

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOD MAMMERI DE TIZI-OUZOU



Faculté des sciences

Département de chimie

Mémoire de MASTER

Spécialité : chimie de l'environnement

Thème

**Elaboration d'un biopolymère à partir d'un végétal
(Acacia, Roseau commun, Bois blanc)**

Présenté par :

M^{lle} : RAFFAI Kenza

M^r : AIT AMEUR ALI Massinissa

Déposé le : Juillet 2023

Devant le jury composé de :

Mr SAAL Amar	Professeur	President	UMMTO
Mr CHAOUCHI Ahcene	Professeur	Examineur	UMMTO
M ^{me} LARDJANE Nadia	Professeur	Examinatrice	UMMTO
Mme LOUNI Dalila	MAA	Promotrice	UMMTO
Mr GRABI Hocine	Docteur	Co-promoteur	UMMTO

Année universitaire : 2022/2023

Remerciements

Ce mémoire est le fruit des efforts fournis et des sacrifices consentis par plusieurs personnes que nous ne pourrions oublier de remercier.

Nos remerciements s'adressent d'abord à Dieu, le tout puissant qui nous a donné le courage et la volonté pour affronter toutes les difficultés et les obstacles au travers notre chemin d'études.

Nous remercions chaleureusement M^{me} LOUNJ notre promotrice pour sa disponibilité sa confiance et pour le sens du travail bien.

Un grand merci également à nos familles pour leurs soutiens aussi bien moral que financier et pour leurs sacrifices.

Nous remercions également les membres de jury Mr SAAL A le président du jury et Mr CHAOUCHJ A ainsi que M^{me} LARDJANE d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous remercions aussi M' GRABJ notre Co promoteur,

M' DAHMANJ,

et les ingénieurs de laboratoire Mr OUKRJN et Mr SOUMANJ.

et toutes les personnes qui nous ont aidé de prêt ou de loin.



Je dédie ce travail :

A mes parents qui ont été toujours à mes côtés et m'ont soutenu tout au long de ces longues années d'étude.

A mes frères et ma sœur

A tous mes amis(es)

A mon binôme MASSI

Et à tous ceux qui aiment le bon travail et ne reculent pas devant les obstacles de la vie.

KENZA



Je dédie ce travail :

***A mes très chers parents Que je ne pourrais jamais
assez remercier pour tout ce qu'ils ont fait pour moi***

A mes deux frères « AHMED » et « BILAL »

A ma chère sœur « INES »

A toutes personnes chères à mon cœur

A toutes personnes que j'aime

A toutes personnes qui m'aime

***Je ne saurais oublier tous ceux et celles qui m'ont
marqué par leur soutien et encouragements***

MASSINISSA

Table de matière

LISTE DES FIGURES

Figure	Page
figure 01 : forêt et bois	01
figure 02 : Coupes transversale et radiale d'un billon	03
figure 03 : Les plans de référence du bois	04
figure 04 : Les éléments du plan ligneux d'un résineux	05
figure 05 : Structures typiques de la cellulose, la lignine et l'hémicellulose dans la biomasse lignocellulosique	06
figure 06 : Structure chimique de la cellulose	07
figure 07 : Précurseurs de la biosynthèse de la lignine	08
figure 08 : Composition chimique du bois	10
figure 09 : Les biopolymères	11
figure 10 : Roseau	
figure 11 : Forêt d'ACACIA	17
figure 12 : Bois blanc	17
figure 13 : Placer les creusets dans l'étuve à 105°C	19
figure 14 : Four à moufle (département des Sciences Biologique et agronomique UMMTO)	20
figure 15 : Les polyphénols	22
figure 16 : Solutions obtenues	22
figure 17 : Les infusés	23
figure 18 : Le pH mètre	23
figure 19 : Appareil d'analyse infrarouge	25
figure 20 : Microscope Electronique à Balayage (MEB)	26
figure 21 : Conductimètre	26
figure 22 : Blanchiment, Avant séchage et Après séchage	29
figure 23 : Histogramme de taux d'humidité	32
figure 24 : Histogramme de taux de cendres	33
figure 25 : Courbe étalonnage d'acide gallique à 0.5g/L	34
figure 26 : Histogramme de taux de polyphénols totaux	34
figure 27 : Impacte du NaOH sur la fibre du bois	39
figure 28 : Les interactions de Na ⁺ avec la chaîne cellulosique	39
figure 29 : Spectres infrarouge avant et après extraction de cellulose	43

Liste des tableaux

N°	Titre	page
1.	Les compositions chimiques de la fibre de roseau commun	16
2.	préparation des échantillons	18
3.	Les étapes du dosage avec NaOH	27
4.	Résultats des absorbances obtenus à partir des solutions filles d'acide gallique	33
5.	Résultats de l'analyse spectrale par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR) des différentes farines de bois avant extraction de la cellulose	35
6.	Différentes bandes caractéristiques des constituants de nos fibres	36
7.	Les résultats de la mesure du pH	37
8.	Les résultats d'identification des composés phénoliques	37
9.	Les résultats de mesure de conductivité électrique	38
10.	Résultats du rendement d'extraction de la cellulose avec NaOH	38
11.	Résultats du rendement d'extraction de la cellulose avec KOH à 17,34%	39
12.	Les Résultats du rendement d'extraction des extractibles avec NaOH	40
13.	Les Résultats du rendement de lignine avec KOH	40
14.	Résultats des analyses Infrarouge après extraction de cellulose avec NaOH à 4%	41
15.	Les bandes caractéristiques enregistrées des différentes fibres étudiées par SPI après extraction de cellulose	42
16.	Résultats des analyses du MEB avant et après extraction de cellulose avec NaOH à 4%	44
17.	Résultats des analyses du MEB avant et après extraction de cellulose avec NaOH à 16%	46

Liste des abréviations :

<u>Abréviations</u>	<u>Significations</u>
µm	Micro mètre
nm	nano mètre
°C	Degré Celsius
H	Heure
Abs	Absorbance
TH(%)	Taux d'humidité
W(%)	Taux de cendre
g	Gramme
C	Concentration
F.C	Folin-Ciocalteu
m	Masse
ml	Millilitre
T	Température
MEB	Microscope Electronique à Balayage
UV	Ultra-Violet
p	Poids
Na₂CO₃	Bicarbonates de sodium
SPIR	Spectre Infra Rouge
λ	Longueur d'onde
NaOH	Hydroxyde de Sodium
pH	Potentielle en Hydrogène
V	Volume
R%	Rendement %
H₂SO₄	Acide sulfurique

TABLE DES MATIERES

Table Des Matières	
Liste Des Tableaux	
Liste Des Figures	
Liste des abréviations	
Remerciements	
Dédicaces	
Introduction.....	A

Chapitre I : étude bibliographique

Définition du Bois	1
1. Formation du bois dans les arbres	1
2. La structure du bois	2
2.1 Structure macroscopique	2
2.1.1 L'écorce.....	2
2.1.2 Le bois d'aubier	2
2.1.3 Cambium	2
2.1.4 Le bois de cœur (duramen).....	3
2.2 Structure microscopique du bois	3
2.2.1 Les fibres	4
2.2.2 Vaisseaux	4
2.2.3 Les cellules du parenchyme	4
2.2.4 Les rayons ligneux	5
3 Composition chimique du bois	5
3.1 La cellulose	6
3.2 La lignine.....	7
3.3 Hémicelluloses.....	8
3.4 Les extractibles	8
3.4.1 Les composés phénoliques	9
3.4.2 Les alcaloïdes	9
3.4.3 Les flavonoïdes	9
3.4.4 Les tanins.....	9
3.4.5 Les tanins galliques	10
3.4.6 Cendres (matières minérales).....	10

4	Généralités sur les composites bois-polymère.....	10
4.1	Fibres naturelles végétales.....	11
4.2	Biopolymère	11
4.2.1	Classification des biopolymères	12

Chapitre II : matérielles et méthodes

1	Matériel végéta.....	14
1.1	roseau commun.....	14
1.1.1	Définition	14
1.1.2	Morphologie du roseau commun.....	14
1.1.3	Classification et position systématique du roseau commun.....	15
1.1.4	Composition chimique du roseau commun.....	15
1.2	Acacia	16
1.2.1	Définition	16
1.2.2	Acacia mearnsii	16
1.2.3	Composition chimique de l'Acacia	16
1.2.4	Classification et position systématique de l'Acacia (Cronquist 1981)	17
1.3	Bois blanc	17
1.3.1	Bois feuillus.....	17
2	Préparation des échantillons	18
3	Caractéristiques physique des fibres de bois	19
3.1	Mesure de taux d'humidité	19
4	Les caractéristiques chimiques	20
4.1	Détermination de Taux de cendre.....	20
4.2	Taux de polyphénols.....	21
4.2.1	Dosage des polyphénols	21
4.2.2	Réalisation de la courbe d'étalonnage.....	22
4.3	Mesure du pH	23
4.4	Analyse phytochimique	23
4.4.1	Préparation de l'infusé	23
4.4.2	Identification des alcaloïdes	23

4.4.3	Identification des tanins.....	24
4.4.4	Identification des tanins galliques	24
4.5	Les analyses des échantillons par Spectrométrie Infrarouge (SINR).....	24
4.6	Analyse par Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	25
4.7	Mesure de conductivité électrique.....	26
4.8	Dosage de la cellulose avec traitement alcalin	26
4.8.1	Dosage avec du NaOH à 4%	27
4.8.2	Dosage avec du NaOH à 8%	28
4.8.3	Dosage avec du NaOH à 16%	28
4.8.4	Dosage avec du KOH à 17,34%	29
4.9	Taux d'extractibles	29
4.10	Dosage de la lignine	30

Chapitre III : résultats et discussions

1	Caractérisation physico chimique des fibres de bois	32
1.1	Caractérisation physique	32
1.1.1	Détermination du taux d'humidité.....	32
2	Caractérisation chimique.....	32
2.1	Détermination du taux de cendres	32
2.2	Détermination des taux de phénols totaux	33
2.3	Analyse des échantillons par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR) avant extraction de la cellulose	35
2.4	Mesure du pH	37
2.5	Analyses phytochimiques	37
2.6	Mesure de conductivité électrique	38
2.7	Détermination du taux de cellulose	38
2.7.1	Extraction avec NaOH.....	38
	Extraction avec KOH à 17, 34%	39
2.8	Détermination du taux d'extractibles	40
2.9	Détermination du taux de lignine.....	40
2.10	Analyse des échantillons par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR) après extraction de la cellulose avec NaOH à 4%	41

2.11	Analyse des échantillons par Microscope Electronique à Balayage	44
2.11.1	MEB avant et après extraction de cellulose avec NaOH à 4%	44
2.11.2	MEB avant et après extraction de cellulose avec NaOH à 16%	46
	Conclusion.....	49
	Références bibliographiques	52
	Annexes	
	Résumé	

Introduction

L'environnement est notre cadre de vie : c'est l'ensemble des éléments naturels, faune, flore, et artificielle construction humaine, traces des activités humaines qui peuvent avoir des impacts négatifs sur la qualité de l'air, de l'eau, et du sol, ainsi que sur la biodiversité et le climat. Les activités industrielles, agricoles et urbaines peuvent entraîner des pollutions chimiques, des émissions de gaz à effet de serre, des déforestations, des perturbations des écosystèmes et des extinctions d'espèces.

La préoccupation croissante envers les problèmes environnementaux causés par les produits à base de pétrole a inspiré le développement de matériaux "verts" dont les principes d'orientation pour la production de ces matériaux sont la durabilité, l'écologie industrielle, l'éco-efficacité et la chimie verte [1,2]. L'un des matériaux « verts » émergeant sur le marché de nos jours est le plastique biodégradable ou bioplastique. Les bioplastiques sont dérivés de ressources agricoles et de la matière première de la biomasse renouvelable, respectant ainsi des matériaux respectueux de l'environnement et durables

Afin de palier à ce déséquilibre environnemental, l'élaboration d'un polymère à partir de matières ligneuses est une approche intéressante dans le domaine de la chimie verte et de la durabilité, telles que le bois ou la cellulose, sont des sources renouvelables et abondantes qui peuvent être utilisées comme matières premières pour la production de biopolymères.

Depuis plusieurs années, le matériau bois suscite un grand intérêt quelque soit son domaine d'utilisation. Le bois est un matériau ancien et naturel doté de nombreux atouts. Il constitue un bon isolant thermique et phonique, il peut être un élément esthétique de décoration, résistant mécaniquement, renouvelable et peu énergivore lors de sa mise en œuvre. Cependant, le bois connaît quelques faiblesses en raison de son origine naturelle. C'est un matériau hétérogène, anisotrope dont les propriétés varient, quelles soient physique ou mécanique, en fonction de l'orientation de ses fibres. De plus, le bois est un matériau hygroscopique, dont les dimensions changent en fonction du taux d'humidité. D'autre part c'est un matériau qui peut être altéré par des agents biotique et/ou abiotique tel que les insectes, les pourritures, les rayonnements UV, la pluie et la lune [3].

Ce mémoire s'intitule Elaboration d'un biopolymère à partir de matières ligneuses et a pour objectif de présenter les matériaux ligneux nécessaires à l'élaboration d'un biomatériau. Parmi eux, on cite l'Acacia, essence introduite et abondante dans la forêt d'El Kala. Il s'agit d'une biomasse qui envahit le territoire du chêne liège ; son bois est déprécié par les artisans menuisiers. De plus, nous avons également utilisé le roseau ainsi que les déchets de menuiserie (bois blanc).

En règle générale, les biopolymères sont des polymères d'origine ligneuse, dotés de propriétés intéressantes pour de nombreuses applications industrielles, notamment dans les secteurs de l'emballage, de la cosmétique, de l'agriculture et de la santé.

Le présent travail s'articule autour de trois chapitres : la première partie est la bibliographie, la seconde partie décrit les différents matériaux et méthodes employés. La dernière, quant à elle, aborde les multiples résultats obtenus ainsi que leurs discussions. Celle-ci, est suivie d'une conclusion et des perspectives.

Chapitre I :
Etude
bibliographique

Depuis le sommet de Rio de 1992, la communauté internationale a accepté Le concept de développement durable comme étant « la satisfaction des besoins des générations actuelles sans compromettre ceux des générations à venir ».

Pour préserver notre environnement et assurer ce développement durable, il est nécessaire de mettre en place des politiques et des actions visant à réduire les impacts négatifs des activités humaines et à favoriser des pratiques plus durables. Cela peut inclure des mesures tels que la réduction les émissions de gaz à effet de serre, la conservation de la biodiversité, la gestion durable des ressources naturels, la promotion de l'économie circulaire et l'éducation à l'environnement ; pour cela, les ressources naturelles et le bois en particulier constituent un des piliers forts de ce concept.

Définition du Bois

Le bois est un matériau composite d'origine végétal, produit par les arbres vivants. Ses domaines d'utilisations sont déterminés par son comportement lorsqu'on lui fait subir des traitements physiques et chimiques La qualité du bois est liée à sa structure macroscopique et microscopique mais aussi à la structure submicroscopique des parois cellulaires qui est déterminé par ses constituants chimiques [4].

Le bois est composé de fibres des structures complexes. Ces fibres sont constituées de micro fibrilles de cellulose de structures cristallines et fibreuses, enrobées de deux types de polymères amorphes : la lignine et l'hémicellulose. Le bois contient aussi une petite quantité de composés désignés en tant qu'extractibles du bois, ce sont des composés organiques de plus faibles masses moléculaires et de structures très variées [5].

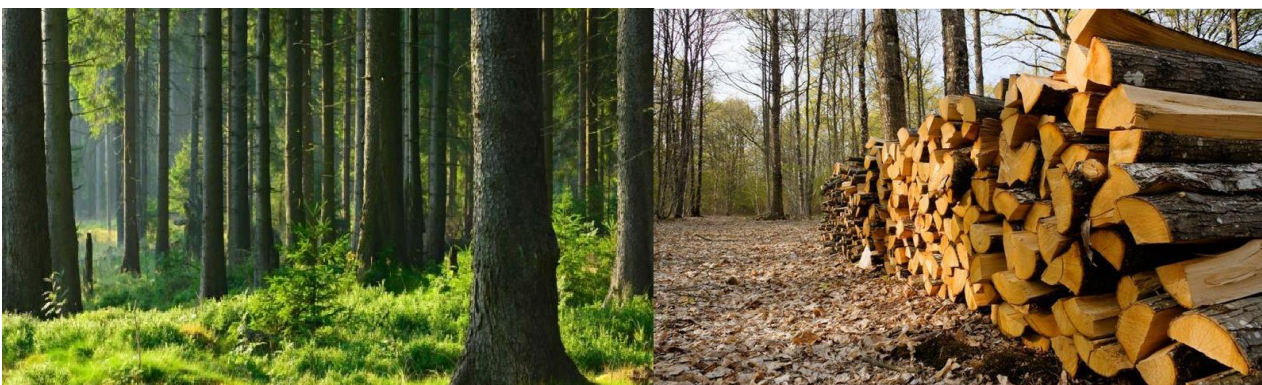


Figure 1 : forêt et bois

1. Formation du bois dans les arbres

La formation du bois dans les arbres est la manifestation du processus de croissance des arbres et elle a pour effet d'augmentation du diamètre du tronc, des branches et les racines mais également leur allongement. Cette croissance macroscopique est liée à l'activité d'un

tissu méristématique (du grec meristos : divisible) dont les cellules ont conservé leur capacité de division [4].

2. La structure du bois

2.1 Structure macroscopique

Lorsque on regarde la section transversale d'un tronc d'arbre, plusieurs éléments caractéristiques sont visibles à l'œil nu. De la moelle vers l'extérieur on distingue une première zone centrale appelée duramen (bois mort), et une zone plus claire appelé aubier (bois fonctionnel), le cambium et enfin l'écorce (**TINGAUT, 2006**).

2.1.1 L'écorce

L'écorce est le revêtement extérieur du tronc, des branches et des racines des arbres. Elle est issue par la croissance secondaire de la plante et n'est par conséquent pas présente sur les jeunes arbres.

L'écorce est divisée en deux parties : l'écorce interne et l'écorce externe.

- L'écorce interne, appelée aussi liber, ou phloème secondaire est formée de tubes à travers lesquels circule la sève élaborée des feuilles vers les cellules du cambium.
- L'écorce externe est la partie qui protège le tronc de l'arbre, les branches et les racines des attaques physiques et biologiques extérieures tels que les intempéries, le froid ou la chaleur, les attaques d'insectes, etc. Son aspect, sa structure et ses propriétés sont utilisées pour différencier et identifier les essences d'arbres entre elles mais l'écorce externe a surtout un rôle dans le transport des substances nutritives. Elle est constituée du phelloderme ou assise méristématique [6].

