

**II. Partie expérimentale :****II .1. Consignes méthodologiques et de sécurité :**

Lunettes et gants obligatoires pour la manipulation (chauffage) d'acide Chlorhydrique et de NaOH.

**➤ Hydroxyde de sodium (NaOH).**

**Risque :** provoque de graves brûlures.

**Sécurité :** en cas de contact avec les yeux, on lave immédiatement et abondamment avec de l'eau et on consulte un spécialiste. Le NaOH utilisé ici est dilué à (0.1 mol/l) (risque réduit).

**➤ Acide chlorhydrique (HCl).**

**Risques :** Provoque des brûlures. Irritant pour les voies respiratoires.

Le HCl utilisé ici est dilué à (0.1 mol/l) (risque réduit).

**Sécurité:** en cas de contact avec la peau : on lave abondamment à l'eau. En cas de contact avec les yeux. Toujours on verse l'acide dans l'eau et non le contraire pour éviter les projections.

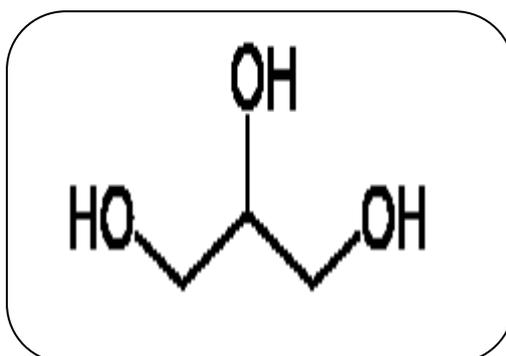
**➤ Glycérol :**

**Risques :** Aucun danger.

**Sécurité :** En cas de contact oculaire : on rince immédiatement à l'eau. En cas de contact cutané : on rince à l'eau et au savon.

Utilisation de maniques pour saisir l'erenmeyer chaud et pour la mise dans l'étuve.

La formule de glycérol est (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>)



**II .2.Matériel utilisé :**

- bécher de 100 ml
- balance
- barreau magnétique
- plaque de verre de 30 x 30 cm
- étuve (90-100°C)
- Pipettes en plastique graduée
- baguette en verre.
- plaque chauffante/agitateur magnétique + thermomètre (110°C)

**II.3. Plastification de biopolymère :****II.3.1) Réactifs :**

- Amidon de pomme de terre (poudre)
- solution de glycérol à 50%
- Acide chlorhydrique 0,1 mol/L
- Eau distillée

**II .3.2) Protocole**

Dans un bécher de 100 ml, le biopolymère est préparé par l'addition de 2.5g d'amidon de pomme de terre (poudre), 3ml d'acide chlorhydrique (0.1mol/l), 4.4 ml de solution de glycérol à 50% et 25ml d'eau distillée ;on laisse le mélange chauffer, lorsque la température atteint environ 95°C, sous l'agitation pendant 15 min jusqu'à la formation d'un mélange homogène.

Pour diminué la viscosité, il faut ajouter 1 à 3 ml d'une solution de soude (0.1 mol/l). La solution jaune pale obtenue est de pH acide (pH=3.8).

Ensuite le mélange est versé dans un moule (plaque de verre en l'étalant légèrement) puis sécher à 100°C environ une heure selon l'épaisseur du film pour éliminer l'excès d'eau et gélifier les polysaccharides (amidon de pomme de terre).

On retire le moule de l'étuve lorsque les bords sont secs. Le centre est encore gélatineux on le laisse refroidir à l'air quelque minute.

**Note :**

Le glycérol va servir de plastifiant.

(Il n'interagit pas chimiquement avec la matrice dans laquelle il est dispersé. Il permet simplement d'augmenter le volume libre entre deux chaînes de biopolymère pour en diminuer les interactions et ainsi favoriser le mouvement de l'une par rapport à l'autre).  
Ce manipule est distingué dans la (Figure II. 1 )



**Au début**



**En milieu**



**Fin**

**Figure II. 1** :les étapes de déroulement de l'expérience.

**II .4. Caractérisations :****II .4.1. Caractérisations mécaniques :****➤ le taux d'élasticité : (Contrainte-déformation)**

Les mesures de taux d'élasticité ont été effectuées, au laboratoire de graduation (physique) de l'université Ibn-Khaldoun de Tiaret.

**➤ Principe :**

L'objectif de cette manipulation est de trouver la relation entre la contrainte de traction axiale (normale) et la déformation des matériaux divers.

L'appareil contrainte-déformation étire (ou dans certains cas rupture)

Un coupon d'essai subit des étirements (ou des ruptures dans certains cas) par un appareil de mesure contrainte-déformation. La manipulation permet de mesurer le taux d'étirement et la force que subit l'échantillon.

Un Logiciel est utilisé pour générer une courbe de contrainte par rapport au déplacement qui permet de déduire le module d'Young, la région élastique, la région en plastique, la limite d'élasticité, et le point de rupture.

## II .4.2. Caractérisations physico-chimique.

### II .4.2.a) pH-métrie :

Les mesures pH-métriques ont été obtenues par l'appareil Inolab Multi Level1 WTW.

