

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI-OUZOU



Faculté des sciences

Département de chimie

# Mémoire de fin d'études

Spécialité : chimie de l'environnement

## Thème

***Valorisation des pailles céréalières par  
un traitement alcalin***

**Soutenu par :** Melle Samia BENBELKACEM

**Devant le jury :**

Mr SAAL	professeur	Président	UMMTO
Mr CHAOUCHI	professeur	Examineur	UMMTO
Mme BOURBIA	professeur	Examinatrice	UMMTO
Mme LOUNI	MAA	Promotrice	UMMTO
Mr GRABI	Docteur	Co-promoteur	UMMTO
Mr DAHMANI	Docteur	Invité	UMMTO

Promotion: 2022- 2023

## **Remerciements**

*Nous remercions dieu pour nous avoir éclairé le bon chemin, et pour toute la volonté et le courage qu'il nous a donnés pour l'achèvement de ce travail.*

*Elle n'aurait pu voir le jour sans le concours de nombreuses personnes. Je souhaite adresser mes sincères remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à sa réalisation.*

*Mes premier et mes plus vifs remerciements vont à ma promotrice Mme LOUNI, qui m'a confié ce sujet et m'a guidé dans sa réalisation. Je la remercie pour son encadrement, sa disponibilité, son encouragement tout au long de cette recherche et sa confiance qu'elle nous a accordée, je la remercie de m'avoir reçue à plusieurs reprises dans son laboratoire et fait profiter de ses connaissances sur la mycologie ainsi que pour son aide chaque fois que je l'ai sollicité,*

*Mes vifs remerciement vont également à :*

- *Monsieur SEAAL professeur à l'UMMTO pour avoir accepté de présider le jury et pour toute son aide et ses encouragements,*
- *Monsieur CHAOUCHI professeur à l'UMMTO pour avoir accepté d'examiner ce travail et pour son aide,*
- *Madame BOURBIA professeur à l'UMMTO pour avoir accepté d'examiner ce travail et pour son aide,*
- *Monsieur GRABI mon Co promoteur pour son aide et sa disponibilité et sa gentillesse.*
- *Monsieur DAHMANI doctorant à l'UMMTO je tiens à le remercier pour m'avoir guidée et pour toute l'aide technique, scientifique et humaine qu'il ma apporté.*

*Je tiens à remercier profondément Mme AYATI chef département de chimie, pour sa gentillesse et tout son aide pendant le cursus universitaire. Ainsi que les enseignants et le corps administratifs de la faculté des sciences pour la richesse et la qualité de leurs enseignements et les efforts consentis pour nous assurer une formation de qualité.*

*Mes remerciements les plus chaleureux vont aussi à l'ensemble du personnel de laboratoire de chimie Appliqué et Génie Chimique LCAGC Université Mouloud MAMMERI, Tizi-Ouzou.*

*Un merci spécial à Mr OUKRINE, Mr SOUMANI et Mme SIDIMAMER ingénieurs de laboratoire commun de chimie Université Mouloud MAMMERI, campus Tamda, Tizi-Ouzou, pour leurs patiences et les bons moments passés durant notre période de travail.*



## ***Dédicaces***

*Avec l'aide de Dieu, j'ai pu réaliser ce modeste travail que*

*Je dédie A :*

*A ma très chère mère*

*Pour ces sacrifices et son amour infini, A celle qui ma tout donnés sans rien en retour, qui n'a pas cessé de m'encourager et prier pour moi, ton amour et ton affection me couvrent, ta bienveillance me guide et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force.*

*A la précieuse personne de ce monde que dieu la récompense.*

*A mon très cher père*

*L'homme le plus parfait dans le monde , qui a veillé tout au long de ma vie a m'encourager, a me donner l'aide et a me protéger, le signe d'amour et gratitude pour tous les soutiens et sacrifices dont il a fait à mon égard.*

*Que dieu vous protège et vous réserve une longue vie pleine*

*De bonheur et de santé.*

*A ma très chère petite sœur Sousou Nagh*

*Tu es tout pour moi.*

*Mes chers frères « Omar, Farid, Mohamed, Hamid, Hacene et Mustapha ».*

*Et leurs femmes « Zahia, Malika, Roza, Faroudja et Souhila ».*

*Mes chères sœurs « Ouiza, Fazia, Fatiha, Zahia, Nora et Malika ».*

*Et leurs maries « Djafar, Madjid, Ramadan et Slimane ».*

*A tous mes noueux et nièces « Lounes, Karim, Yacine, Kenza, Ghani, Hayet, Lyza, Razika, Abderrahmane, Younes, Soufiene, Sara, Marwa, Nabil, Danis, Mayas, Chanez, Anaisse, Moumouh, Alycia, Amira, Imane, Ilyas, Hamza, Fatima, Kayla et Ania ».*

*A ma meilleure amie Kheloudja, Merci pour tout.*

*A mes très chers amis « Amine, Yehia, Nourdine, Kassoum ».*

*A tous mes camarades de promotion.*

*Mes chers et agréables collègues « Massi, Kenza, Sadia, Mina et Lamya ». Merci pour votre soutien.*

# **Sommaire**

<b>Remerciement</b>	
<b>Dédicaces</b>	
<b>Liste des figures</b>	
<b>Liste des tableaux</b>	
<b>Liste des abréviations</b>	
<b>Sommaire</b>	
<b>Introduction générale.....</b>	<b>01</b>
<b>Chapitre I : Etude bibliographiques</b>	
A.1. Généralités sur les céréales.....	03
A.1.1. Définition.....	03
A.1.2. Historique.....	03
A.1.3. Les céréales comme sources des composés phénoliques.....	03
1.3.1. Les principaux groupes de céréales.....	03
1.3.2. Caractères botaniques.....	03
1.3.3. Biochimie des céréales.....	04
A.1.4. Importance économique des céréales.....	06
1.4.1. Dans le monde.....	06
1.4.2. En Algérie.....	06
A.1.5. Valeurs nutritionnelles.....	07
A.1.6. La paille des céréales.....	07
1.6.1. Les différentes parties de la tige.....	08
1.6.2. Structure anatomique de la tige.....	08
A.1.7. Les fibres végétales.....	09
1.7.1. Définition des fibres végétales.....	09
1.7.2. Présentation des fibres végétales.....	10
1.7.3. Structure de la fibre végétale.....	10
1.7.4. Utilisation des fibres végétales: avantages et inconvénients.....	12
1.7.5. Composition chimique des fibres des pailles céréalières.....	12
A- Les biopolymères.....	17
B.1.1. Définition d'un biopolymère.....	17
B.1.2. Types de biopolymères.....	17
B.1.3. Propriétés des biopolymères.....	18
1.3.1. Biodégradabilité.....	18
1.3.2. Compostabilité.....	18
1.3.3. Biocompatibilité et biorésorbabilité.....	18
1.3.4. Propriétés chimiques.....	18
B.1.4. Avantages et inconvénients des biopolymères.....	18
1.4.1. Principaux avantages des biopolymères.....	18
1.4.2. Inconvénients des biopolymères.....	18
B.1.5. Applications des biopolymères.....	18
1.5.1. Application dans l'emballage.....	19
1.5.2. Applications médicales.....	19

1.5.3 Applications agricoles.....	19
B.1.6 Les grandes classes de biopolymères issus du monde végétal.....	20

## **Chapitre II : Les pailles de céréales**

I. Présentation des pailles céréalières.....	21
I.1. L'orge.....	21
1-a. La biologie de L'orge.....	21
1-b. Classification.....	21
1-c. Evolution de l'orge d'hiver et de printemps .....	22
1-d. La culture de l'orge et virus.....	22
1-e. Exigences climatiques.....	22
1-f. Usage et l'importance d'orge.....	22
I-2. L'avoine.....	23
2-a. La biologie de L'avoine.....	23
2-b. Classification.....	24
2-c. Système de racinaire de la plante et Caractéristiques physiologique.....	24
2-d. La culture de l'avoine d'hiver et de printemps.....	24
2-e. Exigences climatiques et édaphiques.....	25
2-f. Utilisation.....	25
I-3. Le Seigle.....	26
3-a. Biologie reproductrice du seigle.....	26
3-b. Classification.....	27
3-c. Utilisation.....	27
I-4. Le triticales.....	27
4-a. Biologie de triticales.....	27
4-b. Classification APG(2009).....	28
4-c. Exigences climatiques.....	28
4-d. Utilisation .....	28

## **Chapitre III : Partie expérimentale**

I.1. Matériels végétal.....	30
II.1. Préparation des échantillons.....	30
II. 2. Caractéristiques physiques des fibres de céréales .....	31
II.2.1. Mesure de taux d'humidité.....	31
II.3. Les caractéristiques chimiques.....	31
II.3.1. Détermination du taux de cendres.....	31
II.3.2. Taux de polyphénols.....	32
II.3.2.1. Dosage de polyphénols totaux.....	33
II.3.2.2. Réalisation de la courbe d'étalonnage.....	34
II.3.3. Le Ph.....	35
II.3.4. Analyse phytochimique.....	35
II.3.4.1. Préparation de l'infusé.....	36
II.3.4.2. Identifications des alcaloïdes.....	36
II.3.4.3. Préparation du dragendroff .....	36

II.3.4.4. Identifications des tanins .....	37
II.3.4.5. Identifications des tanins galliques.....	37
II.3.5. Extraction de la cellulose et de la lignine.....	37
II.3.6. La Conductibilité thermique.....	42
II.3.7. Les analyses des échantillons par spectrométrie Infrarouge (SINR).....	43
II.3.8. Microscopie électronique à balayage.....	43

#### **Chapitre IV : Résultats et discussions**

1. Caractérisation physico-chimique des fibres des céréales.....	44
1.1. Caractérisation physique.....	44
1.1.1. Détermination du taux d'humidité.....	44
2. Caractérisation chimique.....	44
2.1. Détermination du taux de cendre	
2.2. Détermination des taux de phénols totaux.....	45
2.3. Mesure du pH.....	47
2.4. Analyses phytochimiques.....	47
2.5. Détermination du taux de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine.....	48
2.6. Conductivité.....	50
2.7. Analyse des échantillons par microscopie électronique à balayage (MEB).....	50
2.8. Analyse des échantillons par spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR).....	50
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>53</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>54</b>

#### **Annexes**

#### **Résumé**

## **Liste des figures**

Figure (1) : Le cycle de développement des céréales.....	04
Figure (2) : Les différentes parties de la tige .....	08
Figure (3) : Schéma d'une coupe transversal dans une tige.....	09
Figure (4) : Schéma d'une partie d'une coupe transversal dans une tige.....	09
Figure (5) : Schéma de la structure d'une fibre végétale.....	09
Figure (6) : Les différents types de fibres naturelles .....	10
Figure (7) : Faisceau de fibres.....	11
Figure (8) : Représentation schématique d'une: a) fibre; b) cellule; c) section de la cellule.....	11
Figure (9) : Représentation de la chaîne de cellulose .....	13
Figure (10):Organisation de la structure fibrillaire de la cellulose.....	13
Figure (11) : Maille cristalline de la cellulose.....	14
Figure (12) : Principaux glucides constituant les hémicelluloses.....	14
Figure (13) : (a) principaux monomères de la lignine ; (b) structure de la lignine issue du procédé papetier.....	15
Figure (14) : Principaux types de liaisons rencontrées dans la lignine.....	15
Figure (15) : les voies d'obtention des biopolymères végétaux.....	20
Figure (16) : L'orge.....	21
Figure (17) : L'avoine.....	23
Figure (18) : Le Seigle.....	26
Figure (19) : le triticale.....	27
Figure (20) : Les différentes pailles céréalières utilisées dans notre étude.....	30
Figure (21) : Les différentes étapes pour l'obtention de poudre végétale étudiée.....	30
Figure (22) : Les différentes étapes d'extraction des composés phénoliques.....	32
Figure (23) : Les étapes de mesure du pH.....	34
Figure (24) : Les différentes étapes pour la préparation de l'infusé.....	35
Figure (25) : Techniques du dosage de cellulose (avec 4g de NaOH).....	37
Figure (26) : Cellulose obtenue avec 4g de NaOH.....	37
Figure (27) : Cellulose obtenue avec 8g de NaOH.....	38
Figure (28) : Techniques du dosage de cellulose (avec 16g de NaOH).....	38
Figure (29) : Techniques de séparation d'holocellulose (avec 16g de NaOH).....	39
Figure (30) : Hémicellulose pur (avec 16g de NaOH).....	39
Figure (31) : Extractibles obtenue avec 16 g de NaOH.....	40
Figure (32) : Cellulose, hémicelluloses, lignine et extractibles obtenue avec KOH à 17.34%.....	41
Figure (33) : conductivité.....	41
Figure (34) : Spectromètre Proche Infrarouge; Spectromètre IRAffinity –1S.....	42
Figure (35) : MEB de type Philips XL-30ESEM de l'UMMTU (LABO LPCM Hasnaoua) .....	43
Figure 36 : Histogramme du taux d'humidité(%).....	44
Figure 37 : Histogramme du taux de cendre (%).....	45
Figure 38 : d'étalonnage de l'acide gallique.....	46
Figure 39 : Evolution de taux de phénols totaux des différentes céréales.....	46

<b>Figure 40 : les résultats d'identification des alcaloïdes, les tanins et les tanins galliques.....</b>	<b>48</b>
<b>Figure (41) : Spectre infrarouge d'une fibre de paille céréalières (TSF) (brute, pendant et après traitement).....</b>	<b>51</b>

## ***Liste des tableaux***

<b>Tableau 1 : composition globale des grains de céréales (en pourcentage du grain humide).....</b>	<b>05</b>
<b>Tableau 2 : les valeurs nutritionnelles des principales céréales.....</b>	<b>07</b>
<b>Tableau 3 : grandes classes de biopolymère issus du monde végétal.....</b>	<b>20</b>
<b>Tableau (4) : Résultats des absorbances obtenus des solutions filles d'acide gallique....</b>	<b>45</b>
<b>Tableau (5) : les résultats de la mesure du pH. ....</b>	<b>47</b>
<b>Tableau (6) : les résultats identification des composés phénoliques.....</b>	<b>47</b>
<b>Tableau (7) : Résultats du dosage de la cellulose (dosage avec 4 g de NaOH).....</b>	<b>48</b>
<b>Tableau (8) : Résultats du dosage de la cellulose (dosage avec 8 g de NaOH).....</b>	<b>48</b>
<b>Tableau (9) : Résultats du dosage de la cellulose (dosage avec 16 g de NaOH).....</b>	<b>48</b>
<b>Tableau (10) : Les résultats obtenus après séparation d'holocelluloses (dosage avec 16 g de NaOH).....</b>	<b>49</b>
<b>Tableau (11) : Résultats du dosage de la cellulose (dosage avec KOH à 17.34%).....</b>	<b>49</b>
<b>Tableau(12) : récapitulatif de la composition chimique des fibres de paille céréalières (TSF, ASF) après traitement avec 16g/l de NaOH.....</b>	<b>49</b>
<b>Tableau (13) : Teneurs en cellulose, hémicelluloses et lignine avec leurs écarts-types de diverses biomasses lignocellulosiques déterminées par la méthode de Van Soest d'après la littérature .....</b>	<b>50</b>
<b>Tableau (14) : résultats de la conductivité.....</b>	<b>50</b>
<b>Tableau (15) : Principale bandes au spectre infrarouge de la fibre brute.....</b>	<b>51</b>
<b>Tableau (16) : Principale bandes au spectre infrarouge de la fibre après le traitement avec 4g/l de NaOH.....</b>	<b>52</b>
<b>Tableau (17) : Principale bandes au spectre infrarouge de la fibre après le traitement avec 16g/l de NaOH (avant et après séparation d'holocellulose.....</b>	<b>52</b>

## ***Liste des abréviations***

<b>Abréviations</b>	<b>Significations</b>
Abs	Absorbance
ADL	Acide Détergent Lignine
°C	Degré Celsius
C%	Taux de cellulose
H	Heure
TH(%)	Taux d'humidité
W (%)	Taux de cendre
G	Gramme
g/l	Gramme par litre
%	Pourcentage
C	Concentration
F.C	Folin-Ciocalteu
M	Masse
ml	Millilitre
Min	Minute
T	Température
NF	Norme Française
µm	Micromètre
UV	Ultra-violet
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Acide sulfurique
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Bicarbonates de sodium
SPIR	Spectre Infra Rouge
MEB	Microscope électronique à Balayage
FAO	Organisation des nations unis pour l'Agriculture et l'Alimentation
OAF	Orge avec fertilisant
SAF	Seigle avec fertilisant
TAF	Triticale avec fertilisant
OSF	Orge sans fertilisant
ASF	Avoine sans fertilisant
TSF	Triticale sans fertilisant

## ***Introduction générale***

L'Algérie subit depuis un demi-siècle une forte dynamique démographique qui a rompu divers équilibres économiques, sociaux et naturels ce qui a induit une haute pression sur les ressources agricoles disponibles. Résultat, le pays connaît actuellement un déséquilibre important de la balance commerciale agricole, conduisant à une dépendance alimentaire extrêmement forte vis-à-vis de l'étranger, notamment pour les céréales <sup>[1]</sup>.

Aujourd'hui, les céréales constituent l'alimentation de base dans beaucoup de pays en développement, particulièrement dans les pays maghrébins. En Algérie, les produits céréaliers occupent une place très stratégique dans le système alimentaire et dans l'économie nationale.

L'industrie chimique est aujourd'hui fortement dépendante des ressources fossiles, dont elle tire la majorité de ses produits. La raréfaction de ses ressources, la variabilité de leur coût et les enjeux géopolitiques associés poussent les acteurs à envisager des matières premières de substitution, renouvelable, telle que la biomasse. La chimie de végétal constitue ainsi l'un des 12 principes de la chimie verte <sup>[2]</sup>.

De nombreuses agro-industries produisent déjà, à partir d'organes végétaux spécifiques (grains, racines, tiges, etc.), des produits plus ou moins raffinés. Les filières céréalières, betteravières et oléagineuses apparaissent aujourd'hui structurées (industrie de l'amidon pour la fabrication de papiers et carton, ou encore de plastiques biodégradables, industrie de la valorisation des huiles végétales pour la fabrication de biodiésel, lubrifiants, peintures, laques).

Les développements en cours de bioraffineries dites de « seconde génération », qui reposent sur l'utilisation des plantes entières, ouvrent de nouveaux débouchés aux filières dites « lignocellulosiques » (bois, paille, cultures dédiées, mais également déchets d'origine végétale au sens large) pour la valorisation des parois végétales riches en celluloses, hémicelluloses et lignines en biocarburants et intermédiaires de synthèse <sup>[3]</sup>.

En raison de l'importance des produits à base de céréales, plusieurs études ont montrées que les végétaux produisent des métabolites secondaires dans toutes les parties de plantes, mais ils sont distribués différemment selon leurs rôles. Cette distribution varie d'une plante à l'autre <sup>[4]</sup>.

L'extraction de principes actifs à haute valeur ajoutée à partir de la matière végétale, notamment le cas des phénoliques, qui suscitent actuellement beaucoup d'intérêt grâce à leur pouvoir antioxydant, est une étape très importante dans l'isolement aussi bien que dans l'identification des composés phénoliques (Les alcaloïdes, les flavonoïdes, les tanins, les tanins galliques) <sup>[5]</sup>.

L'industrie papetière produit chaque année environ 170 millions de tonnes de pâte à papier. Plus de 95 % de cette pâte est obtenue à partir de bois (conifères essentiellement), le reste à partir de plantes annuelles (paille de céréales). Les produits papetiers (papiers, cartons) sont constitués de « fibres » végétales. Cette dénomination désigne des cellules aux parois cellulosiques, de forme très allongée (1 à 3 mm), présentes dans les tissus conducteurs et de soutien. La trame du papier est constituée de leur enchevêtrement. Jusqu'à la fin du XIXe siècle, les fibres presque exclusivement cellulosiques du coton ou du lin (chiffons) constituaient la matière première du papier produit à l'échelle artisanale. La production de papier à l'échelle industrielle a pu se développer grâce à l'utilisation de fibres disponibles en abondance, c'est-à-dire du bois <sup>[6]</sup>.

Les parois des cellules du bois ou de la paille sont constituées de cellulose (50 % environ), de polysides non cellulosiques plus complexes (regroupés sous le nom générique d'hémicelluloses, 20 à 30 %) et d'un polymère phénolique particulièrement résistant, la lignine (15 à 30 %). Ce polymère hydrophobe est un facteur essentiel de la résistance mécanique des organes érigés (troncs, tiges...) et du bon fonctionnement des tissus conducteurs (il imperméabilise les vaisseaux). Avec les hémicelluloses, la lignine enrobe les chaînes de cellulose associées en microfibrilles, à l'image du ciment noyant l'armature métallique du béton armé. Les cellules du bois ou de la paille adhèrent très solidement les unes aux autres grâce à ce «ciment» phénolique. Pour obtenir la pâte à papier à partir de bois ou de paille, il faut décoller les cellules les unes des autres afin de pouvoir les enchevêtrer. Ce «défibrage» est réalisé en éliminant la lignine par dégradation chimique (obtention d'une pâte à papier chimique) ou en la ramollissant par traitement thermo-mécanique (obtention d'une pâte à papier mécanique). La majorité de la pâte à papier est de la pâte «chimique» obtenue à l'aide de traitements drastiques qui solubilisent lignine et hémicelluloses, en préservant autant que possible les chaînes de cellulose<sup>[6]</sup>.

Le travail que nous présentons, a été réalisé dans : laboratoire commun de chimie Université Mouloud MAMMARI, campus Tamda, Tizi-Ouzou. Laboratoire de Biologie et Nutrition Animale au niveau du département de Biologie Université Mouloud MAMMARI, Tizi-Ouzou. Laboratoire de recherche Chimie Appliqué et Génie Chimique LCAGC Université Mouloud MAMMARI, Tizi-Ouzou.

Notre étude est centrée sur l'élaboration d'un biopolymère à partir d'une charge végétale (pailles céréalières : (orge avec et sans fertilisant, avoine sans fertilisant, seigle avec fertilisant et triticale avec et sans fertilisant). Par le traitement alcalin de différentes concentrations de NaOH (4, 8 et 16%) et le traitement basique avec KOH à 17.34%. Caractérisation par différentes méthodes IR, MEB, conductivité et dosage des polyphénols.

Le travail qui nous été confié s'intitule :

### **«Valorisation des pallies céréalières par un traitement alcalin»**

Ce mémoire est structuré en quatre chapitres :

. Le premier chapitre présente Une étude bibliographique, organisée en deux parties A et B

A : Généralités sur les céréales.

B : Généralités sur les biopolymères.

. Le second chapitre présente les différentes pailles céréalières utilisées dans notre étude.

. Le troisième chapitre est réservé à la partie expérimentale qui présente l'ensemble du matérielles et méthodes appliquées. Suivi d'un quatrième chapitre qui est l'interprétation des résultats obtenus.

Enfin, une conclusion clôturées le mémoire et quelques perspectives pour les études futures.



***Chapitre I***

***Etude Bibliographique***

## A- Les céréales

Les céréales constituent toujours, de loin, la ressource alimentaire la plus importante au monde, à la fois pour la consommation humaine directe et indirecte en tant qu'intrant pour la production animale <sup>[7]</sup>.

La paille est un coproduit des cultures de céréales <sup>[8]</sup>. Les deux principales céréales sont le blé et le riz ; les autres céréales comme le maïs, l'orge, le sorgho, le seigle, l'avoine, le millet et le triticale, sont considérés comme des céréales secondaires. Environ 3/5 des céréales secondaires servent à l'alimentation animale <sup>[7]</sup>.

### A.I Généralités sur les céréales

#### A.I.1 Définition

Les céréales sont des plantes monocotylédones de la famille des poacées (*les graminées*), sauvages ou cultivées, qui produisent des grains comestibles, utilisés principalement en alimentation humaine, souvent moulus sous forme de farine raffinée ou plus ou moins complète <sup>[9]</sup>. Le terme « céréale » désigne aussi par métonymie le grain de ces plantes. Outre l'alimentation humaine, les céréales ont d'autres usages dans l'alimentation animale (sous forme de grains, de paille, de fourrage et d'ensilage), dans l'industrie (alcool éthylique, dérivés de l'amidon, biocarburants, matériaux de construction, etc.). La production mondiale de céréales s'est élevée en 2020 à environ 3 milliards de tonnes. Les cinq céréales principales, qui représentent près de 97% du total, sont le maïs, le blé, le riz, l'orge, et le sorgho (par ordre de tonnage produit mondialement) <sup>[10]</sup>.

#### A.I.2 Historique

L'apparition des céréales dans les écosystèmes date de 2,3 millions d'années (Ma) à en juger par des pollens anciens découverts à Acigöl dans le sud-ouest de l'Anatolie <sup>[11]</sup>.

La consommation de pain est attestée en Jordanie dès 14500 ans <sup>[12]</sup>. A Göbekli Tepe il ya 11600 ans, une civilisation de chasseur-cueilleurs consommait déjà du gruau et de la bouillie produits en grande quantité dans des cuves à partir de céréales sauvages <sup>[13], [14]</sup>.

Leur domestication par les humains a joué un rôle décisif dans la révolution néolithique et le développement de l'agriculture.

### A.1.3 Les céréales comme sources des composés phénoliques

#### I.3.1 Les principaux groupes de céréales

Il existe trois grands groupes de céréales <sup>[15]</sup> :

- Un premier grand groupe formé par le blé, l'orge, le seigle et l'avoine.
- Un deuxième grand groupe formé par le maïs.
- Un troisième grand groupe ordonné autour du riz <sup>[16]</sup> :

Le blé il y a deux types de blé : blé dur (*Triticum durum*), blé tendre (*Triticum aestivum*) et l'orge (*Hordeum vulgare*).

La figure ci-dessous représente la phylogénie de la famille des graminées :

#### I.3.2 Caractères botaniques

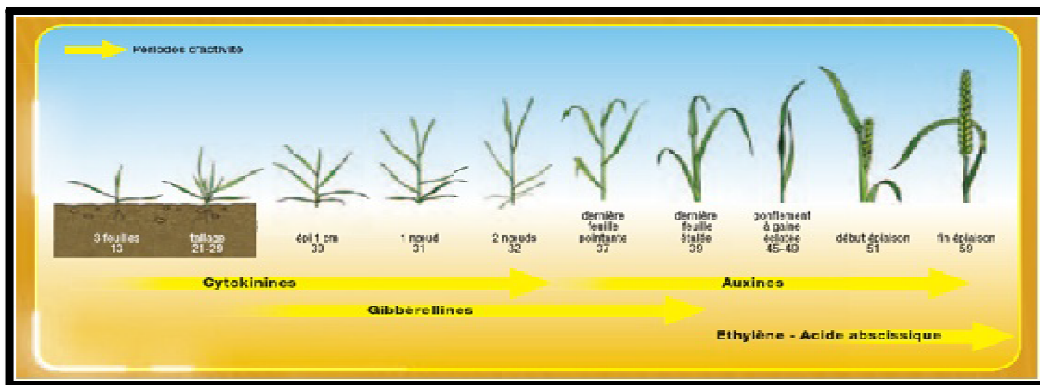
Ce sont des plantes herbacées qui poussent en touffes, elles sont constituées par les racines, les feuilles, la tige et 1 épi dans lequel sont contenues les graines.

Ces céréales ont un cycle évolutif qui se divise en trois grandes périodes (période végétative, période reproductrice et période maturation) <sup>[17]</sup>.

