

REPUBLIQUE DU CAMEROUN

Paix-Travail-Patrie

UNIVERSITE DE YAOUNDE I

CENTRE DE RECHERCHE ET
FORMATION DOCTORALE EN
SCIENCES, TECHNOLOGIE ET
GEOSCIENCES

UNITE DE RECHERCHE ET
FORMATION DOCTORALE EN
CHIMIE ET APPLICATIONS



REPUBLIC OF CAMEROON

Peace-Work-Fatherland

UNIVERSITE OF YAOUNDE I

POSTGRADUATE SCHOOL
OF SCIENCE, TECHNOLOGY
AND GEOSCIENCE

RESEARCH AND
POSTGRADUATE TRAINING
IN CHEMISTRY AND
APPLICATIONS

LABORATOIRE DE CHIMIE INORGANIQUE APPLIQUEE
APPLIED INORGANIC CHEMISTRY LABORATORY

**Extraction et caractérisation de la cellulose par
délignification par voie douce du bois d'Eteng pour
la modification des biofilms d'amidon**

Thèse de doctorat Ph/D

par :

ASSONFACK Lekane Herman

Matricule : 12T0011

N°10970-2025/UY1/CRFD/STG/25

Pour obtenir le grade de :

Docteur/Ph.D en Chimie de l'Université de Yaoundé I

Option : **Chimie Macromoléculaire**

Présentée et soutenue le 13 Juin 2025 à l'Université de Yaoundé I,

Devant le jury composé de :

Président : **GHOGOMU Paul MINGO**, *Professeur, Université de Yaoundé I*

Rapporteur : **NDIKONTAR Maurice KOR**, *Professeur, Université de Yaoundé I*


Membres : **AGWARA Moise ONDOH**, *Professeur, Université de Yaoundé I*

: **NDI Julius Nsami**, *Professeur, Université de Yaoundé I*

: **SAIDOU Clément**, *Maitre de Conférences, Professeur de Ngaoundéré*



Année Académique 2024/2025

UNIVERSITÉ DE YAOUNDE I Faculté des Sciences Division de la Programmation et du Suivi des Activités Académiques		THE UNIVERSITY OF YAOUNDE I Faculty of Science Division of Programming and Follow-up of Academic Affairs
LISTE DES ENSEIGNANTS PERMANENTS	LIST OF PERMANENT TEACHING STAFF	

LISTE PROTOCOLAIRE DE LA FACULTÉ DES SCIENCES

ANNÉE ACADEMIQUE 2024/2025

(Par Département et par Grade)

DATE D'ACTUALISATION 30 septembre 2024

ADMINISTRATION

1. **DOYEN** : OWONO OWONO Luc Calvin, *Professeur*
2. **VICE-DOYEN / DPSAA** : NDJIGUI Paul-Désiré, *Professeur*
3. **VICE-DOYEN / DSSE** : NYEGUE Maximilienne Ascension,
Professeur
4. **VICE-DOYEN / DRC** : NOUNDJEU Pierre, *Maître de Conférences*
5. **Chef Division Administrative et Financière** : NDOYE FOE Florentine
Marie Chantal, *Maître de Conférences*
6. **Chef Division des Affaires Académiques, de la Recherche et de la
Scolarité DAARS** : AJEAGAH Gideon AGHAINDUM, *Professeur*

1- DÉPARTEMENT DE BIOCHIMIE (BC) (44)

N°	NOMS ET PRÉNOMS	GRADE	OBSERVATIONS
1.	BIGOGA DAIGA Jude	Professeur	En poste
2.	FEKAM BOYOM Fabrice	Professeur	En poste
3.	KANSCI Germain	Professeur	En poste
4.	MBACHAM FON Wilfred	Professeur	En poste
5.	MOUNDIPA FEWOU Paul	Professeur	<i>Chef de Département</i>
6.	NGUEFACK Julienne	Professeur	En poste
7.	NJAYOU Frédéric Nico	Professeur	En poste
8.	OBEN Julius ENYONG	Professeur	En poste

9.	ACHU Merci BIH	Maître de Conférences	En poste
10.	AKINDEH MBUH NJI	Chargé de Cours	En poste
11.	ATOUGHO Barbara MMA	Maître de Conférences	En poste
12.	AZANTSA KINGUE GABIN BORIS	Maître de Conférences	En poste
13.	BELINGA née NDOYE FOE F. M. C.	Maître de Conférences	<i>Chef DAF / FS</i>
14.	DAKOLE DABOY Charles	Maître de Conférences	En poste
15.	DONGMO LEKAGNE Joseph Blaise	Maître de Conférences	En poste
16.	DJUIDJE NGOUNOUE Marceline	Maître de Conférences	En poste
17.	DJUIKWO NKONGA Ruth Viviane	Maître de Conférences	En poste
18.	EFFA ONOMO Pierre	Maître de Conférences	<i>VD/FS/Univ Ebwa</i>
19.	EWANE Cécile Annie	Maître de Conférences	En poste
20.	KENGNE NOUEMSI Anne Pascale	Maître de Conférences	En poste
21.	KOTUE TAPTUE Charles	Maître de Conférences	En poste
22.	LUNGA Paul KEILAH	Maître de Conférences	En poste
23.	MANANGA Marlyse Joséphine	Maître de Conférences	En poste
24.	MBONG ANGIE M. Mary Anne	Maître de Conférences	En poste
25.	MOFOR née TEUGWA Clotilde	Maître de Conférences	<i>Doyen FS / UDs</i>
26.	NANA Louise épouse WAKAM	Maître de Conférences	En poste
27.	NGONDI Judith Laure	Maître de Conférences	En poste
28.	Palmer MASUMBE NETONGO	Maître de Conférences	En poste
29.	PECHANGO NSANGO Sylvain	Maître de Conférences	En poste
30.	TCHANA KOUATCHOUA Angèle	Maître de Conférences	En poste

31.	BEBEE Fadimatou	Chargée de Cours	En poste
32.	BEBOY EDJENGUELE Sara N.	Chargé de Cours	En poste
33.	FONKOUA Martin	Chargé de Cours	En poste
34.	FOUPOUPOUOGNIGNI Yacouba	Chargé de Cours	En poste
35.	KOUOH ELOMBO Ferdinand	Chargé de Cours	En poste
36.	MBOUCHE FANMOE Marceline J.	Chargé de Cours	En poste

37.	OWONA AYISSI Vincent Brice	Chargé de Cours	En poste
38.	WILFRED ANGIE ABIA	Chargé de Cours	En poste

39.	BAKWO BASSOGOG Christian Bernard	Assistant	En Poste
40.	ELLA Fils Armand	Assistant	En Poste
41.	EYENGA Eliane Flore	Assistant	En Poste
42.	MADIESSE KEMGNE Eugenie Aimée	Assistant	En Poste
43.	MANJIA NJIKAM Jacqueline	Assistant	En Poste
44.	WOGUIA Alice Louise	Assistant	En Poste

2- DÉPARTEMENT DE BIOLOGIE ET PHYSIOLOGIE ANIMALES (BPA) (50)

1.	AJEAGAH Gideon AGHAINDUM	Professeur	<i>DAARS/FS</i>
2.	DIMO Théophile	Professeur	En Poste
3.	DJIETO LORDON Champlain	Professeur	En Poste
4.	DZEUFLET DJOMENI Paul Désiré	Professeur	En Poste
5.	ESSOMBA née NTSAMA MBALA	Professeur	<i>CD et Vice Doyen/FMSB/UYI</i>
6.	KEKEUNOU Sévilor	Professeur	<i>Chef de Département</i>
7.	NJAMEN Dieudonné	Professeur	En poste
8.	NOLA Moïse	Professeur	En poste
9.	TAN Paul VERNYUY	Professeur	En poste
10.	TCHUEM TCHUENTE Louis Albert	Professeur	<i>Inspecteur de service / Coord.Progr./MINSANTE</i>
11.	ZEBAZE TOGOUET Serge Hubert	Professeur	En poste

12.	ALENE Désirée Chantal	Maître de Conférences	<i>Vice Doyen/ Uté Ebwa</i>
13.	ATSAMO Albert Donatien	Maître de Conférences	En poste
14.	BILANDA Danielle Claude	Maître de Conférences	En poste
15.	DJIOGUE Séfirin	Maître de Conférences	En poste
16.	GOUNOUE KAMKUMO Raceline épouse FOTSING	Maître de Conférences	En poste
17.	JATSA BOUKENG Hermine épouse MEGAPTCHE	Maître de Conférences	En Poste
18.	KANDEDA KAVAYE Antoine	Maître de Conférences	En poste
19.	LEKEUFACK FOLEFACK Guy B.	Maître de Conférences	En poste
20.	MAHOB Raymond Joseph	Maître de Conférences	En poste
21.	MBENOUN MASSE Paul Serge	Maître de Conférences	En poste
22.	MEGNEKOU Rosette	Maître de Conférences	En poste
23.	MOUNGANG Luciane Marlyse	Maître de Conférences	En poste
24.	NOAH EWOTI Olive Vivien	Maître de Conférences	En poste

25.	MONY Ruth épouse NTONE	Maître de Conférences	En Poste
26.	MVEYO NDANKEU Yves Patrick	Maître de Conférences	En poste
27.	NGUEGUIM TSOFAK Florence	Maître de Conférences	En poste
28.	NGUEMBOCK	Maître de Conférences	En poste
29.	TAMSA ARFAO Antoine	Maître de Conférences	En poste
30.	TOMBI Jeannette	Maître de Conférences	En poste

31.	AMBADA NDZENGUE GEORGIA ELNA	Chargé de Cours	En poste
32.	BASSOCK BAYIHA Etienne Didier	Chargé de Cours	En poste
33.	ETEME ENAMA Serge	Chargé de Cours	En poste
34.	FEUGANG YOUNSSI François	Chargé de Cours	En poste
35.	FOKAM Alvine Christelle Epse KENGNE	Chargé de Cours	En poste
36.	FOSSI TANKOUA Olivia Epse DJEUTCHOUANG SAYANG	Chargé de Cours	En poste (transfert Uté de Dla)
37.	GONWOUO NONO Legrand	Chargé de Cours	En poste
38.	KOGA MANG DOBARA	Chargé de Cours	En poste
39.	LEME BANOCK Lucie	Chargé de Cours	En poste
40.	MAPON NSANGOU Indou	Chargé de Cours	En poste
41.	METCHI DONFACK MIREILLE FLAURE EPSE GHOUMO	Chargé de Cours	En poste
42.	NGOUATEU KENFACK Omer Bébé	Chargé de Cours	En poste
43.	NJUA Clarisse YAFI	Chargée de Cours	<i>Chef Div. Uté Bamenda</i>
44.	NWANE Philippe Bienvenu	Chargé de Cours	En poste
45.	TADU Zephyrin	Chargé de Cours	En poste
46.	YEDE	Chargé de Cours	En poste
47.	YOUNOUSSA LAME	Chargé de Cours	En poste

48.	KODJOM WANCHE Jacguy Joyce	Assistante	En poste
49.	NDENGUE Jean De Matha	Assistant	En poste
50.	ZEMO GAMO Franklin	Assistant	En poste

3- DÉPARTEMENT DE BIOLOGIE ET PHYSIOLOGIE VÉGÉTALES (BPV) (32)

1.	AMBANG Zachée	Professeur	<i>Chef de Département</i>
2.	DJOCGOUE Pierre François	Professeur	En poste
3.	MBOLO Marie	Professeur	En poste
4.	MOSSEBO Dominique Claude	Professeur	En poste
5.	NDONGO BEKOLO	Professeur	En poste
6.	ZAPFACK Louis	Professeur	En poste

7.	ANGONI Hyacinthe	Maître de Conférences	En poste
----	------------------	-----------------------	----------

8.	BIYE Elvire Hortense	Maître de Conférences	En poste
9.	MAHBOU SOMO TOUKAM. Gabriel	Maître de Conférences	En poste
10.	MALA Armand William	Maître de Conférences	En poste
11.	MBARGA BINDZI Marie Alain	Maître de Conférences	DAAC /UDla
12.	NGALLE Hermine BILLE	Maître de Conférences	En poste
13.	NGONKEU MAGAPTCHE Eddy L.	Maître de Conférences	CT / MINRESI
14.	TONFACK Libert Brice	Maître de Conférences	En poste
15.	TSOATA Esaïe	Maître de Conférences	En poste
16.	ONANA JEAN MICHEL	Maître de Conférences	En poste

17.	DJEUANI Astride Carole	Chargé de Cours	En poste
18.	GONMADGE CHRISTELLE	Chargé de Cours	En poste
19.	MAFFO MAFFO Nicole Liliane	Chargé de Cours	En poste
20.	MANGA NDJAGA JUDE	Chargé de Cours	En poste
21.	NNANGA MEBENGA Ruth Laure	Chargé de Cours	En poste
22.	NOUKEU KOUAKAM Armelle	Chargé de Cours	En poste
23.	NSOM ZAMBO EPSE PIAL ANNIE CLAUDE	Chargé de Cours	<i>En détachement/UNESCO MALI</i>
24.	GODSWILL NTSOMBOH NTSEFONG	Chargé de Cours	En poste
25.	KABELONG BANAHOU Louis-Paul-Roger	Chargé de Cours	En poste
26.	KONO Léon Dieudonné	Chargé de Cours	En poste
27.	LIBALAH Moses BAKONCK	Chargé de Cours	En poste
28.	LIKENG-LI-NGUE Benoit C	Chargé de Cours	En poste
29.	TAEDOUNG Evariste Hermann	Chargé de Cours	En poste
30.	TEMEGNE NONO Carine	Chargé de Cours	En poste
31.	DIDA LONTSI Sylvere Landry	Assistant	En poste
32.	METSEBING Blondo-Pascal	Assistant	En poste

4- DÉPARTEMENT DE CHIMIE INORGANIQUE (CI) (27)

1.	GHOGOMU Paul MINGO	Professeur	<i>Ministre Chargé de Mission PR</i>
2.	NANSEU NJIKI Charles Péguy	Professeur	En poste
3.	NDIFON Peter TEKE	Professeur	CT MINRESI

4.	NENWA Justin	Professeur	En poste
5.	NGOMO Horace MANGA	Professeur	<i>Vice Chancellor/UB</i>
6.	NJIOMOU C. épse DJANGANG	Professeur	En poste
7.	NJOYA Dayirou	Professeur	En poste

8.	ACAYANKA Elie	Maître de Conférences	En poste
9.	EMADAK Alphonse	Maître de Conférences	En poste
10	KAMGANG YUBI Georges	Maître de Conférences	En poste
11	KEMMEGNE MBOUGUEM Jean C.	Maître de Conférences	En poste
12	KENNE DEDZO GUSTAVE	Maître de Conférences	En poste
13	MBEY Jean Aime	Maître de Conférences	En poste
14	NDI NSAMI Julius	Maître de Conférences	<i>Chef de Département</i>
15	NEBAH Née NDOSIRI Bridget NDOYE	Maître de Conférences	<i>Sénatrice/SENAT</i>
16	NYAMEN Linda Dyorisse	Maître de Conférences	En poste
17	PABOUDAM GBAMBIE AWAWOU	Maître de Conférences	En poste
18	TCHAKOUTE KOUAMO Hervé	Maître de Conférences	En poste
19	BELIBI BELIBI Placide Désiré	Maître de Conférences	<i>Chef Service/ ENS Bertoua</i>
20	CHEUMANI YONA Arnaud M.	Maître de Conférences	En poste
21	KOUOTOU DAOUDA	Maître de Conférences	En poste

22.	MAKON Thomas Beauregard	Chargé de Cours	En poste
23.	NCHIMI NONO KATIA	Chargée de Cours	En poste
24.	NJANKWA NJABONG N. Eric	Chargé de Cours	En poste
25.	PATOUOSSA ISSOFA	Chargé de Cours	En poste
26.	SIEWE Jean Mermoz	Chargé de Cours	En Poste
27.	BOYOM TATCHEMO Franck W.	Assistant	En Poste

7	AMBASSA Pantaléon	Maître de Conférences	En poste
8	EYONG Kenneth OBEN	Maître de Conférences	En poste

6- DÉPARTEMENT DE CHIMIE ORGANIQUE (CO) (33)

1.	Alex de Théodore ATCHADE	Professeur	<i>DEPE/Univ. Bertoua</i>
2.	DONGO Etienne	Professeur	<i>Vice-Doyen/FSE/UIYI</i>
3.	NGOUELA Silvère Augustin	Professeur	<i>Chef de Département UDS</i>
4.	PEGNYEMB Dieudonné Emmanuel	Professeur	<i>Recteur UBertoua/ Chef de Département</i>
5.	MBAZOA née DJAMA Céline	Professeur	En poste
6.	MKOUNGA Pierre	Professeur	En poste
9	FOTSO WABO Ghislain	Maître de Conférences	En poste
1	KAMTO Eutrophe Le Doux	Maître de Conférences	En poste
1	KENMOGNE Marguerite	Maître de Conférences	En poste
1	MVOT AKAK CARINE	Maître de Conférences	En poste
1	NGO MBING Joséphine	Maître de Conférences	<i>Chef de Cellule</i>

			<i>MINRESI</i>
1.	NGONO BIKOBO Dominique Serge	Maître de Conférences	<i>C.E.A/ MINESUP</i>
1.	NOTE LOUGBOT Olivier Placide	Maître de Conférences	<i>Dir ENS/Uté Bertoua</i>
1.	NOUNGOUE TCHAMO Diderot	Maître de Conférences	En poste
1.	TABOPDA KUATE Turibio	Maître de Conférences	En poste
1.	TAGATSING FOTSING Maurice	Maître de Conférences	En poste
1.	OUAHOUE WACHE Blandine M.	Maître de Conférences	En poste
2.	ZONDEGOUMBA Ernestine	Maître de Conférences	En poste

21	MESSI Angélique Nicolas	Chargé de Cours	En poste
22	MUNVERA MFIFEN Aristide	Chargé de Cours	En poste
23	NGNINTEDO Dominique	Chargé de Cours	En poste
24	NGOMO Orléans	Chargée de Cours	En poste
25	NONO NONO Éric Carly	Chargé de Cours	En poste
26	OUETE NANTCHOUANG Judith Laure	Chargée de Cours	En poste
27	SIELINOUE TEDJON Valérie	Chargé de Cours	En poste
28	TCHAMGOUE Joseph	Chargé de Cours	En poste
29	TSAFFACK Maurice	Chargé de Cours	En poste
30	TSAMO TONTSA Armelle	Chargé de Cours	En poste
31	TSEMEUGNE Joseph	Chargé de Cours	En poste

32	NDOGO ETEME Olivier	Assistant	En poste
33	NGUEMDJO CHIMEZE Valery Wilfried	Assistant	En poste
6- DEPARTEMENT DES ENERGIES RENOUVELABLES (ER) (1)			
	BODO Bertrand	Professeur	<i>Chef de Département</i>

7- DÉPARTEMENT D'INFORMATIQUE (IN) (22)

1.	ATSA ETOUNDI Roger	Professeur	<i>Chef de Division des SI/ MINESUP</i>
2.	FOUDA NDJODO Marcel Laurent	Professeur	<i>Inspecteur Général Académique/ MINESUP</i>

3.	NDOUNDAM René	Maître de Conférences	En poste
4.	TSOPZE Norbert	Maître de Conférences	En poste

5.	ABESSOLO ALO'O Gislain	Chargé de Cours	<i>Chef de Cellule MINFOPRA</i>
6.	AMINOU HALIDOU	Chargé de Cours	<i>Chef de Département</i>
7.	DJAM Xaviera YOUH - KIMBI	Chargé de Cours	En Poste
8.	DOMGA KOMGUEM Rodrigue	Chargé de Cours	En poste
9.	EBELE Serge Alain	Chargé de Cours	En poste
10.	EKODECK Stéphane Gaël Raymond	Chargé de Cours	En poste
11.	HAMZA Adamou	Chargé de Cours	En poste
12.	JIOMEKONG AZANZI Fidel	Chargé de Cours	En poste
13.	KOUOKAM KOUOKAM E. A.	Chargé de Cours	En poste
14.	MELATAGIA YONTA Paulin	Chargé de Cours	En poste
15.	MESSI NGUELE Thomas	Chargé de Cours	En poste
16.	MONTHE DJIADEU Valery M.	Chargé de Cours	En poste
17.	NZEKON NZEKO'O ARMEL JACQUES	Chargé de Cours	En poste
18.	OLLE OLLE Daniel Claude Georges Delort	Chargé de Cours	<i>Directeur Adjoint ENSET Ebolowa</i>
19.	TAPAMO Hyppolite	Chargé de Cours	En poste

20.	BAYEM Jacques Narcisse	Assistant	En poste
21.	MAKEMBE. S . Oswald	Assistant	<i>Directeur CUTI</i>
22.	NKONDOCK. MI. BAHANACK.N.	Assistant	En poste

8- DÉPARTEMENT DE MATHÉMATIQUES (MA) (34)

1.	AYISSI Raoult Domingo	Professeur	<i>Chef de Département</i>
----	-----------------------	------------	----------------------------

2.	KIANPI Maurice	Maître de Conférences	En poste
3.	MBANG Joseph	Maître de Conférences	En poste
4.	MBEHOU Mohamed	Maître de Conférences	<i>Chef de Division/ENSPY</i>
5.	MBELE BIDIMA Martin Ledoux	Maître de Conférences	<i>Chef de Département de modélisation et applications industrielles/ENSPY</i>
6.	NOUNDJEU Pierre	Maître de Conférences	<i>VDRC/FS/UYI</i>
7.	TAKAM SOH Patrice	Maître de Conférences	En poste
8.	TCHAPNDA NJABO	Maître de	<i>Directeur/AIMS Rwanda</i>

	Sophonie B.	Conférences	
9.	TCHOUNDJA Edgar Landry	Maître de Conférences	En poste

10	AGHOUKENG JIOFACK Jean Gérard	Chargé de Cours	<i>Chef Cellule MINEPAT</i>
11	BOGSO ANTOINE Marie	Chargé de Cours	En poste
12	BITYE MVONDO Esther	Chargé de Cours	En poste
13	CHENDJOU Gilbert	Chargé de Cours	En poste
14	DJIADEU NGAHA Michel	Chargé de Cours	En poste
15	DOUANLA YONTA Herman	Chargé de Cours	En poste
16	KIKI Maxime Armand	Chargé de Cours	En poste
17	KOKOMO AYISSI Eric Brice	Chargé de Cours	En poste(transfert de l'université de Douala)
18	LOUMNGAM KAMGA Victor	Chargé de Cours	En poste
19	MBAKOP Guy Merlin	Chargé de Cours	En poste
20	MBATAKOU Salomon Joseph	Chargé de Cours	En poste
21	MENGUE MENGUE David Joël	Chargé de Cours	<i>Chef Dpt /ENS Université d'Ebolowa</i>
22	MBIAKOP Hilaire George	Chargé de Cours	En poste
23	NGUEFACK Bernard	Chargé de Cours	En poste
24	NIMPA PEFOUKEU Romain	Chargée de Cours	En poste
25	OGADOA AMASSAYOGA	Chargée de Cours	En poste
26	POLA DOUNDOU Emmanuel	Chargé de Cours	<i>En stage</i>
27	TENKEU JEUFACK Yannick Léa	Chargé de Cours	En poste
28	TCHEUTIA Daniel Duviol	Chargé de Cours	En poste
29	TETSADJIO TCHILEPECK M. Eric.	Chargé de Cours	En poste

30	FOKAM Jean Marcel	Assistant	En poste
31	GUIDZAVAI KOUCHERE Albert	Assistant	En poste
32	MANN MANYOMBE Martin Luther	Assistant	En poste
33	MEFENZA NOUNTU Thiery	Assistant	En poste
34	NYOUMBI DLEUNA Christelle	Assistant	En poste
9- DÉPARTEMENT DE MICROBIOLOGIE (MIB) (24)			

1.	ESSIA NGANG Jean Justin	Professeur	<i>Chef de Département</i>
2.	NYEGUE Maximilienne	Professeur	<i>Vice-Doyen / DSSE</i>

	Ascension		
3.	SADO KAMDEM Sylvain Leroy	Professeur	En poste

4.	ASSAM ASSAM Jean Paul	Maître de Conférences	En poste
5.	BOUGNOM Blaise Pascal	Maître de Conférences	En poste
6.	KOUITCHEU MABEKU Epse KOUAM Laure Brigitte	Maître de Conférences	En poste
7.	MUNE MUNE Martin Alain	Maître de Conférences	En poste
8.	RIWOM Sara Honorine	Maître de Conférences	En poste
9.	NJIKI BIKOÏ Jacky	Maître de Conférences	En poste
10	TCHIKOUA Roger	Maître de Conférences	<i>Chef de Service de la Scolarité</i>

11	ESSONO Damien Marie	Chargé de Cours	En poste
12	LAMYE Glory MOH	Chargé de Cours	En poste
13	MEYIN A EBONG Solange	Chargé de Cours	En poste
14	MONI NDEDI Esther Del Florence	Chargé de Cours	En poste
15	NKOUDOU ZE Nardis	Chargé de Cours	En poste
16	NKOUÉ TONG Abraham	Chargé de Cours	En poste
17	TAMATCHO KWEYANG Blandine Pulchérie	Chargé de Cours	En poste
18	SAKE NGANE Carole Stéphanie	Chargé de Cours	En poste
19	TOBOLBAÏ Richard	Chargé de Cours	En poste

20	EZO'O MENGO Fabrice Téléstor	Assistant	En poste
21	EHETH Jean Samuel	Assistant	En poste
22	MAYI Marie Paule Audrey	Assistant	En poste
23	NGOUE NAM Romial Joël	Assistant	En poste

24	NJAPNDOUNKE Bilkissou	Assistant	En poste
----	-----------------------	-----------	----------

10. DEPARTEMENT DE PHYSIQUE (PHY) (42)

1.	BEN- BOLIE Germain Hubert	Professeur	En poste
2.	BIYA MOTTO Frédéric	Professeur	<i>DG/HYDRO Mekin</i>
3.	DJUIDJE KENMOE épouse ALOYEM	Professeur	En poste
4.	EKOBENA FOU DA Henri Paul	Professeur	<i>Vice-Recteur. Uté Ngaoundéré</i>
5.	ESSIMBI ZOBO Bernard	Professeur	En poste
6.	EYEBE FOU DA Jean sire	Professeur	En poste
7.	HONA Jacques	Professeur	En poste
8.	NANA ENGO Serge Guy	Professeur	En poste
9.	NANA NBENDJO Blaise	Professeur	En poste
10.	NDJAKA Jean Marie Bienvenu	Professeur	<i>Chef de Département</i>
11.	NJANDJOCK NOUCK Philippe	Professeur	En poste
12.	SAIDOU	Professeur	<i>Chef de centre/IRGM/MINRESI</i>
13.	SIMO Elie	Professeur	En poste
14.	TABOD Charles TABOD	Professeur	<i>Doyen FSUniv/Bda</i>
15.	TCHAWOUA Clément	Professeur	En poste
16.	WOAFO Paul	Professeur	En poste
17.	ZEKENG Serge Sylvain	Professeur	En poste

18.	ENYEGUE A NYAM épse BELINGA	Maître de Conférences	<i>Chef de Division de la formation continue et à distance/ENSPY</i>
19.	FEWO Serge Ibraïd	Maître de Conférences	En poste
20.	FOUEJIO David	Maître de Conférences	<i>Chef Cell/ MINADER</i>
21.	MBINACK Clément	Maître de Conférences	En poste
22.	MBONO SAMBA Yves Christian U.	Maître de Conférences	En poste
23.	MELI'I Joelle Larissa	Maître de Conférences	En poste
24.	MVOGO ALAIN	Maître de Conférences	En poste
25.	NDOP Joseph	Maître de Conférences	En poste
26.	SIEWE SIEWE Martin	Maître de Conférences	En poste
27.	VONDOU Derbetini	Maître de	En poste

	Appolinaire	Conférences	
28.	WAKATA née BEYA Annie Sylvie	Maître de Conférences	<i>Directeur/ENS/UYI</i>
29.	WOULACHE Rosalie Laure	Maître de Conférences	<i>En stage depuis février 2023</i>
30.	ABDOURAHIMI	Chargé de Cours	En poste
31.	AYISSI EYEBE Guy François Valérie	Chargé de Cours	En poste
32.	CHAMANI Roméo	Chargé de Cours	En poste
33.	DJIOTANG TCHOTCHOU Lucie Angennes	Chargée de Cours	En poste
34.	EDONGUE HERVAIS	Chargé de Cours	En poste
35.	KAMENI NEMATCHOUA Modeste	Chargé de Cours	En poste
36.	LAMARA Maurice	Chargé de Cours	En poste
37.	NGA ONGODO Dieudonné	Chargé de Cours	En poste
38.	OTTOU ABE Martin Thierry	Chargé de Cours	<i>Directeur Unité de production des réactifs/IMPM</i>
39.	TEYOU NGOUPO Ariel	Chargé de Cours	En poste
40.	TOGUEU MOTCHEYO Alain Bertrand	Chargé de Cours	En poste
41.	WANDJI NYAMSI William	Chargé de Cours	En poste
42.	SOUFFO TAGUEU Merimé	Assistant	En poste

11- DÉPARTEMENT DE SCIENCES DE LA TERRE (ST) (34)

1.	EKOMANE Emile	Professeur	<i>Chef Div./Uté Ebolowa</i>
2.	GANNO Sylvestre	Professeur	En poste
3.	NDJIGUI Paul-Désiré	Professeur	<i>Vice-Doyen /DPSAA</i>
4.	NGOS III Simon	Professeur	En poste
5.	NKOUMBOU Charles	Professeur	En poste
6.	ONANA Vincent Laurent	Professeur	<i>Chef de Département/Uté. Eb.</i>
7.	YENE ATANGANA Joseph Q.	Professeur	<i>Chef Div. /MINTP</i>

8.	BISSO Dieudonné	Maître de Conférences	<i>Chef de Département</i>
9.	Elisé SABABA	Maitre de Conférences	En poste
10.	EYONG John TAKEM	Maître de Conférences	En poste
11.	FUH Calistus Gentry	Maître de Conférences	<i>Sec. D'Etat/MINMIDT(ai)</i>
12.	MBIDA YEM	Maitre de Conférences	En poste
13.	MBESSE Cécile Olive	Maitre de Conférences	En poste

14.	METANG Victor	Maître de Conférences	En poste
15.	NGO BIDJECK Louise Marie	Maître de Conférences	En poste
16.	NGUEUTCHOUA Gabriel	Maître de Conférences	<i>CEA/MINRESI</i>
17.	NJILAH Isaac KONFOR	Maître de Conférences	En poste
18.	TCHAKOUNTE Jacqueline épouse NUMBEM	Maître de Conférences	<i>Chef. Cell /MINRESI</i>
19.	TCHOUANKOUE Jean-Pierre	Maître de Conférences	En poste
20.	TEMGA Jean Pierre	Maître de Conférences	En poste
21.	ZO'O ZAME Philémon	Maître de Conférences	<i>DG/ART</i>

22.	ANABA ONANA Achille Basile	Chargé de Cours	En poste
23.	BEKOA Etienne	Chargé de Cours	En poste
24.	MAMDEM TAMTO Lionelle Estelle, épouse BITOM	Chargée de Cours	En poste
25.	NGO BELNOUN Rose Noël	Chargée de Cours	En poste
26.	NGO'O ZE ARNAUD	Chargé de Cours	En poste
27.	NOMO NEGUE Emmanuel	Chargé de Cours	En poste
28.	NTSAMA ATANGANA Jacqueline	Chargée de Cours	En poste
29.	TCHAPTCHET TCHATO De P.	Chargé de Cours	En poste
30.	TEHNA Nathanaël	Chargé de Cours	En poste
31.	FEUMBA Roger	Chargé de Cours	En poste
32.	MBANGA NYOBE Jules	Chargé de Cours	En poste

33.	KOAH NA LEBOGO Serge P.	Assistant	En poste
34.	TENE DJOUKAM Joëlle Flore, épouse KOUANKAP NONO	Assistante	En poste

Répartition chiffrée des Enseignants de la Faculté des Sciences de l'Université de Yaoundé I

NOMBRE D'ENSEIGNANTS

DÉPARTEMENT	Professeurs	Maîtres de Conférences	Chargés de Cours	Assistants	Total
BCH	08 (01)	22 (13)	08 (03)	06 (04)	44 (20)
BPA	11 (01)	19 (09)	16 (05)	03 (01)	49 (16)
BPV	06 (01)	10 (02)	14 (07)	02 (00)	32 (10)
CI	07 (01)	14 (03)	05 (01)	01 (00)	27 (05)
CO	06 (01)	14 (05)	11 (03)	02 (00)	33 (09)

ER	01 (00)		/	/	01 (0)
IN	02 (00)	02 (00)	15 (01)	03 (00)	22 (01)
MAT	01 (00)	08 (00)	20 (01)	05 (01)	34 (02)
MIB	03 (01)	07 (03)	09 (05)	05 (02)	24 (11)
PHY	17 (01)	12 (04)	12 (01)	01 (00)	42 (06)
ST	07 (00)	14 (03)	11 (03)	02 (01)	34 (07)
Total	69 (07)	122 (42)	121 (30)	30 (09)	342 (88)

Soit un total de

342 (88) dont :

- Professeurs	69 (07)
- Maîtres de Conférences	123 (41)
- Chargés de Cours	120 (30)
- Assistants	30 (09)

() = Nombre de Femmes

88

ENSEIGNANTS SOUS CONTRAT DE COLLABORATION

1.	BELL JOSEPH MARTIN	547019U	17/06/1957	Sakbayeme	M	10/11/1986	RETRAITE - CONTRAT DE COLLABORATION	PR
2.	DJOUFAC WOUNFO EMMANUEL	547069Z	09/01/1957	Ngaoundéré	M	04/05/1990	RETRAITE - CONTRAT DE COLLABORATION	PR
3.	ELIMBI ANOINE.	546958X	30/11/1955		M		RETRAITE - CONTRAT DE COLLABORATION	PR
4.	FOMENA ABRAHAM	546778X	10/11/1958	Batcham	M	01/12/1986	RETRAITE - CONTRAT DE COLLABORATION	PR
5.	GHOGOMU TIH RAPH	547004-K	23/12/1956	BAMBALANG	M	13/10/1982	RETRAITE - CONTRAT DE COLLABORATION	PR
6.	KAMTCHOUING PIERRES	143299X	13/09/1955	Nkongsamba	M	01/10/1988	RETRAITE - CONTRAT DE COLLABORATION	PR
7.	LAMINSI SAMUEL	143149J	30/12/1953		M		RETRAITE - CONTRAT DE COLLABORATION	PR
8.	NGADJUI TCHALEU BONAVENTURE	546959-G	15/09/1953	FONTSIGA	M	12/08/1982	RETRAITE - CONTRAT DE COLLABORATION	PR
9.	NGO BILONG ANASTASIE épse TIH	546164-I	27/12/1955	MBANGA	F	28/07/2000	RETRAITE - CONTRAT DE COLLABORATION	MC

10.	NKENGFAK EPHRAIM AUGUSTIN	546948-F	17/06/1955	YAOUNDE	M	01/09/1983	RETRAITE - CONTRAT DE COLLABORATION	PR
11.	NDIKONTAR MAURICE KOR	169784G	09/05/1958	Mbaa	M	10/01/1991	RETRAITE - CONTRAT DE COLLABORATION-EN COURS DE SIGNATURE	PR
12.	NJIOKOU FLOBERT	547321H	11/06/1958	Nkongsamba	M	03/05/1993	RETRAITE - CONTRAT DE COLLABORATION-EN COURS DE SIGNATURE	PR
13.	BENG NEE NINTCHOM PENLAP VERONIQUE	546643B	07/01/1957	Melong I	F	02/10/1992	RETRAITE-CONTRAT DE COLLABORATION	PR
14.	FOKOU ELIE	546725J	08/06/1957	Fiéla- Bamendjinda	M	01/04/1988	RETRAITE-CONTRAT DE COLLABORATION-EN COURS DE FINALISATION	PR
15.	TCHOUANKEU JEAN CLAUDE	547295-E	06/01/1959	Douala	M	01/12/1989	RETRAITE-CONTRAT DE COLLABORATION-EN COURS DE FINALISATION	PR
16.	BOYOMO ONANA						CONTRATS TRAITES LORS DU CONSEIL D'UNIVERSITE DU 12 JUILLET 2024	MC
17.	WANDJI JEAN	162242M	09/06/1958	Bangou	M			UYI
18.	YOUMBI EMMANUEL	547332Z	12/02/1959	Bangou	M	Bangou		PR
19.	NGODO MELINGUI JEAN	500475X	05/09/1958	Endoum		20/10/2005		MC
20.	KOFANE TIMOLEON CREPIN							PR
21.	NGAMENI EMMANUEL	547277-C	24/04/1959	Mbanga	M			PR
22.	BITOM DIEUDONNE	547050X	23/11/1958	Ambam	M			PR

DEDICACE

A mes parents

*NZOUNGOUANG Yvonne,
LEKANE Pascal*

ET ma Défunte sœur

Nguefack Lekane Edwige Inès

REMERCIEMENTS

Cette thèse a été réalisée au sein de l'Unité de Chimie Macromoléculaire du Laboratoire de Chimie Inorganique Appliquée de l'Université de Yaoundé 1. Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance au Professeur NDIKONTAR Maurice KOR, Directeur de cette thèse et Chef de l'Unité, pour m'avoir accepté au laboratoire depuis le Master, pour la confiance qu'il m'a accordé en acceptant de diriger ce travail, pour les discussions scientifiques et tous les conseils pertinents.

