montré dans le tableau 2.

**Tableau 2** : Les données expérimentales et prédites de la masse de la cellulose avec les variables indépendantes.

Essais	X <sub>1</sub> (h)	X <sub>2</sub> (%)	X <sub>3</sub> (°C)	Masse finale (g)	
				Expérimentale	Prédite
1	1	5	30	1,19	1,288
2	1	5	60	1,30	1,145
3	1	5	100	0,83	0,847
4	1	10	30	0,97	0,851
5	1	10	60	0,57	0,770
6	1	10	100	0,67	0,645
7	1	20	30	0,79	0,805
8	1	20	60	0,70	0,661
9	1	20	100	0,63	0,633
10	2	5	30	1,30	1,356
11	2	5	60	1,35	1,263
12	2	5	100	1,10	1,186
13	2	10	30	1,02	0,985
14	2	10	60	0,89	0,902
15	2	10	100	0,99	0,927
16	2	20	30	0,98	0,965
17	2	20	60	0,65	0,712
18	2	20	100	0,71	0,691
19	4	5	30	1,06	0,997
20	4	5	60	0,92	0,999
21	4	5	100	1,39	1,354
22	4	10	30	0,83	0,845
23	4	10	60	0,72	0,749
24	4	10	100	1,08	1,064
25	4	20	30	1,00	1,045
26	4	20	60	0,67	0,565
27	4	20	100	0,50	0,549

L'équation quadratique complète a été utilisée pour corrélérer les paramètres indépendants avec la masse finale de cellulose. Le modèle mathématique de la masse (Y) pour prédire les relations entre les variables indépendantes et la variable dépendante peuvent être exprimés par :

$$\begin{aligned}
 Y \text{ (Masse finale)} = & 1,99409 + 0,24417 \times X_1 - 0,21929 \times X_2 - 1,18268 \times 10^{-3} \times X_3 + 0,026453 \\
 & \times (X_1 \times X_2) - 1,33369 \times 10^{-3} \times (X_1 \times X_3) + 8,14293 \times 10^{-4} \times (X_2 \times X_3) - 0,095163 \times X_1^2 + 7,50270 \times 10^{-3} \\
 & \times X_2^2 - 1,25463 \times 10^{-4} \times X_3^2 - 3,56136 \times 10^{-4} \times (X_1 \times X_2 \times X_3) + 2,82540 \times 10^{-3} \times (X_1^2 \times X_2) - 4,12913 \times 10^{-5} \\
 & \times (X_1^2 \times X_3) - 7,23810 \times 10^{-4} \times (X_1 \times X_2^2) + 5,47902 \times 10^{-5} \times (X_1 \times X_3^2) - 4,16216 \times 10^{-5} \times (X_2^2 \times X_3) \\
 & + 6,45125 \times 10^{-6} \times (X_2 \times X_3^2)
 \end{aligned}$$

L'analyse de la variance pour les résultats expérimentaux est représentée dans le tableau 3.

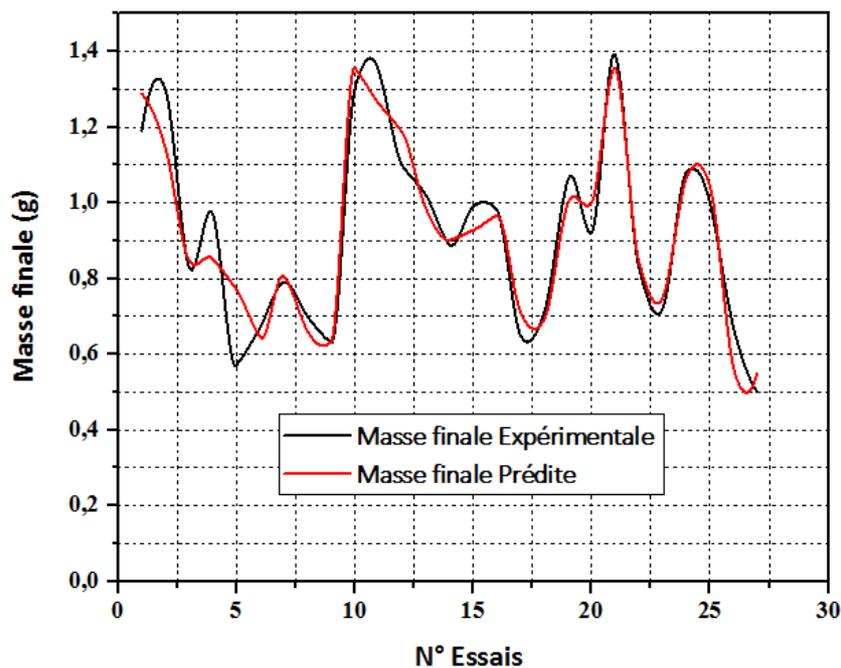
Tableau 3 : Résultats d'ANOVA pour les données expérimentales.