2.1.2 Le bois d'aubier

Le bois d'aubier occupe les couches externes, c'est la partie jeune du tronc ou de la branche formée par les dernières couches annuelles de croissance du bois. Ces couches successives se superposent au cours des années et forment les cernes. Il est généralement de couleur plus claire que le cœur, constitué de cellules vivantes, de fibres ligno-cellulosiques xylémiennes, ainsi que de vaisseaux conduisant la sève brute contenant les nutriments vers les feuilles elle assure à la fois le transport de la sève brute et le stockage des différents éléments. (**SHIGO et HILLIS, 1973**).

2.1.3 Cambium

C'est aussi une assise génératrice qui est la partie reliant le bois à l'écorce. Cette zone est invisible à l'œil nu. Elle est constituée de cellules méristèmes secondaires (cellules mères)

qui, par division cellulaire, permet la croissance de l'arbre en épaisseur en produisant l'aubier vers l'intérieur et le liber ou écorce interne vers l'extérieur [7].

2.1.4 Le bois de cœur (duramen)

Le duramen occupe l'intérieur de la grume, il est généralement plus foncé que l'aubier, bien que dans certain cas, ces deux zones aient la même couleur. Le contenu en substance inorganiques est généralement plus faible dans le bois de cœur que dans l'aubier. Les cellules qui le constituent, ne contribuent plus à la circulation de la sève [8].

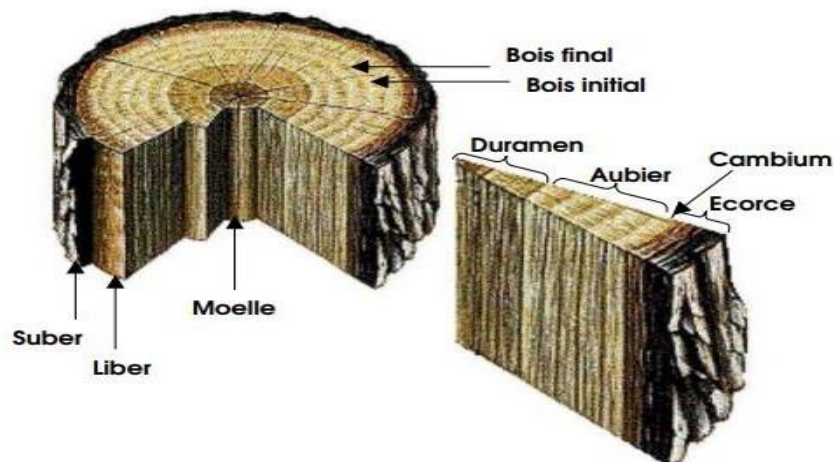


Figure 2 : Coupes transversale et radiale d'un billon

2.2 Structure microscopique du bois

On étudie communément l'anatomie du bois selon trois plans perpendiculaires : transversal, radial et tangentiel, qui correspondent aux trois directions d'anisotropie du matériau pour la majorité de ses propriétés.

Plan transversal

Les genévriers sont des bois homoxylés. Le passage du bois initial au bois final est progressif. Ils ne possèdent pas de canaux résinifères. Ce genre peut disposer de faux cernes. Le parenchyme, longitudinal dit à oléorésine, est abondant et les rayons sont très étroits.

Plan radial

Les rayons sont homogènes et composés de cellules de parenchyme. Leurs parois transversales sont épaisses. Elles peuvent être lisses ou avec des indentures selon l'espèce. On note l'absence de trachéides transversales. Les punctuations des champs de croisements sont cupressoïdes, parfois taxodioïdes. On en décompte 1-2 à 3-4 par champ de croisement.

Plan tangentiel

Les rayons sont unisériés et composés de cellules rondes. Leur hauteur est variable suivant les espèces : en moyenne 1 à 5-6 cellules de hauteur, au maximum 13-14 cellules chez *Juniperus communis*. Épaississements spiralés absents.

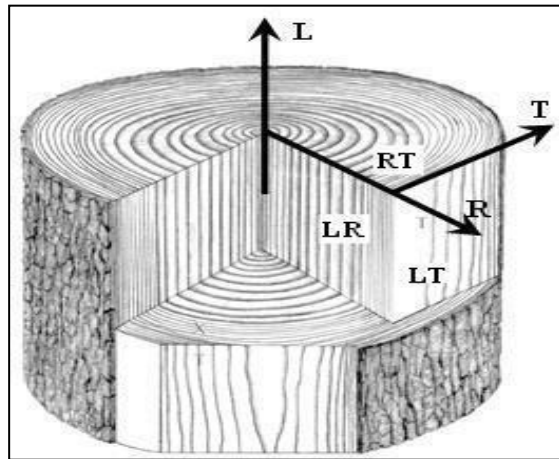


Figure 3 : Les plans de référence du bois

2.2.1 Les fibres

Les fibres sont des cellules allongées et étroites qui donnent au bois sa force et sa résistance et elles sont plus abondantes dans le bois de cœur et sont disposées parallèlement à l'axe du tronc. Les fibres sont constituées de parois épaisses et denses, renforcées par la présence de lignine.

2.2.2 Vaisseaux

La zone de bois initial (bois de printemps) présente de gros vaisseaux alignés en bandes tangentielles isolés les uns des autres. Leurs diamètres décroissent régulièrement depuis le début jusqu'à la fin du cerne définissant ainsi une zone poreuse (JACQUAUIOT *et al.*, 1973). La zone de bois final (bois d'été) est formée de vaisseaux nettement plus petits, de taille variable, en formant des alignements radiaux dessinant des flammes caractéristiques des chênes, et leurs ponctuations sont aréolées ou simples (AMEELS, 1989).

2.2.3 Les cellules du parenchyme

Les cellules du parenchyme sont des cellules vivantes et généralement de petite taille qui remplissent diverses fonctions dans le bois, elles stockent les réserves de nourriture et les nutriments nécessaires de l'arbre. Les cellules du parenchyme peuvent également produire de la lignine, ce qui renforce la structure du bois [7].

2.2.4 Les rayons ligneux

Les rayons ligneux sont des structures qui se forment perpendiculairement à l'axe du tronc. Ils sont composés de cellules qui s'étendent radialement à partir du centre du tronc jusqu'à au périphérique. Les rayons ligneux ont des fonctions de stockage, de transport nutriments et d'eau et de liaison entre les différentes parties du bois [7].

En résumé, la structure microscopique complexe du bois est caractérisée par la présence de différent type de cellules qui remplissent des fonctions spécifiques. La combinaison de ces cellules donne au bois ses propriétés physique et mécanique unique, ce qui en fait un matériau de construction important dans de nombreux industriels.

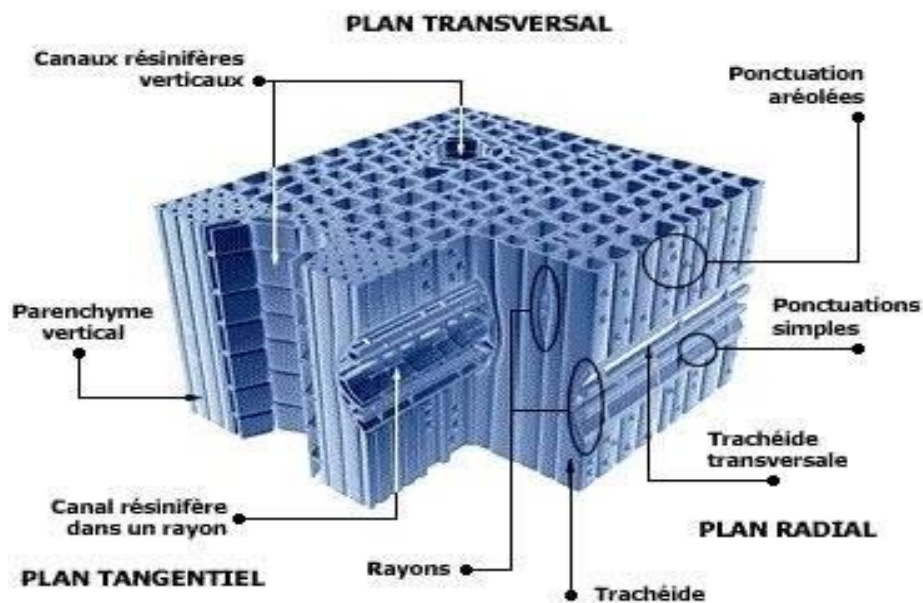


Figure 4 : : Les éléments du plan ligneux d'un résineux [9]

3 Composition chimique du bois

Bien que les chimistes puissent, en théorie, transformer les composants du bois en n'importe quelle substance, les produits chimiques que l'on pourra pratiquement tirer du bois dépendent dans une large mesure de sa composition chimique propre. Le bois est un mélange de trois polymères naturels : cellulose, lignine et hémicelluloses, dans la proportion approximative de 50% ,25% ,25%, en fonction de l'espèce et de variations biologiques telles que différences génétiques intraspécifiques et conditions de croissance. La cellulose et les hémicelluloses sont des polymères d'hydrates de carbone formés à partir de molécules de monosaccharides ou oses (sucres simples), et la lignine est un polymère de phénylpropanes [10].

Tableau 1: Composition chimique moyenne du bois des résineux et des feuillus de la zone tempérée

Constituants	Résineux	Feuillus
Cellulose	42 ± 2	45 ± 2
Lignine	28 ± 3	20 ± 4
Hémicellulose	27 ± 2	30 ± 5
Extractibles	3 ± 2	5 ± 3

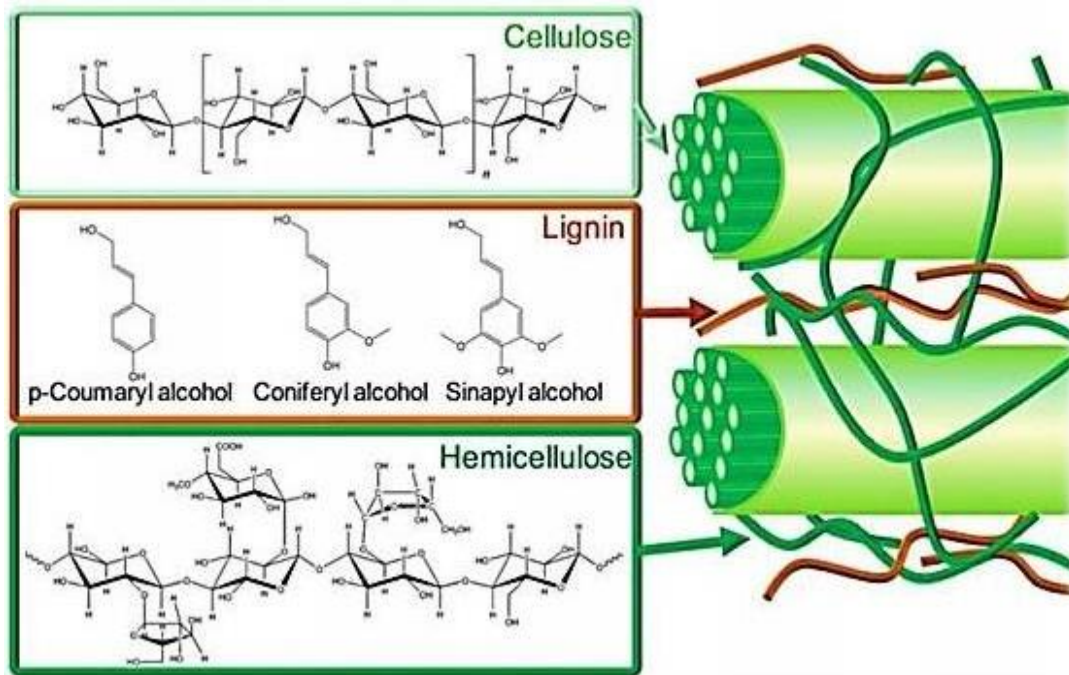


Figure 5 : Structures typiques de la cellulose, la lignine et l'hémicellulose dans la biomasse lignocellulosique [11]

3.1 La cellulose

La cellulose est le plus important constituant chimique du bois. Sa quantité et ses propriétés contribuent de façon décisive aux propriétés des arbres vivants et du bois en tant que matériaux. Le premier papier utilisé pour écrire, produit en chine était constitué de tissu cellulosique de coton. Les diverses applications industrielles du bois sont directement liées aux propriétés particulières extraordinaire de la cellulose [4].

La cellulose est un homopolymère, elle est l'un des biopolymères les plus abondants dans la biomasse, elle se trouve dans le bois, le coton et d'autres matières à base de plantes, elle représente environ 45% du poids sec du bois [12-13].

La cellulose est une substance fibreuse, résistante et insoluble dans l'eau qui joue un rôle primordial dans la tenue mécanique de la structure des parois cellulaires des plantes [14].

En outre de sa résistance mécanique, la cellulose a une biocompatibilité, une biodégradation, une faible toxicité et une durabilité chimique élevée en raison de la forte liaison hydrogène intra et intermoléculaire [15].

Parmi ses propriétés thermiques, sa température de transition vitreuse se situe dans la région de 200 à 230°C, ce qui est proche de sa température de décomposition thermique de 260°C [16].

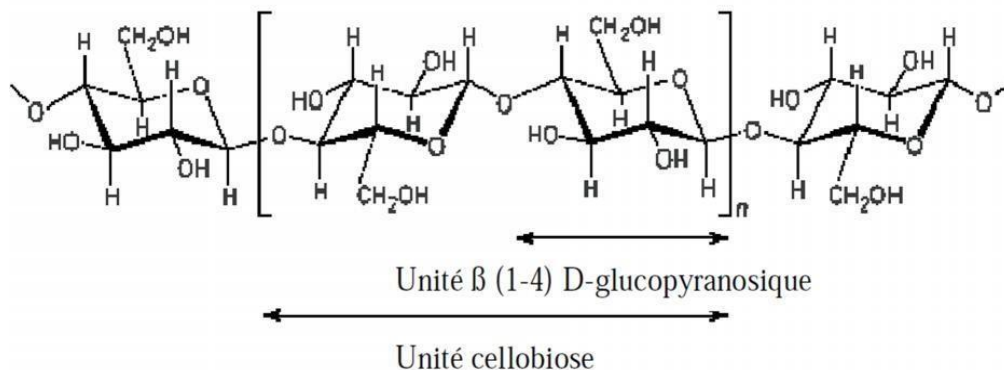


Figure 6 : Structure chimique de la cellulose

3.2 La lignine

La lignine est, du point de vue quantitatif, la deuxième substance macromoléculaire du bois, c'est une macromolécule de nature phénolique amorphe tridimensionnelle et complexe, non linéaire, constitué d'un système aromatique [4].

La lignine est d'un poids moléculaire indéterminé. C'est la fraction non saccharidique la plus abondante et la plus importante après la cellulose. Elle accroît les propriétés de résistance mécanique du bois. Les feuillus contiennent 18% à 25% de lignine alors que les résineux en contiennent 25% à 35% [17]. Dans le bois, la lignine est biosynthétisée à partir de trois alcools phénoliques : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique. La polymérisation de ces trois alcools conduit respectivement à trois types d'unités dans la lignine :

- l'unité guaiacyle, dérivant de l'alcool transconiférylique.
- l'unité syringyle, dérivant de l'alcool transsinapylique.

• l'unité p-hydroxyphényle, dérivant de l'alcool trans-pcoumarylique [17].

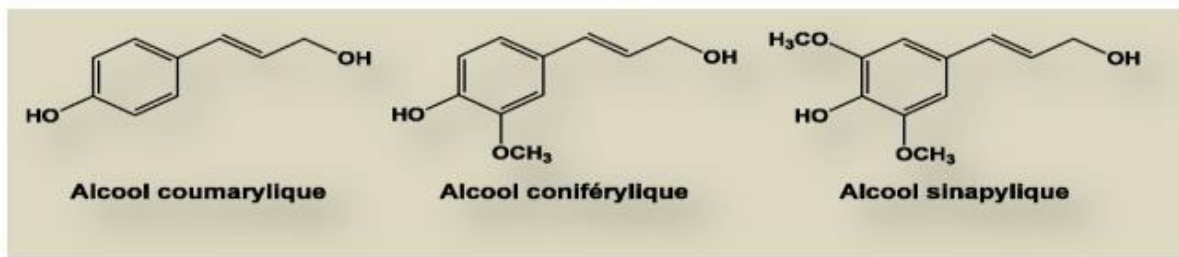


Figure 7 : Précurseurs de la biosynthèse de la lignine

3.3 Hémicelluloses

L'hémicellulose constitue, après la cellulose, la plus abondante source de polysaccharides sur terre. Ce sont des polysaccharides de plus faible masse molaire que la cellulose. Contrairement à celle-ci, les hémicelluloses comportent des glucides de nature variable. Du fait de la diversité des types végétaux et de la grande variété de type cellulaire dans une même plante, il n'est pas possible de décrire les hémicelluloses de manière exhaustive. Cependant, quelques généralisations peuvent être faites. Ces composés représentent 5 à 50 % de la masse végétal, selon la source végétale [4].

L'hémicellulose comprend un groupe de polysaccharides composés d'une combinaison de cycles à 5 et 6 carbones. Elle forme la matrice de support des micro fibrilles de cellulose (NICOLAS, 2008).

Elle possède une structure chimique très différente selon l'origine végétale, le type cellulaire, la localisation dans la paroi ou bien encore l'âge des tissus. Parmi les hémicelluloses les plus fréquentes, de la paroi des cellules du bois, se trouvent ; les familles des xylanes, des mannanes et des galactanes. La classe la mieux étudiée correspond aux xyloglucanes. Ils sont constitués d'une chaîne de glucose et de courtes chaînes latérales de xylose, galactose et fucose (DAVID, 2007).

3.4 Les extractibles

Les composés de faible poids moléculaire que l'on trouve dans la structure poreuse du bois sont nommés extractibles, malgré leur faible quantité (moins de 5% de la masse anhydre en règle générale), les extractibles contribuent de façon importante aux propriétés physiques et technologiques du bois, comme l'odeur, l'acidité et la couleur. Ce nom générique vient du fait que l'on peut extraire ces composés avec les solvants organiques ou l'eau, sans procéder à des traitements sévères qui modifient chimiquement les constituants structuraux du bois.

La majeure partie des extractibles se trouve dans le lumen des cellules du bois ou dans les tissus spécialisés tels les canaux résinifères chez les conifères, sous forme de molécules libres,

c'est-à-dire non liés chimiquement aux parois cellulaires. Les extractibles sont en règle générale soluble dans l'eau ou dans les solvants organiques il existe trois type d'extractibles : les trapézoïdes, les composés aliphatiques et les polyphénols [4].

3.4.1 Les composés phénoliques

Les composés phénoliques du bois, appelés aussi les polyphénols on les définit comme les aromatiques portant plus qu'une fonction hydroxyle sur un noyau benzénique ou sur plusieurs. Certains sont des polymères [4]. Ces métabolites secondaires permettent de protéger l'arbre contre toute les agressions extérieurs (froid, champignons, etc.). Ce sont ces molécules qui sont responsables de la coloration du bois par la présence de groupement chromophores capable d'absorber la lumière du visible et ils procurent à l'arbre et à l'écorce une senteur caractéristique [18].