Je remercie le Chef de Département de Chimie Inorganique de l'Université de Yaoundé I, le Professeur NDI Julius NSAMI, pour sa disponibilité et son aide.

Je remercie le Professeur CHEUMANI YONA Arnaud Maxime, pour son aide tant morale, intellectuelle que financière et la confiance qu'il a placée en moi, pour sa disponibilité, le suivi et l'orientation durant les différentes étapes de la réalisation de ce travail, vous m'avez inspiré à donner le meilleur de moi-même.

Je remercie également le Professeur NDINTEH Derek de l'Université de Johannesburg en Afrique du Sud (Centre de recherche sur les produits naturels), pour l'intérêt accordé à ce travail et pour avoir accepté de financer certaines analyses pour l'aboutissement de ce travail de thèse.

Je remercie aimablement le Docteur SAHA TCHINDA Jean Bosco, pour son attention particulière à l'égard de ce travail. Pour les discussions scientifiques très enrichissantes sur mon sujet de thèse. Votre aide et vos multiples conseils m'ont été très précieux.

Je remercie aussi les docteurs SANGO Thomas, CHIMENI YOMENI Désiré, KUETE Martial Aimé et KANEMOTO Stanley pour leurs conseils moraux et les différents échanges scientifiques qui ont permis d'améliorer la qualité de ce travail.

J'adresse mes remerciements aux membres du jury pour l'honneur qu'ils me font en acceptant de juger ce travail.

Je tiens à remercier mes camarades de paillasse particulièrement TSAGUE Lucioni, AMATATEYOU Charles, NGA Josiane, NNANGA Justin et ABO Tatiane, l'ensemble de l'équipe de Chimie Macromoléculaire. Merci aux amis fidèles et en particulier MINKENG Donald, DJOUFACK Raoul et LEMBE Tonga Jordan.

Je remercie particulièrement mon ami, mon mentor, mon binôme d'étude, la défunte CHESSEU MOUNGANG Darryle de m'avoir encouragé à m'inscrire en cycle recherche au Département de Chimie Inorganique.

Je remercie grandement ma famille pour tous les encouragements et leur indéfectible soutien.

SOMMAIRE

LISTE PROTOCOLAIRE.....	ii
DEDICACE.....	xvii
REMERCIEMENTS	xviii
SOMMAIRE	xx
LISTE DES ABREVIATIONS	xxiv
LISTE DES TABLEAUX.....	xxvi
LISTE DES FIGURES.....	xxvii
INTRODUCTION GENERALE.....	xxxii
CHAPITRE 1. REVUE DE LA LITTERATURE	4
1.1 Contexte bibliographique	4
1.2 Valorisation des ressources végétales	4
1.3 Anatomie du bois	5
1.3.1 Structure macroscopique.....	5
1.3.2 Structure microscopique.....	6
1.4 Propriétés chimiques du bois.....	7
1.4.1 Composition élémentaire du bois.....	7
1.4.2 Composition chimique selon la classe de quelques ressources végétales.....	7
1.5 Généralité sur le bois d'eteng (Ceiba pentandra).....	13
1.5.1 Présentation botanique de l'arbre.....	13
1.6 Procédés de délignifications.....	14
1.6.1 Procédés conventionnelles	14
1.6.2 Délignification à partir de l'acide formique (AF), acide acétique (AA) et l'eau (Wa)	18
1.6.3 L'indice d'appréciation de la délignification	19
1.7 Les méthodes de blanchiments.....	19
1.7.1 Oxydation à l'hydrogène peroxyde plus soude.....	20
1.7.2 Oxydation au sodium chlorite	21
1.8 L'hydrolyse par voie acide de la cellulose	21

1.8.1 Généralités.....	21
1.8.2 Méthodes d'obtention des microcristaux de celluloses.....	22
1.9 Généralités sur les biocomposites	23
1.9.1 Définition	23
1.9.2 Matière premier (Manioc)	24
1.9.3 L'amidon	25
1.9.4 Les charges	27
1.9.5 Le plastifiant.....	28
1.9.6 La gomme.....	28
CHAPITRE 2. MATERIELS ET METHODES	30
2.1 Matériels.....	30
2.1.1 Bois d'eteng.....	30
2.1.2. Amidon de manioc	31
2.1.3 Gomme naturelle (Exsuda d'acacia)	32
2.1.4 Produits chimiques	32
2.2 Méthodes et caractérisations	33
2.2.1 Caractérisations physico-chimiques.....	33
2.2.2. Analyses chimiques.....	34
2.3 Techniques de délignifications et méthodes de blanchiment de la pâte.....	38
2.3.1 Délignification par la méthode Kraft	39
2.3.2 Délignification à l'éthanol-soude	39
2.3.3 Délignification par procédé acide formique/acide acétique/eau)	40
2.3.4 Degré de blanchiment (nombre Kappa)	41
2.3.5 Blanchiment de la pâte délignifiée	41
2.3.6 Étude du jaunissement de la pâte	42
2.3.7 Purification de la pâte par une solution de sodium chlorate	43
2.4 Préparation des cristaux de cellulose par voie acide (H ₂ SO ₄).....	43
2.5 Préparation des films biocomposites.....	45

2.6 Techniques de caractérisations de la cellulose, de la cellulose hydrolysée et des films biocomposites.....	46
2.6.1 Détermination de la densité surfacique	46
2.6.2 Taux d'humidité relative	47
2.6.3 Taux de gonflement.....	47
2.6.4 Test d'enfouissement (biodégradation).....	47
2.6.5 Spectroscopie ultraviolette-visible (UV-Vis).....	48
2.6.6 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	48
2.6.7 Analyse thermogravimétrique	49
2.6.8 Energie d'activation (Ea)	49
2.6.9 Microscopie électronique à balayage (MEB).....	49
2.6.10 Diffractométrie des rayons X (DRX)	50
2.6.11 Analyse mécanique	51
CHAPITRE 3. RESULTATS ET DISCUSSION	53
3.1 Délignification et caractérisation de la cellulose extraite du bois d'eteng.....	53
3.1.1 Caractérisation de la sciure de bois	53
3.1.2 Caractérisation de la cellulose extraite.....	55
3.1.3 Étude des paramètres de délignification des résidus de bois d'eteng	59
3.1.4 Détermination de l'indice Kappa	67
3.2 Caractérisation de la pâte délignifiée	70
3.2.1 Capacité de rétention d'eau	70
3.2.2 Analyse FTIR	71
3.2.3 Analyses thermiques	73
3.2.4 Analyse par diffraction de rayons X (DRX)	74
3.2.5 Microscopie électronique à balayage (MEB).....	75
3.3 Caractérisation physique de la cellulose hydrolysée par voie acide	76
3.3.1 Rendement d'hydrolyse de la pâte hydrolysée.....	76
3.3.2 Analyses FTIR de la Cell3 hydrolysée à différents pourcentages de puretés	77
3.3.3 Diffractogramme DRX de la Cell ₃ hydrolysée à différents pourcentages	79

3.3.4 Analyses thermiques des celluloses hydrolysée et la cellulose native	80
3.4 Caractérisation de la gomme ainsi que des composites thermoplastiques	82
3.4.1 Caractérisations de la gomme	82
3.5 Caractérisation des films biocomposites	84
3.5.1 Étude de la résistance d'eau des biofilms.....	85
3.5.2 Spectres FTIR des biofilms d'amidon.....	86
3.5.3 Analyses thermiques des films bioplastiques.....	87
3.5.4 Analyse DSC des films bioplastiques	89
3.5.5 Diffractogramme DRX des films biocomposites	92
3.5.6 Caractérisation mécaniques des films bioplastiques	93
3.5.7 Test de biodégradation	95
3.5.8 Rugosité de surface	96
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	98
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	100
Annexe 1	a
Annexe 2	d
Annexe 3	f

LISTE DES ABREVIATIONS

AA :	Acide acétique
ACH :	Acide cellulose hydrolysée
AF :	Acide formique
AGR :	Anhydroglucopyranose
AQ :	Anthraquinone
ATG :	Analyse thermogravimétrique
C _e :	Taux de cendre
CIMV :	Compagnie Industrielle de la matière végétale
CNC :	Nanocellulose
CNF :	Cellulose nanofibrille
CO :	Carbonyle
CRE :	Capacité de rétention d'eau
Da :	Densité apparente
DCS :	Densité de charge sulfacique
DINP :	Diisononyle phtalate
DMSO :	Diméthylsulfoxyde
DOP :	Phtalate de dioctyle
DOTP :	Téréphtalate de dioctyle
DP :	Degré de polymérisation
Dr :	Densité réelle
DRX :	Diffraction des rayons x ;
DSC :	Calorimétrie différentielle à balayage
FTIR :	Infrarouge à transformée de Fourier

H : Taux d'humidité

HR : Humidité relative

MEB : Microscope électronique à balayage

MET : Microscope électronique à transmission

OCDE : Organisation de la coopération et du développement économique

OIBT : Organisation internationale des bois tropicaux

P : Porosité

PVC : Vinyle polychlorure

UV : Ultra-violet

TAPPI: Technical Association of the Pulp and Paper Industry

T_g : Température de transition vitreuse

Wa : Eau

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I : La composition chimique de quelques ressources végétales	8
Tableau II : Principaux procédés " Organosolv"	17
Tableau III : les différents types de celluloses obtenues par hydrolyses acide	22
Tableau IV : les paramètres optimaux employés pour obtention de la pâte Kraft	39
Tableau V. Matériaux pour extraction à l'éthanol : Eau (60 :40 ; v/v) plus 15% de soude en masse	40
Tableau VI. Composition des différentes formulations préparées	46
Tableau VII : Paramètres des résultats physiques de la sciure de bois	53
Tableau VIII : Comparaison de la capacité de rétention d'eau de la cellulose obtenue par étude chimique et la cellulose de coton	56
Tableau IX: L'énergie d'activation obtenue grâce à l'équation d'Arrhenius sur la sciure délignifiée en fonction de la température	63
Tableau X. Influence du solvant sur le taux de lignine insoluble et soluble dans la pâte délignifiée	64
Tableau XI : Évaluation de la quantité de carbonyle présente dans la pâte blanchie à H ₂ O ₂ /NaOH	69
Tableau XII. Capacité de rétention d'eau (CRE) de la cellulose extraite, blanchie et purifiée. .	71
Tableau XIII : Affectation des principales bandes de vibration du spectre FTIR de la cellulose du bois <i>Ceiba pentandra</i>	72
Tableau XIV: Paramètres structurels récapitulés de l'échantillon brut et des celluloses obtenues	75
Tableau XV : Attribution des principaux spectres de bandes de vibration FTIR de la cellulose hydrolysée et la cellulose délignifiée	78
Tableau XVI. La taille latérale (L2.0.0), largeur à mi-hauteur (LMH) et taux de cristallinité des ACHs (CrI).....	80
Tableau XVII : Énergie d'activation (E _a) et température de la dégradation (T _d) de la cellulose (Cell) et de la cellulose hydrolysée (ACH)	81
Tableau XVIII : Affectation des principales bandes de vibration FTIR des biofilms	86
Tableau XIX: Températures de dégradation (T _d) et stabilité thermique des biofilms (ST).....	88
Tableau XX : Energie d'activation des biofilms d'amidon.....	88
Tableau XXI : Données thermiques obtenues en analyse DSC des mélanges AN, ANG, ABG, ANBG.....	91
Tableau XXII : Données de modules d'Young, contrainte et allongements à la rupture à différentes formulations avec et sans gomme	94

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Coupe transversale du tronc de l'arbre.	6
Figure 2 : La structure microscopique du bois	6
Figure 3: Structure de la cellulose	9
Figure 5: Monomère en chaîne d'hémicellulose dans la cellule végétale	10
Figure 6 : Structure d'hémicellulose de type xylanes (bois feuillus)	10
Figure 7: Monomères de bases de la lignine	11
Figure 8 : Les différents types de liaisons lignine- holocellulose rencontrées dans le bois	12
Figure 9 : Structure d'un fragment de lignine	12
Figure 10 : Bois ligneux (Région du Centre , Cameroun) : Ceiba pentandra	13
Figure 12: Réaction de sulfonation (R = polysaccharide).....	15
Figure 13 : Réaction chimique de délignification à partir de l'acide Formique dans l'eau	18
Figure 14 : Disposition des molécules macromoléculaires	18
Figure 15 : Oxydation de l'hydroxyde primaire du carbone en C ₆ à partir d'une solution d'acide sulfurique.....	23
Figure 16 : Matière première utilisée comme renfort dans les matériaux polymères	23
Figure 17: Zone de culture du manioc	24
Figure 18 : Les deux variétés de manioc au Cameroun	25
Figure 19 : Structure de l'amylose	26
Figure 20 : Structure d'amylopectine.....	27
Figure 21: Structure géométrie de la bentonite nanoclay	28
Figure 22 : Structure de la gomme d'exsudat d'acacia	29
Figure 23 : Texture de bois d'eteng scié	30
Figure 24: Présentation des poudres de bios d'eteng obtenues grâce aux fragments de bios (A) au broyeur (B) et aux tamis (C)	31
Figure 25 : Amidon extrait du manioc amer	31
Figure 26 : Spectre infrarouge des échantillons d'amidon témoin (l'amidon extrait au laboratoire de Chimie Macromoléculaire)	32
Figure 27 : Schéma présentant la coagulation de la serve d'arbre d'exsudat (Vachellia nilotica-latex)	32
Figure 28 : Schéma du principe de détermination de la masse apparente.....	34
Figure 29 : Procédé simplifié de la délignification	40
Figure 30: Délignification de la sciure de bois (1. Sciure de bois brut ; 2. Sciure délignifiée) ..	41

Figure 31 : Préparation de la liqueur pour dosage de l'indice CO à partir du nitrate d'argent ..	42
Figure 32 : La présentation de celluloses hydrolysées obtenues après dispersion à l'ultrason et séchées par lyophilisation.....	44
Figure 33 : Matières premières pour formulation des composites (a : Gomme à l'état solide, b : Gomme broyée, c : Bentonite, d : Amidon, e : sodium carbonate, f : ACH).....	45
Figure 34 : Dimension de l'éprouvette pour essai de traction en forme d'haltère	51
Figure 35 : Machine d'essais de traction.....	52
Figure 36 : Images de différents extraits de composition chimique (A. poudre de bois 160µm, B. extrait CH ₃ CH ₂ OH/C ₆ H ₆ et H ₂ O, C. Extrait EDTA/CH ₃ COOH, D. Extrait H ₂ O ₂ /CH ₃ COONa/ et NaOH.....	54
Figure 37: Affectation des composés dans les sciures de bois d'eteng.....	54
Figure 38 : Spectre infrarouge de la cellulose extraite par étude chimique	56
Figure 39 : Courbe ATG et DTG de la cellulose	57
Figure 40 : Microscopie électronique à balayage (MEB) du résidu brut et de la cellulose obtenue par étude chimique	58
Figure 41: DRX de la cellulose extraite	59
Figure 42 : Influence du temps sur le taux de délignification à différentes concentrations dans le système de solution acide. (a. Traitement avec 50% de AF), (b. avec 40% de AF) et (c. avec 20% de AF).....	60
Figure 43: Spectre UV Visible des solutions issues de différents traitements à 107 et 150°C : Cell ₁ (20 :30 :50), Cell ₂ (40 :40 :20), Cell ₃ 50 :30 :20) et Cell ₀ (CH ₃ CH ₂ OH : NaOH)....	61
Figure 44: L'effet de température sur le taux de délignification des résidus du bois à différentes concentrations.....	63
Figure 45: Taux des résidus extraits sur la biomasse lignocellulosique en fonction de la température et différents procédés: Cell ₁ (20 :30 :50, 107°C), Cell ₂ (40 :40 :20 , 107°C), Cell ₃ (50 :30 :20 , 107°C), Cell ₀ (60 :40 , 150°C) et Kraft (170°C)	65
Figure 46 : Rendement de la pâte obtenue après délignification des résidus de bois	66
Figure 47 : Influence de la température sur le rendement de la pâte de délignification	67
Figure 48 : Nombre Kappa de l'échantillon d'eteng obtenu après traitement dans les différents solvants acides et basiques	68
Figure 49 : L'aspect physique de la pâte blanchie à l'eau oxygénée/soude.....	69
Figure 50 : Réaction de condensation	69
Figure 51 : L'aspect physique de la pâte blanchie et purifiée.....	70

Figure 52: Spectres FTIR de cellulose de bois d'eteng blanchie obtenus dans différents traitement acide : FA: AA:Wa (Cell ₁) 20:30:50, (Cell ₂) 40:40:20, (Cell ₃) 50:30:20 à 107°C, 180 min, basique : Cell ₀ est de la cellulose obtenue à 150°C, 180 min. et (Ref) une cellulose commerciale	72
Figure 53 : Les courbes TGA (a) ; DTG (b) du bois d'eteng brut et des celluloses obtenues.....	73
Figure 54: Diagrammes de rayons X du bois brut, des résidus délignifiés (Cell ₃ et Cell ₀) et la cellulose commerciale (Ref).....	74
Figure 55 : Images MEB de résidus de bois brute et cellulose obtenus à partir d'un prétraitement à trois étapes à la solution acide (AF : AA : Wa) et basique, Blanchie à H ₂ O ₂ /NaOH et purifiée au NaClO ₃ et de la cellulose commerciale	75
Figure 56: La morphologie de la cellulose hydrolysée : MEB (H ₂ SO ₄ (50%) = ACH ₁ , H ₂ SO ₄ (55%) = ACH ₂ , H ₂ SO ₄ (60%) = ACH ₃)	77
Figure 57: L'image MET de la cellulose hydrolysée à 60%, lyophilisé et dissous dans du méthanol pour une prise d'image.....	77
Figure 58 : Spectres FTIR de la cellulose délignifiée et la cellulose hydrolysée (ACH)	78
Figure 59: Diffractogramme DRX de Cell et ACH à différentes concentrations	79
Figure 60: Courbes ATG et DTG pour Cell et ACH	80
Figure 61 : Spectre FTIR de la gomme (d'acacia) et de cellulose native	82
Figure 62 : Diffractogramme DRX de la gomme	83
Figure 63 : Courbes d'ATG et de DTG de la gomme.....	84
Figure 64: Absorption de l'humidité des composites bioplastiques testés dans l'eau à pH neutre.	85
Figure 65 : Spectre FTIR des films biofilms.....	86
Figure 66 : Analyse thermique de films d'amidon.....	87
Figure 67: Diagramme de Broido des composites bioplastiques obtenus.....	89
Figure 68 : Description de la méthode DSC	90
Figure 69 : Thermogramme DSC des films biocomposites (a et c) 10°C et b (-10°C).....	91
Figure 70 : Le spectre DRX des films composites à différentes formulations	92
Figure 71 : Taux de cristallinité des films bioplastiques.....	93
Figure 72: Courbe de contrainte-déformation des composites bioplastiques étirés à 25°C, V= 10 k/min.....	94
Figure 73 : Le taux de dégradation des films bioplastiques AN (10 : 01 : 00: 00), ANG (10: 01: 00: 01), ABG (10: 00: 03: 01) et ANAG (10: 01: 03: 01) testé à 76% d'humidité à 27°C et 85% d'humidité (20 et 30 J).....	95

Figure 74 : Surface de la couche extérieure et intérieure de biofilms avant (A) et après 3 J (B), 7 J (C) et 15 J (D) d'enfouissement à 76% d'humidité relative à 27°C **96**

Figure 75: Paramètre de rugosité de différent traitement de surface **97**

RESUME

Ce travail a porté sur l'analyse du potentiel de la cellulose obtenue par éco-procédé et la gomme d'acacia utilisée comme durcisseur dans la formulation des biofilms à base d'amidon de manioc. Les biofilms ont été préparés par moulage en utilisant de la cellulose hydrolysée à l'acide (ACH), la bentonite comme charge de renforcement et la gomme comme additif naturelle. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), les analyses thermogravimétriques (ATG), la diffraction des rayons X (DRX), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), les essais de contrainte-déformation mécanique, la biodégradation par sol et les essais d'absorption d'humidité ont été utilisés pour caractériser les biofilms obtenus. Les analyses FTIR et DRX ont mis en évidence la présence de la cellulose oxydée, la gomme d'acacia et de bentonite additives dans le thermoplastique dérivée d'amidon. L'analyse thermique a indiqué une augmentation de la transition vitreuse (T_g) et de la température de fusion (T_m) lorsque la gomme d'acacia et/ou la bentonite sont ajoutées au plastique de référence amidon-cellulose hydrolysée acide (AN). De plus, l'adsorption d'humidité est réduite de 10% et 18% respectivement après l'ajout de gomme arabique et de bentonite combinée-ACH dans le biofilms de de référence. Un essai de biodégradation réalisé dans un sol latéritique de Mbalmayo à pH 5,1 a montré une faible dégradation de tous les films composites par rapport à AN. Toutes ces observations concordent avec le durcissement du composite attribué à la gomme arabique et aux couches de bentonite minérale. Ce durcissement est associé à l'interaction additive avec la matrice d'amidon, qui augmente les liaisons H. En l'absence de gomme arabique, la contrainte atteint 2 MPa ; le module de plasticité est de 40 MPa, et plus avec la gomme arabique, dont les valeurs atteignent 7 MPa pour une contrainte de module de 150 MPa. La gomme arabique s'avère être un durcisseur améliorant la résistance mécanique, les propriétés thermique et cristallines, l'adsorption d'humidité et la biodégradation des plastiques biocomposites à base d'amidon de manioc.

Mots clés : Délignification. Amidon de manioc. Cellulose. Biofilms. Acacia gum, Biodegradation

ABSTRACT

This work focused on analyzing the potential of cellulose obtained through an eco-process and acacia gum used as a hardener in the formulation of cassava starch-based biofilms. The biofilms were prepared by casting using acid-hydrolyzed cellulose (AHC), bentonite as a reinforcing filler, and gum as a natural additive. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Thermogravimetric Analysis (TGA), X-ray Diffraction (XRD), Differential Scanning Calorimetry (DSC), mechanical stress-strain tests, soil biodegradation, and moisture absorption tests were used to characterize the obtained biofilms. FTIR and XRD analyses highlighted the presence of oxidized cellulose, acacia gum, and bentonite additives in the starch-derived thermoplastic. Thermal analysis indicated an increase in the glass transition temperature (T_g) and the melting temperature (T_m) when acacia gum and/or bentonite were added to the reference plastic of acid-hydrolyzed starch-cellulose (AN). Moreover, moisture adsorption is reduced by 10% and 18% respectively after the addition of gum arabic and bentonite combined with ACH in the reference biofilms. A biodegradation test conducted in a lateritic soil of Mbalmayo at pH 5.1 showed a low degradation of all composite films compared to AN. All these observations are consistent with the hardening of the composite attributed to gum arabic and mineral bentonite layers. This hardening is associated with the additive interaction with the starch matrix, which increases the H bonds. In the absence of gum arabic, the stress reaches 2 MPa; the plasticity modulus is 40 MPa, and more with gum arabic, whose values reach 7 MPa for a modulus stress of 150 MPa. Gum arabic proves to be a hardener that improves mechanical strength, thermal and crystalline properties, moisture adsorption, and biodegradation of cassava starch-based biocomposite plastics.

Keywords: Delignification. Cassava Starch. Cellulose. Biofilms. Acacia Gum, Biodegradation

INTRODUCTION GENERALE

La substitution du pétrole brut par la biomasse dans la production des matériaux suscite un intérêt mondial. L'idée de produire des matériaux à partir de ressources végétales et animales remonte à l'antiquité. Cependant, le développement de matériaux polymères biosourcés a longtemps été mis de côté par le développement de polymères moins chers, produits à partir de combustibles fossiles (Babu *et al.*, 2013). Les polymères synthétiques d'origine pétrochimiques sont largement utilisés dans presque tous les domaines de la société moderne (emballages, peintures, matériaux composites, composants électroniques et automobiles) (Aaliya *et al.*, 2021). Le secteur des emballages plastiques génère le plus de déchet compte tenu de l'augmentation de la population (Ncube *et al.*, 2021). Selon OCDE, la consommation de matières plastiques dans le monde a été estimée à environ 460 millions de tonnes, avec un taux de recyclage faible de 9% (Chu *et al.*, 2022 ; Shen et Worrell, 2024; Zhang *et al.*, 2021). La mauvaise ou l'absence des systèmes gestion des déchets plastiques pétro-sourcés contribue à l'accroissement de la pollution environnemental (terrestre, aquatique et ou atmosphérique). Ceci est lié à leur non-biodégradabilité. La majeure partie des plastiques abandonnées dans la nature entraîne une pollution de l'environnement à différents niveaux, des bouteilles et sachets visibles un peu partout aux microparticules invisibles fortement dispersées dans les eaux des rivières et des océans (Ziani *et al.*, 2023). On sait que la pollution due, par exemple, aux microplastiques dispersés, entraîne la destruction de la faune et de la flore, la réduction de l'espérance de vie des organismes et la pollution des sols dans la mesure où les plastiques jetés interagissent avec l'eau, laissent ces sous-produits chimiques s'infiltrer dans le sous-sol (Prata *et al.*, 2021 ; Ugoeze *et al.*, 2021). En outre, la production et la combustion non contrôlée des matières plastiques ont généré 1,8 milliard de tonnes d'émissions de gaz à effet de serre, soit 3,4% des émissions mondiales (Nicholson *et al.*, 2021; Tenhunen-Lunkka *et al.*, 2023 ; Zheng et Suh, 2019). Ces préoccupations croissantes ont incité les scientifiques à envisager de remplacer les matières plastiques petro-sourcés (polyéthylène, polystyrène, poly(éthylène téréphtalate)) par des thermoplastiques biosourcés ('acide polyacide lactique, l'amidon thermoplastique) (Sango *et al.*, 2023). Les plastiques à base d'amidon sont attrayants car leur production ne nécessite pas des processus de conversion lourds et coûteux et la disponibilité de l'amidon extrait de ressources agricoles durables (Bernatas *et al.*, 2021 ; Gouater Issola *et al.*, 2018). L'amidon est un polymère naturel qui peut être produit à partir de diverses cultures (pomme de terre, patate douce, banane/plantain ou manioc). Le manioc est une source majeure d'amidon au Cameroun où plus de cinq millions de tonnes de racines de

manioc sont produites chaque année, soit 40% de la production mondiale (Chauvin *et al.*, 2012). La majeure partie des racines de manioc est utilisée pour l'alimentation, et une petite partie pour la production de la poudre d'amidon surtout à partir de racines de faible qualité et de déchets pour diverses applications, y compris des matériaux à base d'amidon. Comparé aux plastiques pétrosourcés, les plastiques à base d'amidon présentent certains inconvénients dont l'absorption d'humidité, les faibles propriétés mécaniques qui doivent être surmontées avant l'acceptation du matériau sur le marché. Plusieurs stratégies sont en cours d'élaboration pour améliorer les propriétés des plastiques à base d'amidon, comme le renforcement par des fibres et des nanoparticules (Anugrahwidya *et al.*, 2021). Les fibres cellulosiques et la nanocellulose ont été étudiées à cette fin. Les propriétés des films thermoplastiques à base d'amidon et de fibres ou des films à base d'amidon renforcés par des fibres ont été rapportées (Boonsuk *et al.*, 2021 ; Syafri *et al.*, 2019). Par exemple, les films d'amidon renforcés par des fibres de coton ont présenté une résistance plus faible mais une absorption d'eau plus élevée que leur homologue renforcé par des cristaux de cellulose (Bangar et Whiteside, 2021). Les cristaux de celluloses utilisées comme renfort dans la préparation des films d'amidon ont amélioré les propriétés mécaniques et thermiques du polymère composite dû en partie à sa compatibilité avec l'amidon (structure chimique similaire). La présence de cellulose a permis d'obtenir une bonne stabilité thermique et d'augmenter la cristallinité (Cheng, 2019 ; Iamareerat *et al.*, 2018).. Les charges inorganiques (kaolinite et kaolinite exfoliée, par exemple) et nano-inorganiques (bentonite sodique, par exemple) ont montré, en fonction des conditions expérimentales et des proportions relatives, des changements atténués, notamment une augmentation ou une diminution de la résistance à la traction et de l'allongement à la rupture, ainsi que de l'absorption en eau (Boonsuk *et al.*, 2021 ; Mbey *et al.*, 2012). Des efforts de recherche sont encore nécessaires pour améliorer les propriétés, en particulier l'absorption en eau. La gomme naturelle (exsudat végétal) est parmi les additifs susceptibles de modifier les propriétés des films d'amidon. Les travaux de Thombare *et al.* (2016) ont montré que l'association de la gomme dans les industries biomédicales, pharmaceutiques, alimentaires et cosmétiques, donnent des composites aux propriétés multifonctionnelles, notamment des propriétés liantes, une bonne biocompatibilité et une biodégradabilité ; elle allonge sa durée de conservation de 50% à court terme et constitue une barrière protectrice pour certains agents de la nature dont l'eau ; elle améliore les propriétés cristallines des composites (Madni *et al.*, 2021) L'ajout de la gomme naturelle (par exemple la gomme d'acacia) dans les films à base d'amidon n'a pas encore été rapporté dans la littérature à notre connaissance.

L'objectif de ce travail vise à perfectionner les caractéristiques cristallines, thermiques et physiques des matériaux thermoplastiques dérivés de l'amidon. Pour ce faire, nous avons prévu d'étudier la délignification du *Ceiba pentandra* dans un environnement contrôlé de solvant organique acide, déterminer les conditions optimales de blanchiment et de purification de la pâte délignifiée, ainsi qu'évaluer l'influence de la cellulose obtenue sur les attributs physiques, cristallins et mécaniques des biofilms d'amidon.

La stratégie et les résultats recueillis dans le cadre du présent travail ont été présentés et organisés en trois chapitres. Le premier chapitre intitulé « Revue de la littérature » est consacré aux généralités sur le matériau bois, la valorisation industrielle du bois. Ce chapitre présente la composition chimique du bois en générale et le bois camerounais utilisé dans cette étude en particulier. Ensuite sont présentés les procédés de délignification du bois et les différentes méthodes conventionnelles et modernes de mise en pâte et de blanchiment. Ensuite, est présentée une bibliographie sur la préparation des matériaux biocomposites. Le second chapitre, qui constitue la partie expérimentale de cette thèse, est intitulé « Matériels et Méthodes ». Ce deuxième chapitre présente les matériaux, les techniques mises en œuvre ainsi que les techniques de caractérisations de la cellulose isolée, de la cellulose hydrolysée et des films biocomposites obtenus. Le chapitre trois présente les résultats et discussion. Il a été démontré que l'efficacité des solvants Organosolv est similaire à des solvants conventionnels utilisant le sodium sulfure-soude. L'extrait délignifié dans des conditions douces a été oxydé et purifié afin de préparer des cristaux de cellulose (ACH). Ceux-ci ont subi plusieurs caractérisations ainsi que les biofilms préparés par la méthode d'écoulement par moulage.

De façon spécifique, il serait important de délignifier la sciure de bois dans un système de solvants organiques acide (AF : AA : Wa) à température contrôlée. De blanchir et purifier la pâte délignifiée. De préparer les biofilms à partir de la cellulose oxydée, les charges naturelles ajoutées et caractériser les matériaux obtenus

CHAPITRE 1. REVUE DE LA LITTERATURE

1.1 Contexte bibliographique

La crise financière, la dévaluation du franc FCA et le développement de l'économie local obligent chaque pays membres de l'organisation internationale des bois tropicaux (OIBT) à restreindre ses importations (Stewart *et al.*, 2004). Ces restrictions découlent des intérêts environnementaux, politiques, financiers ou liés à la nécessité de promouvoir la valorisation de certains produits locaux dans de nombreux secteurs autres que la production des charbons de bois de combustible. La valorisation des sous-produits de bois issus des sociétés forestières pourra contribuer au développement de nombreux produits ayant une valeur ajoutée. Par exemple, si l'on compacte la sciure pour faire des panneaux de particules et de bois-ciment, on peut faire des tables, cela évite qu'on utilise le bois même pour faire la table et des murs de séparation insonore (Setter *et al.*, 2020). Le remplacement de certains produits finaux obtenus à partir du bois, par d'autres ayant des propriétés similaires, pourrait accroître le développement de l'économie local et réduire l'impact de la déforestation sur le changement climatique. Au Cameroun, certains déchets végétaux issus de l'exploitation agricole telle que la bagasse de canne à sucre, la rafle de maïs, les balles de riz et les fibres de pseudo-tronc de banane peuvent être utilisés pour la production de matériaux structuraux. Ces nouveaux produits pourront trouver des applications dans le domaine de la construction, des emballages, l'industrie du textile et la mise en œuvre de la pâte artisanale.

1.2 Valorisation des ressources végétales

La chimie des plantes vertes issues des ressources renouvelables et durables est de plus en plus utilisée pour produire divers matériaux de haute valeur ajoutée et à faible impact environnemental (Arevalo-Gallegos *et al.*, 2017). La biomasse de type végétale se présente comme un candidat prometteur pour la préservation et la restauration des écosystèmes terrestre à travers une exploitation durable et une gestion durable des forêts. Face à ce défi qui est de lutter contre le réchauffement causé par des gaz à effets de serre dans l'environnement, l'accent a été mise sur les cultures herbacées très disponibles (le lin, le chanvre, le jute, le sisal, le kenaf) (Gaye *et al.*, 2023) ceci en partie due à leurs bonnes propriétés mécaniques (50 MPa, 30 MPa, 20 MPa, 10 MPa et 22 MPa) et leurs proportions en cellulosique (71%, 58%, 48%, 47% et 43%) (Hearle, 1963). L'hétérogénéité de la composition physico-chimique des fibres naturelles de la même espèce diffère de l'une à l'autre en fonction des conditions géographiques et de la composition du sol (Ebikade *et al.*, 2020). Malgré ce problème récurrent, l'utilisation de la biomasse issue des résidus de l'activité agricole dans la production de la pâte cellulosique, ne cesse de croître. À cet effet, l'Organisation des Nation Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture (FAO) a estimé une

production de plus de 60% de cultures alimentaires (maïs, arachide, soja, thé, banane plantain, cacao, riz, ananas, noix de coco et bagasse de canne à sucre) dans le monde d'ici 2030 (Onuaguluchi et Banthia, 2016). L'extraction de la cellulose des diverses ressources agricoles permettra d'augmenter écologiquement la production en pâtes et en fibre cellulosiques. Contrairement aux matériaux conventionnels issus des ressources fossiles, le coût de production des matériaux issus de la biomasse reste relativement élevé (Ramesh *et al.*, 2017). Cependant, l'utilisation des matériaux naturels biodégradables permet de lutter contre le réchauffement climatique, via la réduction de l'émission des gaz à effet de serre (CF₆, CO₂ et SO₂). Malgré le fait que les résidus de ces cultures présentent de propriétés de biodégradabilités, ils montrent un déficit cellulaire, ce qui réduit la résistance mécanique et physique de la matière lignocellulosique. Dans cet ordre d'idée, le bois tropical de types feuillus peut être une alternative. Dans le souci de préserver l'environnement (son écosystème et sa biodiversité), les essences de bois secondaires (ligneux) peuvent faire l'objet d'attention particulière. Il s'agit des essences inexploitées qui sont généralement abandonnées à eux-mêmes en parties dû à leurs faibles résistances et surtout à leur faible densité. Au Cameroun avec plus de 800 tonnes de grumes de bois exploitées chaque année, les transformations génèrent d'énormes quantités de déchets. Une partie de ces déchets est utilisée comme bois de chauffage ou cogénération, et comme combustible transformée en énergie électrique et le reste est laissé à l'abandon dans la nature (Ratarova *et al.*, 2012). Pourtant, elles peuvent servir également à obtenir la cellulose et l'appliquer dans de nombreux domaines d'activité (papeterie, pharmaceutique, mécanique).

1.3 Anatomie du bois

L'anatomie du bois est une discipline qui a pour but de présenter les différentes parties du bois, d'étudier ses propriétés physiques, chimiques et mécaniques.

1.3.1 Structure macroscopique

La Figure 1 ci-dessous présente la coupe transversale d'une bille de bois ainsi que ses différentes parties.

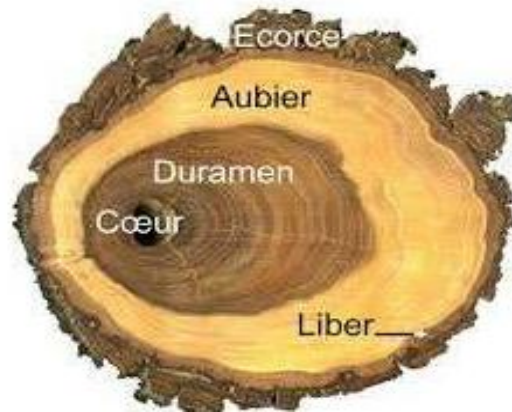


Figure 1 : Coupe transversale du tronc de l'arbre (Kuljich *et al.*, 2013)

Selon le dictionnaire Le Robert (Le Robert dico), le bois est une matière ligneuse et compacte des arbres. Il est composé de l'écorce, de l'aubier, du duramen, de la moelle et du liber. Le duramen, encore appelé bois parfait, bois de cœur est la partie centrale d'un tronc dont la couleur diffère en fonction de la croissance du bois périphérique appelé l'aubier. L'aubier est le bois de formation. Cette partie périphérique est la plus claire de l'arbre. Le liber ou phloème produit par le cambium, conduit la sève élaborée, et se situe près de l'écorce. L'écorce encore appelée cortex est l'enveloppe externe protectrice de l'arbre.

Selon la classification macroscopique, on distingue les bois mous et les bois durs. Dans les bois mous, l'aubier, et le duramen présente la même coloration tandis que dans les bois durs ils sont différenciés (Traoré *et al.*, 2023).