## 1- Le cycle de développement

### ▪ La période végétative

- ❖ **La germination** : correspond à l'entrée de la semence en vie active et au tout début de croissance de l'embryon.
- ❖ **La levée** : cette période est caractérisée par le nombre de feuilles de la jeune plante et leur stade de développement <sup>[18]</sup>.
- ❖ **Le tallage** : le début du tallage est marqué par l'apparition de l'extrémité de la première feuille de la talle latérale puis d'autres talles naissent successivement, forment un plateau du tallage situé juste au niveau du sol. Le fin tallage est celle de la fin de la période végétative, elle marque le début de la phase reproductive <sup>[19]</sup>.



**Figure 1** : Le cycle de développement des céréales <sup>[20]</sup>.

### ▪ La période reproductive

- ❖ **La montaison** : ce stade est repérable une fois l'ébauche de l'épi du brin maître, atteint 1 cm de hauteur. Cette phase s'achève une fois l'épi prend sa forme définitive à l'intérieur de la graine de la feuille étendard qui gonfle (stade gonflement) <sup>[18]</sup>.
- ❖ **L'épiaison** : est la période allant de l'apparition des premiers épis jusqu'à la sortie complète de tous les épis hors de la graine de la dernière feuille <sup>[18]</sup>.
- ❖ **La floraison** : est la sortie des premières étamines hors des épillets au milieu de l'épi sur 50% des épis la formation du grain se fait quant les grains du tiers moyen de l'épi parviennent à la moitié de leur développement. Ils se développent en deux stades :
  - Le stade laiteux ou le grain vert clair, d'un contenu laiteux atteint cette dimension définitive ; (le grain contient encore 50% d'humidité et le stockage des protéines touche à sa fin)
  - Le stade pâteux ou le grain, d'un vert jaune, s'écrase facilement. (le grain a perdu son humidité et l'amidon a été constitué)
- ❖ **La maturité complète** : la teneur en humidité atteint 20% ; le grain est mur et prêt à être récolté, c'est alors la période des moissons.

### I.3.3 Biochimie des céréales

Les grains des céréales sont constitués de cellulose et de toutes les substances nécessaires au développement du germe <sup>[21]</sup>.

**Tableau1** : composition globale des grains de céréales (en pourcentage du grain humide).

Espèces	Eau	Amidon et petits glucides	Protides	Lipides	Cellulose hémicellulose et pentosanes	Minéraux
Avoine	13	53	11.7	5.3	14.0	3.0
Blé	14	65	12.5	1.7	4.9	1.9
Mais	14	60	10.0	5.0	10.0	1.0
Orge	15	60	10.0	2.1	10.2	2.6
Seigle	15	63	11.5	1.7	6.8	2.0
Triticale	14	64	12.5	1.7	5.8	2.0

On a deux phases de métabolisme au niveau des céréales : le métabolisme primaire et le métabolisme secondaire à l'issue desquels résultent les groupes moléculaires différents <sup>[22]</sup>.

### a) Molécules issues du métabolisme primaire

Il s'agit des : glucides, lipides et protides <sup>[23]</sup>,

- **L'eau**

D'après GODON et WILLM (1998), les grains de céréales sont particulièrement déshydratés. Leurs teneur en eau est aux environs de 14% (tableau 1) du fait de leurs fonctions, d'abord protectrice de l'embryon, puis ensuite nourricières de la jeune plante.

- **Les glucides**

Les glucides ou source se présentent sous la forme de quelques sources simples, mais surtout de composé plus ou moins complexes de ces même sources simple tels que le glucose et le pentose. Le plus important est l'amidon qui est la substance énergétique par excellence, facilement digestible, et la cellulose qui est un glucide complexe.

- **Les protides et les protéines**

Ce sont des composés azotés que l'on rencontre sous forme simple (acide aminés) et sous forme plus complexe (protéines). La teneur en protéines des céréales varie suivant les espèces, 12% pour le blé 11% pour l'orge et seulement 10% pour le maïs. Certains de ces acides aminés, telle la lysine, sont indispensables pour l'alimentation humaine et animale (substances nécessaire à la croissance).

- **Les lipides**

Ce sont les matières grasses. Dans les céréales elles sont fortement concentrées dans le germe.

### b) Molécules issues du métabolisme secondaire

Il s'agit des composés phénoliques qui correspondent à un vaste ensemble de molécules ayant en commun un noyau benzénique portant un ou plusieurs hydroxyles libres ou engagés dans une autre fonction. Ces molécules sont spécifiques des végétaux et notamment des angiospermes.

Les composés phénoliques interviennent dans différents aspect de la vie de la plante. Ils sont impliqués dans la physiologie de la plante (lignification, interaction symbiotiques...), et

dans ses mécanismes de défense (interactions biotiques et abiotiques). Ils sont particulièrement intéressants par leurs propriétés antioxydant<sup>[24]</sup>.

## **A.I .4 Importance économique des céréales**

### **I.4.1 Dans le monde**

Les prévisions de l'organisation des nations unie pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) concernant la production mondiale de céréales en 2022 ont été revues à la baisse, selon son dernier bulletin sur l'offre et la demande de céréales.

« Etablie à 2774 millions de tonnes, la production mondiale de céréales pour 2022 à été abaissée de 17,2 millions de tonnes depuis le précédent rapport publié en juillet et l'on s'attend à présent à un recul de 1,4 % (38,9 millions de tonnes) en glissement annuel », précise l'organisation onusienne dans son document.

La plus grande partie de cette révision à la baisse est à mettre au compte des céréales secondaires, explique la Fao.

En effet, elle prévoit une baisse de 16% des rendements du maïs dans l'Union européenne par rapport à la moyenne quinquennale, compte tenue des conditions météorologiques exceptionnellement chaudes et sèches.

En revanche, l'organisation a relevé ses prévisions concernant la production mondiale de blé par rapport au dernier rapport de juillet, lesquelles ont été portées à 777 millions de tonnes (soit une baisse négligeable par rapport à 2021) au vu de la récolte record attendue en Fédération de Russie et des conditions météorologiques favorables en Amérique du Nord.

La production mondiale de riz devrait reculer quant à elle de 2,1% par rapport à son niveau record atteint en 2021.

On estime à présent que l'utilisation mondiale de céréales en 2022-2023 devrait atteindre 2792 millions de tonnes, tandis que les stocks mondiaux de céréales à la clôture des campagnes de 2023 devraient se contracter de 2,1% et s'établir à 845 millions de tonnes.

Le rapport stocks / utilisation de céréales au niveau mondial devrait donc légèrement reculer et s'établir à 29,5 pour cent (contre 30,9% en 2021-2022), un niveau encore relativement élevé du point de vue historique, selon la FAO.

S'agissant des échanges mondiaux de céréales, ils devraient réfléchir de 1,9% en 2022-2023 (juillet-juin) par rapport à la période précédente et atteindre 469,6 millions de tonnes<sup>[25]</sup>.

### **I.4.2 En Algérie**

L'Algérie est l'un des plus grands consommateurs de blé au monde. Les importations algériennes de blé devraient atteindre, en 2023, 8,3 millions de tonnes. C'est ce que vient rapporter le département américain de l'Agriculture, en ce mois de février 2023. Ce chiffre représente le volume d'importation de blé le plus élevé depuis 2016-17. Cela représente presque 1 million de tonnes de plus comparativement à l'année précédente (2022)<sup>[26]</sup>.

La production céréalière de l'Algérie devrait connaître une amélioration durant la campagne 2022/2023, et ce, grâce à une amélioration des conditions météorologique avec une bonne pluviométrie qui devrait marquer la nouvelle saison agricole. Ainsi, selon les prévisions de l'USDA, l'Algérie produira durant la campagne 2022/2023, 3,3 millions de tonnes de blé et 1,2 million de tonnes d'orge.

Le Département américain a indiqué que si ces prévisions se maintiennent, il prévoit une augmentation de 38% de la production céréalière durant la saison 2022/2023, par rapport à la précédente campagne marquée par le manque de pluviométrie et la sécheresse, avec une récolte de 2,4 millions de tonnes. Il prévoit également qu'à une amélioration du rendement qui devrait passer à 1,5 tonne/hectare contre 1,2 tonne/ha précédemment.

Récemment, le Gouvernement a fait savoir que la production algérienne de céréales s'élève actuellement à 41 millions de quintaux (4,1 millions de tonnes) pour la campagne 2021/2022. La collecte étant toujours en cours, la production est appelée à augmenter.

Concernant la consommation de blé, le département américain a souligné que l'Algérie est l'un des plus grands consommateurs au monde. A ce propos, l'USDA prévoit une consommation de 11,15 millions de tonnes durant la campagne de commercialisation 2022/2023.

Pour ce qui est de l'orge, utilisé principalement pour l'alimentation de bétail, la même source prévoit une consommation de 1,95 million de tonnes durant la même saison agricole [27].

## A.I.5 Valeurs nutritionnelle

**Tableau 2 :** les valeurs nutritionnelles des principales céréales [28].

Analyse nutritionnelle de différentes céréales (pour 100 g)									www.aquaportail.com					
Max Min	Énergie (kJ)	Protéines (g)	Lipides (g)	Glucides (g)	Calcium (mg)	Fer (mg)	Potassium (mg)	Magnésium (mg)	Vitamines					
									B 1 (mg)	B 2 (mg)	B 6 (mg)	E (mg)	Acide folique (mg)	B 3 (mg)
Épeautre	1340	11,5	2,7	69,0	22	4,2	447	130	0,40	0,15	0,27	1,6	0,03	6,9
Orge	1430	11,0	2,1	72,0	38	2,8	444	119	0,43	0,18	0,56	0,67	0,065	4,8
Avoine	1530	12,5	7,1	63,0	79,6	5,8	355	129	0,52	0,17	0,75	0,84	0,033	1,8
Millet	1510	10,5	3,9	71,0	25	9,0	215	170	0,46	0,14	0,75	0,1	0,01	4,8
Maïs	1498	9,0	3,8	71,0	15	1,5	330	120	0,36	0,20	0,40	2,0	0,026	1,5
Riz	1492	7,5	2,2	75,5	23	2,6	150	157	0,41	0,09	0,67	0,74	0,016	5,2
Seigle	1323	8,8	1,7	69,0	64	5,1	530	140	0,35	0,17	0,29	2,0	0,14	1,8
Blé	1342	11,5	2,0	70,0	43,7	3,3	502	173	0,48	0,24	0,44	1,35	0,09	5,1

Chaque céréale dispose d'une valeur nutritionnelle propre ; les céréales contiennent généralement :

- Grande quantité de glucides, environ 58 à 72%, comme l'amidon ;
- Faible quantité de protéines, allant de 8 à 13% ;
- Lipides dans une petite proportion (2 à 5%), à partir du germe, vous pouvez extraire l'huile végétale de certaines céréales ;
- Sels minéraux ;
- Fibre, 2 à 11%. L'orge, l'avoine et le sorgho sont ceux qui en contiennent le plus ;
- Quelques vitamines du groupe B (vitamine B, acide), en petite quantité ;
- La graine est entourée d'une cuticule composée principalement de cellulose, le son [28].

## A.I.6 La paille des céréales

La paille est la partie de la tige (ou chaume) de certaines graminées, dites « céréales à paille » (blé, orge, avoine, seigle, triticale, riz), coupée avec l'épi à la moisson. C'est le plus souvent un coproduit de la production de grains. La paille peut être soit enfouie sur place comme amendement organique, soit enlevée et « exportée » hors de la parcelle pour d'autres utilisations. La partie de la tige, de faible hauteur, restant plantée au sol constitue le chaume ou éteule. En France, elle est principalement produite dans les régions céréalières [29].

### I.6.1 Les différentes parties de la tige

La tige est la structure qui forme l'élément essentiel du système radicalaire, qui se compose d'une suite de nœuds et d'entre-nœuds. Elle possède généralement une forme cylindro-conique, quadrangulaire ou bien triangulaire. Son sommet est composé par un bourgeon, qui est qualifié de terminal (apical) à cause de sa position. Sur les côtés de la tige, au niveau des nœuds, se remarquent d'autres bourgeons dits axillaires. Ces bourgeons sont destinés à assurer la ramification de la tige<sup>[30]</sup> (figure2)

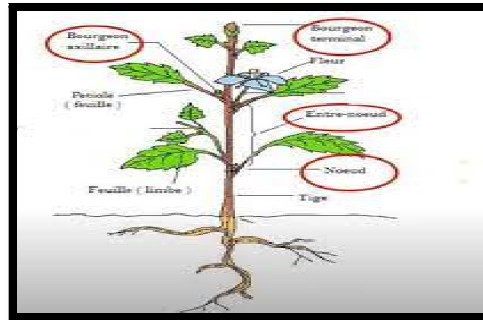


Figure 2 : Les différentes parties de la tige

### I.6.2 Structure anatomique de la tige

Ce qui caractérise la tige de point de vue anatomique c'est principalement la disposition du xylème et du phloème, ils ne s'alternent pas comme c'est le cas de la racine mais ils sont superposés.

- Le xylème est interne (qui tend vers le centre) montre une différenciation centrifuge (le protoxylème près du centre et le métaxylème près de la périphérie).
- Le phloème est externe (qui va vers la périphérie) et on observe un parenchyme médullaire important ainsi qu'une présence de tissus de soutien.

Une coupe transversale d'une tige jeune montre l'existence de plusieurs zones (figure 3-4)

#### -Epiderme

Ce dernier se compose d'une seule assise (couche) de cellules alignées côte à côte (jointives ou juxtaposées) à paroi peu épaisse, dépourvue de chloroplastes, on peut remarquer des stomates de temps en temps (cuticule), ils permettent des échanges gazeux entre le milieu extérieur et la tige.

#### -Ecorce (parenchyme cortical)

C'est un tissu composé de cellules plus grosse et moins bien organisées (présence de méats). Il est le siège de la photosynthèse dont les cellules de la périphérie renferment des chloroplastes mais leur nombre diminue au fur et à mesure qu'on s'enfonce vers l'intérieur. Il peut servir aussi de réserve à la plante. Souvent on trouve au dessous un parenchyme lignifié. C'est le sclérenchyme. Dans les organes jeunes, on trouve le collenchyme mais parfois, on peut rencontrer des cellules de collenchyme avant le parenchyme cortical.

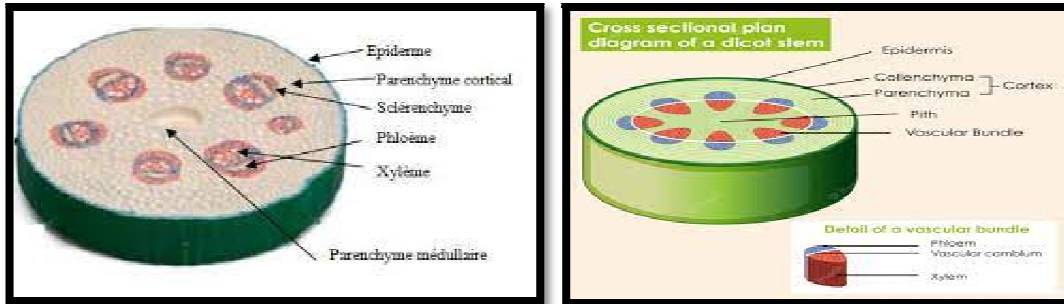
#### -Cylindre central

Il est situé sous l'écorce et réunit dans un parenchyme médullaire, des faisceaux cribrovasculaires (faisceaux libéro-ligneux) répartis sur un même cycle, présenté sous forme de tissus conducteurs rassemblés en amas superposés de xylème et de phloème dont le xylème est dirigé vers le centre de la tige, coiffé vers l'extérieur par le phloème. Chaque faisceau cribrovasculaires est surmonté d'un petit massif de sclérenchyme.

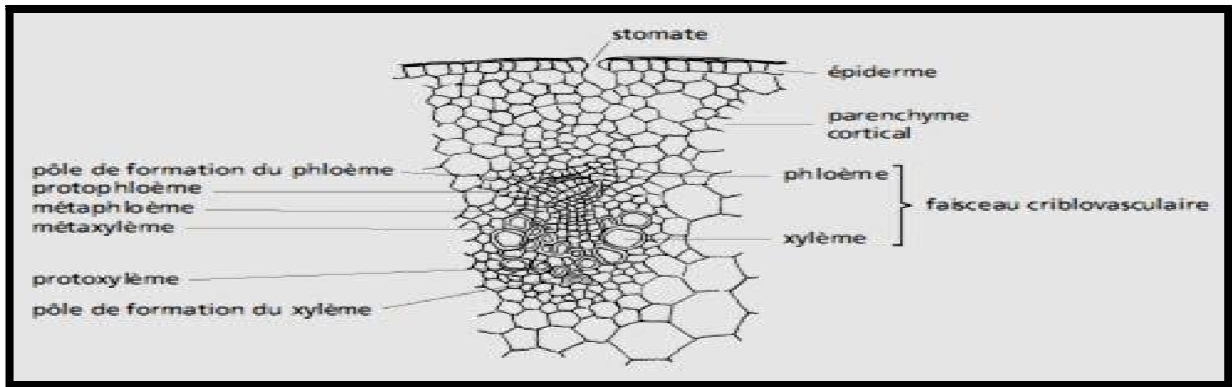
Le xylème montre une différenciation centrifuge dont protoxylème près du centre (apparaît quand la croissance de la tige est terminée). Les diamètres des cellules de xylème ne sont pas identiques, ils diminuent au fur et à mesure que l'on se rapproche du centre (le protoxylème à petit diamètre près du centre et le métaxylème et métaphloème. La différenciation du phloème est centripète dans la tige.

**-Moelle**

La moelle de la tige ou zone médullaire, contient des parenchymes de réserve [31].



**Figure 3 :** Schéma d'une coupe transversal dans une tige

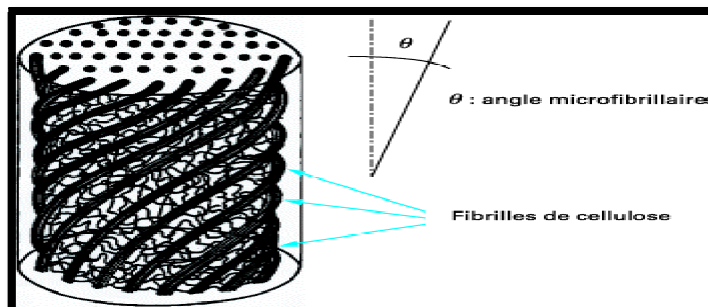


**Figure 4 :** Schéma d'une partie d'une coupe transversal dans une tige.

**A.I.7 Les fibres végétales**

**I.7.1 Définition des fibres végétales**

D'une manière simplifiée, une fibre végétale peut être assimilée à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose [32] (figure5). La matrice est principalement composée d'hémicellulose et de lignine. Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice suivant un angle nommé angle microfibrillaire.



**Figure 5 :** Schéma de la structure d'une fibre végétale [33].

Habituellement, dans un matériau composite, le taux de renfort et l'orientation des fibres conditionnent les caractéristiques élastiques et à rupture. De même, dans une fibre

végétale, les propriétés physiques des fibres naturelles sont principalement déterminées selon la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage de cellulose, l'angle microfibrillaire, la section et le degré de polymérisation [34].

### I.7.2 Présentation des fibres végétales

Les fibres naturelles peuvent être classées en fonction de leurs origines : animales, végétales ou minérales.

Elles peuvent être subdivisées en trois groupes :

- fibres provenant des poils séminaux de graines (coton, kapok),
- fibres libériennes extraites de liber de plantes (lin, chanvre, jute, ramie),
- fibres extraites de feuilles (sisal, abaca), d'enveloppes de fruits (noix de coco)
- ou fibres dures extraites des tiges de plantes.

De nombreuses variétés de fibres provenant du liber (tige) sont utilisées aussi bien pour la confection d'étoffes raffinées que pour la fabrication de cordages. Outre le lin, extrait de la tige de chanvre, le jute et la ramie sont utilisés pour la fabrication de tissus plus grossiers, de cordes et de ficelles. Ces fibres sont les plus utilisées dans les composites polymères grâce à leur résistance mécanique élevée et des propriétés spécifiques.

Parmi les fibres provenant de graines, seuls le coton et le kapok ont une valeur commerciale. Le coton est la fibre la plus utilisée. Il se prête à une grande diversité d'applications, notamment dans la fabrication d'étoffes. En revanche, le kapok, ne peut être filé, convient au capitonnage et au rembourrage. Il est très léger et flotte. Il est utilisé pour les gilets de sauvetage, même s'il est désormais largement remplacé par d'autres matériaux.

D'autres types de fibres végétales présentent une utilité limitée : cas des fibres extraites d'enveloppes de fruit (noix de coco).

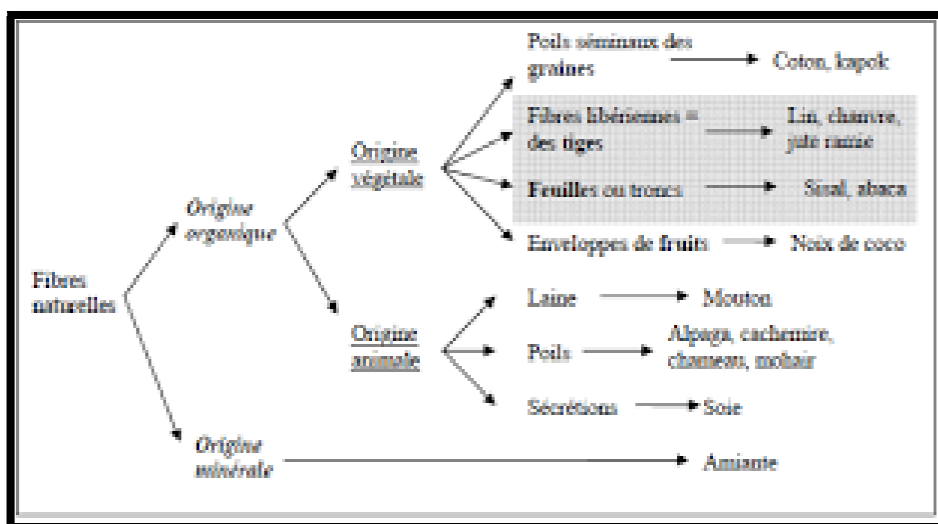


Figure 6 : Les différents types de fibres naturelles [35].

### I.7.3 Structure de la fibre végétale

D'une manière plus détaillée, une fibre végétale est assimilable à un empilement de plis composites dont la structure détaillée est constituée d'une paroi primaire et d'une paroi secondaire, elle-même constituée de trois couches : S1, S2, S3. La couche S2 est la plus épaisse et conditionne le comportement de l'ensemble de la fibre. Cette structure confère au matériau un caractère anisotrope marqué.

Les parois primaire et secondaire contiennent une armature formée de microfibrille de cellulose, dans une matrice contenant des hémicelluloses et de la lignine. Les microfibrilles

sont de longues molécules de cellulose, polymère linéaire de glycopyranose (glucose cyclique). Les microfibrilles de cellulose présentent des zones cristallines et des zones amorphes. Les hémicelluloses sont des polymères ramifiés de sucre. La lignine est un polymère tridimensionnel de nature phénolique <sup>[33]</sup>.

Dans une plante, les fibres sont généralement assemblées sous forme de faisceau, d'où leurs formes polygonales. Entre ces fibres, on trouve une lamelle moyenne, constituée de pectine, une substance amorphe, qui réunit fortement les parois cellulaires contiguës <sup>[36] [37]</sup>.

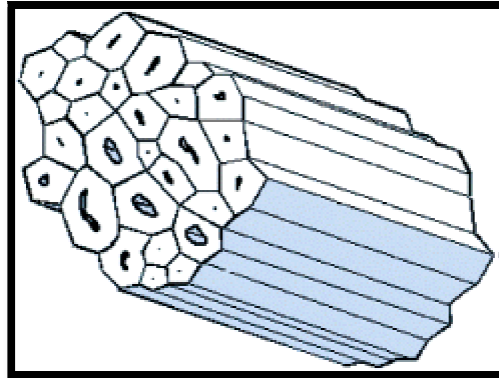


Figure 7 : Faisceau de fibres <sup>[33]</sup>.

Concernant la composition des différentes parois, la paroi primaire renferme de la cellulose dans une proportion estimée de 8 à 14 %. Les microfibrilles sont enchevêtrées et forment un maillage lâche. Elles sont disposées dans une matrice de composition très analogue à la pectine de la lamelle moyenne. En effet, il y a continuité entre la matrice et la lamelle moyenne. La paroi primaire est très élastique, elle se laisse détendre et déformer. Elle peut ainsi suivre l'augmentation de taille de la cellule en croissance.

La paroi secondaire renferme nettement plus de cellulose que la paroi primaire. Les fibrilles de cellulose sont orientées parallèlement suivant un angle (angle microfibrillaire) par rapport à l'axe longitudinal de la fibre. Cette texture spiralée est le type le plus fréquent ; on la rencontre dans les fibres de lin, du chanvre et les fibres ligneuses.

Dans les zones amorphes, désordonnées, l'eau peut pénétrer, d'autant plus qu'elle est étroitement associée aux hémicelluloses, dont la capacité d'absorption d'eau est encore plus importante que celle de la cellulose. L'absorption d'eau écarte les chaînes de cellulose et produit un gonflement. Un départ d'eau, au contraire, provoque le rapprochement des chaînes de cellulose et un retrait. Après séchage et stockage dans des conditions industrielles, les fibres végétales contiennent environ 10 % d'eau.

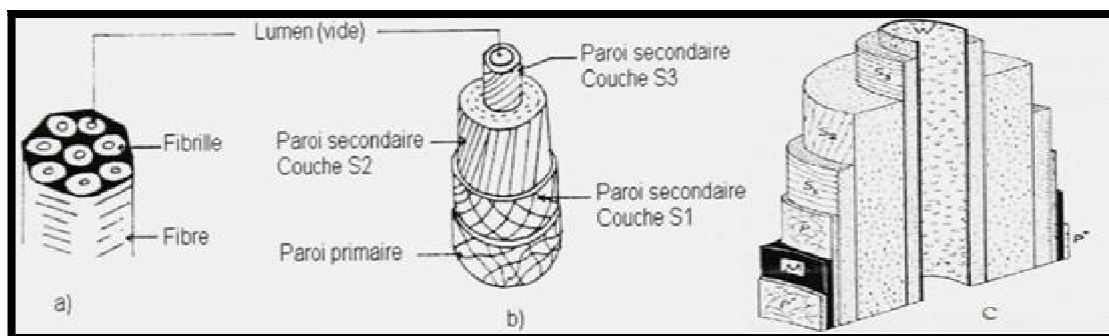


Figure 8 : Représentation schématique d'une: a) fibre; b) cellule; c) section de la cellule <sup>[38]</sup>.

## **I.7.4 Utilisation des fibres végétales : avantages et inconvénients**

Outre l'avantage direct de réduire l'impact négatif sur l'environnement au stade de la fabrication, un composite renforcé par des fibres naturelles contribue également au respect de l'environnement.

Les fibres naturelles sont étudiées en vue de leur utilisation comme renforts des plastiques et de tirer profit des atouts particuliers qu'offrent chacune d'elles.

Par comparaison avec les fibres de verre, elles offrent néanmoins des avantages certains tels que :

- faible densité,
- non abrasives par rapport aux fibres de verre (longévité de l'outillage)
- des propriétés spécifiques élevées,
- facilement recyclables,
- moins fragiles que les fibres synthétiques (mise en œuvre faciles courbures)
- biodégradables,
- large gamme de variétés disponibles et renouvelables à travers le monde,
- génération d'emplois dans le monde rural),
- faible consommation d'énergie,
- coût de revient limité,

Cependant, pour différentes applications, ces matériaux doivent être spécialement traités par rapport :

- à l'homogénéité des propriétés des fibres
- au degré de miniaturisation et le dégommeage
- au degré de polymérisation et de cristallinité
- à la bonne adhésion fibre/matrice
- à la résistance à la pénétration de l'humidité
- au comportement au feu.

