

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**  
**UNIVERSITÉ de BLIDA 1**  
**Faculté de Technologie**  
**Département de Génie des Procédés**



**Mémoire**

En vue de l'obtention du diplôme de  
**MASTER EN GENIE DES PROCEDES**  
**Spécialité : Génie des Procédés des Matériaux**

*Thème*

**Comparaison des caractérisations physico-chimiques des pates à papier préparé par différents dérivés cellulosiques**

Présenté par

- ***BEN AHMED Chahrazed***
- ***RATOUL Sarah***

Encadré par

***Dr. S. BOUMAD***  
***Pr. N. BOUCHENAFSA-SAIB***

**Blida, Juillet 2023**

## ملخص

الهدف من هذا العمل هو تحديد خصائص مشتقات المواد النباتية الغنية بالألياف السلولوزية، وهي اللوف والحلفاء لتتمينها في استخلاص السليلوز المستعمل في صناعة لب الورق وتحديد خصائصه لتحضير الورق. لتحقيق ذلك تم إجراء العديد من التحاليل الفيزيوكيميائية لتحديد خصائصه مثل MEB و FTIR و اهم مكوناته الكيميائية ... إلخ.

أظهرت نتائج التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء وجود مجموعات وظيفية من السليلوز، في حين أظهرت دراسة سطح اللوف والحلفاء أن هذه الأخيرة تتميز بسطح منتظم وغني بالألياف. أظهرت نتائج التركيبية الكيميائية ان السلولوز هو المركب الأساسي لهذه المواد.

**المفتاحية الكلمات:** التحاليل الفيزيوكيميائية، الحلفاء، اللوف، السلولوز، لب الورق

## Résumé

L'objectif de ce travail est de caractériser des biomasses riches en cellulose, étant la luffa et l'alfa pour leur valorisation dans l'extraction de la cellulose utilisée pour la préparation de la pâte à papier. Pour cela, plusieurs techniques de caractérisation physico-chimiques ont été employé comme la MEB, FTIR, et la composition chimique.

Les résultats de l'analyse spectroscopie Infrarouge ont montré l'existence des groupements fonctionnels de la cellulose, tandis que la MEB a dévoilé que la morphologie de ces précurseurs est rigoureuse et très fibreuse. La détermination de la composition chimique de la luffa et l'alfa a confirmé que le composant majoritaire de ces deux biomasses est la cellulose.

**Mot clés:** caractérisation physico-chimiques, luffa, l'alfa, cellulose, pâte à papier.

## Abstract

The aim of this work is the physico-chemical characterization of two different biomass highly rich in cellulose, luffa and halfa, and their valorization in extracting cellulose mainly used in the preparation of paper pulp. For that, several characterization techniques have been used to determine the physico-chemical properties of these two precursors such as SEM, FTIR, chemical composition...ect,

The results of the infrared spectroscopy analysis showed the existence of functional groups of cellulose, whereas SEM showed that the morphology is regular and highly fibrous. The determination of chemical composition revealed that cellulose is the major component of these biomasses.

**Key words:** physico-chemical charactrziation, Luffa, l'alfa, paper pulp, cellulose.



## Remerciements

On remercie avant tous, ALLAH le tout puissant pour la volonté, la santé et la patience qu'il nous a donné durant toutes les longues années d'études afin qu'on puisse aboutir à ce là.

Nous tenons à témoigner toute notre reconnaissance aux personnes suivantes, pour leur aide dans la réalisation de ce mémoire :

Tout d'abord, ce travail n'aurait pas pu avoir le jour sans l'aide et l'encadrement de nos encadrants **Pr. N. BOUCHENAFSA-*SAIB*** et **Dr. S BOUMAD**. On les remercie pour la qualité de leur encadrement exceptionnel, leur patience, rigueur, disponibilité et surtout leurs judicieux conseils. On ne vous remercie jamais assez.

Aux membres du jury, pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre travail en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.

Un gros merci à toute l'équipe de Tonique industrie pour son accueil et sa gentillesse.

Nous adressons nos sincères remerciements à tous les professeurs, intervenants et toutes les personnes qui par leurs paroles, leurs écrits, leurs conseils et leurs critiques ont guidé nos réflexions durant nos années d'étude.

Nous tenons à exprimer notre gratitude à nos parents, nos frères, et nos amis, pour leur soutien et leurs encouragements.

# ***TABLE DES MATIERES***

Resume

Remerciment

Tables des matières

Liste des figures

Liste des tableaux

**INTRODUCTION.....1**

## ***CHAPITRE I : MATIÈRE LIGNOCELLULOSIQUE***

I.1. La biomasse.....3

I.2. Structure et composition de la biomasse.....3

I.2.1. Cellulose.....4

I.2.2. Hémicelluloses.....4

I.2.3. Lignine .....

5

I.3. Sources de la matière  
lignocellulosique.....6

I.3.1. Le bois.....6

I.3.2. La matière végétale..... 6

I.3.2.1. Le Coton.....

6

I.3.2.2. La canne à sucre.....7

I.3.2.3. Le Bambou.....

7

I.3.2.4. La paille.....

8

I.3.2.5. Le lin.....

8

I.3.2.6. Le chanvre.....

8

I.3.2.7. La ramie.....	9
I.4. Matériaux à étudier.....	9
I.4.1.	
L'Alfa.....	9
I.4.2. La luffa cylindrica.....	
11	

## ***CHAPITRE II : PAPIER ET INDUSTRIE PAPETIERE***

II.1. Evolution de l'industrie papetière.....	13
II.2. Le traitement du bois.....	14
II.3. Procédés de fabrication de la pâte.....	15
II.3.1. Le procédé mécanique.....	16
II.3.2. Le procédé chimique.....	16
II.4. Blanchiment.....	17
II.5. Mise en feuille, séchage et finition.....	18

## ***CHAPITRE III : MATERIELS ET METHODES***

III.1 Préparation des précurseurs.....	19
III.1.1. Echantillonnage.....	19
III.1.2. Lavage et broyage.....	19
III.2. Caractérisation physico-chimique des précurseurs.....	19
III.2.1. Composition chimique d'alfa et du luffa.....	19
III.2.1.1. Détermination du taux d'humidité.....	19
III.2.1.2 Taux de matière minérale (TMM).....	20

III.2.1.3. Taux d'extractibles.....	20
III.2.1.4 Taux de lignine.....	21
III.2.1.5. Taux de cellulose.....	21
III.2.1.6. Taux d'hémicellulose.....	22
III.2.1.7 Analyse Spectroscopie Infrarouge à Transformer de Fourier FTIR.....	22
III.2.1.8. Analyse par la Microscopie Électronique à Balayage MEB.....	22
III.2.1.9. Analyse élémentaire.....	23
 <b>CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSIONS</b>	
IV.1. Caractérisation physico-chimique des précurseurs.....	24
IV.1.1. Composition chimique d'alfa et du luffa .....	24.
IV.1.2. Analyse Spectroscopie Infrarouge à Transformer de Fourier FTIR.....	25
IV.1.3. Analyse par la Microscopie Électronique à Balayage MEB.....	26
IV.1.4. Analyse élémentaire.....	27
 <b>COCLUSION</b> .....	 29





## LISTE DES FIGURES

<b>Figure I.1.</b> Structure cellulaire et moléculaire de la biomasse lignocellulosique [4].	3
<b>Figure I.2.</b> Représentation schématique d'une chaîne de cellulose.	4
<b>Figure I.3.</b> Structure moléculaire de cellulose [8].	4
<b>Figure I.4.</b> Structure de l'hémicellulose [9].	5
<b>Figure I.5.</b> Structure de la lignine [10].	5
<b>Figure I.6.</b> Coupe transversale d'un tronc du pin.	6
<b>Figure I.7:</b> Luffa cylindrica (a).	11
<b>Figure II.8.</b> Etapes de la fabrication de pâte et de papier [19].	14
<b>Figure III.9</b> Tiges d'alfa.	19
<b>Figure III.10.</b> Microscopie électronique à balayage QUANTA 650.	243
<b>Figure IV.3.</b> Spectres FTIR des fibres de la luffa (a), et de l'Alfa (b).	25
<b>Figure IV.4.</b> Imagerie de la microscopie électronique à balayage des fibres d'alfa.	26
<b>Figure IV.5.</b> Imagerie de la microscopie électronique à balayage des fibres de la luffa.	27

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau I.1.</b> Composition chimique de certaines fibres naturelles.	12
<b>Tableau IV.1:</b> Composition chimique de l'alfa et la luffa.	24
<b>Tableau IV.2 :</b> Composition élémentaire des fibres des deux précurseurs.	27

### INTRODUCTION

La consommation de la matière lignocellulosique dans le monde a augmenté de 50% pendant la dernière décennie, et la croissance quantitative de la production de papier et textile a été accompagnée d'une demande de nouvelles catégories et des développements technologiques en réponse aux défis écologiques. Dans ce sens, en raison du manque de bois et le danger de désertification, les matériaux non-bois tels que les plantes annuelles ont suscité plus d'attention ces dernières années pour produire la pulpe, le papier, le papier cartonné, et les dérivés de cellulose [1].

Actuellement, dans les pays développés, d'environ 60% de fibres de cellulose proviennent des matières premières annuellement renouvelables, telles que la bagasse (fibres de canne à sucre), la paille de céréale, le bambou, les roseaux, l'alfa, le jute, le lin textile, et le sisal..etc [2].

Les différents constituants de la matière lignocellulosique présents dans la biomasse sont agencés de manière très complexe. La cellulose est concentrée à l'intérieur de la fibre, les parois extérieures de la fibre sont composées principalement de lignines et d'hémicelluloses et les lamelles de jonction inter-fibres sont composées presque uniquement de lignine. Le taux élevé de la cellulose dans la composition de ces matériaux a attiré l'attention de divers industrie notamment celle du papier qui est l'un des industries les plus consommable des matériaux lignocellulosiques. Cette industrie consomme environ sept million tonnes de bois annuellement, pour cela, la valorisation des différents matériaux lignocellulosiques tel que l'alfa et la luffa est confédérée nécessaire pour remplacer le bois.

L'objectif de notre étude sera donc de caractériser les fibres de la luffa et l'alfa, des biomasses très abondantes en Algérie, en vue de les utiliser comme précurseur pour la préparation de la cellulose en vue d'obtenir de la pâte fibreuse destinée à la fabrication du papier.

Ce manuscrit est divisé en trois chapitres pour présenter notre travail :

Le premier chapitre, donne une aperçue sur les matériaux lignocellulosiques et leurs propriétés, le deuxième chapitre une introduction à l'industrie papetière et les méthodes d'élaboration de papier en générale, et en Algérie en particulier.

Le troisième chapitre élabore les différentes caractérisations physico-chimiques des précurseurs étudiés, tandis que le quatrième chapitre englobe l'ensemble des commentaires, résultats et discussions des résultats obtenus. Un compte tenu sur l'efficacité de la *Luffa et l'alfa* et les perspectives de leur utilisation future comme précurseurs pour la fabrication du papier sont envisagées.