1.3.2 Structure microscopique

On distingue le bois de feuillus (bois dur) et le bois résineux (bois mou). Ces deux essences se distinguent par la nature de leurs feuilles et leurs structures cellulaires respectivement, qui sont plus dense en raison de vaisseaux plus étroite, plus mou et plus larges (Figure 2).

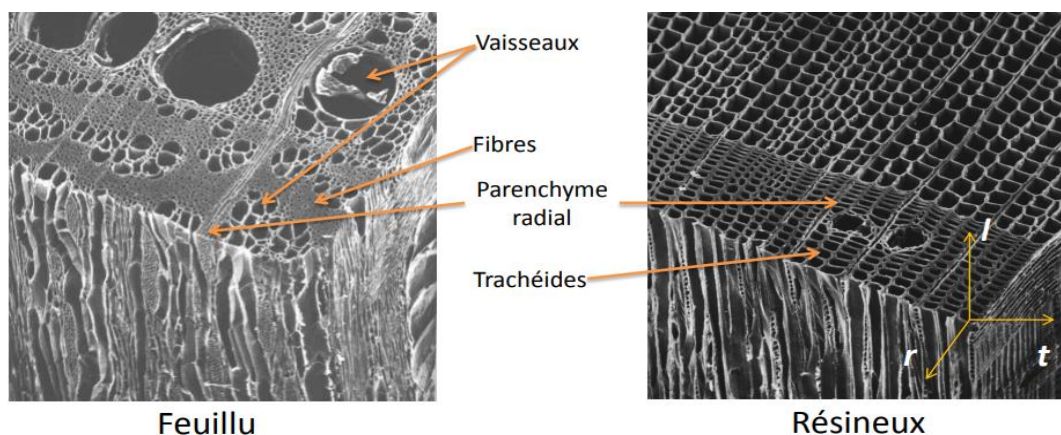


Figure 2 : La structure microscopique du bois (Howard et Manwiller, 1969)

De façon générale, les cellules du bois représentent une fonction des plans ligneux. On distingue des plans ligneux des conifères (gymnospermes): communément appelé bois résineux. Ils sont constitués d'éléments fondamentaux : les trachéides formant la masse principale du bois et les rayons (parenchyme horizontal). Les plans ligneux des feuillus (angiospermes dicotylédones) constitués des vaisseaux, les fibres, les parenchymes radiaux, et les trachéides (Figure 2). Les vaisseaux jouent le rôle de transporteur de l'eau, ainsi que d'autres produits de la photosynthèse dans la plante. Les fibres contribuent à l'amélioration de la structure physique de l'arbre. Les résineux les plus courants en Afrique sont l'épicéa, le douglas, le pin maritime. Les feuillus les plus courants sont l'ayous, l'acajous, le padouk, le sapelli et l'eucalyptus (Shmulsky et Jones, 2019 ; Wiemann, 2010)

1.4 Propriétés chimiques du bois

1.4.1 Composition élémentaire du bois

Le bois est composé d'une fraction organique et une autre inorganique. La composition élémentaire du bois varie d'une espèce à une autre et dépend du milieu nutritif et climatique (Lamlom et Savidge, 2003). Les travaux de Pettersen (1984) ont montré que la composition élémentaire du bois est de : 50 à 53% de carbone, 38 à 42% d'oxygène, 5 à 10% d'hydrogène, 0,1 à 0,3% d'azote et des traces d'ions métalliques (le silicium, le potassium, le calcium, le fer et le sodium).

1.4.2 Composition chimique selon la classe de quelques ressources végétales

La composition chimique des principaux constituants lignocellulosique de ressources végétales issues de l'activité agricole est similaire à celle présente sur les parois cellulaires du bois (Chen et Chen, 2014). Leurs compositions varient en fonction de certains paramètres notamment le sol, le climat et la zone de culture et la nature de l'espèce (Haberzett *et al.*, 2021). Le taux de polysaccharides chez les plantes ligneuses peut aller jusqu'à 50% en fonction de l'espèce. Le Tableau I montre la composition chimique de quelques ressources végétales.

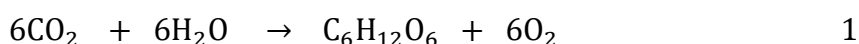
Tableau I : La composition chimique de quelques ressources végétales (Onuaguluchi et Banthia, 2016)

Classes	Fibres	Celluloses	Hémicelluloses	Lignines	Extractibles	Cendres
Fibres libériennes	Pseudo-tronc de bananier	31-48	14,98	15,07	4,46	8,7
	Jute	33,4	22,7	28	----	----
	Ibiscus	28,0	25,0	22,7	----	----
Tiges	Bagasse	32-48	19-24	23-32	----	1,5-5
	Sorgho	27,0	25,0	11,0	----	---
Pailles	Blé	33-48	26-32	17-19	----	6,8
	Riz	28-36	23-28	12-14	----	14-20
	Orge	31-45	27-38	14-19	----	2-7
Feuilles	Sisal	38,2	26,0	26,0	----	---
	Nervure	25,6	17,0	24,8	9,8	7,02
	Tige de maïs	38-40	28,0	7-21	----	
Graines	Le tapis de coco	36-43	0,15-0,25	41-45	----	2,7-10,2
	Lintier de coton	82,7	5,8	1,74	----	0,6
Bois	Eucalyptus	41	32,5	25,4	8,20	0,22
	Bouleau	36	38	18,3	1,59	0,29
	Chêne	42	24	18-30	5-10	0.2-0,
	Peuplier	44	30	21,6	2,9	1,42

Le Tableau I montre que les ressources végétales sont constituées principalement de polymères naturelles (cellulose, hémicellulose, lignine) et de substances de faibles poids moléculaires (les extractibles et les cendres).

1.4.2.1 La cellulose

La cellulose est le polymère naturel le plus abondant sur terre. Elle représente en général (40-55)% de la masse sèche du matériel lignocellulosique (Bethke *et al.*, 2018). C'est un polymère composé de molécules de glucose, monosaccharide formé par photosynthèse à partir du carbone dioxyde atmosphérique et l'eau selon l'équation 1.



La cellulose est un polymère linéaire constitué d'unité cellobiose correspondant à deux unités de β -D-glycopyranoses (polyosides). Elles sont reliées entre elles par une liaison glycoside β , 1-4 (Serna et Ayala, 2020). Ce polymère macromoléculaire est le constituant majeur des parois

de cellules végétales. Sa formule brute est $(C_{12}H_{22}O_{11})_n$ avec n , le degré de polymérisation (DP). La Figure 3 présente la structure générale de la cellulose.

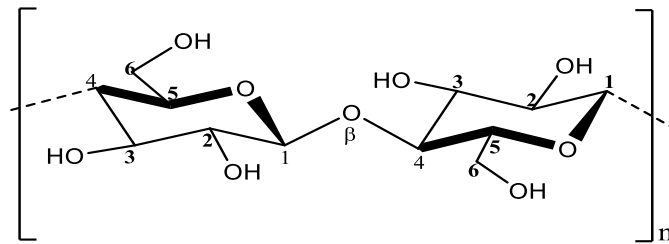


Figure 3: Structure de la cellulose (Serna et Ayala, 2020).

En fonction de son origine, son degré de polymérisation (DP) moyen varie de 8000 à 10000 unités de glucose (Liao *et al.*, 2020). Les macromolécules de cellulose ont des groupements hydroxyles libres qui permettent de former des liaisons hydrogènes intramoléculaires ou intermoléculaires (Figure 4). Ces liaisons lui confèrent sa forte résistance mécanique ainsi que son caractère insoluble dans la plupart des solvants polaires comme l'eau, éthanol, le diméthylsulfoxyde (DMSO) (Avelino *et al.*, 2019). La nature cristalline de la cellulose favorise sa résistance mécanique. La cellulose est utilisée dans la production de la pâte à papier pour des applications telles que des papiers formats, des gobelets en fibres cellulosiques et plein d'autres (Deshwal *et al.*, 2019).

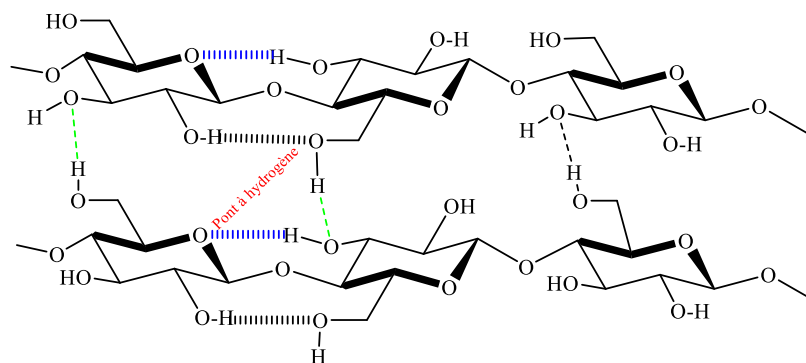


Figure 4 : Structure chimique des liaisons intra- et intermoléculaires dans la cellulose

1.4.2.2 Les hémicelluloses

L'hémicellulose est un biopolymère de la famille des glucides qui se trouve dans les parois de la cellule végétale des matériaux ligneux. Ce sont des hétéropolysaccharides ramifiés complexes et amorphes constitués en partie de sucres dont la chaîne latérale inclue l'xylose, le mannose, le glucose et le galactose (Figure 5). Les macromolécules d'hémicelluloses ont un degré de polymérisation inférieur aux macromolécules de cellulose : 250 à 300 unités de glucopyranoses pour les xylanes des feuillus. Ils représentent environ 25% de la composition du bois (le Floch *et*

al., 2015). Ce sont les glucides les plus abondants dans la cellule végétale du bois de feuillus. Il est défini en fonction du sucre et se compose en partie d'arabinoxylane, de glucuronoarabinoxylane et de glucoxylanes (Figure 6). Il est majoritairement soluble dans l'eau et dans les solutions alcalines diluées. Il est majoritairement soluble dans l'eau et dans les solutions alcalines diluées. Son renforcement est lié à l'établissement des liaisons hydrogènes avec de microfibrille de cellulose. L'hémicellulose est le plus souvent utilisée comme additif alimentaire, comme plastifiant dans la production des produits cosmétiques et pharmaceutiques (Farhat *et al.*, 2017)

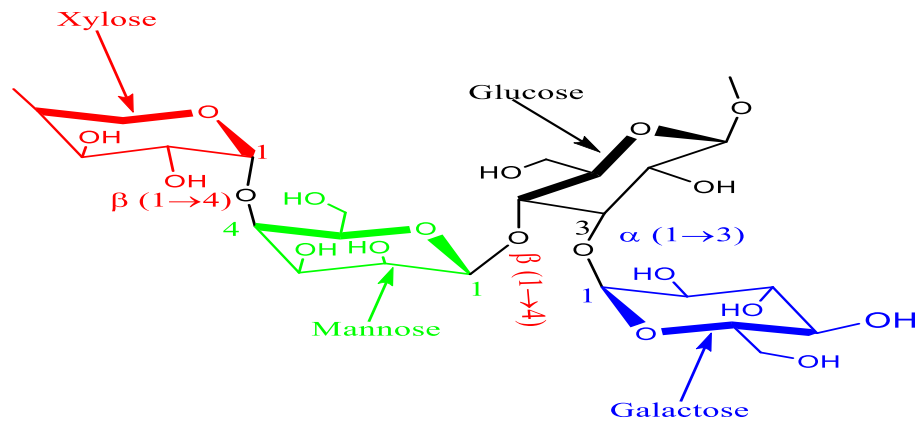


Figure 5: Monomère en chaîne d'hémicellulose dans la cellule végétale (Terrett et Dupree, 2019)

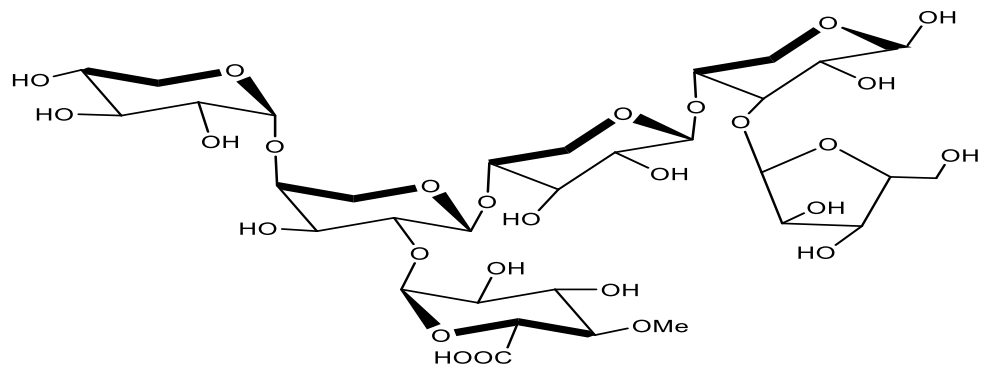


Figure 6 : Structure d'hémicellulose de type xylanes (bois feuillus) (Jin *et al.*, 2019)

1.4.2.3 La lignine

La lignine est un biopolymère. De manière générale, c'est une macromolécule polyphénolique formée à partir d'unités phénylpropanes avec pour monomères principaux les alcools trans-coumarylique, coniférylique et sinapylique représentées sur la Figure 7. La lignine représente entre 15-35% de la masse sèche des matériaux lignocellulosiques (Azadi *et al.*, 2013).

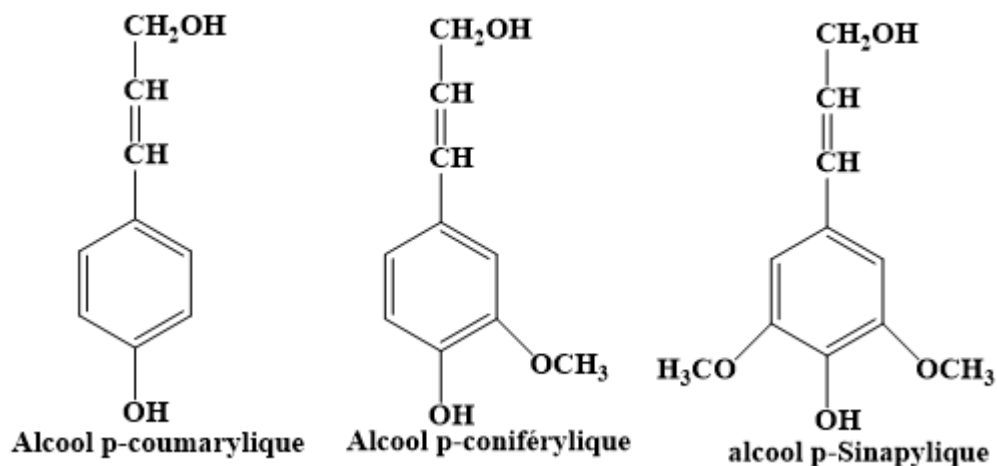
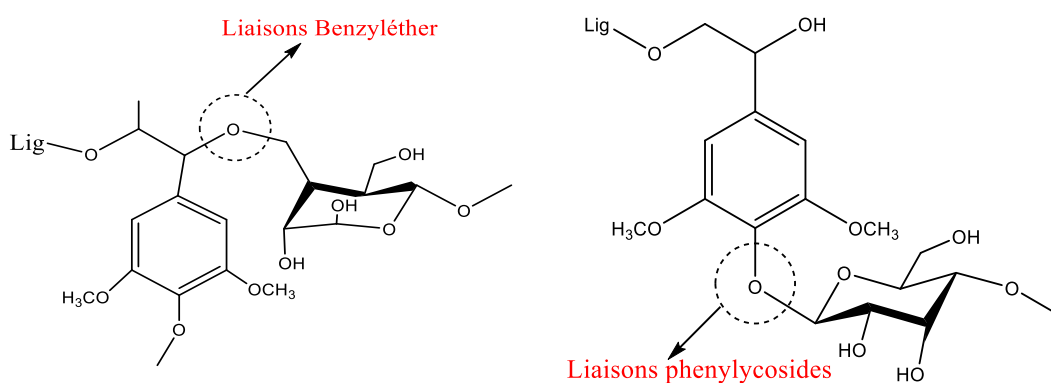


Figure 7: Monomères de bases de la lignine (Letourneau et Vollmer, 2023)

La lignine possède une structure tridimensionnelle très complexe. Elle est reliée entre elle par des liaisons aryl-alkyl-éther (Wang *et al.*, 2012). Elle joue le rôle de ceinture, et endosse la fonction de liant dans la cellule végétale de la plante. La lignine est une barrière de protection des fibres et est reliée à certains vaisseaux par des liaisons de types $\beta - O - 4'$; Benzyléthers ; Phénylyosides (Figure 8). Selon (Lawoko, 2013 ; Rodrigues pinto *et al.*, 2012 ; Rubio-senent *et al.*, 2013), elle contribue à l'amélioration, la compacité et la résistance de la matière végétale (Azwa *et al.*, 2013 ; Sorieul *et al.*, 2016). Elle a une composition très hétérogène et se présente sous forme de liqueur noire. Sa structure moléculaire varie en fonction de l'espèce végétale et des conditions géographiques. Son modèle moléculaire structurale est représenté sur la Figure 9.



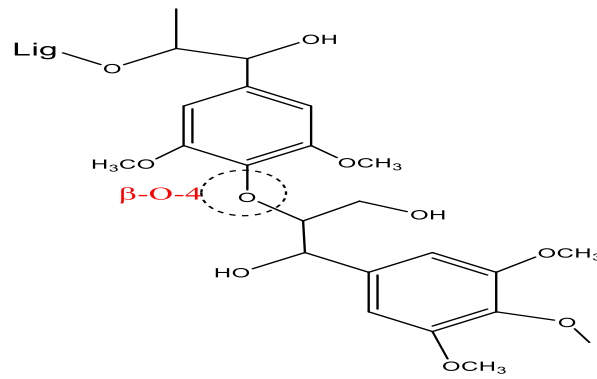


Figure 8 : Les différents types de liaisons lignine-holocellulose rencontrées dans le bois (Rubio-Senent *et al.*, 2013)

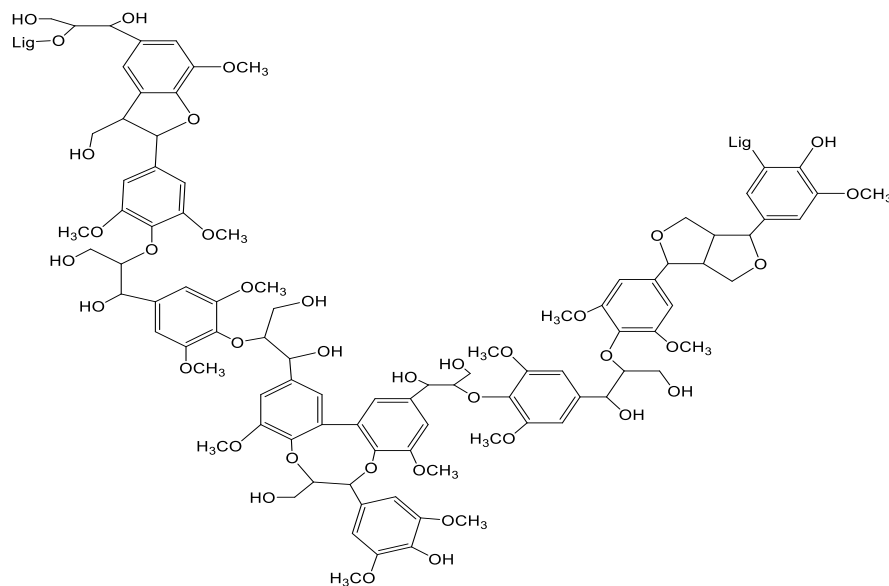


Figure 9 : Structure d'un fragment de lignine (Ralph *et al.*, 2004)

1.4.3.4 Les extractibles

Les matières extractibles sont des composés à faibles poids moléculaires contenus dans les parois cellulaires (Lumen, les canaux résinifères, et les lamelles moyennes) de la matière végétale. Ils sont présents dans le bois à des faibles proportions soit à des valeurs comprises entre 1 et 15% (Zalamea *et al.*, 2007). Parmi ces matières extractibles, on peut citer des composés phénoliques (les tanins, les flavonoïdes, les quinones, les tropolones), les terpènes (sesquiterpènes, et les poly terpènes), les alcaloïdes, les stéroïdes et les acides gras. Ces matières extractibles ont un effet sur les matériaux lignocellulosiques et sont solubles dans différents types de solvants organiques usuels (hexane, dichlorométhane, acétone, toluène/éthanol, benzène/éthanol et l'eau). Leurs compositions en extractibles varient en fonction de l'essence considérée et influent sur la couleur et l'odeur (Tchinda, 2015). Elles sont généralement extraites de deux manières : l'extraction au soxtec (décoction) et l'extraction au Soxhlet.

1.4.3.5 Les matières minérales

Les matières minérales, encore appelées composés inorganiques, sont présents dans la cavité végétale de bois en pourcentage généralement inférieur à 4%. Cette proportion est déterminée par carbonisation sur l'échantillon de bois sec. Ils proviennent généralement des minéraux inorganiques tels que les silicates, les carbonates, les phosphates et les oxalates présents dans le sol (Vassilev *et al.*, 2013).

1.5 Généralité sur le bois d'eteng (*Ceiba pentandra*)

1.5.1 Présentation botanique de l'arbre

L'arbre est connu sous le nom de fromagers et, il est plus présent dans la région du Centre, du Sud et de l'Est Cameroun. C'est un des végétaux classés dans la famille des phanérogames spermaphytes, c'est-à-dire qu'ils présentent tous des fleurs sous différentes formes (De Lange *et al.*, 2004). Il dispose de racines surmontées d'une tige ligneuse unique qui se ramifie en branche au-delà d'une certaine hauteur (Figure 10). Sa silhouette dépend de son espèce et de son origine géographique.



Figure 10 : Bois ligneux (Région du Centre, Cameroun) : *Ceiba pentandra*

Le mot « eteng » est une appellation en langue locale de la région du Centre Cameroun. C'est un bois connu sous le nom de fromager ; il appartient à la famille Malvaceae (angiosperme) et a pour nom scientifique *Ceiba pentandra*. C'est un bois à la couleur blanc crème dont l'aubier non-distinct, présente des gros-grains avec des contre-fils légers. Son diamètre de tronc est d'environ 70 cm et le bois nécessite un traitement pour améliorer sa résistance. Il est flottable en surface car sa densité est de $(0,32 \pm 0,03) \text{ g/cm}^3$. Cette essence présente une faible résistance mécanique à savoir : la compression $(22 \pm 3) \text{ MPa}$, la contrainte de rupture $(36 \pm 8) \text{ MPa}$ et son module d'élasticité $(5\ 130 \pm 1462) \text{ MPa}$. Face à certains agents biologiques tels que les termites, les champignons, les insectes du bois, il est moins résistant et nécessite une protection à risque d'humidification. Il est généralement utilisé pour fabriquer des contreplaqués, des panneaux lattés,

des meubles courants, des emballages, des caisseries, des matériels de construction, fabrication des objets (pirogues, crayons) (Ruffinatto *et al.*, 2014). Le bois d'eteng est peu résistant et sert aussi à fabriquer des cagettes et des allumettes. Par ailleurs, les populations autochtones le reconnaissent grâce à ses feuilles et fleurs qui possèdent diverses propriétés thérapeutiques (Tropical CIRAD/Fichiers complémentaires/Fromager, 2012). Il est utilisé pour soigner de nombreux troubles de la peau, mais aussi des problèmes de buccaux comme les maux de dents, les gingivites ainsi que certaines affections de peau. Plusieurs pays d'Afrique l'utilisent comme anti-inflammatoire, antispasmodique, antiseptique, analgésique, diurétique pour soigner les maux de dents, les infections de peau, douleurs de ventre, diarrhées, les constipations, les maladies vénériennes, l'asthme.

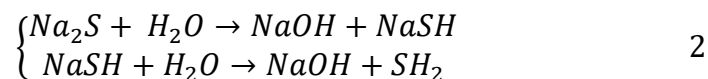
1.6 Procédés de délignifications

La délignification est un processus qui consiste à éliminer de la lignine incorporée dans les cavités du bois. Elle représente la méthode la plus utilisée dans le processus de quantification de la lignine du bois. Plusieurs méthodes de délignification existent : des méthodes conventionnelles et des méthodes modernes. Le procédé de délignification le plus utilisé est le procédé Kraft et bisulfite. Toutefois, la maîtrise des procédés de délignification et la réduction de la quantité de polluants émise dans la nature par des procédés conventionnels est un enjeu économique et environnemental très important.

1.6.1 Procédés conventionnelles

1.6.1.1 Le procédé Kraft

Le procédé Kraft est le procédé conventionnel le plus utilisé dans le monde. Il est constitué de charges alcalines (NaOH) et de charges surfaciques (Na₂S). Cependant, le sodium sulfure en solution est fortement hydrolysé, libère de la soude et de l'hydrogène sulfuré selon l'équation (2).



La soude formée est l'agent de délignification utilisé dans le procédé Kraft tandis que l'hydrogène sulfure est le composé volatil qui se dégage pendant la réaction (Chêne, 1967). La réaction est généralement faite à pH compris entre 10,5 et 11,5 pour une température allant de 160-180°C et une durée de trois heures. Ce temps relativement long permet d'obtenir une pâte en carbone hydrate avec un rendement inférieur à 55% et pour un rendement de cellulose de 35-40% (Smook, 1992). Toutefois, la présence du sulfure permet d'accélérer la cinétique de la délignification. Il en résulte une pâte de qualité meilleurs et beaucoup plus résistante. Le mécanisme de délignification s'apparente à celle de la sulfonation (Figure 11).

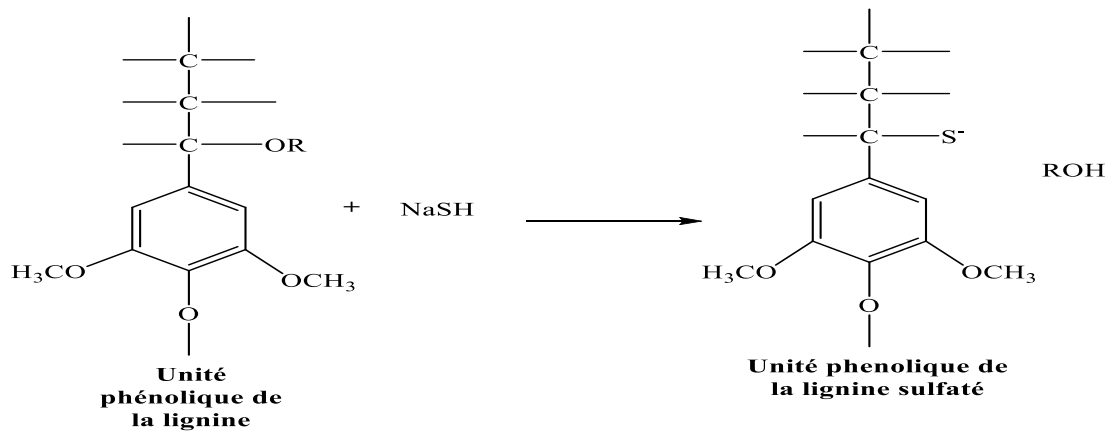


Figure 11: Réaction de substitution nucléophile (R = polysaccharide)

1.6.1.2 Procédé au sulfite

Le procédé au bisulfite utilise une liqueur de cuisson composée d'acide sulfureux (H₂SO₃) et d'ions bisulfite (HSO₃⁻). La lignine est alors libérée sous forme de sels d'acide lignosulfonique (Lapointe, 1989). La délignification du bois est assurée par sulfonation puis par clivage hydrolytique (Figure 12). Ici, le rendement de la pâte s'apparente à celui du procédé à la soude.

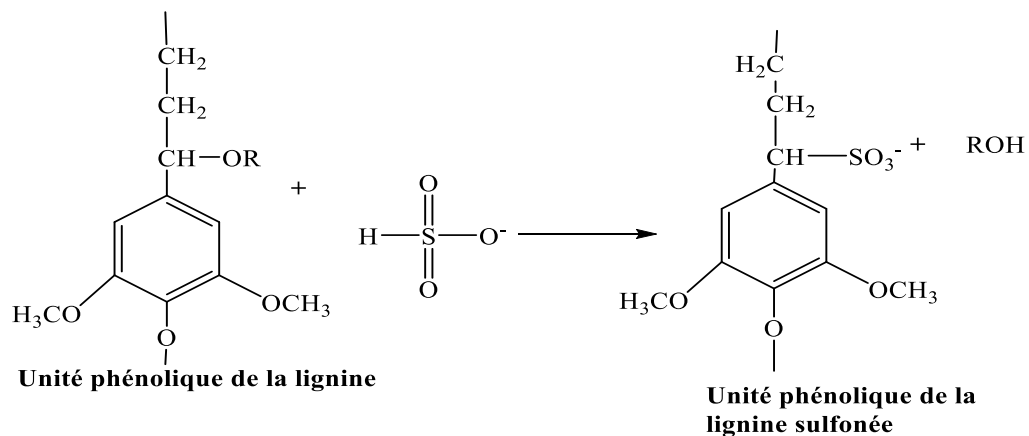


Figure 12: Réaction de sulfonation (R = polysaccharide)

1.6.1.3 Procédé à la soude

Pour ce procédé, la délignification s'effectue en milieu alcalin (NaOH). Le temps de cuisson est très élevé (6 à 8 h) et la température peut aller au-delà de 150°C, le rendement de la pâte cellulosique est réduit en partie dû à la dégradation de la cellulose. Le rendement de la pâte produite est similaire à celui du procédé au sulfite. Pour accroître ce rendement, l'antraquinone (AQ) et ses dérivés sont souvent utilisés comme additifs (Fleming, 1978), ceci permet ainsi d'obtenir un rendement similaire à celui du procédé de Kraft. Dans ce procédé à la soude, la lignine est dégradée par le système soude/antraquinone puis est dissoute dans la liqueur de cuisson. Ainsi, les produits de dégradation de la lignine se condensent sur la

fibres et forment un composé résistant à la soude (Kumar *et al.*, 2016). Les travaux effectués par De Almeida et Gomide. (2013) ont démontré que la combinaison d'additif à la liqueur de cuisson du procédé kraft avec réduction de la quantité de sodium sulfure permet de transformer le procédé Kraft en un procédé Soude-AQ. Le milieu alcalin (contenant de la soude) et les additifs permettent d'accélérer la délignification, d'améliorer la qualité de la pâte et de réduire la consommation des réactifs.

1.6.1.4 Normalisation de la méthode chimique

Depuis 2004, les entreprises ont commencé à s'impliquer massivement dans les procédés des systèmes de management de l'environnement, impliquant leurs certifications à des normes internationales tel que, l'ISO 14001. Cette norme permet à l'entreprise de gagner des appuis gouvernementaux afin de réduire leurs économies. Certaines entreprises le font en réduisant ou éliminant leur rejet de pollution dans l'environnement. D'autres, par contre limiteront l'usage des réactifs toxiques dans leur procédé par l'usage des réactifs écologiques. C'est ainsi que dans l'industrie de délignification du bois, de nouveaux procédés écologiques pourront être améliorés et adoptés.

1.6.1.5 Procédé Organosolv

Theodore Kleinert a inventé et breveté le procédé Organosolv en 1971 pour changer la méthode d'extraction de la cellulose. Ce n'est qu'au début du XXe siècle qu'il est appliqué. Selon Harmsen *et al.* (2010), ce processus utilise des solvants organiques ou un mélange de solvants organiques et de sels inorganiques comme catalyseurs afin de supprimer la lignine et certains éléments extractibles présents dans les cavités de la biomasse ligneuse. On utilise principalement des solvants organiques tels que l'éthanol, le méthanol, l'acétone, l'éthylène glycol et des acides organiques. La température de délignification peut aller au-delà de 100°C en fonction du solvant, de la biomasse végétale et du catalyseur utilisé. Selon Hergert et Pye . (1992), ces méthodes ont été proposées dans le but de réduire les émissions de gaz à effet de serre causées par les procédés traditionnels (Kraft et sulfites) et qui sont responsables des problèmes environnementaux. De plus, elles visent à valoriser la matière végétale car les procédés Kraft sont très sélectifs en ce qui concerne la matière ligneuse. Le procédé Organosolv présente de nombreux avantages (Azis et McDonough, 1988) :

- l'absence de composés soufrés odoriférants,
- l'augmentation du rendement de la pâte comparée au procédé Kraft,
- la réduction du coût de production de la pâte,

- la possibilité d'isolation de la lignine sous forme solide,
- la réduction de la température de mise en pâte, et
- la possibilité de s'appliquer à toutes les matières lignocellulosiques (biomasse végétale).

Malgré ces nombreux avantages, il présente aussi beaucoup d'inconvénients.

- Les pâtes issues des procédés conventionnels sont lavées à l'eau. Dans le cas des procédés « Organosolv », la dilution de la liqueur avec l'eau entraîne une ré- précipitation de la lignine dissoute sur la fibre.
- La cuisson doit se dérouler dans des conditions extrêmement strictes afin d'éviter des conséquences désastreuses. Aucune fuite n'est tolérée, à cause du feu issu du système et du risque d'explosion.
- Les pâtes issues du mélange de différentes espèces de bois, sont moins homogènes que celles obtenues à l'aide des procédés conventionnels.

Les procédés de mise en pâte Organosolv sont toujours en cours de développement. Certains d'entre eux furent exploités industriellement dans les années 1990. C'est le cas du procédé « Alcecell », le procédé « Organosolv » « Acetosolv » et « Formacell » présent parmi les principaux procédés « Organosolv » (Tableau II).

Tableau II : Principaux procédés "Organosolv" (Muurinnen, 2000)

Nom du procédé	Système des solvants
Asam	Eau + sulfure alcalin
Organocell	Eau + hydroxyde de sodium + méthanol
Alcell (APR)	Eau + éthanol
Milox	Eau + acide formique + peroxyde d'hydrogène
Acetosolv	Eau + acide acétique + acide chlorhydrique
Acetocell	Eau + acide acétique
Formacell	Eau + acide acétique + acide formique
Formasolv	Eau + acide formique + acide chlorhydrique
Batelle-Geneva	Eau + phénol+ acide hydrochlorique
Acos	Eau + acétone + acide minéral
MEA	Eau + mon éthanolamine

1.6.2 Délignification à partir de l'acide formique (AF), acide acétique (AA) et l'eau (Wa)

On connaît la délignification par un système acide formique/acide acétique depuis 1918, mais elle n'a été réellement mise en pratique qu'en 1998 par Herbert. Cette technique spécifique de mise en pâte est réalisée en utilisant de l'eau. Cependant, elle demeura inchangée. Au début du XXI^e siècle, la Compagnie Industrielle de la Matière Végétale (CMIV) acquiert le brevet pour le procédé de fractionnement de la biomasse lignocellulosique à l'aide de l'acide formique/acide acétique/eau, appelé « Formacell ». Ici, l'acide formique agit comme donneur de proton, ce qui permet de rompre les liaisons lignine-polysaccharides. La lignine et les hémicelluloses sont solubles dans l'acide acétique, ce qui crée une « liqueur noire ». La lignine est séparée de l'holocellulose en partie grâce à l'acide formique dans la solution pH < 7 (Figure 13) (Simon *et al.*, 2013).

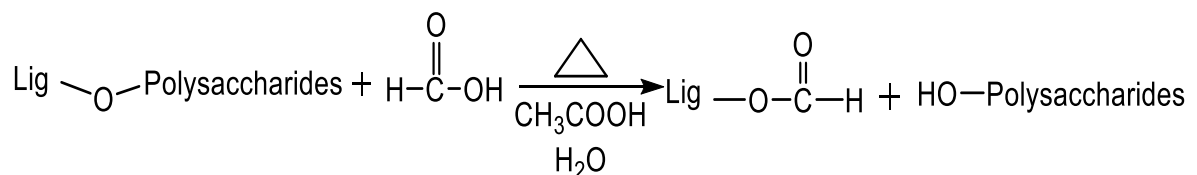


Figure 13 : Réaction chimique de délignification à partir de l'acide Formique dans l'eau

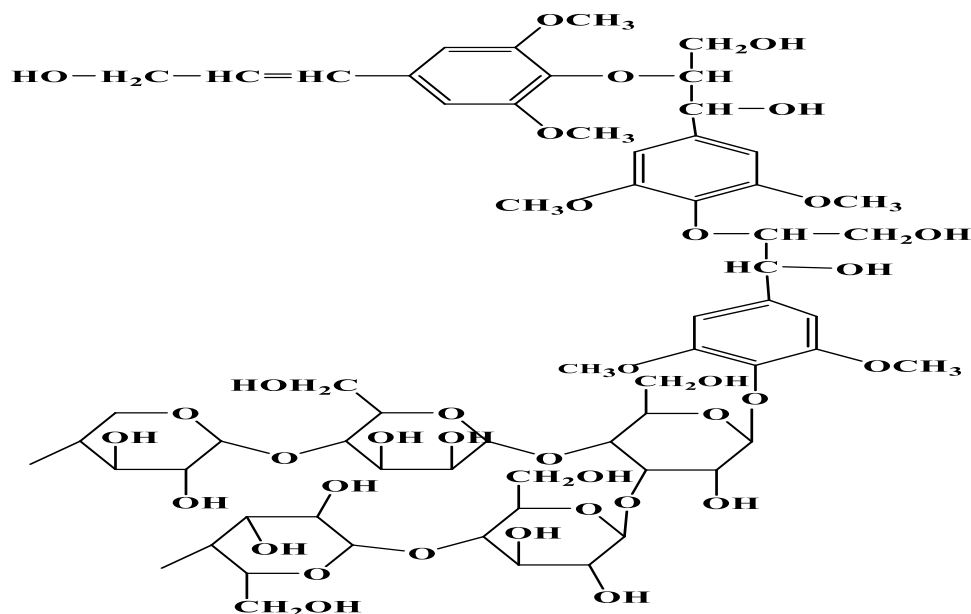


Figure 14 : Disposition des molécules macromoléculaires

Le procédé est reconnu comme étant le moins polluant, comparativement aux procédés chimiques conventionnels, la liqueur de cuisson est directement traitée dans un évaporateur.