Dans les composés phénoliques on trouve : les alcaloïdes, flavonoïdes, les tanins et les tanins galliques.

3.4.2 Les alcaloïdes

Les alcaloïdes sont des constituants de certains types de bois de la zone tempérée, mais sont encore plus important dans les bois tropicaux [4]. Ces composés se comportent soit comme agent protecteur contre les champignons, les insectes ou encore les herbivores, soit comme source d'azote nécessaire au développement de la plante [19].

3.4.3 Les flavonoïdes

Le nom flavonoïde proviendrait du terme flavedo, Désignés sous le nom de vitamine P, en raison de leur efficacité à normaliser la perméabilité des vaisseaux sanguins, cette dénomination fut abandonnée lorsqu'on se rendit compte que ces substances ne correspondaient pas à la définition officielle des vitamines, il devient clair que ces substances appartiennent aux flavonoïdes. Les travaux relatifs aux flavonoïdes sont multiples. Prés de 4000 flavonoïdes ont Les travaux relatifs aux flavonoïdes sont multiples. Prés de 4000 flavonoïdes ont été décrits [20] [21] [22].

Les flavonoïdes sont des constituants du duramen et de l'écorce de nombreuses espèces de bois. Ils sont constitués d'unité flavane, avec un squelette C₆-C₃-C₆. Les flavonoïdes sont des composés photochimiques qui se trouvent dans une variété de plante, ils sont responsables de la couleur vive des fruits et légumes et ont également des propriétés anti oxydantes, anti-inflammatoires et antimicrobiennes [4].

3.4.4 Les tanins

On définit les tanins comme des composés phénoliques soluble dans l'eau, dans la masse molaire se situe entre 500 et 3000 g/mol, qui présentent les réactions caractéristiques des

phénols en général, et sont de plus capable de précipiter les alcaloïdes, la gélatine et les autres protéines. Il existe deux types de tanins dans le bois : tanins hydrolysables et les tanins condensés [4].

3.4.5 Les tanins galliques

Les tanins galliques sont des esters de l'acide gallique et du glucose. Il faut cependant remarquer que les monos et les digalloyglucoses ne présentent pas les propriétés classiques des tanins, leur masse moléculaire étant trop faible [7].

3.4.6 Cendres (matières minérales)

Selon JEBRANE,2009 : les cendres sont les résidus minéraux obtenus après combustion du bois à haute température. Ils représentent généralement moins de 1% de la masse sèche du bois en zone tempérée, ce pourcentage étant souvent supérieur en zone tropicale.

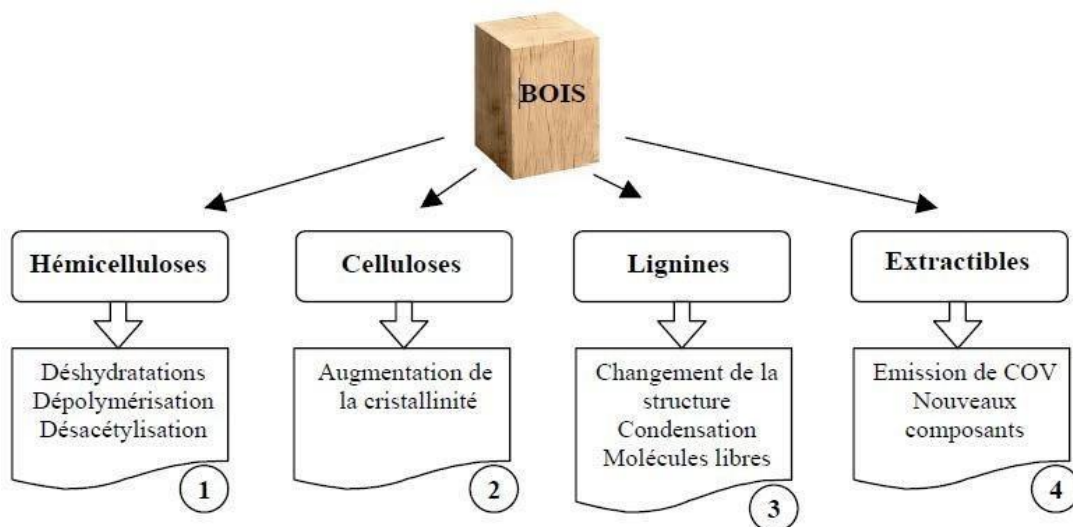


Figure 8 : Composition chimique du bois

4 Généralités sur les composites bois-polymère

Le composite polymère-bois, ou Wood Plastic Composite (WPC), est un matériau fabriqué à partir d'un mélange de fibres de bois et d'un polymère thermoplastique ou thermodurcissable, afin de produire un matériau similaire aux produits 100% à base de plastique [23, 24]. Le bois-polymère est produit industriellement depuis les années 80, mais le marché a sensiblement augmenté depuis une vingtaine d'années, essentiellement aux Etats-Unis. Car de tout temps, les polymères naturels avaient été utilisés par l'Homme sous la forme de matériaux ou de fibres textiles. La rareté de certains d'entre eux a poussé les chercheurs à transformer chimiquement les polymères naturels en polymères artificiels [25]. Le choix des constituants des matériaux repose sur plusieurs critères. Le plus important est le fait que les matériaux associés ensemble doivent donner naissance à un composite ayant des propriétés

plus intéressantes que celles de chaque matériau pris seul, et ce pour répondre aux exigences de conception, fabrication, résistance et sécurité. Dans un matériau composite, différentes phases coexistent. On peut donc distinguer la matrice et le renfort. La matrice constitue la phase continue à l'intérieur du composite, alors que le renfort désigne la phase discontinue, dispersée d'une manière aléatoire.

4.1 Fibres naturelles végétales

Les fibres végétales sont utilisées depuis de nombreux siècles dans plusieurs domaines tels que la papeterie et le textile. Récemment, une attention croissante est portée aux fibres naturelles pour les utiliser comme renforts de matrices polymères. Ces matériaux à base de fibres végétales sont de plus en plus utilisés dans des domaines de pointe tels que l'aéronautique, l'automobile, les équipements industriels et l'électronique [26, 27].

Pour les fibres végétales, on peut trouver principalement deux types :

- les fibres ligno-cellulosiques issues du bois qui se trouvent généralement sous deux formes : résineux ou feuillus
- les fibres agricoles qui peuvent être de feuilles, de graines, de fruits ou des tiges.

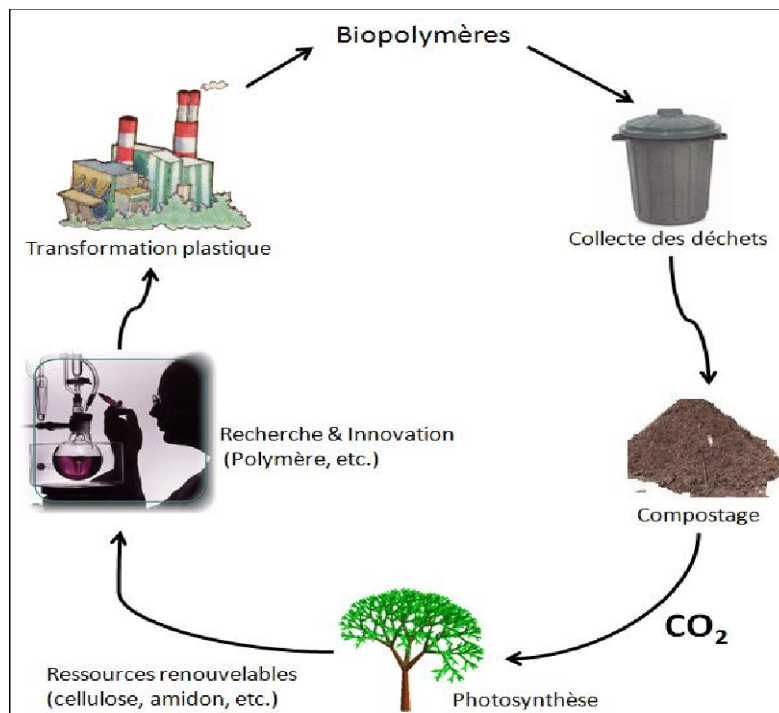


Figure 9 : les biopolymères

4.2 Biopolymère

Les biopolymères sont des polymères issus exclusivement d'organismes vivants ou de polymères synthétisés à partir de ressources renouvelables. Comme reprise par l'Agence française de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Énergie (ADEME), la définition de

biopolymère fait référence aux polymères de la famille des bioproduits, le terme bio indiquant l'utilisation de ressources biologiques renouvelables et non la biotechnologie. Les bioproduits désignent des produits non alimentaires tirés de la biomasse (plantes, algues, cultures, arbres, organismes marins et déchets biologiques produits par les ménages, la production alimentaire et la production animale) (**Bewa, 2009**).

Les biopolymères présentent la propriété d'être biodégradable, ce terme porte parfois à confusion, en particulier car il existe des polymères issus de ressources fossiles qui sont biodégradables [28].

4.2.1 Classification des biopolymères :

Les bioplastiques peuvent être catégorisés selon plusieurs méthodes. Ils peuvent être classifiés selon leurs compositions chimiques, leurs méthodes de synthèse, leurs procédés de fabrication, leurs importances économiques ou leurs applications. Une classification selon l'origine des ressources (renouvelables ou non renouvelables) et la gestion en fin de vie (biodégradable ou non biodégradable)

Groupe 1 : Les bioplastiques naturels issus directement de la biomasse

Groupe 2 : Les bioplastiques issus des microorganismes par fermentation microbienne

Groupe 3 : Les bioplastiques obtenus par synthèse à partir de monomères renouvelables

Groupe 4 : Les bioplastiques pétrochimiques biodégradables

« Biopolymères » est un terme générique qui regroupe trois grandes catégories sur la base des matières premières d'origine et des caractéristiques de dégradation biologique. On différencie ainsi [28] :

- Les biopolymères provenant de matières premières renouvelables et biodégradables.
- Les biopolymères provenant de matières premières renouvelables non biodégradables.
- Les biopolymères provenant de matières premières fossiles et biodégradables.

Chapitre II : **matériels et méthodes**

Le présent travail consiste à valoriser 3 différents types d'arbres le Roseau commun, l'Acacia et le bois blanc (bois feuillus)

Notre stage s'est déroulé durant la période allant de Mars à Mai 2023.

Le taux d'humidité, l'extraction des polyphénols ainsi que, l'extraction de la cellulose ont été réalisés au niveau du laboratoire commun de chimie, université MAMMARI Tizi-Ouzou, compus Tamda.

Le taux de cendre, a été réalisé au laboratoire de Biologie et Nutrition Animale, au niveau du département de Biologie, Université Tizi Ouzou.

Le Spectre Infrarouge, La mesure du pH, la courbe d'étalonnage, microscopie électronique à balayage, le screening phytochimique et le dosage des polyphénols ont été réalisées au niveau du Laboratoire de Chimie Appliqué et Génie Chimique LCAGC Université de Mouloud MAMMARI Tizi Ouzou.

1 Matériel végétal

1.1 roseau commun

1.1.1 Définition :

Le roseau commun nommé le phragmite communis est une plante vasculaire d'une famille des graminées [29] c'est aussi une espèce héliophyte, cosmopolites. Il peut se rencontrer jusqu'à 100m d'altitude [30]. Cette plante vivace peut atteindre une grande taille (plus de 6 m) et former des colonies mono spécifiques particulièrement denses pouvant contenir jusqu'à 325 tiges par mètre carré. Les tiges, dont le diamètre varie de 4 à 10 mm, sont produites à chaque printemps, mais elles meurent à la fin de l'automne. Elles demeurent toutefois érigées en hiver, et ce n'est qu'au printemps suivant qu'elles s'affaissent progressivement sur le sol et forment une litière qui peut atteindre plusieurs centimètres d'épaisseur et qui est lente à se décomposer. Les tiges sont surmontées d'une panicule (inflorescence) plus ou moins touffue selon le génotype en présence

1.1.2 Morphologie du roseau commun

Les phragmites communis sont des plantes pérennes, rhizomateuses, les rhizomes sont rampants et très ramifiés, d'une couleur brun jaunâtre qui émet de nombreuses poussées élevées de 0,6 à 6m.

Ils sont caractérisés par des tiges qui sont hampes florales ou chaumes ordinairement simples, non ou à peine striées, glabres, lisses et luisantes et sont à nœuds ordinairement cachés par des gaines. Ces dernières sont arrondies, simples striées, glabres, auréolées à la gorge, à oreillettes plus au moins barbues. Aussi leurs feuilles sont glauques, à ligule courtes, très brièvement membraneuse papyracées ; densément ciliées, à cils les uns courts (1mm), les

Tableau 1 : les compositions chimiques de la fibre de roseau commun

Fibre de roseau	Cellulose	Lignine	hémicellulose	cendre	Silice	Autre
Composé(%)	44.72	22.80	20.00	3.00	2.00	7.48

1.2 Acacia

1.2.1 Définition

Acacia est un genre d'arbres et arbustes appartenant à la famille des Fabacées (sous-famille des Mimosoidées). Dans le langage courant, les espèces de ce genre prennent, selon les cas, l'appellation d'acacia, cassier, mimosa, mulga ou encore tamarin.

En France, on désigne souvent du nom commun « acacia » un arbre entièrement différent, le robinier faux acacia de l'espèce *Robinia pseudoacacia*, alors que l'espèce *Acacia dealbata* est nommée familièrement « mimosa d'hiver » ou « mimosa des fleuristes » bien qu'elle ne fasse pas partie du genre *Mimosa*. Les acacias sont souvent utilisés pour l'ornementation, l'ombre, la protection contre le vent et la production de bois d'œuvre. Ils sont également connus pour leur production de gomme arabique, qui est utilisée dans une variété de produits alimentaires et industriels. **Catalogue of life (22 juillet 2018)**

1.2.2 *Acacia mearnsii* :

Acacia mearnsii a été introduit lors du projet de reboisement industriel de 1970 à base d'*Eucalyptus camaldulensis* Dehnh. Destiné à la production de pâte à papier. Il a été planté en mélange à 20 % avec ce dernier afin de rendre le sol plus fertile en raison de sa qualité d'arbre fixateur d'azote moléculaire (Searle, 1997), et permettre ainsi un bon démarrage de l'eucalyptus. Au fil du temps, l'espèce australienne s'est étendue dans divers paysages. Son expansion, en accord avec les observations de Tassin (2002), est due à son adaptation aux conditions climatiques difficiles (la longue saison sèche dans la région), sa croissance vigoureuse avec une phase juvénile courte, sa forte production de semences dotées d'une grande longévité, l'efficacité de sa dispersion par allochorie et barochorie, et à l'absence de prédateurs [31]

1.2.3 Composition chimique de l'Acacia :

La composition chimique de l'*Acacia mearnsii* peut varier en fonction de la partie de la plante, son âge et des conditions de croissance. En général, l'acacia contient environ 40-50% de cellulose, 20-30% d'hémicellulose et 15-25% de lignine [32].

1.2.4 Classification et position systématique de l'Acacia (Cronquist 1981) :

- Origine : Australie
- Règne : plante
- Sous règne : Tracheobionta
- Division : Magnoliophyta
- Classe : Dicotylédones
- Sous classe : Rosidae
- Ordre : Fabales
- Genre : *Acacia*
- Famille : Mimosaceae



Figure 11 : forêt d'Acacia EL KALA (Originale 2023)

1.3 Bois blanc :

1.3.1 Bois feuillus :

Les plus répons des arbres feuillus en Europe sont le chêne et le hêtre. Ils forment le plus gros contingent. Mais il y a aussi d'autres arbres comme l'érable, le frêne, le charme ou le châtaignier. Ce type bois feuillus est plutôt dur (mi-dur à dur), durable dans le temps et durable écologiquement et avec des esthétiques différentes qui font son attrait et sa singularité. La résistance à l'humidité et aux insectes est diverse, mais elle conditionne souvent l'utilisation du bois. Les bois feuillus peuvent être de couleur plus ou moins claire (chêne plus foncé tire vers brun, le hêtre de blanc crème à jaune clair...) **Whole Wood Techniques du bois juillet 2022**



Figure 12 : bois blanc






Les feuillus sont subdivisés en 2 classes distinctes, les monocotylédones (liliopsida) et les Dicotylédones (magnoliopsida) [33]

- Les monocotylédones sont la classe des plantes possédant seulement un cotylédon (feuilles nécessaires à la production de fruits) sur la jeune pousse.
- Les dicotylédones possèdent 2 cotylédons : liliopsida les palmiers, les bananiers, les orchidées et les graminées. Les magnoliopsida : la grande majorité des feuillus nord-américains.

2 Préparation des échantillons

Les échantillons de bois (acacia, roseau, bois blanc) ont été découpés en petits morceaux chez le menuisier pour le but de faciliter l'opération de broyage dans un moulin à café, ensuite un tamisage a été fait en utilisant un tamis vibreur pour obtenir des fibres de diamètre de 250 μm .

Tableau 2 : préparation des échantillons

				
<p>Les copeaux du bois</p>	<p>Un broyeur</p>	<p>Moulin à café</p>	<p>Tamisage à 250μm (Tamis de marque RETSCH)</p>	<p>Les poudres obtenues</p>

3 Caractéristiques physique des fibres de bois

3.1 Mesure de taux d'humidité

Le taux d'humidité correspond à la quantité d'eau perdue par une substance solide (le bois) elle est mesurée par la pesé des échantillons avant et après l'étuvage à 105°C pendant 24H

Le taux d'humidité est donné par la relation suivante :

$$TH (\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_2 - m_0} \times 100$$

m_0 : la masse en (g) du creuset à vide.

m_1 : la masse du creuset en (g) et la prise d'essai avant

l'étuvage. m_2 : ma masse du creuset en (g) est le résidu après l'étuvage.

Mode opératoire :

Pour effectuer cette expérience, nous avons suivi la méthode décrite ci-dessous :

- Peser les creusets à vide et noter m_0 .
- Peser 2g de chaque échantillon de diamètre 250 μ m.
- introduire les échantillons dans les creusets et les numéroter puis prendre la masse m_1 .
- Placer les creusets dans une étuve à 105°C pendant 24h dans le but d'obtention des échantillons anhydres.
- sortir les échantillons de l'étuve et les laisser refroidir à l'air libre.
- mettre les creusets dans un dessiccateur pendant 24H.
- peser les échantillons à nouveaux et noter m_2 .
- calculer le taux d'humidité (TH).



Figure 13 : les creusets dans l'étuve



étuve à 105°C

4 Les caractéristiques chimiques

4.1 Détermination de Taux de cendre

Le taux de cendre est la teneur en résidus solides demeurant après la combustion de matériaux carbonés. Les cendres proviennent des matières minérales contenues dans le bois et des impuretés accrochées aux écorces.

Nous avons obtenu un taux de cendre de nos échantillons, après les avoir soumis à une température égale à 550°C dans un four à moufle.