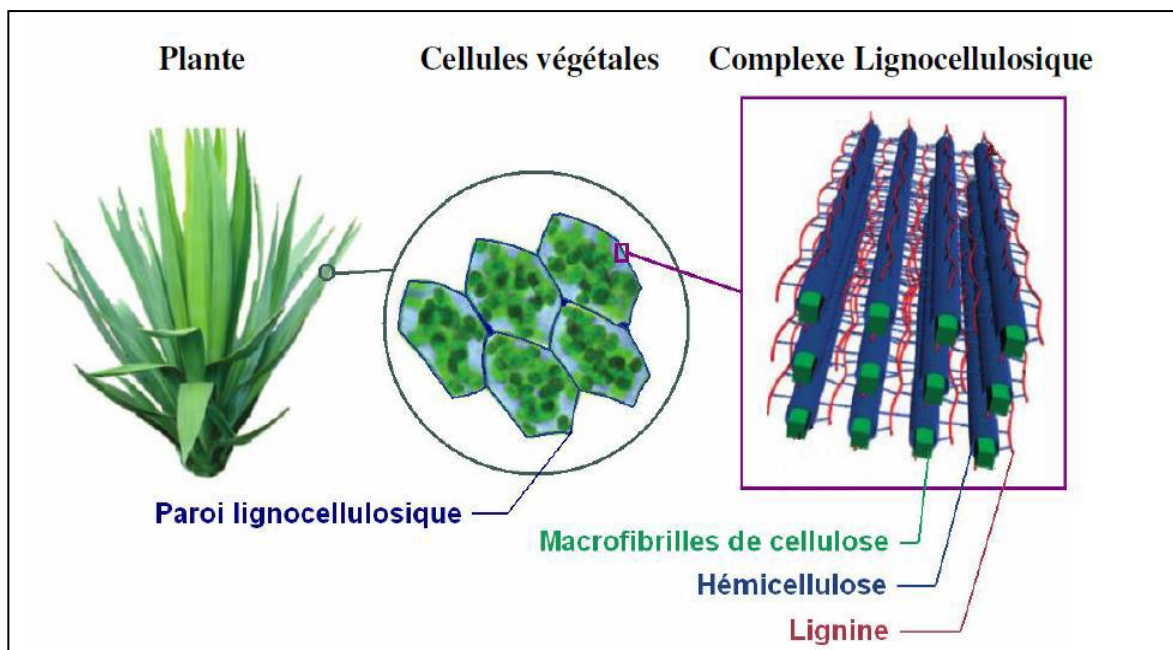
## CHAPITRE I

### MATIÈRE LIGNOCELLULOSIQUE

#### I.1. La biomasse

La biomasse ou aussi appelée « lignocellulose » est définie comme une matière organique issue de plantes et d'animaux. Elle a une longue histoire en tant que source renouvelable qui peut produire de l'énergie sous différentes formes telles que solide (briquettes), liquide (bioéthanol et biodiesel) et gaz (biogaz et bio-H<sub>2</sub>) ou bien des matériaux solides à utilisation divers [2].

La matière lignocellulosique est composée de trois bio polymères majeurs (cellulose, hémicellulose et lignine) qui s'entremêlent pour former des structures tridimensionnelles complexes et très résistantes. Ces matériaux lignocellulosiques sont les principaux éléments constitutifs de la structure des parois cellulaires des végétaux et de certaines algues [3]. (voir la



**Figure I.1.** Structure cellulaire et moléculaire de la biomasse lignocellulosique [4].

figure 1).

#### I.2. Structure et composition de la biomasse

I.2.1. Cellulose

La cellulose est le composant majeur des parois végétales (en moyenne de 40-60 %). C'est le bio polymère le plus abondant sur terre [5]. La cellulose et à l'aide de sa structure, fournit une partie de la rigidité de la plante et contribue à sa taille et à sa forme (Figure 2) [6].

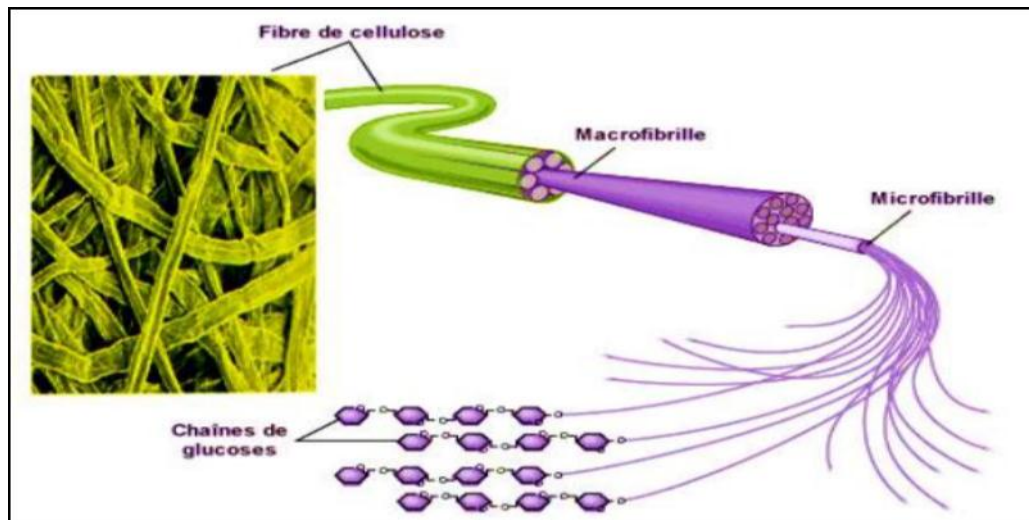


Figure I.1. Représentation schématique d'une chaîne de cellulose.

La cellulose est un homopolymère relativement stable et insoluble composé d'unités de glucose (D-glucopyranose) liées par des liaisons  $\beta$ , 1-4. L'unité structurale de base de la cellulose est le cellobiose (figure3) [7].

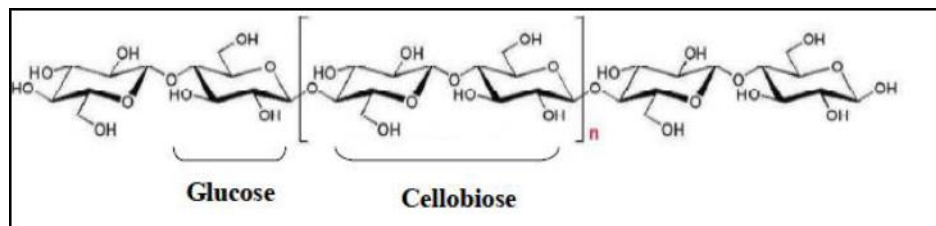
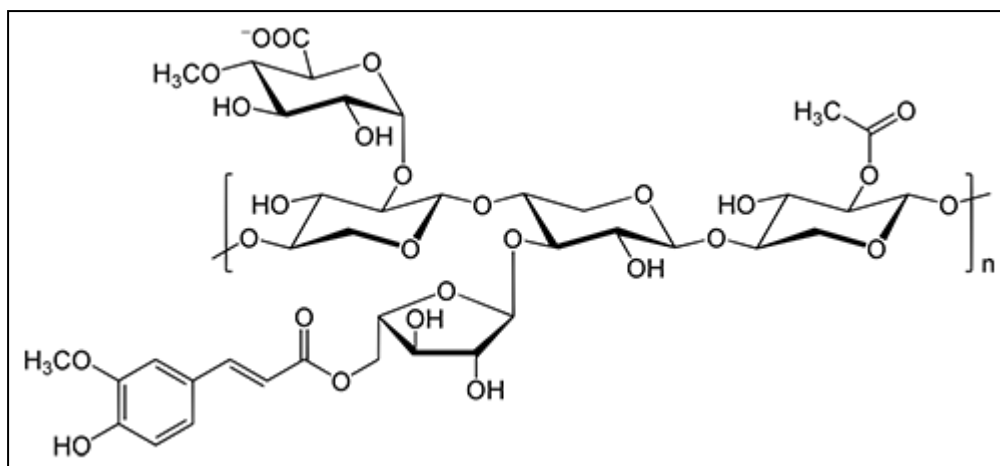


Figure I.3. Structure moléculaire de cellulose [8].

I.2.2. Hémicelluloses

L'hémicellulose joue un rôle structurel dans la flexibilité et la plasticité de la paroi cellulaire. Leurs concentrations sont de 15 à 40 % de matière sèche dans les graminées et de 8 à 15 % dans les légumineuses [6].

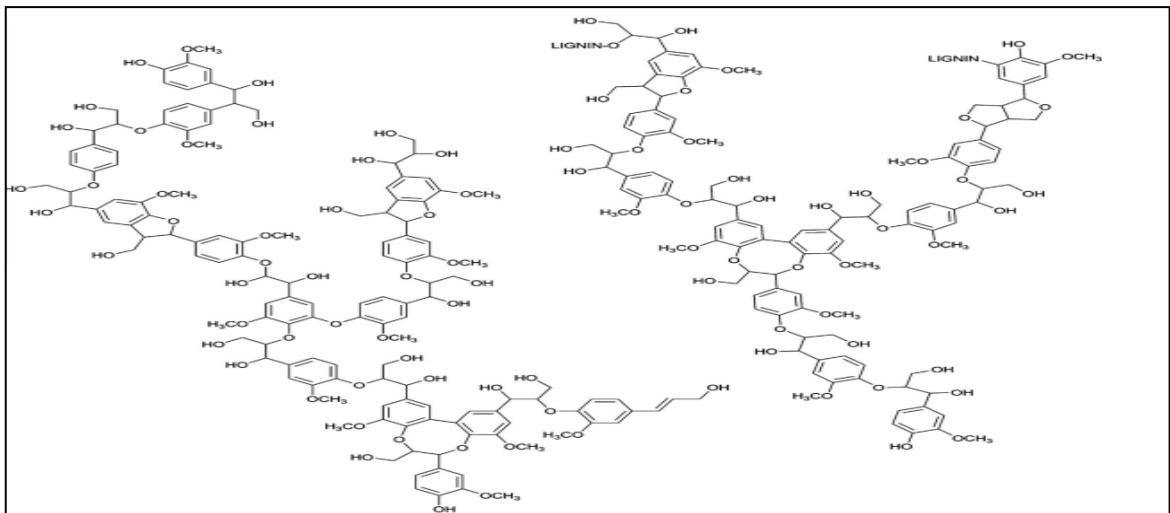
L'hémicellulose est composée d'une série essentiellement hétérogène de polysaccharides formés de résidus de glucose, de xylose, de mannose, de galactose, d'arabinose, de fucose, d'acide glucuronique et d'acide galacturonique. Quatre groupes sont définis selon la structure principale : xyloglycane (xylane), mannoglycane (mannane),  $\beta$ -glucane, xyloglucane (Figure 4)



**Figure I.4.** Structure de l'hémicellulose [9].

I.2.3. Lignine

La lignine est le composant le plus abondant de la biomasse végétale. Il à des propriétés aromatiques et amorphes et sa structure, présentée dans la figure 5, varie selon l'espèce végétale dont il est issu [8].