## **1.7.5 Composition chimiques des fibres des pailles céréalières**

Les fibres végétales, dites encore fibres lignocellulosiques, sont principalement composées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine <sup>[39]</sup>. Leurs teneurs varient d'une espèce à une autre. Pour le même type de fibre, la composition chimique dépend de l'état de la maturité de l'espèce, de l'organe de provenance de la fibre, des conditions climatiques et des conditions d'extraction utilisées pour l'obtention des fibres <sup>[40] [41]</sup>.

Les fibres végétales sont constituées également d'extractibles, de protéines, de lipides et de matières minérales mais en proportions relativement réduites.

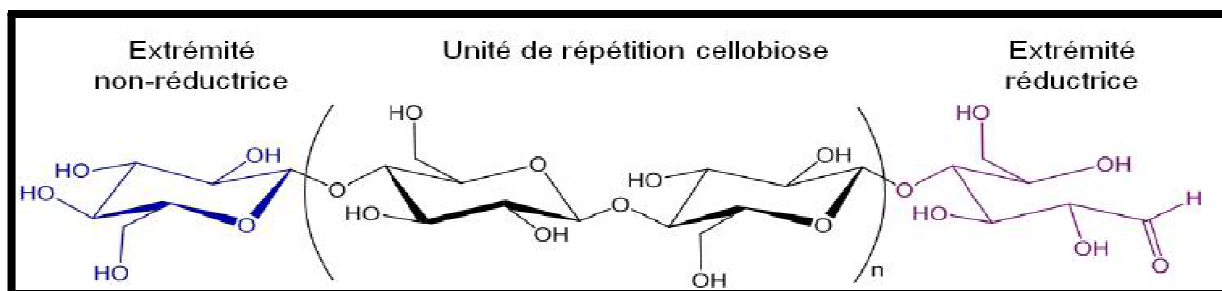
### **➤ La cellulose**

La cellulose est le polymère le plus abondant produit dans la biosphère. Elle est une matière organique renouvelable. Elle représente plus de la moitié de la biomasse. Sa production annuelle est estimée à plus de  $7,5 \times 10^{10}$  tonnes. C'est une substance fibreuse, rigide et insoluble dans l'eau dont le rôle est de conserver la structure des murs cellulaires d'une plante. La cellulose est le constituant principal des parois des cellules des plantes. Elle fournit la contribution majeure de la résistance mécanique des végétaux <sup>[42]</sup>. Elle est

découverte et séparée pour la première fois en 1838 par Anselme Payen. En 1977, la botaniste Katherine Esau représente sa structure dans un travail sur l'anatomie des plantes.

La cellulose est un polysaccharide de formule empirique  $(C_6H_{10}O_5)_n$  composé de chaînes linéaires de (1 à 4)  $\beta$ -glucose (unités monomères de glucose se répétant). Chaque unité de glucose (AGU, unité anhydroglucose) a pour formule brute  $(C_6H_{10}O_5)$  et mesure 0,515nm.

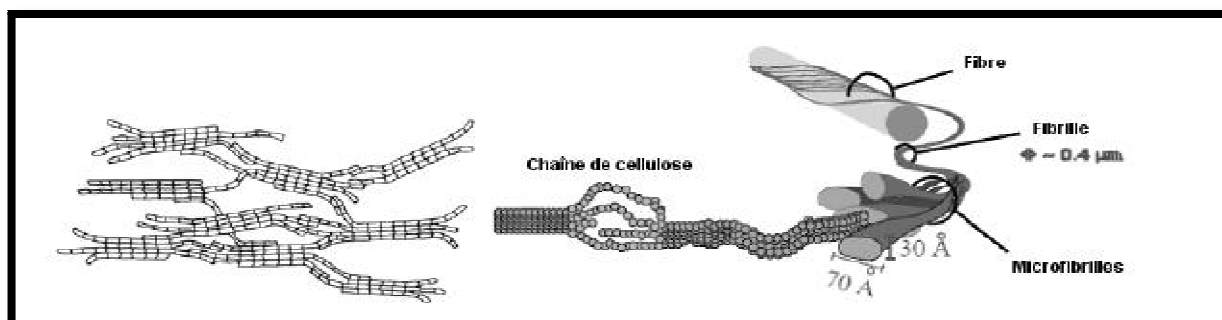
Son degré de polymérisation DP, qui est le nombre de molécules de glucose, dépend de l'espèce végétale. L'association de deux glucoses en conformation chaise liés en  $\beta$ 1-4 par une liaison covalente et tournés de  $180^\circ$  l'un par rapport à l'autre forme la cellobiose (Figure 9).



**Figure 9 :** Représentation de la chaîne de cellulose <sup>[42]</sup>.

La phase amorphe de cellulose admet un grand nombre de groupement hydroxyyles qui peuvent former des liaisons hydrogène avec d'autres molécules comme l'eau <sup>[43]</sup>.

Dans la phase cristalline, la formation d'un grand nombre de liaisons hydrogène intra et intermoléculaires donne à la cellulose la résistance aux solvants et la stabilité à haute température qui empêche la fusion. L'existence de ces nombreuses liaisons est responsable de la formation de structures supramoléculaires. Cette structure naturelle de la cellulose consiste en des microfibrilles composées de 30 à 40 chaînes de cellulose, dont l'agrégation forme des fibrilles puis des fibres rigides (Figure 10).



**Figure 10 :** organisation de la structure fibrillaire de la cellulose <sup>[43]</sup>.

La structure cristalline de la cellulose décrite par plusieurs variétés polymorphique.

Par diffraction des rayons X, on distingue quatre structures cristallines différentes nommées de 1 à 4 <sup>[44]</sup>. La cellulose sous sa forme naturelle ou cellulose native est nommée cellulose 1. La diffraction des rayons X et la spectrométrie infrarouge déterminent sa structure cristallographique qui est une maille monoclinique. Cette dernière possède deux chaînes de cellulose disposées parallèlement à l'axe b, de sens opposées le long de l'axe des fibres (Figure 8).

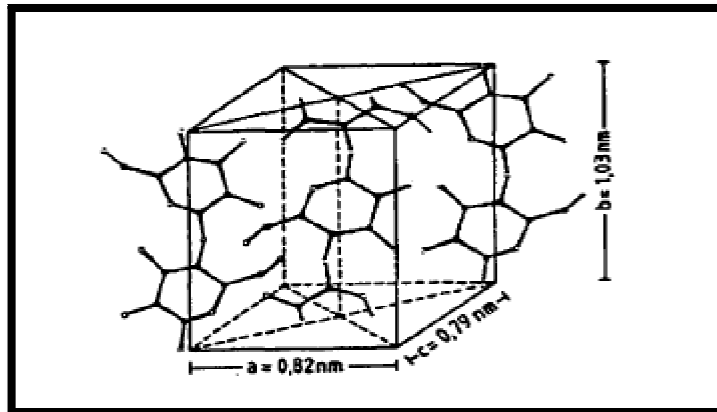


Figure 11 : Maille cristalline de la cellulose [44].

➤ **L'hémicelluloses**

Les hémicelluloses sont des polysaccharides complexes de faible poids moléculaire soluble en milieu alcalin. Par extension, on appelle également hémicellulose tout polysaccharide présent dans la paroi végétale n'étant ni cellulose, ni substance pectine. Parmi eux, on retrouve les xylanes, les mannanes, les arabinanes, les galactanes, et les glucanes.

Ce sont des polymères mixtes d'oses neutres associés à des oses acides comme l'acide glucuronique ou l'acide methylglucuronique méthylyé au niveau du C4. Les hémicelluloses forment une classe de polymères très variés (de nombreux monomères et de nombreux branchements différents) et donc mal définis. La classe la mieux étudiée correspond aux xyloglucanes. Ils sont constitués d'une chaîne principale composée d'unités glucose liées en  $\beta$ - (1-4) et de courtes chaînes latérales composées de xylose, galactose et fucose. Les hémicelluloses sont présents dans le bois à hauteur de 25 %. Avec leur possibilité de création de liaisons hydrogènes, ils jouent un rôle fondamental dans le maintien d'une architecture pariétale organisée en liant les fibrilles de cellulose entre elles [45].

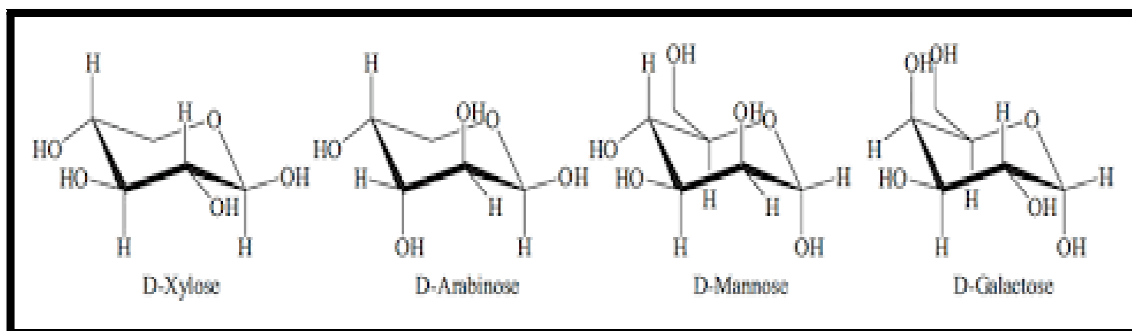


Figure 12 : Principaux glucides constituant les hémicelluloses [45].

➤ **La lignine**

La lignine est la seconde substance présente sur la terre après la cellulose. Elle sert d'agent complexant pour les minéraux et aide à la conservation de l'humidité dans les plantes. La lignine est responsable de la rigidité et de la dureté des bois et plantes.

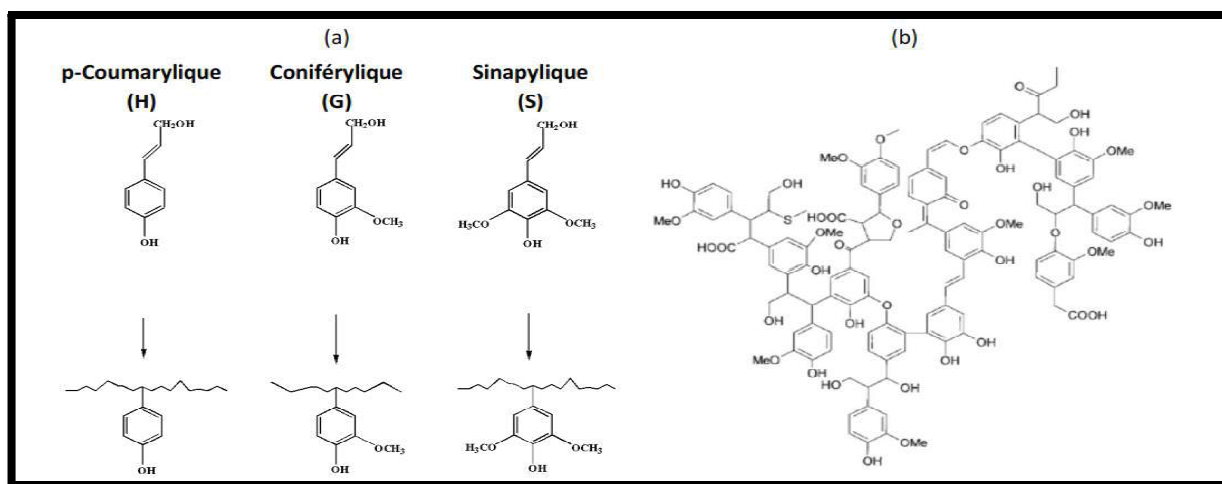
Peu sensible à la dégradation biologique, elle crée une barrière morphologique à la pénétration et à la progression des agents pathogènes, et contribue à la protection naturelle des végétaux contre certaines attaques parasitaires.

La lignine est un hétéro polymère tridimensionnel résistant et formé de monomère de type phénylpropane, non hydrolysable. Les trois cycles aromatiques les plus fréquents dans sa structure sont les alcools sinapylique, coniférylique, et coumarylique

La lignine n'a pas de point de fusion, elle se ramollit entre 100 et 200°C. Elle se décompose à partir de 270°C. Comme pour tous les polymères, la température de transition vitreuse de la lignine est affectée par la présence de petites molécules d'eau et par sa structure.

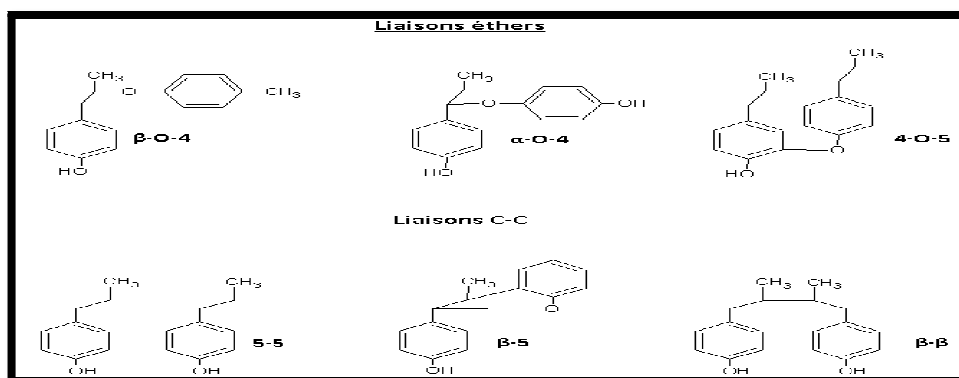
Parmi les lignines, les Krafts sont très utilisées comme agents émulsifiants à cause de leurs propriétés tensioactives et de leurs affinités chimiques.

Les lignosulfonates sont plus employés comme additifs dans les adhésifs comme les colles pour papiers et panneaux de particules pour améliorer la résistance à la traction transversale [45].



**Figure 13 :** (a) principaux monomères de la lignine ; (b) structure de la lignine issue du procédé papetier [46].

Les nombreux types de liaison inter monomérique qui existent entre les diverses unités phénylpropanes (Figure 12) rendent la structure de la lignine encore plus complexe. Les plus rencontrés sont les liaisons phényl-coumarane ( $\beta$ -5), les liaisons résinol ( $\beta$ - $\beta$ ), les liaisons biphenyle (5-5), les liaisons labiles  $\beta$ -O-4 alkyl-aryl éther. On peut citer également les liaisons diaryl éther (4-O-5) et benzyl-aryl éther ( $\alpha$ -O-4).



**Figure 14 :** Principaux types de liaisons rencontrées dans la lignine.

## ➤ Les extractibles (matières organiques)

Ce sont des composés chimiques constitutifs de la paroi cellulaire. Ils renferment essentiellement des matières grasses, d'acides gras, d'alcools gras, des phénols, des terpènes...etc. Ils peuvent être extraits par différents types de solvant<sup>[47]</sup>.

## ➤ Les composés phénoliques

Les composés phénolique ou polyphénols sont des métabolites secondaires caractérisés par la présence d'un cycle aromatique des groupements hydroxyles (OH) libres ou engagé avec un glucide. Ils sont présents dans toutes les parties des végétaux supérieurs (racines, tiges, feuilles, fleurs, pollens, fruits, graines et bois) et sont impliqués dans de nombreux processus physiologique comme la croissance cellulaire, la rhizogenèse, la germination des grains ou la maturation des fruits<sup>[48]</sup>.

Les métabolites secondaires ne sont pas essentiels à la croissance et au développement de base de plantes, mais ils peuvent jouer différents rôles pour la survie du végétal lui-même : rôle de résistance<sup>[49]</sup>.

Les polyphénols prennent une importance croissante, notamment grâce à leur effet bénéfique sur la santé<sup>[50]</sup>.

Les composés phénoliques sont divisés en plusieurs catégories : les alcaloïdes, les flavonoïdes, les tanins et les tanins galliques.

### ▪ Les alcaloïdes

Ils sont des composés organiques cycliques comportant un ou des atomes d'azotes de degré d'oxydation négatif, chez les plantes, ces composés agissent soit comme agent protecteur contre les champignons, les insectes ou encore les herbivores, soit comme source d'azote nécessaire au développement de la plante, ou comme agents de régulation de la croissance similaires aux hormones ou comme agents protecteurs du rayonnement UV<sup>[51]</sup>.

### ▪ Les flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des molécules d'origine végétale. Il s'agit de pigments donnant la coloration aux fleurs, fruits et certains cas aux feuilles<sup>[52]</sup>.

Les flavonoïdes sont des dérivés benzo-γ-pyrane. Leur structure de base est celle d'une diphenyl propane à 15 atomes de carbone C6-C3-C6, constitué de deux noyaux aromatiques qui désignent les lettres A et B, relié par un hétérocycle oxygéné, qui désigne la lettre C<sup>[53]</sup>. Ils interviennent dans la pigmentation des fleurs et dans les processus de défense contre le rayonnement UV, les herbivores et les attaques microbiennes.

### ▪ Les tanins

Les tanins sont des composés phénoliques très abondants chez les angiospermes, les gymnospermes (tanins condensés) et les dicotylédones (tanins hydrolysables). Ces composés ont la capacité de se combiner et de précipiter les protéines. Le terme tanins vient de la source de tanins utilisée pour le tannage des peaux d'animaux en cuir. Dans ce processus les molécules de tanins se lient aux protéines par des liaisons résistantes aux attaques fongiques

et bactériennes. Le poids moléculaire des tanins varie entre 500 et 2000 K Da (3000 pour les structures les plus complexes) <sup>[54]</sup>.

- **Les tanins galliques**

Ils sont des esters de l'acide gallique et de glucose. Il faut cependant remarquer que les monos et les digalloylglucoses ne présentent pas les propriétés classiques des tanins, leur masse moléculaire étant trop faible. Ces propriétés, en particulier l'aptitude à précipiter les protéines, sont le fait des triesters et de leurs homologues supérieurs <sup>[55]</sup>.

- **Les cendres (matières minérales)**

C'est les résidus en sel minéraux et en matière inorganique obtenue après combustion de la fibre à haute température. La teneur en matière minérale peut être élevée dans les plantes contenant une quantité importante de silice <sup>[56]</sup>.

## **B. Les biopolymère**

Les biopolymères regroupent suivant les définitions du comité européen de normalisation « CEN » à la fois les macromolécules boibasées, les macromolécules biodégradable et les macromolécules biocomposites.

Les polymères boibasées, comme catégorie importante des produits boibasées, sont des molécules issues partiellement ou totalement de la biomasse. Ils proviennent donc en tout ou en partie de matières renouvelables.

Les polymères boibasées ne sont pas nécessairement biodégradables, de même que les polymères issus de ressources fossiles ne sont pas nécessairement non biodégradables.

### **B.1.1. Définition d'un biopolymère**

Les polymères qui intéressent l'industrie des matériaux composites sont ceux qui se dégradent en quelques années et présentent des performances mécaniques suffisantes pour des pièces techniques, puisqu'ils jouent le rôle de matrice dans la plupart des cas <sup>[57]</sup>. Les biopolymères sont obtenus à partir de polymères naturels (biodégradables) de polymères synthétiques susceptibles d'être attaqués par des micro-organismes, ou d'un mélange des deux familles.

### **B.1.2. Types de biopolymère**

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

- **Polymères de synthèse** : ce sont des polymères d'origine fossile.
- **Polymères biodégradables** : ce sont des polymères d'origine fossile (issus du pétrole) auxquels est ajouté un additif qui permet de favoriser leur dégradabilité.
- **biopolymère de biomasse** : ce sont les polymères issus de la biomasse ; il en existe trois sortes :

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

-**biopolymère produits par polymérisation chimique** : cette famille est essentiellement constituée des PLA ;

- **biopolymère produits par des micro-organismes génétiquement modifiés** : comme par exemple, le PHA, le PHV, le PHBV.

## B.1.3 Propriétés des biopolymère

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

### 1.3.1 Biodégradabilité

La biodégradabilité est la propriété la plus importante pour caractériser l'impact d'un produit organique sur l'environnement. La biodégradabilité est un processus naturel de décomposition de la matière organique. Elle est due à la présence de liaisons facilement clivables comme les liaisons esters ou amides conduisant à la formation de molécules simples et de fragments de plus petite taille <sup>[58]</sup>.

Quatre éléments y concourent : avant tout, les micro-organismes sans lesquels aucune biodégradation ne serait possible, l'humidité, l'oxygène et la température. La durée nécessaire pour une biodégradation totale des matériaux, pour la bio-assimilation, est importante à considérer, puisqu'en fonction de l'utilisation du matériau, une durée trop courte ou trop longue n'a pas nécessairement d'intérêt <sup>[59]</sup>.

La biodégradabilité peut toutefois, dans certains cas, être très utile sans qu'il n'y ait compostage, c'est le cas de certaines applications agricoles telles que le paillage par exemple.

### 1.3.2 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 <sup>[60]</sup>. 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.

### 1.3.3 Biocompatibilité et biorésorbabilité

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 <sup>[54]</sup>. En plus de la biocompatibilité, on recherche également pour des applications médicales spécifiques des matériaux biorésorbables pouvant se décomposer tout naturellement dans l'organisme humain pour être remplacés après par un tissu vivant. Les biopolymères se dégradent naturellement dans l'organisme humain par hydrolyse (enzymatique) et libèrent des molécules assimilables et non toxiques.

### 1.3.4 Propriétés chimiques

La présence de fonctions chimiques sur les molécules leur attribue des propriétés particulières et des facilités à réagir avec d'autres molécules. Leur réactivité est due à la

présence des fonctions alcool, acide, amine, ou aldéhyde qui réagissent facilement grâce à leur site nucléophile et électrophile <sup>[61]</sup>.

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 physique et mécanique des polymères ainsi que leurs applications.

## **B.1.4 Avantages et inconvénients des biopolymère**

### **1.4.1 Principaux avantages des biopolymère**

Les principaux avantages <sup>[62]</sup>, que présentent les biopolymère sont :

- Neutralité en termes de cycle CO<sub>2</sub>,
- Gestion de fin de vie facilitée par le compostage,
- Panel varié de biopolymère disponibles,
- Issus de ressources abondamment renouvelables,
- Transformables par les processus traditionnels (extrusion, extrusion gonflage, injection, thermoformage).
- Haute valeur ajoutée.

### **1.4.2 Inconvénients des biopolymère**

Ils présentent aussi <sup>[62]</sup> inconvénients comme :

- Prix de vente élevé (cout + faible production),
- propriétés physique parfois limitées,
- Flou normatif et législatif concernant la notion de biodégradabilité (secteur du polymère peu structuré internationalement),
- compostage industriel des déchets bio-polymérique peu développé.

## **B.1.5 Applications des biopolymère**

### **1.5.1 Application dans l'emballage**

L'utilisation continue des plastiques traditionnels dans le domaine de l'emballage conduit à un problème de gestion et d'élimination des déchets ce qui permet aux matériaux biopolymère, du fait de leurs biocompatibilité, de s'accaparer d'une grande part dans ce secteur toujours en expansion. On les retrouve, de part, leur biodégradabilité, recyclabilité et effet barrière, dans l'emballage alimentaire, industriel et dans l'encapsulation médicale. Leur transparence et leur résistance aux sollicitations mécanique consolident aussi l'utilisation des matériaux biopolymères dans des secteurs spécifiques.

### **1.5.2 Application 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 <sup>[63]</sup>. On peut trouver ces

biopolymères dans les fils de secteurs chirurgicales, le greffage vasculaire, les peaux artificielles et comme système de libération contrôlée de médicaments [64].

**1.5.3 Application agricoles**

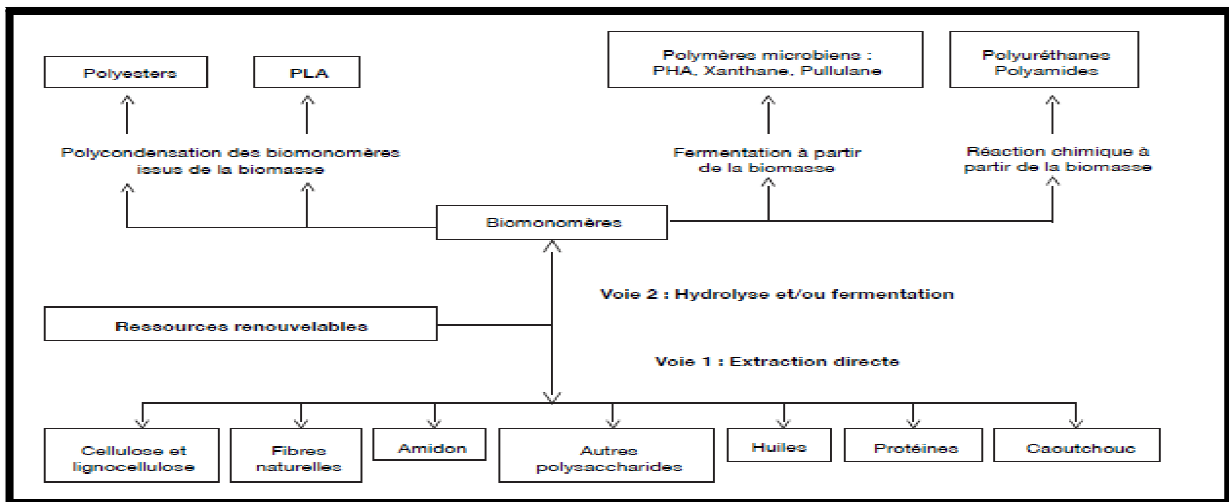
Dans le domaine de l’agriculture, il est important de savoir les enjeux économiques et environnementaux. Les biopolymères utilisés doivent remplir quelques critères, tel que la biodégradation et la durée de vie [65]. Parmi les applications on trouve les films plastiques pour la protection de semences, ces films se dégradent dans le sol après que les semences germent et s’enracinent. Les biopolymères sont utilisés aussi dans de nouvelles techniques de libération contrôlée des engrais...ect.

**B.1.6 Les grandes classes de biopolymères issus du monde végétal**

Les polymères issus des plantes ou biopolymères constituent la plupart du temps les paroi cellulaires des végétaux comme la cellulose et la lignine [66]

Ils servent également de réserve aux plantes en vue de leur croissance [67].

Ces polymères sont extraits directement des plantes. Des monomères simples peuvent être également obtenus à partir des plantes après transformations chimiques et/ou enzymatiques de ces molécules [68]. Par polymérisation de ses monomères, des polymères que l’on dit issus du végétal sont obtenus.



**Figure 15 :** les voies d’obtention des biopolymères végétaux [68].

**Tableau 3 :** grandes classes de biopolymère issus du monde végétal [68].

**Polysaccharides (plantes/algues)**

Amidon  
Cellulose  
Agar, Alginate, Carraghénane  
Pectine, Gommés, Konjac

**Polysaccharides (par fermentation bactérienne)**

Xanthane, Dextrane, Gellane, Curdlan  
Pullulane, Elsinane

**Protéines**

Zéine, Gluten, Polyacides aminés

**Polyphénols**

Lignines, Tannins, Acides humiques

**Polyesters**

Polymères d'acides lactiques (PLA)  
Polyhydroxyalcanoates (PHA)

**Autres polymères**

Polymères synthétisés à partir d'huile (nylon)  
Polyisoprènes : caoutchouc



***Chapitre II***

***Les pailles de céréales***

Les céréales à paille (blé et orge) sont les principales cultures vivrières de l'Algérie. Chaque année, le blé et l'orge sont cultivés sur des vastes superficies. Au cours de la dernière décennie, le blé a représenté une moyenne de 67,1 % de toute la production céréalière <sup>[69]</sup>. Cependant, ces cultures sont régulièrement attaquées par un grand nombre de déprédateurs qui déprécient les rendements et limitent le potentiel de production.