Le pourcentage en cendre est exprimé par :

$$W (\%) = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

m_0 : masse du creuset vide (g).

m_1 : masse (en g) du creuset et de l'échantillon avant la calcination.

m_2 : masse du creuset et de l'échantillon après la calcination.

Mode opératoire

- Peser les creusets à vide et noter m_0 .
- Introduire 2g de chaque échantillon de diamètre 250 μ m dans les creusets puis noter masse total m_1 .
- Placer les creusets dans le four à moufle à T=550°C pendant 3h30min.
- Retirer les creusets du four et les laisser refroidir pendant 10min puis les mettre dans le dessiccateur et laisser refroidir jusqu'à température ambiante.
- Peser les creusets et enregistrer la masse m_2 .

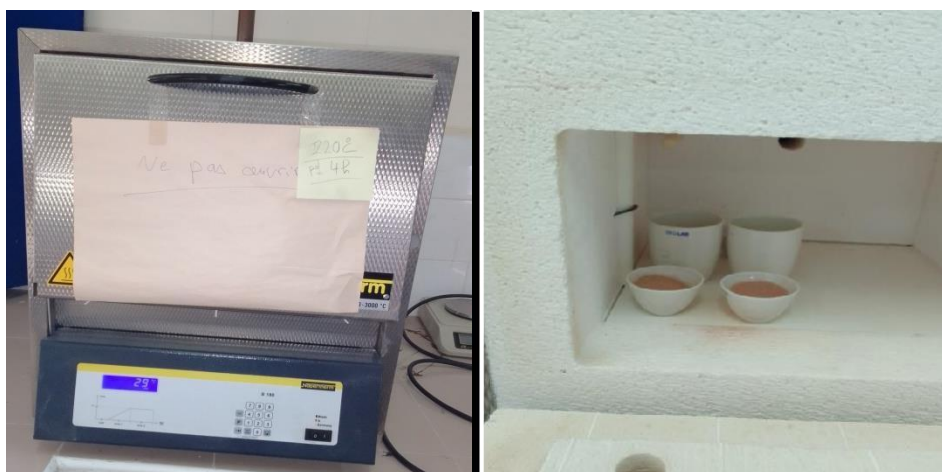


Figure 14 : Four à moufle (département des Sciences Biologique et agronomique UMMTO)

4.2 Taux de polyphénols

Mode opératoire

- Peser 2g de chaque échantillon à l'aide d'une balance de 0.0001 de précision.
- Ajouter 30 ml de méthanol à 80% pour chaque échantillon et les mettre sous agitation pendant 120 min.
- Filtrer et récupérer les filtrats dans un erlenmeyer fermé.

4.2.1 Dosage des polyphénols

Le but de dosage des polyphénols est de quantifier la concentration totale des groupements hydroxyles contenus dans le filtrat ; ce dosage a été effectué selon la méthode de Folin-Ciocalteu.

Le réactif est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMO_{12}O_{40}$). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène. La coloration produite, dont l'absorption maximum est comprise entre 725 et 750 nm est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux [29].

Le dosage des polyphénols a été effectué à l'aide d'un spectrophotomètre à UV visible à une longueur d'onde de 760nm, au niveau de laboratoire de Chimie Appliqué et Génie Chimique LCAGC Université de Tizi Ouzou.

Mode opératoire :

Les polyphénols sont dosés par la méthode colorimétrique en utilisant le réactif Folin-Ciocalteu, en se basant sur une gamme étalon [34].

- Prendre 0,5ml d'extrait de chaque échantillon et le dilué 20fois, puis les mettre dans des tubes à essai.
- Ajouter pour chaque tube 2,5ml du réactif F-C et les laisser pendant 3 minutes pour assurer le contact, puis rajouter 2ml de Na_2CO_3 à 74g/L ;
- Mettre les tubes à essai dans le bain-Marie pendant 5minutes à température $T=50^\circ C$;
- Mesurer l'absorbance de chaque échantillon à une longueur d'onde de 760 nm par un spectrophotomètre à UV.

Les résultats sont exprimés en mg équivalent acide gallique/g de matière végétale sèche en se référant à la courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

L'expression utilisée pour calculer le pourcentage en polyphénols est exprimée comme suit :

$$\text{Totaux de polyphénols (\%)} = \frac{C \times V \times m}{1000} \times 100$$

C : concentration en équivalent acide gallique g/L

V : volume de la solution (0,5 ml)

m : poids de l'échantillon à l'état frais.



Figure 15 : les polyphénols

4.2.2 Réalisation de la courbe d'étalonnage

Pour réaliser une courbe d'étalonnage, suivre le protocole expérimental ci-dessous :

- Peser 0,5g d'acide gallique, et le dissoudre dans 1L d'eau distillée
- Préparer 6 solutions filles de concentration de 0,01; 0,03 ; 0,05 ; 0,07 ; 0,09 et 0,1g/l à partir de la solution mère d'acide gallique à 0,5 g/l
- Mélanger 0,5 ml de chaque solution fille avec 2,5 ml de réactif du Folin-Ciocalteu dans un tube à essai et les laisser en contact pendant 3min ;
- Ajouter 2ml de Na_2CO_3 à concentration 74g/l ;
- Mettre les solutions obtenues dans un bain-marie pendant 5 minute à une température de 50°C ;
- Effectuer une lecture pour chaque solution fille par un spectromètre à 760nm.



Figure 16 : Solutions obtenues

4.3 Mesure du pH

Mode opératoire

- Pesé 20g de chaque échantillon
- Ajouté 200ml d'eaux distillée
- Agitation manuelle pendant 15 min
- Laisser décanter pendant 2 heures puis Immerger l'électrode du pH mètre dans la phase liquide et noter les valeurs
- Il faut rincer l'électrode avec de l'eau distillée avant et après chaque mesure



Figure 17 : Les infusés



Figure 18 : Le pH mètre

4.4 Analyse phytochimique

Les tests phytochimiques (Screening) sont des tests qualitatifs qui permettent de Caractériser les différents groupes chimiques contenus dans un organe végétal. Ce sont des réactions physicochimiques qui permettent d'identifier la présence des substances chimiques.

La mise en évidence des différents constituants phénoliques des poudres des bois d'arbres utilisés, a été faite selon les méthodes standards de screening phytochimique [35 - 36].

La quantité de la substance recherchée est proportionnelle, soit à l'intensité de précipité formé ou à la coloration.

4.4.1 Préparation de l'infusé

- Dans un erlenmeyer de 250 ml, introduire 10g de poudre végétale dans 50 ml d'eau distillée bouillante.
- Laisser infuser pendant 15 min puis filtrer sur papier filtre
- le filtrat est ajusté à 100 ml avec d'eau distillée

L'infusé ainsi obtenu est utilisé pour la recherche des différents composés chimiques

4.4.2 Identification des alcaloïdes

Afin d'identifier les alcaloïdes nous avons suivie ces étapes :

- Dans un tube à essai on introduit une quantité de l'infusé

- On ajoute 2 gouttes du réactif de Dragendorff
- laisser pendant 25 à 30 min
- En présence des alcaloïdes un précipité rouge se forme

Préparation du Dragendorff :

Afin de préparer le Dragendorff nous avons suivi les étapes suivantes :

Mélange A :

Mélanger 1,7g de Nitrate de Bismute avec 20g d'acide Tartrique

Mélange B :

Dissoudre 10g d'Iodure de Potassium dans 100 ml d'eau distillée

- Mélanger (A+B)
- Ajouter 10g d'Acide Tartrique
- Ajouter 100ml d'eau distillée

4.4.3 Identification des tanins

Afin d'identifier les tanins nous avons suivie ces étapes :

- On introduit dans un tube à essai une quantité de l'infusé
- On ajoute goutte à goutte la solution aqueuse de chlorure ferrique $FeCl_3$ (5 %) [Dissoudre 5g de $FeCl_3$ dans 100 ml d'eau distillée]
- En présence des tanins une couleur verdâtre apparait

4.4.4 Identification des tanins galliques

Afin d'identifier les tanins galliques nous avons suivie ces étapes :

- On sature le filtrat par l'acétate de sodium
- On ajoute quelques gouttes de $FeCl_3$

En présence des tanins gallique une couleur bleu noirâtre apparait

4.5 Les analyses des échantillons par Spectrométrie Infrarouge (SINR) :

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse physique rapide et efficace, simple à mettre en œuvre, et ne nécessite que peu de quantité de matière à analyser, elle permet l'identification des molécules organiques et inorganiques. Cette méthode est Basée sur les transitions entre les états vibrationnels et rotationnels d'une molécule, elle peut être employée tout aussi facilement sur des échantillons brutes et purifiés [34].

Les liaisons internes des molécules permettent aux atomes de vibrer autour d'une position moyenne. [34].

Dans le proche infrarouge, la mesure spectrale repose sur l'évaluation de la qualité de lumière qui a été absorbée par l'échantillon. Conventionnellement les limites du proche

infrarouge se situent entre 800 et 2500 nm [34].



Figure 19 : Appareil d'analyse infrarouge

Mode opératoire :

Avant l'analyse spectrométrie proche infrarouge, les échantillons sont préalablement broyés, tamisés puis séchés.

Dans un premier temps un alignement est réalisé toutes les heures pour Ensuite, chaque échantillon est placé dans un Vial en verre spécial où la poudre est tassée pour éviter les potentielles perturbations du faisceau liées à l'hétérogénéité de la poudre. Le Vial est placé sur la fenêtre d'analyse du spectromètre et les spectres sont enregistrés, 64 scans sont réalisés en une trentaine de secondes avec une résolution de 8 cm^{-1} (nombre d'onde), puis un spectre moyen est donné par le spectromètre. Cependant, cette technique permet d'obtenir des résultats quantitatifs grâce à l'intensité des bandes d'absorption, mais aussi qualitatif car on peut observer une absorbance particulière à une zone de longueurs d'onde spécifiques d'un matériau [38].

4.6 Analyse par Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Le Microscope Electronique à Balayage utilise un faisceau d'électrons ponctuel pour éclairer l'échantillon. Les caractéristiques des électrons lui permettent d'obtenir des grossissements élevés allant jusqu'à 200000x avec une netteté excellente.

La microscopie électronique à balayage (MEB) a été utilisée pour décrire la microstructure de la surface des échantillons, afin d'améliorer les connaissances anatomiques de l'acacia, bois blanc et le roseau commun et de faciliter leur identification.



Figure 20 : Microscope Electronique à Balayage (MEB) de type Philips XL-30 ESEM

4.7 Mesure de conductivité électrique :

La conductivité électrique est la capacité d'un matériau à permettre le passage d'un courant électrique à travers lui.

Mode opératoire :

- Peser 1g de Chaque échantillon puis le dissoudre dans 40ml d'eau distillée
- Emerger l'électrode du conductimètre dans la solution et laisser se stabiliser
- Mentionner la valeur finale
- Rincer l'électrode avec de l'eau distillée avant et après chaque mesure



Figure 21 : Conductimètre

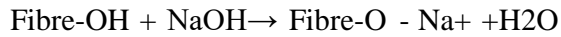
4.8 Dosage de la cellulose avec traitement alcalin

- Traitement Alcalin

C'est l'un des traitements chimiques les plus employés dans le cas des fibres naturelles destinées pour le renforcement des plastiques. Les modifications les plus importantes causées par ce traitement sont :

- La rupture des liaisons hydrogène dans la structure du réseau des fibres
- L'augmentation de la rugosité extérieure

- L'élimination d'une certaine quantité de lignine, de cire et des huiles couvrant la paroi cellulaire de la fibre
- Dépolymérisation de la cellulose bL'addition de l'hydroxyde de sodium (NaOH) à la fibre naturelle favorise l'ionisation du groupe hydroxyle selon la formule suivante:



- Le comportement de la cellulose dans la soude

L'action de la soude sur la cellulose produit des phénomènes plus ou moins interdépendants de quatre natures différentes :

- Le gonflement
- La solubilisation
- La mercerisation
- La dégradation.



Ces phénomènes dépendent de la concentration en soude et de la température

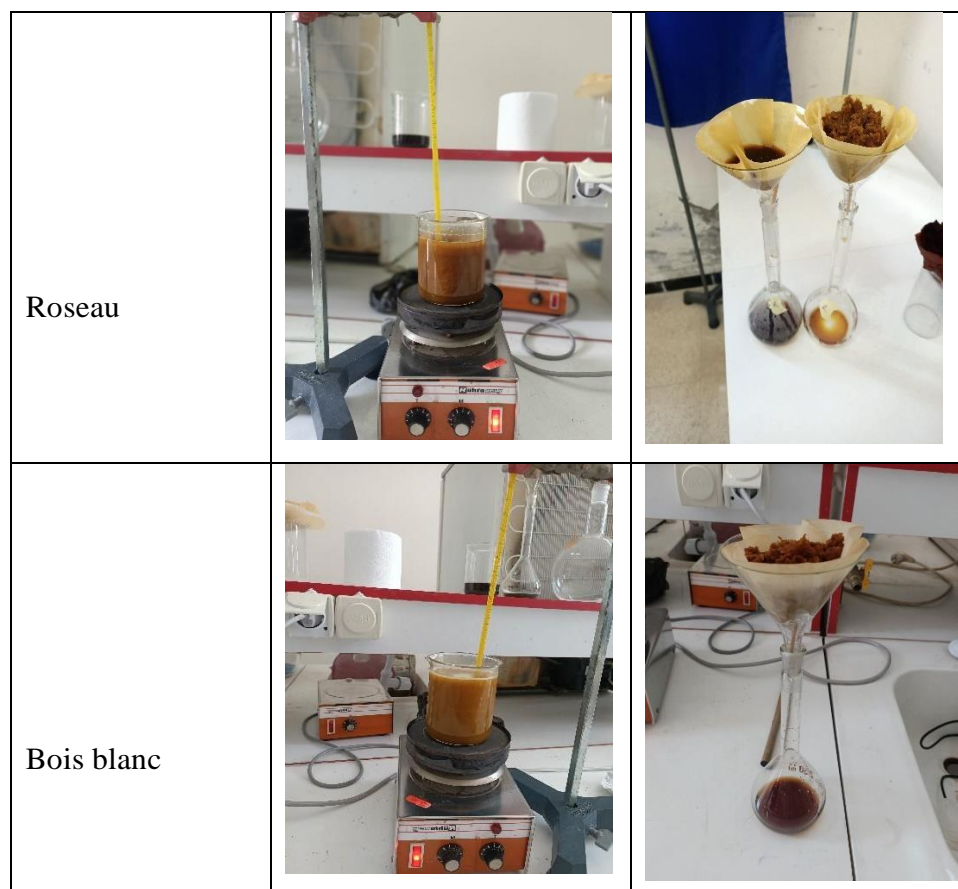
4.8.1 Dosage avec du NaOH à 4%

Mode opératoire :

- Peser 20g de chaque échantillon dans 350ml d'eau distillée
- Ajouter 4g de NaOH à 98%
- Agiter et chauffer à 180°C pendant 90min
- Filtrer

Tableau 3 : étapes de dosage

Type de bois	Agitation et chauffage	Filtration
Acacia		



4.8.2 Dosage avec du NaOH à 8%

Mode opératoire :

- Peser 20g de chaque échantillon dans 350ml d'eau distillé
- Ajouter 8g de NaOH à 98%
- Agiter et chauffer à 180°C pendant 90min
- Filtrer

4.8.3 Dosage avec du NaOH à 16% :

Mode opératoire :

- Peser 10g de chaque échantillon dans 250ml d'eau distillé
- Ajouter 16g de NaOH à 98%
- Agiter et chauffer à 180°C pendant 90min
- Filtrer
- Immerger le filtré dans l'acide acétique à 2% pour neutraliser

4.8.4 Dosage avec du KOH à 17,34%

Mode opératoire

- Dissoudre 4g de chaque échantillon (poudres et pates obtenues après extraction avec NaOH à 16%) dans 60ml de KOH à 17,34% et laisser agiter pendant 15H puis filtrer
- Laver le filtré avec l'eau distillée jusqu'à neutralisation puis avec l'acide acétique dilué (2%) puis avec l'éthanol

Sécher et peser

Blanchiment du filtré :

Mode opératoire :

- Laver avec l'eau distillée
- Faire un deuxième lavage avec l'Hypochloride de Sodium (NaClO) à 5%, 10%, 12% selon le pourcentage du NaOH ensuite chauffer
- Ajouter quelques gouttes de Peroxyde d'Hydrogène (H₂O₂) à 30v
- Sécher puis peser
- Calculer le rendement



Figure 22 : Blanchiment

Avant séchage

Après séchage

Le calcul du rendement est donné par la relation suivante :

$$R\% = \frac{mf}{mi} \times 100$$

R% : rendement

mf : masse après séchage

mi : masse initiale

4.9 Taux d'extractibles

Les extractibles sont solubles dans différents solvants organiques usuels ou dans l'eau, ces substances peuvent être extraites par différentes méthodes. La méthode utilisée dans ce travail est la macération, nous avons traité les fibres du bois par l'éthanol selon le protocole suivant :

Pour extraire les extractibles, 2g de fibres ont été introduite dans un bécher qui contient un mélange eau/éthanol (70/30) V /V d'un volume de 100ml pendant 48H. Enfin, après filtration et lavage avec eau / éthanol, les fibres ont été séchées dans une étuve à 60°C jusqu'a ce que le poids se stabilise.

4.10 Dosage de la lignine

Le taux de lignine est déterminé par la méthode de Klason selon le protocole suivant :
L'échantillon sec de fibres broyées (1g) est mis en suspension dans l'acide sulfurique à 72% (15ml) pendant 2H à température ambiante. L'hydrolyse est poursuivie après dilution à 3% (560ml d'eau distillée) et en maintient la solution à reflux pendant 6H. Après cette hydrolyse, on laisse déposer la solution pendant une nuit avant de filtrer le précipité sur un creuset filtrant préalablement séché et taré. Le précipité est lavé abondamment à l'eau chaude afin d'éliminer toute trace d'acide puis placé dans une étuve à 105°C jusqu'a stabilisation de son poids

Chapitre III : **résultats et** **discussions**

Ce chapitre regroupe l'ensemble des résultats de notre étude. Cela consiste, d'une part, en la détermination des taux d'humidité, de cendre, de polyphénols, de cellulose, d'extractibles et de lignine. D'une autre part, cela comprend la nécessité d'effectuer d'autres analyses, telles que la mesure du pH, l'élaboration d'analyses phytochimiques, une IR, un MEB, et l'étude de la conductivité électrique.