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-Value	p-value	
<b>Model</b>	1,47	16	0,092	6,29	0,0028	<b>Signifiant</b>
<b>X<sub>1</sub></b>	1,39E-04	1	1,39E-04	9,47E-03	0,9244	
<b>X<sub>2</sub></b>	0,25	1	0,25	17,05	0,002	
<b>X<sub>3</sub></b>	1,95E-04	1	1,95E-04	0,013	0,9105	
<b>X<sub>1</sub> × X<sub>2</sub></b>	6,68E-04	1	6,68E-04	0,046	0,8352	
<b>X<sub>1</sub> × X<sub>3</sub></b>	0,042	1	0,042	2,84	0,1229	
<b>X<sub>2</sub> × X<sub>3</sub></b>	0,063	1	0,063	4,29	0,0652	
<b>X<sub>1</sub><sup>2</sup></b>	0,089	1	0,089	6,05	0,0337	
<b>X<sub>2</sub><sup>2</sup></b>	0,13	1	0,13	8,63	0,0148	
<b>X<sub>3</sub><sup>2</sup></b>	0,07	1	0,07	4,8	0,0532	
<b>X<sub>1</sub> × X<sub>2</sub> × X<sub>3</sub></b>	0,17	1	0,17	11,63	0,0067	
<b>X<sub>1</sub><sup>2</sup> × X<sub>2</sub></b>	7,19E-03	1	7,19E-03	0,49	0,4997	
<b>X<sub>1</sub><sup>2</sup> × X<sub>3</sub></b>	3,24E-05	1	3,24E-05	2,22E-03	0,9634	
<b>X<sub>1</sub> × X<sub>2</sub><sup>2</sup></b>	0,012	1	0,012	0,8	0,3908	
<b>X<sub>1</sub> × X<sub>3</sub><sup>2</sup></b>	0,04	1	0,04	2,74	0,1291	
<b>X<sub>2</sub><sup>2</sup> × X<sub>3</sub></b>	0,021	1	0,021	1,41	0,2631	
<b>X<sub>2</sub> × X<sub>3</sub><sup>2</sup></b>	0,014	1	0,014	0,95	0,3532	
<b>Residual</b>	0,15	10	0,015			
<b>Cor Total</b>	1,62	26				
<b>R<sup>2</sup>= 0,9096 (90,96%)</b>						

Les données ont révélé que le modèle proposé pour la masse de la cellulose était adéquat avec une valeur R<sup>2</sup> satisfaisante (R<sup>2</sup>=90.96%). La valeur de R était de 0,9401, ce qui a confirmé une meilleure corrélation entre les valeurs expérimentales et théoriques prédites [10,15].

Le coefficient du terme quadratique (X<sub>2</sub><sup>2</sup>), les coefficients linéaires (X<sub>2</sub>, X<sub>3</sub>) et les termes d'interaction (X<sub>2</sub> × X<sub>1</sub>) et (X<sub>1</sub> × X<sub>2</sub><sup>2</sup>) étaient significatifs (p < 0,05 ; p-Value= 0,0028) pour les masses de la cellulose. Par conséquent, la valeur F-value du modèle de 6,29 impliquait que le modèle était significatif [10,15].

