

Ce chapitre consiste à décrire les différentes techniques expérimentales utilisées pour la réalisation de ce travail

III.1. Le module d'élasticité :

➤ **Mode opératoire :**

On fixe le biopolymère sur la plate-forme de l'appareil et on tourne jusqu'à la coupure. (Figure III.1) dans l'annexe.

La figure III.2.a, Détermine la courbe de coupon force en fonction de déplacement :

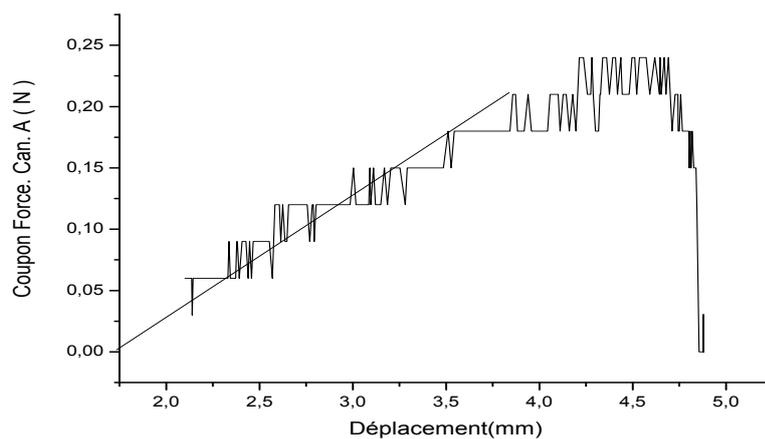


Figure III.2.a : le coupon force en fonction de déplacement

La figure III.2.b, Détermine la déformation en fonction de contrainte:

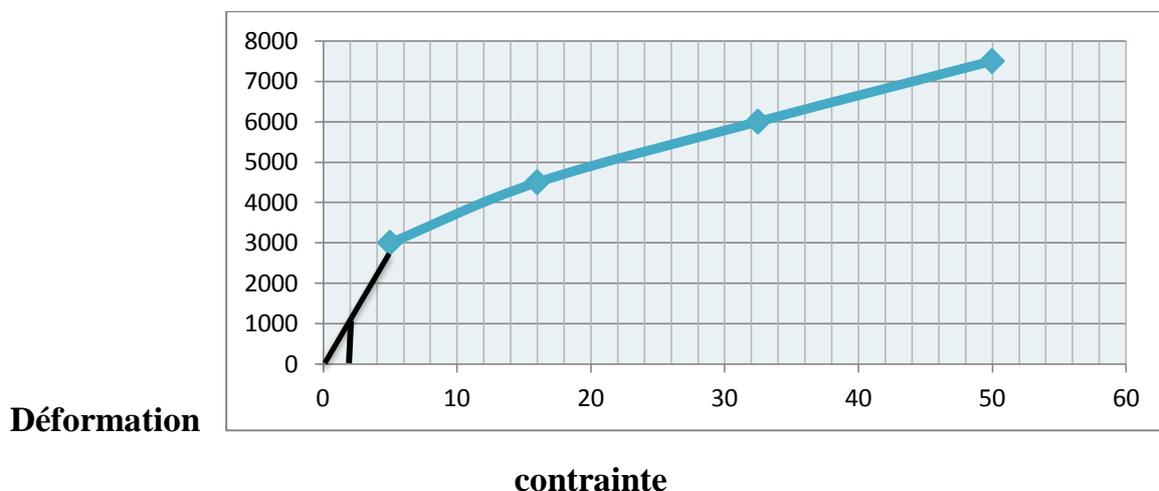


Figure III.2.b : La déformation en fonction de contrainte

Pour calculer le taux d'élasticité on peut déterminer la pente :

Le module $\mu = y/x$.

Dans ce cas le module d'élasticité est égal à **500 N/m²**.

III.2. Viscosité de biopolymère

❖ Mode opératoire

Les mesures sont effectuées à $(25 \pm 0,1)$ °C dans l'ordre qui suit :

Introduire dans le tube capillaire environ 18ml de solvant pur (DMSO). Attendre l'équilibre thermique pendant environ 30mn, puis effectuer 4 à 5 déterminations du temps d'écoulement du solvant avec une reproductibilité de l'ordre du centième de seconde. Le tube, lavé et séché, est rempli avec 18ml de la solution mère. Effectuer ensuite la mesure comme pour le solvant, puis on procède aux différentes dilutions.