1 Caractérisation physico chimique des fibres de bois

1.1 Caractérisation physique

1.1.1 Détermination du taux d'humidité

L'ensemble des résultats de l'étude comparative de ces fibres de bois est présenté dans la figure ci-dessous :

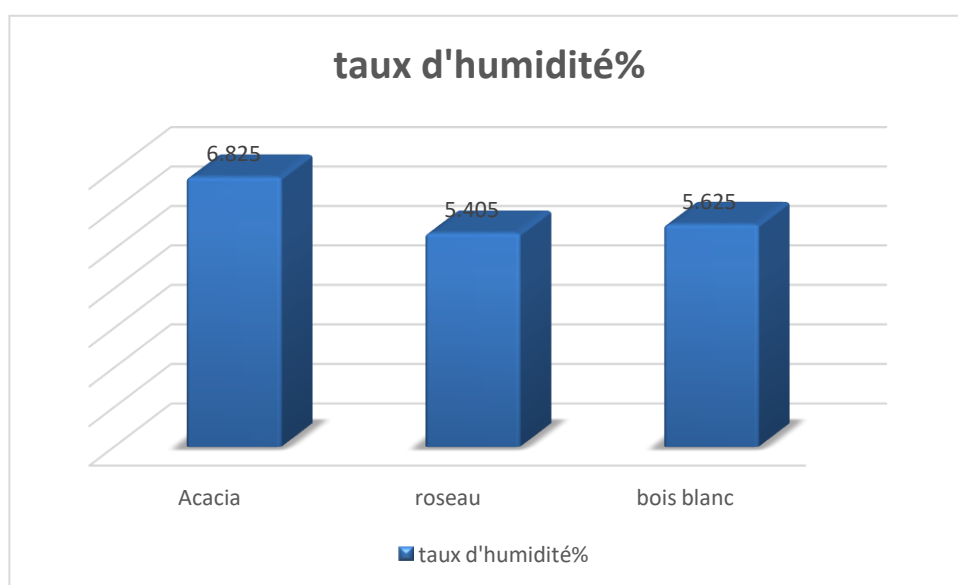


Figure 23 : Histogramme de taux d'humidité

Le roseau et le bois blanc possèdent un taux d'humidité proche de 5,4 – 5,6. Cela s'explique par les sites hydroxyles qui agissent comme un plastifiant ; de plus, ils ont une résistance à la traction

Quant à l'Acacia, dont le taux est légèrement plus élevé, du fait que la nature de son tissu végétal soit poreuse.

2 Caractérisation chimique

2.1 Détermination du taux de cendres :

Les taux de cendres des trois échantillons sont présentés dans l'histogramme ci-dessous

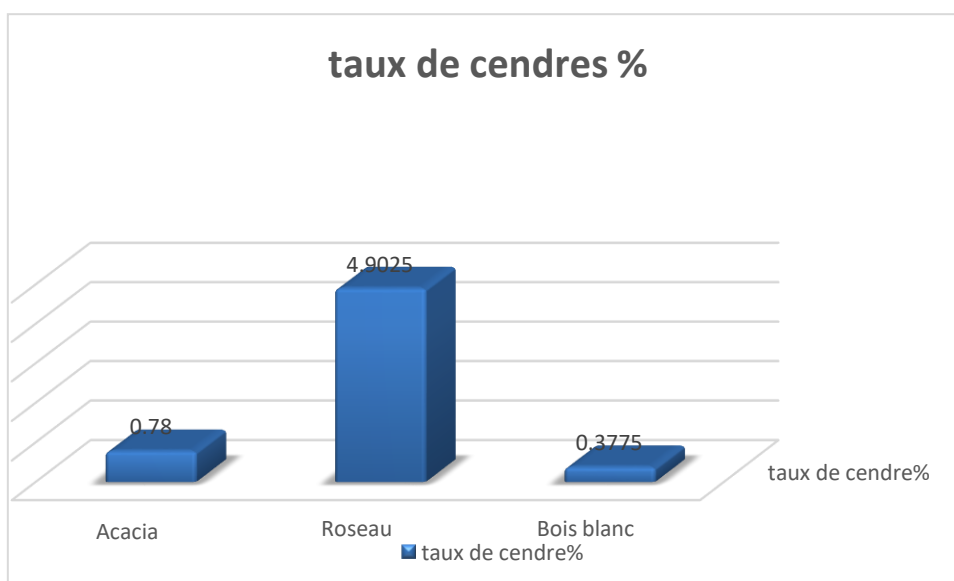


Figure 24 : Histogramme de taux de cendres

Après incinération des échantillons, il ne reste que de la matière minérale car la matière organique a totalement disparu. Plusieurs études ont montré que la matière minérale pourrait contenir principalement du soufre, du phosphore, du chlore, du silicium, du potassium, du calcium, du magnésium, du fer, du sodium, de l'azote, du zinc, du bore et des oligoéléments qui sont considérés comme éléments de base de la fertilité des sols (Masson et cortois, 1998).

Le roseau est une plante annuelle (elle se régénère) qui contient des sels minéraux très importants, elle joue aussi le rôle d'une pompe à eau dans les endroits humides, par conséquent il possède le taux de cendres le plus élevé.

L'Acacia et le bois blanc ont un taux de cendres très faible car ils possèdent un taux de matière organique plus important.

2.2 Détermination des taux de phénols totaux :

La concentration des polyphénols totaux est déterminée par la méthode de Folin-Ciocalteu, à partir d'une courbe d'étalonnage utilisant l'acide gallique comme témoin

Tableau 4 : résultats des absorbances obtenus à partir des solutions filles d'acide gallique

C (g/l)	0.01	0.03	0.05	0.07	0.09	0.1
Abs	0.1803	0.3499	0.4519	0.7488	0.7833	0.9272

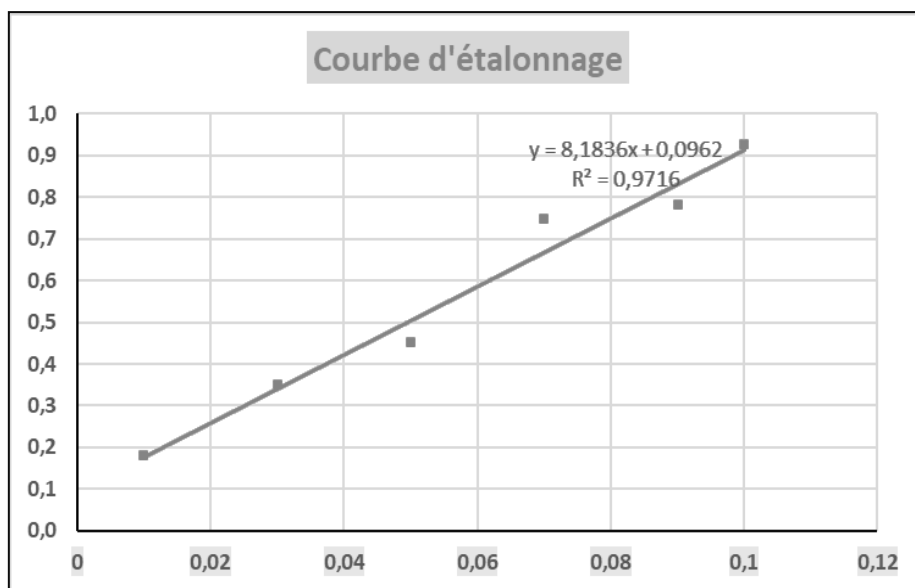


Figure 25 : Courbe étalonnage d'acide gallique à 0.5g/L

La figure ci-dessous montre la variation des teneurs en polyphénols totaux de différentes espèces :

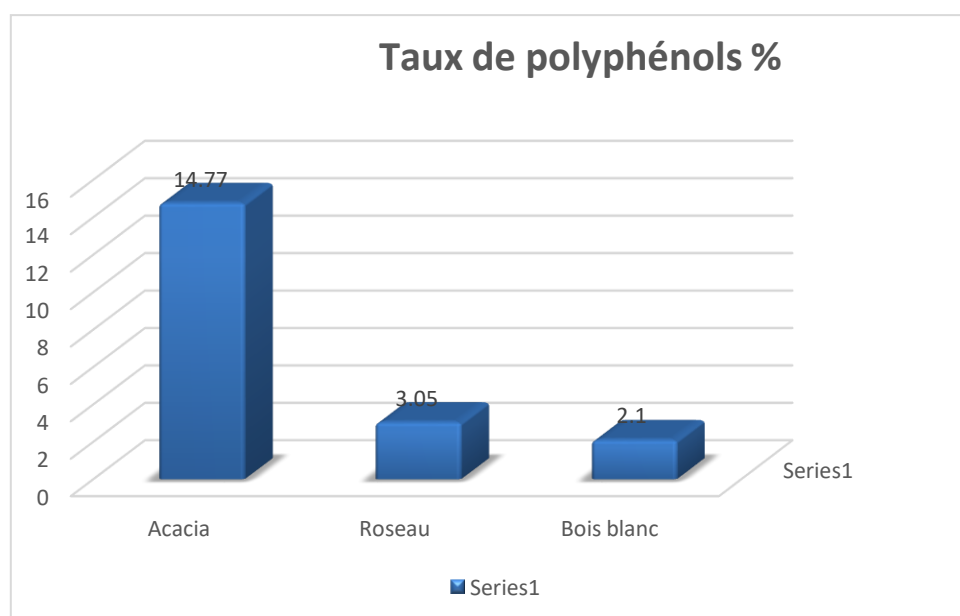


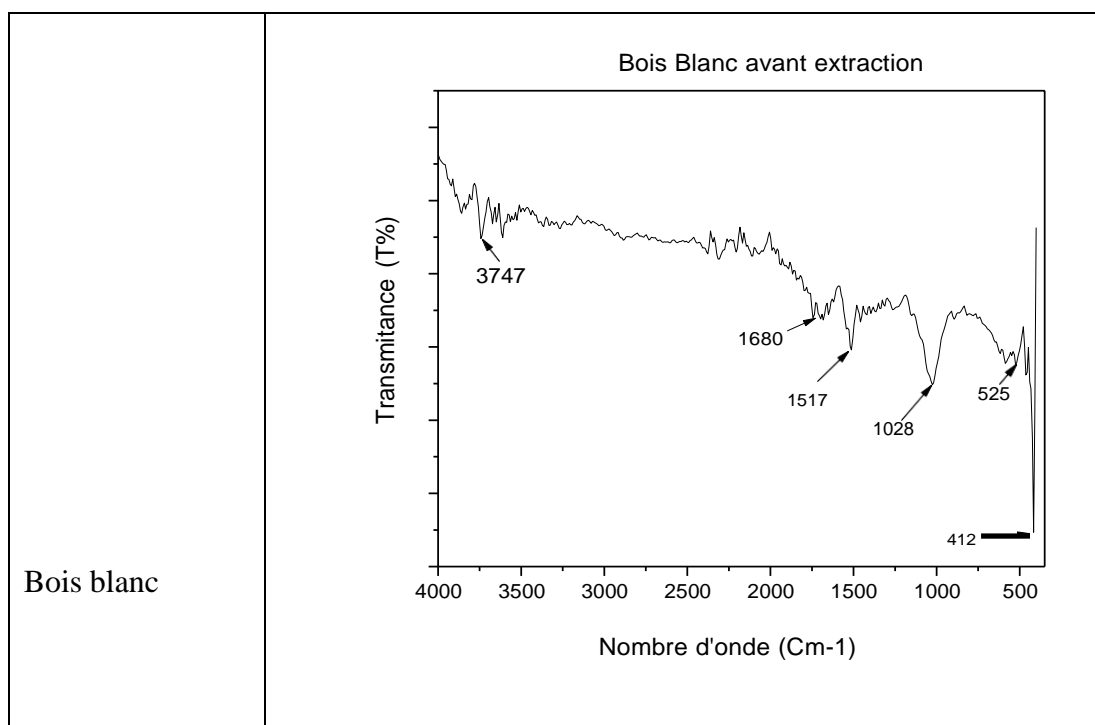
Figure 26 : Histogramme de taux de polyphénols totaux

D'après les résultats, nous remarquons que le taux de polyphénols total est légèrement différent pour le Bois blanc 2,1% et le Roseau 3,05%, cependant une forte teneur est notée pour l'Acacia 14,77 %, qui est due à la physiologie de la plante qui provient d'une région sèche, et au stress hydrique. Le taux de polyphénols peu élevé pour le Roseau et le Bois blanc est proche de ceux signalés dans différentes études.

2.3 Analyse des échantillons par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR) avant extraction de la cellulose :

Tableau 5 : résultats de l'analyse spectrale par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR) des différentes farines de bois avant extraction de la cellulose

Type de bois	Spectre Infrarouge
Acacia	<p style="text-align: center;">Acacia avant extraction</p> <p style="text-align: center;">Transmittance (T%)</p> <p style="text-align: center;">Nombre d'onde (Cm-1)</p>
Roseau	<p style="text-align: center;">Roseau avant extraction</p> <p style="text-align: center;">Transmittance (T%)</p> <p style="text-align: center;">Nombre d'onde (Cm-1)</p>



L'analyse par SPIR montre la présence de différentes bandes de vibration. Chaque bande d'absorption qui apparait sur le spectre correspond à une fonction ou à un groupement chimique.

Tableau 6 : Différentes bandes caractéristiques des constituants de nos fibres

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Type de vibration
3336 - 3747	Vibration d'élongation des groupements hydroxyles O-H
1980- 2203	Vibration d'élongation des groupements nitriles C≡N
1745	Vibration d'élongation des groupements esters aliphatique C=O
1511 -1517	Vibration d'élongation des liaisons C=C des aromatiques
1028 – 1039	Vibration d'élongation des liaisons C-O-C
405 – 503	Vibration d'élongation des groupements C-X (Chloroalcanes)

Les bandes faibles qui s'étendent aux alentours de 3336-3747 cm⁻¹ sont attribuées aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyles (-OH). Elles appartiennent selon la littérature aux trois alcools OH contenus dans la lignine (alcool sinapylique, alcool

paracoumarylique et alcool coniférylique) (Adler, 1977).

Les bandes faibles entre 1511-1517 cm^{-1} sont attribuées aux vibrations d'élongation des groupements C=C de la lignine.

La bande à 1028 et 1039 cm^{-1} de l'élongation antisymétrique des liaisons C-O-C des hémicelluloses et principalement de la cellulose.

La bande faible à 1747 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation des groupements esters aliphatique C=O de la lignine.

2.4 Mesure du pH

Tableau 7 : Les résultats de la mesure du pH

Type de bois	Le pH
Acacia	4,85
Roseau	5,55
Bois blanc	4,45

L'acidité d'un sol se caractérise par son pH. Les ions H^+ présents dans la solution du sol ont plusieurs origines : ions H^+ échangeables retenus sur les argiles, ou provenant de la dissociation des groupes fonctionnels organiques ; ions provenant de la dissociation des groupes OH des minéraux, ou de celle des molécules d'eau d'hydratation des cations [37].

L'acidité des épisolums (horizons supérieurs) est exprimée par des qualificatifs se basant sur les valeurs du pH : hyper acide ($\text{pH} < 3,5$), très acide (3,5 à 4,2), acide (4,2 à 5), peu acide (5 à 6,5), neutre (6,5 à 7,5), basique (7,5 à 8,7) ou très basique ($\text{pH} > 8,7$) [37].

Dans nos résultats on distingue un pH peu acide pour le roseau car il provient d'un sol humide, cependant que l'Acacia et le bois blanc proviennent des sols forestiers qui sont particulièrement plus acide.

2.5 Analyses phytochimiques :

Tableau 8 : Les résultats d'identification des composés phénoliques

Infusés	Alcaloïdes	Tanins	Tanins galliques
Acacia	–	++	++
Roseau	++	–	–
Bois blanc	–	–	–

Les alcaloïdes sont présents dans l'infusé du Roseau, le précipité rouge nous montre une

teneur importante d'alcaloïdes qui se rapproche du taux élevé des polyphénols. Cela est dû à sa structure physiologique

Les tanins et les tanins galliques sont également élevés dans l'infusé de l'Acacia (confirme bien le taux élevé des polyphénols) il serait dû à sa structure ligneuse.

2.6 Mesure de conductivité électrique :

Tableau 9: Les résultats de mesure de conductivité électrique

Type de bois	Conductivité électrique ($\mu\text{cms/cm}$)
Acacia	52,8
Roseau	1050
Bois blanc	57,5

Le roseau est une plante qui pousse dans des zones humides et au bord de l'eau, la présence des ions hydrogènes et sa capacité de pomper l'eau sont les principales causes de sa conductivité électrique élevée par rapport à l'Acacia et le Bois blanc.

2.7 Détermination du taux de cellulose

2.7.1 Extraction avec NaOH

Tableau 10: Résultats du rendement d'extraction de la cellulose avec NaOH

Type de bois	NaOH à 4%	NaOH à 8%	NaOH à 16%
Acacia	79,97%	66,18%	50,03
Roseau	74,08%	59,47%	40,30
Bois blanc	73,59%	72,15%	65,90

D'après les résultats obtenus, nous avons constaté que la pureté de notre matériau en teneur de cellulose augmente en augmentant le pourcentage de NaOH utilisé dans le traitement. Donc le meilleur traitement est celui avec NaOH à 16%

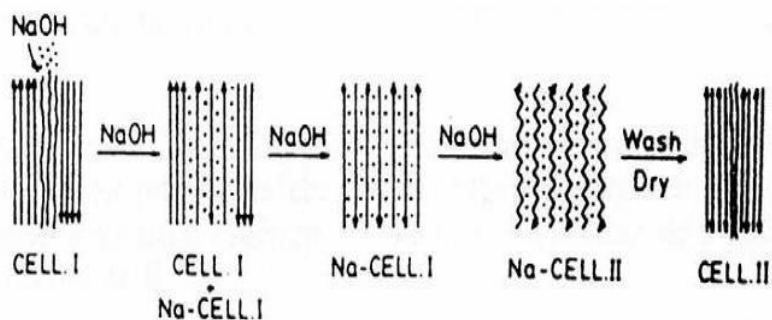


Figure 27: Impacte du NaOH sur la fibre du bois

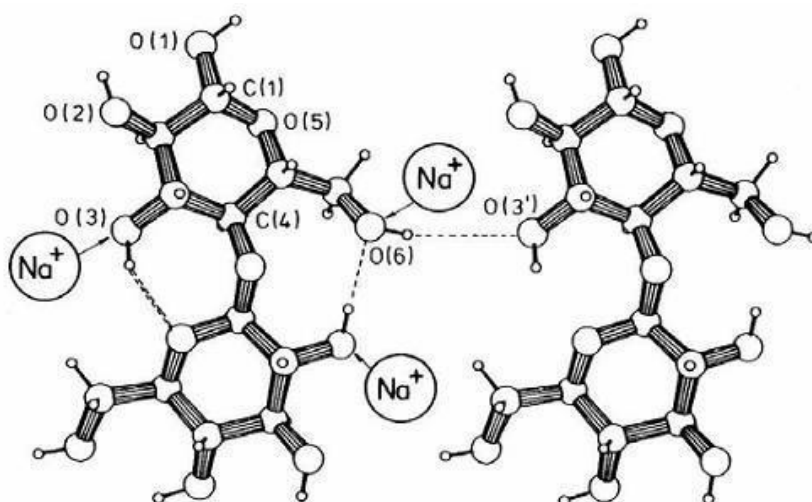


Figure 28 : Les interactions de Na+ avec la chaîne cellulosique

Extraction avec KOH à 17,34%

Tableau 11: Résultats du rendement d'extraction de la cellulose avec KOH à 17,34%

Type de bois	Pate	Poudre
Acacia	60,25%	53,5%
Roseau	65%	52,5%
Bois blanc	65,25%	72%

Les résultats du traitement avec KOH à 17,34% des différents échantillons nous ont donné un bon rendement dans le cas des poudres contrairement à ceux de la pate

2.8 Détermination du taux d'extractibles :

Tableau 12 : les Résultats du rendement d'extraction des extractibles avec éthanol

Type de bois	Taux de d'extractibles%
Acacia	8,40%
Roseau	14,99%
Bois blanc	9,53%

Le Roseau occupe la première place en teneur d'extractibles cela est due à sa nature humide et sa structure poreuse.