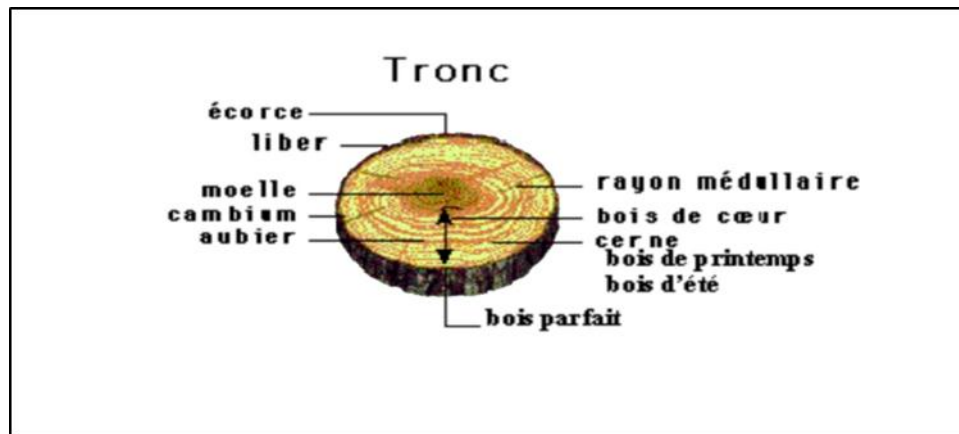
**Figure I.5.** Structure de la lignine [10].

### **I.3. Sources de la matière lignocellulosique**

Il existe plusieurs sources des matières lignocellulosique dans la nature, on peut citer les plus abondants comme suit :

#### **I.3.1. Le bois**

Le bois, comme la principale source des produits lignocellulosiques, provient du tronc et des branches des plantes arborescentes gymnospermes et angiospermes. Le tronc (Figure 6) est un cylindre régulier et lignifié. Ce dernier est le siège de divisions et différenciations cellulaires qui entraînent un accroissement de la tige dans deux sens opposés.



**Figure I.6.** Coupe transversale d'un tronc du pin.

Vers l'extérieur, il donnera les cellules divisées à parois cellulosiques du liber secondaire, celles-ci entourées par des tissus de différentes origines; l'ensemble forme ce qu'on appelle: l'écorce de l'arbre. Vers l'intérieur, le cambium donnera naissance aux cellules également lignifiées et sériées (le bois secondaire), qui joue dans l'arbre un rôle de soutien et de conduction.

### I.3.2. La matière végétale

#### I.3.2.1. Le Coton

Le coton représente des fibres provenant et entourant des graines du cotonnier (dite aussi gossypium), qui est un arbuste originaire de l'Inde, et cultivé dans de nombreux pays chauds. On dénombre une trentaine d'espèces sauvages et quatre espèces cultivées : *Gossypium Arborium*, *G. Herbacium* (coton di Indien à fibres épaisses et courtes), *G. Barbadense* (coton égyptien à fibres longues et fines), *G. Hirsutum* (espèce la plus couramment cultivée à fibres de taille moyenne).

La coupe transversale d'une fibre de coton montre une structure en plusieurs couches. Une première paroi externe mince ( $0.1\mu\text{m}$  d'épaisseur) composée de cellulose, de cire, de lipides et de pectine, c'est la gaine de la fibre. Une paroi secondaire interne plus épaisse ( $0.4\mu\text{m}$ ) formée de trois couches cellulosiques constituant une spirale. Une troisième partie sous forme canal ou lumen occupe le centre de la fibre qui contient les constituants cellulaires [11].

#### I.3.2.2. La canne à sucre



Le terme canne à sucre désigne un ensemble d'espèces de plantes de la famille des Poaceae et du genre Saccharum. Elles sont cultivées pour leurs tiges, dont on extrait du sucre. Ce sont les premières plantes cultivées au plan mondial avec près de 23 % de la masse totale produite en agriculture dans le monde [12].

La canne à sucre est une grande graminée tropicale herbacée à port de roseau, d'une hauteur allant de 2,5 à 6 mètres. Les tiges, d'un diamètre de 1,5 à 6 cm, sont pleines. Les feuilles alternes sont réparties en deux files opposées et ont un limbe de 1 m de long environ sur 2 à 10 cm de large. Elles sont au nombre de dix sur les plantes en pleine croissance, la partie inférieure de la tige se dénudant au fur et à mesure que les feuilles basses se dessèchent.

La canne récoltée, sous forme de tronçons de tiges, est transportée dans une unité de transformation, le plus souvent une sucrerie, pour être traitée. Les tiges sont broyées dans un moulin et produisent un liquide sucré, le jus de canne, ainsi qu'un résidu fibreux, la bagasse qui pourra être utilisée pour faire du papier [13].

#### I.3.2.3. Le Bambou

Les bambous sont des plantes monocotylédones appartenant à la famille des Poaceae. Ils constituent la sous-famille des Bambusoideae qui compte environ 80 genres et plus de 1200 espèces. Ils sont caractérisés par des tiges formées d'un chaume creux lignifié à la croissance très rapide. Les bambous sont présents naturellement sur tous les continents (Amériques, Asie, Afrique et Océanie) à l'exception de l'Europe (bien que certaines espèces puissent y pousser) et de l'Antarctique, et se sont adaptés à de nombreux climats (tropicaux, subtropicaux, et tempérés).

Avec plus d'un millier d'espèces connues et d'innombrables applications, le bambou conquiert aujourd'hui le marché du textile. Un processus similaire à la transformation de la pâte à papier en rayonne permet de changer des pousses robustes en un tissu soyeux hautement absorbant et antibactérien ou parfumé par adjonction d'additifs.

#### I.3.2.4. La paille

La paille est la partie de la tige de certaines graminées, dites céréales à paille (blé, orge, avoine, seigle, riz), coupée lors de la moisson et rejetée, débarrassée des grains sur le champ par la moissonneuse-batteuse sous forme d'andains. La partie de la tige, de faible

hauteur, qui reste au sol s'appelle le chaume. La hauteur de la paille varie selon les espèces et variétés cultivées.. La paille, riche en cellulose, peut servir de matière première pour la fabrication de papier, notamment la paille de riz [14].

#### I.3.2.5. Le lin

Le lin est une plante herbacée annuelle de régions tempérées, à croissance rapide qui se fait en deux temps. La formation des fibres se fait tout au long de la croissance de la plante en périphérie des tissus conducteurs. Une tige comporte trente à quarante faisceaux de fibres disposés longitudinalement. Un faisceau (nommé en filature fibre technique) est composé de dix à quarante fibres, il peut renfermer une certaine proportion de lignines (2 à 5 % de la matière sèche) déposées en fin de maturation essentiellement au niveau des lamelles moyennes. Chaque fibre est une seule cellule très allongée de 6 à 10 cm, et d'un diamètre de 7 à 40  $\mu\text{m}$ , composé de 70 à 80% de cellulose.

La synthèse de cellulose est maximale au moment de la floraison et se poursuit pendant la fructification; elle dure de deux à quatre semaines pour une fibre donnée. Au cours de la synthèse de cellulose, le lumen se réduit progressivement. Les dépôts récents de cellulose (à l'intérieur) sont fortement réactifs aux tests des polysaccharides [15].

#### I.3.2.6. Le chanvre

Le chanvre, cannabis, famille des cannabaceae, est une plante annuelle herbacée à feuilles palmées. Il est originaire d'Asie centrale et s'est répandu vers la Chine. Selon les variétés, la plante atteint trois à cinq mètres de haut. Les pieds mâles de la plante matures produisent des nuages de pollen qui fécondent les pieds femelles qui produisent des graines.

Les fibres de chanvre sont situées en périphérie des tissus conducteurs de la tige, comme chez le lin, mais elles sont plus fortement lignifiées. La longueur moyenne des fibres de chanvre est de 20 mm pour une largeur de 25  $\mu\text{m}$ . Les fibres très raffinées sont utilisées pour des papiers fins comme les papiers cigarettes et les papiers filtres. Leurs caractéristiques physiques, principalement la résistance à la traction et à la déchirure, sont particulièrement intéressantes.

#### I.3.2.7. La ramie

Les fibres des tiges de la ramie (*Boehmeria nivea* Gandish Urticaceae) sont constituées de cellulose quasi pure de très bonne qualité, et utilisées pour le tissage et la fabrication de papiers résistants [15]. Les fibres sont longues (50 à 250 mm), très solides, imputrescibles, brillantes de sorte que les étoffes rappellent la soie. Depuis longtemps, les chinois utilisent la ramie comme fibre textile. En Europe, la ramie sert à fabriquer des étamines (toiles très fines) utilisées dans l'industrie fromagère pour égoutter certains fromages [16].

#### **I.4. Matériaux à étudier**

##### I.4.1. L'Alfa

L'Alfa est une plante endémique du bassin méditerranéen occidental, qui se développe dans les conditions semi arides de l'Afrique du Nord et du sud de l'Espagne. On l'estime, la surface couverte par l'Alfa, approximativement à 4,5 millions d'hectares en Algérie : l'information plus récente a donné 3 millions d'hectares seulement. En Algérie, l'Alfa se développe principalement sur les hauts plateaux. Le rendement de l'exploitation change avec la densité de la nappe d'Alfa de 400 à 2000 kilogrammes/ha [17].

Les fibres de l'Alfa ont les murs épais et sont courtes, moins de 3 millimètres de longueur, avec une longueur moyenne de 1,5 millimètre. Le diamètre de fibre change d'environ 0,005 à 0,015 millimètre, avec une moyenne d'environ 0.012 millimètre, donnant une longueur au rapport de diamètre de 125, L'Alfa contient 65-70 % d'holocellulose, 18-25 % de lignine, 25-30% de pentosanes et 4-5 de matières minérales. La bonne solubilité de cette lignine dans un liquide alcalin a permis d'employer des cuissons avec une alcalinité moins active et une température moins élevée.

L'obtention de fibres blanches nécessite un traitement complémentaire de blanchiment afin d'éliminer les restes de lignine fortement colorés. Ces fibres de cellulose sont utilisées principalement pour la production de papier blanc pour impression. Une très faible proportion est destinée, après traitement chimique supplémentaire, à la production de cellulose pure pour usages chimiques. Cette dernière application offre une meilleure valeur ajoutée et suscite aujourd'hui un grand intérêt du fait du potentiel offert par la cellulose pour la synthèse de polymères et de produits divers issus de la biomasse, matière première renouvelable. Les obstacles, à une utilisation chimique plus importante de la cellulose, sont sa contamination par des hémicelluloses, son manque de réactivité en raison de sa structure

fibreuse et son trop grand degré de polymérisation. L'opération préalable de blanchiment nécessaire pour toutes ces applications est difficile [18].

