

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Université de Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi - Bordj Bou Arreridj

Faculté des Sciences et de la technologie

Département des Sciences de la Matière



Mémoire Présenté en vue de l'Obtention du Diplôme de Master

FILIERE : Chimie

Spécialité : Chimie analytique

Intitulé :

*Extraction et Caractérisation de Cellulose Microcristalline
(MCC) à partir des Fibres du Palmier Dattier*

Présenté par :

CHEBHI Imene

Soutenu le : 22/06/2024

Devant le jury :

Président :	KHELLADI Mohamed Ridha	Pr	Université de Bordj Bou Arreridj
Encadreur :	HACHAICHI Amina	MAB	Université de Bordj Bou Arreridj
Co-encadreur :	BADREDDINE Meriem	MAB	Université de Bordj Bou Arreridj
Examineur 1 :	SAIAD Amira	MCB	Université de Bordj Bou Arreridj
Examineur 2 :	ASSAS Nedjma	MAB	Université de Bordj Bou Arreridj

Année Universitaire 2023/2024

Remerciement

Avant toute chose, je remercie Dieu le Tout-Puissant de m'avoir donné le courage, la patience et la force durant toutes ces années d'études.

*Je tiens à exprimer mes vifs remerciements à mon encadreur, **Dr.Hachaichi Amina**, pour ses précieux conseils et son soutien indéfectible tout au long de ce travail, malgré toutes les difficultés rencontrées lors de la réalisation de ce mémoire. Je la remercie de m'avoir fait confiance et de m'avoir guidé durant toute cette période.*

*Je souhaite également remercier chaleureusement mon Co-encadreur, **Dr. Badreddine Meriem**, pour son assistance, ses conseils avisés et son soutien constant tout au long de ce projet.*

*J'adresse également mes sincères remerciements à **M. Ziani Issam**, ingénieur de laboratoire, pour son aide précieuse et ses conseils techniques.*

*Mes remerciements vont aussi aux membres du jury, **Pr. Khelladi Mohamed Ridha**, **Dr. Saiad Amira**, et **Dr. Assas Nedjma**, pour avoir accepté d'évaluer mon travail de recherche.*

Un merci spécial à ma famille, à mes camarades de classe et à mes amis pour leurs encouragements constants, leurs échanges intellectuels stimulants et pour tous les moments partagés. Leur soutien a été inestimable tout au long de ce parcours.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

***Ma mère**, qui m'a entouré d'amour et d'affection, et qui fait tout pour ma réussite. Que Dieu la garde.*

***Mon père**, qui m'a aidé à devenir ce que je suis aujourd'hui. Que Dieu le garde et le protège.*

*Ma sœur **Radhia**, pour son soutien moral, ainsi qu'à son fils **Yaakoub**.*

Mes frères, ainsi que leurs enfants.

Toute la promotion Chimie Analytique 2023/2024.

À tous ceux qui, par un mot, m'ont donné la force de continuer.

Imene

Sommaire

Remerciement.....	i
Dédicace.....	ii
Sommaire.....	iv
Liste des figures.....	v
Liste des tableaux.....	vi
Liste des abréviations.....	v
Introduction générale	1
Références.....	3
Chapitre 1. Etude bibliographique	
1.1. Les fibres végétales.....	4
1.1.1. Origine des fibres végétales	4
1.1.1.a. Selon l'organe de la plante dont elles sont issues	4
1.1.1.b. Selon leur teneur en cellulose, en hémicellulose et en lignine	4
1.1.1.c. Selon leur longueur	4
1.1.2. Structure des fibres végétales.....	5
1.1.3. Composition chimique de la fibre végétale	5
1.1.3.a. La Cellulose	6
1.1.3.b. L'hémicellulose.....	6
1.1.3.c. La Lignine	6
1.1.3.d. Les pectines.....	7
1.1.3.e. Les cires	7
1.2. Les fibres de palmier dattier	7
1.2.1. Les différentes parties de datte palmier	9
1.2.2. Composition chimique des fibres de datte palmier.....	9
1.2.3. Technique d'extraction de fibre.....	10
1.3. Cellulose Microcristalline (MCC)	11
1.3.1. Généralité.....	11
1.3.2. Applications de MCC	11
Références.....	15
Chapitre 2. Matériaux utilisés et techniques expérimentales	
2.1. Objectif.....	19
2.2. Matériaux utilisés.....	19

2.2.1. Les fibres de palmier dattier	19
2.2.1. Produits chimiques utilisés	19
2.3. Organigramme.....	20
2.3. Extraction de la cellulose microcristalline	20
2.3.1. Extraction et Broyage	20
2.3.3. Prétraitement	22
2.3.4. Traitement par NaOH	22
2.3.5. Traitement blanchiment	22
2.3.6. Traitement d'hydrolyse acide	23
2.4. Méthodes de caractérisations	25
2.4.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier FTIR.....	25
2.4.2. Diffraction des rayons X (DRX).....	25
Références.....	25
Chapitre 3. Résultats et discussions	
3.1. Caractérisation du MCC-DPF à partir des fibres de palmier dattier.....	27
3.1.1. Spectroscopie FTIR	27
3.1.2. Diffraction des rayons X (DRX).....	31
Références.....	35
Conclusion.....	36
Perspectives.....	37
Résumé.....	38

LISTE DES FIGURES

Chapitre 1

Figure 1.1. Structure des fibres végétales.....	5
Figure 1.2. Structure de la cellulose.....	6
Figure 1.3. Structure d'hémicellulose.....	6
Figure 1.4. Structure de la lignine.....	7
Figure 1.5. Structure d'une chaîne de pectine.....	7
Figure 1.6. Morphologie de datte palmier.....	8
Figure 1.7. Diagramme schématique de la séparation de la cellulose microcristalline lors de l'hydrolyse acide.....	13

Chapitre 2

Figure 2.1. Plan expérimental d'extraction et caractérisation de MCC.....	20
Figure 2.2. Extraction de fibre (Fruit bunch branches).....	21
Figure 2.3. Fibres de palmier dattier (a. Fruit bunch branches, b. Mesh, c. seeds d. Leaflet).....	21
Figure 2.4. Fibres de palmier dattier broyées.....	22
Figure 2.5. Traitement alcaline des fibres de palmier dattier.....	22
Figure 2.6. Traitement blanchiment des fibres de palmier dattier.....	23
Figure 2.7. Exemple d'échantillon dans différents traitement (Fruit bunch branches).....	24
Figure 2.8. Conception graphique d'extraction de MCC à partir des fibres de palmiers dattiers.....	24

Chapitre 3

Figure 3.1. Spectre FTIR de DPF.....	28
Figure 3.2. Spectre FTIR de A-DPF.....	29
Figure 3.3. Spectre FTIR de B-DPF.....	29
Figure 3.4. Spectre FTIR de MCC-DPF.....	30
Figure 3.5. Spectres FTIR de DPF, A-DPF, B-DPF, MCC-DPF.....	30
Figure 3.6. Diffractogrammes de rayons X de DPF.....	32
Figure 3.7. Diffractogrammes de rayons X de A-DP.....	32
Figure 3.8. Diffractogrammes de rayons X de B-DPF.....	33
Figure 3.9. Diffractogrammes de rayons X de MCC-DPF.....	32
Figure 3.10. Diffractogrammes de rayons X de DPF, A-DPF, B-DPF, MCC-DPF.....	34

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre 1

Tableau 1.1. Nombre d'arbre de datte palmiers dans certains pays arabes.....8

Tableau 1.2. La quantité de déchets agricoles provenant des palmiers de date dans certains pays arabes.....9

Tableau 1.3. La composition chimique de datte palmier.....10

Tableau 1.4. MCC extraite de différentes parties des palmiers dattier.....14

Chapitre 2

Tableau 2.1. Les produits chimiques utilisés.....19

Tableau 2.2. Abréviations des noms d'échantillons.....23

Chapitre 3

Tableau 3.1. Bandes caractéristiques des vibrations des principaux groupes fonctionnels.....28

Tableau 3.2. Taux de cristallinité de DPF, A-DPF, B-DPF, MCC-DPF.....31

LISTE DES ABREVIATIONS

A-DPF, A-DPS, A-DPL, A-DPM	Traitement Alcaline de fibre palmier dattier (Fruit, Seeds, Leaflet, Mesh)
B-DPF, B-DPS, B-DPL, B-DPM	Traitement Blanchiment de fibre palmier dattier (Fruit, Seeds, Leaflet, Mesh)
$C_2H_4O_2$	Acide acétique
DP	Palmier dattier
DPF, DPS, DPL, DPM	Fibre Brute de palmier dattier (Fruit, Seeds, Leaflet, Mesh)
DRX	Diffraction des rayons X
FTIR	Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier
HCl	Acide chlorhydrique
MCC-DPF, MCC-DPS, MCC-DPL, MCC- DPM	Cellulose Microcristalline de fibre palmier dattier (Fruit, Seeds, Leaflet, Mesh)
MCC	Cellulose microcristalline
NaClO	Hypochlorite de sodium
NaOH	Hydroxyde de sodium

INTRODUCTION

L'utilisation des ressources naturelles pour des applications industrielles améliore la biodégradabilité de nombreux produits à usage unique et permet de produire de nouveaux matériaux aux meilleures propriétés mécaniques, physiques et thermiques[1].

Les sources et le coût des fibres végétales jouent un rôle important dans leur sélection pour la production mondiale. Selon l'Organisation arabe de développement agricole (OAD) en 2015, les fibres du palmier dattier sont abondantes dans les pays arabes [2], avec environ les deux tiers des palmiers dattiers du monde situés dans ces pays. Le palmier dattier est considéré comme l'espèce de palmier la plus importante après la noix de coco et le palmier à huile. Pendant la culture et la récolte des fruits, les palmiers dattiers produisent différents résidus, tels que les tiges de palmes, les têtes de feuilles et les troncs. Ces énormes biodéchets peuvent polluer l'environnement s'ils ne sont pas gérés correctement. Cependant, ces agro-déchets peuvent être utilisés pour produire des matériaux durables et respectueux de l'environnement à faible coût [1].

La cellulose, le biopolymère naturel le plus disponible et le plus résistant sur notre planète, est considérée comme l'un des composés organiques les plus importants produits dans la biosphère [3]. Au cours des deux dernières décennies, un grand intérêt de recherche a été consacré à l'application de la cellulose cristalline dans différentes applications en raison de sa stabilité thermique et mécanique élevée, de sa biodégradabilité et de sa faible toxicité pour l'environnement [4].

La cellulose microcristalline (MCC) est obtenue en tant que produit dérivé de matière cellulosique hautement cristalline et purifiée, elle-même dérivée chimiquement de la biomasse lignocellulosique [5]. La cellulose microcristalline (MCC) est un ingrédient important dans les produits pharmaceutiques, alimentaires, de boisson et cosmétiques [3].