(Figure III. 3) dans l'annexe.

❖ **Préparation des solutions :** Les mesures avec des solutions très diluées sont très importantes, pour cela on a choisi comme solution mère : 0.01g de biopolymère dissoute dans 20ml de DMSO et à partir de cette solution on fait les dilutions souhaitées.

❖ **Détermination de la viscosité :** On note η_o la viscosité spécifique du solvant utilisé qui est de 6 ensuite on calcule la viscosité spécifique $(\frac{\eta - \eta_o}{\eta_o})$ pour diverses concentrations du biopolymère et la viscosité réduite définie par $\frac{\eta_{spe}}{C}$. Les résultats sont portés sur le tableau suivant :

Tableau III.1 détermination de concentration, viscosité spécifique et viscosité réduite

$C_{\text{biopolymère}} \text{ (g/ml)}$	$\eta_{\text{spécifique}}$	$\eta_{red} \text{ (ml/g)}$
0.01	0.06	6
0.008	0.092	11.5
0.006	0.09	15
0.005	0.081	16.2

Le tracé de la viscosité réduite en fonction des concentrations du polymère est représenté sur la (figure III 4.)

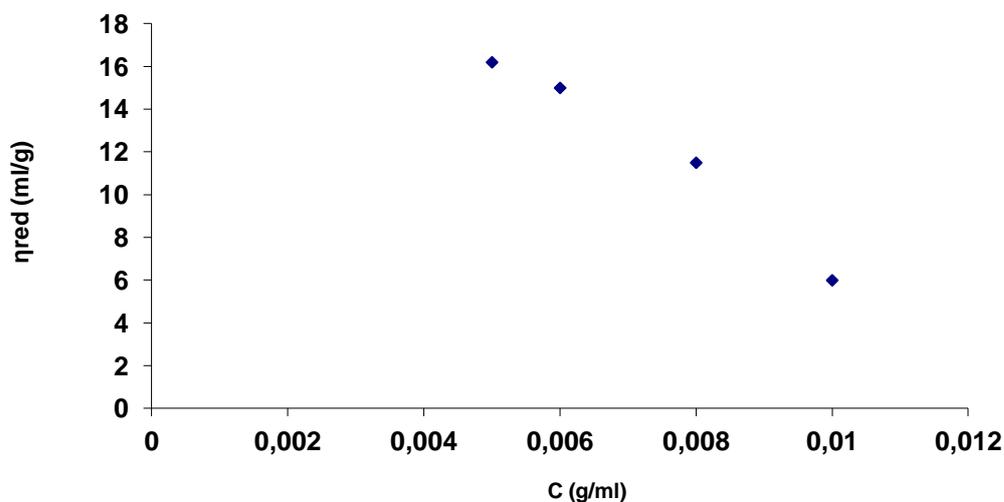


Figure III.3 : Variation de la viscosité réduite en fonction de la concentration du biopolymère

Pour avoir la viscosité intrinsèque du biopolymère, et selon l’allure de la courbe précédente, et d’après FUOSS et STRAUSS [3] on trace $\left(\frac{\eta_{sp}}{C}\right)^{-1}$ en fonction de $C^{1/2}$

suivant l’équation :

$$\frac{\eta_{sp}}{C} = \frac{A}{1 + B\sqrt{C}}$$

Le tableau suivant donne la variation de l’inverse de la viscosité réduite en fonction de la racine carré de la concentration du biopolymère.

Tableau III.2 : la variation de l’inverse de la viscosité réduite en fonction de la racine carré de la concentration du biopolymère.