L'utilisation du chlore élémentaire dans le processus de blanchissement de la pâte cellulosique cause la formation des produits chimiques toxiques tels que des dioxines, des furannes, et des halogénures organiques adsorbables dans l'eau. Les caractéristiques des effluents de la fabrication de la pâte blanche ont le potentiel d'être dangereuses pour l'être humain et à la vie marine. À cet effet, Au cours des quinze dernières années, les impacts environnementaux du blanchiment de la pâte à papier fabriquée par voie chimique ont été fortement réduits grâce au développement rapide des nouvelles technologies dites ECF (Elemental Chlorine Free) [19].

La séquence de blanchiment ECF utilise le dioxyde de chlore comme réactif principal de délignification. Celui-ci agit comme agent délignifiant en début de séquence (stade Do), puis comme agent blanchissant, réagissant sur les ultimes structures oxydables de la lignine résiduelle. En effet, selon une étude théorique fondée sur le mécanisme de délignification par  $\text{ClO}_2$  l'ouverture des noyaux aromatiques de la lignine et la formation d'unités acides carboxyliques, impliquant un transfert de 4 équivalents redox par noyau aromatique, devrait suffire à assurer la solubilisation et l'extraction de la lignine. Le bioxyde de chlore est un réactif de blanchissement très sélectif, oxydant préférentiellement la lignine en présence des hydrates de carbone, la en préservant la qualité de fibre. En outre, le ClO, produit de moins de produits organiques chlorés ou de composés organiques chlorés absorbables que le chlore [20].

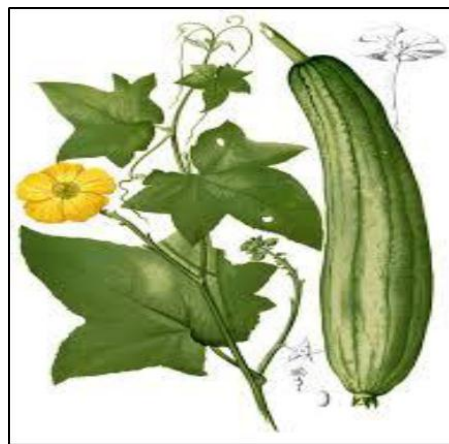
#### I.4.2. La luffa cylindrica

La *Luffa cylindrica* (syn *Luffa Aegyptica*) couramment appelée sponge gourd, smooth Loffa, loofah sponge, fait partie de la famille des cucurbitacées. C'est une vigne courante avec les feuilles arrondies et les fleurs jaunes. C'est une plante herbacée [21].

La Luffa est généralement développée dans les zones tropiques et subtropiques comme plante cultivée en Asie, en Nord Afrique et en central et Amérique du Sud. L'éponge de Luffa principalement composée de cellulose 60%, d'hémicellulose 30% et de lignine 10%, c'est pourquoi elle s'appelle un matériau lignocellulosique [22]. La couleur du fruit de Luffa à l'étape tendre est verte et jaune à la maturité. Les fruits sont lisses et

cylindriques avec une chair blanche. La longueur du fruit est de 30 à 40 cm et contient de 50 à 60 graines [23].

Il s'agit d'une plante annuelle, grimpante d'une hauteur arrivant jusqu'à 6 mètre et une largeur de 0,8 mètre. Les feuilles sont ovales, cordées, souvent plus larges que longues, palmées. Les fleurs, qu'elles soient mâles, ou femelles, sont d'une couleur jaune vive (figure7). Les fleurs femelles sont solitaires et les fruits sont cylindriques, arrondis, avec un dense réseau vasculaire dans la paroi. Les graines sont de couleur noire si le fruit est mature et de couleur blanc si le fruit est jeune et mesurent 0,5 à 1 centimètre de long. La Luffa est légèrement ailée [24].



**Figure I.7. Luffa cylindrica (a).**

La Luffa a besoin d'une saison de croissance très longue afin de mûrir dans les éponges sèches. La graine devrait être semée après que la terre soit complètement chaude au printemps. La Luffa s'accroît mieux en plein soleil en graines bien préparées. Elle a besoin de l'abondance d'humidité tout en accroissant. Elle préfère un pH environ de 6.0 à 6.8. L'eau excessive peut avoir comme conséquence une faiblesse de croissance et une maladie de racine. Les aliments et l'eau peuvent être réduits en fin d'été au taux de croissance lent et encourager les fruits à durcir au loin [25].

Les fibres traitées avec la solution de NaOH permettent d'épurer la cellulose en enlevant les autres constituants présents telle que la lignine dans les fibres [26].

Les acides chlorhydrique et phosphorique concentrés détruisent les fibres à température ambiante, et l'acide nitrique concentré transforme la cellulose en nitricellulose [27].

Les Oxydants (agent de blanchiment, peroxyde d'hydrogène, EDTA, . . . ) à basse concentration, détruisent le colorant et élimine la lignine présente dans les fibres. À des concentrations élevées, ils dégradent les tissus des fibres de *Luffa cylindrica* [28].

**Tableau 1.** Composition chimique de certaines fibres naturelles [29].

Type de fibre	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicelluloses (pentoses) (%)	Cendre (%)	Siice (%)
<b>Fibres de pailles</b>	28-36	12-16	23-28	15-20	9-14
<b>Riz</b>	29-35	16-21	26-32	4,5-9	3-7
<b>Blé</b>					
<b>Canne à sucre</b>	32-44	19-24	22-32	1,5-5	0,7-3,5
<b>Bamboo</b>	26-43	21-31	15-26	1,7-5	0,7
<b>L'Alfa</b>	33-38	17-19	27-32	6-8	-
<b>Lin</b>	43-75	21-23	16-26	5	-
<b>Fibre de bois</b>					
Conifères	40-45	26-34	7-14	<1	-
Feuillus	38-49	23-30	19-26	<1	-

**CHAPITRE II****PAPIER ET INDUSTRIE PAPETIERE****II.1. Evolution de l'industrie papetière**

Le papier est un matériau sous forme de feuilles minces, composé d'un réseau de fibres cellulosiques, provenant de l'assemblage en bandes de ces fibres auxquelles on ajoute des charges et quelques produits pour amener ou améliorer certaines caractéristiques. Le terme 'papier' est principalement réservé à des matériaux dont la masse par mètre carré (le grammage) est inférieur à 225 g ; si le grammage est supérieur, le matériau est dénommé carton [30].

La fabrication du papier a débuté en Chine environ 100 ans avant J.-C. Des chiffons, chanvre et herbes servaient de matières premières qui sont battu contre des mortiers en pierre comme première technique de séparation des fibres. Malgré la mécanisation qui a suivi, les méthodes de production discontinue et les sources des fibres naturelles sont restées inchangées jusqu'aux années mille huit cent. Les premières machines à papier en continu ont été brevetées au début du XIXe siècle. Des méthodes de production de bois à pâte, source de fibres plus abondante que les chiffons et les herbes, ont été mises au point entre 1844 et 1884, et elles comprenaient l'abrasion mécanique ainsi que l'emploi de produits chimiques comme la soude, les sulfites et les sulfates. Ces changements ont été à l'origine des techniques modernes de fabrication de la pâte et du papier. La figure 1 illustre les principales étapes du processus de fabrication actuellement utilisé pour fabriquer de la pâte à papier (pâte mécanique et chimique), fabrication du papier et sa transformation, et le recyclage des déchets du papier [30].

Aujourd'hui, l'industrie peut se diviser en deux grands secteurs selon le type de produits fabriqués. De façon générale, la pâte est produite dans de grandes usines situées dans la région d'origine des fibres (le plus souvent une région forestière). La plupart de ces usines produisent du papier (papier journal, papier à lettres...) ou, parfois, du carton [30].

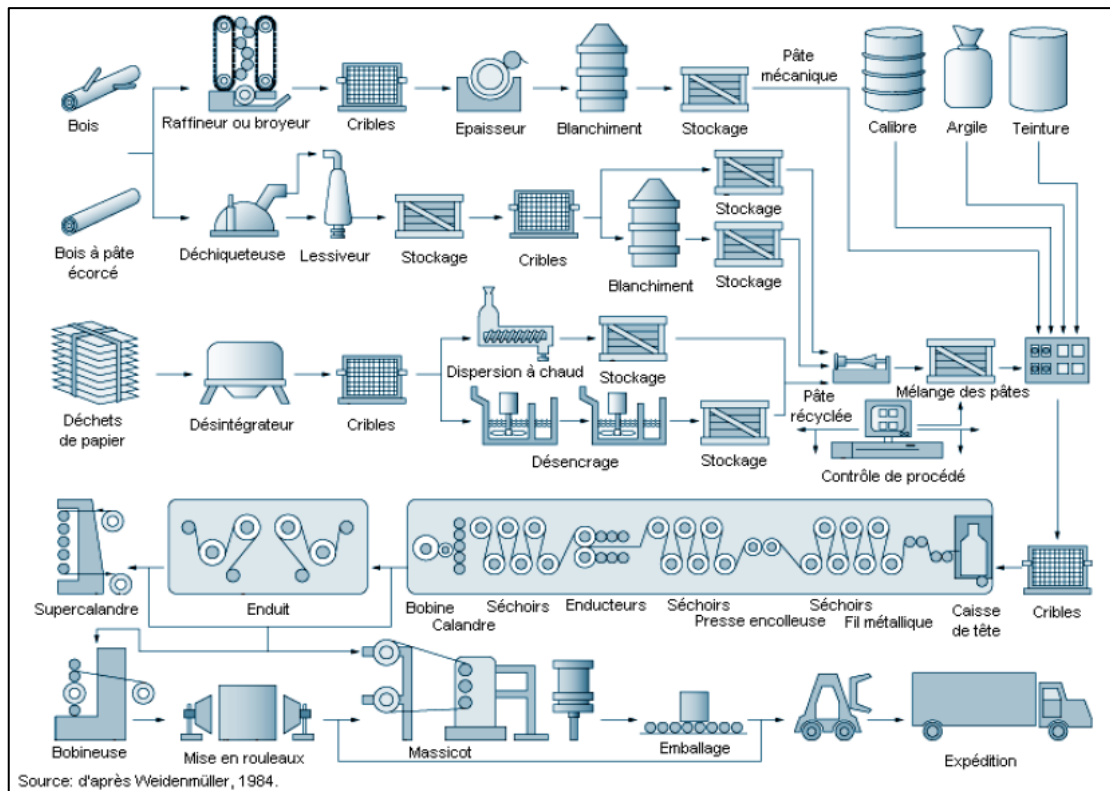


Figure II.8. Etapes de la fabrication de pâte et de papier [30].

**II.2. Le traitement du bois**

Dans une usine de pâte, la préparation du bois comporte plusieurs fonctions essentielles. Après la réception et la préparation du bois pour qu’il réponde aux normes exigées (variété, propreté et dimensions), il est transformé en copeaux ou en billes par une série d’étapes dont l’écorçage, le sciage, le déchiquetage, le tamisage et le stockage. Les déchets des opérations précédentes sont recueillis et envoyé où ils seront éliminés [30].