C'est dans ce contexte que nous nous intéressons à trouver ou à valoriser de nouvelles sources végétales pour l'extraction des biomatériaux, particulièrement les différentes parties du palmier dattier.

Ce mémoire s'articule autour de deux grandes parties : une étude bibliographique et une partie expérimentale. Le premier chapitre est consacré à une analyse bibliographique sur les fibres végétales, les fibres de palmiers dattiers, et la cellulose microcristalline. Le deuxième chapitre décrit les matériaux et les techniques expérimentales utilisées. Le troisième chapitre est dédié à la discussion des résultats obtenus à partir des différents tests effectués. Enfin, dans la conclusion, nous présenterons les principaux résultats trouvés.

Références

- [1] M. Sh et al., “Characterization of Date Palm Fiber - Reinforced Different Polypropylene Matrices,” p. 18, 2020, doi: 10.3390/polym12030597.
- [2] S. Awad et al., “A Critical Review on Date Palm Tree (Phoenix dactylifera L.) Fibres and Their Uses in Bio-composites, ” vol. 12, no. 6. Springer Netherlands, 2021, doi: 10.1007/s12649-020-01105-2.
- [3] D. Trache et al., “International Journal of Biological Macromolecules Microcrystalline cellulose : Isolation , characterization and bio-composites application,” Int. J. Biol. Macromol., vol. 93, pp. 789–804, 2016, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2016.09.056.
- [4] N. Y. Abu-thabit et al., “International Journal of Biological Macromolecules Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from date seeds (Phoenix dactylifera L .),” Int. J. Biol. Macromol., vol. 155, pp. 730–739, 2020, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.03.255.
- [5] D. Haldar et al., “Micro and nanocrystalline cellulose derivatives of lignocellulosic biomass : A review on synthesis , applications and advancements,” Carbohydr. Polym., vol. 250, no. June, p. 116937, 2020, doi: 10.1016/j.carbpol.2020.116937.

CHAPITRE 1

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE 1

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1. Les fibres végétales

De nos jours, les industries sont à la recherche des fibres végétales en raison des nombreux bénéfices environnementaux, techniques, et économiques qu'elles pourraient offrir : matière première renouvelable, biodégradable, faible densité, économie d'énergie, et faible coût, etc. [1]. Les fibres végétales se composent de trois éléments de base : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, ainsi que de composants mineurs tels que les substances pectiques et les cires. La composition chimique des fibres végétales dépend de leur origine, du type de méthode d'extraction utilisée et des conditions expérimentales. Le choix des fibres végétales dépend principalement de leurs applications selon les exigences des différents usages [2].

1.1.1. Origine des fibres végétales

Il existe une grande variété des fibres végétales :

1.1.1.a. Selon l'organe de la plante dont elles sont issues

Les fibres végétales peuvent être divisées en 5 groupes en fonction de leur origine. Les fibres issues des poils séminaux des graines (coton, kapok), les fibres libériennes extraites du liber des plantes (lin, chanvre, jute, ramie), les fibres extraites de feuilles (sisal, abaca), des emballages de fruits (comme les noix de coco) ou les fibres dures extraites des tiges de plantes (comme le bambou, l'alfa) [3, 4].

1.1.1.b. Selon leur teneur en cellulose, en hémicellulose et en lignine

Les fibres ligneuses, qui sont dures et rigides, sont issues de matériaux ligneux tels que le bois d'œuvre et les résidus de l'industrie du bois, tandis que les fibres non ligneuses, qui sont douces et souples, proviennent de végétaux non ligneux, qui sont souvent renouvelables chaque année tel que le kénaf, le chanvre, le sisal, le jute [4,5].

1.1.1.c. Selon leur longueur

On peut classer les fibres végétales en deux catégories : les fibres longues, appelées libériennes, issues des tiges et de l'écorce des tiges de plantes annuelles. Les fibres longues provenant de feuilles ou de troncs d'arbre sont plus fragiles et plus solides en

raison de leur teneur élevée en lignine. Les fibres courtes ou étoupes sont des fibres lignocellulosiques qui sont associées aux fibres longues [5].

1.1.2. Structure des fibres végétales

Un tissu végétal est constitué de différentes parois. La structure de ces parois est constituée de microfibrilles cristallines de cellulose qui sont liées par la lignine et l'hémicellulose amorphes. La rigidité des chaînes est causée par l'enchaînement des unités constitutives de la cellulose, ce qui, combiné à une grande régularité des enchaînements et au développement des liaisons hydrogène inter- et intra-chaîne, favorise une cristallinité élevée. La présence de zones cristallines extrêmement solides est à l'origine de la majorité des caractéristiques physiques et chimiques de ce matériau [6].

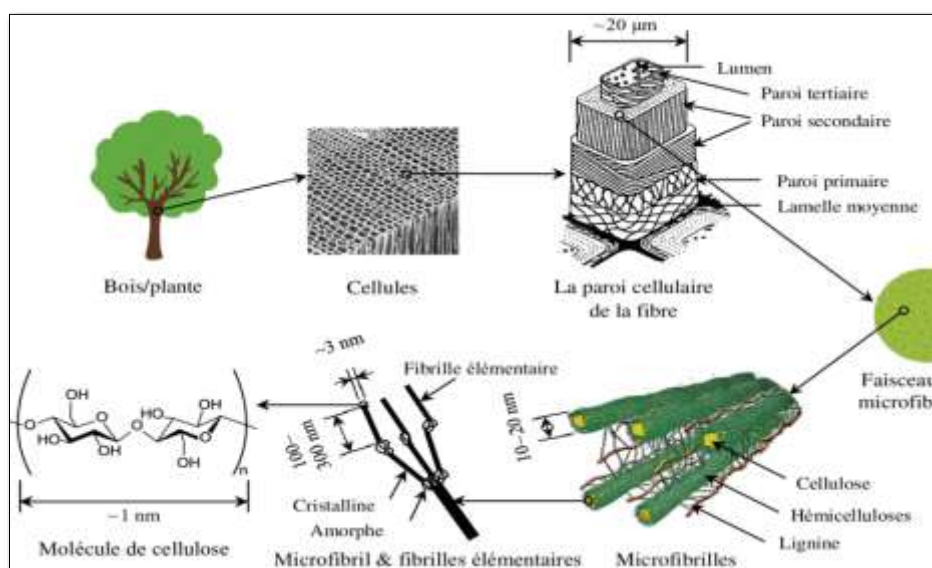


Figure 1.1. Structure des fibres végétales [7].

1.1.3. Composition chimique de la fibre végétale

Les fibres végétales ont une composition chimique principalement composée de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Les caractéristiques de chaque composant jouent un rôle dans la qualité globale de la fibre. La cellulose, qui définit la résistance et la rigidité des fibres, est essentielle. L'hémicellulose est cruciale pour l'absorption d'humidité et la dégradation thermique de la fibre. La lignine, qui présente une stabilité thermique plus élevée, est responsable de la protection contre la dégradation causée par les rayons UV [5].

1.1.3.a. La Cellulose

La cellulose fait partie des polymères polysaccharidiques. On la considère comme la molécule biologique la plus répandue sur notre planète. Ce polymère homogène d'origine naturelle joue un rôle essentiel dans la paroi cellulaire de nombreux végétaux, avec un taux variant de 17 % à 99 % [8]. Elle est composée d'un ensemble de monomères appelés cellobiose, eux-mêmes composés de deux molécules de β -glucose. Le motif a une longueur d'environ 10,3 Å. La cellulose présente des groupements hydroxyles (OH) libres, des liaisons β (1 \rightarrow 4) et une structure en forme de chaise afin d'assurer une stabilité accrue. Les groupements terminaux de la cellulose sont des fonctions alcool et aldéhyde [9].

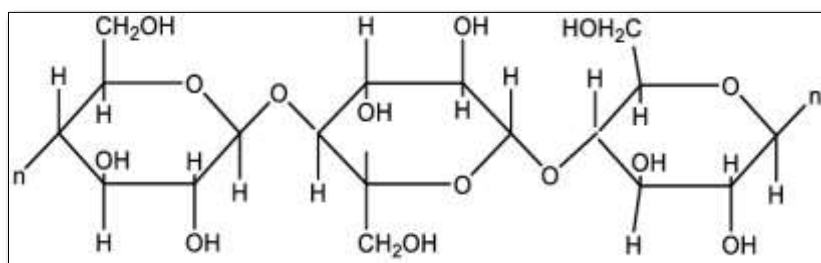


Figure 1.2. Structure de la cellulose [10].

1.1.3.b. L'hémicellulose

Les hémicelluloses constituent une classe de polymères amorphes présentant une grande diversité de structures. Ce sont des polysaccharides de faible poids moléculaire. Elles sont composées de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques. Elles sont solubles dans l'eau et peuvent être extraites de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines [11].

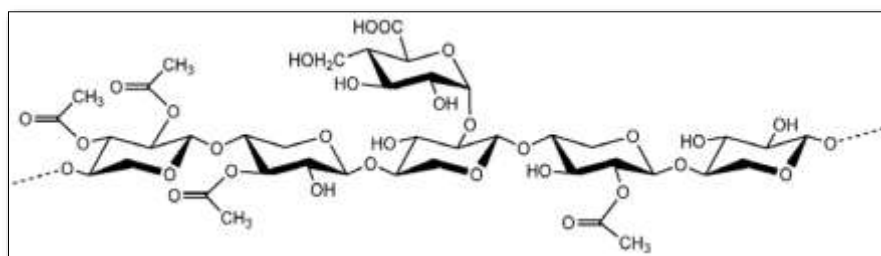


Figure 1.3. Structure d'hémicellulose [11].

1.1.3.c. La Lignine

Après la cellulose, la lignine est la matière organique renouvelable la plus présente sur notre planète. Les lignines sont composées de phénols. Ce sont des polymères

phénoliques tridimensionnels et amorphes, possédant trois types d'unités de phénylpropane (les alcools coniférylique, sinapylique et p-coumarylique) [12].

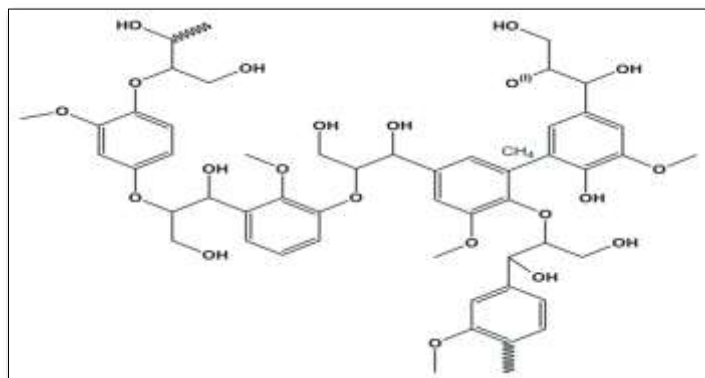


Figure 1.4. Structure de la lignine [13].