$C^{1/2}$	0.1	0.089	0.077	0.07
$\left(\frac{\eta_{sp}}{C}\right)^{-1}$	0.16	0.086	0.066	0.061

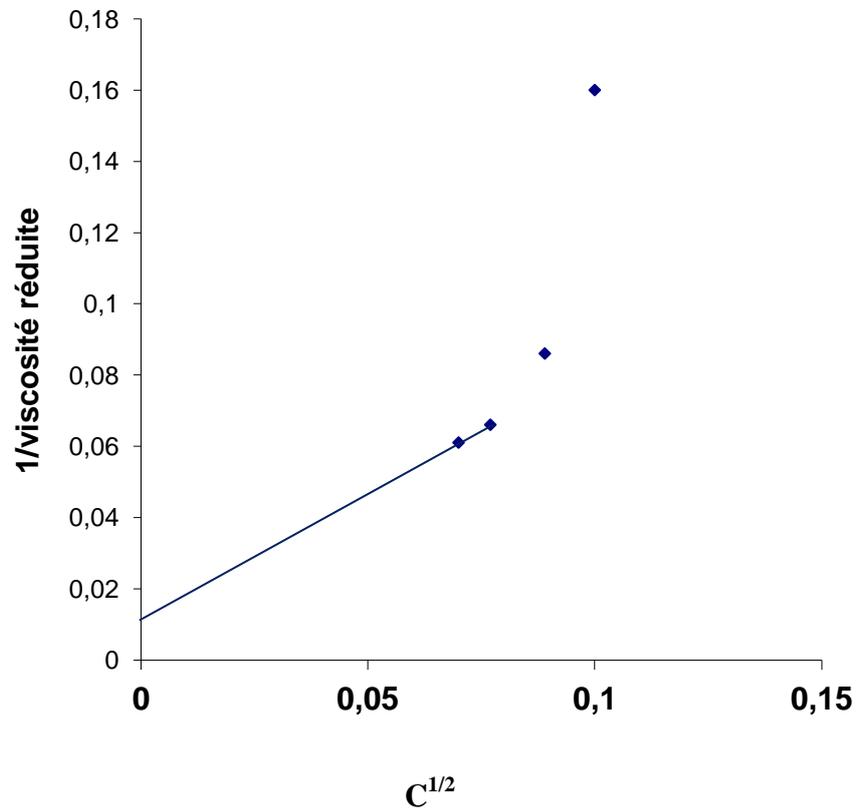


Figure III.5 : Variation de $\left(\frac{\eta_{sp}}{C}\right)^{-1}$ en fonction de $C^{1/2}$

De la courbe de la figure III.5 on peut tirer par extrapolation à concentration nulle la valeur de la viscosité intrinsèque de biopolymère $\eta_{intr}=100$ (ml/g).

$$y = 3,1825x - 0,1741$$

$$R^2 = 0,8469$$

III.3. Par spectroscopie IR :

III.3.a) Pour le biopolymère :(Figure III.6) dans l'annexe.

Les principales bandes d'absorptions caractéristiques de biopolymère et leurs attributions sont représentées dans le tableau IV.1 :

Tableau III.3: Assignements des bandes IR du biopolymère :

Déplacement	Bande d'absorption
3250-3670	bande large OH
2135	ν C-H (élongation)
1845	ν C—H (élongation)
1564	ν H ₂ O
1150-1500	ν CH ₂
800-1000	ν C—O (déformation)

La position de la bande d'absorption vers 800 cm^{-1} qui correspond à la vibration de déformation du groupement C-O indique que ce groupement est conjugué.

Le pic à 1564 cm^{-1} c'est les traces de H₂O qui existe dans le biopolymère.

ν C-H à 1845 et 2135 cm^{-1} indique la présence du groupement -CH₂- (pont méthylène).

C-O-C

La bande large entre 3250 et 3670 cm^{-1} qui correspond à la fonction OH, elle est attribuable à la présence d'alcool.