- Ecorçage : c’est l’élimination de l’écorce qui contient peu de fibres et beaucoup de matières extractibles de couleur sombre et qui renferme souvent une grande quantité d’impuretés. L’écorçage peut se faire de façon humide, avec des jets d’eau très puissants, ou mécanique, en frottant les billes les unes contre les autres ou en les râpant avec des outils métalliques. L’eau nécessaire à l’écorçage humide provient généralement d’autres secteurs de la fabrique, et les eaux usées générées lors de cette opération sont réutilisées ou dirigées vers les systèmes de traitement des eaux de procédé.
- Sciage et déchiquetage : les rondins écorcés sont débités en billots de 1 à 6 m s’il y a meulage du bois, ou bien transformés en copeaux d’une taille variée pour la



fabrication de pâte mécanique ou chimique. Les copeaux doivent avoir des dimensions très précises pour que l'écoulement dans les raffineurs soit régulier et que la cuisson dans les lessiveurs soit uniforme. Les copeaux passent donc à travers plusieurs cribles pour être triés en fonction de leur longueur ou de leur épaisseur. Les copeaux trop gros sont recoupés, tandis que les plus petits sont récupérés comme combustible ou recyclés dans le flux normal.

- Tamissage : La taille des copeaux varie considérablement; ils doivent cependant avoir des dimensions très précises pour que l'écoulement dans les raffineurs soit régulier et que la cuisson dans les lessiveurs soit uniforme. Les copeaux passent donc à travers plusieurs cribles qui les trient en fonction de leur longueur ou de leur épaisseur. Les copeaux trop gros sont recoupés, tandis que les plus petits sont récupérés comme combustible ou recyclés dans le flux normal.
- Stockage : les exigences des différents procédés de fabrication de la pâte et l'état des copeaux déterminent la durée de leur entreposage. Selon la teneur en fibres et la demande de l'usine, le stock de copeaux non tamisés varie de deux à six semaines, et se présente habituellement sous forme de tas laissés à l'extérieur. Les copeaux risquent de se détériorer par auto-oxydation et par hydrolyse, ou de subir les attaques des champignons. Pour éviter la contamination, les copeaux tamisés sont conservés dans des silos ou des cuves pendant de courtes durées (de quelques heures à quelques jours). Les copeaux servant à la pâte au bisulfite sont entreposés plusieurs mois à l'extérieur pour permettre la volatilisation de matières extractibles indésirables. En général, les copeaux utilisés pour la pâte kraft, dont on extrait de la térébenthine et de la résine liquide à des fins commerciales, sont directement transformés en pâte [30].

### **II.3. Procédés de fabrication de la pâte**

La fabrication de la pâte consiste à rompre la structure interne du bois, qui est composé de fibres de cellulose retenues ensemble par la lignine, par des procédés mécaniques ou chimiques. Trois techniques différentes sont employées en fonction de la matière première utilisée et du type de pâte à produire. Pour les pâtes chimiques, un procédé acide (pâtes au bisulfite) ou alcalin (pâtes au sulfate ou kraft) sont appliqués dont cette dernière est la plus répandue. Tandis que la technique mécanique est utilisée pour la préparation des pâtes mi-chimiques, thermomécaniques et mécaniques. Le rendement et la qualité des produits diffèrent d'une méthode à l'autre de même que, dans le cas des traitements chimiques, les produits employés et la proportion réutilisés [30].

**II.3.1. Le procédé mécanique**

La pâte mécanique est obtenue en râpant des billes de bois écorcé contre une sur des meules abrasives ou entre des plaques métalliques (tournantes ou dont l'une est stationnaire), afin de séparer les fibres. Ce travail de cisaillement brise les fibres de cellulose, de sorte que la pâte qui en résulte est plus fragile que celle fabriquée par séparation chimique. La lignine qui fait le lien entre la cellulose et l'hémicellulose n'est pas dissoute, elle se ramollit simplement, ce qui permet d'extraire les fibres de la matrice de bois. Le rendement de ce procédé dépasse généralement 85% et ce type de pâte est généralement utilisée dans la fabrication de produits qui nécessitent moins de résistance, tels que le papier journal, le papier pour cahiers publicitaires et certains papiers hygiéniques [30].

Pour certains procédés mécaniques, des produits chimiques peut être utiliser, en plus de la vapeur. Les coupeurs sont mises à bouillir dans une liqueur chimique avant d'être moulues dans un broyeur en pierre (on parle alors de pâtes chimico-mécaniques). IL rendement est inférieur étant donné qu'une plus grande quantité de matières non cellulosiques est retirée. Cette variante du procédé mécanique permet de réduire la quantité de pâte chimique ajoutée dans la production de papier de qualité [30].

Avec le procédé de meulage mécanique ordinaire (pâte mécanique sur meule), les fibres sont retirées de billes courtes par pression contre un cylindre abrasif en rotation. Avec le procédé par raffinage (pâte mécanique de raffineur), les copeaux ou la sciure pénètrent au milieu d'un raffineur à disques, où ils sont découpés en petits fragments au fur et à mesure qu'ils progressent à travers de languettes et de rainures de plus en plus serrées. Les copeaux sont introduits dans des tuyaux de grand diamètre, et la pâte sort plus petits) [30].

Cependant, le procédé thermomécanique consiste à passer, en général sous pression, les copeaux à la vapeur avant et pendant le raffinage. Ce procédé a pour effet d'améliorer la qualité de la pâte et permet de réduire la quantité de pâte chimique ajoutée dans la production du papier journal. De nos jours, des raffineurs à disques parallèlement à une substance chimique (bisulfite de sodium ou hydroxyde de sodium, etc.) sont utilisé avant, pendant ou après le raffinage [30].

**II.3.2. Le procédé chimique**

La production de ce type de pâte s'effectue en dissolvant par un procédé chimique la lignine qui se trouve entre les fibres du bois, de manière qu'elles se détachent en libérant les longues fibres du bois sans les briser. Comme ce procédé élimine la plupart des matières non fibreuses du bois, le rendement se situe habituellement entre 40 et 55% [30].

Avec cette méthode, une solution aqueuse, appelé « liqueur de cuisson », contenant des copeaux et des produits chimiques est cuite dans une autoclave à haute pression qui fonctionne en discontinu ou en continu. Dans le premier cas, le lessiveur est alimenté en copeaux par le haut; on y ajoute les produits chimiques et le tout est cuit à une température et à une pression élevée. Une fois la cuisson terminée, on fait tomber la pression; la pâte délignifiée, poussée hors du lessiveur, est évacuée dans une cuve de décharge [30].

Dans le cas du traitement en continu, les copeaux passés à la vapeur sont introduits dans le lessiveur sans interruption. Ils sont mélangés aux produits chimiques dans le compartiment situé au sommet du lessiveur, puis ils pénètrent dans le compartiment de cuisson supérieur, le compartiment de cuisson inférieur et le compartiment de lavage avant d'être expulsés dans la cuve de décharge [30].

Les pâtes chimiques sont utilisées pour la fabrication de produits qui demandent une grande résistance, tels que les papiers d'impression et d'écriture, les papiers fins ainsi que les papiers et les cartons d'emballage. Elles servent aussi à augmenter la résistance de certains produits, comme les papiers spécialisés. Aujourd'hui, les produits chimiques mis en œuvre sont souvent récupérés et principalement fait dans la liqueur de cuisson pour les reconstituer, et produire de la chaleur en brûlant les matières inorganiques du bois qui sont dissoutes. La vapeur et l'électricité qui en résultent remplissent partiellement, sinon entièrement, les besoins énergétiques de l'usine [30].

**II.4. Blanchiment**

Le blanchiment de la pâte constitue une étape nécessaire dans la fabrication de certains types de papier et de carton. Pour des pâtes chimiques, il consiste essentiellement à poursuivre la mise en pâte par l'extraction de la lignine. Le produit obtenu est non seulement plus blanc, mais aussi plus résistant et plus absorbant [30].

Le blanchiment s'effectue en plusieurs étapes. Chaque étape consiste à faire réagir la pâte avec un ou plusieurs agents chimiques pour éliminer les substances indésirables ou résiduelles par lavage. Les principaux agents de blanchiment utilisés sont l'oxygène, l'hypochlorite de sodium, le dioxyde de chlore et le peroxyde d'hydrogène, en évitant le chlore élémentaire en raison de son effet sur l'environnement [30].

Le blanchiment des pâtes mécaniques consiste à éclaircir la pâte en agissant principalement sur les groupements chromophores de la lignine sans la solubiliser. Les principaux agents chimiques utilisés sont l'hydrosulfate de sodium et le peroxyde d'hydrogène [30].

### **II.5. Mise en feuille, séchage et finition**

La pâte est distribuée sur d'immenses toiles en mouvement. À cette étape, elle contient généralement plus de 97 % d'eau. L'action filtrante des toiles, combinée à celle du système de succion, permet d'extraire la majeure partie de l'eau et de former une feuille.

Cette feuille est pressée entre des rouleaux afin qu'une quantité supplémentaire d'eau en soit retirée [30].

Elle passe ensuite au séchage par contact avec des immenses cylindres généralement chauffés à la vapeur, où une grande partie de l'eau résiduelle est évaporée. Actuellement, le séchage à l'infrarouge, le séchage sur coussins d'air et le séchage aux micro-ondes constituent des technologies de pointe utilisées pour uniformiser le contenu en eau de la feuille [30].

Selon la finition désirée, des glaises spéciales ou d'autres additifs peuvent être ajoutés pour améliorer les propriétés de la feuille (fini de surface, qualité d'impression, etc.). La surface de la feuille est lissée et comprimée à l'aide de rouleaux chauffés appelés « calandres » [30].

---

## CHAPITRE III

### MATERIELS ET METHODES

#### III.1 Préparation des précurseurs

##### III.1.1. Echantillonnage

Les précurseurs utilisés étaient l'alfa et la luffa cylindrica. L'alfa a été collecté sur les hauts plateaux algériens au mois de mai 2022, et la luffa a été collecté de la région de mitidja en septembre 2022

##### III.1.2. Lavage et broyage

Les deux précurseurs ont été lavés abondamment à l'eau de robinet chaude puis à l'eau distillée afin d'éliminer les impuretés comme la poussière, les colorants et les graines.

Cette opération est répétée une dizaine de fois, puis, ces fruits sont laissés à l'air libre séchés à  $C^{\circ}$  pendant 3 jours puis dans une étuve à 70 pendant 24 heures .



**Figure III.9.** Tiges d'alfa.

#### III.2. Caractérisation physico-chimique des précurseurs

##### III.2.1. Composition chimique d'alfa et du luffa

##### III.2.1.1. Détermination du taux d'humidité

C'est la quantité d'eau que perd un échantillon d'alfa de masse donnée après étuvage à 105°C jusqu'à obtention d'une masse constante [4].

$$H = \left( \frac{m_0 - m_f}{m_0} \right) * 100$$

Avec

$m_0$  : Masse initiale de la prise d'essai en (g) ;

$m_f$  : Masse constante après étuvage en (g).