1.1.3.d. Les pectines

Les substances pectiques sont des macromolécules glucidiques provenant exclusivement de la nature végétale, principalement constituées d'acides galacturoniques [5]. En raison de la présence de groupes acides carboxyliques, les pectines sont les composés les plus hydrophiles présents dans les fibres végétales[14].

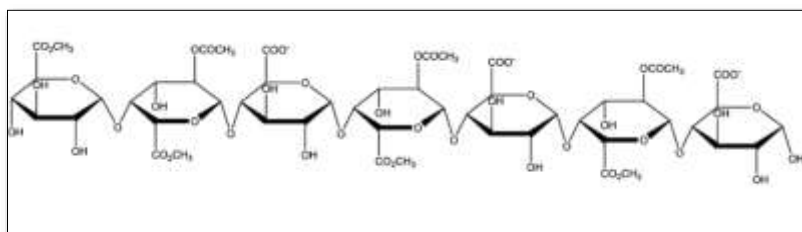


Figure 1.5. Structure d'une chaîne de pectine [15].

1.1.3.e. Les cires

Les cires constituent une fine couche de lipides située à l'extérieur des tiges. Elles jouent un rôle de protection physique contre les conditions environnementales défavorables et les insectes. Leurs structures peuvent être très complexes, mais parmi les lipides les plus courants se trouvent les hydrocarbures, les esters de cire, les cétones, les alcools et les acides gras [16].

1.2. Les fibres de palmier dattier

Selon l'Organisation arabe de développement agricole (OAD) en 2015, les sources et le prix des fibres végétales jouent un rôle crucial dans leur choix pour la production mondiale. Les palmiers dattiers sont les plantes naturelles les plus abondantes dans les pays arabes, comme indiqué dans le tableau 1.1 [17]. *Phoenix dactylifera* L est

considéré comme l'espèce de palmier dattier la plus cultivée de la famille des *Arecaceae*. Sa hauteur est estimée à environ 20–30 m, et il est largement cultivé dans les régions semi-arides et arides. Le cycle de vie de ces arbres peut dépasser 100 ans [17,18].

Tableau 1.1. Nombre d'arbre de datte palmiers dans certains pays arabes [17].

Pays	Nombre d'arbres × (1000)	Pays	Nombre d'arbres × (1000)
Algérie	15508.59	Maroc	4954.13
Egypte	14.96	Oman	6383.00
Arabie saoudite	12000.00	UAE	16757.94
Tunisie	3335.80	Palestine	301.20
Qatar	517.16	Libya	2100.00

La figure 1.6 présente les caractéristiques morphologiques des différentes parties des palmiers dattiers. Ces palmiers se distinguent par la présence de nombreuses pousses à leur base, avec un tronc recouvert de bases de feuilles grisâtres. De plus, ils présentent des feuilles, des fruits et des tiges de spadix [19].

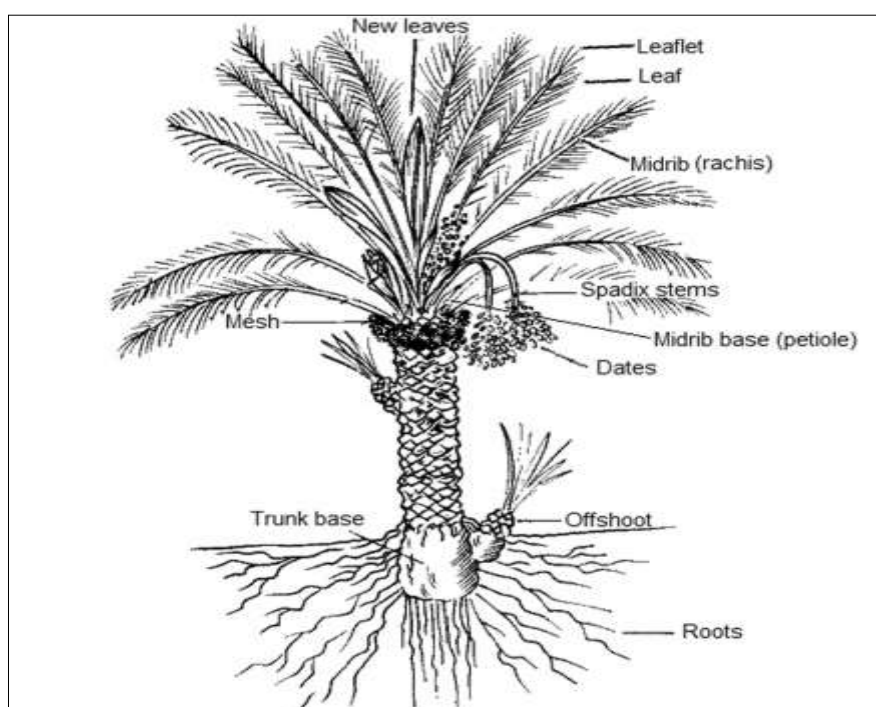


Figure 1.6. Morphologie de datte palmier [17].

1.2.1. Les différentes parties de datte palmier

À chaque fois que les dattes palmiers sont cultivés et récoltés, environ 2118131,8 tonnes de déchets de palme de date sont accumulées à travers le monde. Ces grandes quantités de déchets sont généralement laissées sans utilisation appropriée dans les processus biologiques ou les applications industrielles dans la plupart des pays [17]. La quantité de déchets par pays produite par différentes parties de palmiers datés est présentée dans le tableau 1.2, la plupart de ces déchets étant laissés dans des terres agricoles ou incinérées pendant de longues périodes, ce qui entraîne des problèmes environnementaux et de santé. Il est donc nécessaire de trouver un nouveau processus de valorisation de cette ressource biologique [20].

Tableau 1.2. La quantité de déchets agricoles provenant des palmiers de date dans certains pays arabes [17].

Pays	Quantité de déchets (tons)				
	Midribs	Leaflets	Spadix stems	Mesh	Date palm pits
Algérie	146.6	119.7	104.7	19.4	2202.9
Egypte	151984.2	124068.7	108560.1	20161.2	15941.4
Arabie saoudite	117600.0	96000.0	84000.0	15600.0	105855.9
Tunisie	32690.8	26686.4	23350.6	4336.5	36091.7
Qatar	5068.2	4137.3	3620.1	672.3	43935.5
Libya	20580.0	16800.0	14700.0	2730.0	430.9
Maroc	48550.5	39633.0	34678.9	640.4	210.0

1.2.2. Composition chimique des fibres de datte palmier

Trois éléments principaux constituent la fibre de datte palmier : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine [18]. Par ailleurs, certains des éléments tels que la cire, la pectine et des composés inorganiques. Dans cette optique, il est essentiel de procéder à un traitement de surface des fibres de datte palmier afin de supprimer toutes les impuretés et de prévenir la croissance incomplète, ce qui favorise une meilleure adhésion entre la fibre et la matrice[19,22].

Tableau 1.3. La composition chimique de datte palmier [22].

Propriétés	Datte palmier	
Composition chimique	Cellulose (%)	35-44
	Hémicellulose (%)	9.75-26
	Lignine (%)	11-29.5

1.2.3. Technique d'extraction de fibre

Il existe quatre principales familles de procédés pour extraire les fibres végétales : le procédé physique, le procédé mécanique, le procédé chimique et le procédé biologique. Le choix du procédé adéquat dépend du type et de l'organe d'extraction. Dans certains cas, le couplage de plusieurs procédés est requis.

1.2.3.a. Procédé physique

L'explosion à la pression par la vapeur est un moyen très efficace dans la séparation des fibres, car des micro-explosions se produisent alors dans les cellules les plus fragiles. Ce cycle est répété une dizaine de fois (8 à 11 fois), ce qui entraîne l'explosion des lamelles moyennes qui constituent une colle intercellulaire. En fin de compte, la séparation des fibres est achevée par un lavage à l'eau courante. Il existe également des procédés basés sur les ultrasons, ainsi que d'autres basés sur les micro-ondes[23].

1.2.3.b. Procédé mécanique

Ce procédé peut être effectué manuellement ou à l'aide d'une machine [23]. Dans le cas des fibres de palmier dattier algérien "Phoenix dactylifera L", la méthode consiste à immerger la branche dans un bain d'eau pendant 48 heures, puis à la peler pour enlever la partie extérieure et à la diviser en 3 à 5 parties afin de faciliter l'extraction de ces fibres[18].

1.2.3.c. Procédé chimique

L'extraction chimique est généralement faite par des solutions alcalines (NaOH, KOH). La méthode chimique réduit partiellement le diamètre de la fibre [23].

1.2.3.d. Procédé biologique

Le rouissage naturel, opération connue depuis des siècles, Il se base sur l'activité des microorganismes, ce qui implique une durée d'extraction plus longue que les autres procédés [23].

1.3. Cellulose Microcristalline (MCC)

1.3.1. Généralité

Le MCC est un dérivé de cellulose très répandu et se présente sous forme de poudre fine, blanche, sans odeur et cristalline. Il est obtenu en hydrolysant partiellement les régions amorphes de la cellulose naturelle. Le MCC possède plusieurs propriétés avantageuses telles que sa haute surface, sa non-toxicité, sa biodégradabilité et sa biocompatibilité. En raison de ses excellentes propriétés, le MCC est utilisé dans les industries cosmétiques, plastiques, biomédicales, alimentaires et pharmaceutiques [24].

1.3.2. Applications de MCC

La cellulose microcristalline (MCC) est un ingrédient important dans les industries pharmaceutique (en tant que liants, adsorbants, fluidité), alimentaire (en tant que stabilisants, substituts de graisse et émulsifiants), boissons (gélifiants, stabilisateurs, agents antiagglomérants et agents de suspension), cosmétique (substituts de graisse, épaississants, liants) et autres industries (papier et textile). Parmi ses propriétés uniques, on peut citer son inactivité chimique et son caractère hygroscopique [25].

1.3.3. Extraction de MCC à partir des fibres de palmier dattier

1.3.3.a. Prétraitement

Le lavage préliminaire des fibres avant tout autre forme de traitement permet de retirer les cires, les impuretés et les extractifs présents sur la surface des fibres. Ces fibres doivent donc subir un prétraitement dont le rôle est de nettoyer la surface des fibres et d'améliorer la surface d'accrochage en augmentant le degré de fibrillation [26].