## I. Présentation des pailles céréalières

### I.1. L'orge

- **L'Orge** : Est une plante annuelle de la classe des monocotylédones, qui appartient à la famille des graminées et au genre *Hordeum* qui comprend 31 espèces, mais seule vulgare est couramment cultivée, *Hordeum vulgare* est une espèce diploïde ( $2n=14$ ). Elle a été l'une des premières cultures domestiquées, il y a 10 000 ans dans le croissant fertile du Moyen-Orient <sup>[70]</sup>.



**Figure (16) : L'orge.**

#### 1-a. La biologie de L'orge

##### – Orge à 2 rangs – Orge à 6 rangs

Le genre *Hordeum* des orges comprend des espèces sauvages et des orges cultivées *Hordeum vulgare*. On y distingue deux types selon la forme de leur épi :

- **L'orge à 2 rangs ou orge distique**, à un épi aplati composé de 2 rangées d'épillets fertiles, un sur chaque axe du rachis, entouré de 4 épillets stériles. Dans ce type existent surtout des variétés de printemps mais depuis les années 80 un nombre croissant de variétés d'hiver.
- **L'orge à 6 rangs ou orge hexastique**, encore appelé **escourgeon**, à une section rectangulaire : sur chaque axe du rachis les 3 épillets sont fertiles. De ce fait les grains sont un peu plus petits. Dans ce type n'existent pratiquement que des variétés d'hiver <sup>[71]</sup>.

#### 1-b. Classification

D'après feillet 2000<sup>[72]</sup>, l'orge cultivée est appartenue à la classification suivante

Règne	: plantae
Division	: Magnoliophyta
Classe	: Liliopsida
S/Classe	: Commelinidae

Ordre	: Poale
Famille	: Poaceae
S/Famille	: Hordeoideae
Tribu	: Hordeae (Hordées)
S/Tribu	: Hordeinae
Genre	: Hordeum
Espèce	: Hordeum vulgare L.

### 1-c. Evolution de l'orge d'hiver et de printemps

Alors que l'orge d'hiver était beaucoup plus cultivée que l'orge de printemps, moins productive, cette dernière, mieux payée aujourd'hui par les brasseurs, retrouve un intérêt, accentué aussi par la sensibilité des orges d'hiver à la mosaïque, qui épargne les orges de printemps. Selon les régions, la proportion varie : égalité ou 60% orge d'hiver 40% orge de printemps <sup>[71]</sup>.

### 1-d. La culture de l'orge et virus

L'orge, avec le blé et le maïs, fait partie des céréales les plus cultivées en France. Viennent ensuite d'autres céréales comme le triticale, l'avoine, le sorgho, le seigle, l'épeautre, le millet. Les virus connus pour infecter l'orge sont, par exemple, les virus de la jaunisse naissante de l'orge (BYDV) et les virus de mosaïques de l'orge <sup>[73]</sup>.

Les graines d'orge subissent l'étape de maltage dans une malterie, avec un début de germination qui libère des enzymes. Le malt sert ensuite à la fabrication de la bière.

### 1-e. Exigences climatiques

#### ▪ Température

Etant une culture à cycle court, l'orge dispose d'une très bonne capacité d'adaptation. Dans les conditions climatiques algériennes, elle supporte les fluctuations des Températures des Hauts-Plateaux, mais elle craint les gelées de printemps et l'humidité trop prolongée. La température la plus favorable à sa germination se situe entre 16 et 20°C, c'est une espèce qui germe et croît rapidement.

#### ▪ Eau

L'orge résiste mieux à la sécheresse que les blés. Pour donner un rendement économique, l'orge doit être cultivée dans des zones à au moins 350 mm de pluviométrie. Cette espèce a besoin d'eau au début son développement, mais supporte très bien la sécheresse par la suite.

#### ▪ Sol

L'orge 'accommodé à tous les types de sol, à l'exception des sols argileux, des sols compacts, des sols humides et des sols trop acides <sup>[74]</sup>. L'orge tolère les sols légèrement salins.

### 1-f. Usage et l'importance d'orge

Au début du XIXe siècle, l'orge venait en tête des cultures par son importance, elle était destinée à l'autoconsommation humaine et servait de complément fourrager aux troupeaux entretenus pendant la plus grande partie de l'année dans les régions steppiques <sup>[75]</sup>. Actuellement, l'orge n'est pas d'emploi courant dans l'alimentation humaine.

Maintenant admis que l'orge est efficace contre les maladies du cœur, la constipation et autres dérèglements du système digestif, et probablement également contre le cancer.

La façon dont l'orge réduit le taux sanguin de cholestérol est semblable à celle des spécialités pharmaceutique anti cholestérol <sup>[76]</sup>.

### I-2. L'avoine

- **L'avoine** : Est une plante rustique, cultivée dans les régions tempères, principalement pour fourrage vert (parties aériennes et paille), mais aussi pour son grain (en alimentation humaine et animale). Cette céréale fourragère est cultivée souvent en association avec la vesce ou le pois pour la production de fourrage <sup>[77]</sup>.



Figure (17) : L'avoine.

### 2-a. La biologie de L'avoine

- **Avena sativa, à grains vêtus**, dont les glumelles, noires, jaunes ou blanches n'adhèrent pas à l'amande comme dans le cas de l'orge, mais ne s'en séparent pas à la récolte comme celles du blé ;
- **Avena nuda, avoine nue**, dont les grains se séparent au battage de leurs glumelles. Une seule variété, Nuprime, apparue en 1966, est disparue aujourd'hui en tout cas non disponible chez les sélectionneurs. L'obtention de nouvelles variétés à grains nus, plus riche en énergie, est l'un des objectifs de la sélection.

La culture de l'avoine a beaucoup diminué avec la baisse du cheptel chevalin. Pourtant, malgré la valeur plus faible en UF à cause du taux de cellulose des enveloppes, le grain d'avoine est plus riche en lipides que les autres céréales (notamment en acide gras insaturés), en minéraux (calcium, fer) et en matières azotées.

Son utilisation en alimentation humaine, encore faible, est en augmentation. De plus l'avoine est intéressante dans une optique de réduction des intrants, par ses moindres exigences et par la rupture des assolements céréaliers à base de blé et d'orge.

L'avoine cultivée *Avena sativa* se distingue des autres céréales par :

- Un **tallage plus faible** que celui de l'orge ;
- Des racines plus profondes** que celles du blé et de l'orge ;
- Une résistance au froid inférieure** à celles de l'orge et du blé ;
- Des exigences en eau supérieures** à celle de l'orge : elle craint l'échaudage provoqué par la vers, par les coups de chaleur au-dessus de 28° et par les attaques parasitaires c'est donc la céréale idéale pour terres lourdes et humides ou le blé souffre de l'asphyxie hivernale ;

**-Une relative tolérance pour l'acidité du sol** : on la cultive souvent sur défriches de landes ou de vieilles prairies ;

**-Sa résistance au piétin-verse**, qu'elle ne transmet donc pas au blé. Pour cette raison elle peut le précéder, bien que généralement on cultive l'avoine plutôt en seconde paille <sup>[71]</sup>.

### 2-b. Classification

Selon SPICHIGER et al (2002) <sup>[78]</sup>, la classification botanique est la suivante

Règne	: plantes
Embranchement	: spermaphytes
Sous embranchement	: euangiospermes
Classe	: monocotylédones
Sous classe	: commélinidées
Ordre	: poales
Famille	: poacées (Graminées)
Tribu	: avenée
Genre	: Avena
Espèce	: Avena sativa
Nom commun en français	: avoine
Nom commun en anglais	: oats

### 2-c. Système de racinaire de la plante et Caractéristiques physiologique

L'avoine possède des racines fasciculées, particulièrement abondantes et plus profondes que celles de l'orge et du blé, ce qui fait que la plante peut puiser suffisamment de nourriture dans les sols pauvres pour donner des récoltes satisfaisantes là où le blé viendrait mal <sup>[71]</sup>.

Elle est une graminée annuelle à croissance hivernale de taille moyenne (80 à 150 cm). Elle possède un système racinaire fasciculé composé de deux types de racines : les racines séminales (primaires) et les racines adventives (secondaires).

Grace à son système racinaire fasciculé, l'avoine sert de plante abri et de tuteur pour les légumineuses <sup>[79]</sup>.

### 2-d. La culture de l'avoine d'hiver et de printemps

**-L'avoine d'hiver** se cultive généralement en « seconde paille » après blé, après défriche estivale de prairie, ou après toute culture récoltée tôt (colza, protéagineux).

**-L'avoine de printemps** vient, comme l'orge, après un fourrage récolté l'hiver (choux, colzas...). La préparation des sols est la même que pour l'orge. Les semis précoces, fin février-début mars, sont les plus productifs « Avoine de février emplit le grenier ».

Après le 1<sup>er</sup> avril, les rendements sont très inférieurs. Mais la culture peut être alors destinée à l'affouragement en vert d'été, en association avec une ou plusieurs légumineuses à graines (pois, vesce, gesse, féverole...). Dans ce cas les semis peuvent s'échelonner jusqu'en mai <sup>[71]</sup>.

### 2-e. Exigences climatiques et édaphiques

#### ▪ Température

La température de germination de l'avoine se situe entre 10-15°C, une telle température permet une levée rapide, la germination est relative avec des températures inférieures à 10°C <sup>[80]</sup>. Selon SOLTNEUR (1990) <sup>[71]</sup>, le 0 de germination de l'avoine est très voisin de 0°C. L'avoine est moins résistante au froid que le blé et l'orge. Le seuil thermique de mortalité est de l'ordre de 14°C. D'après SIMON et al(1989) <sup>[81]</sup>, l'avoine est très sensible au froid. Les variétés d'hiver ne sont pas épargnées par un hiver rigoureux. Une chute brutale de la température à 10°C entraîne des dégâts très importants.

Ce phénomène, avec d'autre, a contribué à la diminution des emblavements en avoine.

#### ▪ Pluviométrie

L'avoine est une culture sensible au manque d'eau. Ses besoins en eau compris entre 400 et 500 mm. C'est une culture qui valorise l'eau <sup>[82]</sup>.

L'avoine cultivée (*Avena sativa*) se distingue des autres céréales par des exigences en eau supérieures à celle de l'orge : elle craint l'échaudage provoqué par la verse, par les coups de chaleur au-dessus de 28° et par les attaques parasitaires. C'est donc la céréale idéale pour les terres lourdes et humides ou le blé souffre de l'asphyxie hivernale <sup>[71]</sup>.

#### ▪ Sol

L'avoine préfère les sols limoneux, bien alimentés en eau et tolère les sols acides et peu fertiles <sup>[83]</sup>.

Le type de sol adapté à la culture d'avoine est le même que celui de blé et d'orge, une terre profonde, bien structurée, équilibrés au niveau chimique, qui valorise n'importe quelle céréale. Cependant, l'avoine supporte les conditions moins favorables, sa rusticité lui permet d'être cultivée dans le sol à pH légèrement acide et à faible réserve minérale. Un système racinaire profond colonise le sol, à plus grand profit de plante <sup>[84]</sup>.

#### ▪ pH

L'avoine se distingue des autres céréales par une relative tolérance pour l'acidité du sol : on la cultive souvent sur défriches de landes ou de vieilles prairies <sup>[71]</sup>.

### 2-f. Utilisation

L'avoine sert de nourriture et de litière pour les animaux et surtout pour les chevaux.

La valeur énergétique de l'avoine grain est de 0.8 UF (unité fourragère) et sa teneur en protéines est de 10 à 11 %. Pour l'avoine fourrage, la valeur énergétique d'un mélange avoine-vesce est d'environ 0.7 UF ; la teneur en protéines dépend de la proportion de la légumineuse dans l'appariement. ir les soupes

On utilise aussi l'avoine dans l'alimentation humaine sous forme de flocons ou de grains moulus. On fait aussi des biscuits et des galettes avec l'avoine. On s'en sert pour épaissir les soupes et les pâtés.

L'avoine possède de nombreuses propriétés médicinales. En effet, les différentes parties de la plante (grain entier, décortiqué, paille et fleurs) sont utilisées seules ou en combinaison avec d'autres traitements dans les soins du diabète, de l'hypertension, de la sclérose, des problèmes de peau sèche et des démangeaisons cutanées. Elle stimule l'appétit et réduit aussi les risques de problème cardio-vasculaires <sup>[71]</sup>.

### I-3. Le Seigle

- **Le Seigle** fût une céréale populaire à une certaine époque, il se retrouve rarement dans nos assiettes d'aujourd'hui. Pourtant, le seigle devrait avoir sa place dans une alimentation équilibrée, car il aurait divers effets bénéfiques sur la santé. Il agirait entre autres contre les maladies cardiovasculaires, le diabète de type 2 et le cancer.



Figure (18) : Le Seigle.

### 3-a. Biologie reproductrice du seigle

Le seigle cultivé est une espèce annuelle, son cycle reproducteur nécessite parfois la vernalisation (seigle d'hiver) alors que d'autres variétés n'ont pas besoin de subir une période de froid pour accomplir leur cycle reproducteur (seigle de printemps). Les seigles sont les plus productifs.

Le seigle est allogame, c'est-à-dire que l'allofécondation est la règle chez cette espèce ; la conséquence de cette particularité est qu'on a affaire à des populations hétérogènes qui, à chaque génération, échangent de nombreux gènes. Les taux d'autofécondation sont compris entre 3 et 14% suivant les variétés <sup>[71]</sup>

Un facteur important de productivité pour le seigle est la fertilité, certaines populations locales de certains épillets. Il s'agit là de l'expression de gènes de stérilité qui peuvent être éliminés par la sélection.

### 3-b. Classification

Famille Poacées ;

Origine Europe ;

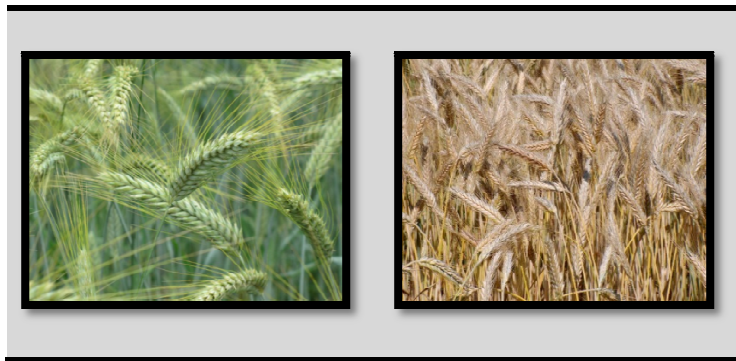
Saison	Disponible toute l'année
Couleur	Brun ;
Saveur	Plus sucrée que le blé.

### 3-c. Utilisation

Les graines de seigle au goût acidulé sont donc les ingrédients de nombreux pains de table. On retrouve aussi le seigle dans la fabrication de nombreuses boissons alcoolisées, dans les paillasons et certains matériaux isolants. Sa principale utilisation reste avant tout de nourrir les animaux d'élevage <sup>[74]</sup>.

### I-4. Le triticale

- **Le Triticale** est une plante annuelle de la famille des Poaceae (graminées). Première céréale créée par l'être humain, c'est un hybride (amphiploïde) entre le blé (dure ou tendre) et le seigle, dont la culture s'est développée depuis les années 1960. Il est cultivé surtout comme céréale fourragère.



**Figure (19) : le triticale.**

### 4-a. biologie de triticale

Le Triticale *Triticosecale* Wittmack résulte du croisement entre le blé et le seigle, d'où son nom : **Triticum** = blé \* **Secale** = seigle. ( $2n = 42$  ou  $56$ )  
C'est la première espèce créée par l'homme qui ait réellement connu un succès agronomique puisqu'il dépasse aujourd'hui le seigle (150.000ha).

C'est la forme moderne du méteil d'autrefois, semé en mélange de seigle et de blé pour améliorer les chances de réussite de ses céréales aux qualités et défauts : le blé productif, résistant aux parasites du seigle mais manquant de rusticité, le seigle rustique mais sensible à la verse.

Pour obtenir le triticale, on avait le choix de marier au seigle des blés durs, des blés tendres, ou même le blé sauvage ou engrain. Toutes les variétés actuelles de triticale sont des hexaploïdes ( $6n$ ) résultant de plusieurs croisements entre seigle, blés durs et blés tendres.

Le triticale ressemble au seigle, par sa paille et la forme des épis, mais ses grains, apparents chez le seigle, sont cachés chez le triticale, la plante étant autogame comme le blé. Ses variétés sont donc des lignées pures et non des populations <sup>[71]</sup>.

**4-b. Classification APG(2009) <sup>[85]</sup>**

Règne	Plantae
Clade	Angiospermes
Clade	Monocotylédones
Clade	Commelinidées
Ordre	Poales
Famille	Poaceae
Sous-famille	pooideae
Tribu	Triticeae

**4-c. Exigences climatiques**

▪ **Température**

Le triticales est une espèce qui s'adapte à différentes conditions du milieu, il peut être cultivée dans toutes les zones céréalières du nord du pays, il est tolérant au froid et peut être cultivé à plus de 1000 m d'altitude. En fin de cycle, le triticales supporte mieux que le blé et l'orge, les températures élevées.

▪ **Eau**

Le triticales est assez résistant à la sécheresse, il développe sous une pluviométrie supérieure à 250 mm.

▪ **Sol**

Le triticales est peu exigeant et supporte même certains types de sol particuliers, tels que les sols acides, les sols à forte capacité de rétention et les sols à salinité assez élevée. Cependant, il est conseillé d'éviter les sols peu profonds pour assurer une forte production en vert <sup>[74]</sup>.

**4-d. Utilisation**

Le grain est principalement utilisé pour l'alimentation animale, soit entier ou concassé ou concentré en substitution partielle au maïs pour les monogastriques. Il est utilisé en pâturage, en ensilage et en foin en culture pure ou en association avec une légumineuse fourragère.

Dans la transformation agroalimentaire, la farine du triticales, mélangée à la farine du blé tendre donne une farine équilibrée pour la boulangerie. Un taux d'incorporation de 20 à 30 % de triticales donne une farine de bonne qualité qui convient parfaitement à la panification et à des taux supérieurs, les farines obtenues peuvent être utilisées en biscuiterie.

Malgré des caractéristiques technologiques intéressantes, la paille du triticales a des débouchés industriels très limités.

La paille peut intéresser l'industrie à trois titres :

Pour son contenu énergétique, sa richesse en fibre et en sucre, à la base d'une chimie verte comparable à celle développée sous les hydrolyse d'amidon du blé. Les valorisations possibles sont :

- combustible pour chaudière collective ou industrielle ;
- matière pour l'artisanat (marqueterie, paillons à fromage, chapellerie, paillage de chaise);
- fabrication de pâte à papier ;
- production de matériaux plastiques et de construction (chaumes, panneaux...).

Intérêts économiques du triticale :

- une conduite économique en intrants, grâce à sa rusticité ;
- une productivité élevée (rendement en grain) ;
- une production en paille plus importante que celle des autres céréales d'hiver ;
- une utilisation dans l'alimentation animale pour une économie de tourteaux ;
- une utilisation de farine de triticale en mélange avec la farine de blé tendre, contribue ainsi à la réduction des importations de cette dernière ;
- une marge brute, dégagée par la culture d'un hectare de triticale, plus élevée que celle de l'avoine et de l'orge <sup>[74]</sup>.



***Chapitre III***

***Partie expérimentale***

Ce chapitre sera consacré à la présentation des différents produits utilisés pour réaliser cette étude ainsi qu'aux différentes techniques de caractérisation.

**I.1 Matériels végétal**

Les techniques et les opérations culturales utilisées durant notre expérimentation sont citées en annexe : 11.

L'étude a porté sur 4 types de céréales cultivées localement, l'avoine, l'orge, le seigle et le triticale (avec et sans fertilisant). Les espèces nous ont été fournies par le vignoble de la pépinière de l'ERGR de Tademaït.

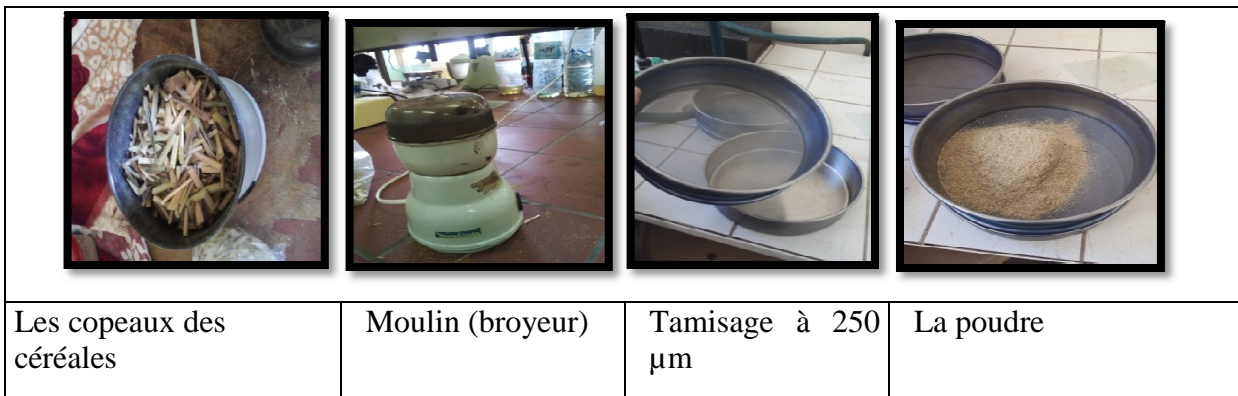


**Figure 20** : Les différentes pailles céréalières utilisées dans notre étude.

**II .1 Préparation des échantillons**

Les différents échantillons de paille céréalières (OAF, SAF, TAF, OSF, ASF, TSF), ont été découpés en petits morceaux pour faciliter le broyage dans un moulin à café.

Afin d'obtenir des fibres de diamètre de 250µm ; nous avons tamisé la farine à l'aide de tamis vibreurs.



**Figure21** : Les différentes étapes pour l'obtention de poudre végétale étudiée [originale2023].

## II. 2 Caractéristiques physiques des fibres de céréales

### II.2.1 Mesure de taux d'humidité

Le taux d'humidité ou le pourcentage d'eau contenue dans les céréales est mesuré par la pesée des échantillons avant et après l'étuvage à 105°C pendant 24h afin d'éliminer la quantité d'eau retenue.

Le taux d'humidité est donné en pourcentage pondérale par l'expression suivante :

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

$m_0$  : la masse de creuset à vide (en g) ;

$m_1$  : la masse du creuset et la prise d'essai avant étuvage ;

$m_2$  : la masse du creuset et le résidu après étuvage.

Il existe de nombreuses méthodes de détermination du taux d'humidité, parmi ces méthodes on a celle de la mesure par différence de masses qui est la plus fiable pour la déterminer.

La norme française (NF B 51-004 février 1942) préconise de mesurer la masse anhydre d'un échantillon après séchage à 103±2°C jusqu'à obtention d'une masse constante <sup>[86]</sup>.

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 250µm ;
- 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 à nouveaux et noter  $m_2$  ;
- Calculer le taux d'humidité (TH).

## II.3. Les caractéristiques chimiques

### II.3.1 Détermination du taux de cendres

Les composés minéraux des céréales sont entièrement contenus dans les cendres. Bien que le pourcentage de ces constituants reste faible (<1% de la masse sèche) pour les céréales des zones tempérées. Les composés minéraux les plus abondants sont le phosphore, calcium, le potassium et le magnésium <sup>[87]</sup>.

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 selon la formule suivante :

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

$m_0$  : tare de creuset vide (g)

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

$m_2$  : masse du creuset et de l'échantillon après la calcination(g)

### Mode opératoire

-Peser les creusets à vide et noter  $m_0$  ;

-Introduire 1g de chaque échantillon de diamètre 250 $\mu$ m dans les creusets puis noter la masse totale  $m_1$  ;

-Placer les creusets dans le four à moufle à  $T = 550^\circ\text{C}$  durant 3h30min puis les mettre dans un dessiccateur et laisser refroidir jusqu'à température ambiante ;

-Peser les creusets à nouveaux et enregistrer la masse  $m_2$ .

### II.3.2.1 Taux de polyphénols

- Réactif de Folin-Ciocalteu dilué 10 fois : pipeter 5 ml de F.C dans une fiole de 50 ml et ajouter de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge ;

- Méthanol à 80% (80ml de méthanol+20ml d'eau distillée) ;

- Solution de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  à 74g/l (dissoudre 7,4g dans 100ml d'eau distillée) ;

-Solution d'acide gallique à 0,5g/l (dissoudre 0,125g dans 250ml d'eau distillée).

### Mode opératoire :

- Peser 2g de chaque échantillon à l'aide d'une balance de 0,0001 de précision ;

- Ajouter 30ml de méthanol à 80% pour chaque échantillon et les mettre sous agitation pendant 120 min ;

- Filtrer et récupérer les filtrats dans un erlenmeyer fermé.



**Figure 22** : Les différentes étapes d'extraction des composés phénoliques [Originale, 2023].

### II.3.2.2 Dosage de polyphénols totaux

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 ( $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$ ) et d'acide phosphomolybdique ( $\text{H}_3\text{PMO}_{12}\text{O}_{40}$ ). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxyde 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 présent dans les extraits végétaux <sup>[88]</sup>.

Le dosage de polyphénols a été effectué à l'aide d'un spectromètre UV visible à une longueur d'onde de 760nm, au niveau de laboratoire de génie chimique et chimie appliquée (LCAGC) à UMMTO.

Afin d'assurer la fiabilité des résultats, 2 essais ont été effectués ensuite nous avons calculé la moyenne des densités optiques mesurées.

#### Mode opératoire

Les polyphénols sont dosés par la méthode colorimétrique en utilisant le réactif Folin-Ciocalteu, en se basant sur une gamme étalon <sup>[86]</sup>.

- Prendre 0,5 ml d'extrait de chaque échantillon et le dilué 20 fois puis les mettre dans des tubes à essai.

-Ajouter pour chaque tube 2,5 ml du réactif F-C et les laisser pendant 3 minutes pour assurer le contact, puis rajouter 2 ml de  $\text{NaCO}_3$  à 74g/L ;

-Mettre les tubes à essai dans le bain-marie pendant 5 minutes à température  $T=50^\circ\text{C}$  ;

-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 végétal 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 :

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

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.

### II.3.2.3 Réalisation de la courbe d'étalonnage

- Pour réaliser une courbe d'étalonnage, suivre le protocole expérimental ci-dessous :
  - Peser 0,5 g d'acide gallique, et le dissoudre dans 1L d'eau distillé ;
  - Préparer 6 solutions filles de concentration de 5; 10; 15; 25; 35 et 45 g/l à partir de la solution mère d'acide gallique à 0,5g/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 3 min ;
  - Ajouter 2 ml de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  à concentration 74g/l ; (dissoudre 18,5g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dans 250 ml d'eau distillée) ;
  - Mettre les solutions obtenues dans un bain-marie pendant 5 min à une température de  $50^\circ\text{C}$  ;
- Effectuer une lecture pour chaque solution fille par un spectromètre à 760 nm.

### II.3.3. Le pH

Il définit l'acidité de produit considéré, mesuré à l'aide d'un pH mètre.

#### Mode opératoire

- Pesé 5g de chaque échantillon ;
- Ajouté 50ml d'eau distillée ;
- Agitation manuelle pendant 15 min ;
- Laisser décanter pendant 2h.
- 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 après chaque mesure ;



Figure 23 : les étapes de mesure du pH [Originale2023].