Pour déterminer le taux d'humidité, nous avons mis à sécher une masse de 1g de chaque matériau à l'étuve à 80 C° jusqu'à ce que la masse de cette dernière ne varie plus avec le temps.

#### III.2.1.2 Taux de matière minérale (TMM)

La matière minérale existante dans les fibres d'alfa est obtenue par incinération d'une quantité d'alfa dans un four à moufle à 575 °C pendant 4 heures. La masse du résidu obtenu sous forme de cendres représente la teneur de la matière minérale [31].

Le taux de matière minérale (TMM) est exprimé par la relation suivante :

$$TMM(\%) = \frac{m_1}{m_0} * 100$$

$m_0$  : Masse initiale de l'échantillon ;

$m_1$  : Masse du résidu après calcination à 575°C/ 4h.

#### III.2.1.3. Taux d'extractibles

Les plantes contiennent une certaine quantité de molécules dites extractibles. Leur nom vient du fait que ces molécules ne sont pas liées à la structure même des cellules, mais sont plutôt libres ou déposées dans les différents canaux de transport de la plante. Ces caractéristiques en font des molécules plutôt faciles à arracher à la plante par l'utilisation de différents solvants chimiques agencés à diverses méthodes d'extraction

Un mélange éthanol - toluène (1V-1V) est utilisé pour l'extraction des composés les lipides solubles, les tanins et autres constituants cytoplasmiques par Soxhlet pendant 14 heures, l'opération est répétée deux fois. Le contenu de la cartouche poreuse est lavé avec de l'éthanol durant deux heures afin d'éliminer toutes traces de toluène, il est ensuite rincé

quatre fois à l'eau distillée, et une dernière fois à l'acétone, puis séché à l'étuve à 60° pendant 24heures [31].

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

$$\text{extractible}(\%) = \frac{m_0 - m_1}{m_0} * 100$$

Avec

$m_0$  :Masse initiale de la prise d'essai ;

$m_1$  : Masse constante après étuvage.

#### III.2.1.4 Taux de lignine

Une quantité de poudre d'alfa  $m_0$  est mise sous agitation dans de l'acide sulfurique à 72% pendant 24h. Après filtration, le résidu est lavé à l'eau distillée jusqu'à pH neutre.

Enfin, le filtrat obtenu est séché à l'étuve à 105°C jusqu'à une masse constante  $m_1$ .

Le taux de la lignine est exprimé par la relation suivante :

$$\text{lignine} (\%) = \frac{m_0 - m_1}{m_0} * 100$$

#### III.2.1.5. Taux de cellulose

L'obtention de cellulose s'effectue en deux étapes :

- Elimination de la lignine

Une quantité de  $m_0$  la poudre d'alfa sans extractibles est mélangée à 150ml d'eau, 1ml d'acide acétique et 5g de chlorite de sodium, le mélange est mis à reflux à 80°C pendant 14heures sous hotte. Puis, 5g de chlorite de sodium et 1ml d'acide acétique sont ajoutés au mélange, le tout est laissé en agitation pendant 13heures. Après filtration, le résidu est lavé à l'eau distillée jusqu'à pH neutre, puis séché à l'étuve à 105°C jusqu'à une masse constante  $m_1$ . Celui-ci est conservé dans des boites hermétiquement fermés à l'intérieur d'un dessiccateur [32].

- Elimination de l'hémicellulose

La masse  $m_1$ , récupérée dans la première étape, est mélangée à l'hydroxyde de sodium 4% avec une légère agitation toutes les 10 mn, pendant 24h. Il s'ensuit une filtration sous vide et un lavage à l'eau distillée jusqu'à pH neutre [33]. Enfin, un séchage à l'étuve pendant à 105°C jusqu'à masse constante  $m_2$ .

Ainsi, le taux de cellulose est déduit par la relation suivante:

$$\text{Cellulose (\%)} = \frac{m_2}{m_0} * 100$$

Avec

$m_0$ : Masse pesée de l'échantillon (g).

$m_1$ : Masse du résidu en cellulose (g).

#### III.2.1.6. Taux d'hémicellulose

Le taux d'hémicellulose est évalué directement par calcul:

$$(\text{taux d'hémicellulose(\%)} = 100 - (\% \text{ TMM} + \% \text{ extractible} + \% \text{ lignine} + \% \text{ cellulose}))$$

#### III.2.1.7 Analyse Spectroscopie Infrarouge à Transformer de Fourier FTIR

Les échantillons ont été analysés par la spectroscopie IRTF afin de déterminer les groupes fonctionnels de surface et localiser les différentes bandes d'absorption caractéristiques de chaque matériau adsorbant de base. Les analyses par FTIR ont été réalisées à l'aide d'un spectromètre IRTF de marque (JASKO, série : FTIR- 4100) sur une gamme de nombre d'onde allant de 400 et 4000  $\text{cm}^{-1}$ . Les échantillons broyés finement ont été conditionnés sous forme de dispersion dans des pastilles de KBr ultra pure.

#### III.2.1.8. Analyse par la Microscopie Électronique à Balayage MEB

L'analyse MEB permet de voir la morphologie, la microstructure et la composition de la surface. Cette analyse a été faite à l'aide d'une microscopie électronique à balayage de marque (QUANTA, série : 650). Les échantillons sont déposés sous forme d'une poudre fine sur un disque de carbone.





**Figure III.10.** Microscopie électronique à balayage QUANTA 650.

#### III.2.1.9. Analyse élémentaire

L'analyse élémentaire (CHNO), permet de déterminer quantitativement la composition élémentaire en teneur en carbone C, hydrogène H, azote N et soufre S, dans des échantillons de nature très variée, organiques et inorganiques, solides, liquides et visqueux, homogènes, ou facilement homogénéisés. Le processus d'analyse est entièrement automatisé et repose sur la combustion complète de l'échantillon, entre 950°C et 1300°C sous une atmosphère d'oxygène pur. La teneur en pourcentage de chaque élément de l'échantillon est traitée en tenant compte de la perte de poids de l'échantillon. L'oxygène est obtenu en soustrayant les pourcentages déterminés de tous les autres constituants de 100. Cette technique donne des informations sur le contenu des hétéroatomes et peut fournir des informations approximatives sur la structure chimique, la taille du graphène et la structure des pores [34].

---

## CHAPITRE IV

### RESULTATS ET DISCUSSIONS

#### IV.1 Caractérisation physico-chimique des précurseurs

##### IV.1.1 Composition chimique

La détermination quantitative des constituants majoritaires de la matière végétale brute constitue l'étape préliminaire indispensable à notre étude. En effet, la détermination du potentiel théorique en cellulose est nécessaire. Les résultats obtenus sont reportés dans le tableau VI.1. Suivant :

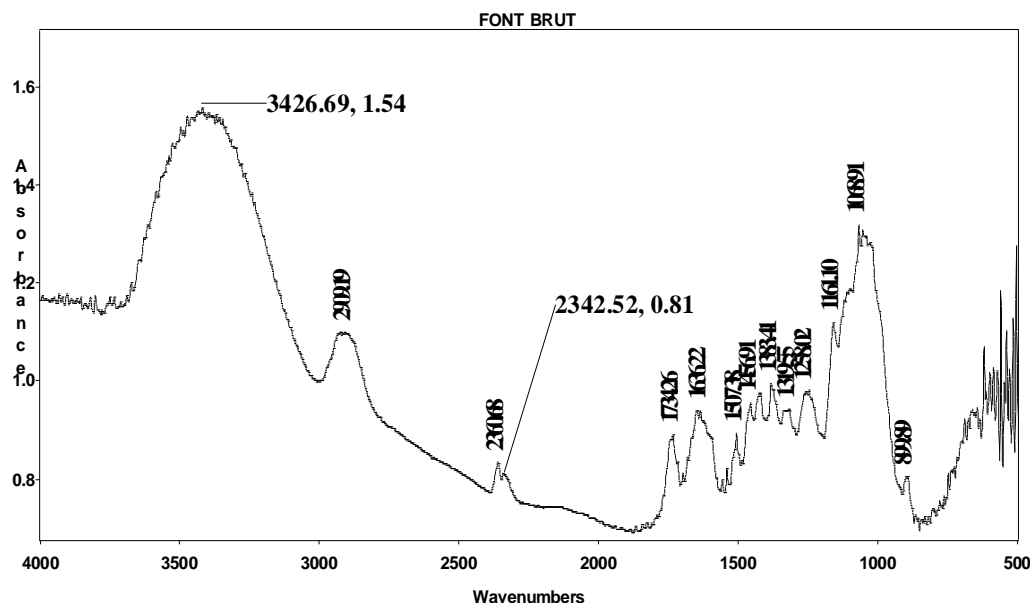
**Tableau IV-1:** Composition chimique de l'alfa et la luffa

Composants chimiques	Pourcentage % (L'alfa)	Pourcentage % (Luffa)
Humidité	6,08	12
Cendres	1,19	1.09
Extractibles	4.23	3.54
Cellulose	45.05	55.66
Lignine	24.45	15.09
Hémicellulose	25.08	24.17

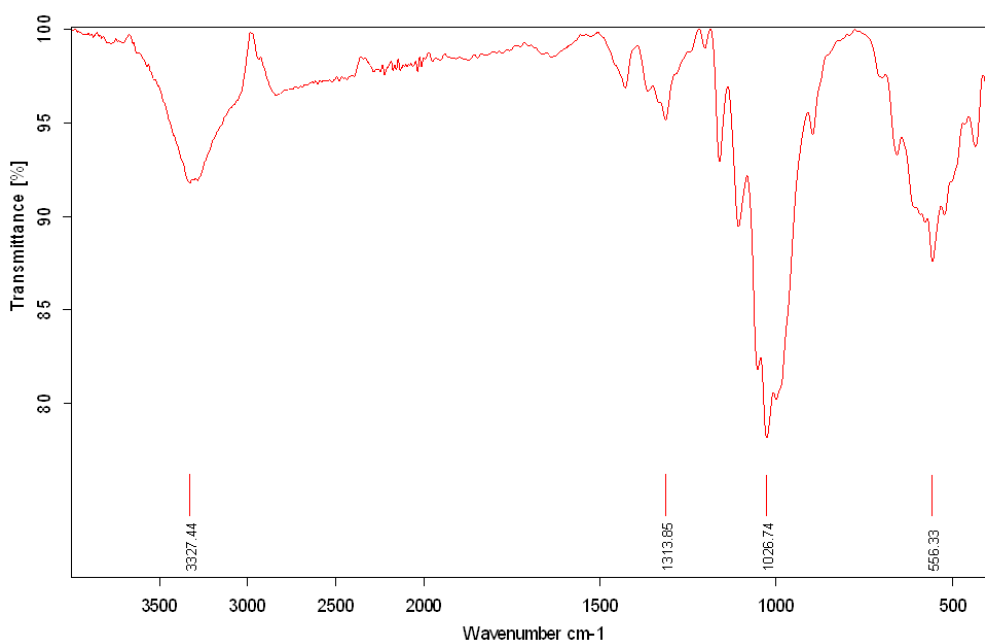
Les résultats obtenus permettant de mettre en évidence la composition chimique de l'alfa et la luffa. En effet, comme tout dérivé lignocellulosique, la teneur principale est attribuée à la cellulose qui constitue environ 45 % et 55% de la composition totale de l'alfa et la luffa respectivement. Celui-ci constitue une caractéristique importante dans la fabrication de papier. En effet, plus cette valeur est grande, plus le rendement obtenu est intéressant du point de vue de la quantité. Cependant, le taux de cendres est faible et ne dépasse pas les 1,5 %. Les résultats obtenus sont bien en accord avec la littérature [35-37].