2.9 Détermination du taux de lignine :

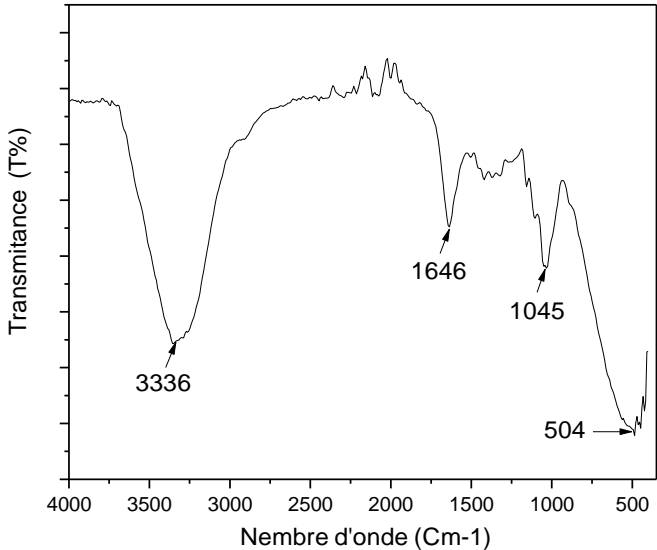
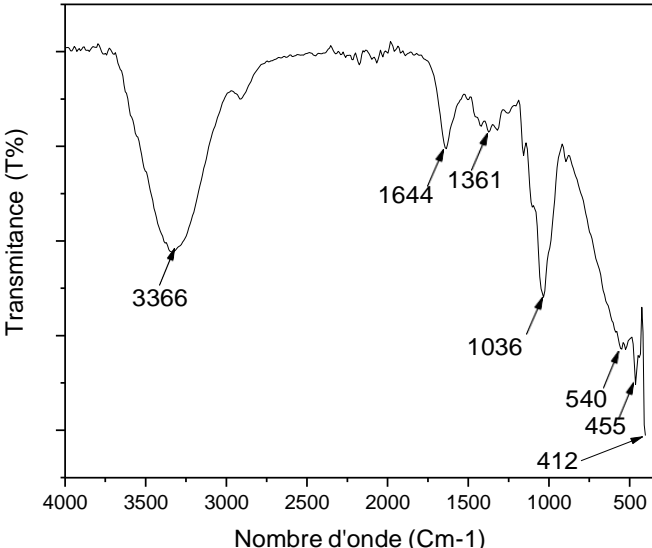
Tableau 13 : Les Résultats du rendement de lignine avec acide sulfurique

Type de bois	Taux de lignine%
Acacia	22%
Roseau	18%
Bois blanc	12%

La lignine est l'un des principaux constituants du bois, le troisième en importance après la cellulose et la hémicellulose avec une biomasse sèche entre 10 et 25% dont nos résultats confirment bien cette théorie.

2.10 Analyse des échantillons par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR) après extraction de la cellulose avec NaOH à 4%

Tableau 14 : Résultats des analyses Infrarouge après extraction de cellulose avec NaOH à 4%

type de bois	Spectre Infrarouge
Acacia	<p style="text-align: center;">Acacia après traitement</p>  <p style="text-align: center;">NOMBRE d'onde (Cm-1)</p>
Roseau	<p style="text-align: center;">Roseau après extraction</p>  <p style="text-align: center;">NOMBRE d'onde (Cm-1)</p>

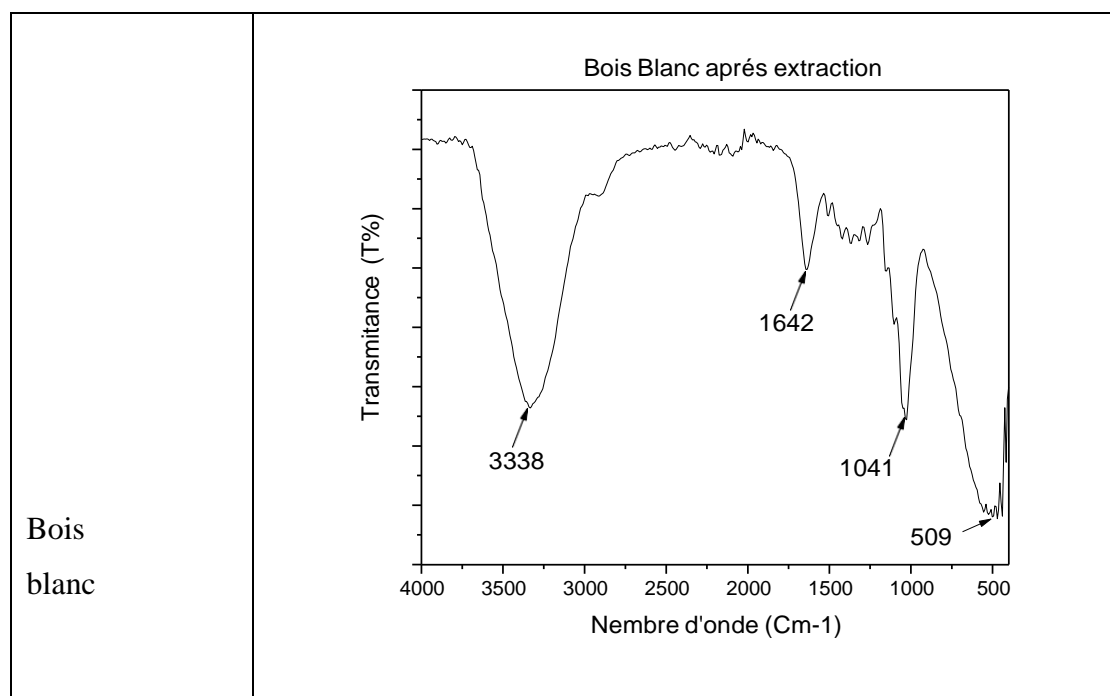


Tableau 15 : Les bandes caractéristiques enregistrées des différentes fibres étudiées par SPI après extraction de cellulose

Nombre d'onde (cm-1)	Type de vibration
3338 - 3366	Vibration d'élongation des groupements hydroxyle O-H
1641 - 1646	Vibration d'élongation de liaison C=C aromatique
1361	Vibration d'élongation des groupements amine aromatique C-N
1036 - 1046	Vibration d'élongation des groupements ethers C-O-C
412 – 540	Vibration d'élongation des groupements C-X (chloroalcanes)

Les bandes larges et intenses qui s'étendent aux alentours de 3336-366 cm^{-1} sont attribuées aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyles (-OH) de celluloses et hémicelluloses.

Les bandes moyennes entre 1641-1646 cm^{-1} sont attribuées aux vibrations d'élongation des groupements C=C de la lignine

La bande faible à 1361 cm^{-1} correspond à l'élongation des groupements C-N des alcoolides présents dans le Roseau

La bande à 1036 et 1046 cm^{-1} de l'élongation antisymétrique des liaisons C-O-C des hémicelluloses et principalement de la cellulose

Les bandes 412-540, avec une intensité moyenne seraient des Halogéno-alcanes (R X), qui pourraient rentrer dans la structure physiologique des trois arbres.

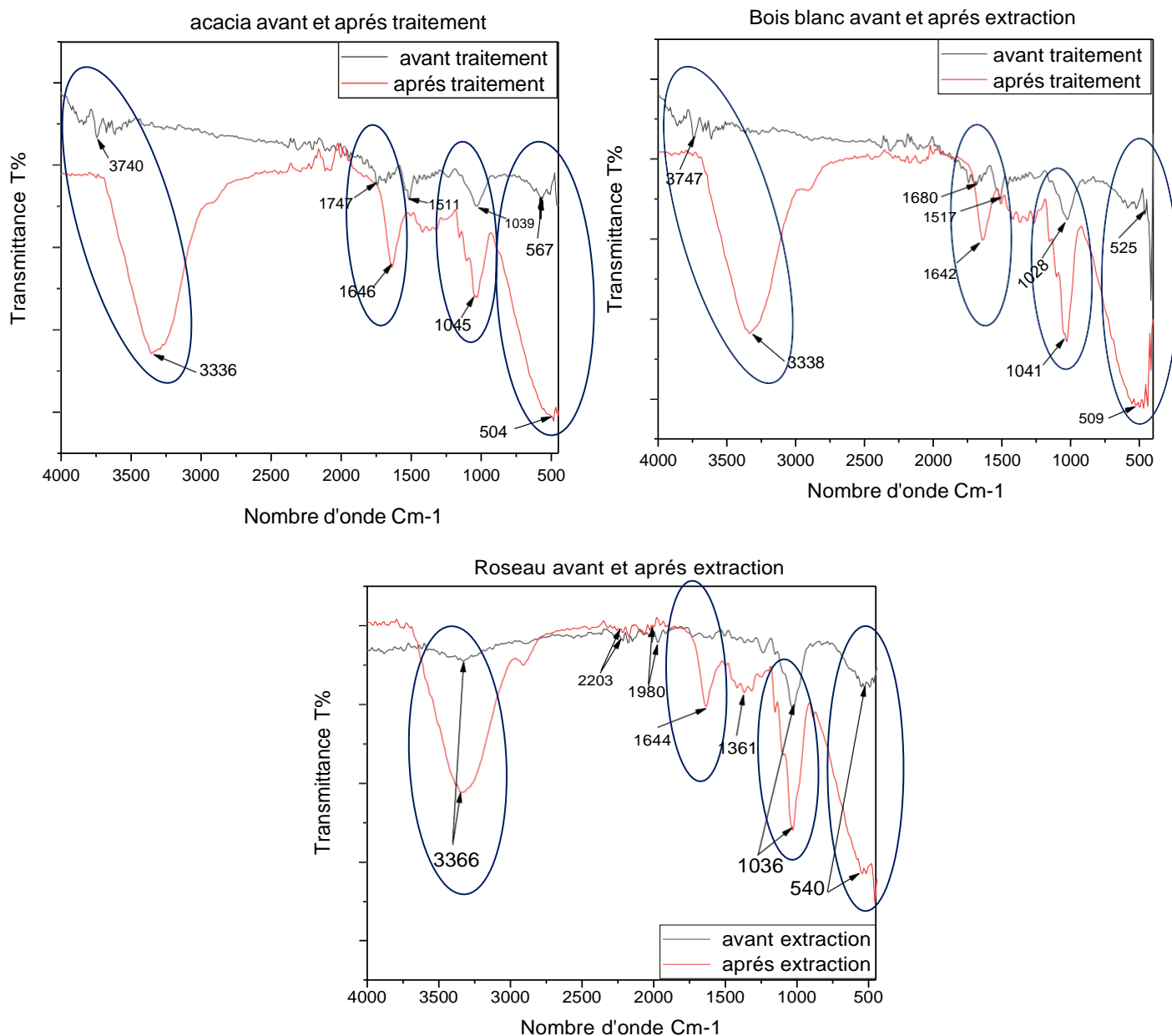


Figure 29 : spectres infrarouges avant et après extraction de cellulose

Par comparaison entre nos spectres avant et après extraction de la cellulose, nous observons le changement d'intensité de quelques bandes caractéristiques.

Le traitement alcalin pour les trois échantillons a causé une rupture de liaison C-O-C par conséquence formation des aromatiques associée aux polysaccharides au environ 3336 cm^{-1} et une bande moyenne entre 1642 et 1646 cm^{-1} attribué aussi à la lignine.

A 1036 cm^{-1} nous remarquons l'apparence d'une bande intense associée à la formation de cellulose

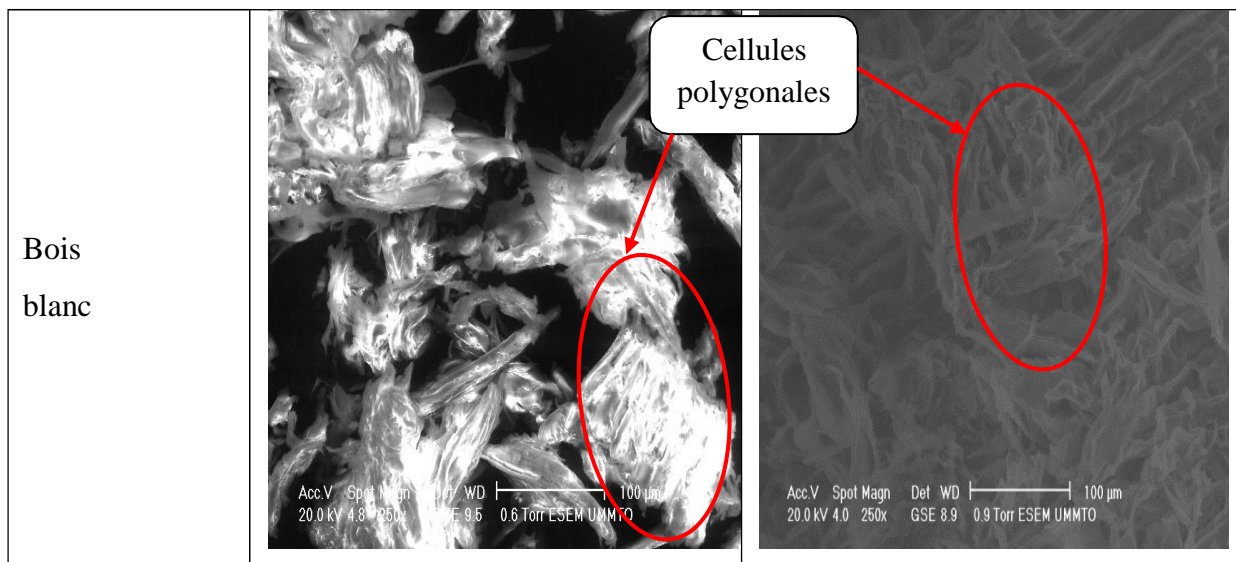
Les spectres montrent une forte teneur en Halogéno-alcanes (R X) entre 500 et 540 cm^{-1} .

2.11 Analyse des échantillons par Microscope Electronique à Balayage

2.11.1 MEB avant et après extraction de cellulose avec NaOH à 4%

Tableau 16 : Résultats des analyses du MEB avant et après extraction de cellulose avec NaOH à 4%

Type de bois	MEB avant extraction	MEB après extraction
Acacia		
Roseau		



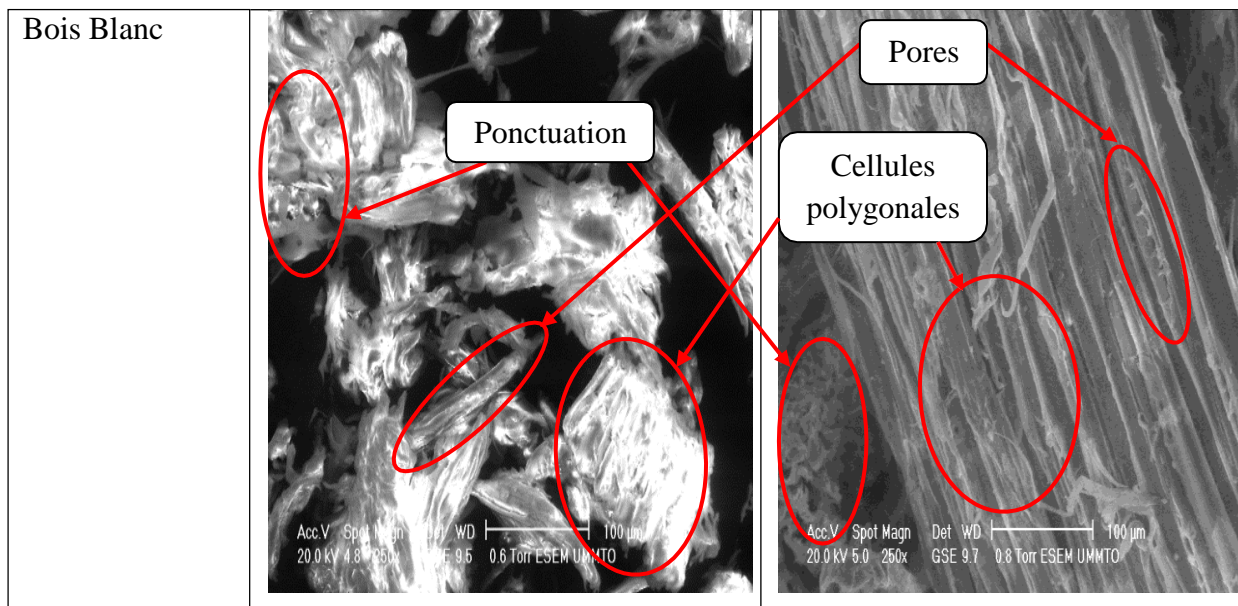
L'analyse de la poudre végétale au microscope électronique à balayage avant extraction de cellulose a pu mettre en évidence la présence des ponctuations centrales qui caractérise les feuillets et des cellules polygonales régulières, stratifiés et bien séparés qui forme des fibres dans le cas de l'Acacia et le bois blanc. Pour le roseau on remarque la présence de cellules végétales sous forme de polygones trop poreuses.

L'analyse après extraction montre un déchaussement ou déformation de fibres causées par la soude, et la présence d'une forme irrégulière (séparation des trois parois) pour les trois échantillons.

2.11.2 MEB avant et après extraction de cellulose avec NaOH à 16% :

Tableau 17 : Résultats des analyses du MEB avant et après extraction de cellulose avec NaOH à 16%

Type de bois	MEB avant extraction	MEB après extraction
Acacia		
Roseau		



D'après les résultats d'analyses du MEB pour les trois échantillons nous observons le détachement des parois, déchaussement des membranes qui cause l'agrandissement des ponctuations et aussi la réduction de diamètre des cellules et la présence d'une certaine porosité causée par le traitement alcalin des fibres.

Conclusion

Notre étude s'est portée sur la valorisation de la biomasse lignocellulosique provenant de déchets de menuiserie (Bois blanc), plantes annuelles (Roseau) et d'une essence envahissante qui est l'Acacia, pour enfin obtenir un biopolymère après traitement alcalin.