### II.3.4 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.

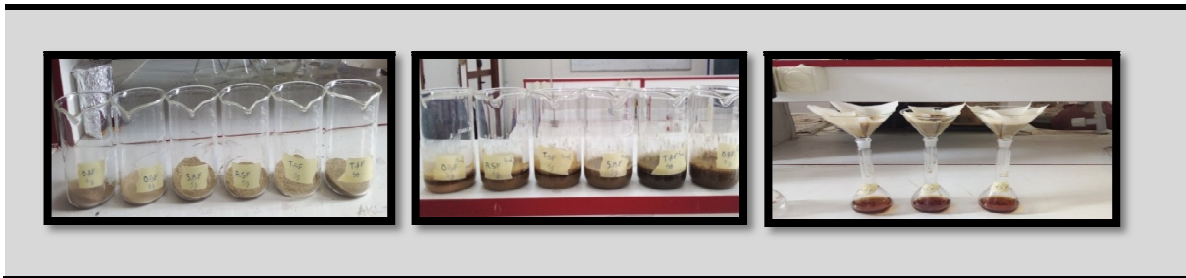
La mise en évidence des différents constituants phénoliques des poudres des céréales utilisés, a été faite selon les méthodes standards de screening phytochimique [89].

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

## II.3.4.1 Préparation de l'infusé

- Introduire 5 g de poudre végétale dans 50 ml d'eau distillée bouillante ;
- Laisser infuser pendant 15 min puis filtre 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.



**Figure 24 :** les différentes étapes pour la préparation de l'infusé [originale 2023].

## II.3.4.2 identifications 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 on a suivie le protocole ci-dessus :

#### Solution A :

Mélanger 1.7 g de Nitrate de Bismuth avec 20 g d'acide Tartrique.

#### Solution B :

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

- Mélanger les deux solutions (A et B) ;
- Ajouter 10 g d'acide Tartrique ;
- Ajouter 100 ml d'eau distillée.

## II.3.4.4 identifications 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  $\text{FeCl}_3$  (5%) ;  
[dissoudre 5g de  $\text{FeCl}_3$  dans 100 ml d'eau distillée]
- En présence des tanins une couleur verdâtre apparait.

### II.3.4.5 identifications 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  $\text{FeCl}_3$  ;
- En présence des tanins galliques une couleur bleu apparait.

### II.3.5 extraction de la cellulose, hémicelluloses et la lignine

Il existe plusieurs méthodes pour l'extraction de la cellulose

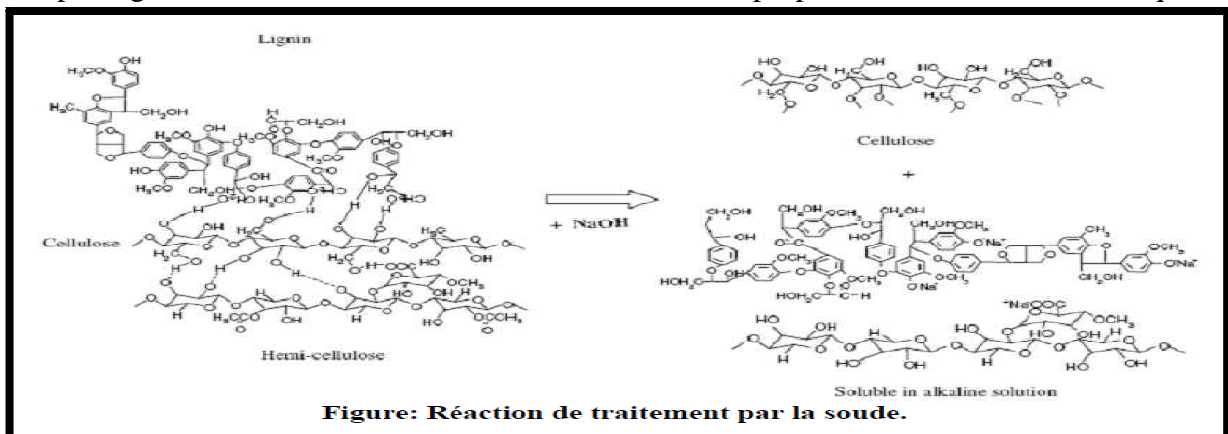
Nous présentons les techniques utilisée pour l'extraction de la cellulose, ainsi que, l'ensemble des méthodes ayant permis la caractérisation de la cellulose et des différents matériaux préparés.

#### -Méthode I : traitement alcalin

Le traitement alcalin des fibres naturelles favoriser l'ionisation des groupe hydroxyles en alcoxyde, ce qui modifier les laisons chimiques et la structure de la fibre <sup>[90]</sup>.

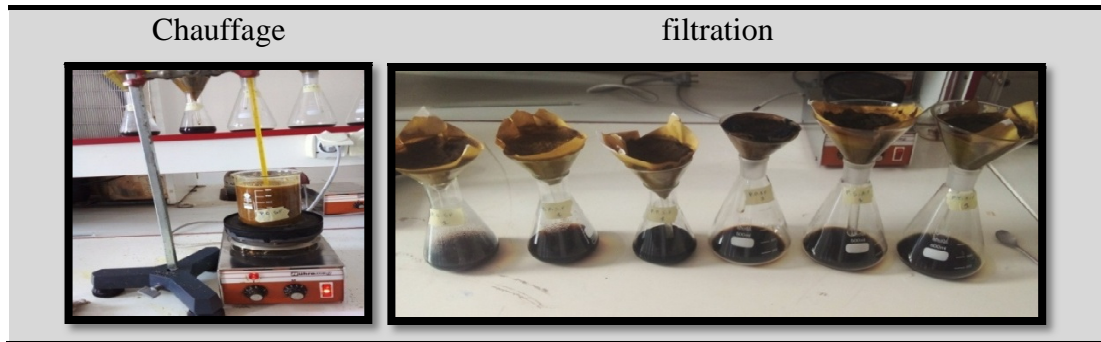
#### Traitement par la soude

Le traitement à la soude ou mercerisage est l'un des traitements chimiques les plus utilisés avec les fibres naturelles lorsqu'elles sont utilisées pour renforcer le thermoplastiques et Thermodurcissables. La modification importante apportée par un traitement alcalin est la diminution des liaisons hydrogène entre la cellulose et les deux autres principaux constituants : hémicellulose et lignine. La définition standard du mercerisage (proposée par la norme ASTM D 1965) est la suivante : procédé qui consiste à soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse concentrée d'une base forte, dans le but de provoquer un gonflement important résultant en des changements dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés mécaniques.

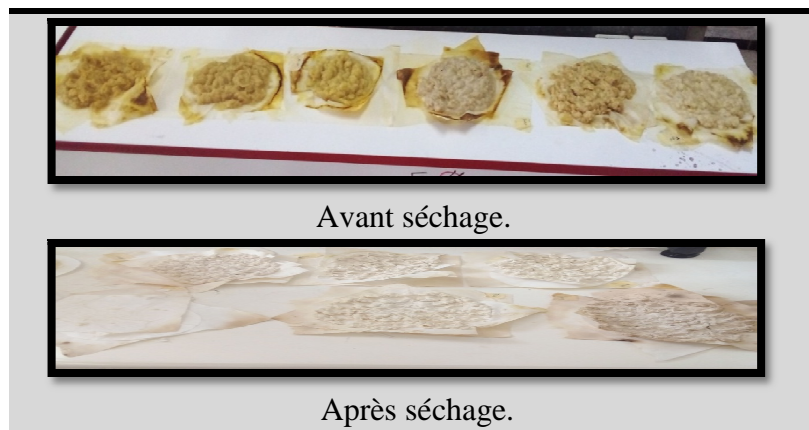


**-Premier essaie : (4g de NaOH)**

Une masse de 20 g de chaque échantillon est dissoute dans 300 ml d'eau distillé, puis ajouter 4 g d'hydroxyde de sodium (NaOH à 98%) Faire chauffés à 180°C. Après 90 min d'agitation la pâte est filtrée. Le précipiter obtenu est lavé avec de l'eau distillé jusqu'à neutralisation, puis avec une solution diluée d'hypochlorite de sodium (NaClO à 50%). Chauffés pendant quelques minutes, et en fin lavé avec de peroxyde d'hydrogène (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> à 30 V). La cellulose obtenue est séchée sous air ambiant puis pesée.



**Figure 25** : Technique du dosage de cellulose (avec 4 g de NaOH) [Original, 2023].



**Figure 26** : Cellulose obtenue avec 4 g de NaOH [Original, 2023].

La teneur en cellulose est calculée sur la base de l'équation donnée ainsi :

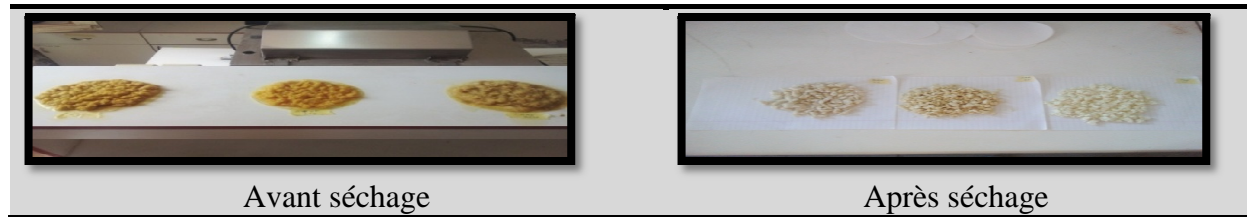
$$\% \text{ Cellulose} = \frac{W_1}{W_2} \times 100$$

W<sub>1</sub> : la masse des fibres avant traitement ;

W<sub>2</sub> : la masse des fibres après traitement.

**-Deuxième essaies : (avec 8g de NaOH)**

Une masse de 20 g de chaque échantillon est dissoute dans 300 ml d'eau distillé, puis ajouter 8 g d'hydroxyde de sodium (NaOH). Faire chauffés à 180°C. Après 90 min d'agitation la pâte est filtrée. Le précipiter obtenu est lavé avec de l'eau distillé jusqu'à neutralisation, puis avec une solution diluée d'hypochlorite de sodium (NaClO à 75%). Chauffés pendant quelques minutes, et en fin lavé avec de peroxyde d'hydrogène (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> à 30 V).



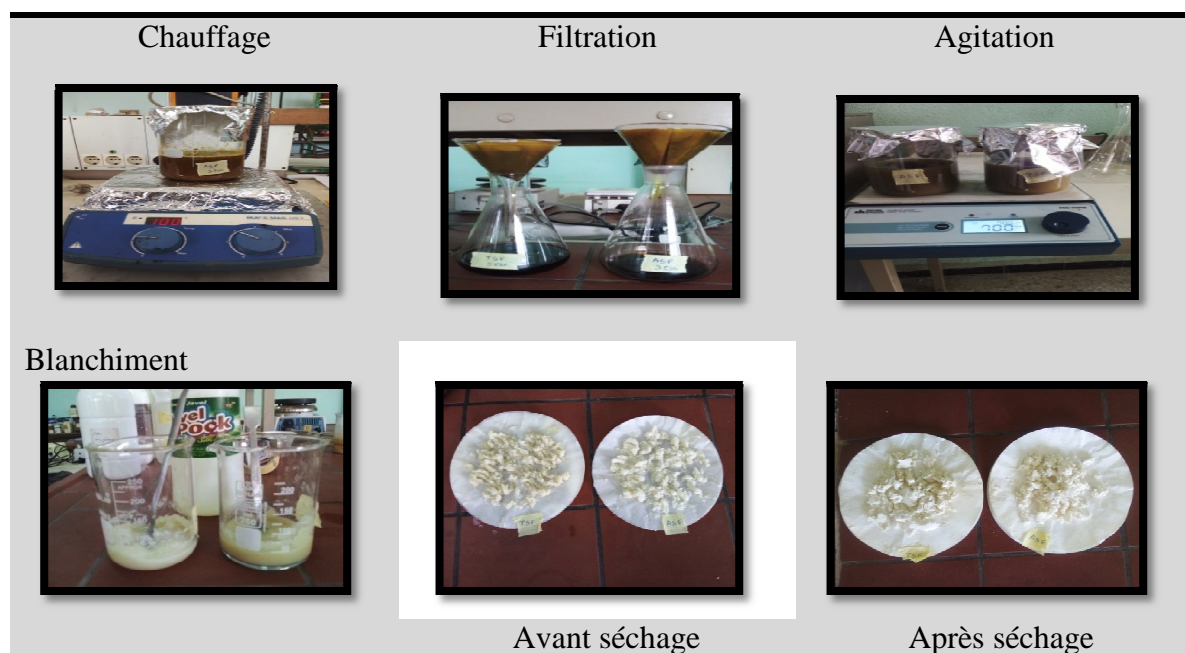
**Figure 27** : Cellulose obtenue avec 8 g de NaOH [Original, 2023].

**-Troisième essais : (avec 16g de NaOH)**

L'échantillon est soumis en milieu alcalin pour éliminer la lignine, l'hémicellulose et les autres substances. Le traitement à été effectué avec une solution d'hydroxyde de sodium, une solution d'acide acétique à été utilisé pour neutraliser les fibres, le résidu insoluble est lavé, séché après peser.

**Mode opératoire**

- Peser 10 g d'échantillon, l'introduire dans 300 ml d'eau distillée ;
- Ajouter 16 g d'hydroxyde de sodium (NaOH à 98%) ;
- Agiter et chauffer à 100°C pendant 90 min, puis filtrer ;
- Immerger les fibres dans la solution d'acide acétique ( $\text{CH}_3\text{CooH}$  à 2%) et sous agitation pendant 15min ;
- Rincer avec de d'eau distillée ;
- Blanchir avec l'hypochlorite de sodium ( $\text{NaClO}$ ) pur, puis avec le peroxyde d'hydrogène ( $\text{H}_2\text{O}_2$  à 30 V).
- Lisser séché puis peser.



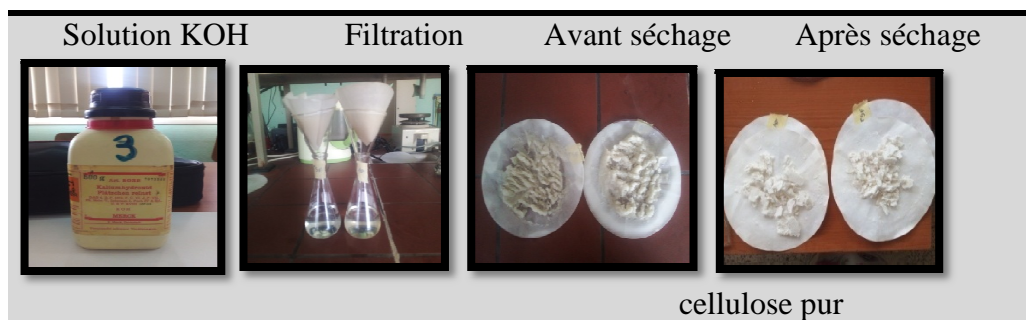
**Figure 28** : Technique du dosage de cellulose avec 16 g de NaOH [Original, 2023].

La pate obtenue après séchage contient la cellulose et l'hémicellulose.

La cellulose peut être isolée de l'holocellulose après solubilisation des hémicelluloses dans une solution alcaline diluée.

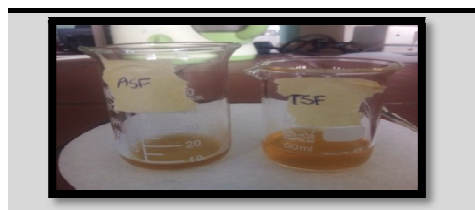
### Mode opératoire

Une masse de 2 g de la pate sèche est Dissoute dans 30 ml de solution de KOH 17.34% en masse. Après 15 h d'agitation la pâte est filtrée. Le précipité obtenu est lavé avec de l'eau jusqu'à neutralisation, puis avec une solution diluée d'acide acétique, et enfin avec de l'éthanol. La cellulose obtenue est séchée sous air ambiant puis pesée.



**Figure 29 :** Techniques de séparations d'holocellulose (avec 16g de NaOH) [Original, 2023].

Le filtrat obtenu après séparation de la cellulose présente l'hémicellulose. (Figure : 35)



**Figure 30 :** Hémicellulose pur (avec 16g de NaOH)) [Original, 2023].

Le filtrat (liqueur noir) obtenu après filtration de l'holocelluloses contient de la lignine et les extractibles.

Afin de séparer la lignine est les extractibles on a suivie le protocole ci-dessous :

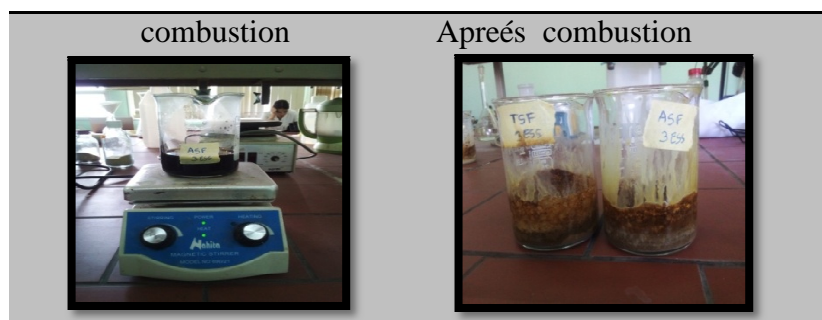
### Taux d'extractibles

#### Protocole expérimental

- Peser le bécher vides et noter  $m_0$  ;
- Peser le bécher plus le filtrat (liqueur noir) et noter  $m_1$  ;
- Chauffer jusqu'à la disparition de la phase liquide (combustion) ;
- Peser le bécher avec les extractible et noter  $m_2$ .

La teneur en extractibles est calculée sur la base de l'équation donnée ainsi :

$$\% \text{ Extractibles} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$



**Figure 31** : Extractibles obtenue avec 16 g de NaOH [Original, 2023].

Les analyses Spectroscopiques, (Spectroscopie Infrarouge) et le MEB (microscopie électronique à balayage) ont été utilisées pour confirmer la composition de la cellulose pure après élimination de la lignine et l'hémicelluloses. (Avant et après traitement).

#### **-quatrième essais : (traitement avec KOH)**

La composition chimique des fibres de paille céréalières est déterminée selon la norme française (T 12 011). Il s'agit de l'extraction des trois principaux constituants : cellulose, lignine et hémicellulose.

##### ➤ **Taux de cellulose**

La purification de la cellulose est basée sur la différence de solubilité entre les hémicelluloses et la cellulose en milieu alcalin. Ainsi, la cellulose peut être isolée de l'holocelluloses après solubilisation des hémicelluloses dans une solution alcaline diluée.

Une masse de 4 g d'holocellulose est Dissoute dans 60 ml de solution de KOH 17.34 % en masse. Après 15 h d'agitation la pâte est filtrée. Le précipité obtenu est lavé avec de l'eau jusqu'à neutralisation, puis avec une solution diluée d'acide acétique, et enfin avec de l'éthanol. La cellulose obtenue est séchée sous air ambiant puis pesée.

##### ➤ **Taux d'hémicellulose**

Le filtrat obtenu après séparation de la cellulose est neutralisé par l'acide acétique 50 %. La suspension est centrifugée pendant 30 minutes à 5000 tr/min.

Le précipité est traité par l'éthanol (95%), on mélange vigoureusement et on filtre sur un creuset, puis on lave le précipité avec de l'éthanol. On obtient ainsi une première fraction d'hémicellulose.

##### ➤ **Taux de lignine (méthode de Klason)**

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% (15 ml) pendant 2h à température ambiante. L'hydrolyse est poursuivie après dilution à 3% (560 ml d'eau distillée) et on maintient la solution à reflux pendant 6 heures. 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'à stabilisation de son poids. Le taux de lignine est alors déterminé par gravimétrie.

### ➤ Taux d'extractibles

Les extractibles sont soluble dans différents solvants organique 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 des céréales par éthanol.

### Protocole expérimental

Pour extraire les extractibles, 2 g des fibres ont été introduite dans un bécher qui contient un mélange eau/éthanol (70 :30) v/v d'un volume de 100 ml pendant quelques jours. Enfin, après filtration sous vide et lavage avec eau/éthanol (70 :30), les fibres ont été séchées dans une étuve à  $(60 \pm 0.5) ^\circ\text{C}$  jusqu'à ce que le poids se stabilise<sup>[91]</sup>.



**Figure 32 :** Cellulose, hémicelluloses, lignine et extractibles obtenue avec KOH à 17.34% [originale 2023].

### II.3.6 La Conductibilité thermique

La conductivité thermique est définie comme étant la grandeur introduite l'aptitude d'un corps à conduire de la chaleur sous l'effet d'un gradient de température. Notée  $\lambda$ .

Les conductivités thermiques utilisées pour prédire le taux de transfert de chaleur à travers une cellule de grain doivent être basées sur des mesures de laboratoire effectuées dans des conditions similaires à celles du silo à grains. Comme la période de transfert de chaleur dans un bac est généralement beaucoup plus longue que dans un essai en laboratoire, l'effet de la convection et du transfert de chaleur latente peut être moins important dans les mesures de laboratoire<sup>[92]</sup>.

### Mode opératoire

- Peser 1 g de chaque échantillon puis dissoudre dans 50 ml d'eau distillé ;
- Emerger l'électrode du conductimètre dans la solution et laisser se stabilise ;
- Mentionner la valeur final en  $(\text{S.m}^{-1})$  ;
- Rincer l'électrode avec de l'eau distillé avant et après chaque mesure.



**Figure 33 :** conductivité [originale 2023].

### II.3.7 Les analyses des échantillons par spectrométrie Infrarouge (SINR)

La spectroscopie infrarouge est l'une des méthodes efficaces et répandues qui permet l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles <sup>[86]</sup>.

Les liaisons des molécules permettent aux atomes de vibrer autour d'une position moyenne. La spectroscopie infrarouge est basée sur l'association d'une fréquence de vibration à un groupe moléculaire particulier (mode de vibration, voire de rotation) <sup>[86]</sup>.

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 <sup>[86]</sup>.

#### 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 ou 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  $8\text{ cm}^{-1}$  (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 <sup>[93]</sup>.



Figure 34 : Spectromètre Proche Infrarouge; Spectromètre IRAffinity –1S [Original, 2023].

### II.3.8 Microscopie électronique à balayage

Microscopie électronique à balayage (MEB) ou *scanning electron microscope (SEM)* en anglais, est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électrons-matière <sup>[94]</sup>.

L'intérêt d'utiliser le Microscope Electronique à Balayage (MEB) pour l'étude de la microstructure réside dans l'observation d'échantillons avec de forts grossissements. L'appareillage utilisé pour les observations MEB est un microscope Philips XL-30ESEM. Pour l'observation des fibres, elles ont simplement été collées sur un support métallique puis recouverte d'une couche fine d'or évaporé avant l'observation avec une tension d'accélération de 100 et 30 kV en mode vide poussé.

Les observations ont été faites sur les pailles céréalières à des grossissements différents. Les images obtenues sont présentées dans l'annexe 10.



**Figure 35 :** MEB de type Philips XL-30ESEM de l'UMMTU (LABO LPCM Hasnaoua) [Original, 2023].



***Chapitre IV***

***Résultats et Discussion***

Ce chapitre regroupe l'ensemble des résultats dans ce travail concernant le calcul de taux d'humidité, le taux de cendre, le taux de polyphénols, le taux de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine, la mesure de pH, les analyses phytochimiques, IR, MEB et la conductivité.

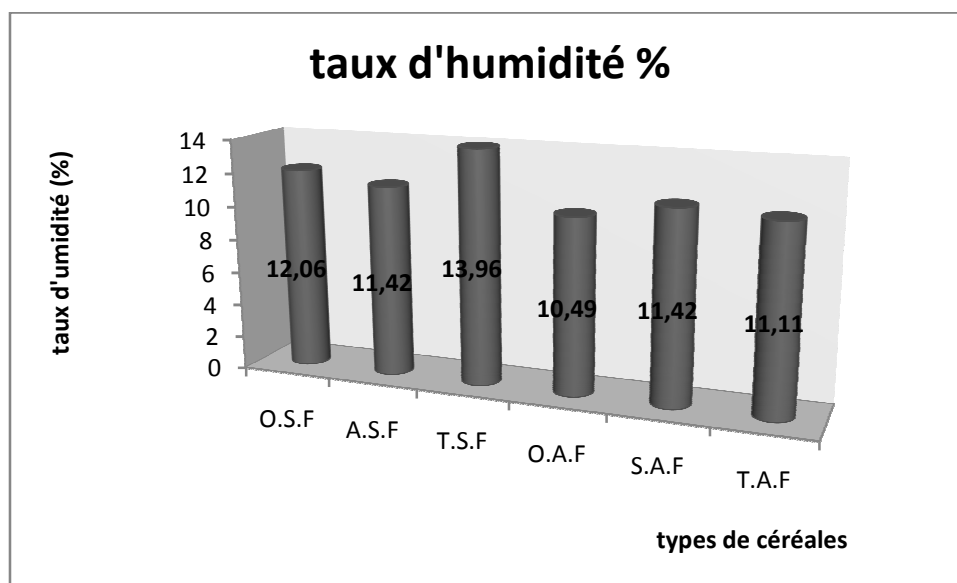
## 1 Caractérisation physico chimique des fibres des céréales

### 1.1 Caractérisation physique

#### 1.1.1 Détermination du taux d'humidité

D'après GODON et WILLM (1998), la paille des céréales sont particulièrement déshydratés. Leurs teneur en eau est aux environs de 14%.

Les résultats du taux d'humidité des différentes pailles céréalières sont présentés dans la figure ci-dessous :



**Figure 36 :** Histogramme du taux d'humidité(%).

Le taux d'humidité est proche pour toutes les pailles (entre 10 et 12 %), en général la paille est un matériau sec et absorbant. (Hygroscopique)

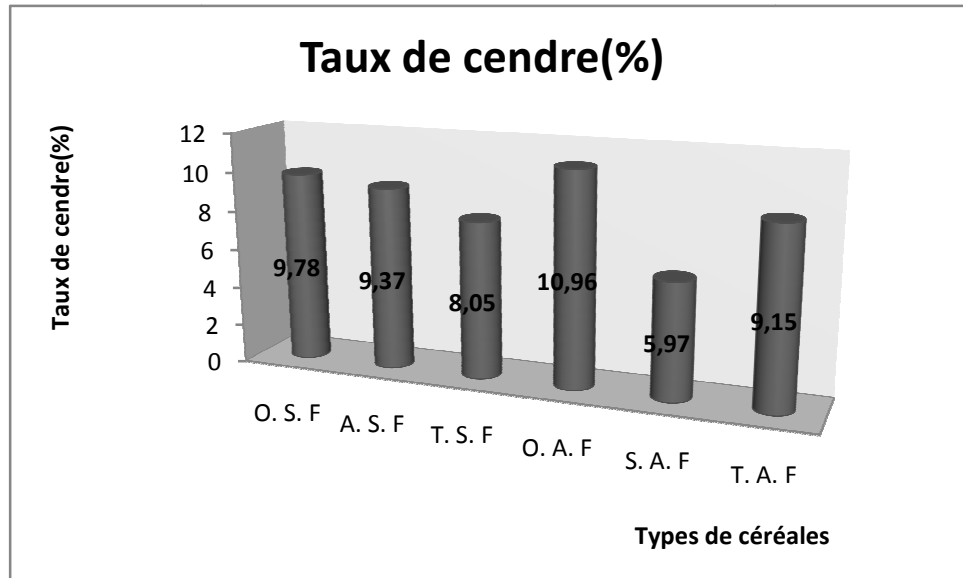
Si le taux d'humidité dépasse 12% ce dernier présente un caractère hydrophile, les sites hydroxyles (OH) agissent comme plastifiant et une résistance à la traction<sup>[95]</sup>.

Le TSF révèle ce caractère car son taux d'humidité est 13%.