(Laboratoire de graduation (chimie) département SM de l'université Ibn-Khaldoun de Tiaret).

### II .4.2.b) Viscosimétrie

Les mesures viscosimétriques ont été effectuées, au laboratoire de chimie et environnement LCE de l'université Ibn-Khaldoun de Tiaret, à l'aide d'un viscosimètre à tube capillaire type « Ubbelohde » de diamètre (1,5mm) à mesure automatique du temps d'écoulement, thermostat à  $(25 \pm 0.1)$  °C. La viscosité absolue est très sensible au changement de la température.

La viscosimétrie est la méthode la plus répandue. Elle fut proposée par Staudinger et Heue en 1930. C'est une technique nécessitant l'emploi d'un appareillage peu onéreux. Néanmoins, la viscosimétrie permet d'obtenir des informations quantitatives sur la géométrie des macromolécules, ainsi que sur les interactions entre un polymère et un solvant. Dans le cas des polymères ramifiés, elle permet de caractériser le taux de réticulation [1]

C'est une méthode de caractérisation liée directement aux propriétés hydrodynamiques des macromolécules en solution. En effet, pour une solution très diluée, à des concentrations inférieures à la concentration critique d'enchevêtrement  $C^*$ , la viscosité de la solution augmente avec la concentration en polymère  $C$  [2]. Une solution de concentration  $C$  dans un solvant de viscosité  $\eta_0$  est caractérisée par sa viscosité intrinsèque  $[\eta_{intr}]$  déduite de la viscosité réduite  $\eta_{red}$ , par extrapolation à concentration nulle, selon la relation suivante.

$$\eta_{red} = \frac{(\eta - \eta_0)}{\eta_0 C} = ([\eta_{intr}] + K [\eta_{intr}]^2 C + \dots)$$

**II .4.2.c) Spectroscopie infrarouge (IR) :**

Les spectres des biopolymères ont été réalisés sur un appareil FTIR \_8400 (FOURIER TRANSFORM) au laboratoire de (génie physique) l'université Ibn-Khaldoun de Tiaret. Les nombres d'ondes sont exprimés en  $\text{cm}^{-1}$ .

La spectroscopie IR a apporté une contribution importante dans le domaine des sciences des macromolécules pour les raisons suivantes :

- Des informations importantes ont été obtenues sur la nature, la réactivité et les arrangements structuraux des groupements fonctionnels contenant des oxygènes dans les substances humiques.

- La présence de constituants tels que les protéines et les hydrates de carbone ont pu être mise en évidence.

- La présence ou l'absence d'impuretés inorganiques (ions métalliques, argiles) dans les fractions humiques isolées sont détectables par cette technique.

- La spectroscopie IR est adaptée aux analyses quantitatives.

En parallèle à ces études structurales, la spectroscopie IR est aussi très employée dans l'étude d'interaction entre matière organique et métaux [3]

**➤ Principe :**

L'IR est une technique basée sur l'analyse vibrationnelle des liaisons chimiques d'un composé à laquelle une fréquence de vibration est associée.

Un échantillon est traversé par des radiations électromagnétiques de longueur d'onde comprise entre 2,5 et 25  $\mu\text{m}$  (domaine du moyen infrarouge) ; l'enregistrement de l'absorption de l'énergie infrarouge en fonction de la fréquence de la radiation incidente donne le spectre IR de l'échantillon. Les groupes fonctionnels présents dans la molécule correspondent aux fréquences auxquelles l'absorption est observée. Des informations peuvent être obtenues sur la géométrie moléculaire, les forces de liaisons et sur les interactions inter et intramoléculaires.

**II .4.2.c) Spectroscopie UV-VIS :**

Les spectres des biopolymères ont été réalisés sur un Spectrophotomètre

SP \_3000 au laboratoire de (physique) l'université Ibn-Khaldoun de Tiaret.

**➤ Principe :**

Le principe de la spectrophotométrie UV-Visible comprend quatre parties :

**➤ Source Lumineuse :**

- Dans le domaine de l'UV, on utilise une lampe au deutérium. (190-400nm).
- Dans le domaine du visible, on utilise une lampe à filament de tungstène allant de 400-800nm.

**➤ Monochromateur :**

L'élément de base du monochromateur est le prisme qui sert à séparer les différentes longueurs d'onde. Donc le rôle principal du monochromateur est d'isoler le rayonnement sur lequel on fait les mesures.

**➤ Cuve ou cellule de mesure :**

Elle contient : soit l'échantillon, soit la solution de référence. Elle doit être transparente aux radiations émises.

**➤ Détecteur :**

Le détecteur permet une mesure relative de l'intensité lumineuse, elle est donnée par affichage. [4]

**Références bibliographiques :**

[1] Zekkari Meriem; Mémoire de Magister. Université d'Oran Es-Senia, 2004

[2] G. Champetier et L. Monnerie, "Introduction à la chimie macromoléculaire", Masson, Paris, 1969.

[3] Gossart P., Thèse de doctorat, Université de Lille (2001).

[4] Francis Rouessac. , « Analyse chimique (Méthodes et techniques instrumentales modernes) 5<sup>e</sup> édition Dunod, Paris (2000), p 133-151.