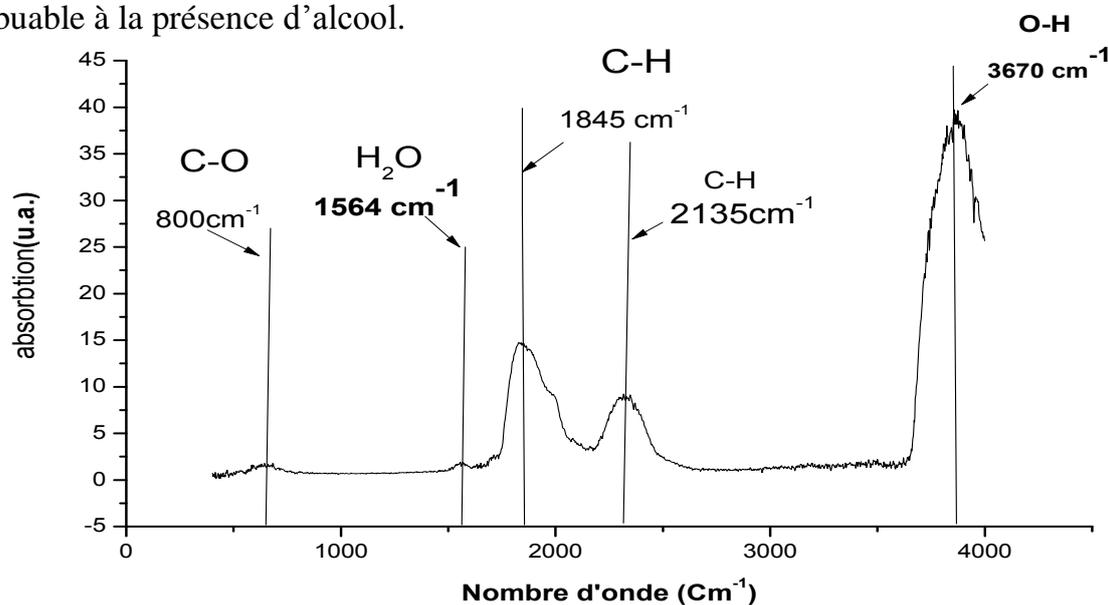


Figure III.7: Spectre IR du biopolymer.

III.3.b) Pour l'amidon de pomme de terre pur :

Le spectre IR est été réalisé sous forme de pastille KBr entre 500 et 4500 cm^{-1} .

Les principales bandes d'absorptions caractéristiques de l'amidon pur et leurs attributions sont représentées dans le tableau IV.1 :

Tableau III.4: Assignements des bandes IR d'amidon de pomme de terre :

Déplacement	Bande d'absorption
3250-3670	bande large OH
2135	ν C-H élongation
1642	H ₂ O
1269	ν C-H
1002.66	ν C-C

La position de la bande d'absorption vers 1002.66 cm^{-1} qui correspond à La vibration déformation du groupement C-O indique que ce groupement est conjugué.

Le pic à 1642 cm^{-1} c'est les traces de H₂O qui existe dans le biopolymer.

ν C-H à 2920 cm^{-1} indique la présence du groupement -CH₂- (pont méthylène). C-O-C

La bande large entre 3250 et 3670 cm^{-1} qui correspond à la fonction OH, elle est attribuable à la présence d'alcool.

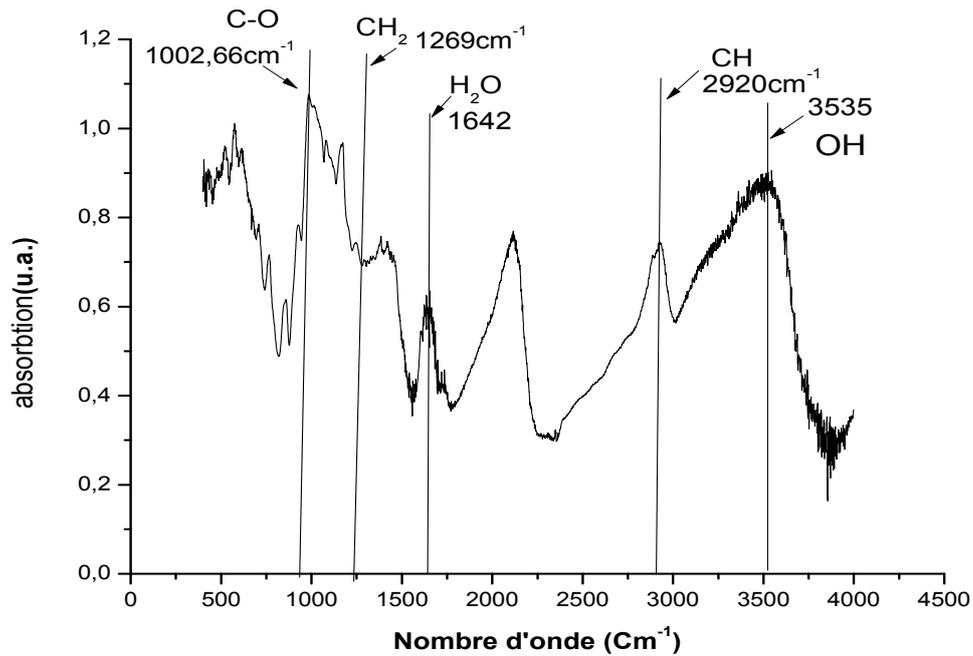


Figure III.8: Spectre IR d'amidon de pomme de terre.