## 2.2 Caractérisation chimiques

### 2.1 Détermination du taux de cendre

Les taux de cendre des six échantillons sont présentés dans l'histogramme ci-dessous :



**Figure 37** : Histogramme du taux de cendre (%).

Après l’incinération de nos échantillons, on constate que la matière organique a totalement disparue seule la matière minérale domine elle serait constituée principalement de soufre, phosphore, chlore, silicium, potassium, calcium, magnésium, fer, sodium et exceptionnellement peut contenir de l’aluminium, zinc et bore [96].

D’après les résultats obtenus, on constate que la teneur en cendre la plus élevée reste celle de OAF, elle serait due à la nature de sol.

Le SAF présent un taux de cendre moins élevé, cela due au type de sol, les conditions de culture et les engrais utilisés.

Bruler des céréales produit plus de cendres que brûler des pellets de bois. La quantité de cendres est comprise entre 1.5 et 3% lors de la combustion de grains mais peut s’élever jusqu’à 7% avec la paille. (lb2006).

### 2.2 Détermination des taux de phénols totaux

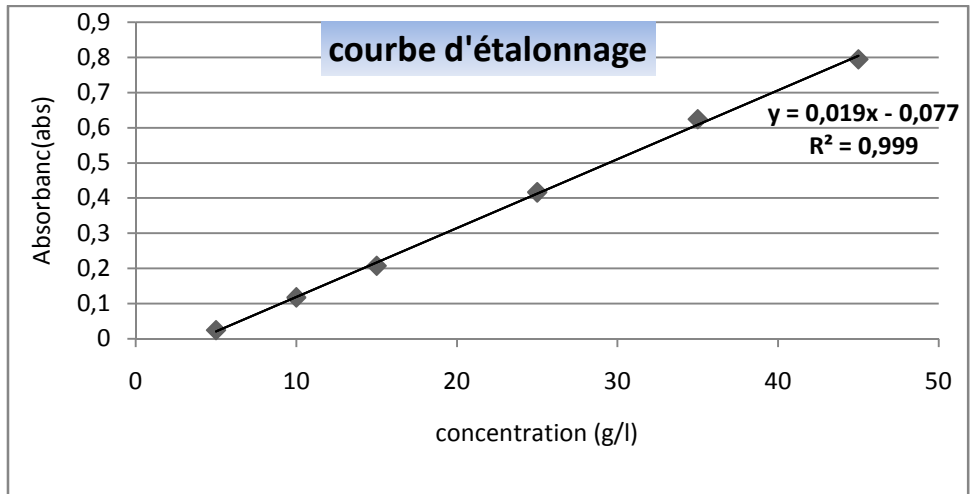
La concentration des polyphénols totaux est déterminée par la méthode de Folin-Ciocalteu à partir d’une courbe d’étalonnage utilisant l’acide gallique comme témoin (Annexe 6).

**Tableau (4)** : Résultats des absorbances obtenus des solutions filles d’acide gallique

C (mg/l)	5	10	15	25	35	45
Abs	0.024	0,117	0,207	0,416	0,624	0.794

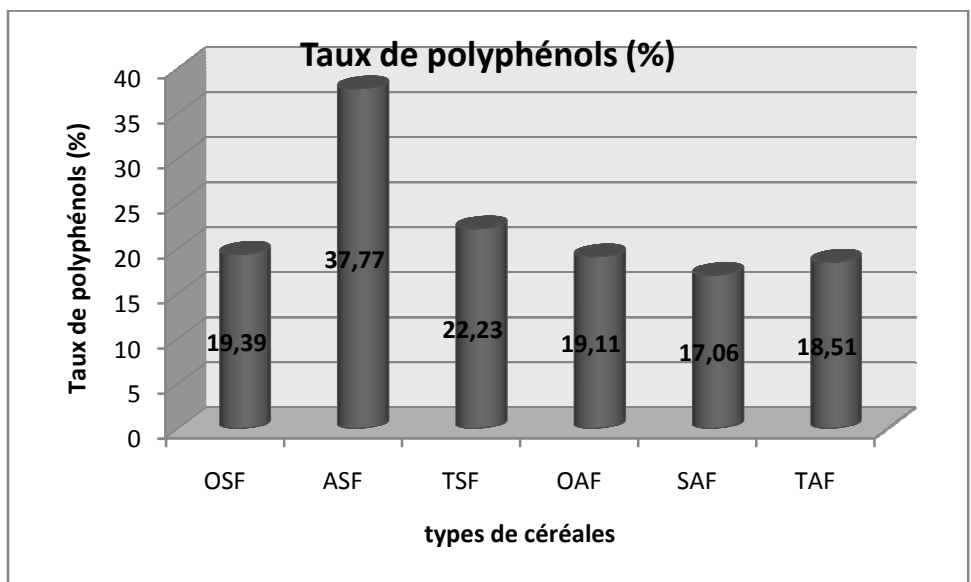
Le test phénolique à été déterminer par le teste de Folin-Ciocalteu, le contenu phénolique total de nos fibres à été estimé à partir de la courbe d’étalonnage  $y=0.019x-0.77$  ( $y=l$ ’absorbance,  $x=$ concentration de la solution acide gallique, (g/l) (figure..)).

La teneur de la densité optique à 765 nm permet de déterminer la concentration des phénols totaux.



**Figure 38 :** d'étalonnage de l'acide gallique.

Les résultats obtenus lors de la réalisation de dosage de polyphénols sont figuré dans l'histogramme ci-dessous :



**Figure 39 :** Evolution de taux de phénols totaux des différentes céréales.

Cet histogramme nous présente les teneurs des polyphénols contenues dans les fibres de paille des différentes pailles céréalières.

Les résultats obtenus montrent qu'ASF possède la teneur la plus élevée en polyphénols totaux avec une valeur moyenne égale à 37.77%, suivie par le TSF à une valeur moyenne égale à 22.23%. Tandis que les fibres de SAF contiennent la teneur la plus faible.

Les composés phénoliques sont caractéristiques de chaque espèce et de chaque variété. Cette différence quantitative en ces composés provient des céréales étudiées et de stade de développement.

D'après Khalfallah 2013 et Adoum 2002, cette variation est reliée à des facteurs génétiques structurels ou physiologiques des céréales <sup>[97]</sup>.

**2.3 Mesure du pH**

**Tableau (5) :** les résultats de la mesure du pH

	Types de céréales	pH de la phase solide
Sans fertilisant	L'orge	6,43
	L'avoine	6,29
	Le Triticale	6,37
Avec fertilisant	L'orge	6,92
	Le Seigle	7,56
	Le Triticale	6,94

Le potentiel hydrogène (PH) du sol influe sur la croissance des plantes, certaines plantes préfèrent un sol acide (PH<7), d'autres un sol neutre (PH=7), d'autres encore un sol basique-ou alcalin (PH>7).

Pour donner la pleine mesure de son potentiel, un sol doit, en fait être légèrement acide à neutre, avec un PH compris entre 6 et 7, car c'est dans cette zone que les nutriments sont le mieux absorbés par la plupart des plantes et que le risque de carence ou d'exposition à certains parasite est minimisé.

Dans nos résultats on distingue deux intervalles de pH dont un est peu acide et l'autre neutre.

On trouve le pH peu acide dans le sol avec fertilisant.

On trouve aussi le pH neutre dans le sol pauvre en fertilisant.

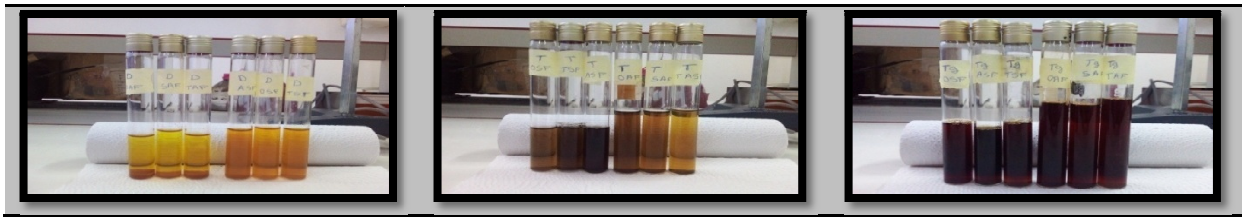
**2.4 Analyses phytochimiques**

**Tableau (6) :** les résultats d'identification des composés phénoliques

	Alcaloïdes	Tanins	Tanins galliques
Infusé de la farine de l'orge avec fertilisant	+++	+++	+++
Infusé de la farine de seigle avec fertilisant	+++	+++	+++
Infusé de la farine de triticale avec fertilisant	+++	+++	+++
Infusé de la farine de l'orge sans fertilisant	---	+++	+++
Infusé de la farine de l'avoine sans fertilisant	---	+++	+++
Infusé de la farine de triticale sans fertilisant	---	+++	+++

Les analyses phytochimiques des végétaux obtenus avec fertilisant révèlent la présence des alcaloïdes, tandis que chez sans fertilisants ils restent inexistantes.

Les tanins et les tanins galliques existent dans les deux sortes de paille.



**Figure 40** : les résultats d’identification des alcaloïdes, les tanins et les tanins galliques [Originale 2023].

**2.5 Détermination du taux de cellulose, d’hémicelluloses et de lignine**

Les parois des cellules du bois ou de la paille sont constituées de cellulose (50% environ), de polysides non cellulosiques plus complexes (regroupés sans le nom générique d’hémicellulose, 20 à 30%) et d’un polymère phénolique particulièrement résistant, la lignine (15 à 30%).

**Tableau (7)** : Résultats du dosage de la cellulose (dosage avec 4 g de NaOH).

Fibres de paille	O.S.F	T.S.F	A.S.F	O.A.F	T.A.F	S.A.F
Holocelluloses (%)	45.19	60.13	53.23	49.33	51.11	67.84

D’après le tableau (7), nous remarquons que le taux d’holocelluloses de SAF, est plus élevée (67.84%) par rapport aux autres paille céréalières.

Le taux d’holocelluloses des quatre autres pailles (TSF, ASF, OAF, TAF) est proche, cependant la teneur en holocelluloses de OSF reste la plus faible.

**Tableau (8)** : Résultats du dosage de la cellulose (dosage avec 8 g de NaOH).

Fibres de paille	O.A.F	T.S.F	S.A.F
Holocelluloses (%)	41.63	55.56	62.74

D’après le tableau (8), nous remarquons une diminution de taux d’holocelluloses apparait dans les différentes paille céréalières.

**Tableau (9)** : Résultats du dosage de la cellulose (dosage avec 16 g de NaOH).

Fibres de paille	A.S.F	T.S.F
Holocelluloses (%)	28.3	23

D’après le tableau (9), nous remarquons une chute importante de taux d’holocelluloses.

Selon les résultats des trois tableaux, le traitement alcalin élimine une certaine quantité de lignine, de cire et d’impuretés qui recouvrent la surface externe des fibres <sup>[99]</sup>. Le traitement par l’hydrolyse de sodium (NaOH) de la fibre favorise l’ionisation du groupe hydroxyle de l’alcoolate <sup>[100]</sup>.



Ainsi, le traitement alcalin influe directement sur les fibrilles et le degré de polymérisation de la cellulose. Il favorise aussi l’extraction de la lignine et l’hémicelluloses.

L'augmentation de la solution alcaline et/ou du temps d'immersion entraîne d'avantage la réduction des composants de cimentation (cellulose, hémicelluloses et lignine) et l'affaiblissement de la consolidation entre les fibrilles, par conséquent la séparation des fibres individuelle devient de plus en plus facile. En d'autres termes, le traitement alcalin conduit à la fibrillation de la fibre et à la décomposition des faisceaux. Cela augmente la surface effective de contact avec la matrice ; donc une amélioration des propriétés mécaniques des composites <sup>[101]</sup>.

**Tableau (10) :** Les résultats obtenus après séparation d'holocelluloses (dosage avec 16 g de NaOH).

Fibres de paille	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Extractibles (%)
A.S.F	53	17.13	15.1	14.93
T.S.F	58.69	19.86	10.9	10.72

L'analyse de la variance pour les teneurs en cellulose, en hémicelluloses, en lignine et en extractibles des paille céréalière étudiées (tableau 10) sont très hautement significativement différentes pour chaque paramètre mesuré (cellulose, hémicelluloses, lignine et extractibles).

Les teneurs moyenne en cellulose, en hémicelluloses, en lignine et en extractibles des différentes paille céréalières déterminées par la méthode de Van Soest et al (1985) <sup>[102]</sup>, disponible dans la littérature scientifique, sont reprises dans le tableau (13).

D'après les différents résultats obtenu on peut prévoir un traitement alcalin 16 g/l for afin d'obtenir un taux d'holocelluloses, lignine adéquate pour prévoir éventuellement un filtre biopolymère.

**Tableau (11) :** Résultats du dosage de la cellulose (dosage avec KOH à 17.34%)

Fibres de paille	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Extractibles (%)
A.S.F	40	2	16	27
T.S.F	53.5	4	20	23

D'après le tableau (11), nous remarquons que les teneurs en cellulose, lignine et extractibles sont très logique en comparons avec les résultats de Van Soest et al (1985) <sup>[102]</sup> (tableau (13)). Tandis que la teneur en hémicellulose est très faible ca due a la dégradation de l'hémicellulose avec la présence d'acide acétique car le KOH est une base forte qui réagit vigoureusement avec les acides.

Les hémicelluloses sont facilement hydrolysées par les acides est les bases diluées.

**Tableau(12) :** récapitulatif de la composition chimique des fibres de paille céréalières (TSF, ASF) après traitement avec 16g/l de NaOH.

Echantillon	%Cellulose	%Hémicelluloses	%Lignine	%Extractibles(M.G)	%Cendres(M.M)
ASF	53	17.13	15.1	14.93	9.37
TSF	58.69	19.86	10.9	10.72	8.05

**Tableau(13) :** Teneurs en cellulose, hémicelluloses et lignine avec leurs écarts-types de diverses biomasses lignocellulosiques déterminées par la méthode de Van Soest d’après la littérature [102].

Biomasse lignocellulosique	Nombre de valeurs*	Cellulose (kg-100 kg <sup>-1</sup> MS)	Hémicelluloses (kg-100 kg <sup>-1</sup> MS)	Lignine (kg-100 kg <sup>-1</sup> MS)
Bagasse de canne à sucre ( <i>Saccharum officinarum</i> L.) (1)	10	40,1 ± 6,7	26,3 ± 6,3	17,9 ± 6,8
Fétuque ( <i>Festuca arundinacea</i> Schreb.) (2)	5	33,3 ± 2,7	30,4 ± 1,8	6,5 ± 2,2
Maïs fibre ( <i>Zea mays</i> L.) (3)	6	38,0 ± 3,8	27,4 ± 1,2	7,3 ± 1,6
Miscanthus ( <i>Miscanthus</i> sp.) (4)	4	44,0 ± 4,8	25,4 ± 2,2	20,4 ± 4,8
Paille d’avoine ( <i>Avena sativa</i> L.) (5)	5	35,5 ± 4,6	24,3 ± 6,5	13,7 ± 4,0
Paille de blé ( <i>Triticum aestivum</i> L.) (6)	27	36,6 ± 5,7	29,8 ± 7,7	16,9 ± 4,7
Paille de maïs grain ( <i>Zea mays</i> L.) (7)	12	37,3 ± 5,1	25,4 ± 4,3	15,8 ± 3,6
Paille d’orge ( <i>Hordeum vulgare</i> L.) (8)	17	40,4 ± 7,8	25,6 ± 5,1	12,7 ± 3,6
Paille de riz ( <i>Oryza sativa</i> L.) (9)	32	35,3 ± 4,5	26,7 ± 4,9	9,8 ± 5,5
Paille de seigle ( <i>Secale cereale</i> L.) (10)	3	37,0 ± 3,0	28,9 ± 1,0	12,7 ± 9,6
Panic érigé ( <i>Panicum virgatum</i> L.) (11)	36	38,3 ± 3,8	31,2 ± 2,9	8,4 ± 3,9
Ray-grass italien ( <i>Lolium multiflorum</i> Lam.) (12)	4	23,1 ± 4,8	18,7 ± 6,3	4,3 ± 2,4
Sorgho fibre ( <i>Sorghum bicolor</i> (L.) Moench) (13)	7	42,3 ± 2,6	26,2 ± 0,6	8,0 ± 0,4
Sorgho fourrager ( <i>Sorghum bicolor</i> (L.) Moench) (14)	18	28,3 ± 4,6	22,8 ± 3,6	8,7 ± 3,9
Chanvre ( <i>Cannabis sativa</i> L.) (15)	15	60,3 ± 6,2	16,8 ± 3,9	6,8 ± 3,4
Kenaf ( <i>Hibiscus cannabinus</i> L.) (16)	6	53,2 ± 4,1	18,4 ± 1,4	7,9 ± 1,2
Hêtre ( <i>Fagus sylvatica</i> L.) (17)	3	45,4 ± 1,9	27,9 ± 6,8	23,1 ± 1,3
Peuplier ( <i>Populus</i> sp.) (18)	4	42,0 ± 2,9	22,0 ± 6,2	24,8 ± 3,8
Saule ( <i>Salix</i> sp.) (19)	2	46,5 ± 13,5	18,5 ± 6,4	20,0 ± 1,4
Douglas ( <i>Pseudotsuga</i> sp.) (20)	3	48,8 ± 7,6	21,1 ± 11,4	25,9 ± 2,2
Épicéa ( <i>Picea</i> sp.) (21)	4	44,3 ± 4,2	26,1 ± 3,7	28,4 ± 0,7

\* Les références bibliographiques figurent dans l’annexe I p 556 — The bibliographic references are shown in the appendix I p 556.

## 2.6 Conductivité

**Tableau (14) :** résultats de la conductivité

Fibres de paille	O.SF	T.S.F	A.S.F	O.A.F	T.A.F	S.A.F
Conductivité (S.m <sup>-1</sup> )	0.5	0.7	0.7	0.7	0.3	0.4

Les valeurs sont très faibles et par conséquent les céréales freinent la transmission de chaleur et adissent comme isolants thermique.

## 2.7 Analyse des échantillons par microscopie électronique à balayage (MEB)

Les changements morphologiques des fibres peuvent également être observés par microscopie électronique à balayage. Les images obtenues en microscopie électronique à balayage sur des fibres avant, pendant et après traitement par la solution de la soude à différentes concentration à température ambiante sont présentées dans l’annexe 10.

### -Avant le traitement alcalin

Les microfibrilles des différentes pailles céréalières à 100 µm, présentent en surface des cellules végétales polygonales régulières allongées.

On peut voir aussi que les fibres non traitées présentent beaucoup plus de matières en surface. La surface des fibres brutes est recouverte par les graisses, les cires ou encore des polysaccharides (cellulose, hémicelluloses) tels que les lignines et donc beaucoup plus rugueuse.

### -Pendant le traitement alcalin

On observe une certaine porosité dans la matière ligneuse.

La morphologie de la fibre traitée change avec la concentration alcaline et /ou la période du traitement. La surface devient relativement lisse et le changement de la rugosité est très net (Annexe 10). Cette différence est due à la dissolution d’une majeure partie des composants de

cimentation comme la lignine et l'hémicelluloses. Après l'élimination des impuretés et les composants de cimentation, il y a apparition des pores sur la surface <sup>[93]</sup>. Le traitement chimique réduit le rayon de la fibre par l'élimination partielle des impuretés et les substances qui assurent la cohésion des microfibrilles de cellulose <sup>[94]</sup>.

**-Après le traitement alcalin avec 16 g de NaOH**

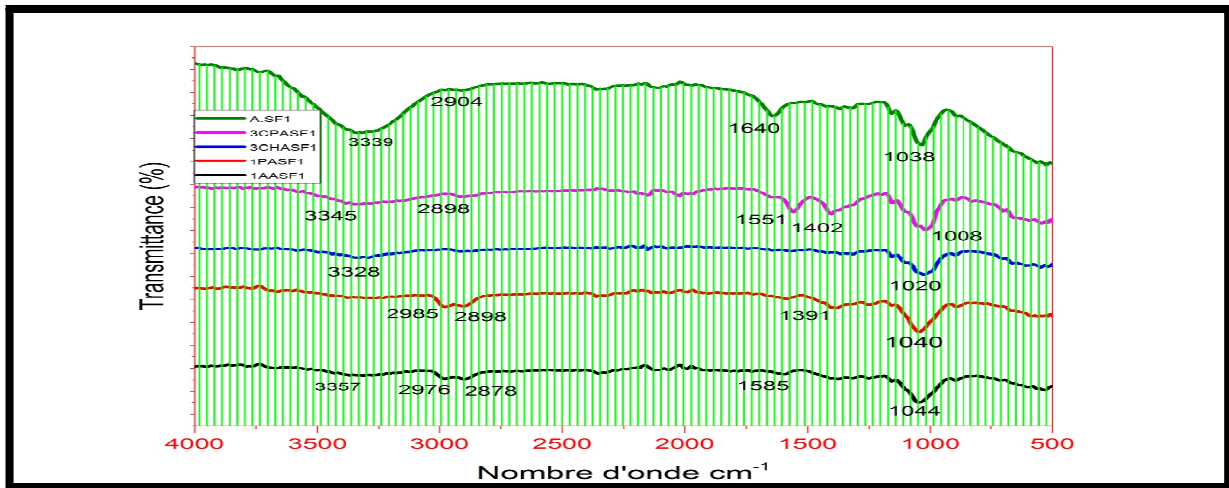
On voit apparaître des parties cristallines qui seraient des constituants de la cellulose.

**-Après le traitement basique avec le KOH à 17.34%**

On voit des parties creuse en surface et une certaine porosité.

**2.8 Analyse des échantillons par spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR)**

Les résultats de l'analyse spectrale par Spectrométrie Proche Infrarouge (SPIR) de différentes farines des céréales avant traitement (brute), pendant le traitement et après traitement sont représentés dans la (Figure 42).



**Figure (41) :** Spectre infrarouge d'une fibre de paille céréalières (TSF) (brute, pendant et après traitement).

On remarque que les Spectres infrarouge des fibres de paille céréalières non traitées (brutes) se superposent largement, ce qui nous permis d'interpréter un seul spectre (ASF).

Tableau (15) : Principale bandes au spectre infrarouge de la fibre brute

Nombre d'onde $\text{cm}^{-1}$	Attribution	Mode de vibration
3339	Liaison O-H	Polysaccharides
2904	C-H (élongation symétrique)	Polysaccharides
1640	H <sub>2</sub> O absorbée	Eau
1038	C-O (élongation aliphatique)	Vibration d'élongation C-O aliphatique

Les bandes qui s'étendent aux alentours de  $3429\text{-}3160 \text{ cm}^{-1}$  sont attribuées aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyles (-OH) des celluloses et hémicelluloses. Les bandes d'intensités moyennes vues vers  $2960$  et  $2870 \text{ cm}^{-1}$  représentent les vibrations d'élongation

symétrique et asymétrique des liaisons C-H du groupe  $-CH_2$  segments de la cellulose et de la lignine<sup>[54,56]</sup>.

Tableau (16) : Principales bandes au spectre infrarouge de la fibre après le traitement avec 4g/l de NaOH

Nombre d'onde $cm^{-1}$	Mode de vibration
770	Vibration de déformation dans le plan des liaisons C-H des aromatiques
574	Cellulose
901	Vibration des liaisons glycosidique

On remarque l'apparition d'une nouvelle bande à  $770\text{ cm}^{-1}$  qui correspond à la déformation dans le plan des liaisons C-H des aromatiques (41) (pour le TAF et OAF). Tandis que le pic de longueur d'onde  $574\text{ cm}^{-1}$  (TAF) correspond à la cellulose reste inchangé. Le pic  $901\text{ cm}^{-1}$  (TSF) correspond à la vibration liaisons glycosidique (polysaccharides).

Tableau (17) : Principales bandes au spectre infrarouge de la fibre après le traitement avec 16g/l de NaOH (avant et après séparation d'holocellulose)

Nombre d'onde $cm^{-1}$	Mode de vibration
3345	Liaison O-H (vibration d'élongation) des polysaccharides
2898	H3C-O (vibration d'élongation) de lignine
1551	C=C cycle aromatique (élongation symétrique) de lignine
1402	Déformation dans le plan de groupes C-H et Vibration aromatique (hémicelluloses et lignine)
1008	Déformation des groupes acétyles (xylanes) de lignine
3328	Liaison O-H (vibration d'élongation) des polysaccharides
1020	Déformation des groupes acétyles (xylanes) de lignine

On observe une large bande à  $3345\text{ cm}^{-1}$  implique que les OH commencent à disparaître

Après le traitement alcalin des pailles céréalières à 16 g/l, on constate que :

Les bandes des polysaccharides à  $3345\text{ cm}^{-1}$  obtenue avant séparation et à  $3328\text{ cm}^{-1}$  après séparation d'holocelluloses sont faibles, de même à  $2898\text{ cm}^{-1}$  qui correspond à l'élongation symétrique de CH des polysaccharides, reste apparente dans la cellulose pure.

Cependant, trois pics apparaissent  $1551\text{ cm}^{-1}$ ,  $1402\text{ cm}^{-1}$  et  $1008\text{ cm}^{-1}$  dans le polymère cellulose qui correspondrait à la valence C = C des aromatiques et à  $1402\text{ cm}^{-1}$  il s'agit de C = O et à  $1008\text{ cm}^{-1}$  de C - C.

On peut conclure que le traitement alcalin pour les fibres naturelles modifie la structure telle que l'élimination des liaisons hydrogène entre la cellulose et les deux autres principaux constituants qui sont l'hémicellulose et la lignine.

Les mêmes bandes caractéristiques apparaissent avec le KOH à 17.34%

## ***Conclusion générale***

Le but de ce mémoire et la valorisation de paille des céréales afin d'élaborer un biopolymère qui servira éventuellement de filtre.

Afin de dégrader la lignine contenue dans la paille des céréales, ces dernières ont subi un traitement alcalin à différentes concentrations (4,8 et 16 g de NaOH) pour enfin élaborer un biopolymère à base de cellulose.

Nous avons caractérisé les fibres de paille céréalières (OAF, SAF, TAF, OSF, ASF, TSF).

Les résultats obtenus ont montré :

- Les analyses physico-chimiques des fibres céréalières avant traitement ont montré un caractère hydrophile environ 13.96% pour le TSF.
- Le taux de cendres après combustion des fibres de paille céréalières s'élève jusqu'à 7% ou plus, selon le type de sol, les conditions de culture et les engrais utilisés.
- Un taux de polyphénols très élevée revient à l'ASF avec 37.77% du à sa richesse en composés phénoliques.
- Le pH est alcalin pour toutes les pailles céréalières.
- Les alcaloïdes réveil dans les fibres céréalières fertilisées, Les tanins et les tanins galliques existent dans les deux sortes de paille.
- Le traitement alcalin de (NaOH à 16 g/l) a donné un meilleur rendement de cellulose à savoir 53% pour l'ASF et 58.69% pour le TSF.
- Le traitement basique de (KOH à 17.34%) a donné aussi des bons rendements de cellulose, 40% pour l'ASF et 53.5% pour le TSF.
- Les pailles céréalières ont considéré comme un isolant thermique vue que leur faible conductivité.
- Les changements morphologiques des fibres peuvent être observés par microscopie électronique à balayage.  
les images du MEB ont montré une diminution des groupement hydroxyles au fur à mesure que la concentration de la soude augmente.
- L'analyse par spectroscopie infrarouge a confirmé la dégradation des pailles céréalières en fonction de traitement alcalin à différentes concentrations suite à la disparition des groupes acétyles des hémicelluloses et de la lignine dans les fibres de paille céréalières.