## IV.1.2 Analyse Microscopique De Transformé De Fourier (FTIR)

La figure IV.1 suivants montre les spectres FTIR des fibres des deux précurseurs



(a)



(b)

**Figure IV.3.** Spectres FTIR des fibres de la luffa (a), et de l'Alfa (b)

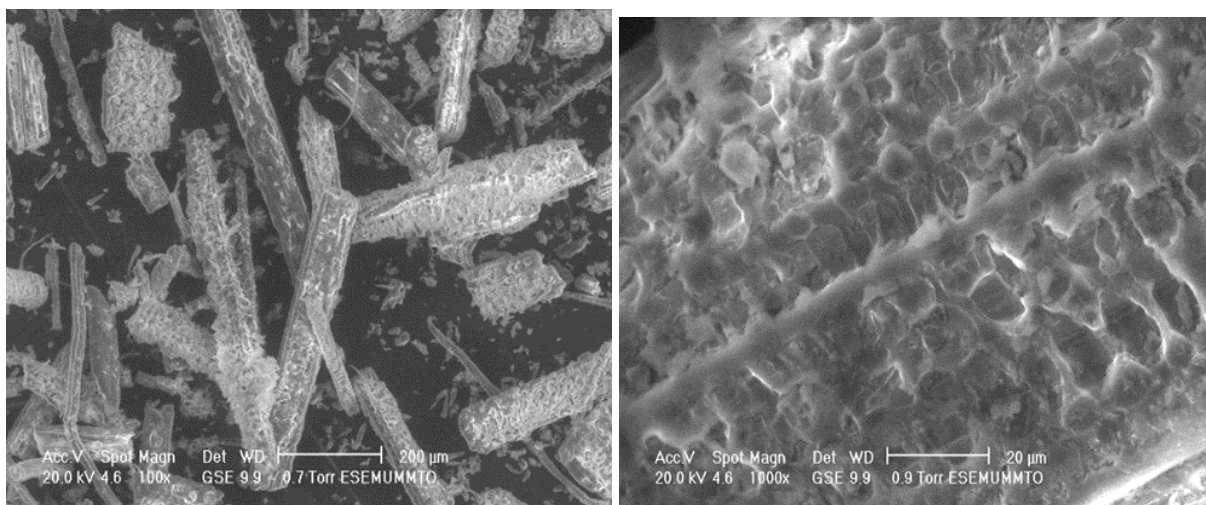
Selon les résultats trouvés dans les travaux précédents des types de la Luffa et l'alfa [38]. On confirme l'existence des fonctions caractéristiques comprenant les cycles aromatiques liées à la lignine ( $1057\text{ cm}^{-1}$  et  $1456\text{ cm}^{-1}$ ), en plus des liaisons C-OR-C à  $1164\text{ cm}^{-1}$  liées au pont antisymétrique dans la cellulose et l'Hémicellulose. En plus, la bande vers  $2800\text{-}300\text{ cm}^{-1}$  pourrait être attribué aux vibrations lien O-H de cellulose [39].

La bande d'absorption dans le spectre près de  $1730\text{ cm}^{-1}$  est assignée principalement à la vibration étirant de la liaison C=O des groupes carbonyliques et d'acétyle dans le composant de xylème de l'hémicellulose et également des groupes chimiques de la lignine. La bande dans la gamme entre  $1064$  et  $1068\text{ cm}^{-1}$  correspond à la vibration de la liaison C-OH l'alcool primaire dans la cellulose [40]. Les autres bandes sont également bien connues et spécifiques à la cellulose. On peut citer comme exemple la grande bande à  $3300\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$  liés au groupe de O-H ou la bande de C-H à  $2900\text{ cm}^{-1}$ . Les bandes entre  $800\text{ cm}^{-1}$  et  $1500\text{ cm}^{-1}$  sont aussi spécifique à la cellulose.

Une faible liaison caractérisant la molécule d'eau a été détectée à  $1635\text{ cm}^{-1}$ . Néanmoins, certaines bandes restent indéterminé.

### IV.3 Analyse par la Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

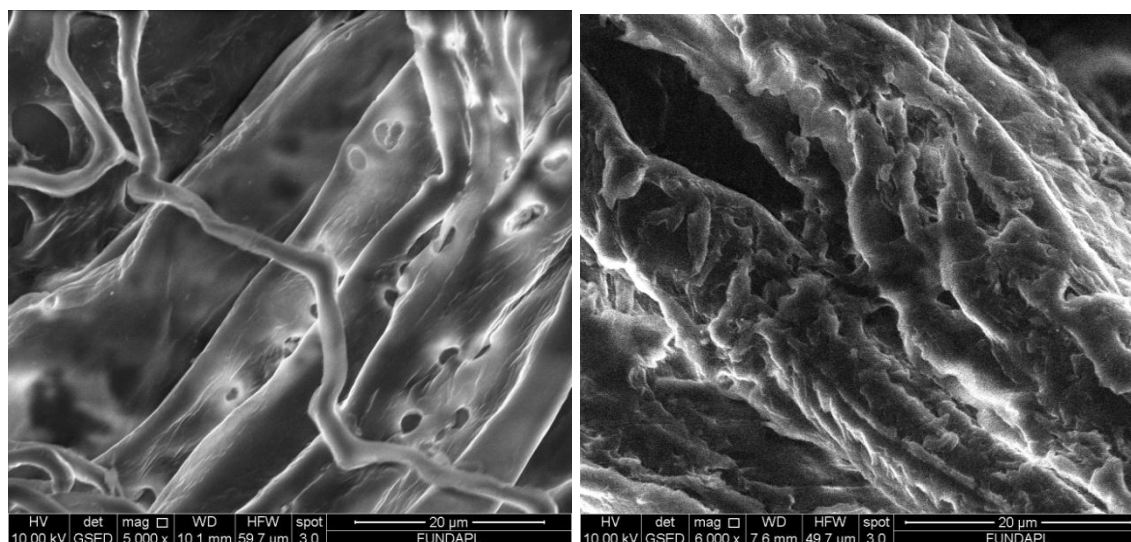
La microscopie électronique à balayage (MEB) a été utilisé pour décrire la microstructure ainsi que la morphologie de la surface des fibres de la luffa et l'alfa. Les micrographies sont présentées dans la Figure IV.4 et IV.5.



**Figure IV.4.** Imagerie de la microscopie électronique à balayage des fibres d'alfa

La figure IV.4 permet d'observer la surface rugueuse, essentiellement constituée de lignine. Ce qui est en accord avec la littérature [41,42].

Les micrographies représentées dans les images agrandies à 1000x, font apparaitre clairement deux composants, à savoir des fibres de sclerenchyme (cellules mortes ou cellules matures ou trachéides) ainsi que des faisceaux de fibres appelées faisceaux libéro-ligneux. Ils jouent le rôle de soutien et de conduction de la sève.



**Figure IV.5.** Imagerie de la microscopie électronique à balayage des fibres de luffa

On peut voir d'après la fig IV.4 (a) que les fibres montrent un aspect homogène, avec une couche riche de lignine externe autour des fibres comme déjà démontré par les travaux antérieurs. L'éponge est de nature fibreuse et la structure est irrégulière laissant apparaître avec certaines fissures et des trous, qui indiquent la présence de structure poreuse avec un diamètre correspondant à des ouvertures du type macroporeux.

#### IV.4. Analyse élémentaire

La composition élémentaire (carbone, hydrogène, oxygène, azote et soufre) des fibres du précurseur Luffa et l'alfa est résumée dans le tableau 3.1.

**Tableau IV.2 :** Composition élémentaire des fibres des deux précurseurs.

Echantillon	N (%)	C (%)	H (%)	O (%)	O/C $\times 10^2$	H/C $\times 10^2$
<b>L'alfa</b>	1.10	47.70	6.40	44.80	93.92	13.42
<b>Luffa</b>	0.09	55.32	5.57	39.02	70.54	10.07

Les résultats montrent une teneur élevée en carbone et une quantité modérée d'oxygène, indiquant que la majeure partie de leur fonctionnalité de surface est attribuée aux groupes oxygène alors qu'aucun soufre n'a été détecté. La fraction H/C est généralement utilisée pour décrire le degré de carbonisation puisque H est principalement associé à la matière organique de la biomasse, tandis que la fraction O/C décrit la progression du

processus de désoxygénation. L'hydrophilie de la surface des fibres pourrait être déduite de la teneur en O qui peut révéler la présence éventuelle de groupes polaires.

Néanmoins, les fibres de la luffa présente une teneur élevé en carbone par rapport au fibres de l'alfa mais une teneur en oxygène moins élevé.

### CONCLUSION

L'objectif principal de ce présent travail étant d'abord de caractériser et valoriser des matériaux linocellulosiques très abondantes en Algérie, *la luffa et l'alfa*, pour la préparation de la pâte destinée à la fabrication du papier. Par la suite, essayer de réaliser la préparation par le procédé chimique, dite kraft.

Les deux précurseurs ont été caractérisés par différentes techniques physico-chimiques, à savoir le FTIR, MEB, CHNO ...etc. La détermination de la composition chimique a montré que le composant majoritaire des fibres de la luffa et d'alfa est la cellulose. Ce dernier est considéré la matière première pour la fabrication du papier.

L'analyse FTIR a vérifié la présence des différentes liaisons correspondantes à la cellulose et à la lignine avec une faible vibration de la liaison correspondante à la molécule d'eau. De plus, l'analyse par la microscopie électronique à balayage a montré que la surface des fibres des deux biomasses sont rigoureuse et fibreuse. Cette caractéristique est très importante pour avoir une pâte à papier fibreuse.

Il était prévu de préparer une pâte à papier en utilisant la cellulose extraite de la luffa et l'alfa avec le procédé chimique dite kraft, en collaboration avec l'usine de papier TONIC à Bousmail. Cependant, et suite à l'arrêt de l'usine, cette étape était impossible de la réaliser. De plus, le procédé kraft nécessite de manipuler à des conditions de haute pression et température en utilisant un réacteur adéquat. Par conséquent, la réalisation de cette préparation au niveau de laboratoire n'était possible non plus à cause des mesures de sécurité.