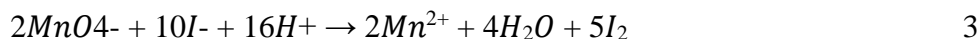
L'acide extrait de la liqueur noire est ensuite réutilisé dans la préparation de nouvelles cuissons (Muurinen, 2000).

1.6.3 L'indice d'appréciation de la délignification

L'indice de délignification est une technique d'analyse permettant d'évaluer le taux de lignine résiduelle présent dans la pâte afin d'identifier les conditions optimales de blanchiment de la pâte délignifiée. Pour y parvenir, plusieurs méthodes furent appliquées. On peut citer entre autres : Indice Kappa, le dosage des composés phénoliques totaux et son taux de délignification.

1.6.3.1 Indice Kappa

Selon Azadi *et al.* (2013), le nombre Kappa, également connu sous le nom de degrés de blanchiment, ou méthode TAPPI 236 cm-85 (Technical Association of the Pulp and Paper Industry), est une méthode utilisée pour évaluer la quantité de lignine présente dans l'échantillon après avoir été délignifiée. La norme française (AFNOR NF T 12-018 et T 12-019) a été utilisée pour évaluer le nombre de kappa sur la pâte. Ce principe repose sur une mesure d'oxydo-réduction des composés phénoliques en utilisant un excès de permanganate de potassium (KMnO₄) dans un milieu acide. En présence du permanganate résiduel, l'iodure de potassium présent dans le milieu se transforme en diiode (I₂). Selon les équations (3 et 4), on évalue la quantité de diiode libérée en utilisant une solution de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃).



Les résultats obtenus à l'issue de ce dosage sont donnés sous forme d'indice allant de 1 à 100. Ce dernier représente l'indice le plus élevé, tandis que l'indice de 1 est le plus faible traduisant une bonne délignification.

1.6.3.2 Taux de lignine : méthode de Klason

Les échantillons délignifiés sont traités avec une solution d'acide sulfurique concentré à 72% (v : v) pour évaluer la lignine résiduelle dans la pâte après délignification, selon la méthode de Klason (en%). Les fibres cellulosiques sont dissoutes par l'acide sulfurique, ce qui entraîne la précipitation de la lignine. Dans le domaine de la papeterie, elle est appelée « méthode (TAPPI 222 om-02) ».

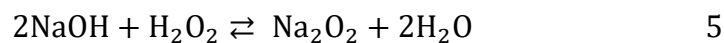
1.7 Les méthodes de blanchiments

La technique de blanchiment de la pâte implique la dissociation de la lignine résiduelle fortement colorée dans la pâte après avoir été délignifiée, ainsi que des traces de polysaccharides (hémicelluloses, pectines) et d'extractibles résiduels. L'objectif de ce processus est de prévenir tout

changement de couleur suite à l'exposition à la lumière. Après ce traitement, la pâte obtenue peut être utilisée pour fabriquer des cristaux et des nanoparticules de cellulose pour des applications dans le domaine de la papeterie ou comme charge dans les matériaux composites. Dans les secteurs de la papeterie, on utilise des agents de blanchiment tels que les dérivés chlorés (chlore et soude, hypochlorite, sodium chlorite), l'hydrogène peroxyde, l'acide peracétique, le sodium peroxyde, l'oxygène et l'ozone (Sharma *et al.*, 2020). La particularité des composés chlorés réside dans leur grande instabilité dans les réactions. Cette instabilité permet l'apparition d'une variété de réactions, en fonction de la température ambiante. Deux agents oxydants ont été employés dans cette étude : l'hydrogène peroxyde avec de la soude et le sodium chlorate. Le pouvoir oxydant de ces deux oxydants est très faible et ils sont moins agressifs.

1.7.1 Oxydation à l'hydrogène peroxyde plus soude

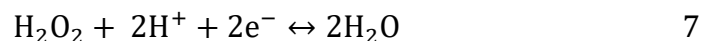
L'eau oxygénée, également appelée hydrogène peroxyde, est un oxydant couramment employé dans le traitement des effluents, dans les domaines pharmaceutiques, textiles et papetiers en tant qu'agent de blanchiment. Selon Naishadham *et al.* (2013), cette substance incolore et légèrement visqueuse fait partie de la famille des acides faibles. En présence de la température, il se décompose très facilement en milieu alcalin en eau et en oxygène, ce qui donne le sodium peroxyde (Na_2O_2) selon l'équation (5).



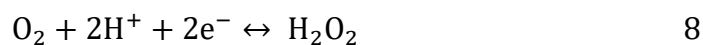
Le caractère acide de l'hydrogène peroxyde influence sa stabilité (pH entre 1 et 3). Dans un environnement alcalin, l'eau oxygénée présente des propriétés oxydantes remarquables. Dans ce cas, il est essentiel de ne pas blanchir la pâte à une température d'environ 150°C. Effectivement, à la température d'ébullition (150°C) et à la température de fusion (-0,43°C), elle a la capacité de réagir sur elle-même, c'est-à-dire de se dismuter (équation 6).



Toutefois, ce sont ces propriétés oxydantes qui dominent car son potentiel standard pour la réaction de réduction est à 1,766 V (équation 7),



et pour la réaction d'oxydation est de 0,682 V équation 8.



1.7.2 Oxydation au sodium chlorite

Le but ici est de diminuer le temps nécessaire pour que la pâte blanchisse après la première étape d'oxydation. À l'état anhydre, le sodium chlorite se présente sous la forme de $\text{NaClO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ et est relativement stable, ce qui explique son caractère oxydant. Selon Behera *et al.* (2014), ce composé présente un inconvénient : il peut exploser en présence de certains composés organiques à des températures supérieures à 150°C . Le gaz ClO_2 dégagé lors du blanchiment est extrêmement toxique (équation 9) et sa solubilité ($358,5 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$) dans l'eau est extrêmement faible à une température de 20°C . Le pH du sodium chlorite est compris entre 10 et 11, ce qui en fait un oxydant très doux. Il a pour mission d'oxyder les composés carbonyles provenant des aldéhydes, qui contribuent en partie au jaunissement de la pâte après le blanchiment à l'eau oxygénée (Ahn *et al.*, 2019), de remplacer les impuretés de la cellulose (lignine, hémicellulose, pectine et protéines) et de les convertir en produits solubles dans l'eau.



1.8 L'hydrolyse par voie acide de la cellulose

1.8.1 Généralités

La chimie des plantes vertes renouvelables et durables a pris de valeur ces dernières années, principalement en raison de leurs caractéristiques de biodégradation. La cellulose, qui est un matériau provenant des plantes vertes, est de plus en plus étudiée pour ses propriétés séduisantes, comme son taux de cristallinité élevé et sa surface spécifique importante. Cela lui donne des caractéristiques mécaniques, thermiques et électriques remarquables (Huang *et al.*, 2019). Il est possible de fonctionnaliser les groupes fonctionnels hydroxyles présents à la surface de la cellulose grâce à des réactions chimiques. Le but de cette fonctionnalisation est de créer de nouvelles substances pour la fabrication de super absorbants avec des caractéristiques acceptables (Trache *et al.*, 2020). En outre, grâce à leur capacité à se dégrader, les matériaux cellulosiques peuvent être employés afin de fabriquer des matériaux biodégradables. Cela contribuera à combattre la pollution causée par les matériaux inépuisables (matériaux non biodégradables). Dans cette situation, les nanocristaux et les microcristaux de cellulose ont montré de l'avenir car elles jouent un rôle important dans le renouvellement des matériaux polymères. Les recherches récentes sur la préparation et la caractérisation de la cellulose obtenue par hydrolyse chimique ont mis en évidence certains désavantages, en particulier avec des acides tels que l'acide chlorhydrique (HCl), l'acide nitrique (HNO_3) et l'acide phosphorique (H_3PO_4), qui ont un faible degré d'oxydation et ont un impact sur certaines caractéristiques telles que la cristallinité (Jia *et al.*, 2013 ; Nasir *et al.*, 2017 ; Wang *et al.*, 2020). Ces dernières années, l'acide sulfurique (H_2SO_4), qui

présente un fort pouvoir oxydant, est largement utilisé. L'utilisation de H₂SO₄ entraîne la formation de cristaux de tailles réduites, allant du nanomètre au micromètre. Quelques exemples de celluloses nano et microcristallines obtenues par hydrolyse sur différentes biomasses sont présentés dans le Tableau III.

Tableau III : les différents types de celluloses obtenues par hydrolyses acide

Biomasses	celluloses	Méthodes de préparation	Référence
Epis de maïs	CNC	Hydrolyse H ₂ SO ₄	Smyth <i>et al.</i> , 2017.
Coton	CNC	Hydrolyse H ₂ SO ₄	Wang <i>et al.</i> , 2017
Déchets agricoles	CNC	Hydrolyse H ₂ SO ₄	Kamel, 2020
Eucalyptus	CNC	Hydrolyse H ₂ SO ₄	Zhang <i>et Liu</i> , 2018
Sarments de vigne	CNC	Hydrolyse H ₂ SO ₄	El Achaby <i>et al.</i> , 2018
Miscanthus	CNC	Hydrolyse H ₂ SO ₄	El Achaby <i>et al.</i> , 2018
Rubans de cotons	CMC	Hydrolyse H ₂ SO ₄	Das <i>et al.</i> , 2009
Noyaux d'olives	CMC	Hydrolyse H ₂ SO ₄	Hasanin <i>et al.</i> , 2023
Rubans de coton	CMC	Hydrolyse H ₂ SO ₄	Kale <i>et al.</i> , 2018
Cellulose commercial	CMC	Hydrolyse H ₂ SO ₄	Liu <i>et al.</i> , 2018

1.8.2 Méthodes d'obtention des microcristaux de celluloses

La synthèse chimique des cristaux de cellulose est une méthode utilisée depuis des siècles. Beaucoup de chercheurs considèrent cette méthode comme la meilleure. L'hydrolyse de la liaison bêta 1,4glycoside de la cellulose est le principe de son fonctionnement. Les solutions acides organiques et inorganiques sont utilisées pour effectuer cette opération (Cheng *et al.*, 2017). Toutefois, la sélection de la solution est cruciale. À titre d'exemple, les acides chloridrique et nitrique ont une capacité oxydante limitée, une dégradation thermique faible et une dispersion restreinte (Wang *et al.*, 2017). De plus, leur utilisation est réduite pour des raisons écologiques. Selon des études, il a été démontré que la diminution de certaines propriétés telles que la résistance et la stabilité a un impact sur les propriétés des composites.

1.8.2.1 Préparation des cristaux de cellulose à partir d'une solution d'acide sulfurique

L'objectif de l'hydrolyse de la cellulose est de supprimer autant que possible la phase amorphe sans nécessairement détériorer la cellulose. Selon l'équation de la Figure 15, le principe repose sur une réaction d'estérification par voie acide et à basse température.

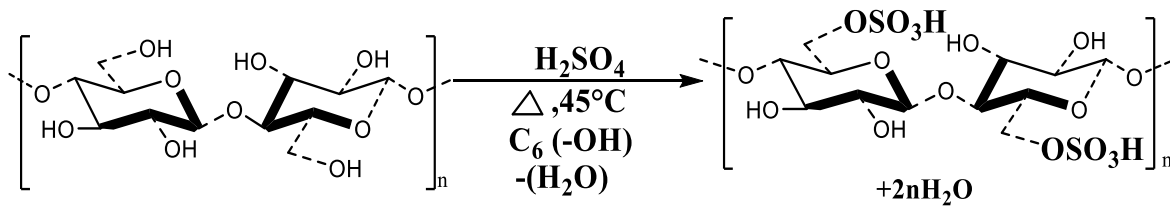


Figure 15 : Oxydation de l'hydroxyde primaire du carbone en C₆ avec une solution d'acide sulfurique

1.9 Généralités sur les biocomposites

1.9.1 Définition

Selon DeFrates *et al.* (2017), un polymère biocomposite est un matériau composé de divers éléments non-miscibles qui présentent des caractéristiques distinctes. La fabrication de celui-ci repose principalement sur une structure, ou renfort, qui garantit la stabilité thermique, ainsi qu'une matrice qui garantit la cohésion du matériau et permet de retransmettre les contraintes au renfort (Dong *et al.*, 2021). Des renforts sont disponibles, qu'ils soient d'origine organique ou inorganique (Figure 16). Cette définition, qui est extrêmement étendue, peut englober de nombreux produits. Par exemple, le béton armé utilisé dans la construction est un composite composé de béton (la matrice) et d'acier (le renfort). De plus, les composites de fibres de verre et de résines époxy sont couramment utilisés dans le domaine de l'aéronautique (Selvan *et al.*, 2021). Les composites comprennent également les panneaux de particules de bois, les contreplaqués, où les couches de bois jouent le rôle de renfort et la colle, celui de matrice.

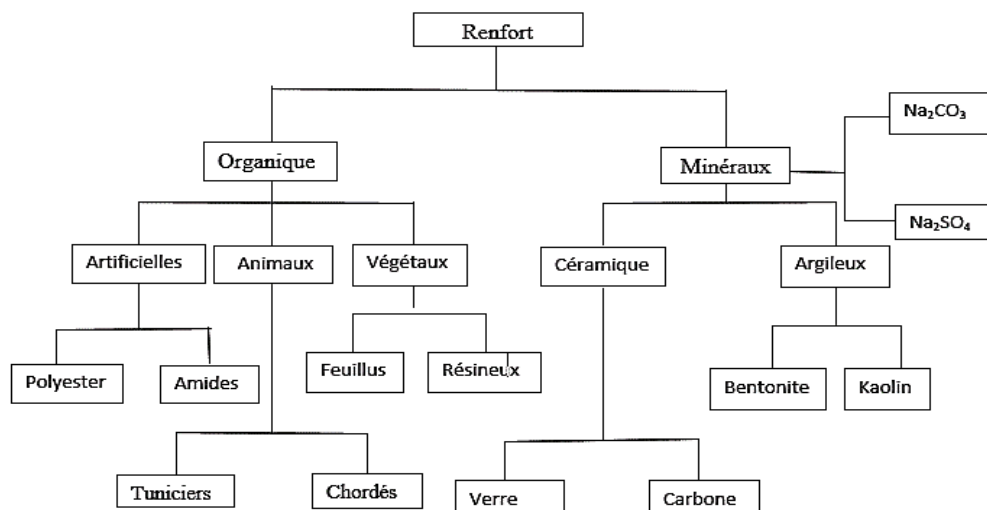


Figure 16 : Matière première utilisée comme renfort dans les matériaux polymères

1.9.2 Matière premier (Manioc)

1.9.2.1 Présentation et zone de culture du manioc

Le manioc est classé parmi les tubercules le plus cultivé au Cameroun. Ce féculent est une importante source de glucide pour la population du Cameroun. Il est plus cultivé dans les zones forestières et de savane (Batouri, Bafia et Dschang), dans la zone du Centre, de l'Est et au Sud. (Figure 17) (Tchindjang *et al.*, 2012).



a) Zone de culture de Yaoundé

b) Zone de culture de Bertoua

Figure 17: Zone de culture du manioc (Ndjouenkeu *et al.*, 2021)

En 2018, le Cameroun a produit en moyenne 25 à 27 tonnes de manioc par hectare de différentes variétés, soit 3,2 millions de tonnes de manioc par an, selon le ministère de la Recherche Scientifique et de l'Innovation (MINERESI). La moitié de cette production est utilisée pour l'alimentation, le quart pour les produits de transformation, l'un-huitième pour les racines fraîches et le reste est laissé dans la nature. La peau des tubercules de manioc est fonction de la culture à la récolte. Par exemple, à Bertoua, il existe deux types de tubercules : les tubercules doux connus sous le nom de belombo et les tubercules amers connus sous le nom de gombo (Figure 18) (Hedin, 1929).



Manioc doux



Manioc amer

Figure 18 : Les deux variétés de manioc au Cameroun

Le manioc amer contient de la linamarine, qui est un suc des tubercules amers qui peut causer des intoxications mortelles en se transformant en acide cyanhydrique. Aussi connu sous le nom de *Manihot esculenta*, il diffère des tubercules doux par ses racines très longues. On le retrouve couramment dans la fabrication du tapioca, de l'amidon et de nombreux autres produits (Breuninger *et al.*, 2009). Par conséquent, de nombreux scientifiques ont déjà utilisé l'amidon de cette espèce, en partie en raison de ses propriétés de filmogènes, dans de nombreux domaines de recherche, y compris la fabrication de films plastiques.

1.9.3 L'amidon

L'amidon du latin *amylum* est un glucide complexe, intracellulaire, insoluble dans l'eau et hautement polymérisé qui caractérise un régime végétal. Il est constitué de deux homopolymères : l'amylose et l'amylopectine. Ces deux polymères sont liés d'unité D-anhydroglucopyranose (AGR) et reliés par des liaisons α (1,4). Ils appartiennent à la famille des polysaccharides ou polyosides. L'amidon est un biopolymère de formule générale $(C_6H_{10}O_5)_n$, on le retrouve dans la plupart des plantes et se forme grâce aux processus de photosynthèse. Il est principalement extrait du maïs, du blé, et de la pomme de terre. Toutefois, on le retrouve dans plusieurs autres plantes comme le riz, le sorgho, les pignons, la banane, l'igname et le manioc ainsi que dans certaines légumineuses (Remya et Jyothi, 2015).

1.9.3.1 Présentation des polymères

❖ Amylose

L'amylose ou amylocellulose est un polyoside qui n'a pas de branches. Selon Villwock et BeMiller. (2022), il est composé d'unités de glucose qui sont liées par des liaisons α (1,4) (Figure 18). Il s'agit d'un composé non linéaire qui se structure en hélice avec 6 à 8 unités glycosiques par tour (Figure 19). Grâce à la formation des liaisons hydrogènes, il se stabilise (Tusch *et al.*, 2011).

Les molécules d'amylose ont une masse molaire variant de 105 à 106 g/mol, en fonction de leur origine botanique. Ce polymère amorphe ne se dissout pas dans l'eau et a une proportion inférieure à celle de l'amylopectine (26-28)%. Elle représente environ 20% dans les pommes de terre et le blé, environ 6% dans le riz et le sorgho, environ 5% dans le manioc et presque nulle dans le maïs. Il peut être polymérisé de 300 à 5 000 et se termine habituellement par une unité réductrice. (Maningat et *al.*, 2009).

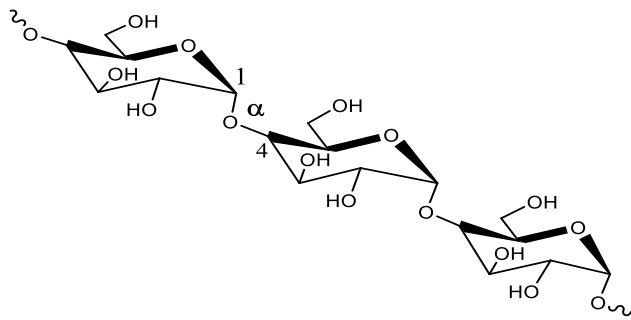


Figure 19 : Structure de l'amylose

❖ Amylopectine

Selon Bertoft (2013), l'amylopectine est un polymère composé d'oses ramifiés présent dans les plantes. Il se compose d'une unité α - D glucopyranosique et est linéaire sous la forme de liaisons α (1, 4) et parfois α (1, 6) (Figure 20). La macromolécule cristalline amylopectine présente un degré de ramification estimé entre 22 et 70 unités de glucose. Elle possède un poids moléculaire de 107-109 et varie en fonction de son origine botanique, de sa variété et des conditions physiologiques. En général, il est structuré en feuillet. Il est estimé à 80% dans les pommes de terre et le blé, 94% dans le sorgho et le maïs, 95% dans l'amidon de manioc et 100% dans le maïs (Tester et *al.*, 2004). L'amylopectine, à la différence de l'amylose, possède deux parties réductrices : la première se trouve autour de la liaison alpha α (1-6) et le degré de polymérisation est plus court (12-14). La seconde se concentre sur les liaisons α (1,4) et présente un degré de polymérisation légèrement plus élevé, allant de 30 à 45 (Avérous et Pollet, 2012).

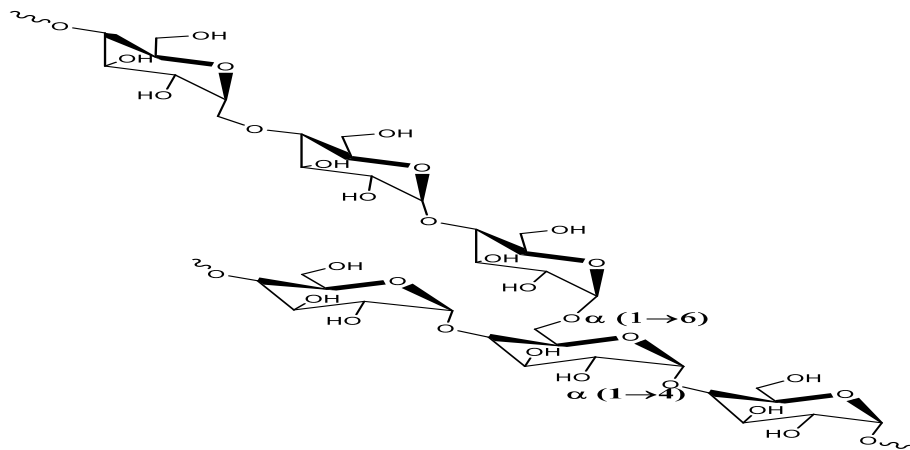


Figure 20 : Structure d'amylopectine (Avérous et Pollet, 2012)

1.9.4 Les charges

Les charges constituent la part la plus significative du volume du mélange. Cela aide à réduire l'absorption d'eau du mélange et à améliorer certaines propriétés telles que la résistance mécanique (modulation de l'élasticité) (Berardi et Iannace, 2015). Pour fabriquer des matières plastiques biodégradables, il est essentiel de prendre en compte la présence de charges minérales telles que l'argile (talc, bentonite...), le sodium carbonate (Na_2CO_3), le sodium sulfate (Na_2SO_4) ainsi que les charges organiques telles que les polysaccharides (Post *et al.*, 2021). Lors des différentes formulations, l'incorporation de ces charges améliore la résistance mécanique du produit et lui confère une apparence moins volumineuse. En outre, l'emploi de charges connues entraîne l'utilisation de matières plastiques dont les caractéristiques sont moins valorisées. Il est impossible de réutiliser ses plastiques et de les recycler. De plus, ces frais demeurent extrêmement onéreux. En se basant sur de nombreux travaux étudiés (Vogt *et al.*, 2021), on observe des améliorations : l'emploi d'une résine naturelle, des charges minérales et organiques, ainsi que divers additifs. Cependant, leur présence recommande de diminuer le coût de recyclage. L'incorporation du sodium carbonate améliore l'impact écologique.

1.9.4.1 L'argile nanométrique de bentonite

Le nanomatériau de l'argile nanométrique est une nouvelle catégorie de minéraux argileux. Cette argile présente l'avantage d'être abordable et très écologique pour de nouvelles applications (Salam *et al.*, 2017). Le silicate hydraté est présent dans la nature sous la forme de feuillets empilés les uns sur les autres (Figure 21).

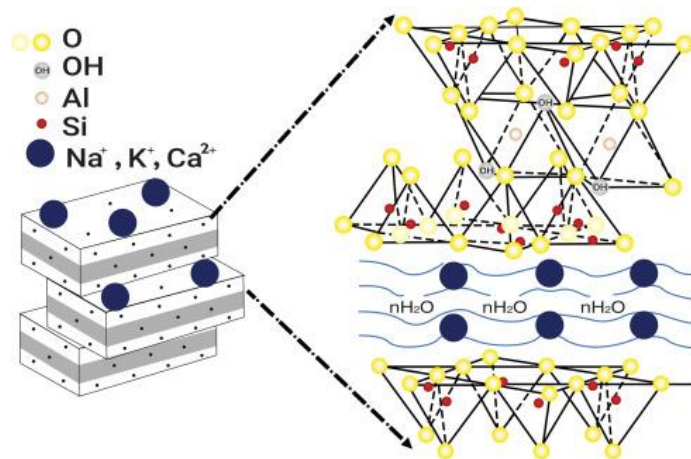


Figure 21: Structure géométrie de la bentonite nanoclay (Murray, 2006)

L'argile est produite de différentes façons. Selon Floody *et al.* (2009), il est possible de mentionner la centrifugation, la lyophilisation, l'agitation énergétique, la filtration à flux croisés ou encore l'ultracentrifugation. Selon Das *et al.* (2018), les nanoparticules d'argiles sont actuellement utilisées dans de multiples domaines tels que la médecine, l'alimentation, les cosmétiques et les médicaments. Cela s'explique en partie par leur production naturelle et leur faible impact sur l'environnement (Apsana *et al.*, 2018). La bentonite nanométrique est une argile hydrophobe, non traitée, constituée d'aluminium oxyde hydraté (Al_2O_3 , H_2O) et de silicium oxyde (SiO_2). Ce matériau, fabriqué à partir de cendres volcaniques et d'eau, est couramment employé dans des polymères structuraux en tant que renfort, comme revêtement à base d'eau et principalement dans la fabrication d'emballages alimentaires.

1.9.5 Le plastifiant

Le plastifiant est un composé liquide visqueux qui est ajouté aux formulations de divers types de matériaux polymères afin de les rendre plus souples et plus résistants. D'un point de vue chimique, l'emploi d'un plastifiant vise à encourager son infiltration dans les cavités laissées entre les molécules de chaîne du polymère, ce qui diminue ses forces intermoléculaires et entraîne son activation simultanée de sa mobilité. Selon le matériau, on distingue deux catégories de plastifiants : les plastifiants primaires et les plastifiants secondaires. La compatibilité élevée des plastifiants primaires avec le vinyle polychlorure, le polystyrène et le polyéthylène est évidente. Les esters phosphoriques (phosphates) sont le dioctyle phtalate (DOP), le diisononyl phtalate (DINP), le dioctyle téréphtalate (DOTP). La compatibilité des plastifiants secondaires avec le PVC et d'autres matériaux est moins bonne.

1.9.6 La gomme

La gomme est un élément végétal choisi comme source d'extrait riche en durcisseur bionaturel. Selon Ndiwe *et al.* (2019), elle est couramment employée comme un additif pour

améliorer les caractéristiques mécaniques des matériaux biodégradables, notamment les panneaux de particules. Elle est issue des produits végétaux de certains arbres. Au contact de l'eau, elle gonfle et demeure vulnérable à la dilution. Cependant, il est impossible de la dissoudre dans l'huile et dans certains solvants organiques. Le durcisseur est un organe qui a tendance à agir comme un ciment et à protéger le matériau contre tout agent environnemental. Les agents pathogènes tels que l'humidité et certains facteurs climatiques, tels que le vent, peuvent être mentionnés. Elle favorise l'amélioration des caractéristiques mécaniques du matériau grâce aux nouvelles connexions Elle est définie en nomenclature conventionnelle comme l'hydroxyl(4-hydroxycyclopenta-1,3-dien-1-yl)méthyl(2S,3R,4R,5S,6S)-2,4,5,6-tetrahydroxytetrahydro-2H-pyran-3-carboxylate (Figure 22). Cette gomme est un produit fabriqué à partir de l'arbre et joue un rôle de renfort. À température ambiante, ce composé est très soluble dans l'eau et possède des propriétés similaires à celles des substances naturelles d'origine végétale telles que la sève des plantes (hévéea).

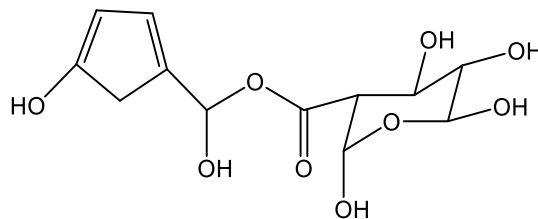


Figure 22 : Structure de la gomme, exsudat d'acacia (Ndiwe *et al.*, 2019)

CHAPITRE 2. MATERIELS ET METHODES

À la suite du premier chapitre consacré à l'étude bibliographique de la biomasse lignocellulosique et des polymères biocomposites, les méthodes d'extraction de la cellulose, de préparation des cristaux de cellulose et sur les composites à base de polymères naturels renforcés par des fibres cellululosiques y sont décrites avec précision. Le deuxième chapitre présente les matériaux, les techniques mises en œuvre ainsi que les techniques de caractérisation de la cellulose isolée, de la cellulose hydrolysée et des films biocomposites produits.

2.1 Matériels

2.1.1 Bois d'eteng

Le bois d'eteng, également connu sous le nom bois le fromager (*Ceiba pentandra*) a été acheté sur l'un des sites commerciaux de Mbalmayo, plus précisément au dépôt de bois de Nkongolo, situé à 150 m du carrefour du Lion, en provenance de Yaoundé sous forme de planches (Figure 23).



Figure 23 : Texture de bois d'eteng scié

Les planches ont été sciées et fractionnées en petits morceaux au laboratoire, puis laissées dans une étuve sous vide à 103°C pendant 24 heures. Les résidus de bois ont été broyés à l'aide d'un broyeur Retsch-DR 100. La poudre obtenue a été tamisée à l'aide de tamis normalisés AFNOR (NFB 52-001-1) dotés de pores de dimensions 160, 200, 315, 400 et 500 µm, en vue de différentes expériences (Figure 24).

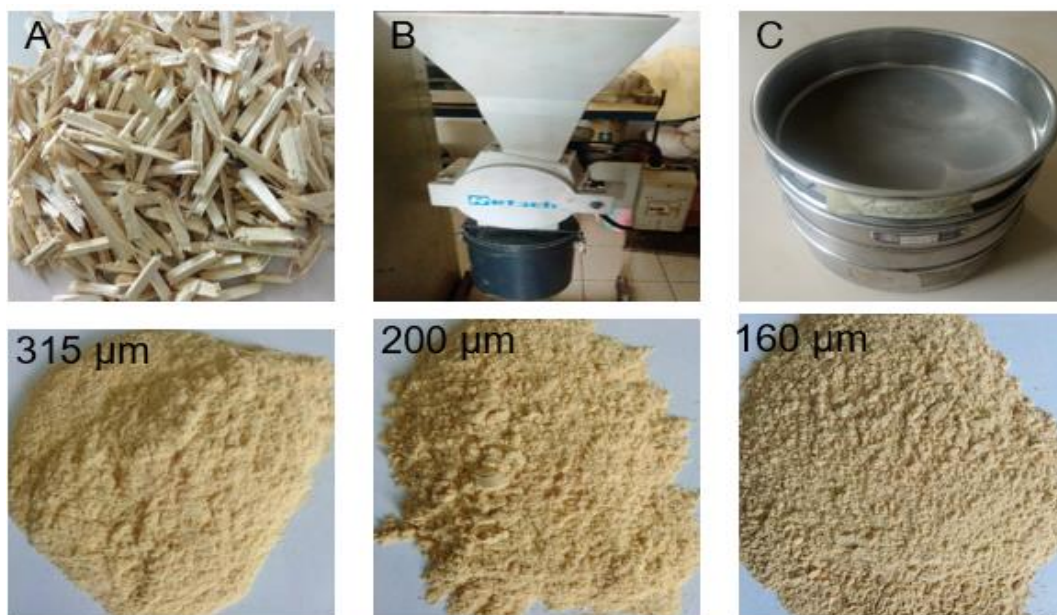


Figure 24: Présentation des poudres de bios d'eteng obtenues grâce aux fragments de bios (A) au broyeur (B) et aux tamis (C)

2.1.2. Amidon de manioc

Les tubercules de manioc achetés à Bafoussam (Ouest du Cameroun), ont été pelés puis trempés dans l'eau pendant sept jours afin de ramollir les racines de manioc. Après cette période, elles ont été broyées mécaniquement à la main et filtrées pour distinguer les microparticules, des macroparticules. La solution contenant les microparticules d'amidon a été filtrée à travers un tamis de 80 µm. La solution obtenue a été laissée en repos pendant semaine. L'amidon a été récupéré par décantation et séché à l'étuve à 50°C pendant une semaine (Figure 25). Par la suite, il a été analysé par FTIR et comparé aux modes de liaisons de la littérature. Les régions spectrales spécifiques associées au mode de liaison glycosidique ($1050 - 950 \text{ cm}^{-1}$), au mode de liaison de la molécule d'eau (1600 cm^{-1}) et aux modes de vibration ($2800- 3000 \text{ cm}^{-1}$) et ($3000-3400 \text{ cm}^{-1}$) (Figure 26) (Mbey *et al.*, 2012).



Figure 25 : Amidon extrait du manioc amer

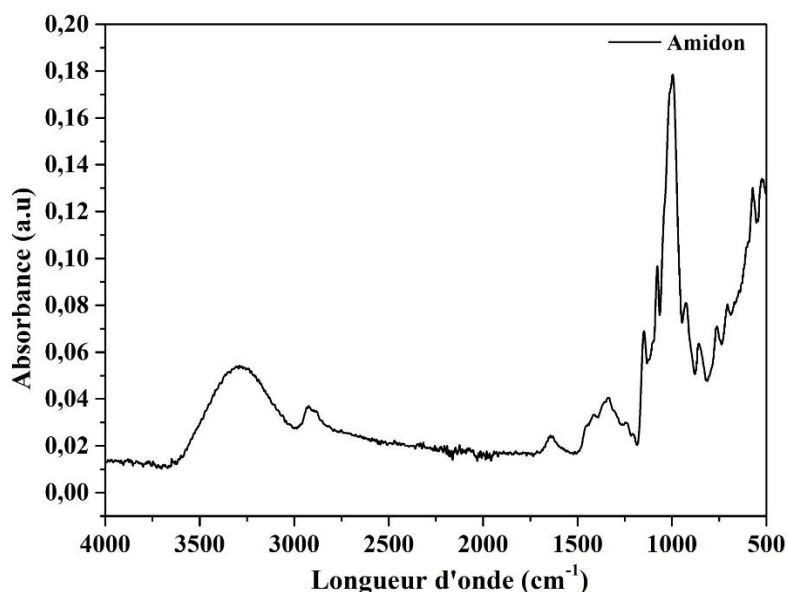


Figure 26 : Spectre infrarouge des échantillons d'amidon témoin (l'amidon extrait au laboratoire de Chimie Macromoléculaire)

2.1.3 Gomme naturelle (exsuda d'acacia)

La gomme provient de diverses unités de production traditionnelles situées dans le Nord du Cameroun (entre 9,2° à 10° de latitude Nord et entre 1° à 1,5° de longitude Est). Elle est produite par les arbres comme le montre la Figure 27, afin d'assurer une barrière protectrice contre les agents pathogènes d'exsudats (*Vachellia nilotica-latex*).



Figure 27 : Schéma présentant la coagulation de la serve d'arbre

2.1.4 Produits chimiques

Le benzène, C_6H_6 ; l'acide acétique, CH_3COOH (98%) et l'acide formique, $HCOOH$ (98%) et ont été fournis par BDH Chemicals Ltd. L'acétone, C_3H_6O (99%) ; l'acide sulfurique, H_2SO_4 (98%) ; l'éthanol, CH_3CH_3O (95%) ; l'hydrogène peroxyde, H_2O_2 (50%) ; le glycérol, $C_3H_8O_3$ (98%) ; le sodium chlorate, $NaClO_3$ (5%) ; le sodium hydroxyde, $NaOH$ (95%) ; le sodium thiosulfate, $Na_2S_2O_3$ et le potassium hydroxyde, KOH (86%) ont été achetés auprès de

Sigma-Aldrich. Le potassium permanganate a été fourni par LEAP Chem Co. Ltd. L'acide éthylènediaminetétraacétique EDTA, $C_{10}H_{16}N_2O_8$ (99%) a été fournis par VWR Chemicals. L'eau distillée a été produite au laboratoire et utilisée pour toutes les manipulations. Tous les réactifs ont été utilisés comme reçus à l'exception de l'éthanol et l'acétone qui ont été re-distillés.

2.2 Méthodes et caractérisations

2.2.1 Caractérisations physico-chimiques

Les analyses physiques et chimiques ont été effectuées sur la sciure de taille entre 160 et 200 μm . Toutes les caractérisations ont été faites selon la norme N.F.P 18-558, la littérature (Sango *et al.*, 2018) et la méthode NREL LAP basées sur la biomasse anhydride avec des légères modifications.

2.2.1.1 Propriétés physiques du bois

❖ Densité absolue

La densité absolue se définit comme étant la masse d'un corps par unité de volume absolu de matière solide pleine. Elle a été calculée selon la norme N.F.P 18-558.

Le principe consiste à préparer des éprouvettes de bois de forme rectangulaire, correctement dimensionnées. Ces éprouvettes sont laissées à l'étuve à 80°C pendant toute la nuit. Puis, elles ont été cuites dans un réacteur à 170°C pendant 8 h de temps afin d'éliminer le vide. Par la suite, les éprouvettes ont séché dans l'étuve pendant 24 h à 80°C, la masse ainsi que les dimensions (la longueur, la largeur et l'épaisseur) ont été prélevées. Les différentes valeurs ont permis de calcul de la densité absolue (réelle) à travers la relation de l'équation. (10)

$$D_r = \frac{M_s}{V_s (L \times l \times e)} \quad 10$$

où M_s est la masse du solide, V_s est le volume du solide après cuisson à une température de 170°C, L est longueur de l'éprouvette, l est la largeur et e est épaisseur.