Enfin, il ressort de ce travail que les conditions opératoires du traitement alcalin méritent d'être suggérer de quelques perspectives :

- Une analyse RMN pour mieux observer la modification chimique de certains constituants de la fibre (dégradation de la lignine)
- Une DRX pour voir la partie cristalline de la cellulose
- Des mesures d'absorption peuvent être également complétées par l'étude de la porosité de la cellulose par BET.

***Références***

***Bibliographiques***

- [1] Benmouffok B., (2004). Efforts de l'Algérie en matière d'économie de l'eau et de modernisation de l'irrigation, Actes du Séminaire Modernisation de l'agriculture. Rabat du 19 au 23 Avril 2004.
- [2] Ademe, 2006, Etude bibliographique sur la combustion de produit issus de cultures annuelles (blé, paille, maïs). Organisation des nations pour l'éducation, la Science et la culture.
- [3] Ademe, Octobre 2010, Panorama et potentiel de développement des bioraffineries.
- [4] Macheix J.J., Fleuriet A., Jay Allemand C. (2005). Les composés phénoliques des végétaux (un exemple de métabolites secondaires d'importances économiques). Edition techniques et documentation.
- [5] Dacosta Y., (2003). Les phytonutriments bioactifs. Yves Dacosta ed.1, Paris, P.317.
- [6] Mestdagh h., de la paille au papier. IUFM Paris-10.
- [7] <http://www.fao.org/docrep/004/y3557f/y3557f08.htm#TopOfPage>: Agriculture mondiale : horizon 2015/2030. Rapport abrégé, Perspectives par grand secteur, Production végétale. (Accès le 03/04/2015).
- [8] Zeitoun R, 2011. Procédé de fractionnement de la matière végétale. Application à la production des polysaccharides du son et de la paille de blé. Thèse Doctorat de l'Université de Toulouse (France), Institut National Polytechnique de Toulouse, Science des Agro-ressources, 288 p.
- [9] EUFIC (réseau d'information financé par les « compagnies de l'industrie agroalimentaire »), Fiche d'information : les céréales complètes [archive].
- [10] <sup>a b et c</sup> (en) « Données de l'alimentation et de l'agriculture – cultures et produits animaux » [archive], sur *FAOSTAT*, FAO (consulté le 22 avril 2022).
- [11] <http://www.inee.cnrs.fr/fr/cnrsinfo/des-céréales-enanatolie-deux-millions-dannees-avant-l'agriculture> [archive], sur *CNRS*, 29 avril 2021(consulté le 30 octobre 2021).
- [12] (en) Amaia Arranz-Otaegui et *al.*, « Aechaeobotanical evidence reveals the origins of bread 14,400 years ago in northeastern Jordan », *PNAS*, vol. 115(31), 19 janvier 2018, p. 7925-7930 (DOI 10.1073/pnas. 1801071115, lire en ligne [archive], consulté le 30 octobre 2021).
- [13] Andrew curry, « Des céréales au menu avant l'agriculture », *Pour la science*, n°529, novembre 2021, p. 64-71.
- [14] (en) LauraDietrich et MaxHaibt, « Bread and porridge at Early Neolithic Göbekli Tepe: A new method to recognize products of cereal processing using quantitative functional

analyses on grinding stones », *Journal of Archaeological Science*, vol. 33, octobre 2020 (DOI 10.1016/j.jasrep.2020.102525, lire en ligne [archive], consulté le 30 octobre 2021).

[15] Guignard, J.L; Dupont, F ,2004. *Botanique Systématique moléculaire*, 03 Ed révisée Masson Paris. Pp 116-117

[16] Alais, C., Linden, G., Micho.2003. *Biochimie Alimentaire*. 5 éme ed Dunod. Pp131.

[17] Salfer G.A., Molina-Cano J.L., Savim R., Araus J.L et I., 2002-*Barley science. Recent Advances from Molecular Biology to Agronomy of yield and Quality*.665p.

[18] Giban, M., Minier, B., Malvosi, R. 2003. *Stades du blé ITCF.ARVALLIS*. Institut du végétale.

[19] Hadria, R. 2006. *Adaptation et spatialisation des modèles strics pour la gestio d'un périmètre céréalier irriguée en milieu semi aride*. Thèse de doctorat. univ Cadi AYYAD Samlalia-Marrakech.

[20] <http://www.agro.bast.fr>

[21] GODON B. et WILLMC., 1998 : *les industries de première transformation des céréames-Ed-technique et documentation Lavoisier*.652p.

[22] Kanoun K. (2011). *Contribution à l'étude phytochimique et activité antioxydante des extraits de Myrtus communis L. (Rayhene) de la région de Tlemcen (Honaine)*. Thèse de magister de l'université de Tlemcen.

[23] Jeantet, R., Croguenne, T., PSchuck, P and Gerard Brulé.2007 : *Science des aliments : Biochimie Microbiologie, procédés produits* Pp138-159.

[24] MacheixJ.J.,Fleuriet A.,Jay-Allemand C. (2005). *Les composés phénoliques des végétaux (un exemple de métabolites secondaires d'importance économiques)*. Edition techniques et documentation ,Lavoisier .

[25] [www.aps.dz](http://www.aps.dz) Céréales : la FAO baisse ses prévision de la production mondiale 2022.

[26]<https://www.agenceecofin.com/cereales/0610-101795-algerie-la-production-de-ble-pourrait-grimper-a-3-3-millions-de-tonnes-en-2022/2023>

[27]<https://www.algerie-eco.com/2022/10/06/cereales-lusda-prevoit-une-amelioration-de-la-production-de-lalgerie-durant-la-campagne-2022-2023/>

[28] [aquaportail.com](http://aquaportail.com) Toute l'univers en auariophilie d'AquaPortail (© 2006-2023) pour un aquarium durable

[29] <sup>a b c et d</sup> BatiActu (2015) *Cogénération paille : l'exemple réussi de pécs en Hongrie* [arcive], 15/10/2015

[30]<https://www.rappel.qc.ca/publications/information-techniques/lac/plantes-aquatiques.html> (consulté le 20/10/2020)

- [31] <https://planet-vie.ens.fr/thematiques/vegetaux/anatomie-vegetale-et-histologie-vegetale/la-structure-secondaire-des-tiges> (consulté le 22/01/2021)
- [32] MOHANTY A.K, MISRA M., HIRINCHEN G., Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites, *Macromolecular Materials Engineering*, 276/277, (2000), p. 1-24.
- [33] BALEY C., Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, *Techniques de l'Ingénieur*, (2004), p.15
- [34] BLEDZKI A.K., GASSAN J., Composites reinforced with cellulose based fibres, *Progress in Polymer Science*, 24, (1999), p. 221-274.
- [35] Baley C. 2004, Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites . *Techniques de l'Ingénieur*. Ref.AM. 5 130, 15 pages
- [36] NULTSCH W., Botanique générale, De Boeck Université Paris-Bruxelles (1998).
- [37] VALLADE J., Structure et développement de la plante. Morphogenèse et biologie de la reproduction des angiospermes, Dunod, Paris (1999).
- [38] J. F. Siau, 1995. Wood: Influence of moisture on physical properties: Department of Wood Science and Forest Products, Virginia Polytechnic Institute and State University, USA.
- [39] BRUDIEUX V., Extraction, modification enzymatique et caractérisation chimique de nouvelles structures pectiques. Application de la relation structure/activité à la dermocosmétique, thèse de doctorat, université Limoges, (2007), pp1-220.
- [40] BLEDZKI A.K, GASSAN J., Composites reinforced with cellulose based fibres, *Progress In polymer Science*, 24, (1999), pp 221-274.
- [41] REDDY N., YANG Y., Biofibers from agricultural Byproducts for industrial applications, *TRENDS in Biotechnology*, 23, 1, (2005), pp 22-27.
- [42] Salmi, T., Valtakari, D., Paatero, E., Holmbom, B., Sjöholm, R., 1994. Kinetic study of the carboxymethylation of cellulose. *Ind. Eng. Chem. Res.* 33, 1454–1459.
- Gómez-Guillén, M.C., Ihl, M., Bifani, V., Silva, A., Montero, P., 2007. Edible films made from
- [43] tuna-fish gelatin with antioxidant extracts of two different murta ecotypes leaves (*Ugni molinae* Turcz). *Food Hydrocoll.* 21, 1133–1143.
- [44] Gómez-Guillén, M.C., Ihl, M., Bifani, V., Silva, A., Montero, P., 2007. Edible films made from
- [45] LY H.B., Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose, thèse de doctorat, Institut Nationale de Polytechnique de Grenoble, (2008), p 35.
- [46] Kamel, M.M., El-Shishtawy, R.M., Yussef, B.M., Mashaly, H., 2005. Ultrasonic assisted dyeing. *Dye. Pigment.* 65, 103–110.

- [47] JEBRANE M., Fonctionnalisation chimique du bois par transesterification des esters d'enol, thèse de doctorat, université Bordeaux I, (2009), pp 1- 125.
- [48] Zeghad N., Merghem R., 2013. Antioxydant and antibacterial activities of *Thymus vulgaris*L.
- [49] Merghem, 2009. Eléments de biochimie végétale. Edition Bahaeddine.
- [50] Stanley et al. (2003). Antioxidants and the Radical Theory of Degenerative Disease, *Alternative Medicine and Rehabilitation*
- [51] Bruneton, J. (1999). Pharmacognosie : Phytochimie, Plantes médicinales. 3eme édition, Lavoisier Techniques et Documentation, Paris. pp.1120.
- [52] Valls J., Millan S., Marti M.P., Borrás E., Arola L. (2009). Advanced separation methods of food anthocyanins, isoflavones and flavanols. *Journal of chromatography A*, 1216: 7143-7172
- [53] Dacosta Y., (2003). Les phytonutriments bioactifs. Yves Dacosta (Ed). Paris, p 317.
- [54] Bruneton, J. (1999). Pharmacognosie : Phytochimie, Plantes médicinales. 3eme édition, Lavoisier Techniques et Documentation, Paris. pp.1120.
- [55] JEBRANE M., Fonctionnalisation chimique du bois par transesterification des esters d'enol, thèse de doctorat, université Bordeaux I, (2009), pp 1- 125.
- [56] El Hadji Boubacar Ly. Thèse de doctorat «Nouveaux matériaux composites thermoformables a base de fibre de cellulose ». INP Grenoble. 2008.
- [57] Aimesther Ojito Betancourt «Analyse, extraction et récupération de Poly-3-Hydroxybutyrate présent dans la biomasse », Université de Québec, Montréal. 2008.
- [58] Club Bio-Plastique «Les bioplastiques d'origine végétale des produits renouvelables et biodégradables ». 2007.
- [59] Nina Quelenis «Les bioplastiques, caractéristiques et réglementation » Fiche Technique. 2008.
- [60] Holy Rabetalika ; Michel Paquot ; Philippe Du Bois «Les polymères issus du végétal : matériaux à propriétés spécifiques pour des applications ciblées en industrie plastique », Service des matériaux polymères et composites, Université De Mons Hainant Belgique. 2006.
- [61] A. Boukerrou, D. Hammiche. Mémoire de Master «Effet D'un Renfort Biodégradable Sur Les Propriétés Physico-Mécaniques D'un Biopolymère Phbv » : Université A. Mira – Bejaia. 2015.
- [62] A. Babanalbandi, D.J.T. Hill, J.H. O'donnell, P.J. Pomery. «An electron Spin Resonance Analysis on [Gamma]-irradiated Poly(Glycolic acid) and its copolymers with Lactic Acid, *Polym. Degrad. Stab.* 52 (1996) 59-66.

- [63] M.L. Cairns, A. Sykes, G.R. Dickson, J.F. Orr, D. Farrar, A. Dumba, F.J. Buchanan. «Through-Thickness control of polymer bioresorption via electron beam irradiation, *Acta Biomater.* 7, (2011), 548-557.
- [64] M.L. Cairns, G.R. Dickson, J.F. Orr, D. Farrar, K. Hawkins, F.J. Buchanan, «Electron beam treatment of Poly(Lactic Acid) to control degradation profiles». *Polymer Degradation and Stability*, 96, (2011), 76-83.
- [65] Paster M., Pellegrino J.L., Carole T.M. (2003). *Industrial bioproducts: today and tomorrow*. Report prepared for the US Department of Energy, Washington, DC. Petersen K., Vaeggemose Nielsen P., Bertelsen G., Lawther M., Olsen M.B., Nilsson N.H., Mortensen G. (1999). Potential of biobased materials for food packaging. *Trends in Food Sci. Technol.* 10, p. 52–68.
- [66] Tester R.F., Karkalas J. (2002). Starch. In Vandamme E.J., De Baets S., Steinbüchel A. (eds) *Biopolymers. Vol. 6. Polysaccharides II*. Weinheim, Germany: Wiley-VCH, p. 381–438.
- [67] Ahmad S., Ashraf S.M., Sharmin E., Zafar F., Hasnat A. (2002). Studies on ambient cured polyurethane modified epoxy coatings synthesized from a sustainable resource. *Prog. Cryst. Growth Character. Mater.* 45 (1), p. 83–88.
- [68] Derbal N., 2009. Etude de la variation spatio-temporelle de certaines caractéristiques technologiques de quelques variétés de blé dur cultivées en Algérie, Mémoire de Magistère, Option : Biotéchnologie végétales, Dept. Biologie. Univ. Mentouri, Constantine : pp 30-45
- [69] Baik, B.-K. & Ulrich, S.E. Barley for food: characteristics, improvement and renewed interest. *Journal of Cereal Science* 48, 233-242 (2008)
- [70] Soltner, D. 2005. Les grandes productions végétales. 20<sup>ème</sup> Ed. CCTA. Pp 117-125
- [71] Feillet P., 2000. Le grain de blé composition et utilisation. Ed. INRA, Paris, 308 p.
- [72] Jebrane, M. (2009). Fonctionnalisation chimique du bois par transestérification des esters d'enol, Thèse de doctorat, Bordeaux, France.
- [73] www.itgc.dz Institut Technique des Grandes Cultures ITGC-2020, ITGC-BP.16 El-Harrach 16200 Alger
- [74] M.W., Janssen H. (2007). Catalase over expression fails to attenuate allergic airways disease in the mouse. *The Journal of Immunology*. 178:3821
- [75] M.W., Janssen H. (2007). Catalase over expression fails to attenuate allergic airways disease in the mouse. *The Journal of Immunology*. 178:3821
- [76] etienne-pascal.journet@toulouse.inra.fr ; Les cultures associées

- [77] SPICHIGER, R., SAVOLAINEN, V., FIGEAT, M. et JEANMONOD, D. (2002) : Botanique systématique des plantes à fleurs .2ème Ed .Presses Polytechnique et Universitaires Romandes, 418p
- [78] Larousse agricole. Ed. Mathilde Majoral, Montréal, 767.
- [79] -ABDELKADER, O (1980) : Etude comparative de trois associations varitales de vesce-avoine en
- [80] SIMON, H., CODDOCCIONI, P.et LECDEUR, X. (1989) : Produire des céréales à paille. Ed.Lavoisier, Paris, 333p.
- [81] -AMRANI, M(2006) : Itinéraire technique .I.T.G.C, El-Harrach.
- [82] AMRANI, M(2006) : Itinéraire technique .I.T.G.C, El-Harrach.
- [83] SIMON, H., CODDOCCIONI, P.et LECDEUR, X. (2005) : Produire des céréales à paille. Ed. Lavoisier, Paris, 333p.
- [84]. *Triticale* Müntzing (Noms acceptés: ×*Triticosecale* Wittm. ex A. Camus) Non valide [archive] (+ liste sous-taxons [archive]) (consulté le 17 juillet 2016)
- [85] 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 .
- [86] TINGAUT. PH., (2006) ,Modification de la structure chimique du bois par des Alcoxysilanesdiversement substitués, ThèsDoct. Univ Bordeaux. 17-27p.
- [87] Boras,M., (2015) . Etude comparative et optimisation de prétraitement des écorces de bois pour l'extraction des composés phénoliques UTC ( Université Technologie Compiègne) .
- [88] Dahou, N., Yamni, K., Tahrouche, S., Idrissi, L.M., Badoc, A., Gmira, N., (2013).Screening phytochimique d'une endemique Ibéro-Marocaine. *Thymelaea lythroïdes*.*Bulletin de la Société de Pharmacie de Bordeaux*. Vol 142, pp 61-78.
- [89] Ariawan,D.,Rival,T.S.,Surojo,E.,Hidayatulloh,S.,Akbav.A.I.et prabowo,A.R.(2020). Effet du traitement alcalin de la fibre de Salacca Zalacca (SZF) sur les propriétés mécanique des composite HDPE renforcé avec SZF. *Alexandria Engineering journal*, 59(5) ,3981-3989.
- [90] K. Ben Hamou, "Extraction de nanofibrilles de cellulose à structure et propriétés contrôlées : caractérisation, propriétés rhéologique et application nanocomposites", thèse de doctorat, Université GrenobleAlpes, (2016), 240p.
- [91] CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. Détermination de la conductivité : méthode électrométrique, MA. 115 – Cond. 1.1, rév. 1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et de la Lutte contre les changements climatiques, 2015, 9 p.

- [92] NANCY.D., (2009) : Chimie de bois. Xavier DEGLISE. Professeur émérite à Univ-Hentri- Poincaré. Past Président de l'Internatinnel Academy of Wood Science.225p..
- [93] MEB (en) *Electron microprobe analysis: Merging of discoveries in physics, chemistry and microscopy* [archive], p. 19, département de géologie, université du Wisconsin-Madison
- [94] Rowell, R. (1984). "The chemistry of solid wood", *Advances in chemistry series n° 207*.American Chemical Society, New-York.
- [95] Stevanovic, T.J. (2014a). Notes de cours chimie des constituants végétaux II. Département des sciences du bois et de la forêt, Université Laval, Québec, Canada.
- [96] C. ROLANDO, B. MONTIES et C. LAPIERRE : «*Thioacidolysis*», dans *Methods in Lignin Chemistry* (Ed. S.Y. Lin et C.W. Dence), Springer-Verlag, 1992.
- BULLETIN DE L'UNION DES PHYSICIENS 705 Vol.
- [97] Michel Aubineau .( 2002). LAROUSSE AGRICOLE . 4éme .Paris : Larousse
- [98] Al-Khanbashi A., Al-Kaabi K., Hammami A., Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: Fiber Characterization, *Polymer Composites*, 26 , 486-497, 2005.
- [99] Li Xue, Tabil LG., Panigrahi S., Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review, *Journal of Polymer Environment*, 15, 25–33, 2007.
- [100] Faulstich de Paiva JM., Frollini E., Unmodified and Modified Surface Sisal Fibers as Reinforcement of Phenolic and Lignophenolic Matrices Composites: Thermal Analyses of Fibers and Composites *Macromol, Material and Engineering*, 291, 405-417, 2006.
- [101] Al-Kaabi K., Al-Khanbashi A., Hammami A., Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: DPF/Polyester Composite properties, *Polymer Composites*, 26, 604-613, 2005.
- [102] Al-Kaabi K., Al-Khanbashi A., Hammami A., Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: DPF/Polyester Composite properties, *Polymer Composites*, 26, 604-613, 2005.
- [103] Gassan J., Bledzki AK., Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxy composites by alkali treatment of fibres, *Composites Science and Technology*, 59, 1303-1309, 1999.
- [104] BOUSSEHEL H. (2018) .Etude des moyens de stabilisation des composites à base depolystyrène. Thèse de doctorat. Filière : chimie. Option : science des matériaux. UniversitéMohamed Khider. Biskra.

FADEL A. Influence des diverses modifications de Genet d' Espagne sur la propriété mécanique, rhéologique et thermique de composites à matrice thermoplastique. Mémoire de Magistère. Option : génie des polymères. Université de Setif-1, 2014.

[105] [GRO 89] Grobe. A., 1989, Polymer Handbook , Editions J. Bandrup et E.H. Immergut, New York,, pp. 117-170.

[106] [SIN08] Sinha, S., Rout, S.K., 2008, Influence of fibre-surface treatment on structural, thermal and mechanical properties of jute. J. Mater. Sci. 43, 2590–2601

[107] [HAQ09] Haque, Md.M., Hasan, M., Islam, Md.S., Ali, Md.E., 2009,. Physico-mechanical properties of chemically treated palm and coir fibre reinforced polypropylene composites. Bioresour.Technol. 100, 4903–4906.

[108] [ALI09]Alix, S., Philippe, E., Bessadok, A., Lebrun, L., Morvan, C., Marais, S., 2009. Effect of chemical treatments on water sorption and mechanical properties of flax fibres.Bioresour.Technol. 100, 4742

## ***Annexes***

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

	Types de céréales	m <sub>0</sub>	m <sub>1</sub>	m <sub>2</sub>	Taux d'humidité	Moyenne (%)
<b>Sans Fertilisant</b>	L'orge	11,3300	13,3300	13,1400	10,4972	12,0667
		20,6800	22,6800	22,4400	13,6363	
	L'avoine	14,1200	16,1200	15,9300	10,4972	11,4283
		20,5400	22,5400	22,3200	12,3595	
<b>Avec Fertilisant</b>	Le	13,4100	15,4100	15,1800	12,9943	13,9684
	Triticale	17,7100	19,7100	19,4500	14,9425	
	L'orge	11,7200	13,7200	13,5300	10,4972	10,4972
		12,4900	14,4900	14,3000	10,4972	
<b>Avec Fertilisant</b>	Le Seigle	13,4300	15,4300	15,2300	11,1111	11,4214
		15,5600	17,5600	17,3500	11,7318	
	Le	11,9600	13,9600	13,7600	11,1111	11,1111
	Triticale	13,7100	15,7100	15,5100	11,1111	

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

	Types de céréales	m <sub>0</sub>	m <sub>1</sub>	m <sub>2</sub>	Taux de cendre	Moyenne (%)
<b>Sans Fertilisant</b>	L'orge	9,9163	10,9163	10,0128	9,6500	9,7800
		10,5767	11,5767	10,6758	9,9100	
	L'avoine	11,9560	12,9560	12,0476	9,1600	9,3700
		17,3972	18,3972	17,4930	9,5800	
<b>Avec Fertilisant</b>	Le Triticale	11,3536	12,3536	11,4368	8,3200	8,0500
		14,9920	15,9920	15,0698	7,7800	
	L'orge	9,5967	10,5967	9,7210	12,430	10,9650
		17,5052	18,5052	17,6002	9,5000	
<b>Avec Fertilisant</b>	Le Seigle	11,3666	12,3666	11,4264	5,9800	5,9700
		13,1687	14,1687	13,2283	5,9600	
	Le Triticale	10,1209	11,1209	10,2135	9,2600	9,1500
		11,6068	12,6068	11,6972	9,0400	

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

	Types de céréales	pH de la phase solide
<b>Sans fertilisant</b>	L'orge	6,43
	L'avoine	6,29
	Le Triticale	6,37
<b>Avec fertilisant</b>	L'orge	6,92
	Le Seigle	7,56
	Le Triticale	6,94

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

Composés	Mode opératoire	La couleur	Résultats	
<b>Alcaloïdes</b>	On ajoute 2 gouttes du réactif de dragendorff à 5 ml de l'infusé	Précipité rouge	O. A. F	+
			S. A. F	+
			T. A. F	+
			O. S. F	-
			A.S. F	-
			T. S. F	-
<b>Tanins</b>	5 ml de l'infusé et on ajoute goutte à goutte la solution aqueuse $FeCl_3$ (5%).	Verdatre	O. A. F	+
			S. A. F	+
			T. A. F	+
			O. S. F	+
			A.S. F	+
			T. S. F	+
<b>Tanins galliques</b>	On sature le filtrat par l'acétate de sodium puis on ajoute quelques gouttes de $FeCl_3$ (5%).	Noirâtre	O. A. F	+
			S. A. F	+
			T. A. F	+
			O. S. F	+
			A.S. F	+
			T. S. F	+

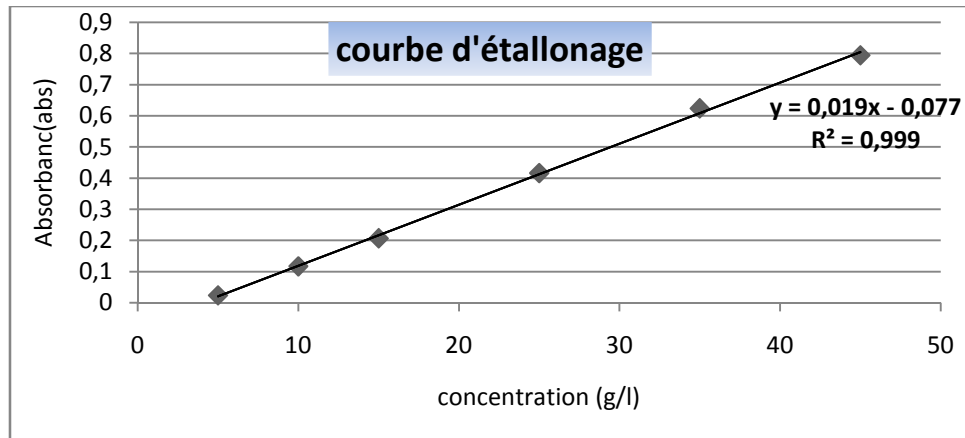
**Annexe 5 :** Les résultats des absorbances et taux de polyphénols des échantillons avec (Folin-Ciocalteu dilué 10 fois) sont résumés dans le tableau suivant

	Types de céréales	Absorbance 1	Absorbance 2	Absorbance moyenne	Taux de polyphénols (%)
Sans fertilisant	L'orge	0,8270	0,8010	0,8140	9.95253456
	L'avoine	1,6300	1,3950	1,5125	18.49288852
	Le Triticale	0,9960	0,8480	0,9220	11.2730183
Avec fertilisant	L'orge	0,7700	0,8370	0,8035	9.8.8241542
	Le Seigle	0,7320	0,7190	0,7255	8.87047152
	Le Triticale	0,8380	0,7230	0,7805	9.54294007

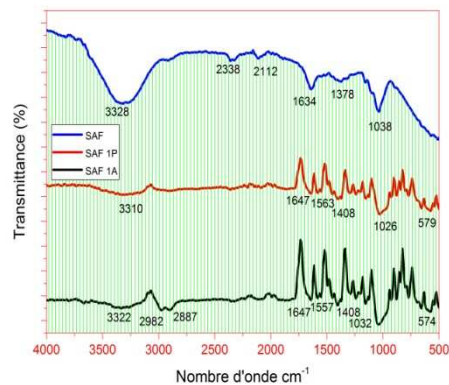
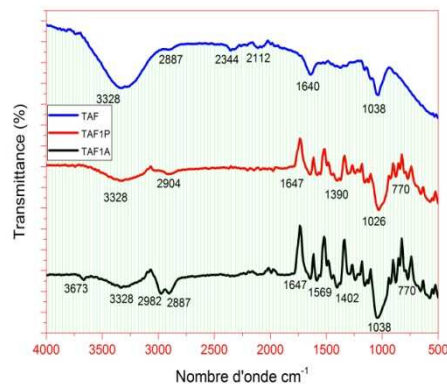
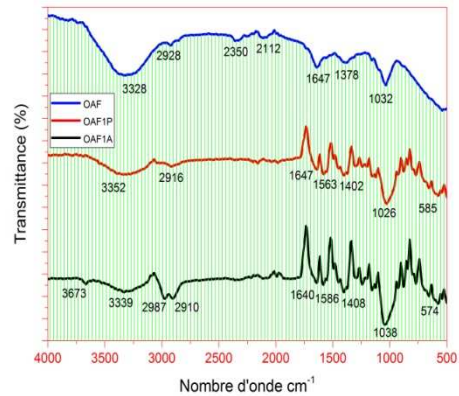
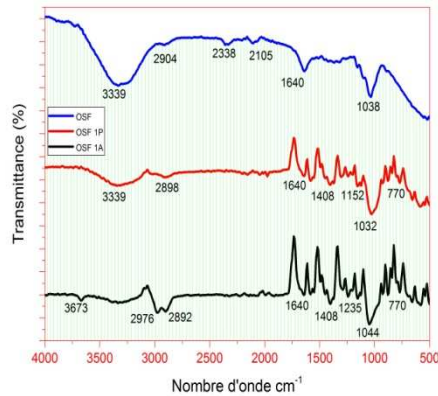
**Annexe 6 :** Les résultats des absorbances d'acide gallique (0,5g/l) avec du Folin dilué 10 fois.