Enfin, nous suggérons pour la suite de ce travail, d'étudier les points suivants :

- Faire d'autres analyses physico-chimiques des précurseurs.
- Essayé de réaliser la préparation de la pâte à papier avec ces matériaux en utilisant un réacteur de haute pression.

- Essayé de fabriquer le papier à base de la pâte préparé par la luffa et l'alfa et étudier ces propriétés chimiques et mécaniques afin de déterminer sa qualité.



### BIBLIOGRAPHIES

- [1]. El Omari, H. (2016). Matériaux Lignocellulosiques Fonctionnels à partir de plantes vivaces marocaines et de pâtes commerciales (Doctoral dissertation, Université du Québec à Trois-Rivières).
- [2]. HABIBI, Youssef, LUCIA, Lucian A., et ROJAS, Orlando J. Nanocristaux de cellulose : chimie, auto-assemblage et applications. *Revue chimique*, 2010, vol. 110, n° 6, p. 3479-3500.
- [3]. COLUZZI, Paul H., SCHWARTZBERG, Lee, CONROY JR, John D., et al. Percée de douleur cancéreuse : un essai randomisé comparant le citrate de fentanyl transmuqueux oral (OTFC®) et le sulfate de morphine à libération immédiate (MSIR®). *Douleur*, 2001, vol. 91, n° 1-2, p. 123-130.
- [4]. ZAKZESKI, Joseph, BRUIJNINCX, Pieter CA, JONGERIUS, Anna L., et al. La valorisation catalytique de la lignine pour la production de produits chimiques renouvelables. *Revue chimique*, 2010, vol. 110, n° 6, p. 3552-3599.
- [5]. NISHINO, Masaki N., HASEGAWA, Hiroshi, FUJIMOTO, Masaki, et al. Une étude de cas des tourbillons de Kelvin – Helmholtz sur les deux flancs de la magnétoqueue terrestre. *Sciences planétaires et spatiales*, 2011, vol. 59, n° 7, p. 502-509.
- [6]. MARCOS MIRANDE, J. Phylogénie de la parcimonie pondérée de la famille des Characidae (Teleostei : Characiformes). *Cladistique*, 2009, vol. 25, n° 6, p. 574-613.
- [7]. GOND, Jean-Pascal et MOON, Jeremy. La responsabilité sociale des entreprises en rétrospective et en perspective : Exploration du cycle de vie d'un concept essentiellement contesté. *Série de documents de recherche de l'ICCSR*, 2011, vol. 59, p. 1-40.
- [8]. MISHRA, Gopa R., SURESH, M., KUMARAN, K., et al. Base de données de référence sur les protéines humaines — mise à jour 2006. *Recherche sur les acides nucléiques*, 2006, vol. 34, non suppl\_1, p. D411-D414.

- [9]. Site, <https://www.e-education.psu.edu/egee> HYPERLINK &quot;<https://www.e-education.psu.edu/egee439/node/664>&quot;;439 HYPERLINK &quot;<https://www.e-education.psu.edu/egee439/node/664>&quot;;/node/ HYPERLINK &quot;<https://www.e-education.psu.edu/egee439/node/664>&quot;;664, consulté, Janvier 2023.
- [10]. CRESTINI, Claudia, CRUCIANELLI, Marcello, ORLANDI, Marco, et al. Stratégies oxydantes dans la chimie de la lignine : Une nouvelle approche respectueuse de l'environnement pour la fonctionnalisation de la lignine et des fibres lignocellulosiques. *La catalyse aujourd'hui*, 2010, vol. 156, n° 1-2, p. 8-22.
- [11]. D. Jean. *Le coton et l'industrie cotonnière*. Presses Universitaires de France, 3<sup>m</sup> édition, (1971), p 127.
- [12]. Fartek, Benjamin. Résistance de la canne à sucre à la maladie de la feuille jaune et à son vecteur *Melanaphis sacchari*: association marqueur-trait dans une population de cultivars, mécanismes de résistance au vecteur et diversité génétique du vecteur. Diss. Université de la Réunion, 2011.
- [13]. Michel, Davina. EVALUATION DU POTENTIEL FIBREUX ET TEXTILE DE LA CANNE A SUCRE (*Saccharum officinarum* L.). Diss. Université de Haute Alsace-Mulhouse, 2013.
- [14]. Jacquemin, Leslie. Production d'hémicelluloses de pailles et de sons de blé à une échelle pilote. Etude des performances techniques et évaluation environnementale d'un agro-procédé. Diss. 2012.
- [15]. MASSET, M. Xavier, Madame Émilie GARRIGUES-SANTIN, and Docteur en Pharmacie. *De la fibre végétale à la fibre textile*. Diss. 2008.
- [16]. Miège, Émile. &quot;La culture de la Ramie en Afrique du Nord.&quot; *Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliquée* 17.189 (1937): 325-342.
- [17]. Aidoud, Ahmed, and Jean Touffet. &quot;La régression de l'alfa (*Stipa tenacissima* L.), graminée pérenne, un indicateur de désertification des steppes algériennes.&quot; *Science et changements planétaires/Sécheresse* 7.3 (1996): 187-193.

- [18]. Hamzeh, Yahya. Évaluation d'un nouveau procédé de blanchiment par le dioxyde de chlore en réacteur à déplacement de liqueur et comparaison avec les procédés batch conventionnels ou non conventionnels. Diss. Institut National Polytechnique de Grenoble-INPG, 2005.
- [19]. Rivard, Geneviève. Cinétique d'adsorption des contaminants de l'eau blanche sur les fines. Diss. Université du Québec à Trois-Rivières, 2011.
- [20]. G.A. Smook. Manuel du Technicien et de la Technicienne en Pâtes et papiers. Ed. CEGEP de trois rivières Québec. (1997), p 43, 76, 85, 184-185.
- [21]. Abitogun, A. S.; Ashogbon, A. O., Nutritional Assessment and Chemical Composition of Raw and Defatted *Luffa cylindrica* Seed Flour. *Ethnobotanical Leaflets* . 2010, V.14, 225 - 235.
- [22]. Mazali, I. O.; Alves, O. L., Morphosynthesis: high fidelity inorganic replica of the fibrous network of loofa sponge (*Luffa cylindrica*). *Anais da Academia Brasileira de Ciências* 2005, 77 (1), 25-31.
- [23]. Dairo, F. A. S.; Aye, P. A.; Oluwasola, T. A., Some functional properties of loofah gourd (*Luffa cylindrica* L., M. J. Roem) seed. *Food Agriculture and Environment ( JFAE)* January 2007, 5 (1), 97 - 101.
- [24]. Achigan-Dako; E.G. & N'danikou; S. & Vodouhê; R.S., *Luffa cylindrica* (L.) M.Roem. Internet] Record from PROTA4U. Brink, M. & Achigan-Dako, E.G. (Editors). PROTA (Plant Resources of Tropical Africa / Ressources végétales de l'Afrique tropicale), Wageningen, Netherlands 2011.
- [25] Jack Arnott; *Luffa* sponge gourd. The University of Georgia and Ft. Valley State University, the U.S. Department of Agriculture and counties of the state cooperating.
- [26]. Dallel, Mohamed. Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil. Diss. Université de Haute Alsace-Mulhouse, 2012.
- [27]. DE TAILLAC, Laure BARTOUILH. Caractérisation et modification de

viscocellulose macroporeuse en vue de son utilisation comme matériau de comblement osseux. 2004. Thèse de doctorat. Université Bordeaux 1.

[28]. Altınışık, A.; Gür, E.; Seki, Y., A natural sorbent, *Luffa cylindrica* for the removal of a model basic dye. *Journal of Hazardous Materials* 2010, 179 (1–3), 658-664.

[29]. FIBER, EOIIN. L'effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matières plastiques. *Rev. Roum. Chim*, 2007, vol. 52, no 4, p. 409-414.

[30]. Industries basées sur les ressources biologiques ; Chapitre 72 - L'industrie du papier

et de la pâte à papier ; Kay Teschke ; mars 2011 ;

[31]. HAMMICHE, Dalila, BOUKERROU, Amar, DJIDJELLI, Hocine, et al. Etude des Propriétés Physico-chimiques, Thermiques et Mécaniques des Fibres d'Alfa Grasses. *Revue des Composites et des Matériaux avancés. J. compost. Adv. Mat*, 2015, vol. 25, p. 7-24.

[32]. KHADIDJA, Boudache Djamel Tayebi. Caractérisation de la Fibre d'Alfa. 2017. Thèse de doctorat. Faculté des Sciences et Technologies.

[33]. DO THI, Vi Vi Do Thi. Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non. 2011. Thèse de doctorat. Université de Grenoble; Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh Ville.

[34]. D. Das, D.P. Samal, M. BC, Preparation of Activated Carbon from Green Coconut Shell and its Characterization, *J. Chem. Eng. Process Technol.* 06 (2015). <https://doi.org/10.4172/2157-7048.1000248>.

[35]. Laidani, Y.; Hanini, S.; Henini, G., Study Contribution of the Phenol Adsorption Dynamics of the System Fiber *Luffa Cylindrica*. *Energy Procedia* 2012, 18 (0), 384-394.

[36]. H. Cherifi; S. Hanini; F. Bentahar, Adsorption of phenol from wastewater using vegetal cords as a new adsorbent. *dessalination* 2009, 244, 177 - 187.

- [37]. Belkhir, S., Koubaa, A., Khadhri, A., Ksontini, M., Nadji, H., Smiti, S., & Stevanovic, T. (2012). Seasonal effect on the chemical composition of the leaves of *Stipa tenacissima* L. And implications for pulp properties. *Industrial Crops and Products*, *44*, 56-61. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.09.023>
- [38]. Hou, C.; Hu, B.; Zhu, J. Photocatalytic Dégradation of Méthylène Blue over TiO<sub>2</sub> Pretreated with Varying Concentrations of NaOH. *Catalysts* 2018, *8*, 575. [[CrossRef](#)]
- [39]. Andronic, L.; Enesca, A.; Cazan, C.; Visa, M. TiO<sub>2</sub>–active carbon composites for wastewat photocatalysis. *J. Sol Gel Sci. Technol.* 2014, *71*, 396–405. [[CrossRef](#)]
- [40]. Larkin, P. *Infrared and Raman Spectroscopy: Principles and Spectral Interpretation*; Elsevier: Amsterdam, The Netherlands, 2017; p. 239.
- [41]. Innocent, O.; Oboh, E.O.; Thomas, O.K.A. Application of *Luffa Cylindrica* in Natural forme as Biosorbent to Removal Divalent Metals from Aqueous Solutions Kinetic and Equilibrium Study, Waste Water-Treatment and Reutilization. *InTech* 2011, 196–212.
- [42]. González-García, P. Activated carbon from lignocellulosics precursors: A review of the synthesis methods, characterization techniques and applications. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 2018, *82*, 1393–1414.