❖ Densité apparente

La méthode d'immersion dans l'eau, telle que décrite par la norme NF P 94-053, a été utilisée pour déterminer la densité volumique apparente D_a des résidus de poudre de bois. Les échantillons de masse m (160 μm) ont été prélevés, pesés puis recouverts de paraffine (masse volumique de la paraffine $\rho_p = 0,88 \text{ g/cm}^3$) et à nouveau pesés. La masse de la paraffine est soustraite et le volume de la paraffine est calculé (V_p). Les échantillons recouverts de paraffine sont ensuite immergés en évitant la formation de bulles (Figure 28). À partir du volume d'eau

déplacé dans l'éprouvette, nous obtenons le volume (V_{p+f}) de l'ensemble poudre plus la paraffine. Le volume V de chaque poudre est déduit en utilisant la formule correspondant à l'équation (11)

$$V = V_{p+f} - V_p \quad 11$$

où V_{p+f} est le volume prélevé pour l'ensemble poudre plus paraffine et V_p est le volume de la paraffine et V est le volume de la poudre.

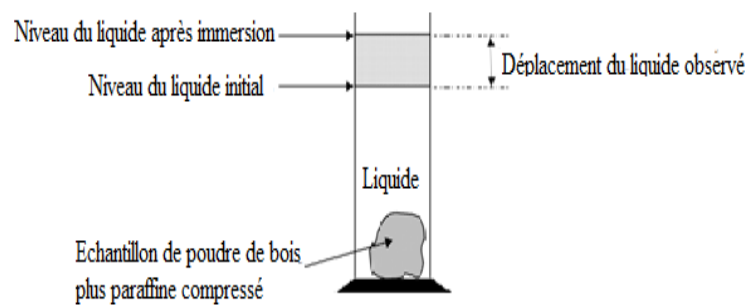


Figure 28 : Schéma du principe de détermination de la masse apparente

La densité volumique apparente est calculée comme le montre l'équation (12)

$$D_a = \frac{M_p}{V} \quad 12$$

où D_a est la densité apparente, et M_p la masse prélevée.

❖ Porosité du bois

La porosité a été calculée en fonction de la densité apparente et la densité réelle selon l'équation (13). Selon Legrand *et al.* (2020), elle se définit par l'expression :

$$P = 1 - \frac{D_r}{D_a} \quad 13$$

où P est la porosité, P_r est la densité réelle, P_a est la densité apparente.

2.2.2. Analyses chimiques

2.2.2.1 Taux d'humidité

La teneur en humidité des résidus de poudre de bois d'eteng a été évaluée selon le protocole décrit par Zhao *et al.* (2008). Dans un creuset en céramique préalablement séché à 70°C et pesé à vide pour essais de l'humidité. Une masse de 5 g de sciure de bois (160 μm) y est introduite. L'ensemble est porté à l'étuve à 103°C pendant 24 h. Une fois le temps écoulé, il est

placé dans un dessiccateur à température ambiante pendant 5 min et pesé par la suite. Le taux d'humidité est calculé selon l'équation (14).

$$\% H = \frac{W_o - W_1}{W_1} \times 100 \quad 14$$

où H est la teneur en humidité, W_o est la masse initiale humide, W_1 est la masse obtenue après 24 h de séchage.

2.2.2.2 Taux de cendres

L'incinération de matière lignocellulosique a été déterminée selon la formule de l'équation (15), qui a été proposé par Rambo *et al.* (2015). Une masse de 2 g de sciure de bois (160 μ m) est placée dans un creuset en céramique préalablement séché et pesé. L'ensemble est porté dans un four à 500°C pendant 4 h. Après ce temps, le creuset est laissé refroidi toute la nuit et pesé le lendemain. Le taux de cendre est calculé comme suit :

$$\% C_e = \frac{M_{(c+e)h} - M_{(c+e)s}}{M_o} \times 100 \quad 15$$

où C_e est le pourcentage de matière minérale présente dans le bois, $M_{(c+e)h}$ est la masse de l'ensemble échantillons-creuset humide, $M_{(c+e)s}$ est la masse de l'ensemble échantillons-creuset obtenu après calcination et M_o la masse de l'échantillon anhydre.

2.2.2.3 Extraction au mélange l'éthanol-toluène

L'extraction des composés organo- solubles encore appelés extractibles a été déterminée suivant le protocole présenté par Sango *et al.* (2019) avec légère modification. L'extraction au Soxhlet des matières extractibles a été effectuée pendant 10 h. Le volume du mélange de solvant éthanol/toluène était de 1 : 2 (v : v). Environ 5 g de sciures de taille (160 μ m) ont été mesurées et placées dans des cartouches d'extractions afin d'extraire des composés à faibles poids moléculaires du bois telles que les cires, les terpènes, les tanins, les flavonoïdes, les stérols, etc. Ces cartouches ont été placées dans un Soxhlet de 1000 mL, relié à un ballon de 1000 mL et contenant 800 mL du mélange éthanol/toluène. Après 10 h d'extraction, les cartouches sont retirées et placées à l'air libre sur une hotte, puis à l'étuve à 60°C toute une nuit. Le taux d'extractible est calculé selon équation (16)

$$E = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100 \quad 16$$

où E est le taux d'extractible en pourcentage, m_0 est masse initiale à l'état sec et m_1 est la masse obtenue à l'état sec après extraction éthanol-toluène

2.2.2.4 Extraction à l'eau

L'extraction à l'eau permet d'extraire des composés libres hydrosolubles telles que les protéines, alcaloïdes et des composés Inorganiques présents dans le bois. Pour ce faire, les cartouches obtenues après extraction du mélange éthanol/toluène ont été replacées dans un Soxhlet, qui a été relié à un ballon de 1 000 mL contenant 800 mL d'eau. L'ensemble a été chauffé à reflux pendant 24 h. Ensuite, les cartouches ont été retirées, laissées à l'air libre au contact de la lumière du soleil, séchées sous ventilation et pesées. L'extrait à l'eau est calculé comme suit

$$E_e = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \quad (17)$$

où E_e est le taux d'extrait à l'eau en pourcentage et m_2 est la masse obtenue après extraction à l'eau

2.2.2.5 Extraction en milieu acide

L'extraction en milieu acide, permet d'extraire les pectines, qui sont des polysaccharides acides présents dans les végétaux et utilisés par la plante comme gélifiant. Cette extraction a été réalisée en référence aux travaux de la littérature (Bouredja et Mehdadi, 2015). La masse (m_2) obtenue à l'étape précédente est introduite dans un ballon à col rodé de 200 mL. Ensuite, 100 mL de solution contenant 1% d'EDTA par rapport à la masse initiale sont ajoutés, puis quelques gouttes d'acide acétique 98% y ont été ajoutées afin d'ajuster le pH à 5. Le mélange est porté à reflux dans un bain d'eau en ébullition et sous agitation pendant quatre heures à une température de 90°C. Après ce temps, le mélange est filtré, lavé abondamment à l'eau chaude, puis laissé à l'air libre avant d'être placé dans l'étuve à 60°C pendant une nuit. Le taux pectine est calculé de manière suivante.

$$P = \frac{m_2 - m_3}{m_0} \times 100 \quad (17)$$

où P est le taux de pectine en pourcentage et m_3 est la masse obtenue après extraction en milieu acide.

2.2.2.6 Taux d'holocellulose (cellulose et hémicelluloses)

Parmi les méthodes d'extraction utilisées au laboratoire, la solution de tamponnée de chlorite de sodium est la plus utilisée (Sango *et al.*, 2018). Pour des raisons environnementales, cette méthode a été remplacée par l'utilisation de la solution d'acétate de sodium (CH_3COONa) et de l'hydrogène peroxyde (H_2O_2 à 50%). La masse de l'échantillon dépectinée est placée dans un ballon à col rodé de 200 mL. Une solution contenant 0,5 g de CH_3COONa et de l'eau oxygéné

(dans un rapport 1 : 1, v/m) est ajoutée. L'ensemble est chauffé à reflux dans un bain d'eau à 80°C. Cette opération est répétée quatre à six fois jusqu'à ce que la pâte soit blanchie. Ensuite, la pâte est lavée plusieurs fois à l'eau chaude, puis à l'aide d'une solution d'acétate, de cétone et d'eau tiède. Le résidu restant est séché sur la hotte puis à l'étuve à 60°C. Le taux d'holocellulose est calculé selon l'équation ci-dessous

$$H_0 = \frac{m_3 - m_4}{m_0} \times 100 \quad (18)$$

où H_0 est le taux d'holocellulose en pourcentage et m_4 est la masse obtenue après extraction à acétate de sodium et à l'hydrogène peroxyde.

2.2.2.7 Extraction de la cellulose

L'extraction de la cellulose a été réalisée selon le procédé décrit par Carrier *et al.* (2011). Dans un bécher de 200 mL, une masse m_3 d'holocellulose a été introduite, puis une solution de soude (NaOH, 17%) est ajoutée. Le mélange est agité à l'aide d'un agitateur pendant 30 min à une vitesse 500 rpm. Par la suite, 50 mL d'eau distillée a été ajouté pour ralentir la réaction, puis celle-ci a été arrêtée en plaçant le bécher dans un bain de glace. Ensuite, le mélange a été filtré et lavé à l'eau chaude, puis à l'eau froide. Le lavage est poursuivi avec une solution d'acide acétique (CH₃COOH, 1%). Le résidu a été rincé à l'eau distillée, peser et caractériser. Le taux de cellulose est calculé comme suit :

$$\text{Cell} = \frac{m_4 - m_5}{m_0} \times 100 \quad (18)$$

où Cell est le taux de cellulose en pourcentage et m_5 est la masse obtenue par une solution de soude (NaOH, 17%).

2.2.2.8 Taux de lignine (insoluble)

❖ Lignine de Klason

Le taux de lignine Klason a été déterminé selon la méthode décrite par TAPPI T222 om-88 (Sluiter *et al.*, 2008). Une masse de 30 mg de l'échantillon dépectinée est traitée avec une solution de 15 mL d'acide sulfurique (H₂SO₄, 72%). Le mélange est laissé sous agitation à 500 rpm pendant 1,5 h à température ambiante afin d'hydrolyser et de solubiliser les polyoses (sucres). Par la suite, l'ensemble est dilué avec un volume d'eau de 190 mL pour réduire la concentration de l'acide à 3% en masse. Le mélange est porté à ébullition pendant 4 h. La lignine qui fut déposée est filtrée et lavée à l'eau chaude jusqu'à atteindre un pH neutre, puis sécher. Le taux de lignine insoluble est calculé à partir de l'équation (19)

$$L_I = \frac{m_3 - m_6}{m_3} \times (100 - (E + E_e + P)) \quad (19)$$

où L_I est le taux de lignine insoluble en pourcentage et m_6 est la masse obtenue après hydrolyse de la sciure dépectinée.

❖ Lignine soluble

La lignine soluble est déterminée selon la méthode TAPPI UM 250. Le principe de cette méthode consiste à réaliser un dosage spectrométrie sur le surnageant de la liqueur noire issue de la lignine de Klason. Pour ce faire, dans une fiole de 100 mL, on introduit 1 mL de la solution de liqueur noire préalablement centrifugée, puis on ajoute 1 mL d'une solution d'acide sulfurique à 72%. L'ensemble du contenu est mélangé avec une tige de verre jusqu'à ce que le matériau d'essai soit homogène. Ensuite, on dilue cette solution en ajoutant 28 mL d'eau distillée. Le mélange est chauffé à 80°C pendant 15 min, puis filtré à chaud. Le taux de lignine soluble est calculé en rapport à l'équation (20).

$$\% LS = \frac{A \cdot D \cdot V}{a \cdot b \cdot M} \cdot 1000 \quad (20)$$

où LS est la quantité de lignine soluble, A est l'absorption à 205 nm, D est le facteur de dilution, V est le volume du filtrat en litre (0,029 l), a est le coefficient d'extinction de la lignine, en g/cm (110 g/l cm), b est la longueur du tube (1 cm), M est la masse de l'échantillon à sec avant l'hydrolyse en milieu acide en g.

La lignine totale présente dans la sciure est donnée par sommation sur la lignine soluble et insoluble, ceci grâce à l'équation (21)

$$\% LT = \sum_1^1 (LI + LS)\% \quad (21)$$

où LT est le taux de lignine totale présent dans le bois, L la quantité de lignine insoluble dans H_2SO_4 à 72% et LS la quantité de lignine soluble après hydrolyse dans l'acide à 72%.

2.3 Techniques de délignifications et méthodes de blanchiment de la pâte

Dans le cadre de ce travail, trois procédés de délignification ont été prise en compte : le procédé Kraft (Na_2S : NaOH), procédé Alcell (CH_3CH_2OH : NaOH) et l'acide formique, acétique et eau ($HCOOC$: CH_3COOH : H_2O). Les résidus de poudres de bois (315 μm) ont été choisis pour les différents essais. Une étude sur la délignification par voie douce a été réalisée en fonction de la température, du temps de réaction ainsi que la proportion de l'acide formique (AF) dans le

mélange. La délignification a été évaluée à l'échelle du laboratoire. Pour chaque essai, cinq gramme (5 g) de sciure de bois a été utilisé.

2.3.1 Délignification par la méthode Kraft

Pour cette étude, la charge de sodium sulfite (Na_2S) a été ajustée en fonction de la masse de la sciure, selon le protocole décrit dans la littérature (Gilarranz et *al.*, 2002). Dans un réacteur de 500 mL, une masse « m » de sciure a été introduite. Une solution blanche constituée d'un mélange de sodium sulfure (30%) et la soude (70%) a été ajoutée. Le rapport bois : liqueur est de 1 : 10 (m : v). Le Temps d'imprégnation entre la liqueur et les résidus de poudre de bois est 30 min et la température de cuisson est maintenue à 170°C pendant trois heures (3 h). La composition de la cuisson dans le réacteur est représentée dans le Tableau (IV).

Tableau IV : Paramètres optimaux employés pour obtention de la pâte Kraft

NaOH+Na₂S /Sciure de bois (315 µm) (m : m)	dans 100 mL d'eau
Sulfidité (0.6 g de Na ₂ S)	30%
Poudre alcalin (NaOH)	70%
Rapport bois : liqueur (m:v)	1/15
Temps d'imprégnation	1h
Température de cuisson	170°C

Le pourcentage de délignification a été calculé selon l'équation (18).

$$T_d = \frac{m_o - m_t}{m_o} \times 100 \quad (22)$$

où m_o est la masse du matériau brut séché à 103°C après un jour, m_t est la masse du matériau obtenu après extraction pendant 3 h à 170°C.

2.3.2 Délignification à l'éthanol-soude

Le procédé de délignification à partir du mélange éthanol-soude a été effectué en référence aux travaux de Schroeter et Dahlmann. (1991). Le Tableau (V) présente la composition de matériau qui a été utilisé pour délignifier nos particules de bois. Le rendement de délignification a été calculé selon la relation avec l'équation (18).

Tableau V. Matériaux pour extraction à l'éthanol : Eau (60 :40 ; v/v) plus 15% de soude en masse

Rapport liqueur/bois (v : m)	15 :1
Montée au palier de température	1 h
Temps du palier	3 h
Température du palier	150°C
Charge en alcali par rapport à la masse du bois sec	15%
Teneur en alcool par rapport au volume de la liqueur	60%
Volume d'eau	40%

2.3.3 Délignification par procédé acide formique/acide acétique/eau)

La délignification par voie acide consiste à utiliser un solvant organique acide ou un mélange de solvants organiques, éventuellement de l'eau pour éliminer les traces de lignine présentes sur la pâte délignifiée. Pour cette étude, les solvants organiques acides tels que l'acide formique et l'acide acétique ont été sélectionnés. Des solutions de traitement contenant de l'acide formique (AF), l'acide acétique (AA) et l'eau (Wa) dans différents rapports massiques ont été préparées. Le temps de réaction (1 h, 1,5 h, 2 h, 3 h) et la température (80°C, 90°C, 107°C) ont été pris en compte. Les rapports massiques des solutions d'acide formique/acide acétique/eau testées sont : 50/30/20 ; 40/40/20 ; 20/30/50 ; (v/v/v). Ces solutions ont été utilisées pour délignifier les particules de sciure. Dans un ballon à col rodé de 250 mL, une masse « m » de sciure est mélangée avec 100 mL de solution d'acide (HCOOH : CH₃COOH : H₂O). Le ratio solide : le solvant choisi est de (1 : 15 ; m : v). L'ensemble est laissé pendant 1 h à température ambiante pour permettre une imprégnation totale entre la sciure et la solution. Ensuite, le mélange est chauffé à reflux sous agitation à différentes températures variés (80°C, 90°C, 107°C) selon le procédé décrit par la Figure 29. La pâte obtenue à cette fin est également présentée en image sur la Figure 30.

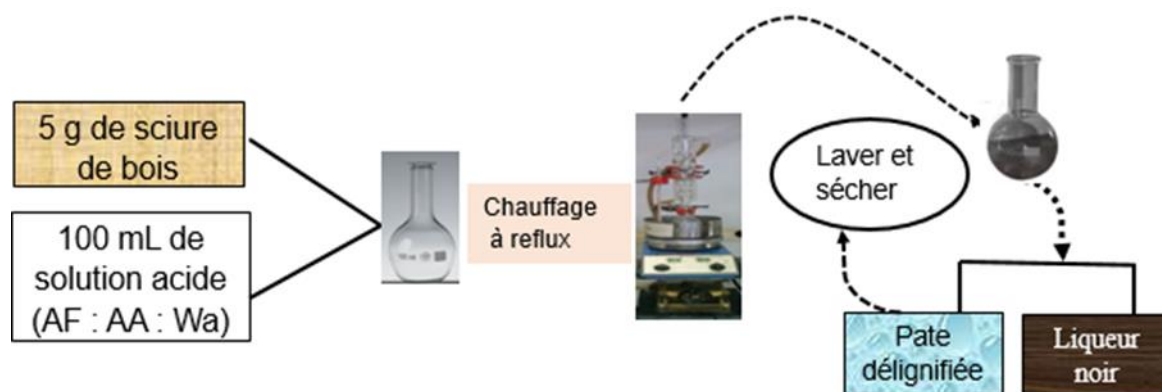


Figure 29 : Procédé simplifié de la délignification

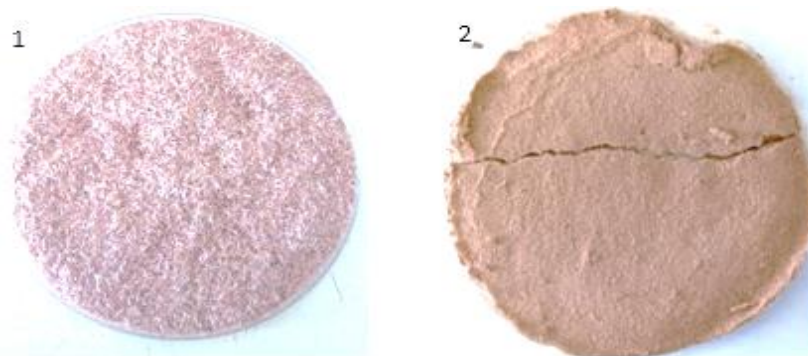


Figure 30: Délignification de la sciure de bois (1. Sciure de bois brut ; 2. Sciure délignifiée)

2.3.4 Degré de blanchiment (nombre Kappa)

Dans un Erlenmeyer de 200 mL, 30 mg de poudres de bois sont dispersés dans 8 mL d'eau distillée sous agitation magnétique pendant 15 min. Ensuite, 1 mL d'une solution de KMnO_4 à 0,1 M et 1 mL d'une solution d'acide sulfurique (H_2SO_4 , 4 M) sont ajoutés. Le mélange est maintenu sous agitation pendant 10 min afin que le permanganate réagisse avec la lignine résiduelle présente dans la poudre. Cette réaction d'oxydoréduction est rapide et conduit rapidement à un solide de couleur pratiquement blanche. Par la suite, 200 μL d'une solution de KI à 1 M sont ajoutés pour consommer le reste de permanganate en excès dans la solution. Selon l'équation (19), le nombre kappa pour l'ensemble des pâtes délignifiées dans le but de mieux interpréter les résultats obtenus, est calculé par la formule :

$$K = \frac{(b - a)N}{0,1W} \quad (23)$$

où b est le volume à blanc du sodium thiosulfate consommé par le KMnO_4 dans la solution, a est la quantité de thiosulfate consommé par l'échantillon en mL, W est la masse de l'échantillon pesée et N est la normalité du sodium thiosulfate.

2.3.5 Blanchiment de la pâte délignifiée

Le blanchiment de pâte est l'un des processus de traitement supplémentaire qui a été effectué sur la pâte délignifiée. Le but ici est de retirer les traces de lignine résiduelle et certaines extractibles fortement colorée encore présents sur le produit obtenu après délignification. Pour ce travail, la solution d'hydrogène peroxyde (H_2O_2 , 2%) et de soude (NaOH , 1%) a été utilisée. Une masse « m » de pâte délignifiée est introduite dans un ballon à col rodé de 200 mL, puis une solution de $\text{H}_2\text{O}_2/\text{NaOH}$ (v/v) de rapport molaire (1/5) initialement préparée est ajoutée en fonction de la masse de la pâte délignifiée. Le pH de la solution est dans l'intervalle 10 à 11. Le

ratio masse : volume (m :v) est (1 :10). Le mélange est porté à reflux et sous agitation constante pendant 1 h à 80°C, et l'expérience est répétée plusieurs fois jusqu'à ce que la pâte soit blanchie

Selon Kuma *et al.* (2007), l'hydrogène peroxyde est l'un des agents de blanchiment écologique le plus utilisé dans le domaine papetier. Il est considéré comme l'un des meilleurs réactifs de dégradations des polyphénols. Cependant, il est principalement responsable du jaunissement de pâte en partie dû l'oxydation des fonctions hydroxydes des hémicelluloses en carbonyle.

2.3.6 Étude du jaunissement de la pâte

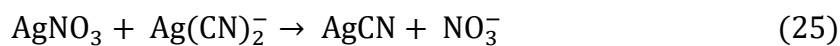
2.3.6.1 Dosages du taux de carbonyle (CO) par la méthode au potassium cyanure

Le dosage du taux de carbonyle a été effectué en référence aux travaux d'Ahn *et al.* (2019). Cette réaction se fait en deux étapes :

- La première étape consiste à mélanger une solution contenant des ions Ag^+ en excès avec des ions cyanures (CN^-) pour former un complexe soluble $Ag(CN)_2^-$ selon l'équation 20



Puis, il se forme un précipité blanc insoluble d'argent cyanure ($AgCN$) comme le montre l'équation (21).



- Dans la seconde étape, on ajoute une solution de potassium iodure, qui réagit avec l'excès d'ions Ag^+ pour former un précipité Jaune d'argent iodure AgI (Figure 31).

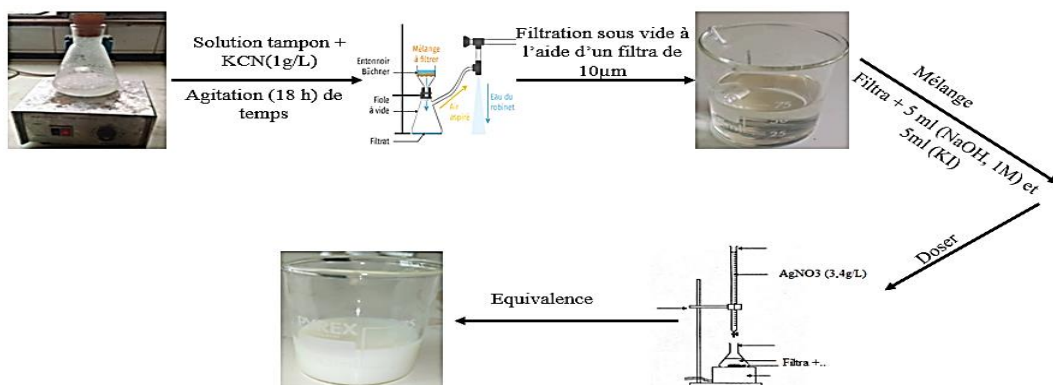


Figure 31 : Préparation de la liqueur pour dosage de l'indice CO à partir du nitrate d'argent

❖ Protocole

Dans un Erlenmeyer de 250 mL, une masse de 1 g de la cellulose blanchie à l'eau oxygéné / soude a été introduite, ensuite une solution tampon (Na_2CO_3 , 0,2 M) / ($NaHCO_3$, 0.2 M) à pH

= 10 et 50 mL de la solution de potassium cyanure (1g/L) a été ajouté. Le mélange est mis sous agitation constante pendant 18 h à température ambiante. Ensuite, la suspension est filtrée sur Buchner n°4, le filtrat récupéré et conservé dans une fiole propre. 50 mL. Le filtrat est mélangé à 5 mL de la solution de soude (1 M) et 5 mL de la solution potassium iodure (10%). Cette solution est dosée par le nitrate d'argent (3,4g/L). L'équivalence correspond au volume V_{eq} où un précipité jaune persistant apparaît. L'indice de CO est calculé en relation avec l'équation (26).

$$\text{Indi CO} \left(\frac{\text{mmol}}{\text{g}} \right) = \frac{2(V_b - V_{eq})C_{Ag}}{m} \quad (26)$$

où V_b est le volume à blanc, C_{Ag} la concentration d'ion Ag^+ dans la solution et V_{eq} le volume à l'équivalence.

2.3.7 Purification de la pâte par une solution de sodium chlorate

La purification consiste à éliminer les traces de groupements chromophores présent dans la pâte après blanchiment à l'eau oxygénée. Son principe est le suivant :

Dans un Erlenmeyer de 250 mL, une masse « m » de la pâte préalablement blanchie à eau oxygénée / soude a été introduite dans une solution de sodium chlorate ($NaClO$ (5%)), l'ensemble a été agité à reflux sur une plaque chauffante à 70°C. L'expérience a été répétée quatre fois de suite jusqu'à blanchiment totale de la pâte.

2.4 Préparation des cristaux de cellulose par voie acide (H_2SO_4)

À la lecture, de nombreuses revues bibliographiques, des cristaux de cellulose s'obtiennent par voie acide. La solution la plus adéquate est l'acide sulfurique à des concentrations supérieures ou égales 50% de pureté. Le choix du réactif tient compte de ses propriétés oxydantes et à sa capacité à renforcer les propriétés du matériau. Le protocole utilisé pour ce travail est celui décrit par Wang *et al.* (2017) et Kamel *et al.* (2020), ce faisant avec de fortes modifications sur la méthode de purification.

La $cell_3$ a été choisie pour préparer des cristaux de cellulose en partie dû à ses propriétés cristallines. Son principe repose sur l'hydrolyse à partir des solutions d'acide sulfurique à différents pourcentages de puretés (50%, 55%, 60%). Dans un Erlenmeyer de 250 mL contenant une solution d'acide sulfurique, une masse « m » de $cell_3$ a été introduit. Le rapport masse : volume est (1 : 5, m : v). L'ensemble est agité à 500 rpm à 45°C pendant 30 min puis, 200 mL d'eau distillée fut ajoutée et agitée 30 min de plus. Après ce temps, le mélange est porté dans un réfrigérateur à 12°C pendant 10 min afin de stopper la réaction et faciliter la précipitation de la

cellulose hydrolysée. Substituer le surnageant et effectuer un lavage par décantation à plusieurs reprises. Centrifuger à 5000 tr/min pendant 30 min à eau froide, par une solution de soude (1%) et en fin, à l'eau vaporisée à 100°C. L'expérience a été répétée plusieurs fois jusqu'à pH neutre. Le résidu obtenu est rincé par la suite à l'eau distillée. Une fois l'expérience terminée, le gel a été récupéré et purifié par lavage à l'eau distillée pendant quatre jours. Le changement de l'eau se faisait toutes les 1 h. Par la suite, le gel est récupéré et placé dans un bain à ultrasons cleaner (240 V, 14 W, 60 Hz) pendant heure. La bouillie obtenue est lyophilisée et peser (Figure 32). Selon Smyth *et al.* (2017), le rendement de la pâte obtenue est calculé en relation avec l'équation (27).

$$Rd = \frac{W_{dry\ ACH}}{W_{Blanchi}} \times 100 \quad (27)$$

où $W_{Blanchi}$ est la masse de la cellulose blanchie, $W_{dry\ ACH}$ est la masse de la cellulose nanométrie obtenue après lyophilisation.



Figure 32 : La présentation de celluloses hydrolysées obtenues après dispersion à l'ultrason et séchées par lyophilisation

2.5 Préparation des films biocomposites

Pour ce travail, deux plastifiants (l'eau et le glycérol) ont été utilisés et quatre autres composés, dont la cellulose hydrolysée (ACH), le sodium carbonate, la bentonite et la gomme naturelle. La bentonite nanoclay utilisée dans ce travail est de grade commercial. La Figure 33 présente les matières premières qui ont été utilisées pour la préparation des films plastiques d'amidon (Biocomposites). La composition de différentes formulations pour la préparation des biofilms est représentée dans le Tableau VI.



Figure 33 : Matières premières pour formulation des composites (a : Gomme à l'état solide, b : Gomme broyé, c : Bentonite, d : Amidon, e : sodium carbonate, f : ACH(cellulose hydrolysée)

Dans une fiole jauge de 250 mL, introduire 50 g d'eau distillée, ajouter progressivement la gomme, le sodium carbonate, et le plastifiant. Agiter le mélange pendant cinq minutes jusqu'à dissolution totale de la gomme. Ajouter par la suite l'amidon dans le mélange, porter l'ensemble sur une plaque chauffante sous agitation à 110°C, ajouter de l'eau et laisser sous la plaque chauffante pendant 30 minutes. Après ce temps, le mélange est placé à température ambiante 3 minutes avant de couler sur des boîtes à pétrir. Laisser une heure sous la haute et porter ensuite à l'étuve à 50°C pendant 5 jours et analyser.

Tableau VI. Composition des différentes formulations préparées

Formulation	Masse du composant (g)					
	Amidon	ACH	Bentonite	Gomme	NaCO ₃	Eau
AN	10	1	-	-	1	185
ANG	10	1	-	1,25	1	185
ABG	10	-	3	1,25	1	185
ANBG	10	1	3	1,25	1	185

2.6 Techniques de caractérisations de la cellulose, de la cellulose hydrolysée et des films biocomposites

Différentes techniques ont été utilisées pour élucider et confirmer la pureté de cellulose, se rassurer que nous avons produit des cristaux de cellulose et montrer par la suite que les tests mécaniques effectués sur les bioplastiques ont des propriétés améliorées. Les analyses effectuées sont : la spectroscopie infrarouge à transformé de fourrier (FTIR), la diffraction des rayons x (DRX), la microscopie électronique à balayage (SEM), l'analyse thermogravimétrie (ATG, DTG), le dosage du carbonyle après blanchiment, l'évaluation de l'énergie d'activation par le modèle mathématique de Broido, la taille latérale des cristaux par la méthode de Gauss, la détermination de la densité surfacique des cristaux de celluloses, la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), le test mécanique (traction), le taux de dégradation par la méthode d'enfouissement, le taux de gonflement, d'adsorption pour les films biocomposites

2.6.1 Détermination de la densité surfacique

Le principe de cette manipulation repose sur le dosage acido-basique entre une solution d'acide (HCl) contenant des cristaux et une solution de soude. Le protocole utilisé pour ce travail est celui émit par Smyth *et al.* (2017) avec une légère modification

Une masse de 10 mg de cellulose sulfatée est introduite dans 10 mL d'une solution d'acide chlorhydrique, HCl (0.01 M), l'ensemble a été agité pendant 20 min. La stabilité est vérifiée à l'aide d'un conductimètre (HANNA). Une fois, la suspension stable, la solution est dosée par une solution de soude NaOH (0,02 M). La densité de charge surfacique a été calculée en utilisant le point équivalent. Toutes les mesures ont été faites en triple. La densité de charge surfacique de la cellulose hydrolysée a été calculée à partir de l'équation (28).

$$DCS = \frac{C_{NaOH} \times V_{NaOH}}{W_{ACH}} \times 10^6 \left(\frac{\text{mol}}{\text{g}} \right) \quad (28)$$

où C_{NaOH} est la concentration de la soude utilisée, V_{NaOH} est le volume obtenue à l'équivalence, W_{ACH} est la masse de la cellulose hydrolysée à l'acide sulfurique

2.6.2 Taux d'humidité relative

L'adsorption d'humidité du gel biocomposite préalablement séché a été faite selon la méthode développée par Abral *et al.* (2018). Les films biocomposites ont été coupés en forme rectangulaire 70 mm x 10 mm x 1 mm et séchés dans une étuve à 50°C pendant 24 h. Les masses initiales à l'instant (t_0) et finales (t_f) ont été enregistrées. L'absorption d'humidité fut examinée dans un bocal humide en présence d'un appareil TFA Dostmann (Humidité relative [RH] : $(87 \pm 2)\%$ à $(25 \pm 3)^\circ\text{C}$. Le taux d'absorption d'humidité a été défini en relation avec l'équation (29).

$$AH = \frac{M_f - M_o}{M_o} \times 100 \quad (29)$$

où M_f après un temps t , M_o est la masse initiale et AH est le taux d'absorption relative.

2.6.3 Taux de gonflement

Le taux de gonflement consiste à évaluer la capacité du matériau à retenir un volume d'eau précis. La résistance à l'eau a été faite dans l'eau distillée à pH neutre, et dans une solution de NaCl (0,1 M). La résistance à l'eau a été faite à température ambiante. Une masse « m » de films de différentes formulations préalablement séchée à 50°C pendant 24 h est placées dans des petits flacons contenant de l'eau et de la solution de NaCl. Les échantillons sont enlevés après 48 h et pesés. Le taux de gonflement est calculé selon l'équation (29).

2.6.4 Test d'enfouissement (biodégradation)

Le test de biodégradation a été réalisé selon le protocole décrit dans la littérature (Syafri *et al.*, 2019) avec une légère modification. Le test a été réalisé sur un sol récolté à Mbalmayo, dans la région du Centre du Cameroun. Le sol avait été analysé au laboratoire de géologie de l'Université de Dschang selon la méthode décrite par Cheng en 2019. L'analyse a révélé que le sol contenait du sable (65%), de l'argile (29%), du limon (21%), du carbone organique (4,2%), de l'azote (2,9%) et des cations d'échange : K^+ (1%), Mg^{2+} (1,5%), Ca^{2+} (6,8%) et Na^+ (0,3%) (Kamguem Fotso, Département de STU, Université de Dschang : communication personnelle). Le pH du sol était de 5,1. Des échantillons rectangulaires mesurant 40 mm x 10 mm ont été découpés et séchés dans une étuve à 50°C pendant 24 h. Les échantillons ont été placés dans un dessiccateur pendant 5 minutes et pesés. Les tests ont été réalisés dans des bouteilles cylindriques en polyéthylène téréphtalate de 90 mm de diamètre. Le sol a été placé au fond de chaque bouteille jusqu'à une hauteur de 5 cm, et une petite quantité d'eau a été ajoutée pour contrôler l'humidité du sol.

L'humidité relative et la température des milieux de biodégradation ainsi préparés ont été mesurées à l'aide d'un appareil Dostmann TFA à $(80 \pm 3)\%$ et $(25 \pm 3)^\circ\text{C}$ respectivement. La biodégradation a été observée après 3, 7 et 15 jours d'enfouissement dans le sol. Après chaque période, un échantillon a été prélevé (le reste étant dans le sol) et lavé afin d'éliminer les traces de sol. Les échantillons ont ensuite été séchés à nouveau à l'étuve à 50°C pendant 24 heures, refroidis et pesés. Le taux de biodégradation (T_d) a été calculé à l'aide de l'équation (30)

$$T_d = \frac{m_o - m_1}{m_o} \times 100 \quad (30)$$

où m_o est la masse initiale après séchage, m_1 est la masse obtenue après un temps t .

2.6.5 Spectroscopie ultraviolette-visible (UV-Vis)

La spectroscopie ultraviolette-visible est une technique de caractérisation qui nous informe des différentes transitions électroniques présentes au sein du matériau étudié. Dans cette étude, elle a permis de vérifier les traces de cellulose dans la solution de liqueur après délignification. En effet, lorsque l'absorbance est au-dessus d'un (1), alors la pâte a subi une dégradation. L'analyse a été effectuée au laboratoire de Physico-chimie de l'environnement de l'Université de Yaoundé 1 à partir d'un spectrophotomètre de marque Perkin-Elmer. Le balayage en longueur d'onde couvre le domaine de l'ultraviolet et du visible (200-800 nm).

2.6.6 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une des techniques la plus utilisée pour caractériser des composés. En effet, elle permet d'étudier les mouvements des liaisons entre atomes et groupe d'atomes dans les édifices cristallins ou dans les molécules. Elle donne des informations sur les groupements fonctionnels de la molécule.