La figure 9 montre les résultats expérimentaux et prédits de la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo. L'écart entre les données prédites et expérimentales ne dépassent pas 10%.

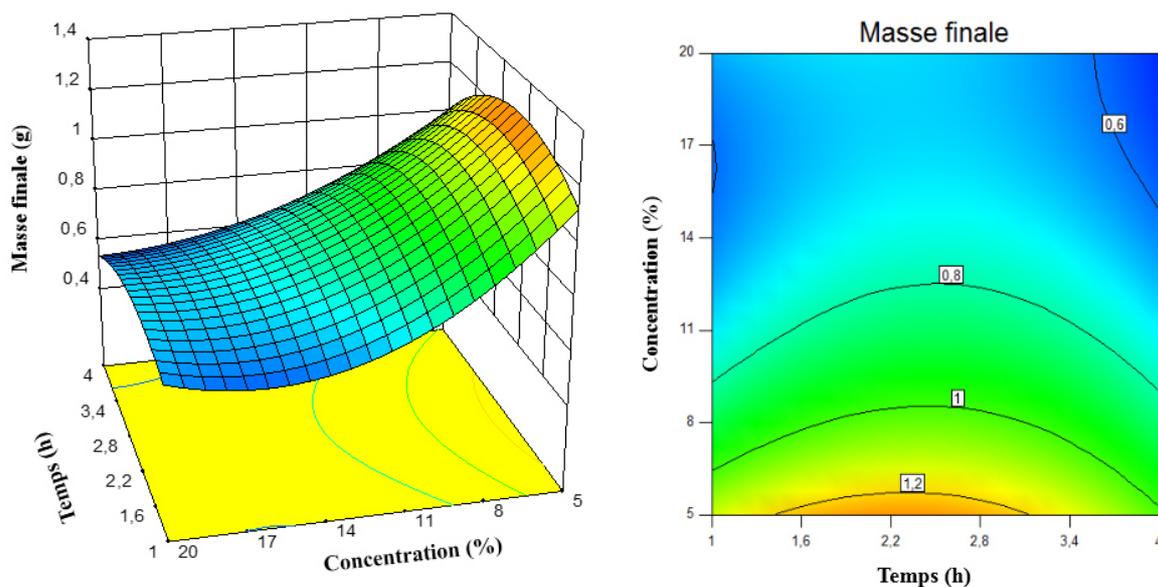


**Figure 9** : Comparaison des résultats prédits et expérimentaux de la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo.

#### 7. Effet des paramètres d'extraction sur les facteurs de réponse de surface

Les surfaces de réponse ont été obtenues en utilisant le logiciel Design-Expert qui évalue les effets des variables et de leurs interactions sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo.

La courbe de surface de réponse 3D et la courbe de contour 2D, comme le montre la figure 10, étaient très utiles pour estimer les effets d'interaction des paramètres sur la réponse. Ces graphiques représentent les effets de trois variables sur la réponse à la fois.



**Figure 10** : Les courbes de la surface de réponse (3D) et (2D) montrant les effets du temps d'extraction et de la concentration d'NaOH sur la masse finale de la cellulose d'Astragalus Gombo.

Les graphiques de la figure 10 montrent que la masse d'extraction de la cellulose a augmenté conformément avec augmentation de la température, temps d'extraction et la diminution de la concentration de 30 à 100 °C, 1 à 4h et de 5 à 20 %100, respectivement.

Afin d'étudier les influences des paramètres d'extraction sur la cellulose, la surface de réponse est dessinée sur la figure 10 qui représente l'influence du temps et de la concentration sur la masse de la cellulose.

La meilleure masse d'extraction de la cellulose est obtenue avec la combinaison du temps d'extraction le plus élevé, la faible concentration et de la température d'extraction la plus élevée.