III.4) par UV. Visible :

❖ Mode opératoire :

L'amidon de pomme de terre soluble dans l'eau et le biopolymère dans DMSO (Figure III.9) dans l'annexe.

III.4.a) pour l'amidon de pomme de terre dans l'eau :

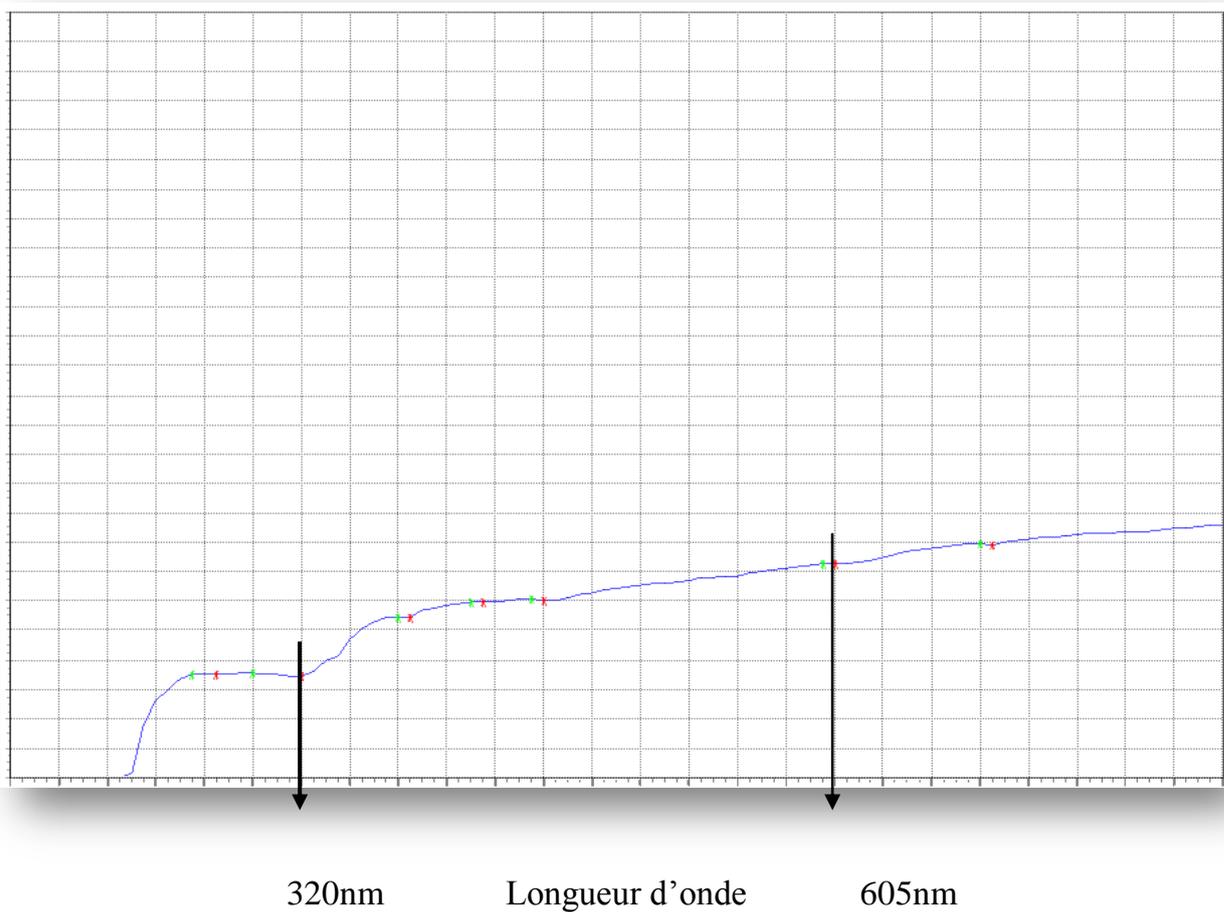


Figure III.10: Spectre UV d'amidon de pomme de terre

-Un pic 320nm d'absorption 0.763.