Son principe de fonctionnement repose sur des phénomènes d'interférences constructives et destructives. Lorsque le matériau interagit avec photon d'énergie (lumière infrarouge), il absorbe une quantité de rayonnement incident correspondant à différents types de vibrations (étirement symétrique et asymétrique). Les rayonnements diffusés et non perturbés sont combinés à l'aide d'un séparateur de faisceau de miroirs mobiles et fixes d'interférence. La transformée de Fourier est un spectre du domaine temporel en un spectre du domaine de fréquentiel (mode de transmission). Chaque groupement fonctionnel à des fréquences uniques. La spectroscopie infrarouge a été enregistrée en absorbance dans la zone de fréquence allant de $4\ 500$ à $500\ \text{cm}^{-1}$ à partir des résidus solides sur le spectrophotomètre ALPHA-P a transformé de Fourier de marque « BRUKER » au Laboratoire de Chimie Analytique de l'Université de Yaoundé 1. Traiter à l'aide

d'un logiciel Spectrum version 2.00 par la méthode ATR. Une petite quantité du mélange (l'échantillon plus sel de KBr purifié.) de l'ordre de micromètre est déposé sur une surface cristalline faite de diamant et préalablement nettoyée. L'enregistrement des données spectroscopies a été faite sur la cellulose cristalline (CMC), blanchie et purifiées et sur des films plastiques à différentes formulations.

2.6.7 Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrie est une des techniques utilisées pour évaluer le comportement de décomposition des matériaux polymères. Elle consiste à soumettre l'échantillon à une montée de température dans une atmosphère contrôlée, contenant un gaz inerte (azote, argon) ou de l'air, tout en mesurant le pourcentage de perte de masse en fonction de la température. La TGA nécessite entre 10 et 30 mg d'échantillon. Les courbes du pourcentage de pertes de masse obtenues peuvent être utilisées pour évaluer les différentes étapes de décomposition à des températures précises. Dans ce travail, les analyses thermiques (ATG) ont été réalisées pour déterminer la stabilité thermique de la cellulose produite, ainsi que les propriétés thermiques des différentes formulations des polymères thermoplastiques produites. La dégradation thermique a été obtenue en utilisant l'analyseur thermogravimétrie de type ATG : SDTA 851 Mettler Toledo. Les températures de décomposition précise ont été obtenues à partir du thermogramme DTG.

2.6.8 Energie d'activation (E_a)

L'énergie d'activation a été faite pour évaluer les différentes transformations physiques des films produits. Son principe repose sur la carbonisation en milieu inerte à différentes températures, en présence de l'azote. Elle a été calculée grâce au modèle mathématique de Broido définit selon l'équation (31).

$$\text{Ln} \left[\ln \left(\frac{1}{y} \right) \right] = - \left(\frac{E_a}{R} \right) \left(\frac{1}{T} + K \right) \quad (31)$$

où R est la constante de gaz parfait, ($8.31 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$) et y est la masse normalisée (Wt/Wo).

2.6.9 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le microscope électronique à Balayage (MEB) est une technique d'imagerie qui permet de produire des images en balayant la surface de l'échantillon avec un faisceau d'électrons focalisé à haute énergie. L'interaction des électrons avec des atomes à la surface de l'échantillon génère une variété de signaux, révélant ainsi des informations sur la morphologie ou la texture de la surface. Le MEB a été utilisé pour étudier la surface de la cellulose microcristalline après extraction, blanchiment et purification et la cellulose hydrolysée à l'acide. Les images ont été faites grâce au

microscope électronique à balayage (SEM, JSM 5800, Johannesburg). Dans ce travail, le mode d'imagerie utilisé est l'imagerie à électrons secondaires. Dans ce mode, les électrons secondaires sont émis par les atomes près de la surface du matériau lorsque ceux-ci sont bombardés par le faisceau d'électrons. Cette technique est très sensible à la surface et fournit une très grande résolution permettant d'obtenir des détails fins sur la topologie de surface étudiée.

Pour la préparation des échantillons, ces derniers ont été congelés dans de l'azote liquide, puis découpés en petites portions. Ensuite, ils ont été montés verticalement à l'aide d'un petit support métallique sur le porte-échantillon. Avant observation, les échantillons ont été recouverts d'une fine couche d'or de 9 nm par pulvérisation à l'aide d'un dispositif de revêtement. Cela permet de rendre la surface conductrice et d'éviter la charge électrostatique, ce qui facilite l'observation au microscope électronique à balayage.

2.6.10 Diffraction aux rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une technique utilisée pour évaluer la cristallinité et la structure du matériau solide, tout en fournissant des informations sur la cellule unitaire. Le principe de fonctionnement de la DRX est basé sur la diffraction et l'interférence constructive. Le faisceau de rayons X monochromatique est dirigé vers l'échantillon et lorsque ce faisceau interagit avec l'échantillon, il entraîne des interférences constructives. Le rayon diffracté converge si et seulement si les conditions de loi de Bragg sont satisfaites (patnaik, 2004). Cette loi est définie par l'équation (32)

$$n\lambda = 2d_{h,k,l}\sin\theta \quad (32)$$

La diffraction des rayons X sur poudre de la cellulose, les cristaux de cellulose ainsi que des biofilms d'amidon a été effectuée sur un diffractomètre de marque XPERT-PRO en Afrique de Sud. Ce diffractomètre est équipé d'une intensité de rayonnement Cu-K α de longueur d'onde de rayonnement de 0,154 nm. La plage de fonctionnement était de 10 à 80° avec un pas de 0,02°, et les conditions opérationnelles de 40 kV et 40 mA. Toutes les mesures ont été réalisées avec une vitesse de balayage de 2°/min. L'indice de cristallinité a été calculé à partir de l'équation (33) défini par Segal et al.

$$CI = \frac{I_{002} - I_m}{I_{002}} \times 100 \quad (33)$$

Les cristallites de celluloses qui constituent un matériau sont extrêmement petites, ce qui se traduit par un élargissement du thermogramme DRX obtenu. Cet élargissement est inversement

proportionnel à la taille des cristaux. La taille des cristaux (L_{200}) a été calculée à l'aide de l'équation(34)

$$CI = \frac{I_{002} - I_m}{I_{002}} \times 100 \quad (34)$$

2.6.11 Analyses mécaniques

Les éprouvettes ont été caractérisées à l'aide d'une machine d'essai de traction COYON CJ-0820 du Laboratoire PYCNOLAB SARL, selon à la norme ISO 527-3 : 2018 (Miller *et al.*, 2019). La machine est équipée d'une cellule de force de 5 000 N et de deux mors, l'un fixe et l'autre mobile, contrôlé par un ordinateur. Chaque éprouvette de dimension $70 \times 10 \times \text{é moy} \text{ mm}^3$ (Figure 34). Chaque formulation a été montée sur les talons en papier ayant des lumières correspondant à une longueur de jauge de 50 mm.

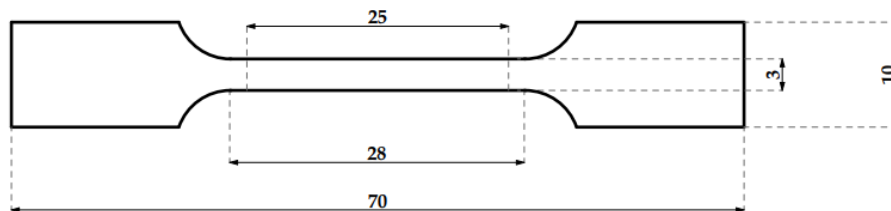


Figure 34 : Dimension de l'éprouvette pour essai de traction en forme d'haltère où L_0 (25) est la longueur de référence, L_2 (70) est la longueur de l'éprouvette, B_1 (3) est la largeur dans la zone de référence, et B_2 (10) est la largeur dans la zone d'épaulement.

L'éprouvette a été maintenue en place par des rubans adhésifs de chaque côté de l'ouverture. Cinq échantillons ont été préparés selon le même protocole pour s'assurer de la cohérence dans la dispersion des propriétés recherchées. Après avoir délicatement monté chaque éprouvette sur les mors de la machine de traction, et coupé les bords latéraux, celle-ci a été sollicitée en traction à une vitesse constante de déplacement du mors mobile de 2mm/min jusqu'à la rupture de l'éprouvette (Figure 35).



Figure 35 : Machine à essais de traction

Le logiciel d'acquisition des données de la machine d'essai universelle du Laboratoire PYCNOLAB permet de tracer la courbe contrainte-déformation selon la loi de HOOKE. La contrainte, l'allongement ainsi que le module ont été donnés par les équations (35, 36, 37).

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (35)$$

où σ est la résistance à la traction ou contrainte en (MPa), F est la force maximale de rupture en (N) et S est la section transversale des films en (mm^2).

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (36)$$

où ε est l'élongation ou l'allongement de rupture, L_0 est la longueur initiale de films

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (37)$$

où E est le module de Young en MPa.

Le tracer des courbes contraintes-déformations permet d'obtenir une équation de type $Y = ax + b$ où a et b sont respectivement la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite de régression. Le calcul de la pente de la droite de régression a permis d'obtenir le module d'Young (E).

CHAPITRE 3. RESULTATS ET DISCUSSION

Ce chapitre est dédié à la présentation et à la discussion de tous les résultats obtenus dans cette étude. Il est subdivisé en trois grandes parties.

La première partie traite les résultats liés à la délignification et l'isolation de cellulose, la deuxième partie est consacrée à la production des cristaux de cellulose, et la troisième partie qui, quant à elle présente de manière détaillée les informations glanées lors de la production et de la caractérisation des biofilms d'amidon.

3.1 Délignification et caractérisation de la cellulose extraite du bois d'eteng

La cellulose a été isolée de la sciure de bois d'eteng en utilisant une voie chimique moins agressive, appelée la voie douce. Mais avant, des analyses sur les propriétés physico-chimiques de ce bois ont été effectués.

3.1.1 Caractérisation de la sciure de bois

3.1.1.1 Propriétés physiques

Le taux d'humidité, la densité et la porosité du bois d'eteng ont été réalisés en triple. Cette multiplication avait pour but de s'assurer de la reproductibilité des résultats. Les résultats de cette analyse sont regroupés dans le Tableau VII

Tableau VII : Paramètres des résultats physiques de la sciure de bois

Taille (200 μm)	Humidité (%)	Densité réelle (g cm^{-1})	Densité apparente (g cm^{-1})	Porosité
Sciure	$8,2 \pm 0,2$	$0,33 \pm 0,01$	$0,14 \pm 0,06$	$0,42 \pm 0,07$

Le Tableau VII montre que la sciure de bois peut retenir jusqu'à 8,2% de molécules d'eau à température ambiante. Cette valeur, obtenue est en parfaite harmonie avec ceux obtenus dans la littérature, qui circonscrit les pourcentages en humidité des résidus des bois tropicaux de types feuillus entre 5% et 14% (Ahmed *et al.*, 2017). Cette correspondance pourrait s'expliquer par le fait que l'espèce en question est moins dense, car avec une densité réelle de $0,33 \text{ g cm}^{-1}$ et une densité apparente autour de $0,1 \text{ g cm}^{-1}$, ce qui favorise la rétention des molécules d'eau à travers les chaînes des liaisons du polymère. Ceci réduit sa résistance et affecte sa porosité. Toutefois, avec une valeur en porosité de 0.424, le bois présente peu de résistance et absorbe donc moins d'humidité à température ambiante par rapport à d'autres fibres cellulosiques telles que le coton, le sisal, le bouleau blanc (Ramamoorthy *et al.*, 2015).

3.1.1.2 Composition chimique de la sciure de bois

La composition chimique du bois a été déterminée à partir des extractions successives de la sciure de bois afin d'évaluer les composants majeurs du bois tels que le taux de cendre, d'extractible, de la lignine, d'hémicellulose et de la cellulose. L'aspect physique de la sciure initial avant et après les différentes étapes d'extraction est représenté sur la Figure 36.

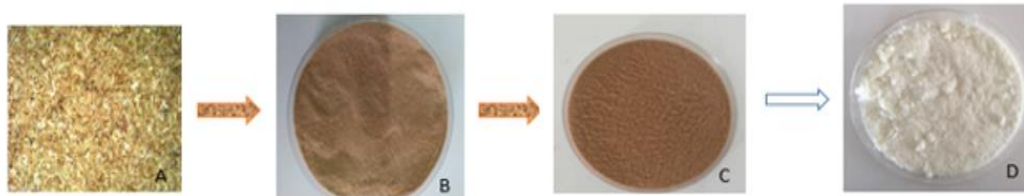


Figure 36 : Images de différents extraits de composition chimique (A. poudre de bois 160µm, B. extrait $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}/\text{C}_6\text{H}_6$ et H_2O , C. Extrait $\text{EDTA}/\text{CH}_3\text{COOH}$, D. Extrait $\text{H}_2\text{O}_2/\text{CH}_3\text{COONa/}$ et NaOH)

L'image observée sur la Figure 36 montre que la matière brute a subi un dégraissage à la cour des différents processus d'extraction. La preuve, extrait à éthanol/toluène et à l'eau présence une morphologie différente de la matière dépectinée par une solution d'EDTA stabilisée par l'acide acétique. Ces résultats, observés en image, montrent les efficacités des réactifs qui ont été utilisés dans l'étude de quantification du bois pour l'obtention du pourcentage de la cellulose. Les extraits issus de différents réactifs utilisés sont représentés dans la Figure 37.

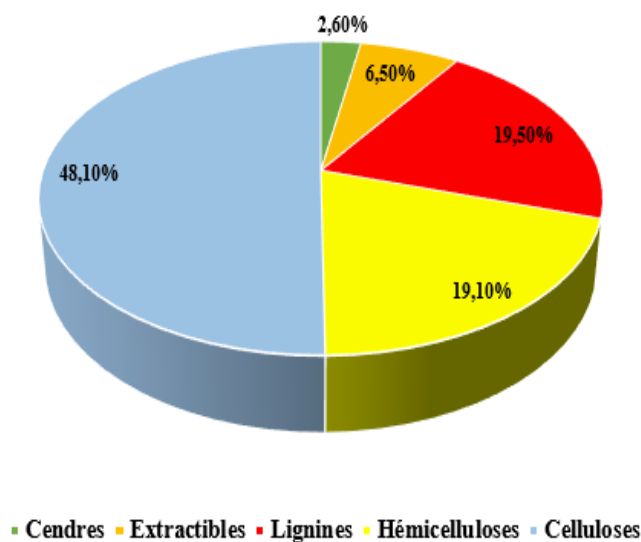


Figure 37: Affaffectation des composés dans les sciures de bois d'eteng

La composition chimique présentée dans la Figure 36 a été évaluée en référence aux travaux de la littérature sur les essences tropicales de types exotiques (dibetou, iroko, moabi) et de types feuillus (chêne, châtaignier et eucalyptus). Si l'on prend compte uniquement des extraits dont les molécules sont qualifiées d'extractibles, leurs valeurs moyennes en pourcentage dans des essences tropicales sont évaluées à 11% (De Rosso *et al.*, 2009), ce qui n'est pas le cas du bois d'éteng, car son taux est autour de 6,5%. Ce résultat pourrait s'expliquer par la présence d'une structure poreuse due au vide à l'intérieur du bois. L'analyse physique, qui donne le taux de porosité 42%, montre un matériau moins résistant d'où l'intérêt d'évaluer la quantité de cellulose, d'hémicellulose et lignine présente dans le bois. Après que la sciure ait été dépectinée, la lignine totale 19.5%, dont 17,7% de lignine insoluble et 1,78% soluble. L'holocellulose qui regroupe à la fois la cellulose et l'hémicellulose a été de 67,2%. Ces résultats, obtenus présentent des caractéristiques en parfait accord à ceux de la littérature. Ceci ne concerne que les essences tropicales de types feuillus généralement utilisées pour extraire de la cellulose. C'est le cas du bouleau blanc par exemple, avec un taux d'holocellulose de 79% dont 36% de cellulose (Blondeau, 2018) et de l'eucalyptus dont l'exception lui donne un taux d'holocellulose de 70% avec 46% de cellulose, mais avec plus de 31% de lignine (Pereira *et al.*, 2013). Avec plus de 48,1% de cellulose, en plus d'être moins dense, le *Ceiba pentandra* peut fournir de la cellulose en quantité suffisante pour différentes applications. Parmi ces applications, on peut citer : la pâte à papier, la production des nanoparticules de cellulose et surtout un matériau de pointe en raison de ses propriétés de biodégradabilité pour améliorer la résistance des matériaux composites naturels.

3.1.2 Caractérisation de la cellulose extraite

Les caractérisations la cellulose présentées sont à la fois physiques et pratiques. Ces caractérisations ont été effectuées pour juger la qualité de la cellulose extrait, de comparer ces propriétés à ceux déjà présent dans la littérature.

3.1.2.1 Capacité de rétention d'eau de la cellulose

Elle représente l'aptitude de la cellulose à contenir une quantité d'eau par rapport à la matière initiale du bois sec. Le Tableau VIII présente les données de la capacité de rétention d'eau de la cellulose du bois d'éteng par rapport à la cellulose de coton, considéré comme référence.

Tableau VIII : Comparaison de la capacité de rétention d'eau de la cellulose obtenue par étude chimique et la cellulose de coton

Cellulose	Taille de particules (μm)	Cellulose (%)	Capacité de rétention eau (g d'eau/g)
Coton	160	97	$15,20 \pm 0,05$
Eteng	160	48	$9,54 \pm 0,06$

Le résultat du Tableau VIII montre que la cellulose obtenue à partir de l'éteng retient moins d'eau (9.54%) par rapport à celle issus des fibres de coton (15.20%). Cette différence sur la capacité de rétention en eau pourrait s'expliquer par le fait que la quantité de cellulose pure contenue dans le bois d'éteng (48%), est relativement basse par rapport à celle du coton. Selon Zain *et al.* (2014), la rétention d'eau sur Pomelo ou Citrus Grandis était de 9,77 g d'eau/g et pour la canne à sucre, Guerrin. (1986) a obtenu une valeur de 8 g d'eau/g. Ces matières végétales, d'espèce de famille différentes présentent des taux de rétentions en eau de la cellulose similaire à celui du fromager (bois d'éteng).

3.1.2.2 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier de la cellulose extraite

Le spectre infrarouge de la cellulose qui a été obtenu après une série d'extraction de la sciure de bois au laboratoire a été comparé à celle issue de cellulose de référence obtenue auprès de l'entreprise SITRACEL (Cameroun). Ces résultats sont présentés dans la Figure 38.

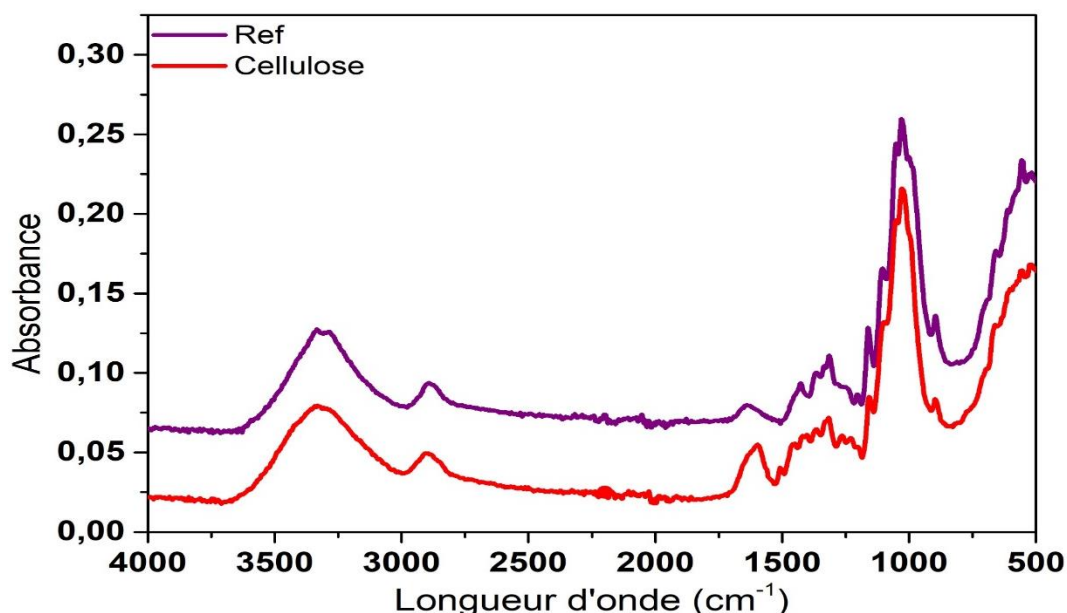


Figure 38 : Spectre infrarouge de la cellulose extraite par étude chimique

Le spectrographe observé ci-dessus montre une similitude au niveau des bandes allant de 4000 à 1500 cm^{-1} et de 1200 à 500 cm^{-1} . L'intervalle 1500 à 1250 cm^{-1} présente un comportement différent de la cellulose obtenu au laboratoire par rapport à celle de référence. Cette différence pourrait être due à l'impact des produits chimiques sur le processus d'extraction de la cellulose. Selon Beroua *et al.* (2021), les pics des liaisons sortant à 3235,3 cm^{-1} , 2932 cm^{-1} , 1036.2 cm^{-1} sont attribués respectivement à la bande de vibration (-OH), (-CH) et (-CO) de la cellulose. L'absence du pic à 1500 montre que les polyphénols ont été tous éliminés. De plus, ce résultat s'apparente aux données attribuées par Kommula *et al.* (2016).

3.1.2.3 Analyse thermogravimétrique de cellulose extrait

Les températures de dégradation et les mécanismes de dégradation de la cellulose extraite ont été déterminés par les analyses thermogravimétries. Les thermogrammes d'ATG et DTG de la cellulose extraite sont présentés à la Figure 39.

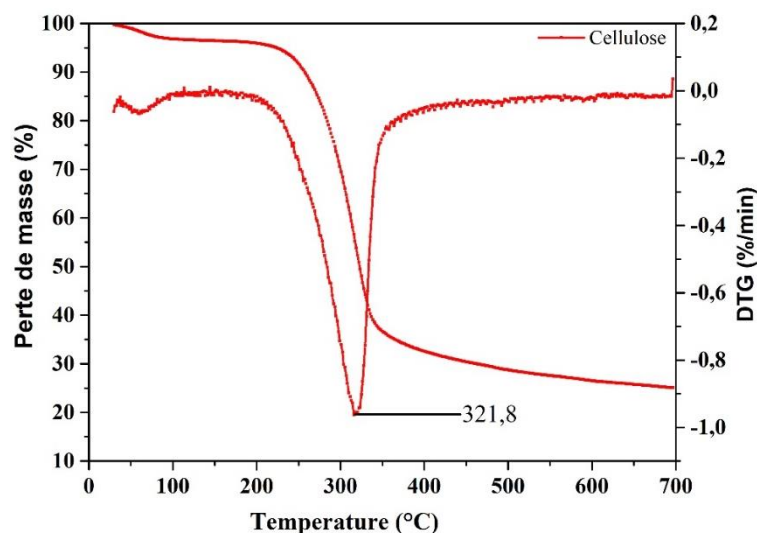


Figure 39 : Courbe ATG et DTG de la cellulose

La Figure 39 montre une perte en poids autour de 100°C caractéristique de l'évaporation de l'eau. Ceci peut être lié au caractère hydrophile de la cellulose. D'une seule perte de masse estimée à 65% entre 250-350°C, par rapport à la masse initiale. Ceci correspond à la dégradation des polysaccharides (cellulose et hémicellulose). La dégradation maximale de ce pic à 321,8°C est attribuée à la cellulose. Des résultats similaires sont obtenus dans la littérature (Fan *et al.*, 2022). À 700°C, la masse résiduelle est de 25%, confirme la présence des résidus carbonés avec la cellulose issus des autres essences de bois. (Boundzanga *et al.*, 2020).

3.1.2.4 Microscopie électronique à balayage

Des observations en microscopie électronique à balayage réalisées sur la poudre de bois d'eteng et la cellulose extrait sont représentées en image sur la Figure 40

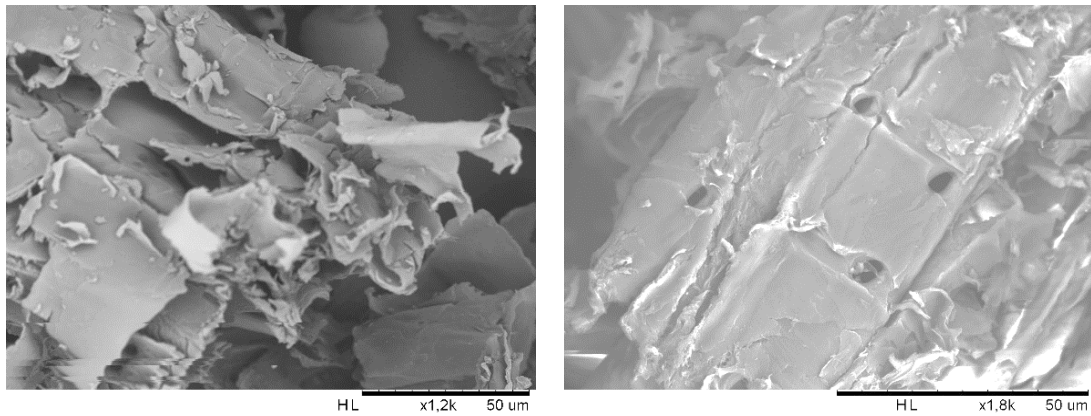


Figure 40 : Microscopie électronique à balayage (MEB) du résidu brut et de la cellulose obtenue par étude chimique

La Figure 40 démontre le traitement successif qui a été faite sur la sciure de bois brut, a permis d'obtenir une pâte rugueuse dû à l'extraction des substances pariétales (cires, gomme, lignines et hémicelluloses). L'extraction de ses constituants contribue à la réorganisation des chaînes cellulosiques qui passe d'une structure désordonnée à semi-ordonnée, augmentant ainsi la fraction cristalline de la cellulose. (Sango *et al.*, 2018 ; Stanton *et al.*, 2018). Les Trous observés sur la MEB de la cellulose montrent des pores à la surface de la paroi cellulaire comme le montre Chen *et al.* (2017) sur l'effet du traitement alcalin sur la microstructure des fibres de bambou individuelles.

3.1.2.5 Analyses DRX de la cellulose

Le diagramme de diffraction de rayons X de la cellulose extraite a été faite dans le but de repérer les phases cristallines afin de calculer son indice de cristallinité.

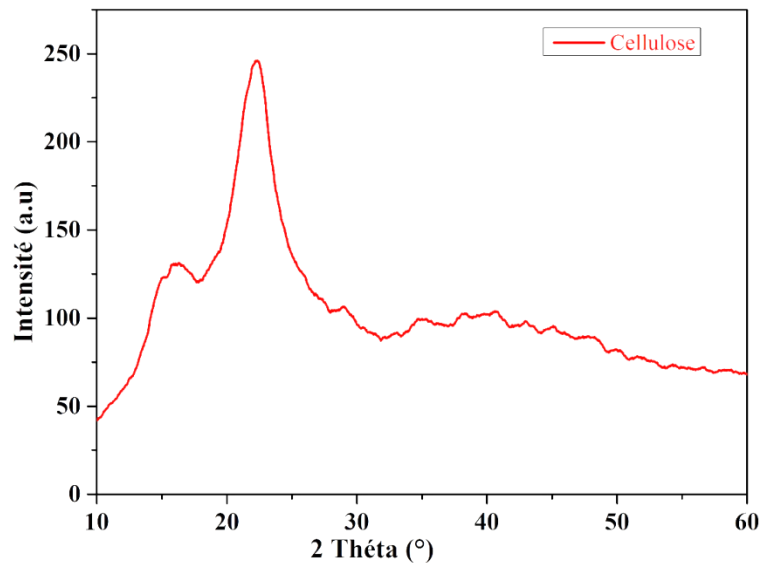


Figure 41: Courbe DRX de la cellulose extraite

La Figure 41 présente deux bandes exothermiques sortant respectivement à deux thêtas égale à 16.7° et 22.4° . Ces deux valeurs correspondent aux pics cristallins de la cellulose et montre que la cellulose extraite est semi-cristalline (Agarwal *et al.*, 2017). L'indice de cristallinité, calculé grâce à l'équation de Segal est égale à 58° . La valeur de cristallinité de cette essence paraît réduite contrairement aux essences tropicales de types feuillus comme iroko, ayous et eucalyptus. La cristallinité est fonction de la méthode d'extraction, car en milieu basique, les régions amorphes sont moins réduites ce qui diminue ainsi l'indice de cristallinité et impacte sur certaines propriétés (Park *et al.*, 2010).

3.1.3 Étude des paramètres de délignification des résidus de bois d'eteng

La délignification des résidus de poudre de bois d'eteng a été faite à partir d'un système de solvant de proportions variées en acide formique (AF) et acide acétique (AA) dans l'eau (Wa). Les résultats de cette étude dépendent de la température et du temps de réaction et de la quantité d'acide formique dans le mélange.

3.1.3.2 Etude du temps de délignification

L'influence du temps de délignification a été évaluée en fonction de la quantité d'acide formique en solution du mélange. Trois systèmes de solution d'acide ont été utilisée dans des proportions variés (AF : AA : Wa). Le temps de cuisson pour les essais était respectivement 180 min, 120 min, 90 min, et 60 min. les résultats ont été donnés sous forme de courbe comme le montre les Figure 42.

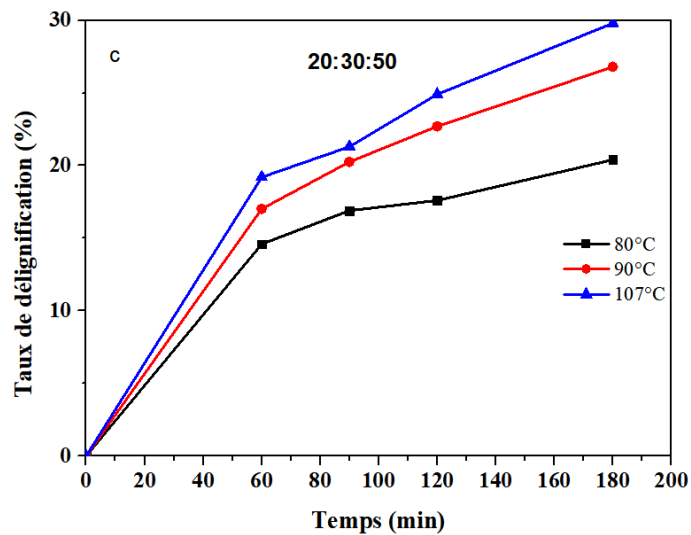
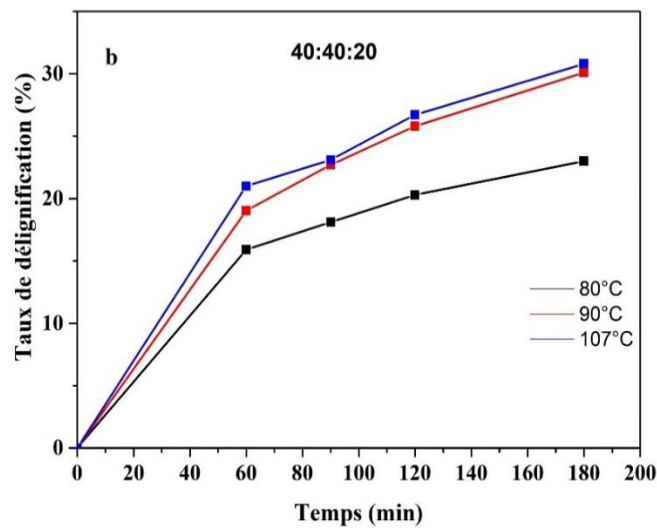
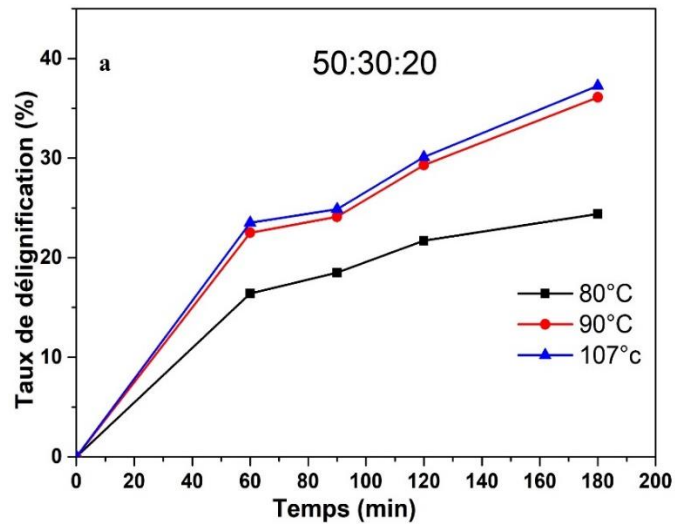


Figure 42 : Influence du temps sur le taux de délignification à différents concentrations dans le système de solution acide. (a. Traitement avec 50% de AF), (b. avec 40% de AF) et (c. avec 20% de AF)

Les Figures 42 présentent les allures des courbes en fonction du temps sur le rendement de délignification. Le taux de délignification de ces courbes augmente en fonction du temps et également avec le volume d'acide formique dans le mélange. Trois formulations ont été utilisées à des proportions (50 :30 :20), (40 :40 :20), (20 :30 :50) et le temps de réaction était respectivement 60 min, 90 min, 120 min et 180 min. La Figure (42a) montre que le taux de délignification est beaucoup plus important lorsque le temps est élevé. Par exemple, à 180 min, le taux de délignification est à 37,26% dans un système 50 :30 :20, 30,8% dans un système 40 :40 :20 et 29,8% dans le système 20 :30 :50. Cette différence de résultats montre que le pouvoir oxydant de l'acide réagit en fonction du temps. Cependant, Vanderghem *et al.* (2012) a montré que l'ajout de l'acide formique de manière contrôlé, améliore le rendement de délignification des résidus lignocellulosique. De plus, les travaux de Jahan *et al.* (2014) sur les tiges de lentilles et de moutardes ont montré que le taux de délignification des résidus. Contrairement aux procédés conventionnels (Kraft et bisulfite) dont le taux de délignification avoisine les 46% à 180 min de réaction. Le risque de dégradation est quasiment inévitable dans la mesure où le taux de cellulose pour les bois tropicaux est compris entre 40 et 55% (Gérard *et al.*, 2019). Le spectre UV-Visible de la liqueur noire, des pâtes délignifiées dans une solution d'acide et basique (Figure 43) présente une absorbance au-delà d'un pour solution basique et moins d'un pour les solutions acides. Cette augmentation pourrait s'expliquer par la présence des autres composés dans la solution en l'occurrence les polysaccharides (Shukla *et al.*, 2013).

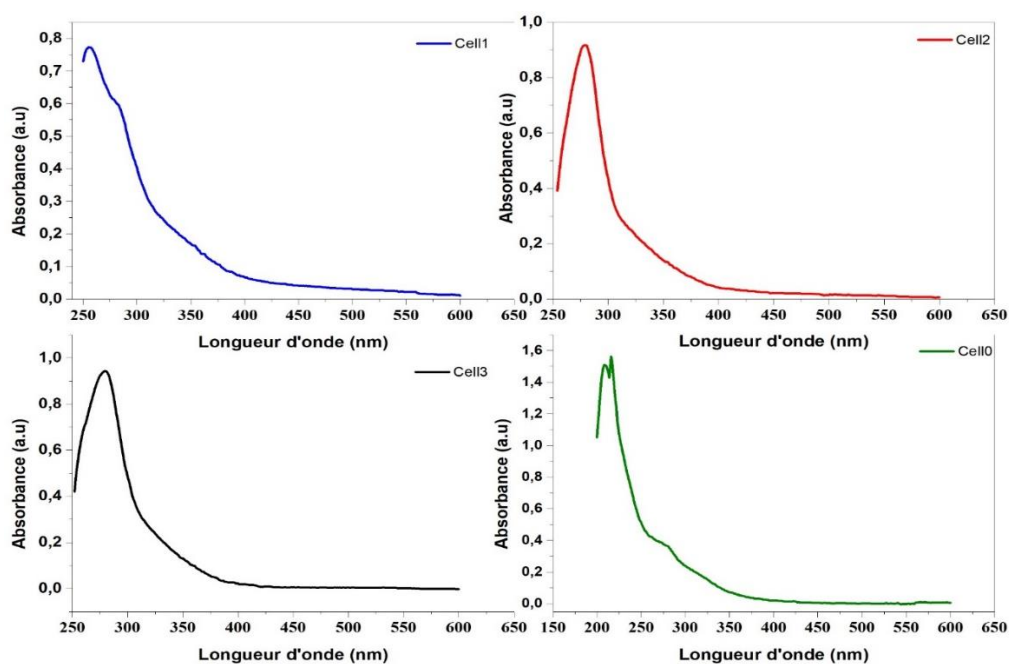
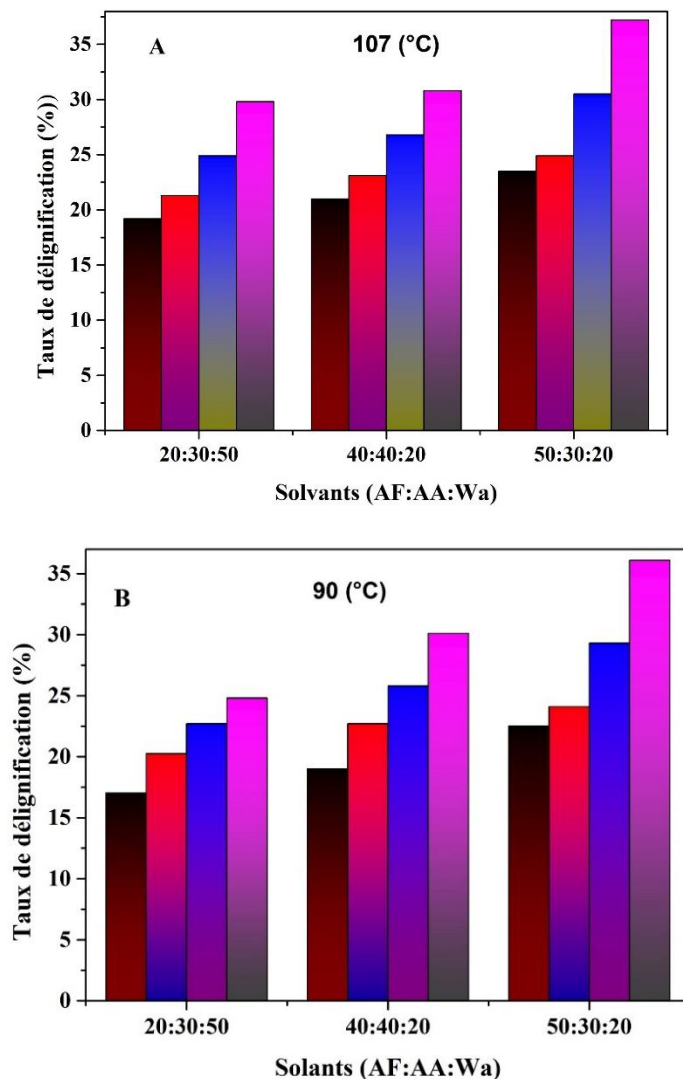


Figure 43: Spectre UV Visible des solutions issues de différents traitements à 107 et 150°C : Cell₁ (20 :30 :50), Cell₂ (40 :40 :20), Cell₃ 50 :30 :20) et Cell₀ (CH₃CH₂OH : NaOH)

3.1.3.2 Etude de la température de délignification

L'influence de la température sur le rendement de délignification est un des paramètres primordiaux dans le clivage des liaisons β -O-4 par hydrolyse. Ce faisant, les températures de délignification ont été choisies en fonction des solvants utilisés. Des mélanges de solutions acides, dans les proportions (50 :30 :20), (40 :40 :20), (20 :30 :50) et à des températures allant de 80°C à 107°C ont été utilisée pour ce travail. Les résultats ont été résumés sous forme de diagramme (Figure 43).