### 8. Optimisation d'extraction de la cellulose :

Le modèle prédit une réponse maximale de 1.356 g avec une valeur de désirabilité de 0,962, ce qui indique que le modèle de régression était adéquat et précis pour l'extraction de la cellulose d'Astragalus Gombo, voir la figure 11

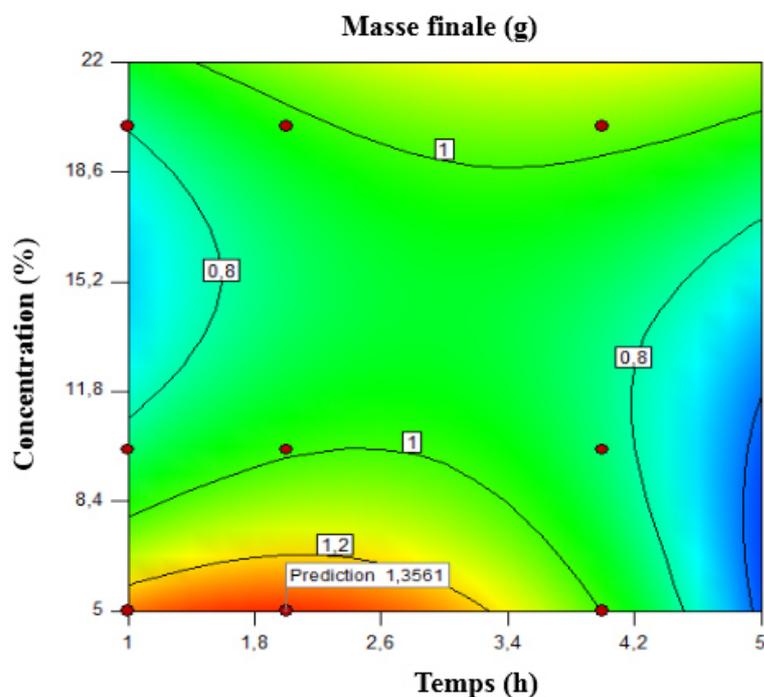


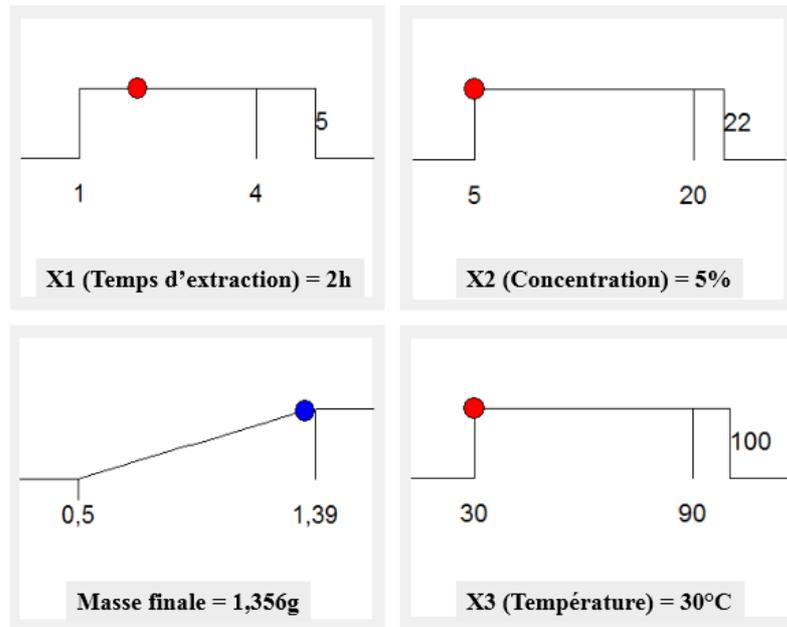
Figure 11 : Courbe de contour de la condition optimale d'extraction pour la cellulose.

Le tableau 4 montre les résultats d'optimisation de RSM de la cellulose d'Astragalus Gombo afin de diminuer le niveau de désirabilité.

Tableau 4 : Optimisation de la réponse pour les paramètres de la cellulose.