1.3.3.b. Traitement alcalin à la soude

Le traitement alcalin appelé aussi la mercerisation. Il est réalisé avec le NaOH pour éliminer l'hémicellulose et la lignine des fibres végétales, L'hémicellulose est un polysaccharide complexe composé de différents sucres. Lorsque le NaOH est ajouté,

il réagit avec les groupes fonctionnels de l'hémicellulose, provoquant sa solubilisation et son élimination. Les réactions spécifiques incluent la saponification des liaisons ester et la rupture des liaisons glycosidiques dans les chaînes d'hémicellulose. De plus, Le NaOH réagit avec la lignine en rompant les liaisons éther et ester présentes dans sa structure. Cela permet de dissocier la lignine des fibres de cellulose et d'hémicellulose, facilitant ainsi son élimination [26,27].

1.3.3.c. Traitement de blanchiment

Le blanchiment est effectué comme étape préparatoire à la coloration, elle permet d'obtenir des fibres d'une couleur blanche et uniforme, Le blanchiment avec le NaClO est effectué pour éliminer les impuretés colorées restantes, principalement la lignine, le NaClO réagit avec les groupes phénoliques présents dans la lignine, les convertissant en produits solubles ou moins colorés. Cette réaction d'oxydation permet d'éliminer efficacement les pigments responsables de la coloration des fibres [23,27]. Le blanchiment chimique se fait par différents réactifs :

- Peroxyde d'hydrogène
- L'hypochlorite de sodium
- Chlorite de sodium

1.3.3.d. Traitement à l'hydrolyse acide

Après la délignification et le blanchiment, Le MCC est généralement produit par hydrolyse acide avec un acide minéral qui clive les régions amorphes. Le type d'acide utilisé, le temps de l'application et de la température jouent un rôle important dans la taille des particules, la cristallinité et la morphologie de MCC. L'acide chlorhydrique (HCl) réagit avec les liaisons glycosidiques présentes dans les régions amorphes de la cellulose. Cette réaction d'hydrolyse conduit à la rupture des liaisons entre les unités de glucose, produisant ainsi des molécules plus petites de cellulose. Les régions cristallines de la cellulose restent intactes, formant ainsi la cellulose microcristalline (MCC) [25,28].

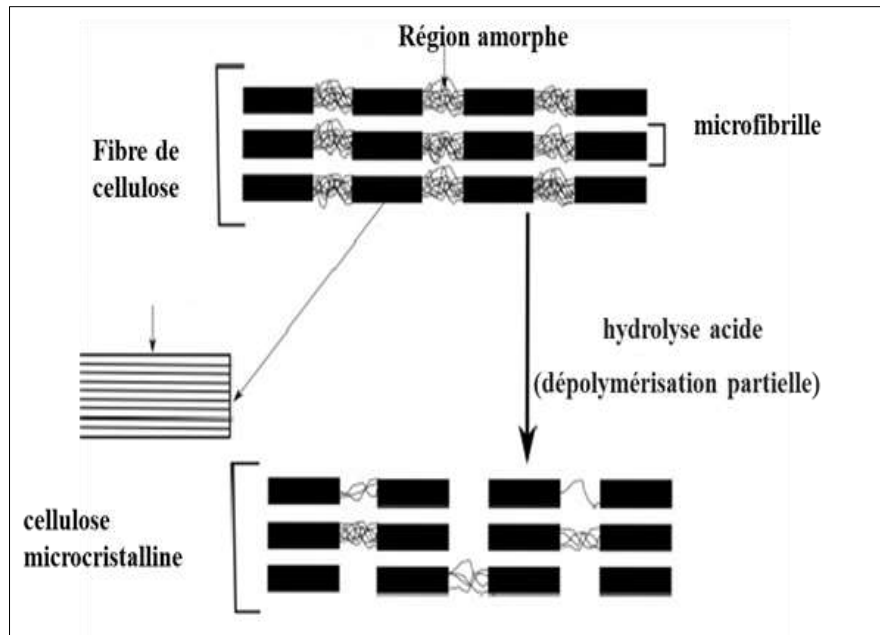


Figure 1.7. Diagramme schématique de la séparation de la cellulose microcristalline lors de l'hydrolyse acide [25].

Tableau 1.4. MCC extraite de différentes parties des palmiers dattier.

Pays	Type de cellulose	Source de cellulose	Méthode d'extraction	Réf
Algérie	MCC	Fruit Bunch Branch	Traitement alcalin par NaOH, traitement blanchiment par NaClO ₂ , hydrolyse par acide chlorhydriqueHCl.	[2]
		Feuilles de palmier dattier	Hydrolyse acide en utilisant trois processus de délignification différents : NaClO ₂ acidifié, totalement sans chlore (TCF) et leur combinaison.	[29]
Arabie saoudite	MCC	Graines de dattes	Déparaffinage par mélange de solvant (chloroforme : éthanol), délignification par traitementNaOH, blanchiment par hypochlorite de sodium.	[30]
		Fruit Bunch Stalk	Traitement de blanchiment parNaClO, traitement alcalin par hydroxyde de sodium NaOH, hydrolyse par acide chlorhydriqueHCl.	[30]
UAE	MCC	Les déchets de palmier dattier	Isolement de la cellulose des déchets de palmier dattier à l'aide d'une solution de saumure rejetée	[32]
Égypte	MCC	Fibre de palmier dattier	Décirage par éthanol/toluène, Pulpage (NaOH 1%), traitement blanchimentNaClO, Production de α-cellulose (NaOH 17,5%), hydrolyse par acide sulfuriqueH ₂ SO ₄ .	[33]

Références

- [1] A. Hachaichi., Thèse de doctorat “Elaboration et caractérisation des composites et des micronanocomposites à matrice thermoplastique (PEHD) renforcée par les fibres de palmier dattier(FD) et l’argile (MMTO)”, Université Ferhat Abbas Sétif1, p. 114, 2017.
- [2] A. Hachaichi., Mémoire de master “Development and characterization of bio-nanocomposite mixture reinforced by natural reinforcement (elaboration and characterization)”, Université de Boumerdes, p. 118, 2022.
- [3] M. Dalel ., “Evaluation du potentiel textile des fibres d’Alfa (Stipa Tenacissima L) caractérisation physico-chimique de la fibre au fil,” France, vol. 8, Université de Haute Alsace Laboratoire de Physique et Mécanique Textiles (LPMT), p. 154, 2012.
- [4] N. A. Yawo, “Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d’os de tannin ou de mucilage,” vol. 9, L’Institut National Polytechnique de Toulouse, p. 217, 2009, Available: 10 juillet 2009.
- [5] S. BOUHANK, Thèse de doctorat “Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d’Espagne formulations et caractérisations,” vol. 5, Université Ferhat ABBAS –Sétif 1, p. 161, 2017.
- [6] D. T. V. Vi, “Matériaux composites à fibres naturelles / polymère biodégradables ou non ,” Université de Grenoble, p. 190, 2011.
- [7] O. Nechyporchuk, “Cellulose nanofibers for the production of bionanocomposites Nanofibres de cellulose pour la production de bionanocomposites”, p. 175, 2015.
- [8] Nekkaa.S, Thèse de doctorat “ Polypropylene Renforce Par Une Fibre Vegetale Locale Le Genêt d'Espagne,” vol. 1, Université Ferhat ABBAS Sétif, p. 188, 2007.
- [9] B. L. El Hadji, “ Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose,” Institut National Polytechnique de Grenoble-, p. 219, 2008.
- [10] S. S. Handayani et al., “The effects of temperature on alpha-cellulose content and extraction result of tobacco stem,” University of Mataram, Indonesia., vol. 1280, 2, p. 7, 2019.

- [11] H. V. Scheller et al., “Hemicelluloses,” vol. 61, University of Copenhagen, pp. 263–289, 2010, doi: 10.1146/annurev-arplant-042809-112315.
- [12] O. Harmouzi, “ Développement d’un composite à base d’un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d’Alfa,” L’École Nationale d’Ingénieurs de Sfax, p. 136, 2016.
- [13] P. R. Sarika et al., “Bio-based alternatives to phenol and formaldehyde for the production of resins,” *Polymers (Basel)*, vol. 12, 10, pp. 1–24, 2020.
- [14] S. Bouzouita, “Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel,” l’École Centrale de Lyon, 2011.
- [15] Q. Vanbellingen, “Imagerie de substances naturelles par spectrometrie de masse,” Université PARIS -SACLAY , 2016.
- [16] E. Rogge, “Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d’ Alfa (Esparto grass) en vue d’ applications textiles,”. Ecole Nationale Supérieure d’Ingénieurs Sud-Alsace (UHA), 2010.
- [17] S. Awad et al., A Critical Review on Date Palm Tree (*Phoenix dactylifera* L.) Fibres and Their Uses in Bio-composites, vol. 12, 6. Springer Netherlands, 2021. doi: 10.1007/s12649-020-01105-2.
- [18] S. Amroune et al., “Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (*Phoenix dactylifera* L.),” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 71, pp. 95–106, 2015, doi: 10.1016/j.compositesa.2014.12.011.
- [19] W. Ghori et al., “A review on date palm (*phoenix dactylifera*) fibers and its polymer composites,” *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 368, no. 1, 2018, doi: 10.1088/1757-899X/368/1/012009.
- [20] M. Chandrasekaran et al., “Valorization of date palm (*Phoenix dactylifera*) fruit processing by-products and wastes using bioprocess technology - Review,” *Saudi J. Biol. Sci.*, vol. 20, no. 2, pp. 105–120, 2013, doi: 10.1016/j.sjbs.2012.12.004.
- [21] Z. S. Rasoul, J et al., “Date palm fiber (DPF) and its composites: A comprehensive survey,” *Int. J. Adv. Sci. Technol.*, vol. 29, no. 8 Special Issue, pp. 1776–1788, 2020.
- [22] B. A. Alshammari et al., “Evaluation of mechanical, physical, and morphological properties of epoxy composites reinforced with different date palm fillers,” *Materials (Basel)*, vol. 12, no. 13, 2019, doi:

- 10.3390/ma12132145.
- [23] A. D. Eddine, Thèse de doctorat “Extraction, caractérisation morphologique, physico-chimique et mécanique des fibres caulinaires de *Retama monosperma* L.Boiss,” Université STOMB Oran, p. 149, 2017.
- [24] U. Harini et al., “Food and Bioproducts Processing Extraction and characterization of microcrystalline cellulose from wine waste,” *Food Bioprod. Process.*, vol. 144, no. October 2023, pp. 92–101, 2024, doi: 10.1016/j.fbp.2024.01.001.
- [25] D. Trache et al., “International Journal of Biological Macromolecules Microcrystalline cellulose : Isolation , characterization and bio-composites application,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 93, pp. 789–804, 2016, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2016.09.056.
- [26] B. Meriem, Thèse de doctorat “Etude et caractérisation de nouveaux bio-composites farine de Genêt d’Espagne-Polymère biodégradables,” Université Ferhat Abbas-Sétif1, p. 137, 2020.
- [27] S. SASMAL et al., Pretreatment of lignocellulosic biomass toward biofuel production. *Biorefining of biomass to biofuels: opportunities and perception*, 2018, p. 203-221. https://doi.org/10.1007/978-3-319-67678-4_9
- [28] D. Haldar et al., “Micro and nanocrystalline cellulose derivatives of lignocellulosic biomass”: A review on synthesis , applications and advancements, *Carbohydr. Polym.*, vol. 250, no. June, p. 116937, 2020, doi: 10.1016/j.carbpol.2020.116937.
- [29] M. Beroual et al., “Effect of the Delignification Process on the Physicochemical Properties and Thermal Stability of Microcrystalline Cellulose Extracted from Date Palm Fronds,” *Waste and Biomass Valorization*, no. 0123456789, 2020, doi: 10.1007/s12649-020-01198-9.
- [30] N. Y. Abu-thabit et al., “International Journal of Biological Macromolecules Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from date seeds (*Phoenix dactylifera* L .),” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 155, pp. 730–739, 2020, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.03.255.
- [31] M. D. Alotabi et al., “Microcrystalline Cellulose from Fruit Bunch Stalk of Date Palm: Isolation and Characterization,” *J. Polym. Environ.*, vol. 28, no. 6, pp. 1766–1775, 2020, doi: 10.1007/s10924-020-01725-8.
- [32] M. Raza et al., “Isolation and characterization of cellulose from date palm

- waste using rejected brine solution,” *Int. J. Thermofluids*, vol. 21, no. December 2023, p. 100548, 2024, doi: 10.1016/j.ijft.2023.100548.
- [33] T. Ragab et al., “Water desalination Graphene oxide/CA RO membranes manufactured from date palm fibers microcrystalline cellulose,” *Egypt. J. Chem.*, vol. 0, no. 0, pp. 0–0, 2024, doi: 10.21608/ejchem.2023.250836.8909.

CHAPITRE 2

MATERIAUX UTILISES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

CHAPITRE 2

MATERIAUX UTILISES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

2.1. Objectif

L'objectif fondamental de cette étude est d'extraire et de caractériser la cellulose microcristalline (MCC) à partir de diverses parties du palmier-dattier (Fruit bunch branches, Mesh, Leaflet and seeds). Cette démarche se base sur une série de traitements chimiques successifs, comprenant une étape alcaline, un processus de blanchiment, et enfin une hydrolyse acide. En adoptant une approche méthodique, cette recherche vise à mettre en lumière les propriétés uniques de la MCC obtenue à partir des différentes parties de la plante. À travers ces traitements séquentiels, nous cherchons à isoler et à purifier la cellulose, un polymère naturellement abondant dans le palmier dattier, afin d'en obtenir une forme microcristalline hautement pure et caractérisée.

2.2. Matériaux utilisés

2.2.1. Les fibres de palmier dattier

Dans cette étude on utilise quatre parties de fibres de palmiers dattier (Fruit Bunch brunches, Mesh, Leaflet et Seeds), qui ont été récoltées à Biskra -Algérie.

2.2.1. Produits chimiques utilisés

Les fibres du palmier-dattier ont été extraites en utilisant une série de traitements chimiques, impliquant l'hydroxyde de sodium à 98 %, l'hypochlorite de sodium à 52%, l'acide acétique à 99,8 % et l'acide chlorhydrique à 37 %.

Tableau 2.1. Les produits chimiques utilisés.

Produit chimique	Formule chimique	Masse molaire (g/mol)	Densité (20°C) (g/cm ³)	Fournisseur
Hydroxyde de sodium	NaOH	40	2.130	LOBA Chimie
Hypochlorite de sodium	NaClO	74.4	1.200-1.220	Chemical DOUDAH
Acide acétique	C ₂ H ₄ O ₂	60.04	1.05	Honeywell Fluka
Acide chlorhydrique	HCl	36.46	1.1190	Honeywell Fluka

2.3. Organigramme

Le plan expérimental d'extraction et de caractérisation de la cellulose microcristalline du palmier dattier est illustré dans la figure 2.1.

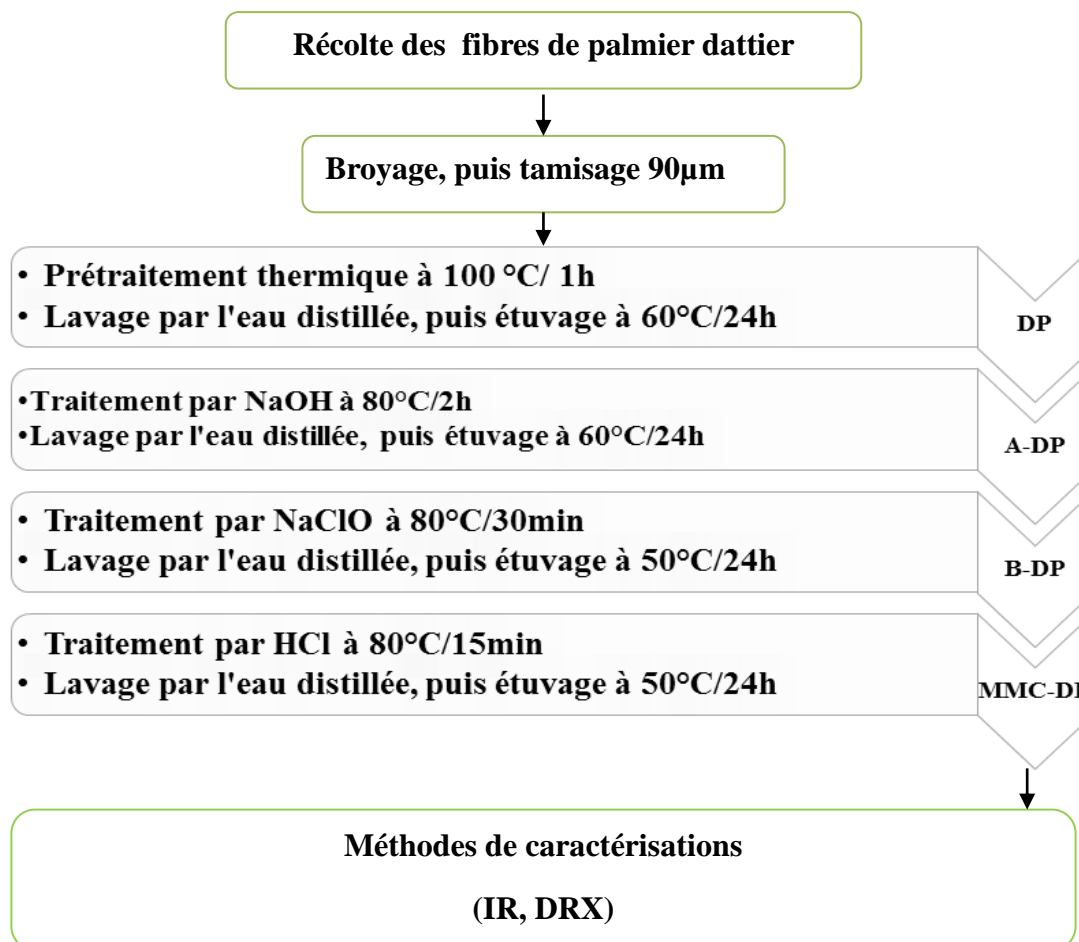


Figure 2.1. Plan expérimental d'extraction et caractérisation de MCC.

2.3. Extraction de la cellulose microcristalline

2.3.1. Extraction et Broyage

Après la récolte, les tiges de fibre (Fruit bunch branches) immerger dans un bain d'eau pendant 48 heures, puis à la peler pour enlever la partie extérieure et à la diviser en 3 à 5 parties afin de faciliter l'extraction de ces fibres. Les fibres de palmier dattier (Fruit bunch branches, Mesh, Leaflet et seeds) ont été laissées à l'air libre pour deux jours afin de réduire leur taux d'humidité. Elles sont ensuite coupées et subissent un broyage mécanique [1].



Figure 2.2. Extraction de fibre (Fruit bunch branches).



Figure 2.3. Fibres de palmier dattier (a. Fruit bunch branches, b. Mesh, c. seeds d. Leaflet).



Figure 2.4. Fibres de palmier dattier broyées.

2.3.2. Tamisage

Pour avoir les mêmes dimensions, les fibres ainsi broyées ont été tamisées en utilisant un tamis selon la norme ISO 3310, la marque de la tamiseuse est « BeraTest ». La granulométrie finale de la fibre est 90 μm .

2.3.3. Prétraitement

Avant le traitement, les fibres ont subi un prétraitement thermique par l'eau distillée à une température de 100°C sous agitation pendant 1 heure. Après filtration, elles ont été lavées avec de l'eau distillée plusieurs fois, puis séchées dans une étuve à 60°C pendant 24 heures [2].

2.3.4. Traitement par NaOH

Les fibres obtenues par prétraitement ont été immergées dans une solution de NaOH à une concentration de 1 (% m) sous agitation pendant 2 heures à la température 80 °C, ensuite un lavage avec de l'eau distillée. Enfin, les fibres ont été séchées dans une étuve pendant 24 heures à 60°C [2].



Figure 2.5. Traitement alcalin des fibres de palmier dattier.

2.3.5. Traitement de blanchiment

Après le traitement alcalin, une solution d'hypochlorite de sodium NaClO a été préparée puis ajoutée l'acide acétique jusqu'à pH 4 [2]. Après les fibres ont été traitées avec cette solution à 80°C pendant 30 min et est suivie d'un lavage avec de l'eau distillée. Les fibres ont été séchées dans une étuve pendant 6 heures à 40°C.



Figure 2.6. Traitement blanchiment des fibres de palmier dattier.

2.3.6. Traitement d'hydrolyse acide

Par la suite, les fibres ont été traitées en utilisant une solution d'acide chlorhydrique HCl de concentration 2.5 mol/l à 80°C pendant 15 min. Le mélange obtenu a été filtré et lavé avec de l'eau distillée plusieurs fois pour éliminer complètement l'acide, puis séché à 40°C [3]. Les abréviations des noms d'échantillons après chaque traitement chimique sont présentées dans le tableau 2.2.

Tableau 2.2. Abréviations des noms d'échantillons.