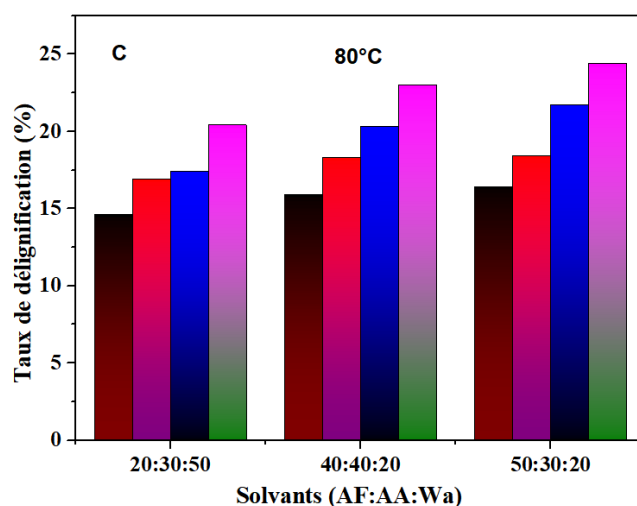


Figure 44: L'effet de température sur le taux de délignification des résidus du bois à différentes concentrations

Les courbes de la Figures 44 montrent l'effet de la température sur le taux de délignification. L'expérience a été réalisée dans la plage de température préalablement sélectionné de 80 à 107°C. En observant toutes ces Figures, on constate que le taux de délignification augmente avec la température et également avec le solvant d'hydrolyse (acide formique). Par exemple, à 107°C, le taux de délignification avec la proportion (50 :30 :20) est supérieur au taux de délignification des résidus traités à 90° et 80°C dans les mêmes conditions. Il en va de même pour des Figures 44 B et Figure 44 C. Une diminution progressive de l'acide formique dans le mélange entraîne une réduction de son taux de délignification. Ce résultat pourrait s'expliqué par une diminution de la vitesse de réaction, conduisant à des produits de poids molaire de lignine moins élevé malgré l'effet de température. L'énergie d'activation calculée grâce à l'équation Arrhenius sur la quantité de lignine dissous à une période donnée et en fonction de la température est représentée dans le Tableau IX.

Tableau IX: L'énergie d'activation obtenue grâce à l'équation d'Arrhenius sur la sciure délignifiée en fonction de la température

Essais	Temps (min)	50 :30 :20	40 :40 :20	20 :30 :50
		E_a (kJ K ⁻¹ mol ⁻¹)	E_a (kJ K ⁻¹ mol ⁻¹)	E_a (kJ K ⁻¹ mol ⁻¹)
1	60	06,94	7,92	12,41
2	90	05,26	06,94	08,21
3	120	04,33	05,63	06,47
4	180	02,68	4,45	05,08

Le Tableau IX ci-dessus contient les données de l'énergie d'activation. Cette énergie calculée avait pour but d'évaluer la quantité d'énergie nécessaire ajoutée à l'énergie de transition considéré comme très instable pour défibrer les liaisons reliant la lignine à la cellulose. Il ressort de ce Tableau que la quantité d'énergie de la formulation (50 :30 :20) à 180 min nécessaire est très faible par rapport à la littérature (Kramarenko *et al.*, 2021). Par contre, pour la formulation (40 :40 :20) et (20 :30 :50), dans les mêmes conditions, l'énergie est un peu plus élevée. En effet, cette différence d'énergie pourrait être liée à l'effet de la température et au type de procédé. Toutefois, avec la proportion 50 :30 : 20 à 180 min à 107°C, l'énergie a fourni atteint les 2,68 kJ K⁻¹ mol⁻¹. Cependant, pour la réaction à 40 : 40 : 20, l'énergie est moins importante qu'à 20 : 30 : 50, ce qui signifie que la concentration du solvant pourrait avoir un effet capital dans le processus de délignification.

3.1.3.3 Évaluation de la quantité de lignine insoluble et la quantité de lignine dissous en solution après délignification

La quantité de lignine soluble et insoluble après délignification a été déterminée suivant la méthode TAPPI avec une forte modification. Son principe repose sur l'hydrolyse et la dilution, respectivement de la pâte délignifiée et de la liqueur noire dans la solution d'acide sulfurique concentré. Les données obtenues sont représentées dans le Tableau X.

Tableau X. Influence du solvant sur le taux de lignine insoluble et soluble dans la pâte délignifiée

Essai	AF : AA : Wa	Temps (min)	T°C	Masse perdue (%)	Lignine insoluble (%)	Lignine soluble (%)
1	50 :30 :20	60	107	23,5	16,8	1,15
2	50 :30 :20	90	107	24,9	12,2	1,67
3	50 :30 :20	120	107	30,5	10,2	2,26
4	50 :30 :20	180	107	37,2	2,88	2,38
1	40 :40 :20	60	107	21,0	22,12	-
2	40 :40 :20	90	107	23,1	18,46	2,53
3	40 :40 :20	120	107	26,8	21,2	2,58
4	40 :40 :20	180	107	30,8	12,1	2,61
1	20 :30 :50	60	107	19,2	35,4	-
2	20 :30 :50	90	107	21,3	26,07	-
3	20 :30 :50	120	107	24,9	20,1	1,05
4	20 :30 :50	180	107	29,8	17,87	1,12

La délignification par voie d'acide dans des conditions contrôlées sur la sciure de bois a permis l'obtention d'une pâte et d'un surnageant. L'hydrolyse de la pâte délignifiée à l'acide sulfurique avait pour but d'évaluer la quantité de lignine restant après délignification. Il n'en ressort grâce aux données du Tableau (X) qu'à 50 : 30 : 20, à 180 min et 107°C, le taux de lignine restant est relativement très faible soit 2.88%. Cependant, un peu plus élevé à 40 : 40 : 20 et 20 : 30 : 50 dans des mêmes conditions. Ceci veut dire que pour les essences moins denses, les solvants de délignification dans la solution doivent être mis de moitié en fonction de leur pouvoir oxydant. Toutefois, des travaux antérieurs de la littérature ont montré qu'avec le procédé à la solution (AF : AA), la délignification est meilleure lorsque l'acide formique domine dans la solution (Jahan *et al.*, 2014). Par contre, dans les travaux de Jahan *et al.* (2014) et Vanderghen *et al.* (2012) avec miscanthus, les tiges de lentilles et de moutardes présentent un taux de délignification un peu plus élevé, soit la valeur de 39,9% obtenue dans les mêmes conditions. Cependant, le taux de lignine soluble est beaucoup plus réduit soit 1,7 à 1,9%. Cette différence de résultat pourrait être liée à la densification de la biomasse qui est totalement différente de celle que nous avons utilisée.

3.1.3.4 Comparaisons des extraits de délignifications des différents procédés

Dans le but de comparer les rendements de délignification des extraits aux solutions acides, la délignification a également été faite sur la même essence par le procédé Kraft et le procédé Alcell (soude-éthanol). Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 45.

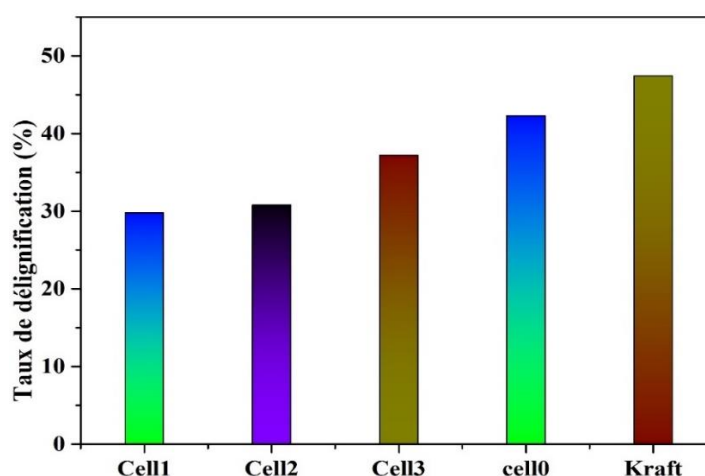


Figure 45: Taux des résidus extraits sur la biomasse lignocellulosique en fonction de la température et différents procédés: Cell₁ (20 :30 :50, 107°C), Cell₂ (40 :40 :20 , 107°C), Cell₃ (50 :30 :20 , 107°C), Cell₀ (60 :40 , 150°C) et Kraft (170°C)

Le diagramme présenté à la Figure 45 montre que la bande de l'extrait du procédé Kraft est beaucoup plus haut comparativement au procédé à l'éthanol-soude (Cell₀) et aux procédés par voie acide (AF : AA : Wa). Cette différence de résultats pourrait s'expliquer par le fait que l'effet de la température et la pression impacte sur le taux de délignification. Si l'on se refait aux travaux de Gérard *et al.* (2019) qui que le bois contienne en moyenne 25-35% de lignine, 45 - 50% cellulose, alors la liqueur récupérée pourrait contenir d'autres éléments en dehors de la lignine. Par exemple des polysaccharides à faible quantité. La dégradation des polysaccharides (cellulose) impacte sur le rendement de la pâte cellulosique délignifiée comme on peut le voir sur la Figure 46 où le rendement à 170°C extérieur prise et 150°C ont des données différentes à ceux à celles extraites par voie douce. Cela peut s'avérer être la dégradation tant confirmée plus haut grâce au spectre UV-Visible et le taux des procédés au sulfate qui rejoint celle des travaux récents de la littérature (Vena *et al.*, 2013).

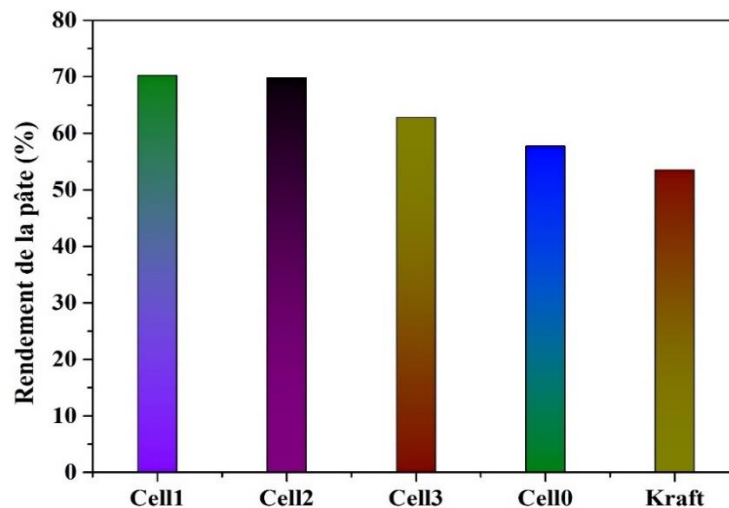


Figure 46 : Rendement de la pâte obtenue après délignification des résidus de bois

3.1.3.5 Influence de la température sur les rendements des pâtes délignifiées

Le diagramme présenté sur la Figure ci-dessous représente les rendements de pâtes obtenues par la délignification à partir d'une solution riche en AF, AA, Wa à des proportions 50, 30 : 20. Cette pâte est comparée à la pâte issue du procédé éthanol-soude et procédé Kraft).

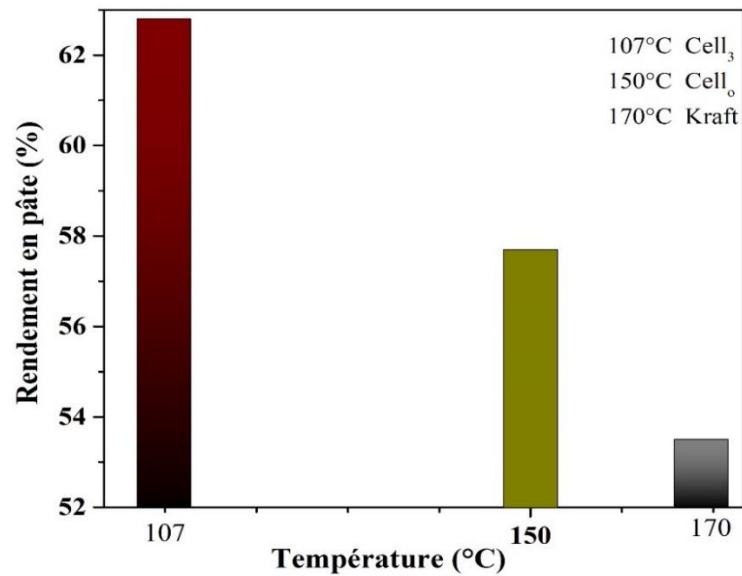


Figure 47 : Influence de la température sur le rendement de la pâte de délignification

La Figure 47 montre que l'extraction de la cellulose à haute température a un effet négatif sur le rendement de la pâte cellulosique. Plus la température est élevée, plus le risque de dégradation augmente. Le rendement de la pâte à 107°C est estimé à 62,8% pour le procédé à l'acide, 57,7% procédé à l'éthanol-eau +soude et 53,5% pour le procédé Kraft. L'extraction à haute température (Kraft, soude/AQ) a des effets négatifs, car elle augmente le taux de délignification et réduit le rendement de la pâte (Francis *et al.*, 2008 ; Jahan *et al.*, 2012 ; Vena *et al.*, 2015). En conséquence, les propriétés de la pâte délignifiée sont en baisse.

3.1.4 Détermination de l'indice Kappa

Le degré de blanchiment a été établi sur la pâte obtenue à partir des diverses méthodes réalisées (Kraft, éthanol-soude et par voie douce). L'objectif ici est d'évaluer la quantité de lignine résiduelle toujours présente dans la pâte après le processus de délignification. Le nombre kappa prédit comment la pâte pourrait être blanchie. On l'obtient par le biais d'une mesure d'oxydo-réduction, durant laquelle les particules de la pâte délignifiée sont placées dans une solution. Les résultats obtenus à cet égard sont illustrés sous forme de graphique. (Figure 48)

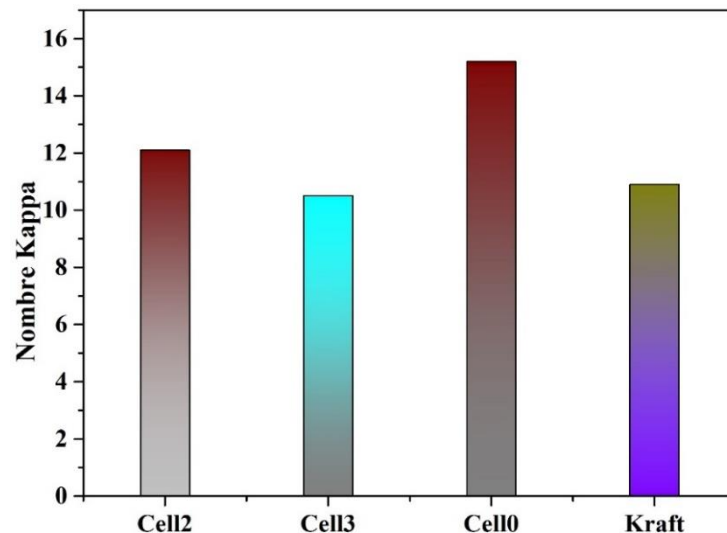


Figure 48 : Nombre Kappa de l'échantillon d'eteng obtenu après traitement dans les différents solvants acides et basiques

L'indice de blanchiment le plus faible correspond à une pâte qui pourrait être blanchie facilement et une délignification meilleure. L'indice élevé donne des indications sur la quantité de lignine résiduelle encore sur la pâte à l'issue de la délignification (Bajpai, 2004). La Figure 46 montre que la bande de la pâte Kraft et cell₃ ont des indices donc la valeur tourne autour de 10. Cela ne signifie que malgré une différence au niveau du rendement de la pâte observée à la Figure 45, la sciure traitée à 50 : 30 : 20, pendant 180 min à 107°C ont des caractéristiques similaires à celle obtenue à partir du procédé Kraft traitée à 170°C, 180 min. Les travaux de Gao *et al.* (2022) a montré que les pâtes dont les indices sont compris entre 1 et 100 peuvent être blanchies facilement. Cependant, à 107°C, 180 min avec des formulations 40 : 40 : 20 et 50 : 30 : 20, nous avons obtenu des indices respectifs 12 et 10. Ces deux valeurs obtenues montrent que la pâte délignifiée dans cette condition peut être facilement blanchie. Comparativement, les travaux de Vanderghen *et al.* (2012) et Jahan *et al.* (2014) avec le même procédé sur miscanthus et les tiges de lentilles avec des valeurs de 18,9 et 23. Cela montre une amélioration d'indice de blanchiment dans le traitement à (50 : 30 : 20), à des mêmes conditions.

3.1.4.1 Blanchiment de la pâte à partie de la solution Eau oxygénée/soude

Le blanchiment de la pâte cellulosique a été fait en deux étapes : La première consiste à utiliser une solution d'eau oxygénée/soude et la seconde une solution de chlorate de sodium dilué. En fonction des différents résultats liés degrés de blanchiment seul pâte délignifiées à 107°C pendant 180 min ont été blanchies. La Figure 49 donne l'aspect physique de la pâte obtenue après le blanchiment à l'eau oxygénée/soude.



Figure 49 : L'aspect physique de la pâte blanchie à l'eau oxygénée/soude

De cette première étape de blanchiment, la pâte présente un aspect jaunâtre. La couleur jaune peut avoir plusieurs significations. La première pourrait être la présence des fonctions phénoliques de la lignine, qui pourraient être très colorées. La deuxième peut provenir de la solution oxydante (eau oxygénée), la troisième due à présence des hémicelluloses en faible proportion, qui peuvent réagir avec l'oxydant en solution, et se transformer ainsi en aldéhyde, qui réagira avec le groupement hydroxyde de la cellulose pour donner des hémiacétals (Figure 50). Selon la réaction ci-dessous (Nypelö *et al* 2021). Pour se débarrasser de cette couleur, l'utilisation d'une solution de chlorate de sodium a été utilisée pour donner à la cellulose toute sa blancheur.

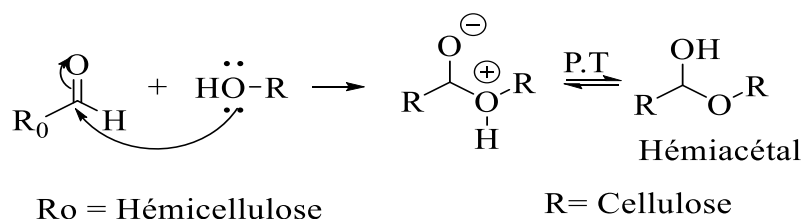


Figure 50 : Réaction de condensation

3.1.4.3 Dosage de taux de carbonyle (CO)

Le dosage du taux de carbonyle permet d'identifier les éléments responsables du jaunissement de la pâte. L'une des méthodes est celle au cyanure de potassium. Les tests ont été faits sur pâte blanchie à H₂O₂/NaOH. Les résultats obtenus lors du dosage sont rassemblés sous forme de Tableau (XI).

Tableau XI : Évaluation de la quantité de carbonyle présente dans la pâte blanchie à H₂O₂/NaOH

Pâte blanchie	Masse en mg	Indice de CO (mmol/g)
50 :30 :20	0,25	0,4423 ± 0.02
40 :40 :20	0,25	0,5218 ± 0.03
20 :30 50	0,25	0,6023 ± 0,03
60 :40+NaOH	0.25	0,7131 ± 0 ,03

Les résultats du dosage de quantité des composés carbonylés sont présentés dans le Tableau XI. Les taux de carbonyles obtenus montrent que la pâte cellulosique blanchie à l'eau oxygénée contenait encore des traces d'hémicellulose. Ce qui explique l'aspect jaunâtre. Par ailleurs, il est à noter que les traces observées peuvent être dues à la précipitation d'une partie des hémicelluloses en solution et qui se sont déposées sur la pâte lors du lavage à l'eau. L'indice de CO observée démontre bel et bien que les hémicelluloses présentes se sont transformées en aldéhyde qui a réagi avec le groupement hydroxyde de la cellulose pour donner des hémiacétals (Dusselier *et al.*, 2014). Pour se défaire de cette couleur, l'utilisation d'une solution de chlorate de sodium a été utilisée pour donner à la cellulose toute sa blancheur.

3.4.1.4 Purification de la pâte

La purification consiste à éliminer les traces d'hémicellulose et certains impuretés encore présent. Elle a été possible grâce à une solution de chlorate de sodium (NaClO, 5%) dans l'eau selon cette équation (27).



Le résultat obtenu après purification est présenté dans la Figure 51.



Figure 51 : L'aspect physique de la pâte blanchie et purifiée

3.2 Caractérisation de la pâte délignifiée

3.2.1 Capacité de rétention d'eau

Le tableau ci-dessous présente les résultats de rétention d'eau de la cellulose délignifiée par la solution acide cell₃ (50 :30 :20), cell₂ (40 :40 :20), cell₁ (20 :30 :50), cell₀ (60 :40) blanchie et purifiée dans des conditions douces : (70 à 80°C) pendant 6 h et de cellulose de commerciale référenciée (Ref).

Tableau XII. Capacité de rétention d'eau (CRE) de la cellulose extraite, blanchie et purifiée.

Celluloses	Taille de particule	Capacité de rétention en eau (g d'eau/g)
Coton	160 μm	15,19 \pm 0,05
Cell ₀	160 μm	8,75 \pm 0,03
Cell ₁	160 μm	9,01 \pm 0,02
Cell ₂	160 μm	9,90 \pm 0,01
Cell ₃	160 μm	10,10 \pm 0,02
Ref	160 μm	9,21 \pm 0,02

Les résultats présentés ci-dessus correspondent à la quantité d'eau absorbée par grammage par la cellulose. Les données du Tableau XII montrent que la CRE dépend du type de biomasse, car plus le taux de cellulose est élevé plus la rétention d'eau est élevée. Le fait que le coton contient en moyenne 98% de cellulose montre sa force à pouvoir retenir des molécules d'eau d'où son caractère hydrophile. En comparaisons à la cellulose commerciale (Ref) et à celle effectuée dans nos travaux, on constate la large différence de volume par rapport au coton. Cela montre une fois de plus qu'il y a plus de molécules d'eau à travers des chaînes des liaisons polymères de la cellulose de coton. Cependant, avec la cell₃ par exemple, la rétention se rapproche plus de celle de coton par rapport à Ref et Cell₀. Ce résultat pourrait être dû au fait que la cellulose Cell₀ présente encore des traces d'impureté ; ce qui empêche les fonctions hydroxydes d'absorber correctement, pour la cellulose de référence, l'on peut mettre en évidence la réduction de ces propriétés au cours de l'extraction qui a eu un effet sur la cellulose. Cela pourrait être approuvé grâce à certaines analyses, dont la FTIR.

3.2.2 Analyse FTIR

L'analyse infrarouge à transformée de fourrier a été effectuée dans le but de comparer la cellulose obtenue après blanchiment et purification (avec des solutions alcalines, de l'hydrogène peroxyde et du sodium chlorite) du bois d'eteng à celle commerciale. Six échantillons ont été analysés et présentés dans la Figure 52. Les attributions des bandes de vibration ont été effectuées sur la base de la littérature et sont indiquées dans le Tableau XIII.

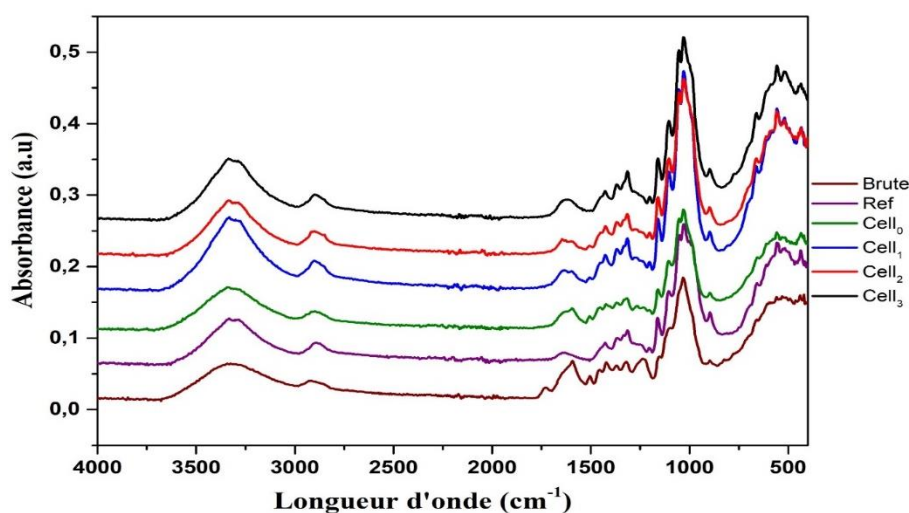


Figure 52: Spectres FTIR de cellulose de bois d'eteng blanchie obtenus dans différents traitements acides : FA: AA:Wa (Cell₁) 20:30:50, (Cell₂) 40:40:20, (Cell₃) 50:30:20 à 107°C, 180 min, basique : Cell₀ est de la cellulose obtenue à 150°C, 180 min. et (Ref) une cellulose commerciale

Tableau XIII : Affectation des principales bandes de vibration du spectre FTIR de la cellulose du bois *Ceiba pentandra*

Longueur d'onde en cm ⁻¹	Affectation des bandes	Références
3269,30	Étirement O-H sur cellulose	Mandal et Chakrabarty, 2011
2912.09	Étirement de CH sur la cellulose	
1740.2	Étirement C=O dans la lignine et l'hémicellulose	Nagaraja Ganesh, 2016
1652.9	H-O-H	Emandi <i>et al.</i> , 2010
1507.1	Vibration du noyau aromatique	Mansora <i>et al.</i> , 2016
1343.9	Déformation de C-H de la cellulose	Rangasamy <i>et al.</i> , 2011
1035.3	Étirement vibrationnelle de C-O	Rosa <i>et al.</i> , 2010
888.65	Étirement de la liaison C-H glysidique β-1,4 de la cellulose	Natalio <i>et al.</i> , 2017

La Figure 52 montre les spectres FTIR de la cellulose obtenue par délignification dans le mélange de solvants acides (FA/AA/Wa) et blanchis avec des solutions alcalines de peroxyde d'hydrogène et de chlorite de sodium. Les attributions des bandes de vibration ont été effectuées sur la base de la littérature et sont indiquées dans le Tableau 3. Le bois d'eteng brut a montré un spectre similaire aux spectres d'autres matériaux lignocellulosiques rapportés dans la littérature (Zhang et Liu, 2018). La plupart des bandes de vibrations sont la somme des contributions des groupes fonctionnels présents dans les hydrates de carbone et la lignine. La bande à 3269 cm⁻¹ est

attribuée à l'étirement O-H et les bandes à 2912 et 2851 cm^{-1} sont dues aux vibrations d'étirement symétriques et asymétriques des C-H dans les groupes méthylène et méthyle, et la bande à 1053 cm^{-1} est attribuée à l'étirement C-O fourni par les trois principaux composants de la cellulose, des hémicelluloses et de la lignine (Natalio *et al.*, 2017). Cependant, les bandes de vibration du groupe carbonyle (C=O) centrées à 1740 cm^{-1} et les doubles bandes à 1600 et 1507 cm^{-1} , attribuées aux vibrations des anneaux aromatiques, sont la preuve de la présence d'hémicelluloses et de lignine dans le matériau. La diminution de l'intensité de ces bandes, particulièrement observable avec les bandes à 1740 et 1500 cm^{-1} , montre l'élimination de la lignine et des hémicelluloses. La bande à 1507 cm^{-1} a encore été observée dans Cell₀, Cell₁ et Cell₂, montrant la présence de lignine résiduelle dans ces échantillons même après le blanchiment et la purification. En revanche, cette bande n'a pas été observée dans Cell₃ et dans le spectre de la cellulose commerciale, ce qui démontre l'absence totale de lignine dans ces deux échantillons. Tous les spectres présentaient une bande de vibration autour de 1652 cm^{-1} associée à la déformation par flexion de l'eau adsorbée en raison de la nature hydrophile de la cellulose et des matériaux lignocellulosiques.

3.2.3 Analyses thermiques

Les propriétés thermiques de la cellulose délignifiée ont été évaluées grâce à l'analyse thermogravimétrie. Les thermogrammes TG-DTG des celluloses préparées sont présentés dans la Figure 53.

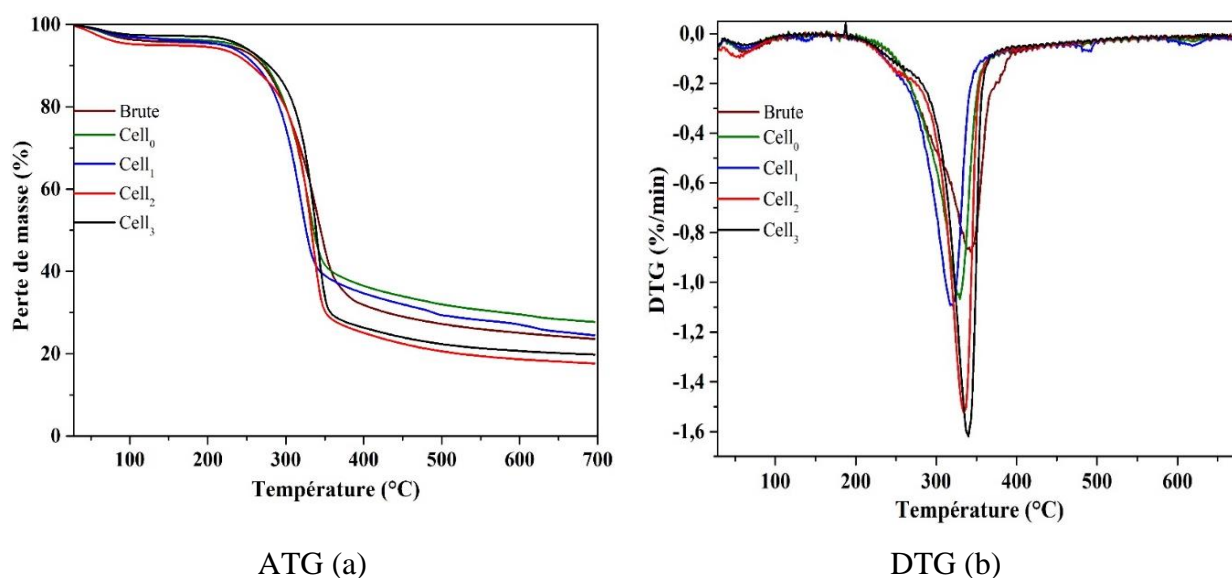


Figure 53 : Les courbes TGA (a) ; DTG (b) du bois d'eteng brut et des celluloses obtenues

Les thermogrammes TG-DTG des celluloses préparées sont présentés dans la Figure 53. La dégradation des résidus de bois d'eteng brut s'est déroulée en trois étapes principales correspondant à un épaulement DTG à 80°C, un pic à 282°C et un pic autour de 300°C. Le

premier épaulement correspond à l'évaporation de l'eau, le second épaulement est associé à la dégradation des hémicelluloses. La dégradation des hémicelluloses représente les composants les moins thermiquement stables du bois. Le troisième pic correspond à la dégradation de la cellulose et de la lignine. Les courbes DTG (Fig. 53 b) de Cell3, Cell2, Cell1 et Cell0 ne présentent deux pics, ce qui confirme au moins l'absence ou la qualité relativement faible des hémicelluloses dans les échantillons. Les analyses DTG de la cellulose dans la littérature n'ont révélé qu'un seul pic (Sartika *et al.*, 2020). La dégradation commence à 300°C et plus. La littérature indique que la dégradation de la β -cellulose se produit à 330°C et celle de l' α -cellulose à 351,3°C. (Feng *et al.*, 2018).

3.2.4 Analyse par diffraction de rayons X (DRX)

Les diagrammes de diffraction des rayons X du bois d'eteng brut, de la cellulose commerciale (Ref) et de cellulose délignifiée (Cell₃) sont présentés à la Figure 54. La cellulose obtenue par le procédé éthanol-soude (Cell₀) a été ajoutée pour comparaison. Les paramètres structuraux des celluloses délignifiées déduits de la dite Figure sont indiqués dans le Tableau XIV.

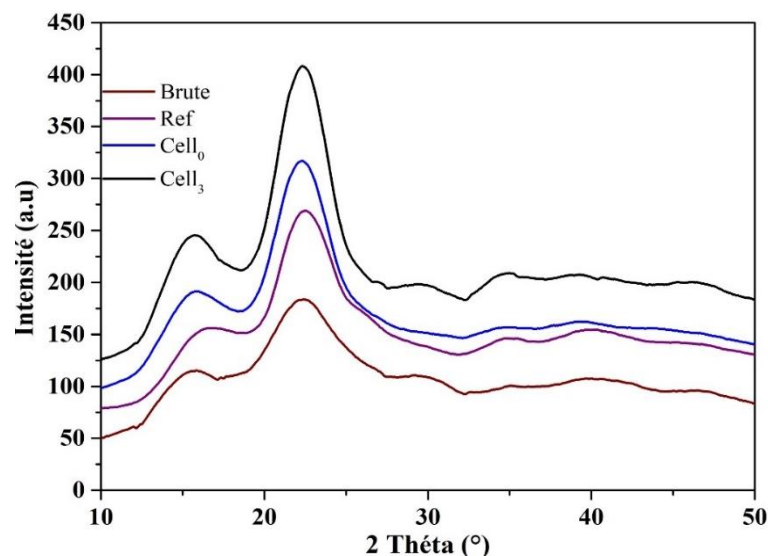


Figure 54: Diagrammes de rayons X du bois brut, des résidus délignifiés (Cell₃ et Cell₀) et la cellulose commerciale.

Tableau XIV: Paramètres structurels récapitulés de l'échantillon brut et des celluloses obtenues

Échantillons	Intensité	Angle 2 θ (°)	Intensité théorique	h. k. l	Cristallinité (%)
Raw	204,21	22,2	100	2.0.0	53,9
	122,86	16,7	60	1.1.0	
Ref	320,57	22,7	100	2.0.0	65,1
	144,7	18,3	47	1.1.0	
Cell ₀	309,99	22,4	100	2.0.0	69,3
	144,15	15,8	47	1.1.0	
Cell ₃	388,84	22,6	100	2.0.0	72,95
	165,15	16,5	42	1.1.0	

Les pics à 2θ entre 15° et 17° et à 2θ entre 22° et 23° sont attribués aux plans (110) et (200) de la zone cristalline de l'échantillon (Elanthikkal *et al.*, 2010 ; Sartika *et al.*, 2020). La similitude des spectres XRD démontre que le processus d'extraction ne modifie pas la structure de la cellulose. L'augmentation de la cristallinité des échantillons de cellulose par rapport à celle du bois brut peut s'expliquer par l'extraction de polymères amorphes (lignine et hémicelluloses) (Wang *et al.*, 2017). Le même ordre de cristallinité est généralement présenté dans la littérature pour la cellulose, et même des valeurs élevées allant jusqu'à 90% pour le coton (Sartika *et al.*, 2020). La cristallinité de cell₃ obtenue par ce procédé FA/AA/Wa est légèrement supérieure à la cristallinité de la cellulose commerciale de référence et de la cellulose (Cell₀). Cela montre que le procédé peut être utilisé efficacement pour produire de la cellulose.

3.2.5 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La morphologie de l'éteng brut, de la Cell₃, la Cell₀ et de la Ref est présentée sur la Figure 55.