Conditions Optimales				Masse finale (g)		
N°	Temps (h)	Concentration (%)	Température (°C)	Prédite	Desirability	
1	2,000	5,000	30,000	1,356	0,962	Selected
2	4,000	5,000	100,000	1,355	0,960	
3	1,000	5,000	30,000	1,289	0,886	
4	4,000	5,000	93,736	1,272	0,868	
5	1,000	5,000	36,586	1,263	0,858	
6	2,000	5,000	63,675	1,255	0,848	
7	1,000	5,000	45,636	1,223	0,812	
8	2,000	5,000	92,907	1,197	0,783	
9	2,000	5,000	98,864	1,188	0,773	
10	4,000	22,000	30,000	1,166	0,748	

D'après la figure 12, Il a été conclu que les conditions d'extraction optimales de la cellulose d'Astragalus Gombo étaient une température d'extraction de 30°C, un temps d'extraction de 2h et une concentration d'NaOH de 5%, pour une masse finale de 1.356g.



**Figure 12** : les condition optimales d'extraction de la cellulose.

### Référence

- [1]: **DI, T., et al (2017)**. Antioxidant and immunostimulating activities in vitro of sulfated polysaccharides isolated from *Gracilaria rubra*. *Journal of Function Food*. 28: 64-75.
- [2]: **YUAN, Q., et al (2015)**. Extraction optimization, characterization and antioxidant activity in vitro of polysaccharides from mulberry (*Morus alba* L.) leaves. *Carbohydrate Polymers* 128 : 52-62.
- [3] : **KOUADRI Imane (2018)** : Recherche de polysaccharides valorisables dans la biomasse végétale : Optimisation des procédés d'extraction et caractérisation physico-chimique. Thèse de doctorat, Université 8 mai 1945.
- [4]: **ZHAO, S., et al. (2015)**. Extraction of a soluble polysaccharide from *Auricularia polytricha* and evaluation of its antihypercholesterolemic effect in rats. *Carbohydrate Polymers* 122: 39-45.
- [5]: **KOUADRI, I., SATHA, H. (2018)**. Extraction and characterization of cellulose and cellulose nanofibers from *Citrullus colocynthis* seeds. *Industrial Crops and Products*, 124, 787-796.
- [6]: **SATHA, H., KOUADRI, I., BENACHOUR, D. (2020)**. Thermal, structural and morphological studies of cellulose and cellulose nanofibers extracted from bitter watermelon of the cucurbitaceae family. *Journal of Polymers and the Environment*, 28(7), 1914-1920.
- [7] : **HOCINE Tayeb (2013)**. Acétate de cellulose, synthèse, propriétés et applications. Mémoire de Master. Université Abou-Bakr Belkaid –Tlemcen
- [8] : **DOS SANTOS, A. E. A., DOS SANTOS, F. V., FREITAS, K. M., PIMENTA, L. P. S., DE OLIVEIRA ANDRADE, L., MARINHO, T. A., FERREIRA, R. V. (2021)**. Cellulose acetate nanofibers loaded with crude annatto extract: Preparation, characterization, and in vivo evaluation for potential wound healing applications. *Materials Science and Engineering: C*, 118, 111322.
- [9]: **DAS, A. M., ALI, A. A., HAZARIKA, M. P. (2014)**. Synthesis and characterization of cellulose acetate from rice husk: Eco-friendly condition. *Carbohydrate polymers*, 112, 342-349.
- [10] : **KOUADRI, I., LAYACHI, A., MAKHLOUF, A., SATHA, H. (2018)**. Optimization of extraction process and characterization of water-soluble polysaccharide (Galactomannan) from Algerian biomass; *Citrullus colocynthis* seeds. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 23(4), 362-375.

[11]: FAN, T., HU, J., FU, L., ZHANG, L. (2015). Optimization of enzymolysis ultrasonic assisted extraction of polysaccharides from *Momordica charabtia* L. by response surface methodology. *Carbohydrate Polymers* 115: 701-706.