Les résultats des tests physico-chimiques obtenus montrent que l'acacia est le meilleur taillis pour fertiliser le sol d'où son taux d'humidité le plus élevé qui est due à sa structure ligneuse et sa nature hydrophile. Le meilleur taux de cendres revient au roseau car il est riche en matières minérales.

Cependant, l'Acacia nous a révélé un taux de polyphénols totaux important car le bois, en règle générale, en contient un pourcentage élevé. Ce qui lui permet d'être protégé contre les ravageurs et les champignons.

Pour le pH, on distingue un pH peu acide pour le roseau car il provient d'un sol humide, tandis que l'Acacia et le Bois blanc proviennent des sols forestiers qui sont particulièrement acides.

Les analyses phytochimiques montrent que la présence des alcaloïdes dans l'infusé du Roseau est dû à la omniprésence des polyphénols. Quant à l'existence des tanins et des tannins gallique dans l'Acacia, cela est relative à la structure ligneuse.

L'analyse des échantillons par spectrométrie proche infrarouge (SPIR) à révéler une similitude entre la composition structurale (cellulose, hémicellulose et lignine) qui est due aux spectres d'adsorption obtenue.

Les résultats de mesure de conductivité électrique ont montré que le Roseau a une conductivité supérieure par rapport à celles de l'Acacia et du Bois blanc ; car le roseau est naturellement retrouvé dans des zones humides. De plus, il a la capacité de pomper l'eau ; d'où la présence des ions hydrogènes.

Les résultats des rendements d'extraction de la cellulose avec NaOH ont montré que la pureté de notre matériau en teneur de cellulose reste élevée en augmentant le pourcentage de NaOH utilisé dans le traitement. De là, on constate que le meilleur traitement est avec 16% de NaOH. L'extraction de la cellulose avec KOH à 17,34% nous a donné un bon rendement dans le cas des poudres contrairement à ceux de la pâte.

En sus, les résultats du rendement d'extraction des extractibles avec NaOH montre que le Roseau occupe la première place en teneur d'extractibles ; cela est dû à sa nature humide et sa structure poreuse.

En ce qui concerne la lignine nos résultats expérimentaux confirment ceux de la théorie.

Les analyses Infrarouge montrent bien la différence avant et après extraction de cellulose donc on peut dire que le traitement alcalin a réussi à faire une bonne séparation ; il en va de même pour les analyses par Microscope Electronique à Balayage.

Dans les perspectives à ce travail, il serait intéressant d'étudier la porosité du biopolymère par BET. Par ailleurs, une DRX serait envisageable pour mieux étudier la cellulose.

Afin de valider l'efficacité de ces biopolymères, et de déterminer leur capacité à retenir certains polluants et de mieux comprendre leur mécanisme d'adsorption ; une modélisation des cinétiques et des isothermes d'adsorption seraient souhaitables.

Références bibliographiques

- [1] **Tehrani MA, Davoudpour Y, et al. Khalil HPSA** .Natural fiber reinforced poly (vinylchloride) composites .
- [2] **La Mantia FP and Morreale M.** Green composites: A brief review. *ComposPart A: ApplSciManuf* 2011; 42:579–588.
- [3] **candelierkévin (2013)** , caractérisation des information physico-chimique intervenant lors de la thermodégradation du bois, thèse de doctorat, université de lorraine, France
- [4] **Tatjana Stevanovic, Dominique Perrin** « chimie du bois », Presses polytechnique et universitaire romandes, 2009 CH-1015 Lausanne.
- [5] **M. Moniruzzaman and T. Ono**, “Ionic liquid assisted enzymatic delignification of wood biomass : A new ‘green’ and efficient approach for isolating of cellulose fibers”, *Biochemical Engineering Journal*, vol. 60, (2012), 156 - 160.
- [6] **Jourez, B. (2010)**. Anatomie et identification des bois, Thèse de doctorat, Liège, Belgique.
- [7] **Jebrane, M. (2009)**. Fonctionnalisation chimique du bois par transesterification des esters d’enol, Thèse de doctorat, Bordeaux, France.
- [8] **Thiebaud S.** (1995). Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux. Thèse. Institut National Polytechnique de Toulouse. N° d'ordre : 1087. 194 p.
- [9] **Campredon, J. (1969)**. Le bois, 4ème édition, N° 382, Ed. Presses universitaires de France.
- [10] **BROWNING, B.L.**, 1963 édit. The chemistry of wood. New York, Interscience.
- [11] **J. Zhu, C. Yan, X. Zhang, C. Yang, M. Jiang and X. Zhang**, “A sustainable platform of lignin: From bioresources to materials and their applications in rechargeable batteries and supercapacitor
- [12] **B. Saha Tchinda**, “Caractérisation et valorisation des substances extractibles de cinq essences camerounaises majeures de l’industrie du bois : Ayous, Moabi, Movingui, Padouk et Tali”, Thèse de doctorat, Université De Lorraine, Ecole doctorale Sciences, Technologies et Géosciences, France, (2015), 161 p . rs”, *Progress in Energy and Combustion Science*, vol. 76, (2019), 1 - 24.
- [13] **Pérez, J. Muñoz-Dorado, T. De La Rubia and J. Martínez**, “Biodegradation and biological treatments of cellulose, hemicellulose and lignin: An overview”, *International Microbiology*, vol. 5, n° 2, (2002), 53 - 63.
- [14] **A. Demirbaş**, “Biomass resource facilities and biomass conversion processing for fuels and chemicals”, *Energy Conversion and Management*, vol.42, n° 11, (2011), 1357 - 1378.

[15] **N. Jia, S. M. Li, M. G. Ma, J. F. Zhu and R. C. Sun**, “Synthesis and characterization of cellulose-silica composite fiber in ethanol/water mixed solvents”, *BioResources*, vol. 6, n° 2, (2011), 1186 - 1195.

- [16] **D. J. Gardner, G. S. Oporto, R. Mills and M. A. S. A. Samir**, "Adhesion and surface issues in cellulose and nanocellulose", *Journal of Adhesion Science and Technology*, vol. 22, n° 5 - 6, (2008), 545 - 567.
- [17] **PH. TINGAUT**. Modification de la structure chimique du bois par des Alcoxysilanes diversement substitués, Thèse Doct. Univ Bordeaux. 2006, 17-27p.
- [18] **Croteau, R., Kutchan, T. M., Lewis, N. G. (2000)**. Natural products (secondary metabolites). *Biochemistry and molecular biology of plants*. W. G. B. Buchanan, R. Jones, American society of plants physiologists, pp.1250-1318.
- [19] **Bruneton, J. (1999)**. Pharmacognosie : Phytochimie, Plantes médicinales. 3eme édition, Lavoisier Techniques et Documentation, Paris. pp.1120 A. Lhuilier (2007).
- [20] Contribution à l'étude phytochimique de quatre plantes malgaches : *Agauria salicifolia* hook Fexoliver, *Agauria polyphlia* baker (ERICACEAE), *Tambourissa trichophylla* baker (MONIMIACEAE) et *Embelia concinna* baker (MYRSINACEAE).
Thèse de doctorat Université de TOULOUSE. p 20-28-152-153
- [21] **Z. Mohammedi** (2011). Etude du pouvoir Antimicrobien et Antioxydant des Huile Essentielles et flavanoides de quelques plantes de la région de Tlemcen. Mémoire de Magister Université de Tlemcen. p 18-24-25-49-50
- [22] **Marfak** (2011). Radiolyse gamma des flavonoides. Etude de leur reactivité avec les radicaux issus des alcools: formation des depsides. Thèse de doctorat Université de Limoges. p 6-7-27-45
- [23] **A. Gharbi, R. B. Hassen et S. Boufi**, "Composite materials from unsaturated polyester resin and olive nuts residue: the effect of silane treatment", *Industrial Crops and Products*, vol.62, pp. 491-498, 2014.
- [24] **B. Amar, K. Salem, D. Hocine, I. Chadia et M. J. Juan**, "Study and characterization of composite materials based on polypropylene loaded with olive husk flour", *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 122, n°12, pp. 1382-1394, 2011
- [25] **BEN'MBAREK. T.**, 2011. Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique 'WPC'. Thèse de docteur de l'université de Pau et des pays de l'Adour. Ecole doctorale des sciences exactes et de leurs applications éd211.167P
- [26] **El-Sabbagh, L. Steuernagel et G. Ziegmann**, "Characterisation of flax polypropylene composites using ultrasonic longitudinal sound wave technique", *Composites Part B: Engineering*, vol. 45, n°11, pp. 1164-1172, 2013.

[27] **T.Kundu et S. K. Datta**, "Ultrasonic and electromagnetic NDE for structure and material characterization engineering and biomedical applications", CRC Press, 2012.

[28] **Dr. Radja MEGHERBI** cour pour master génie des polymères P1-3 USTO-MB

[29] **HARRIS. R., KARMAS. E.** (1977): Nutritional evaluation of food processing, 3rd Ed. The Avi Publishing company Inc, New York. 612p.

[30] **HARA. T., VAN DER TOORN. J. MOOK. H.**, (1993): Growth dynamics and size structure of shoots of *Phragmites australis*, a clonal plant. Journal of Ecology 81 :47-60.

[31] **Chekchaki S, Beddiar A, Zaafour M D**, cartographie par télédétection des milieux envahis par *Acacia mearnsii* de Wild, dans l'extrême nord-est Algérien, bois et forêt des tropiques (2020)

[32] **Sherry, S. P.** The Black Wattle (*Acacia mearnsii* De Wild) 1971.

[33] **Chenard.F**, Classification des arbres (taxonomie) 2018

[34] **Ferdjani,S, Slimani,O, (2020)**. Valorisation du bois de chêne zeen et chêne afares. Mémoire de Magister en chimie de l'environnement. Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou ; Faculté des sciences.

[35] **Dahou, N., Yamni, K., Tahrouche, S., Idrissi, L.M., Badoc, A., Gmira, N.**, (2013). Screening phytochimique d'une endémique Ibéro-Marocaine.

[36] **Thymelaea lythroïdes**. Bulletin de la Société de Pharmacie de Bordeaux. Vol 142, pp 61-78
 Kumar, U., Kumar, B., Bhandari, A., Kumar, Y., (2010). Phytochemical investigation and comparison of antimicrobial screening of clove and cardamom. International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research. Vol 1, pp 138-147.

[37] **Rowell, R** (1984). "The chemistry of solid wood", advances in chemistry series n°207. American Chemical Society, New-York.

Annexes

Annexe 1 : Les résultats obtenus lors des tests de taux d'humidité sont résumés dans le tableau suivant.

Types de bois	M0		m1		m2		Taux d'humidité (%)		Moyenne %
	Essai 1	Essai 2	Essai 1	Essai 2	Essai 1	Essai 2	Essai 1	Essai 2	
Les essais									
Acacia	21,2764	16,1981	23,2764	18,1981	23,1643	18,0720	5,93	6,72	6,825
Roseau	13,1305	12,9700	15,1305	14,9700	15,0298	14,8656	5,3	5,51	5,405
Bois blanc	21,8208	22,5756	23,8208	24,5756	23,7186	24,4647	5,38	5,87	5,625

Annexe 2 : Les résultats obtenus lors des tests de taux de cendre sont résumés dans le tableau suivant.

Types de bois	M0		M1		M2		Taux de cendre (%)		Moyenne %
	Essai 1	Essai 2	Essai 1	Essai 2	Essai 1	Essai 2	Essai 1	Essai 2	
Les essais									
Acacia	9,6016	11,9564	11,6016	13,9564	9,6167	11,9725	0,7550	0,8050	0,78
Roseau	39,5157	39,2167	41,5157	41,2167	39,6136	39,3149	4,8950	4,9100	4,9025
Bois blanc	10,5772	10,1209	12,5772	12,1209	10,5846	10,1286	0,3700	0,3850	0,3775

Annexe 3 : Les résultats obtenus lors des tests du pH sont résumés dans le tableau suivant.

Types de bois	Le pH
Acacia	4,85
Roseau	5,55
Bois blanc	4,45

Annexe 4 : Les résultats obtenus lors de l'identification des polyphénols sont résumés dans le tableau suivant.

Composés	Mode opératoire	La couleur	Résultats	
Alcaloïde	On ajoute 2 gouttes du réactif de dragendorff à 5ml de l'infusé	Précipité rouge	Acacia	-
			Roseau	++
			Bois blanc	-
Tanins	5ml de l'infusé et on ajoute goutte à goutte la solution aqueuse $FeCl_3$ (5 %)	Verdâtre	Acacia	++
			Roseau	-
			Bois blanc	-
Tanins gallique	On sature le filtrat par l'acétate de sodium puis on ajoute quelques gouttes de $FeCl_3$ (5 %)	Noirâtre	Acacia	++
			Roseau	-
			bois blanc	-



Alcaloïdes



Tanins galliques



Tanins

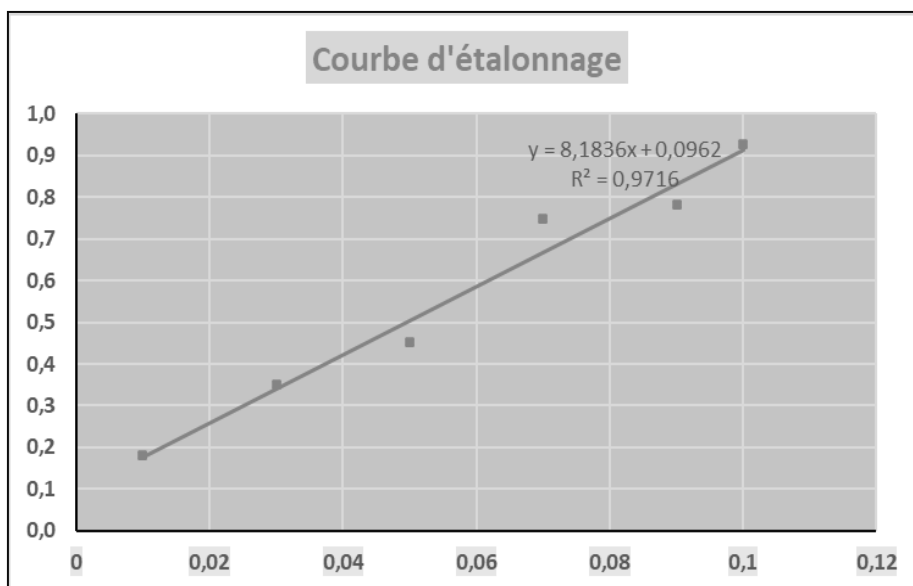
Annexe 5 : Les résultats des absorbances et taux de polyphénols des échantillons avec (folin-Ciocalteu dilué 10 fois) sont résumés dans le tableau suivant :

Types de bois	Absorbance 1	Absorbance 2	Absorbance 3	Absorbance moyenne	Taux de polyphénols (%)
Acacia	1,323	1,290	1,026	1,213	14,77
Roseau	0,270	2,241	0,224	0,245	3,05
Bois blanc	0,199	0,149	0,157	0,168	2,10

Annexe 6 : les résultats des absorbances d'acide gallique (0.5 g/l) avec du folin dilué 10 fois sont résumés dans le tableau suivant.

C (g/l)	0.01	0.03	0.05	0.07	0.09	0.1
Abs	0,234	0,540	0,606	0,835	0,993	1,116

Annexe 7 : la courbe d'étalonnage d'acide gallique avec du folin dilué 10 fois.



Annexe 8 : les résultats de conductivité électrique sont résumés dans le tableau ci-dessous

Type de bois	Conductivité électrique ($\mu\text{cms/cm}$)
Acacia	52,8
Roseau	1050
Bois blanc	57,5

Annexe 9 : les résultats des rendements de l'extraction de cellulose avec le NaOH à différents pourcentages sont résumés dans le tableau suivant :

Type de bois	NaOH à 4%	NaOH à 8%	NaOH à 16%
Acacia	79,97%	66,18%	50,03
Roseau	74,08%	59,47%	40,30
Bois blanc	73,59%	72,15%	65,90

Annexe 10: Résultats du rendement d'extraction de la cellulose avec KOH à 17,34%

Type de bois	pate	Poudre
Acacia	60,25%	53,5%
Roseau	65%	52,5%
Bois blanc	65,25%	72%

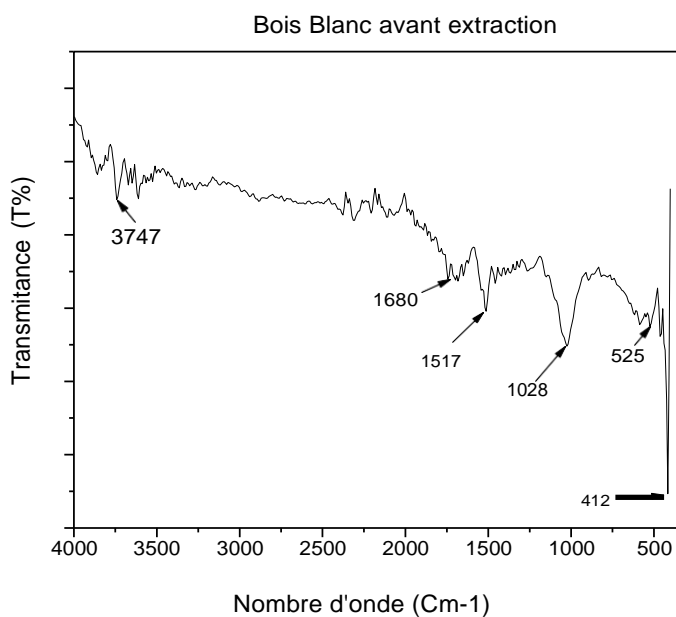
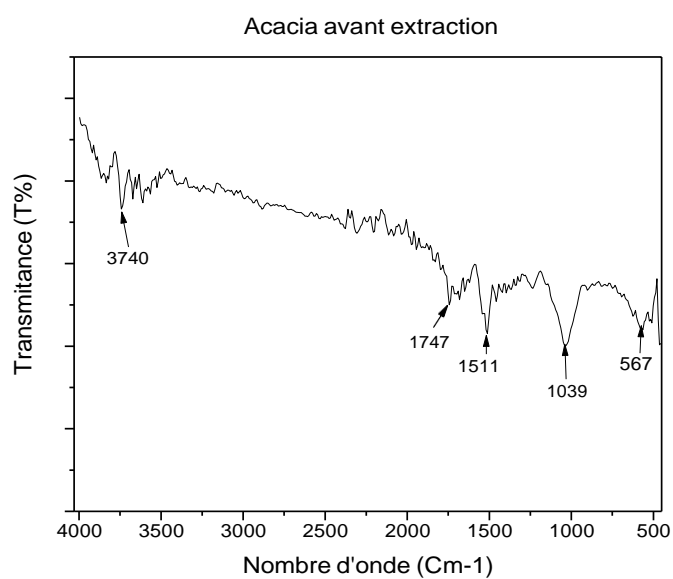
Annexe 11 : les Résultats du rendement d'extraction des extractibles avec éthanol sont résumés dans le tableau suivant :