-Un pic 605nm d'absorption 0.404.

III.4.b) pour le biopolymère dans DMSO :

III.4.b.1) par UV :

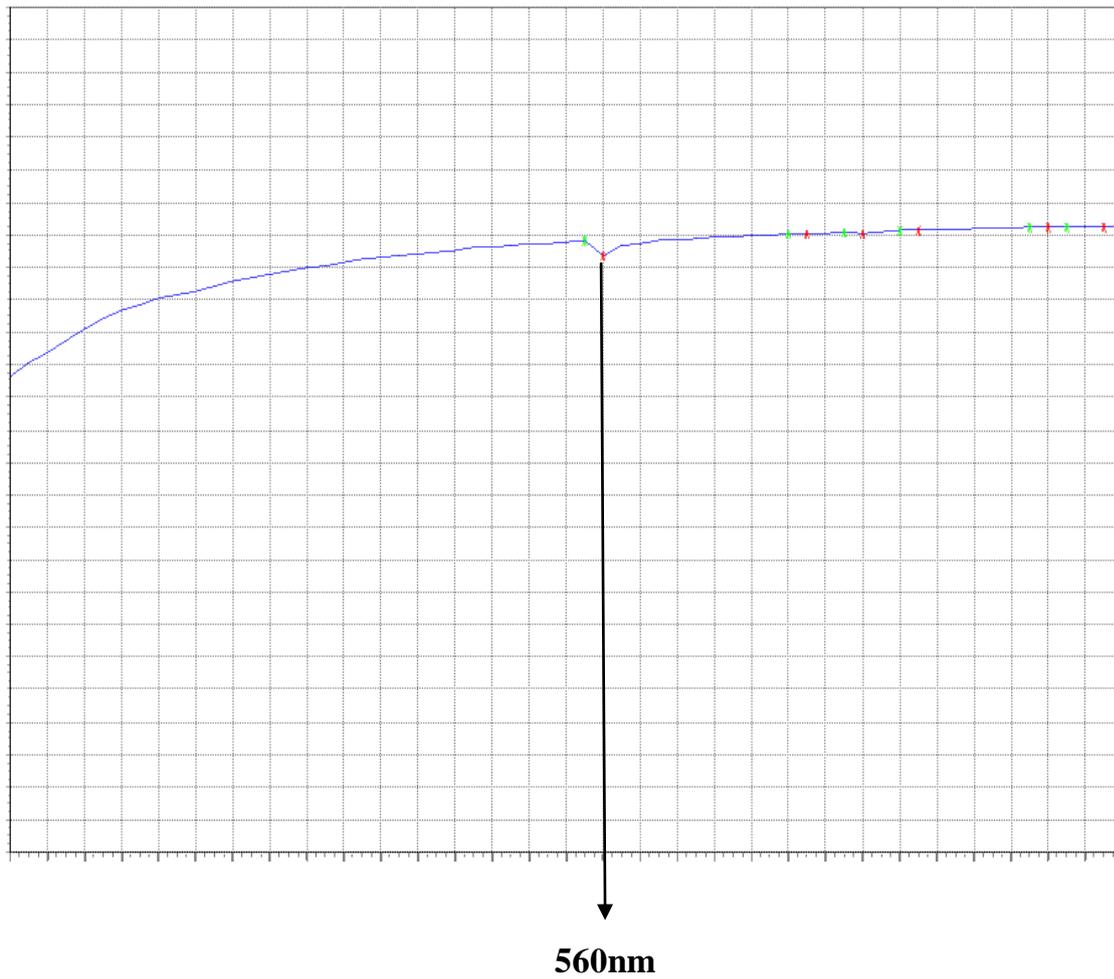


Figure III.11: Spectre UV de biopolymère

-un pic 560nm d'absorption 0.037.