[12]: WU, C., WANG, X., WANG, H., SHEN, B., HE, X., GU, W., WU, Q. (2014). Extraction optimization, isolation, preliminary structural characterization and antioxidant activities of the cell wall polysaccharides in the petioles and pedicels of Chinese herbal medicine Qian (*Euryale ferox* Salisb.). *International Journal of Biological Macromolecules* 64: 458-467

[13]: YE, C.L., JIANG, C.J. (2011). Optimization of extraction process of crude polysaccharides from *Plantagoasiatica* L. by response surface methodology. *Carbohydrate Polymers* 84: 495-502

[14]: XU Jie, H., WEI, C. (2008). Optimization of extraction process of crude polysaccharides from wild edible BaChu mushroom by response surface methodology. *Carbohydrate Polymers* 72: 67-74.

[15]: FENG, C.H., SUN, D.W. (2014). Optimisation of immersion vacuum cooling operation and quality of Irish cooked sausages by using response surface methodology. *International Journal of Food Science Technology* 49: 1850-1858.

---

# Conclusion générale

---

### Conclusion générale

L'extraction des polymères naturels de différentes parties des plantes a été étudié pendant des décennies. Avec le développement et l'intérêt croissant des matériaux et biopolymères, ces dernières années, de nombreuses recherches sont menées sur l'identification de nouvelles sources de molécules végétales, en particulier à partir de plantes à propriétés médicinales ; car les biomatériaux isolés jouent un rôle important en raison de leurs effets, utilisés également dans le domaine des matériaux, et aussi dans d'autres applications industrielles.

C'est dans ce contexte que nous sommes intéressés à trouver ou bien valoriser une nouvelle source végétale pour l'extraction des biomatériaux ; en particulièrement dans la plante « Astragalus gombo » de la famille de "Fabaceae".

A la lumière de nos résultats on peut conclure que :

- A partir des résultats, on a trouvé que la cellulose isolée des graines d'Astragalus gombo avait une analogie structurale forte comparable à la cellulose commerciale car aucune différence significative n'a été observée, donc la cellulose extraire à une forte similitude avec la cellulose commerciale.
- L'absence des pics à 1641 et 1745  $\text{cm}^{-1}$  indique l'extraction et l'élimination des protéines et des lipides respectivement. Aussi l'absence des pics à 1507 et 1595  $\text{cm}^{-1}$  indique l'élimination de la lignine et l'efficacité des processus de blanchiment.
- Les analyses élémentaire et spectrale IR ont vérifié la structure des esters ou bien de l'acétate de cellulose obtenu expérimentalement sont très proches des ceux théoriques ce qui nous confirme l'obtention de l'acétate de cellulose désiré par estérification.
- Le coefficient de détermination ( $R^2$ ) pour l'équation du modèle était de 0,9096 (90,96%) et la valeur de probabilité (p-value) de 0,0028, qui ont démontré une très grande signification pour le modèle de régression.
- La masse maximale de 1,356g a été obtenue dans les conditions suivantes : température d'extraction de 30°C, temps d'extraction de 2h et concentration d'NaOH 5%.
- Dans ces conditions, la masse d'extraction expérimentale de 1,39g correspond bien à la valeur prédite.

---

# Perspectives

---

### Perspectives

Les perspectives de ce travail sont multiples :

- Extraction d'autres biopolymères solubles et insolubles comme l'amidon, la pectine, ...etc, qui sont trouvés dans la plante d'Astragalus gombo et essayée d'améliorer le rendement massique d'extraction.
- Etude les effets et les propriétés thermiques, physiques et mécaniques de ce matériau biodégradable.
- Préparation des copolymères avec d'autres biopolymères pour construire un nouveau matériau à partir de la plante d'Astragalus gombo.
- En finale, l'application dans des différents domaines.
- Elaboration des Films et membranes à base d'acétate de cellulose

# Résumé

L'objectif de l'étude développée ici est donc d'extraire la cellulose et acétate de la cellulose à partir de la plante d'Astragalus gombo. Pour cela, ce travail vise à optimiser le procédé d'extraction par voie chimique de la cellulose d'Astragalus gombo, en utilisant la RSM, par l'application des trois niveaux et trois variantes pour étudier les effets du temps d'extraction, de la température d'extraction et la concentration du NaOH sur la masse finale de la cellulose brute. Le RSM a été utilisé pour déterminer les paramètres d'extraction optimaux qui ont donné une masse d'extraction élevée.