Noms d'échantillons	Abréviations
Fibre Brute de palmier dattier (Fruit, Seeds, Leaflet, Mesh)	DPF, DPS, DPL, DPM
Traitement Alcaline de fibre palmier dattier (Fruit, Seeds, Leaflet, Mesh)	A-DPF, A-DPS, A-DPL, A-DPM
Traitement Blanchiment de fibre palmier dattier (Fruit, Seeds, Leaflet, Mesh)	B-DPF, B-DPS, B-DPL, B-DPM
Microcristalline cellulose de fibre palmier dattier (Fruit, Seeds, Leaflet, Mesh)	MCC-DPF, MCC-DPS, MCC-DPL, MCC-DPM



Figure 2.7. Exemple d'échantillon dans différents traitement (Fruit bunch branches).

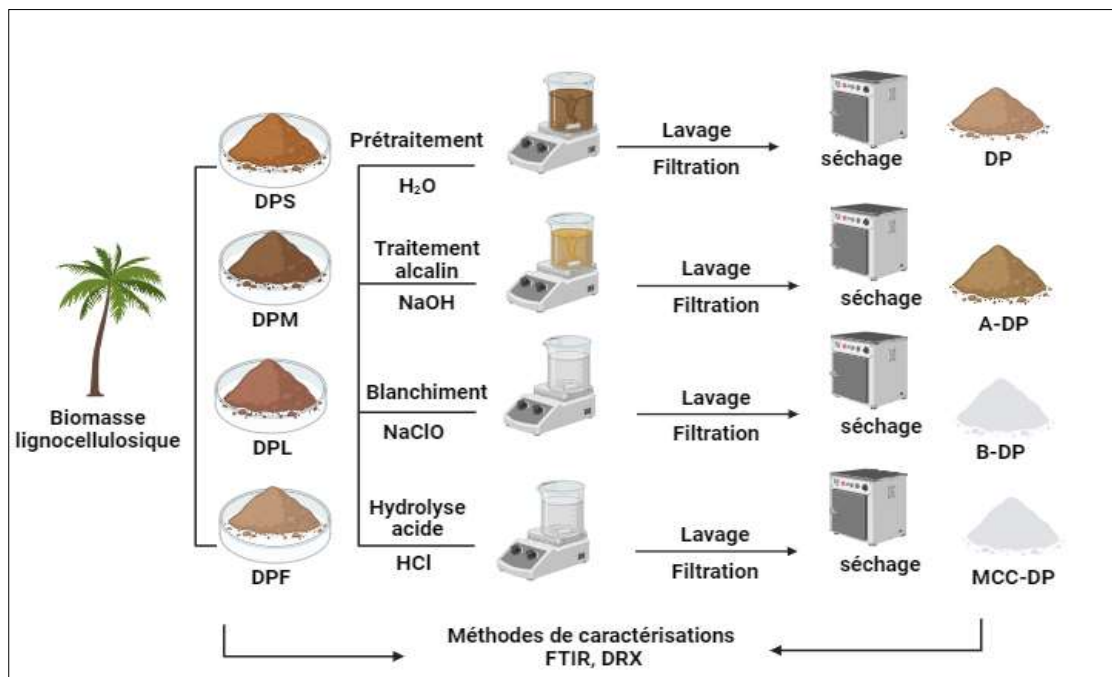


Figure.2.8. Conception graphique d'extraction de MCC à partir des fibres de palmiers dattiers (Par auteur, 2024).

2.4. Méthodes de caractérisations

2.4.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier FTIR

La spectroscopie infrarouge (IR) est l'une des méthodes les plus efficaces pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. En effet, le rayonnement infrarouge excite des modes de vibration spécifiques des liaisons chimiques, tels que les modes de déformation et d'élongation. L'appareil utilisé est un spectromètre Cary 630 ART-FTIR, opérant dans la plage de nombres d'onde allant de 600 à 4000 cm^{-1} [4].

2.4.2. Diffraction des rayons X (DRX)

La méthode de diffraction des rayons X est l'une des méthodes les plus intéressantes pour caractériser les structures cristallines. Elle permet de déterminer des paramètres aussi importants que la conformation cristalline de la chaîne et le taux de cristallinité. Les analyses de diffraction des rayons X de nos échantillons ont été effectuées sur un diffractomètre de type « XPERT PRO ».

Le faisceau incident monochromatique est centré sur la raie $K\alpha_1$ du cuivre (longueur d'onde du rayonnement incident $\lambda = 1,54184 \text{ \AA}$). L'intensité présente est enregistrée en fonction de l'angle de diffraction 2θ compris entre 5 et 120° .

De nombreuses études citent la méthode de Ségel afin d'estimer l'indice de cristallinité des fibres naturelles. Cet indice peut être estimé à partir des valeurs des intensités de diffraction de la structure cristalline et celles de la structure amorphe, en utilisant les intensités des raies 002 (I_{002} , $2\theta = 22,7^\circ$), et 110 (I_{AM} , $2\theta = 18^\circ$). I_{002} Représente à la fois le matériau amorphe et cristallin alors qu' I_{AM} représente seulement la partie amorphe [5].

$$I_C(\%) = (I_{002} - I_{AM}/I_{002}) \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

Avec :

I_{002} : est l'intensité du pic de la phase cristalline à $2\theta = 22,7^\circ$

I_{AM} : est l'intensité à $2\theta = 18^\circ$

Références

- [1] S. Amroune et al., “Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (*Phoenix dactylifera* L.),” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 71, pp. 95–106, 2015, doi: 10.1016/j.compositesa.2014.12.011.
- [2] M. Fardioui, A. Stambouli, T. Gueddira, A. Dahrouch, A. E. K. Qaiss, and R. Bouhfid, “Extraction and Characterization of Nanocrystalline Cellulose from Doum (*Chamaerops humilis*) Leaves: A Potential Reinforcing Biomaterial,” *J. Polym. Environ.*, vol. 24, no. 4, pp. 356–362, 2016, doi: 10.1007/s10924-016-0784-5.
- [3] R. D. Kale, P. S. Bansal, and V. G. Gorade, “Extraction of Microcrystalline Cellulose from Cotton Sliver and Its Comparison with Commercial Microcrystalline Cellulose,” *J. Polym. Environ.*, vol. 26, no. 1, pp. 355–364, 2018, doi: 10.1007/s10924-017-0936-2.
- [4] A. Hachaichi., Mémoire de master “Development and characterization of bio-nanocomposite mixture reinforced by natural reinforcement (elaboration and characterization),”, Université de Boumerdes, p. 118, 2022.
- [5] Y. Seki et al., “Extraction and properties of *Ferula communis* (chakshir) fibers as novel reinforcement for composites materials,” *Compos. Part B Eng.*, vol. 44, no. 1, p. 7, 2013, doi: 10.1016/j.compositesb.2012.03.013.

CHAPITRE 3

RESULTATS ET DISCUSSIONS

CHAPITRE 3

RESULTATS ET DISCUSSIONS

3.1. Caractérisation du MCC-DPF à partir des fibres de palmier dattier

3.1.1. Spectroscopie FTIR

Les figures 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, représentent l'analyse infrarouge de DPF, A-DPF, B-DPF et MCC-DPF des échantillons respectivement, et la figure 3.5 montre ces pics superposés. Les spectres de tous les échantillons sont très similaires, ce qui confirme qu'ils ont la même composition chimique.

On observe une large bande à 3325 cm^{-1} qui indique la vibration des groupements hydroxyles (-OH) de cellulose pour chaque échantillon de fibre. Une bande d'intensité moyenne vers 2901 cm^{-1} traduit les vibrations d'élongation des liaisons (C-H) des fragments de cellulose, de lignine et d'hémicelluloses. Par ailleurs, le pic caractéristique de l'hémicellulose à 1737 cm^{-1} , lié aux groupes acétyle et ester uronique (C=O), avait disparu après les traitements successifs appliqués à DPF, ce qui démontre l'élimination de l'hémicellulose. Un petit pic à l'environ de 1497 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation symétrique des liaisons (C=C) du noyau aromatique dans la lignine qui a disparu dans le spectre de (MCC-DPF), Cela signifie que les composés de lignine ont été entièrement éliminés grâce à la rupture des liaisons entre la cellulose et la lignine. Le pic d'absorption à 1593 cm^{-1} correspondant à la déformation (H-O-H) de l'eau absorbée par la fibre expliquant la nature hydrophile du matériau cellulosique. Les bandes d'absorption se trouvant à 1037 cm^{-1} vers 858 cm^{-1} correspondent à l'élongation des groupes (C-O) de la liaison β -1,4-glycosidiques (Tableau 3.1).

Cela indique que le processus d'extraction du MCC à partir des branches de DPF algérien a été réalisé avec succès. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par Trache et al [1], Hachaichi et al [2,3].

Tableau 3.1. Bandes caractéristiques des vibrations des principaux groupes fonctionnels.

Bandes cm^{-1}	Groupes fonctionnels
3325	La vibration des groupements hydroxyles (-OH)
2901	Les vibrations d'élongation des liaisons (C-H)
1737	La vibration d'élongation (C=O)
1497	La vibration d'élongation symétrique des liaisons (C=C)
1593	La vibration (H-O-H)
1037vers 858	La vibration d'élongation des groupes (C-O)