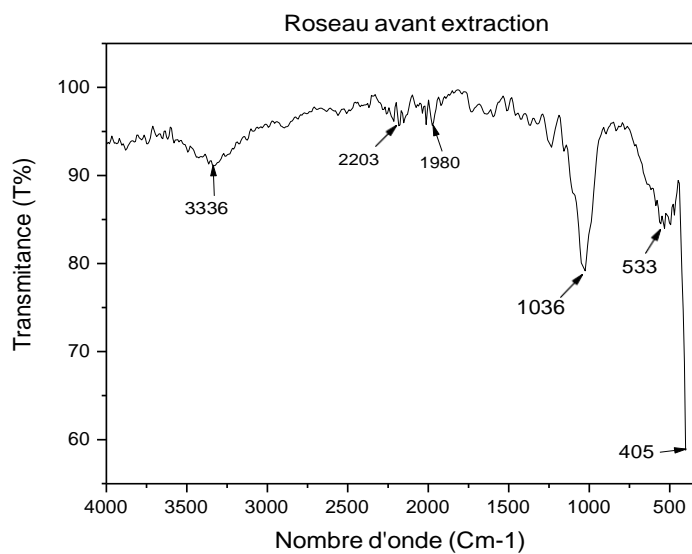
Type de bois	Taux de d'extractibles%
Acacia	8,40%
Roseau	14,99%
Bois blanc	9,53%

Annexe 12 : Les Résultats du rendement de lignine avec acide sulfurique sont résumés dans le tableau suivant :

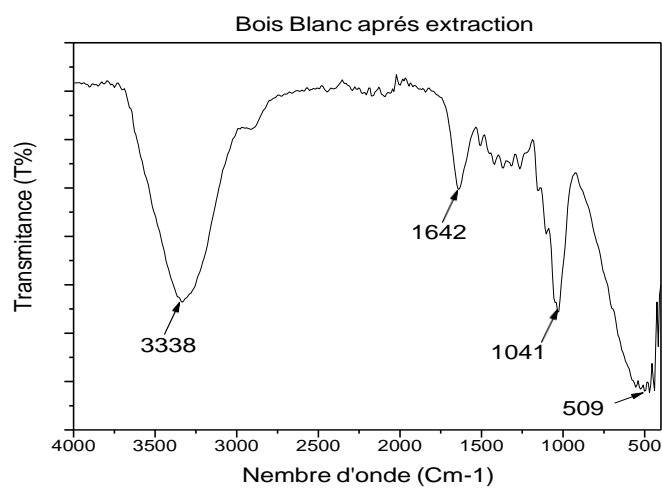
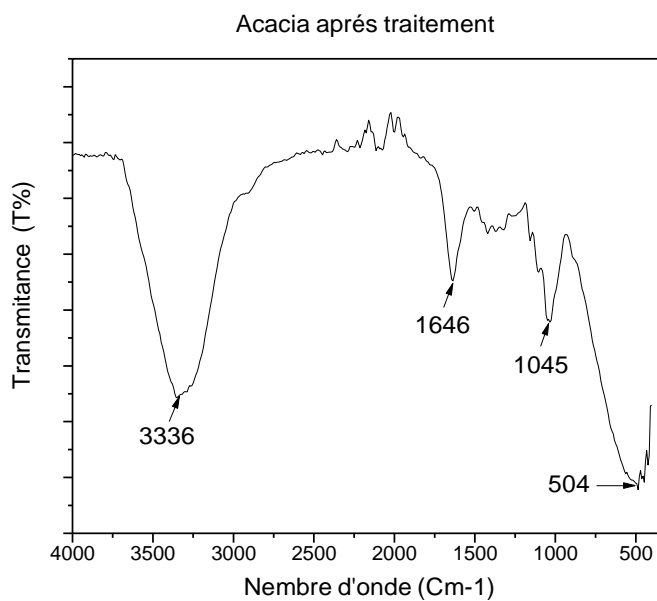
Type de bois	Taux de lignine%
Acacia	22%
Roseau	18%
Bois blanc	12%

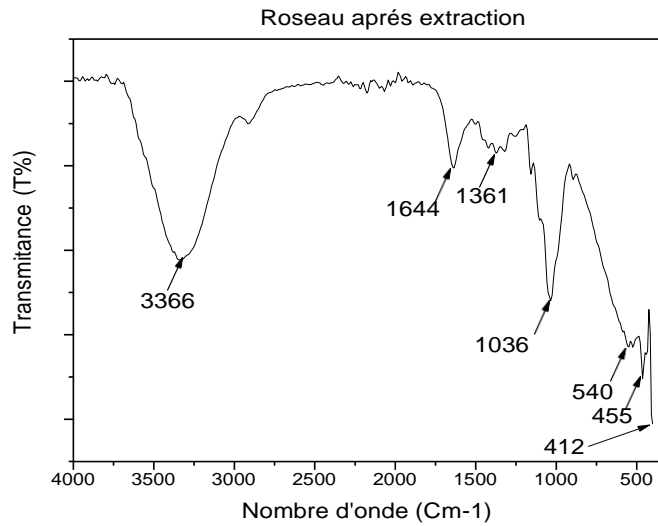
Annexe 13 : les résultats des analyses Infrarouge de nos fibres végétales



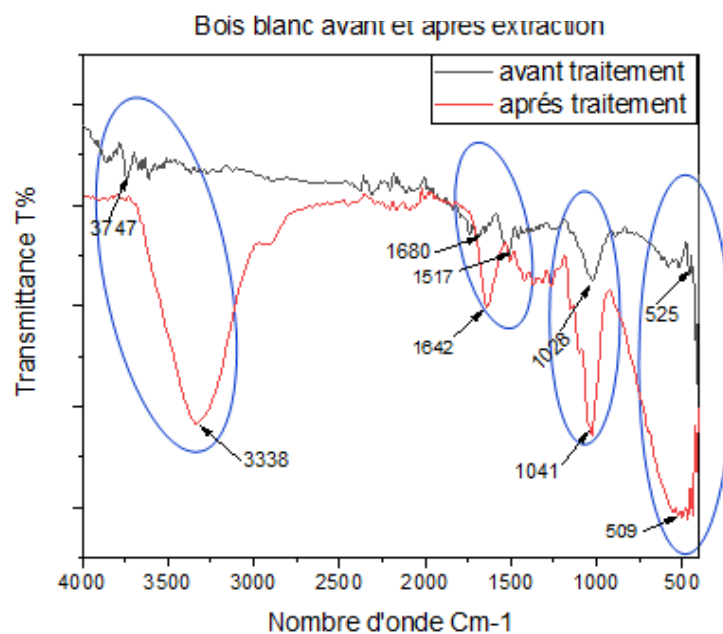
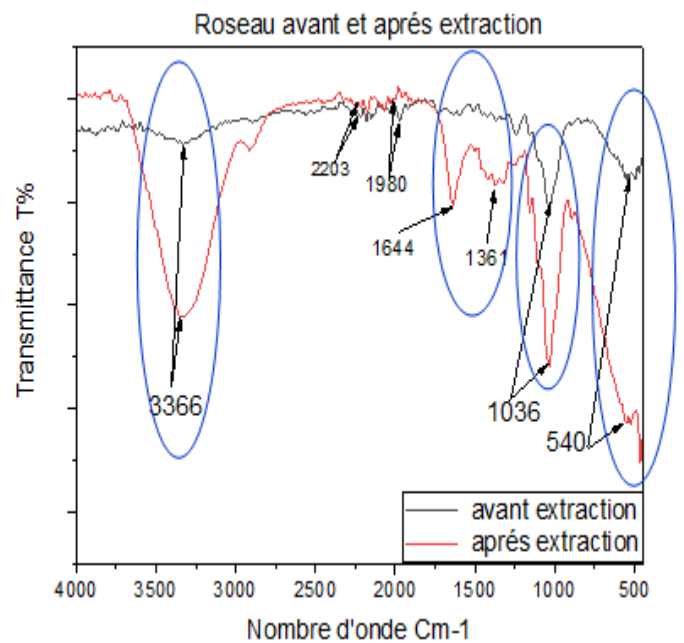
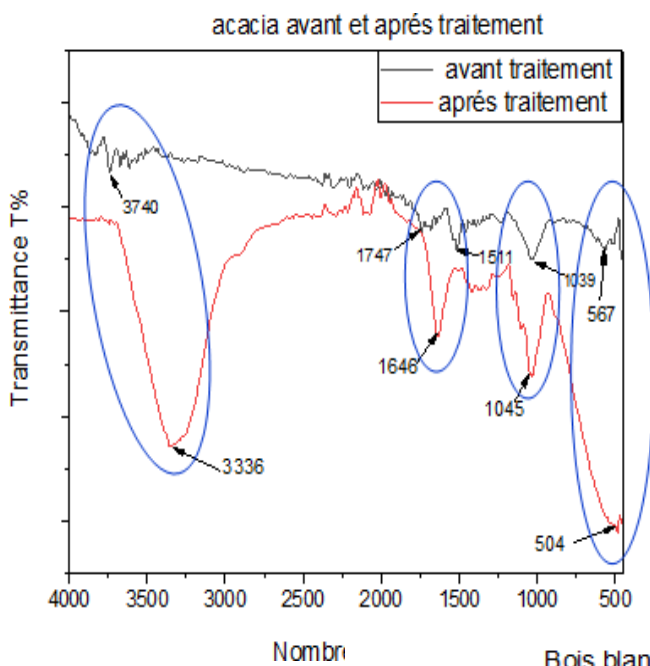


Annexe 14 : les résultats des analyses Infrarouge de nos fibres végétales après extraction de cellulose avec NaOH

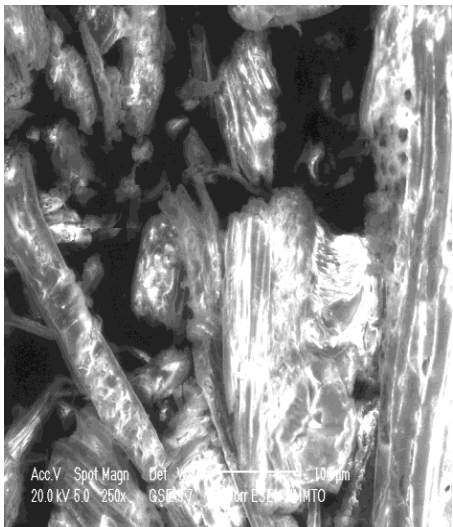




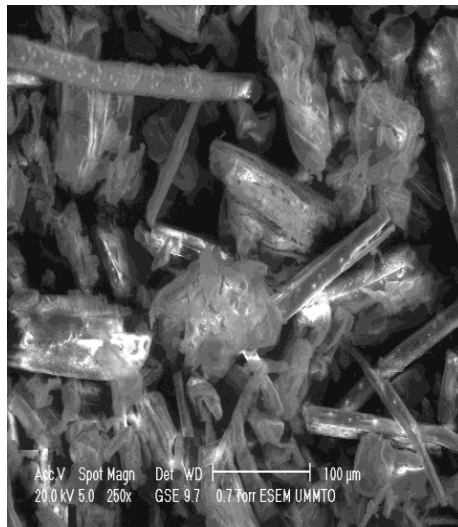
Annexes 15 : spectres de comparaison sont présentés sans les figures ci-dessous :



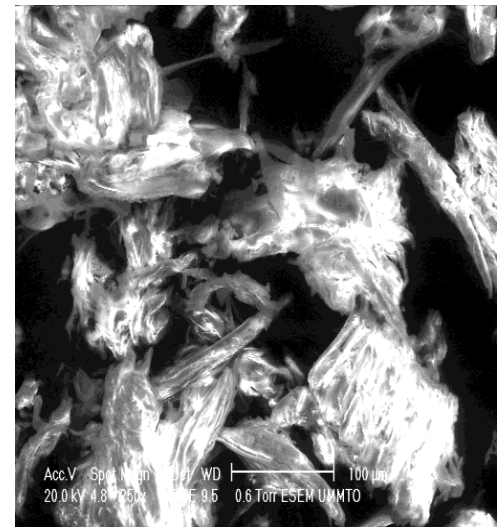
Annexe 16 : les résultats des analyses MEB de nos fibres végétales avant extraction de cellulose avec NaOH



Roseau

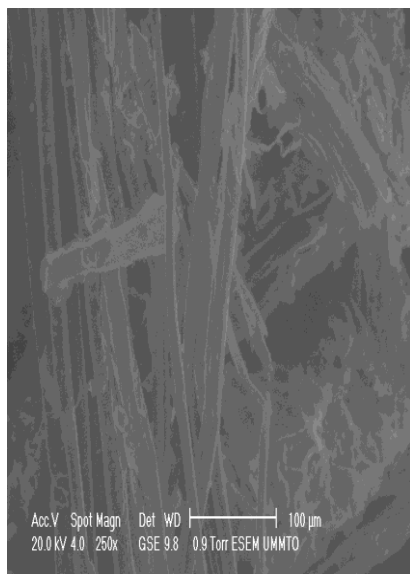


Acacia

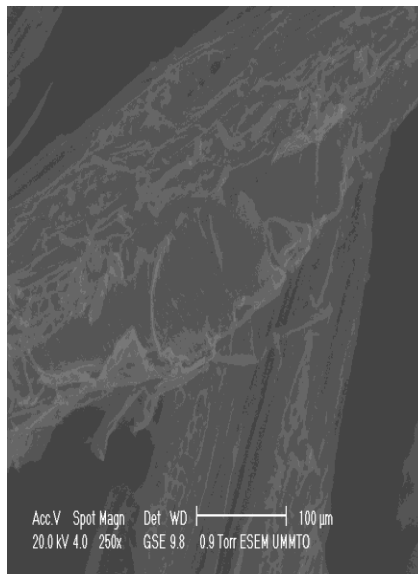


Bois blanc

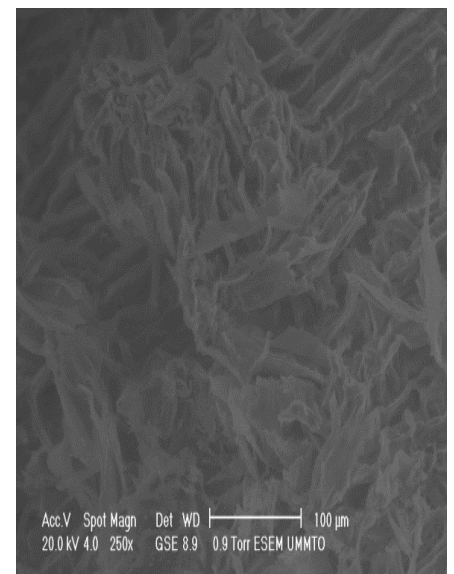
Annexe 17 : les résultats des analyses MEB de nos fibres végétales après extraction de cellulose avec NaOH à 4%



Roseau

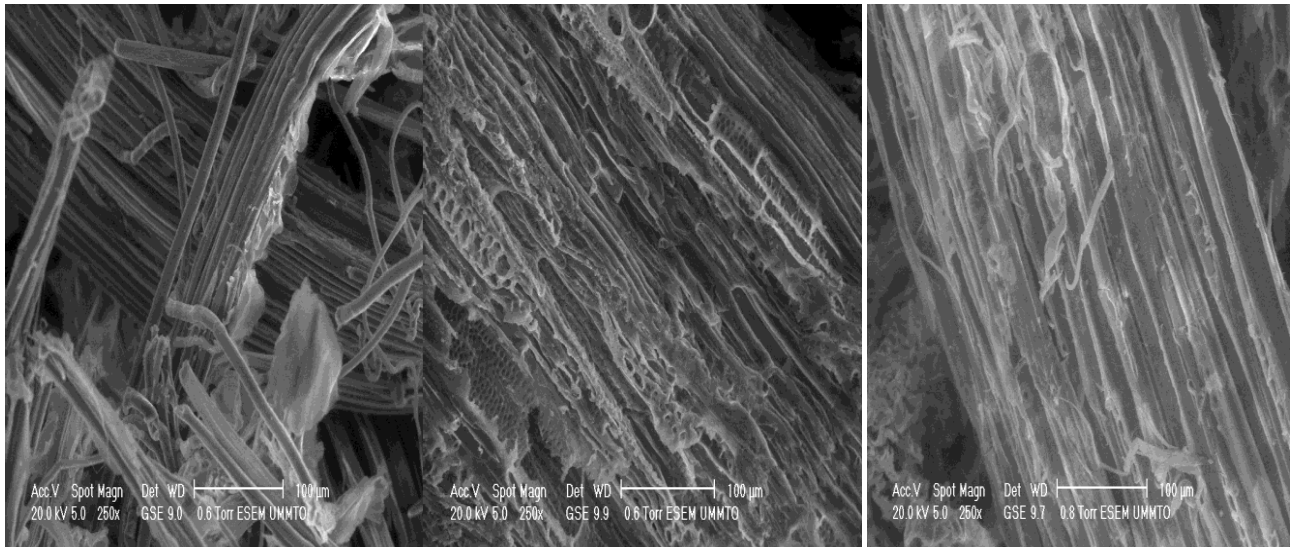


Acacia



Bois blanc

Annexe 18 : les résultats des analyses MEB de nos fibres végétales après extraction de cellulose avec NaOH à 16%



Roseau

Acacia

Bois blanc

Résumé

L'objectif de notre travail est la caractérisation physico-chimique de trois espèces (Acacia, Roseau et Bois blanc) afin d'élaborer un biopolymère.

Afin de réaliser cette caractérisation plusieurs analyses ont été effectuées à savoir: la détermination de taux d'humidité, taux de cendre, taux de polyphénol, la mesure du pH et de la conductivité, l'identification des composés phénoliques, taux de lignine, taux d'extractibles et de cellulose, une caractérisation spectrale par infrarouge et anatomique par microscope électronique à balayage.

Les résultats montrent que ces trois types d'espèces étudiées peuvent être utilisés pour produire des biomatériaux à partir de leurs composants cellulaires (l'amidon, la cellulose et la lignine). Ces biopolymères peuvent ensuite être utilisés pour fabriquer des produits tels que des emballages, des textiles et des matériaux de construction. Cette utilisation peut contribuer à réduire l'impact environnemental des produits manufacturés.

Mots clés : Acacia, Roseau, Bois, cellulose, traitement alcalin.

Summary

The objective of our work is the physico-chemical characterization of three species (Acacia, Reed and White Wood) in order to develop a biopolymer.

In order to achieve this characterization, several analyses were carried out: determination of moisture content, ash content, polyphenol content, measurement of pH and conductivity, identification of phenolic compounds, lignin content, extractives and cellulose content, infrared spectral characterization and anatomical characterization by scanning electron microscope.

The results show that the three species studied can be used to produce biomaterials from their cellular components (starch, cellulose and lignin). These biopolymers can then be used to manufacture products such as packaging, textiles and building materials. This can help reduce the environmental impact of manufactured products.

Key words: Acacia, Reed, wood, cellulose, alkaline treatment