Les différentes variables utilisées sont : temps d'extraction ( $X_1$  : 1, 2 et 4h), des températures d'extraction ( $X_2$  : 30, 60 et 100 °C) et concentration d'NaOH ( $X_3$  : 5, 10 et 20%) pour une extraction maximale. La courbe de surface de réponse 3D et la courbe de contour dérivée 2D des modèles mathématiques sont appliquées pour déterminer les conditions optimales. Les conditions optimales d'extraction sont les suivantes : température d'extraction 30°C, temps d'extraction 2h et la concentration d'NaOH 5%. Dans ces conditions, la masse finale expérimentale est de 1.39 g, ce qui est bien en accord avec la valeur prédite par le modèle 1,356g.

Succès de l'extraction et préparation d'acétate de cellulose à partir de la cellulose d'Astragalus Gombo. La caractérisation de la cellulose et acétate de cellulose a nécessité une étude précise d'analyse structurale et physico-chimique en utilisant notamment dans ce travail la technique de ATR- FTIR.

# Abstract

The objective of the study is to extract cellulose and cellulose acetate from the Astragalus Gombo plant. For this, this work aims to optimize the extraction process of cellulose from Astragalus Gombo, using RSM, by applying the three levels and three variants to study the effects of extraction time, extraction temperature, and the concentration of NaOH on the final mass of the crude cellulose. The RSM was used to determine the optimal extraction parameters which gave a high extraction mass.

The different variables used are: extraction time (X1: 1, 2 and 4h), extraction temperatures (X2: 30, 60 and 100°C) and NaOH concentration (X3: 5, 10 and 20%) for maximum extraction. The 3D response surface curve and the 2D derived contour curve is applied to determine the optimal conditions. The optimal extraction conditions are as follows: extraction temperature 30°C, extraction time 2 hours, and the concentration of NaOH 5%. Under these conditions, the final experimental mass is 1.39 g, which is in good agreement with the value predicted by the model 1.356g.

Successful extraction and preparation of cellulose acetate from Astragalus Gombo cellulose. The characterization of cellulose and cellulose acetate required a precise study of structural and physicochemical analysis, in particular using the ATR-FTIR technique in this work.

## الملخص

الهدف من الدراسة التي تم تطويرها هنا هو استخراج السليلوز و خلات السليلوز من نبات *Astragalus Gombo*. لهذا الغرض، يهدف هذا العمل إلى تحسين عملية الاستخراج الكيميائي لسليلوز باستخدام RSM، من خلال تطبيق المستويات والمتغيرات الثلاثة لدراسة آثار وقت الاستخراج ودرجة حرارة الاستخراج وتركيز هيدروكسيد الصوديوم NaOH على الكتلة النهائية لسليلوز. تم استخدام RSM لتحديد شروط الاستخراج المثلى التي أعطت كتلة استخلاص عالية.

المتغيرات المستخدمة هي: وقت الاستخراج: (1.2.4سا). ودرجات حرارة الاستخراج (30. و60 و100 درجة مئوية) وتركيز هيدروكسيد الصوديوم (5 و10 و20%). يتم تطبيق منحني سطح الاستجابة ثلاثية الأبعاد وثنائي الأبعاد لتحديد الظروف المثلى. شروط الاستخراج المثلى هي كما يلي: درجة حرارة الاستخراج 30 درجة مئوية، ووقت الاستخراج 2 ساعة وتركيز هيدروكسيد الصوديوم 5%. في ظل هذه الظروف، تبلغ الكتلة التجريبية النهائية 1.39 جم، وهو ما يتوافق جيداً مع القيمة المتوقعة بواسطة النموذج 1.356 جم.

استخراج وتحضير خلات السليلوز بنجاح من سليلوز *Astragalus Gombo*. لتوصيف السليلوز و خلات السليلوز ودراسة التحليل الهيكلي والكيميائي، تم استخدام تقنية ATR-FTIR في هذا العمل.