C (mg/l)	5	10	15	25	35	45
Abs	0.024	0,117	0,207	0,416	0,624	0.794

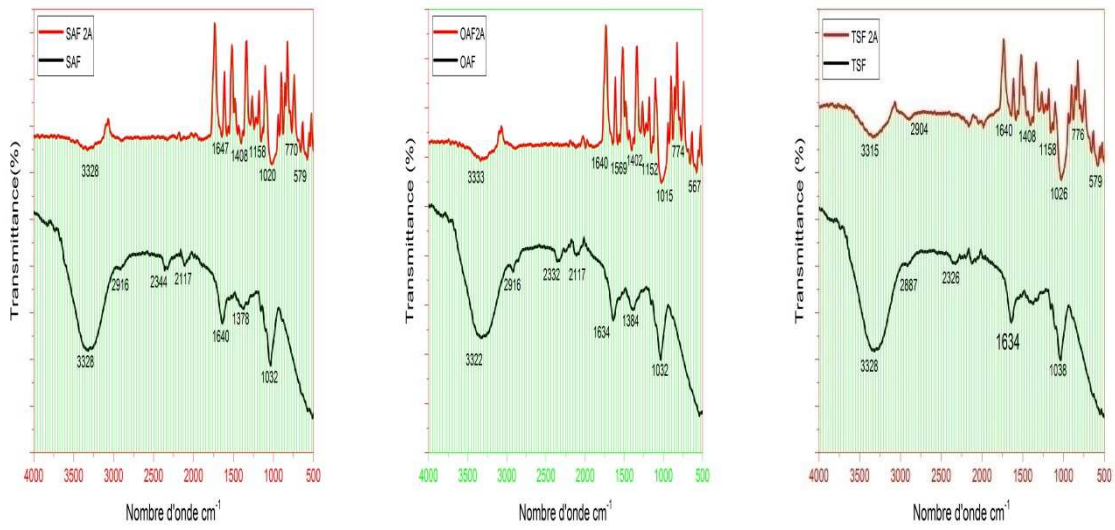
**Annexe 7 :** la courbe d'étalonnage d'acide gallique avec du Fulin diluée 10 fois.



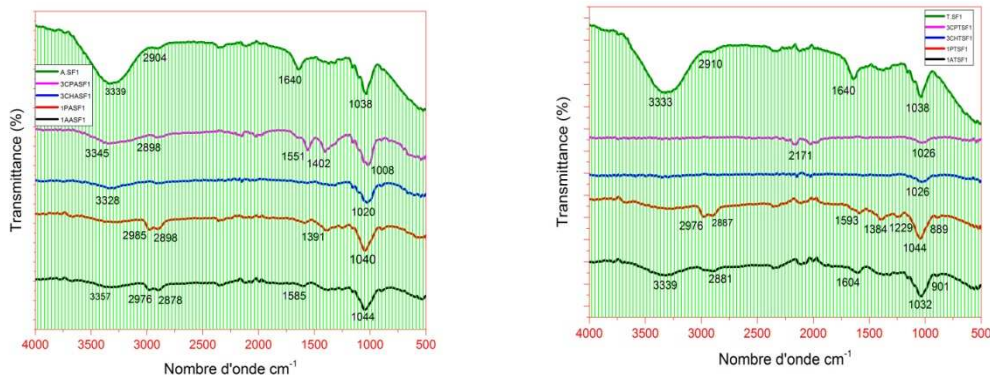
**Annexe 9 :** Les résultats de l'analyse spectrale par Spectrométrie Infrarouge à transformée Traitement avec 4g/l de NaOH (le brute, pendant le traitement et après traitement).



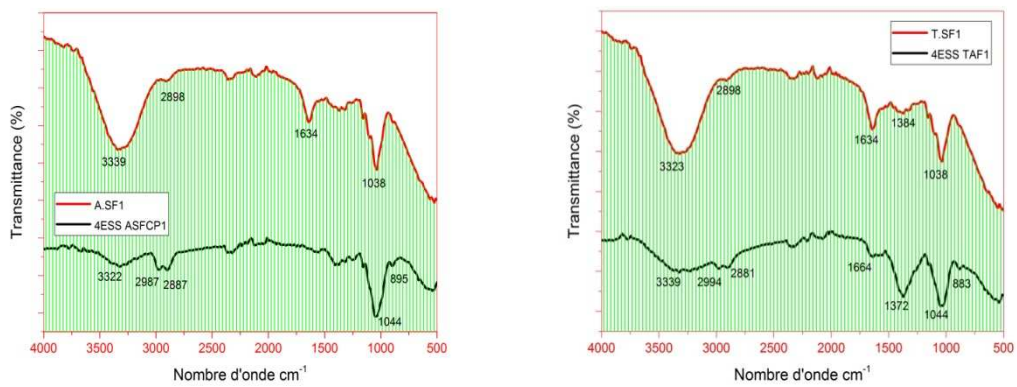
Traitement avec 8g/l de NaOH (le brute et après traitement).



Traitement avec 4g/l de NaOH (le brute, pendant et après traitement) et 16g/l de NaOH (holocellulose et cellulose pure).



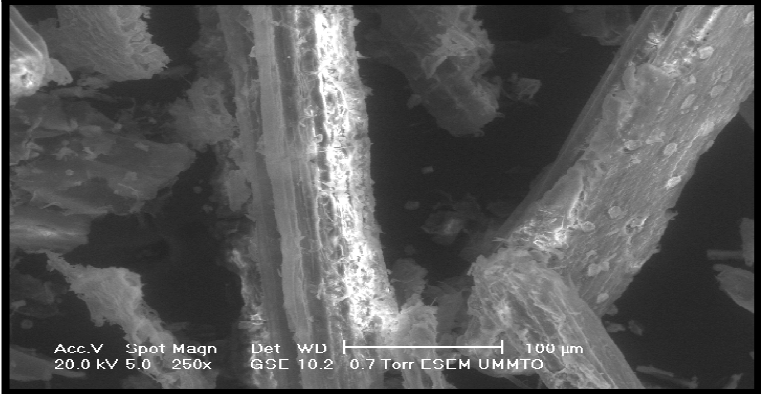
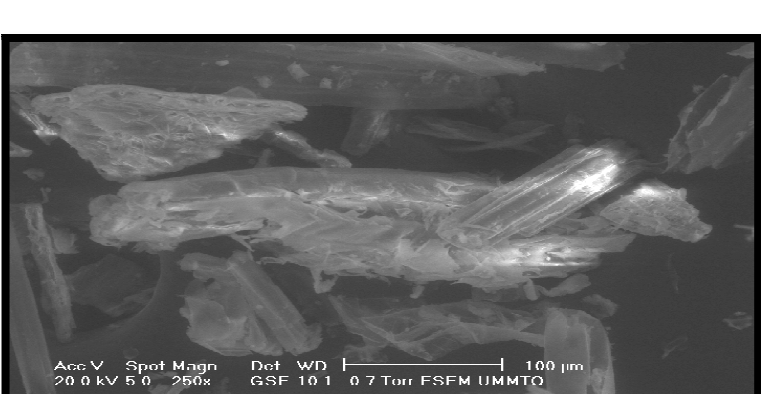
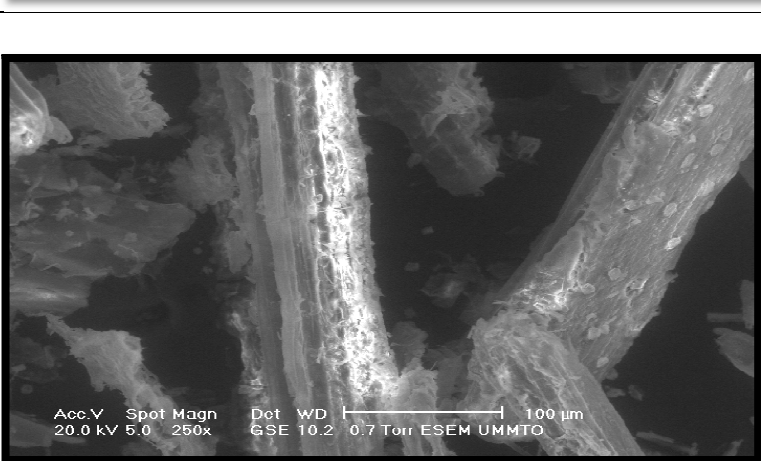

Traitement avec KOH à 17.34% (cellulose pure)

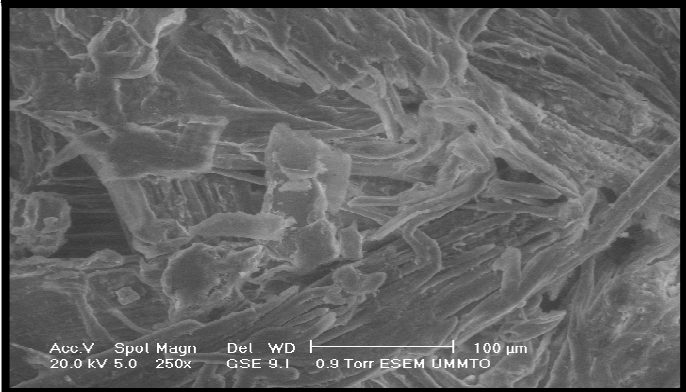
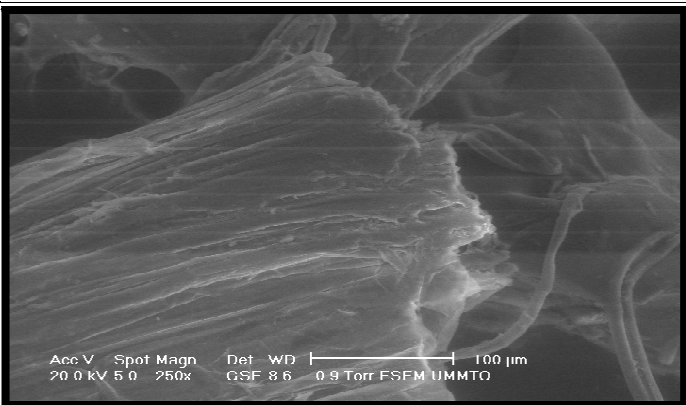
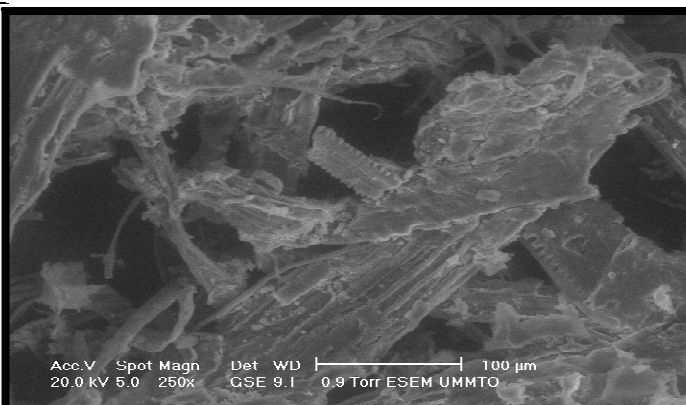
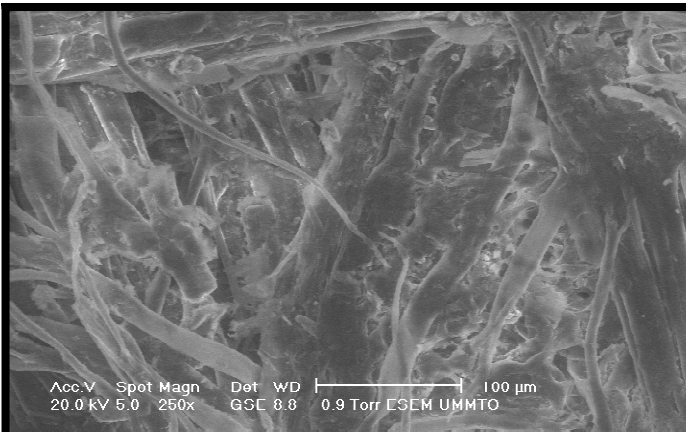


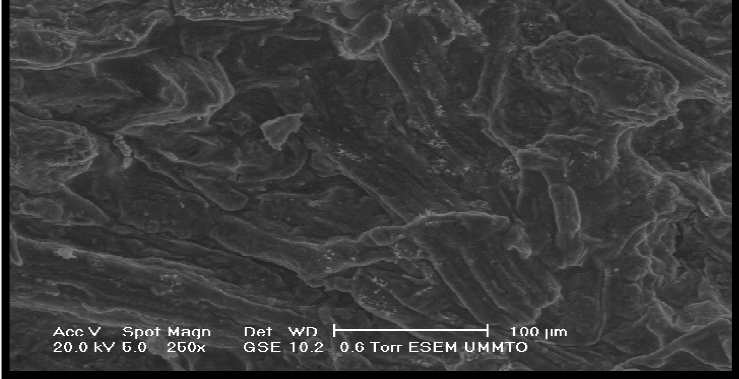
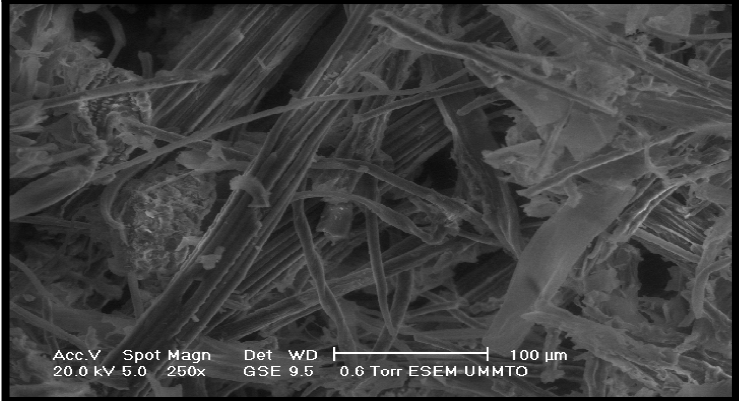
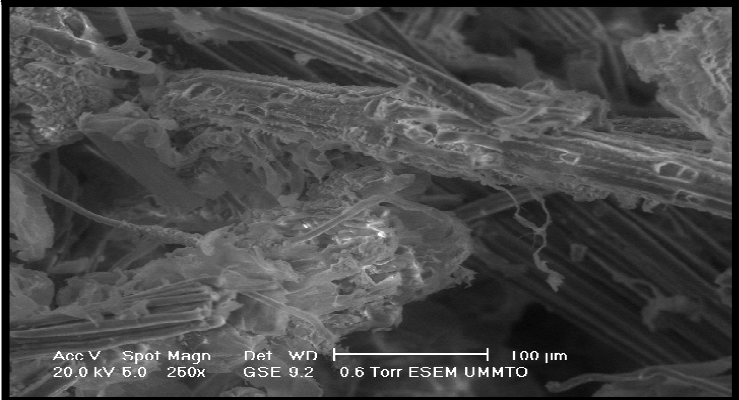
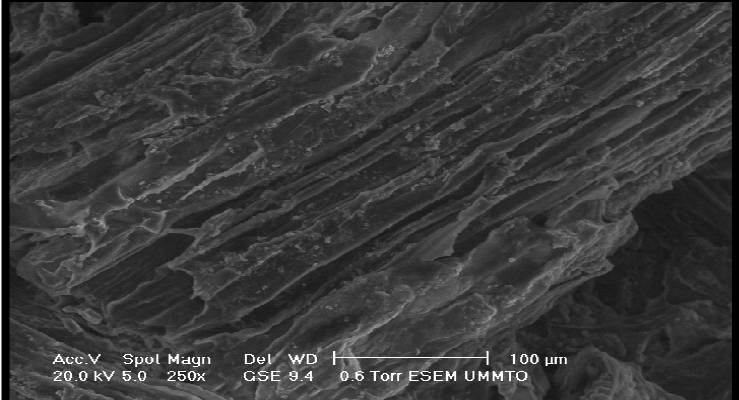
Fréquence (cm <sup>-1</sup> )	Attributions possibles	éléments	Réf
3440	Liaison O-H (vibration d'élongation)	Polysaccharides et eau d'hydratation	[GRO89, WGT01]
2920	C-H (vibration d'élongation)	cellulose	[SIN08]
2850	H <sub>3</sub> C-O (vibration d'élongation)	Lignines et Graisses	
2350			
1740	Groupe ester et acides C=O (élongation symétrique)	Xylanes (hémicelluloses)	[HAQ09]
1650	Liaison hydrogène H <sub>2</sub> O adsorbée dans la cellulose cristalline	Eau	
1505	C=C cycle aromatique (élongation symétrique)	Lignines	
1430	Déformation dans le plan de groupes C-H et Vibration aromatique	Pectine, hémicellulose pectates de calcium lignine	[ALI09, SU09]
1325	Déformation dans le plan de groupe CH <sub>2</sub>	Polysaccharides	
1250	C-O cycle aliphatique	Cellulose	
1030	Déformation des groupes acétyles (xylanes)	Lignine	
1162	C-O-C (élongation antisymétrique)	Cellulose, hémicelluloses	
900	Vibration des liaisons glycosidiques	Polysaccharides	
670	C-OH de déformation	Cellulose	

Tableau IV.4 : Attributions des principales bandes observées sur le spectre FTIR des fibres végétales.

## Annexe 10 : 4 Analyse des échantillons par microscopie électronique à balayage (MEB)

Fibres de pallie	Avant traitement (brute)
OSF	 <p>SEM image of OSF (Oxidized Surface Fibers) sample. The image shows a dense network of fibrous structures. A scale bar at the bottom right indicates 100 μm. Technical parameters at the bottom: Acc.V 20.0 kV, Spot 5.0, Magn 250x, Det GSE, WD 10.2, 0.7 Torr, ESEM UMMTO.</p>
ASF	 <p>SEM image of ASF (Aminated Surface Fibers) sample. The image shows a dense network of fibrous structures. A scale bar at the bottom right indicates 100 μm. Technical parameters at the bottom: Acc.V 20.0 kV, Spot 5.0, Magn 250x, Det GSE, WD 10.1, 0.7 Torr, ESEM UMMTO.</p>
SAF	 <p>SEM image of SAF (Sulfonated Aminated Surface Fibers) sample. The image shows a dense network of fibrous structures. A scale bar at the bottom right indicates 100 μm. Technical parameters at the bottom: Acc.V 20.0 kV, Spot 5.0, Magn 250x, Det GSE, WD 10.2, 0.7 Torr, ESEM UMMTO.</p>
TAF	 <p>SEM image of TAF (Thiolated Aminated Surface Fibers) sample. The image shows a dense network of fibrous structures. A scale bar at the bottom right indicates 100 μm. Technical parameters at the bottom: Acc.V 20.0 kV, Spot 5.0, Magn 250x, Det GSE, WD 10.3, 0.7 Torr, ESEM UMMTO.</p>

Fibres de paille	Traitement avec 4 g de NaOH
OSF	 <p>Acc.V Spot Magn Det WD  -----  100 µm 20.0 kV 5.0 250x GSE 9.1 0.9 Torr ESEM UMMTO</p>
ASF	 <p>Acc.V Spot Magn Det WD  -----  100 µm 20.0 kV 5.0 250x GSE 8.6 0.9 Torr ESEM UMMTO</p>
SAF	 <p>Acc.V Spot Magn Det WD  -----  100 µm 20.0 kV 5.0 250x GSE 9.1 0.9 Torr ESEM UMMTO</p>
TAF	 <p>Acc.V Spot Magn Det WD  -----  100 µm 20.0 kV 5.0 250x GSE 8.8 0.9 Torr ESEM UMMTO</p>

Fibres de paille	Pendant le traitement avec 16 g de NaOH( holocelluloses)
ASF	 <p>Acc.V Spot Magn Det WD  -----  100 µm 20.0 kV 5.0 250x GSE 10.2 0.6 Torr ESEM UMMTO</p>
TSF	 <p>Acc.V Spot Magn Det WD  -----  100 µm 20.0 kV 5.0 250x GSE 9.5 0.6 Torr ESEM UMMTO</p>
Fibres de paille	Après traitement avec 16 g de NaOH (holocellulose)
ASF	 <p>Acc.V Spot Magn Det WD  -----  100 µm 20.0 kV 5.0 250x GSE 9.2 0.6 Torr ESEM UMMTO</p>
TSF	 <p>Acc.V Spot Magn Det WD  -----  100 µm 20.0 kV 5.0 250x GSE 9.4 0.6 Torr ESEM UMMTO</p>

## **Annexe 11 : Les opérations culturales du vignoble.**

Les différentes opérations effectuées au sein du vignoble sont cités dans le tableau X ci-dessous :

Période	Opérations effectuées
Octobre 2020	- Fin de la récolte des raisins de Table de saison
Janvier 2021	- Apport d'engrais Fond N P K 4-20-25 - Début de la Taille d'hiver
Mars 2021	- Début des labours de déchaussage et Disquage - Traitement phytosanitaire contre mildiou, Oïdium ,Excoriose
Avril 2021	- Traitements phytosanitaire anti oïdium et anti mildiou - Deuxième apport d'engrais n p k 12-12-18 - Début taille en vert (ébourgeonnage) - Travaux du sol Disquage - Nutritionfer (chélat de fer) application racinaire
<b>Mai 2021</b>	- Suite Taille en vert (ébourgeonnage) - Disquage - Traitement phytosanitaire contre mildiou, Oïdium, Botrytis
<b>Juin 2021</b>	- Traitements phytosanitaire anti oïdium et anti mildiou - Traitements contre insectes (thrips – pucerons) - Nutrition foliaire (calcium) - Désherbage chimique - Début des irrigations
Juillet 2021	- Suite des Irrigation - Poursuite des traitements phytosanitaire anti oïdium et anti mildiou - Nutritionfoliaire (Calcium) - Travaux du sol Disquage
Aout 2021	- Récolte des variétés précoces cardinales - Poursuite du traitement phytosanitaire contre Oïdium, Botrytis - Suite des Irrigation

---



**Figure : l'Orge**



**Figure : Triticale**



**Figure : Seigle**

## **Résumé :**

En Algérie, les céréales présentent une source importante des nutriments. Cette importance revêt un intérêt capital sur le plan Socio-économique considérable. Dans les perspectives d'une meilleure exploitation de son sous produit nous avons entrepris d'élaborer et de caractériser un matériau biopolymère et à charge d'origine végétale, les pailles céréalières. Cette dernière est obtenue par broyage de la fibre de différentes paille céréalières (OAF, OSF, TAF, TSF, ASF, SAF) et tamisage à une granulométrie de 250 µm.

Le présent travail porte sur le traitement chimique d'un déchet solide : fibre de paille céréalières. Pour cela, les fibres ont été traitées par la soude à différentes concentrations (4, 8 et à 16g/l) en suite par l'hydroxyde de potassium à 17.34%.

L'évolution des caractéristiques des fibres traitées ont été soumis à différentes analyses (taux d'humidité, taux de cendre, la mesure du pH, l'identification des composés phénoliques, taux de lignine et de cellulose, le taux de polyphénol a été réalisé par des tests de coloration de dosage par spectrophotométrie UV-visible de folin-ciocalteu et la conductivité).

Une caractérisation spectrale par infrarouge et anatomique par microscope électronique à balayage ont été effectuées en fonction de différentes concentrations de traitement chimique.

Les résultats ont montré que le traitement suivi affecte toutes les propriétés étudiées

**Mots clef :** pailles céréalières, fertilisant, biopolymère, cellulose, NaOH, KOH.

## **Abstract:**

In Algeria, cereals are an important source of nutrients. This importance is of considerable socio-economic importance. With a view to making better use of this by-product, we set out to develop and characterize a biopolymeric, plant-filled material, cereal straw. The latter is obtained by grinding the fiber of various cereal straws (OAF, OSF, TAF, TSF, ASF, and SAF) and sieving to a particle size of 250 µm.

The present work concerns the chemical treatment of a solid waste: cereal straw fiber, treated with soda at different concentrations (4, 8 and 16g/l) followed by potassium hydroxide at 17.34%.

The evolution of the characteristics of the treated fibers was subjected to various analyses (moisture content, ash content, pH measurement, identification of phenolic compounds, lignin and cellulose content, polyphenol content was determined by UV-visible folin-ciocalteu spectrophotometry and conductivity).

Infrared spectral characterization and anatomical characterization by scanning electron microscope were carried out according to different chemical treatment concentrations.

The results showed that the treatment applied affected all the properties studied.

**Key words:** cereal straw, fertilizer, biopolymer, cellulose, NaOH, KOH.

## **Résumé :**

En Algérie, les céréales présentent une source importante des nutriments. Cette importance revêt un intérêt capital sur le plan Socio-économique considérable. Dans les perspectives d'une meilleure exploitation de son sous produit nous avons entrepris d'élaborer et de caractériser un matériau biopolymère et à charge d'origine végétale, les pailles céréalières. Cette dernière est obtenue par broyage de la fibre de différentes paille céréalières (OAF, OSF, TAF, TSF, ASF, SAF) et tamisage à une granulométrie de 250 µm.

Le présent travail porte sur le traitement chimique d'un déchet solide : fibre de paille céréalières. Pour cela, les fibres ont été traitées par la soude à différentes concentrations (4, 8 et à 16g/l) en suite par l'hydroxyde de potassium à 17.34%.

L'évolution des caractéristiques des fibres traitées ont été soumises à différentes analyses (taux d'humidité, taux de cendre, la mesure du pH, l'identification des composés phénoliques, taux de lignine et de cellulose, le taux de polyphénol a été réalisé par des tests de coloration de dosage par spectrophotométrie UV-visible de folin-ciocalteu et la conductivité).

Une caractérisation spectrale par infrarouge et anatomique par microscope électronique à balayage ont été effectuées en fonction de différentes concentrations de traitement chimique.

Les résultats ont montré que le traitement suivi affecte toutes les propriétés étudiées

**Mots clef :** pailles céréalières, fertilisant, biopolymère, cellulose, NaOH, KOH.

## **Abstract :**

In Algeria, cereals are an important source of nutrients. This importance is of considerable socio-economic importance. With a view to making better use of this by-product, we set out to develop and characterize a biopolymeric, plant-filled material, cereal straw. The latter is obtained by grinding the fiber of various cereal straws (OAF, OSF, TAF, TSF, ASF, and SAF) and sieving to a particle size of 250 µm.

The present work concerns the chemical treatment of a solid waste: cereal straw fiber, treated with soda at different concentrations (4, 8 and 16g/l) followed by potassium hydroxide at 17.34%.

The evolution of the characteristics of the treated fibers was subjected to various analyses (moisture content, ash content, pH measurement, identification of phenolic compounds, lignin and cellulose content, polyphenol content was determined by UV-visible folin-ciocalteu spectrophotometry and conductivity).

Infrared spectral characterization and anatomical characterization by scanning electron microscope were carried out according to different chemical treatment concentrations.

The results showed that the treatment applied affected all the properties studied.

**Key words:** cereal straw, fertilizer, biopolymer, cellulose, NaOH, KOH.