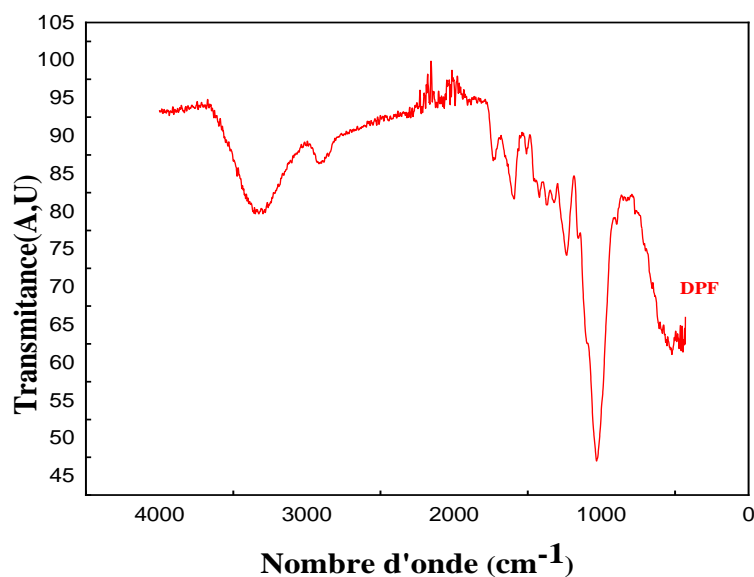


Figure 3.1. Spectres FTIR de DPF

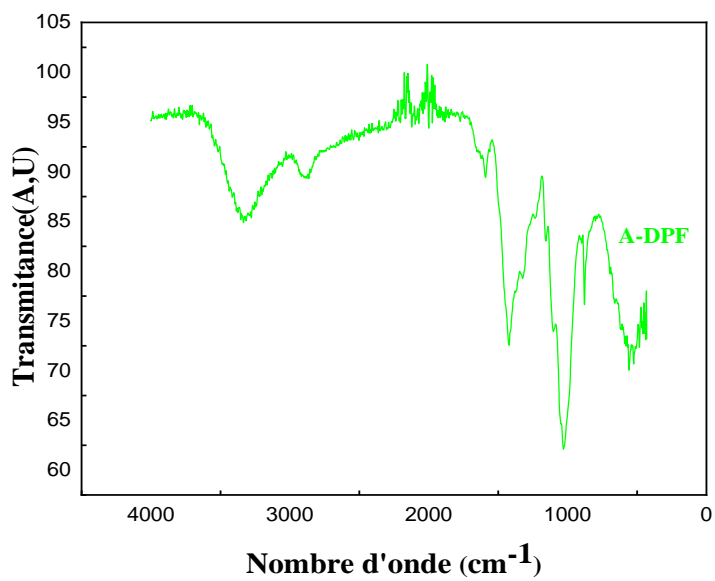


Figure 3.2. Spectres FTIR de A-DPF

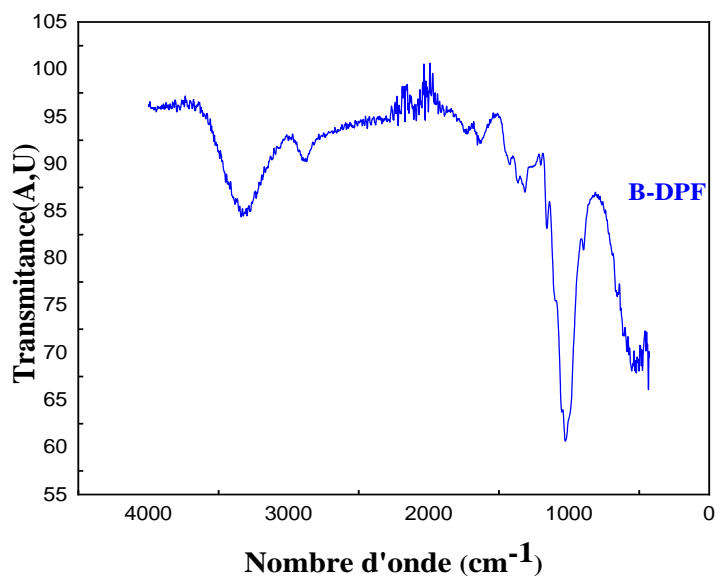


Figure 3.3. Spectres FTIR de B-DPF

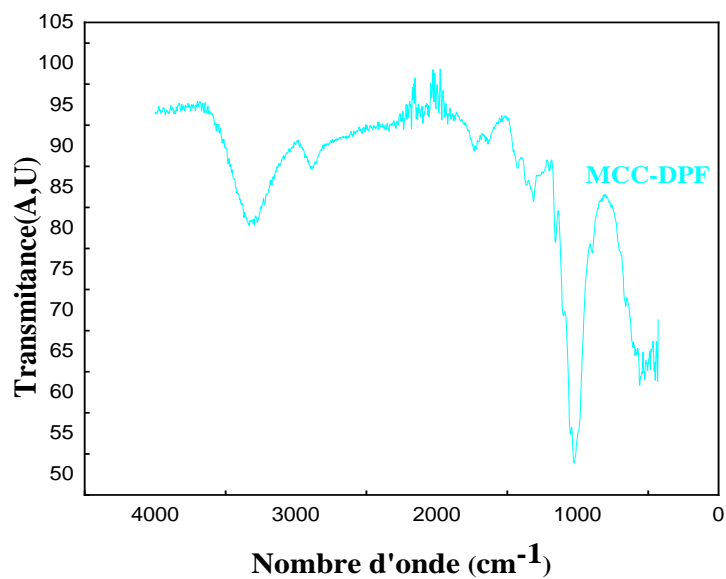


Figure 3.4. Spectres FTIR de MCC-DPF

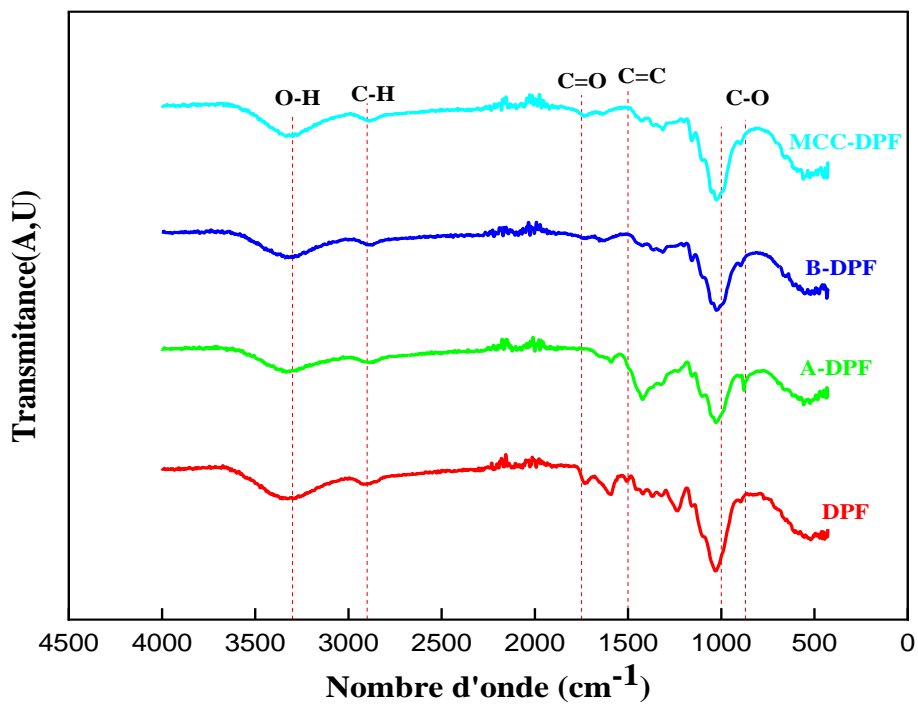


Figure 3.5. Spectres FTIR de DPF-B, A-DPF, B-DPF et MCC-DPF.

3.1.2. Diffraction des rayons X (DRX)

Pour évaluer la propriété de cristallinité des échantillons DPF-B, A-DPF, B-DPF et MCC-DPF, une analyse par diffraction des rayons X (XRD) a été réalisée. Les résultats sont représentés dans les figures 3 (6-9). Dans tous les spectres d'échantillons, deux pics principaux sont observés à $16,55^\circ$ et $22,34^\circ$, ce qui indique la présence d'une région cristalline dans toutes les fibres du palmier dattier, associée à la cellulose. Après chaque traitement, une augmentation d'intensité de ces deux pics est notée, attribuée à l'élimination des parties amorphes de lignine et d'hémicellulose. Cette élimination améliore la cristallinité des échantillons. Cette amélioration est corroborée par l'augmentation du taux de cristallinité (Tableau 3.2), témoignant du succès de l'élimination des composants amorphes. En particulier, la haute cristallinité de MCC-DPF (78%) confirme l'extraction réussie d'une cellulose de haute pureté et hautement cristalline à partir de DPF. Ces résultats concordent avec ceux obtenus par Abu Thabit et al [4], Hachaichi et al [2], et Trache et al [1], et sont en cohérence avec les observations issues de l'analyse FTIR.

Tableau 3.2. Taux de cristallinité de DPF, A-DPF, B-DPF, MCC-DPF

Echantillons	DPF	A-DPF	B-DPF	MCC-DPF
Taux de cristallinité CrI%	41	63	68	78

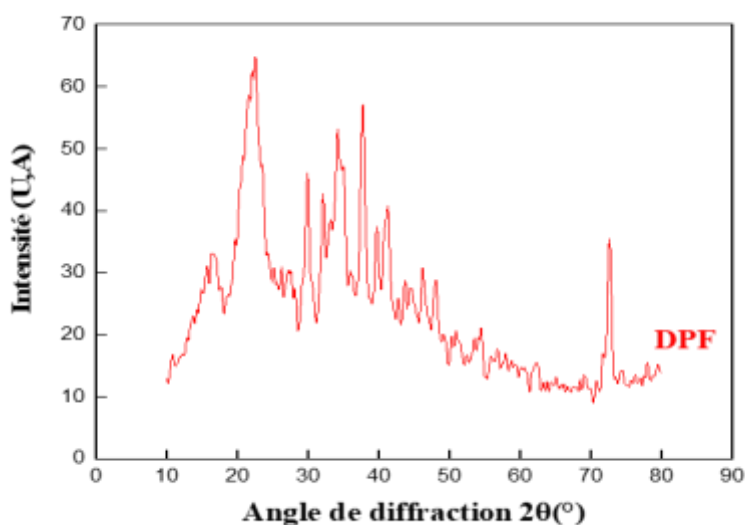


Figure 3.6. Diffractogrammes de rayons X de DPF.