III.4.b.2) par UV. Visible :

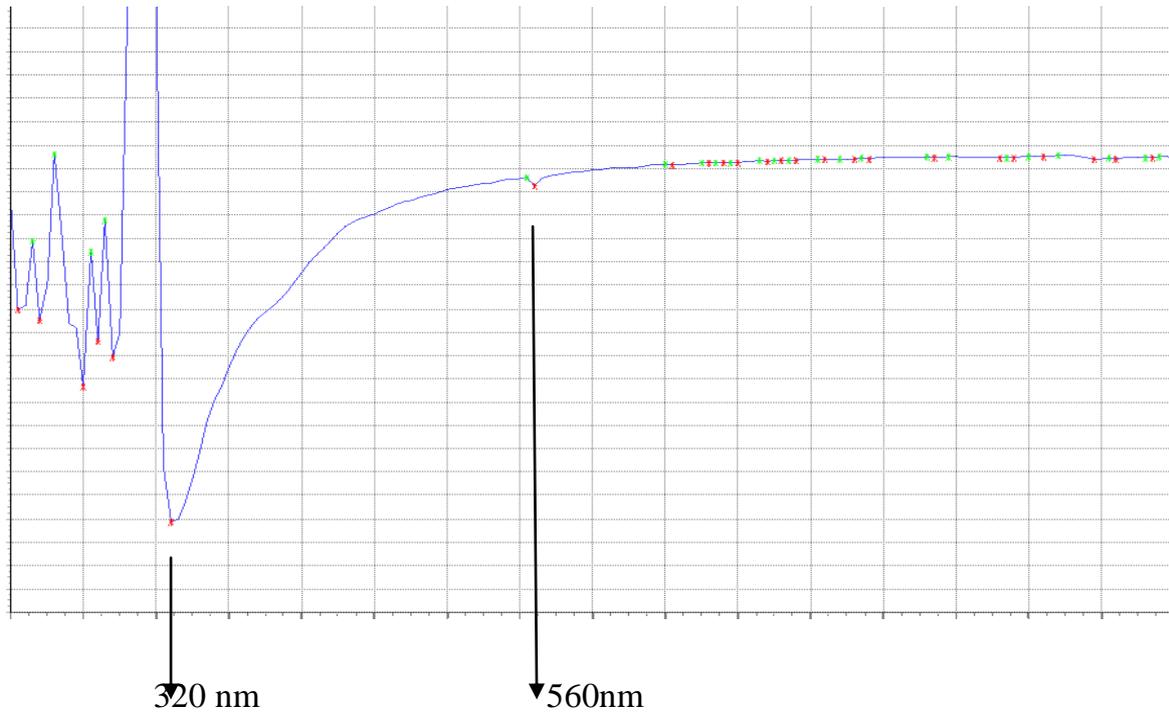


Figure III.12: Spectre UV-Visible de biopolymère

- ❖ Ce résultat explique 2 pics :
 - Un pic 320nm d'absorption 0.713.
 - un pic 560nm d'absorption 0.039.

- ❖ Suivant les spectres UV-Visible en peut conclue que :
 - 1- Les pics de l'amidon à 320nm et 605nm.
 - 2- Les pics du biopolymer 320nm et 560nm.

On remarque que le pic de 320nm n'a pas changé pour les deux
Le pic de 605 du à 560 entre les deux spectres.

Conclusion

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés à la plastification de biopolymère Pour leur caractérisation y compris la détermination de leurs structures nous avons utilisé les méthodes spectroscopiques IR ainsi que la Viscosimétrie.

Nous avons confirmé par analyses spectroscopiques IR la structure de biopolymère comme suivant :

- Le pic à 1650 c'est les traces de H₂O qui existe dans le biopolymère ou l'intensité est inférieure à celle de l'amidon.
- Le pic à 1900 c'est du au C—H (élongation).
- Les pics de 800-1000 c'est la déformation des liaisons C—O
- Le pic de O—H dans l'amidon est large (O—H) lié alors que dans biopolymère est aigu, ce qui explique l'insertion du glycérol.
- Les pic entre 1150-1500 c'est la déformation de CH₂ ET C—O—C.

L'étude de la viscosité de biopolymère montre que l'introduction du glycérol a fait augmenter la viscosité qui est 1828.57ml/g, alors que celle de biopolymère est 100ml/g.

Les courbes d'UV-Visible montre que le pic 320nm n'a pas change mais les deux autres sont diminués à 605 à 560 nm.

Le calcul de module d'élasticité donne le résultat suivante $\mu = 500 \text{ N/m}^2$