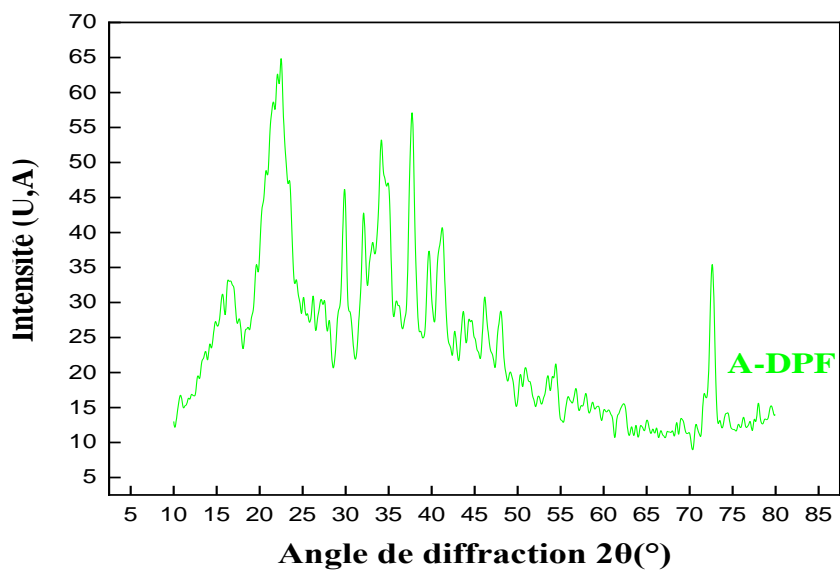


Figure 3.7. Diffractogrammes de rayons X de A-DPF

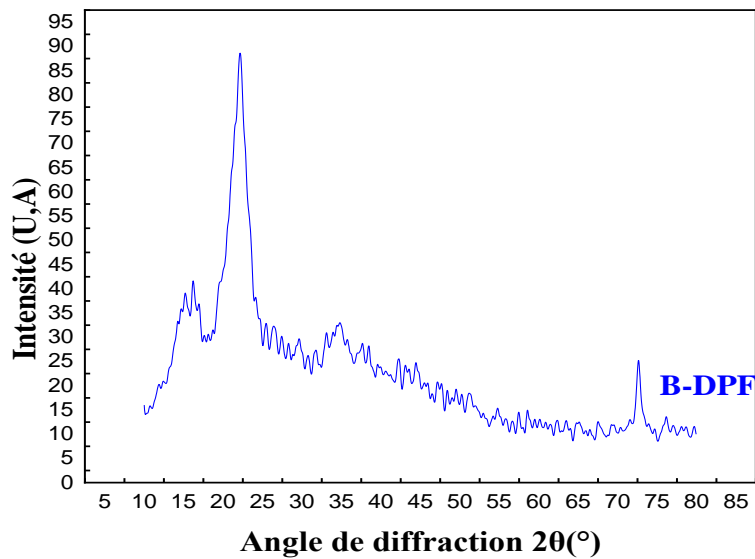


Figure 3.8. Diffractogrammes de rayons X de B-DPF

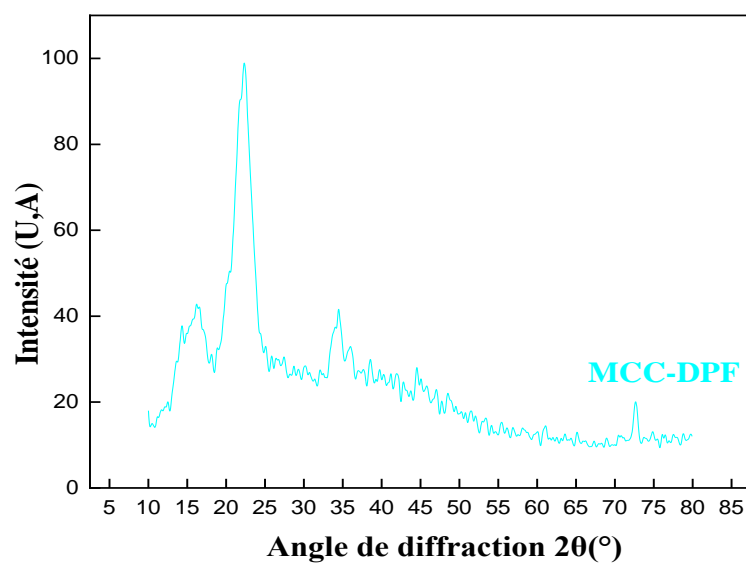


Figure 3.9. Diffractogrammes de rayons X de MCC-DPF

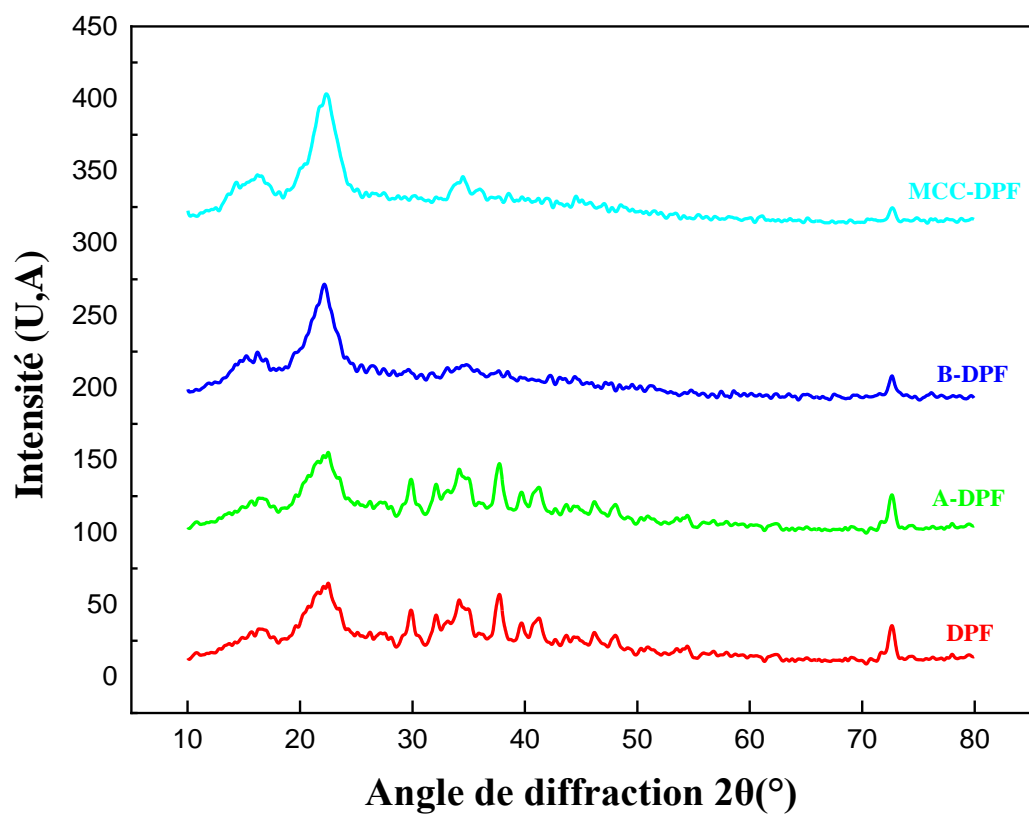


Figure 3.10. Diffractogrammes de rayons X de R-DPF, A-DPF, B-DPF, MCC-DPF

Références

- [1] D. Trache et al., “International Journal of Biological Macromolecules Microcrystalline cellulose : Isolation , characterization and bio-composites application,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 93, pp. 789–804, 2016, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2016.09.056.
- [2] A. Hachaichi, Thèse de doctorat “Development and characterization of bio-nanocomposite mixture reinforced by natural reinforcement (elaboration and characterization),” . Université de Boumerdes, p. 118, 2022.
- [3] A. Hachaichi, Mémoire de master “Elaboration et caractérisation des composites et des micronanocomposites à matrice thermoplastique (PEHD) renforcée par les fibres de palmier dattier(FD) et l’argile (MMTO)”. Université Ferhat Abbas Sétif1, p. 114, 2017.
- [4] N. Y. Abu-thabit et al., “International Journal of Biological Macromolecules Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from date seeds (Phoenix dactylifera L .),” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 155, pp. 730–739, 2020, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.03.255.

CONCLUSION

Dans cette étude, nous avons réussi à isoler la cellulose et la microcristalline cellulose (MCC) à partir de fibres de palmier dattier (DPF) en utilisant différentes méthodes de délignification et d'hydrolyse acide à l'acide chlorhydrique (HCl). Les analyses par spectroscopie FTIR ont révélé que la méthode de délignification influence la pureté de la cellulose sans altérer sa structure chimique. De plus, l'analyse par diffraction des rayons X (XRD) a confirmé l'isolement réussi de la MCC, avec un indice de cristallinité atteignant 78%, démontrant ainsi l'efficacité de notre processus d'extraction.

Ces résultats soulignent que les fibres de palmier dattier représentent une source viable et durable de MCC, présentant des propriétés mécaniques et thermiques avantageuses. L'utilisation de ces déchets agricoles pour la production de biomatériaux pourrait non seulement améliorer la biodégradabilité des produits à usage unique, mais aussi promouvoir une économie circulaire en valorisant les résidus agricoles. Des recherches futures pourraient encore optimiser ces méthodes et explorer les nombreuses applications industrielles potentielles de la MCC dérivée des fibres de palmier dattier, contribuant ainsi au développement durable et à la préservation de l'environnement.

PERSPECTIVES

Pour compléter cette étude, plusieurs perspectives peuvent être envisagées :

Analyse MEB (Microscopie Électronique à Balayage) et ATG (Analyse Thermogravimétrique) / DSC (Calorimétrie Différentielle à Balayage)

Ces analyses permettraient d'évaluer plus en détail les propriétés morphologiques et thermiques des échantillons. La MEB permettrait d'examiner la morphologie de la cellulose à l'échelle microscopique, tandis que l'ATG/DSC pourrait fournir des informations sur la stabilité thermique et la transition de phase des échantillons.

Analyse des échantillons DPL, DPS et DPM

Il serait intéressant d'analyser et de comparer les propriétés des fibres de cellulose obtenues à partir de différentes parties de la plante de palmier dattier.

Utilisation de la MCC dans diverses applications

La MCC extraite pourrait être utilisée comme renfort dans des matériaux composites, tels que les plastiques ou les composites de béton, pour améliorer leurs propriétés mécaniques. De plus, la MCC pourrait être testée dans d'autres domaines d'application, tels que la fabrication de films comestibles, les hydrogels pour applications médicales ou les additifs pour produits pharmaceutiques.

Résumé

Dans ce contexte, notre étude revêt une importance cruciale en explorant les méthodes d'extraction et de caractérisation de la cellulose microcristalline à partir de différentes parties du palmier dattier algérien. Nos résultats, appuyés par des analyses FTIR et DRX, soulignent l'impact significatif de la méthode de délignification sur la pureté de la cellulose sans altérer sa structure chimique fondamentale. De plus, la réussite de l'isolement de la cellulose microcristalline avec un indice de cristallinité de 78 % atteste de l'efficacité de notre approche. Cette étude ouvre de vastes perspectives dans le domaine des biomatériaux durables.

Abstract

In this context, our study holds crucial importance in exploring methods for extracting and characterizing microcrystalline cellulose from different parts of the Algerian date palm. Our findings, supported by FTIR and XRD analyses, underscore the significant impact of the delignification method on cellulose purity without altering its fundamental chemical structure. Furthermore, the successful isolation of microcrystalline cellulose with a crystallinity index of 78% attests to the effectiveness of our approach. This study opens up vast prospects in the field of sustainable biomaterials.

ملخص

في هذا السياق، تحمل دراستنا أهمية حاسمة في استكشاف طرق استخراج وتوصيف السليلوز المجهري من أجزاء مختلفة من نخيل التمر الجزائري. تُسلط نتائجنا، المدعومة بتحليلات FTIR و XRD، الضوء على التأثير الكبير لطريقة إزالة اللين على نقاء السليلوز دون تغيير هيكله الكيميائي الأساسي. وعلاوة على ذلك، يُظهر العزل الناجح للسليلوز المجهري بمؤشر بلوريته يبلغ 78% فعالية نهجنا. تُفتح هذه الدراسة آفاقاً واسعة في مجال المواد الحيوية المستدامة.