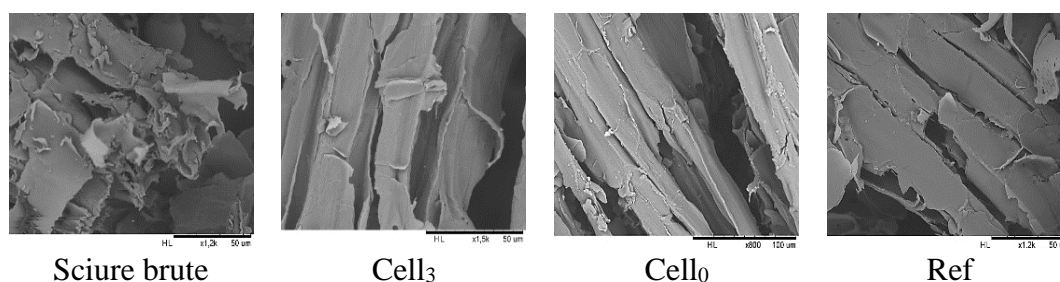


Figure 55 : Images MEB de résidus de bois brute et cellulose obtenus à partir d'un prétraitement à trois étapes à la solution acide (AF : AA : Wa) et basique, Blanchie à $H_2O_2/NaOH$ et purifiée au $NaClO_3$ et de la cellulose commerciale

La microscopie électronique à balayage présentée en image dans la Figure 55 montre que la délignification suivie d'un blanchiment permet d'obtenir une structure plus compacte par rapport à la matière brute. La compacité obtenue suite au traitement à différents procédés est en

partie due à l'élimination de certains composés (extractibles, lignine et quelques sucres simples). En comparant les images MEB de la Cell₃, la Cell₀ et la Ref, on peut remarquer que l'aspect physique est pratiquement identique. Toutefois, la cellulose commerciale (Ref) et la cellulose obtenue par voie alcaline présentent une surface moins rugueuse, car elles sont beaucoup plus cassantes. Ceci pourrait être la conséquence du traitement à haute température et la nature du réactif. Le traitement dans de telles conditions ne peut que susciter la dégradation de la cellulose. La cellulose se sent agressée. Avec le mélange solutions acides tels que l'acide formique et l'acide acétique, dans des conditions contrôlées, l'on peut avoir une image de surface beaucoup plus intéressante, c'est le cas de la Cell₃ dont la structure est plus intéressante et rejoint certains travaux de littérature (Li *et al.*, 2017).

3.3 Caractérisation physique de la cellulose hydrolysée par voie acide

Pour ce travail, la cell₃ a été choisi pour la suite du travail en fonction de ses propriétés et caractéristiques similaire à ceux de la littérature. Trois traitements ont été effectués sur la cell₃, à des concentrations respectives (50%, 55%, 60%) en acide sulfurique. La solution d'acide sulfurique est appliquée principalement pour réduire la phase amorphe de la cellulose et augmenter le taux de cristallinité de la cellulose. Cette l'hydrolyse va permettre la formation de cristaux susceptible d'améliorer les propriétés cristallines des composites. La réduction des liaisons β -1.4 glycoside de la cellulose à partir de l'acide sulfurique à des concentrations 50%, 55%, 60% se résume à AHC₁, AHC₂ et AHC₃.

3.3.1 Rendement d'hydrolyse de la pâte hydrolysée

L'hydrolyse de la cellulose (Cell₃) à 60%, 55%, 50% à partir d'une solution acide sulfurique a donné des valeurs respectives de 17,4%. 34% et 42% en poids par rapport à la matière sèche. Ce résultat obtenu montre que les liaisons intra et intermoléculaires de la cellulose ont été réduites. Habituellement, l'hydrolyse de la cellulose dans la littérature se situe entre 45 à 65% en poids. Ce domaine de concentration s'est avéré capable de fragmenter et de disperser de nombreuses fibres cellulosiques provenant de différentes biomasses jusqu'à l'obtention des cristaux cellulosiques (Wang *et al.*, 2021 ; Zhu *et al.*, 2021). Au regard des résultats obtenus, il se pourrait que le choix de la concentration en acide sulfurique ait fonction de la nature de la cellulose (propriétés).

La désintégration des fibres de cellulose a été confirmée par la micrographie MEB présentée à la Figure (56).

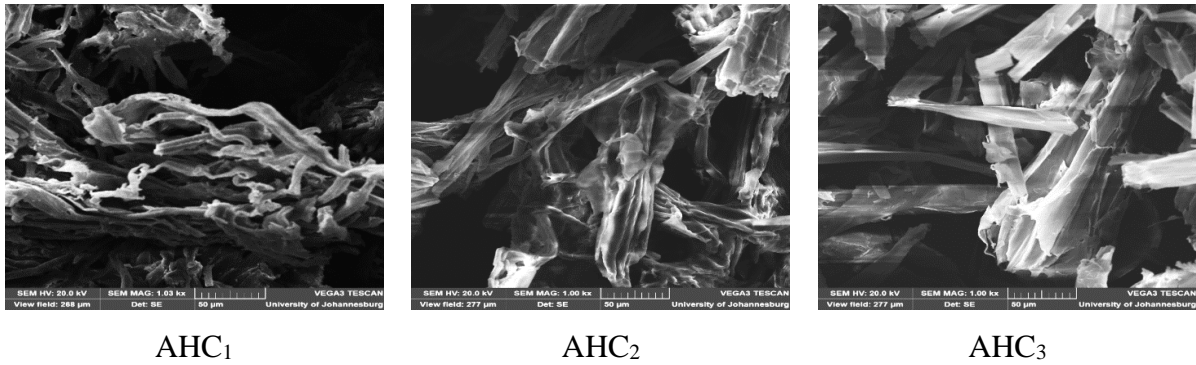


Figure 56: La morphologie de la cellulose hydrolysée : MEB (H_2SO_4 (50%) = ACH_1 , H_2SO_4 (55%) = ACH_2 , H_2SO_4 (60%) = ACH_3)

La micrographie de la cellulose hydrolysée à l'acide a montré des microflocons minces avec une largeur dans la plage définie pour le nanomatériau (Kargarzadeh *et al.*, 2018). Un nanomatériau étant défini comme un matériau, dont au moins une des dimensions est comprise entre 1 nm et 100 nm. L'analyse de la cellulose hydrolysée à l'acide à 60% en poids par TEM a montré que la surface des flocons est irrégulière avec de multiples points assimilés à des trous avec des dépôts clairement identifiés comme des nanoparticules de cellulose (Figure 57).

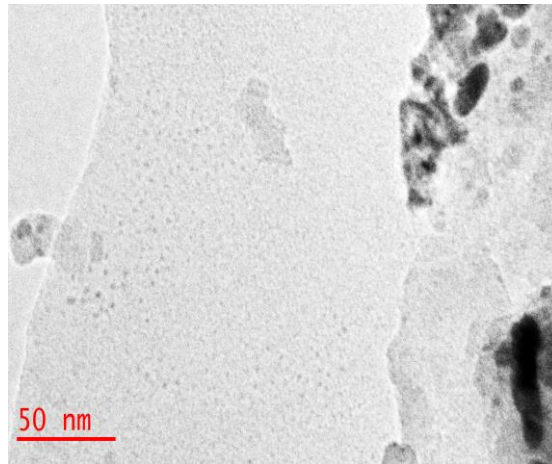


Figure 57: L'image MET de la cellulose hydrolysée à 60%, lyophilisé et dissous dans du méthanol pour une prise d'image.

3.3.2 Analyses FTIR de la Cell3 hydrolysée à différents pourcentages de puretés

L'analyse infrarouge à transformée de fourrier de la cellulose hydrolysée est présentée sous forme de courbe sur la Figure 58. Les différentes bandes déduites de cette courbe sont présentés dans le Tableau XV.

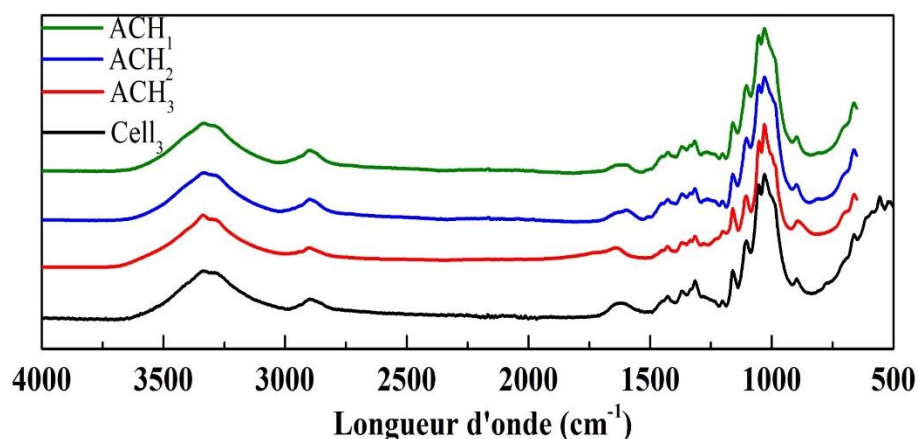


Figure 58 : Spectres FTIR de la cellulose délignifiée et la cellulose hydrolysée (ACH)

Tableau XV : Attribution des principaux spectres de bandes de vibration FTIR de la cellulose hydrolysée et la cellulose délignifiée

L (cm ⁻¹)	Fonctions	Affectation des bandes	Références
3317,85	-OH	La vibration d'étirement de la cellulose	Wulandari <i>et al.</i> , 2016
2907,65	-C-H	Étirement asymétrique de la cellulose	Rahman <i>et al.</i> , 2018
1647,10	-H ₂ O	Vibration absorbe l'eau dans la fibre cellulosique	
1162,9	-C-C	Liaison éther glycoside	Shanmugarajah <i>et al.</i> , 2016
1104,73	-C-O-C	Liaisons cycliques β-1,4-glycosidiques entre le D-glucose	
1037,58	-C-O		
898.90	-C-H	Vibration dans la cellulose	Morán <i>et al.</i> , 2008
810	-C-O-S	Étirement de la liaison S=O	

Les spectres FTIR de la cellulose et d'hydrolyse de la cellulose ont été comparés dans la Figure 58. Les spectres présentent des caractéristiques globalement similaires, ce qui révèle que le traitement à l'acide sulfurique n'a pas modifié de manière significative la structure chimique de la cellulose. Les bandes de vibrations centrées sur 3317, 2933 et 1665 cm⁻¹ ont été attribuées respectivement à l'étirement -OH et -CH et à la flexion de H₂O adsorbée. Les bandes de la région 1700-800 cm⁻¹, connues sous le nom d'empreinte digitale des matériaux cellulosiques, ont toutes été observées dans le spectre de la cellulose et de l'hydrolyse de la cellulose. Cependant, de nouveaux pics ont été observés dans le spectre de l'ACH et attribués à l'estérification de la cellulose par le sulfate au cours du traitement acide. Le pic à 1264 cm⁻¹ a été attribué à l'étirement du groupe fonctionnel C-O-S et le pic à 804 cm⁻¹ a été attribué à la vibration S=O. Les régions

amorphes de la cellulose sont connues pour être plus réactives et l'acide sulfurique peut réagir principalement avec les groupes hydroxyles cellulosiques dans ces zones, entraînant des groupes sulfonés (-C-O-SO₃-) qui se trouvent à la surface des particules après la dispersion. (Kargarzadeh *et al.*, 2018 ; Silvério *et al.*, 2013 ; Zhao *et al.*, 2019). La densité de charge a été déterminée en mesurant la concentration des groupes sulfates à la surface des particules de cellulose hydrolysées par l'acide. Les résultats déterminés par titrage conductimétrique étaient de 8×10^{-6} mol/g. Par rapport aux données de la littérature (Ait Benhamou *et al.*, 2021 ; Smyth *et al.*, 2017), la valeur était plus élevée, ce qui suggère que davantage de groupes sulfonés ont été générés dans ce cas. Une augmentation de la densité de charge entraîne une augmentation de la stabilité thermique, comme indiqué dans la littérature (Smyth *et al.*, 2017).

3.3.3 Diffractogrammes DRX de la Cell₃ hydrolysée à différents pourcentages

Les diffractogrammes DRX de l'hydrolyse de la cellulose (ACH) et de la cellulose native (Cell₃ = Cell) sont présentés dans la Figure 59 et les paramètres résultants dans le Tableau XVI.

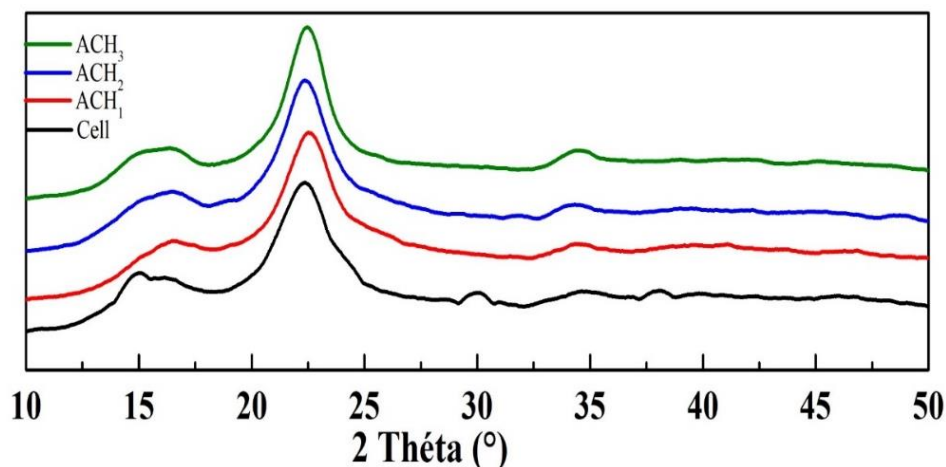


Figure 59: Diffractogrammes DRX de Cell et ACH à différentes concentrations

Les résultats de la Figure 59 montrent que la Cell et ACH ont un réseau cristallin caractéristique de la cellulose I (Voronova *et al.*, 2015). Les diffractogrammes DRX ont été utilisés pour déterminer le degré de cristallinité et la taille latérale des cristaux. La taille latérale des cristaux a été calculée à l'aide du modèle de Gauss et de l'équation de Debye Scherrer. Les résultats sont présentés dans le Tableau (XVI).

Tableau XVI. La taille latérale (L2.0.0), largeur à mi-hauteur (LMH) et taux de cristallinité des ACHs (CrI)

Échantillons	CrI	Angle (2 θ)	R	LMH	L2.0.0
Cell ₃	72,6	22,4	0,72	3,76 ± 0,05	2,15
ACH ₁	73,1	22,25	0,73	3,78 ± 0,05	2,10
ACH ₂	77,1	22,3	0,72	3,85 ± 0,05	2,09
ACH ₃	77,9	22,32	0,71	3,91 ± 0,05	2,07

Les données recueillies dans la Figure 59 et présentées sous forme de Tableau XVI, montrent que l'indice de cristallinité de la cellulose hydrolysée (ACH) est plus élevé que celui de la cellulose native, ce qui montre que le traitement acide a réduit de peu les liaisons inter et intra moléculaires de la cellulose. La réduction de ces liaisons entraîne la diminution du site amorphe de la cellulose. Le coefficient de corrélation donne de faibles valeurs pour les celluloses réduites, ce qui signifie que la taille des cristaux a été réduite, entraînant une augmentation de la largeur à mi-hauteur des cristaux comprise entre 3,76 à 3,91 nm. De plus, la taille moyenne des cristaux des celluloses réduites a également diminué, ce qui corrobore avec des données de la littérature (El-Sakhawy *et al.*, 2007).

3.3.4 Analyses thermiques des celluloses hydrolysée et native

L'analyse thermogravimétrique est couramment utilisée pour étudier les propriétés thermiques et de dégradation des échantillons. Les thermogrammes ATG-DTG sont illustrés à la Figure 60. Les données analytiques obtenues à partir des courbes TG et DTG sont résumées dans le Tableau XVII.

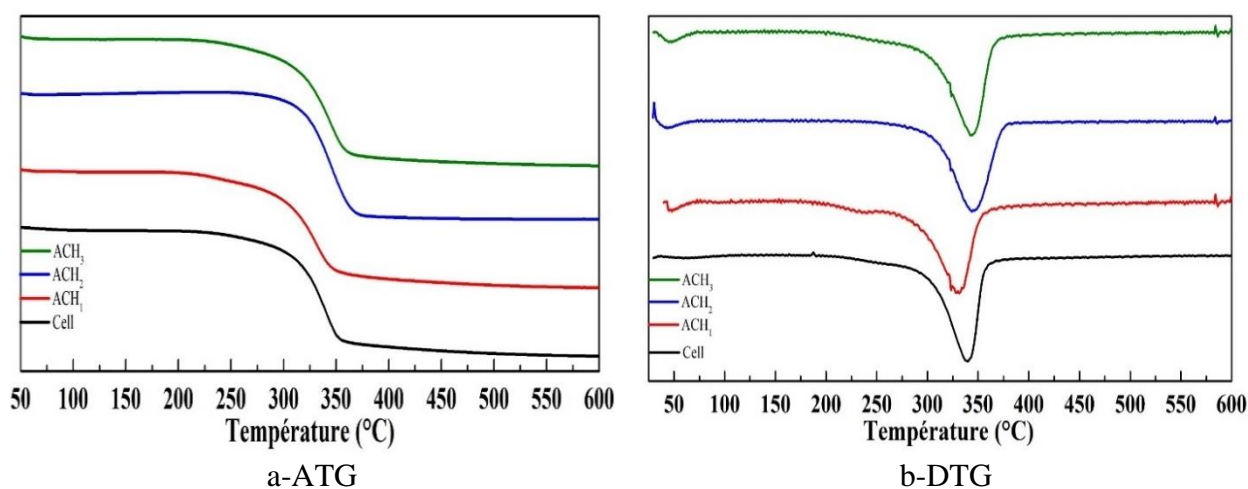


Figure 60: Courbes ATG et DTG pour Cell et ACH

Tableau XVII : Énergie d'activation (E_a) et température de la dégradation (T_d) de la cellulose (Cell) et de la cellulose hydrolysée (ACH)

Échantillons	Equation linéaires	E_a (kJ K ⁻¹ mol ⁻¹)	Taux de convection (β)	T_d (°)	R^2
Cell	Y= -16981X +27,381	141,12	0,955	338,5	0,998
ACH ₁	Y = -12607X +20,271	104,76	0,967	332,6	0,989
ACH ₂	Y = -14169X + 22,663	117,74	0,960	343,9	0,972
ACH ₃	Y= -15176X+24,266	126,11	0,968	345,6	0,999

La stabilité thermique des celluloses hydrolysées (ACHs) et de la cellulose native (Cell) a été déterminée à partir de la courbe TG. Les données analytiques obtenues à partir des courbes TG et DTG sont illustrées dans le Tableau XVIII. Les courbes TG de la Figure 56a montrent une perte de masse unique et les courbes DTG de la Figure 60b montrent deux pics endothermiques avec des maximums autour de 60°C et 300°C. Le premier correspond à l'évaporation des molécules d'eau adsorbées dans le matériau et le second à la dégradation de la cellulose hydrolysée. La dégradation libère des gaz non combustibles tels que le dioxyde de carbone, l'acide formique, l'acide acétique et le monoxyde de carbone (Mahamud *et al.*, 2019 ; Villamil et Schiraldi, 2020). Les courbes TG des ACHs et de la cellulose native sont assez similaires, mais la température maximale de dégradation s'est légèrement déplacée vers une valeur plus élevée pour la cellulose hydrolysée, comme le montrent les pics DTG, qui se situaient à 338,4°C pour la Cell, 345,6°C pour l'ACH₃, 343,9 pour la ACH₂ mais différents pour la ACH₁. Cette augmentation de la température de dégradation pour la ACH₃ et ACH₂ a été attribuée à la présence de groupes sulfates à la surface de la cellulose hydrolysée, à l'absence des ions surfaciques à l'intérieur des sites réactifs de la cellulose (Kupiainen *et al.*, 2012). La réduction de la température de dégradation pour la ACH₁ est due à la présence des ions hydrogénosulfates à l'intérieur du site amorphe de la ACH₁ et au caractère acide du matériau (El Achaby *et al.*, 2018). Toutefois, certains travaux font état d'une stabilité thermique plus faible pour la cellulose hydrolysée à l'acide, attribuée à la présence d'une grande quantité d'acide sulfurique résiduel dans les échantillons (Vanderfleet *et al.*, 2019), associée à cela, une purification/un lavage inefficace. L'énergie d'activation qui a été calculée grâce à l'équation de Broido donne l'ACH₃ comme le matériau le plus stable. Avec une vitesse de convection autour de 0.99, l'énergie d'activation 126,11 kJ K⁻¹ mol⁻¹ et le rapport E_a/R étant négatifs. Cette différence d'information montre que des transformations ont eu lieu au cours

de la combustion de l'ACH. En effet, plus la pente est faible, plus le matériau présente des propriétés améliorées, dont la cristallinité.

3.4 Caractérisation de la gomme ainsi que des composites thermoplastiques

3.4.1 Caractérisations de la gomme

La nature et les propriétés de la gomme ont été évaluées grâce à l'analyse telle que la FTIR, la DRX et l'ATG.

3.4.1.1 Analyse FTIR de la gomme

L'analyse infra-rouge à transformée de fourrier de la gomme d'exsuda a été faite pour identifier les différents groupements fonctionnels. De vérifier la compatibilité des fonctions de la gomme afin de voir si elle peut interagir avec le composite préparé. Le spectre infra-rouge de la gomme et celle cellulose est présenté sur la Figure 61.

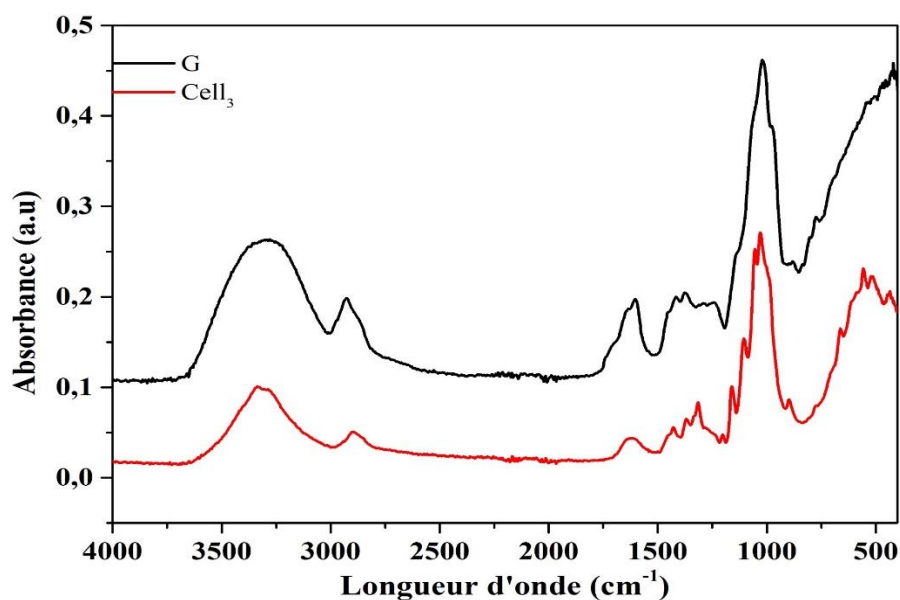


Figure 61 : Spectres FTIR de la gomme (d'acacia) et de la cellulose native

Le spectre FTIR de la gomme présente quelques groupements fonctionnels similaires à celui de la cellulose. La Figure 61 dans la zone située entre 4000 et 2500 cm^{-1} ressort deux pics : le premier à 3334,12 cm^{-1} caractérise la fonction ($-\text{OH}$) présente dans la cellulose. Le second, à 2933,2 cm^{-1} , caractérise des bandes de vibrations ($-\text{CH}$ et $-\text{CH}_2$). Le pic sortant à 1610,2 cm^{-1} représente les molécules d'eau ($-\text{H}_2\text{O}$) incorporées à travers les liaisons de chaîne polymère de la gomme. Le pic à 1380 cm^{-1} représente la fonction ($-\text{COH}$). La bande à 1020 cm^{-1} est attribuée à la fonction ($-\text{COC}$) dans la gomme. Ces groupements fonctionnels montrent que la gomme présente un comportement très hydrophile dont les propriétés sont liées à celui de la cellulose. La présence

de la gomme contribue à l'augmentation des liaisons hydrogénées ainsi qu'à la formation de la nouvelle liaison due au caractère hydrophile de la gomme.

3.4.1.2 Analyse DRX de la gomme

La diffraction des rayons x a été réalisée pour étudier le caractère cristallinité de la gomme. Les diagrammes des rayons X pour la gomme sont illustrés à la Figure 62.

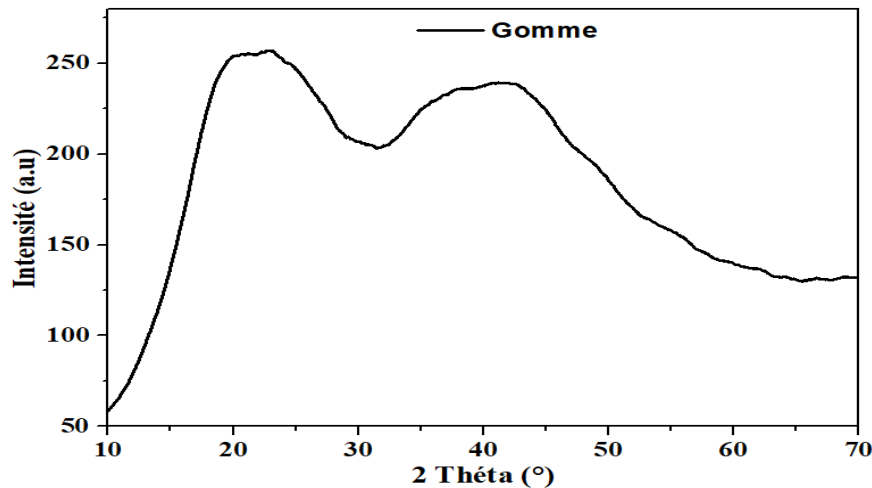


Figure 62 : Diffractogramme DRX de la gomme

Le diagramme de la courbe DRX de la gomme présente deux bandes caractéristiques. La première à $2\Theta = 22,5^\circ$ est attribuée à la fonction cristalline de la gomme et la seconde $2\Theta = 40,9^\circ$ représente la bande de recristallisation de la gomme (Zugenmaier, 2008). La cristallinité a été calculée selon les travaux de Mannana *et al.* (2006), montrant que la gomme peut cristalliser à hauteur de 31%. Une telle valeur peut contribuer à améliorer les propriétés cristallines du matériau. En effet, au contact du composite, elle pourrait augmenter de peu ses propriétés mécaniques tout en améliorant sa résistance.

3.4.1.3 Analyse thermogravimétrie de la gomme

L'analyse thermique de la gomme a été effectuée dans le but d'étudier les propriétés thermiques et de dégradation de la gomme. La courbe d'ATG-DTG de la gomme est présentée à la Figure 63.

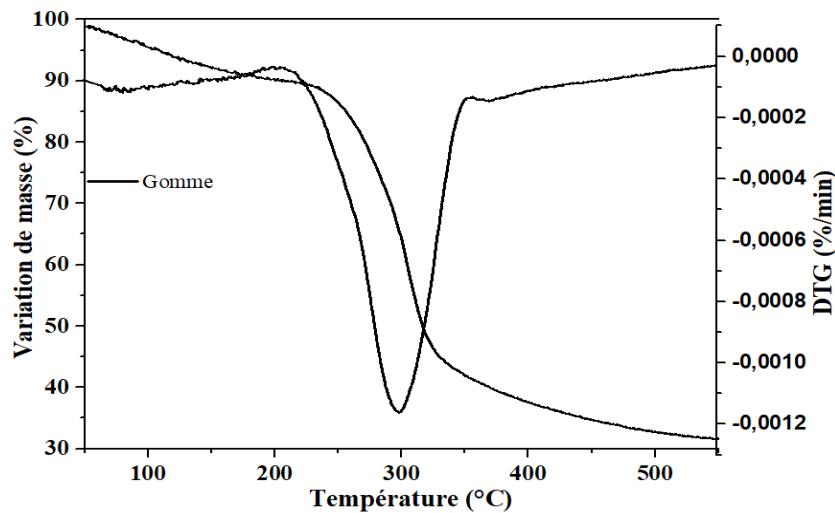


Figure 63 : Courbes d'ATG et de DTG de la gomme

La stabilité thermique du matériau a été étudiée grâce à la courbe ATG. La température de précision est donnée par sa dérivée (DTG). La Figure 63 de la courbe ATG présente deux pertes de masse : le premier, à moins de 100°C, correspond à l'évaporation des molécules d'eau qui s'interposent entre les liaisons de la gomme. Le second autour de 300°C qui correspond à la dégradation de la gomme. La DTG montre que la gomme se dégrade à partir de 310°C et se stabilise à partir de 370°C. À cette température, elle peut être utilisée dans le but d'améliorer les propriétés mécaniques des matériaux composites dont la température de fusion est autour de 300°C sans être détruite.

3.5 Caractérisation des films biocomposites

Pour ce test, deux solvants ont été utilisés afin d'évaluer le taux de gonflement des films biocomposites. La première étant de l'eau distillée et la seconde la solution de sodium chlorure (NaCl). Trois essais ont été effectués suivant certains paramètres dont l'humidité relative (RH, 26°C, 96%) et le temps de conservation. Quatre formulations ont été étudiées : amidon-ACH₃ (AN), amidon-ACH₃-gomme (ANG), amidon-bentonite-gomme (ABG) et amidon-ACH₃-bentonite-gomme (ANBG). Les résultats obtenus ont montré que tous les composites bioplastiques pouvaient absorber jusqu'à 260% en poids de molécule d'eau dans l'eau et dans la solution du NaCl jusqu'à 90% en poids de la solution, le tout en 24 h. À l'exception de l'ANG dont la capacité de rétention d'eau est au plus à 150% dans l'eau et dans la solution de NaCl, elle est au-delà de 200%. En comparant les résultats obtenus à 27°C par rapport à ceux de la littérature obtenue à température ambiante, on constate que les composites issus des différentes formulations absorbent moins par rapport aux travaux de Djerboua et Djetoui. (2013) et Mendes *et al.* (2016), donc le taux d'absorption bioplastique à base d'amidon pouvait atteindre les 350%. Ce

recul de rétention d'eau pourrait être dû à la présence de la gomme dont les propriétés ont eu à interagir sur l'espace amorphe du biopolymère.

3.5.1 Étude de la résistance d'eau des biofilms

Le test de la résistance d'eau des biofilms a été évalué selon certains paramètres donc l'humidité relative (RH = 87%, T = 25°C). La Figure 64 présente évolution de l'absorption d'humidité en fonction du temps.

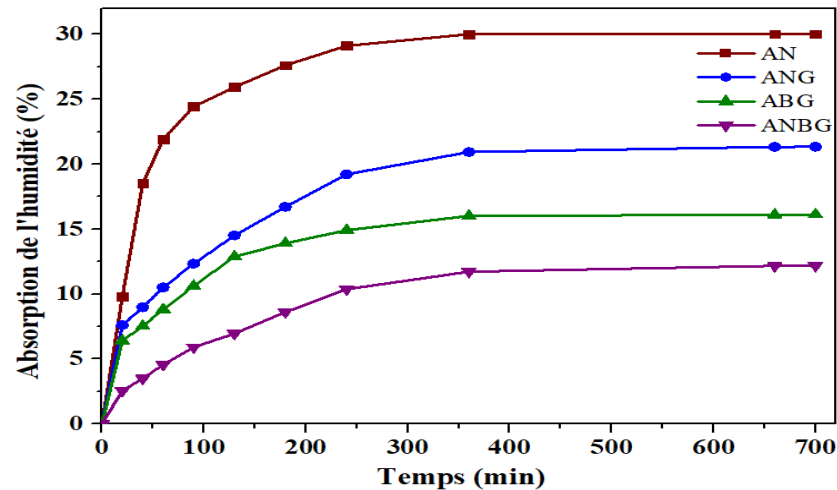


Figure 64: Absorption de l'humidité des composites bioplastiques testés dans l'eau à pH neutre.

La courbe de la Figure 64 montre l'effet du temps sur l'absorption de l'humidité à la surface des composites bioplastiques. Tous les échantillons ont été saturés à moins de 300 min, excepté la formulation AN dont la saturation a atteint les 30%. Cela pourrait s'expliquer par le fait que l'amidon contient deux lamelles et une couche amorphe susceptible de retenir plus d'eau. Car en présence de la cellulose, le matériau présente un caractère hydrophile (Asrofi et *al.*, 2018). Toutefois, la présence de la gomme va impacter les propriétés physiques et donc la conséquence est la réduction du pouvoir absorbant en eau du matériau. En présence de la gomme, par exemple, ANG, ABG et ABAG absorbent moins d'humidité. La formulation ANG dont le taux d'absorption maximum en humidité est autour de 20%, soit moins de 10% par rapport à AN et moins de 15% par rapport à ABG et ANAG. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que la cellulose hydrolysée ainsi que la gomme de nature cristalline sont incorporées dans les cavités amorphes de l'amidon. Leurs présences créaient de fortes interactions de liaisons hydrogène avec le biopolymère d'amidon. L'ajout de la bentonite en présence de la gomme renforce plus la cohésion de la structure à travers la multiplication des ponts à hydrogène dans la molécule. Cette multiplication des liaisons dans la phase amorphe de l'amidon empêche la diffusion des molécules d'eau et se retrouve piégée dans

le matériau (Abral *et al.*, 2018). C'est pourquoi les spectres FTIR ont tendance à ressortir le pic 1600 cm^{-1} caractéristique des molécules d'eau contenues dans la molécule.

3.5.2 Spectres FTIR des biofilms d'amidon

Quatre analyses ont été effectuées sur les différents films composites produits et les résultats sont présentés sur la Figure 65. Le Tableau XVIII ressort les différentes bandes de vibration avant et après l'ajout de la gomme.

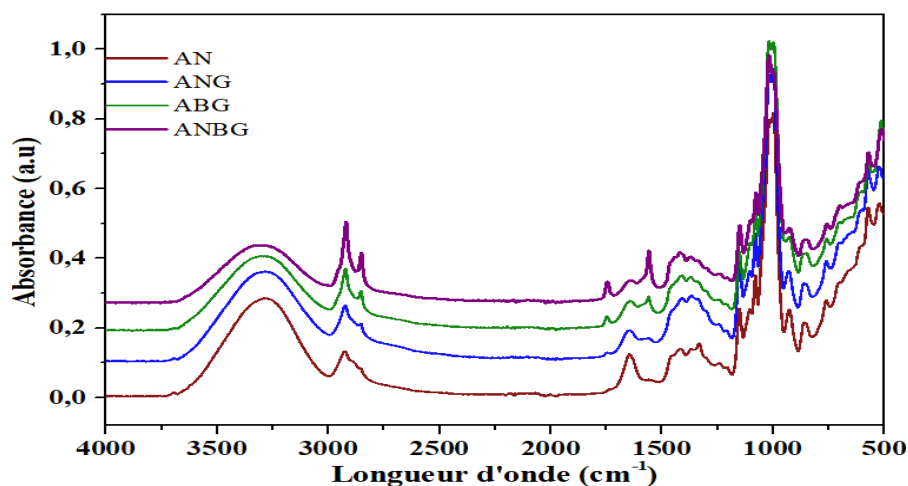


Figure 65 : Spectres FTIR des films biofilms

Tableau XVIII : Affectation des principales bandes de vibration FTIR des biofilms

Longueur d'onde (cm^{-1})	Bandes de vibrations	References
3300	Étirement O-H	Khan <i>et al.</i> , 2019
2933,3	C-H	
2900,8-2858.3	CH ₂	
1740,7	Vibration CO	
1665,4	H-O-H	
1016,9	Élongation C-O	Gnanasekaran <i>et al.</i> ,
866,8	Élongation C-H de liaison β -1,4 de la cellulose	2022
762,2-963	Al-OH, Al-O-Si	Aroke <i>et al.</i> , 2013
458-760	Ouverture des ports	Torres <i>et al.</i> , 2019

Les bandes vibratoires indiquées dans le Tableau XVIII ont été déterminées sur la base de la littérature. Les pics à 3300 cm^{-1} ont été attribués à la vibration d'étirement des groupes hydroxyles -OH dans l'amidon, la cellulose réduite, les gommes et l'eau absorbée dans les

biocomposites. Cette bande implique des groupes -OH libres et liés à l'hydrogène et des groupes -OH liés à l'hydrogène avec l'eau adsorbée. Un taux élevé de groupes hydroxyles liés à l'hydrogène tend généralement à diminuer l'intensité de la bande en raison de la faiblesse des liaisons hydrogène dont les électrons ont été délocalisés, comme indiqué dans la littérature (Boonsuk *et al.*, 2021 ; Cheng, 2019 ; Kaewtatip et Thongmee ; 2012). L'intensité de la bande dans les spectres semble diminuer dans l'ordre AN, ANG, ABG et ANBG, ce qui est lié à une augmentation du taux de groupe hydroxyle lié à l'hydrogène. La diminution dans le même ordre de l'intensité de la bande à 1600 cm^{-1} attribuée à la déformation par flexion de l'eau adsorbée à l'intérieur des composites a montré la réduction de la quantité d'eau adsorbée. L'ajout de gomme semble augmenter l'interaction avec l'ACH, la bentonite et l'amidon, ce qui pourrait réduire l'espace de fixation de l'eau et expliquer la réduction de la teneur en eau à l'équilibre observée dans la section précédente. La bande émergente à $1740,7\text{ cm}^{-1}$ correspond à la vibration du carbonyle des esters présents respectivement à ANG, ABG, et ANBG. Elle a été attribuée aux esters présents dans la gomme. Il y a aussi probablement la formation de nouveaux groupes esters par réaction des groupes carboxyles de la gomme.

3.5.3 Analyses thermiques des films bioplastiques

La stabilité thermique des bioplastiques de différents films composites a été déterminée à partir des courbes d'ATG. L'énergie d'activation représente la quantité d'énergie nécessaire pour activer les molécules du matériau afin d'accomplir une transformation physique. Le résultat déduit de la Figures 66 sont présentés dans le Tableaux XIX.

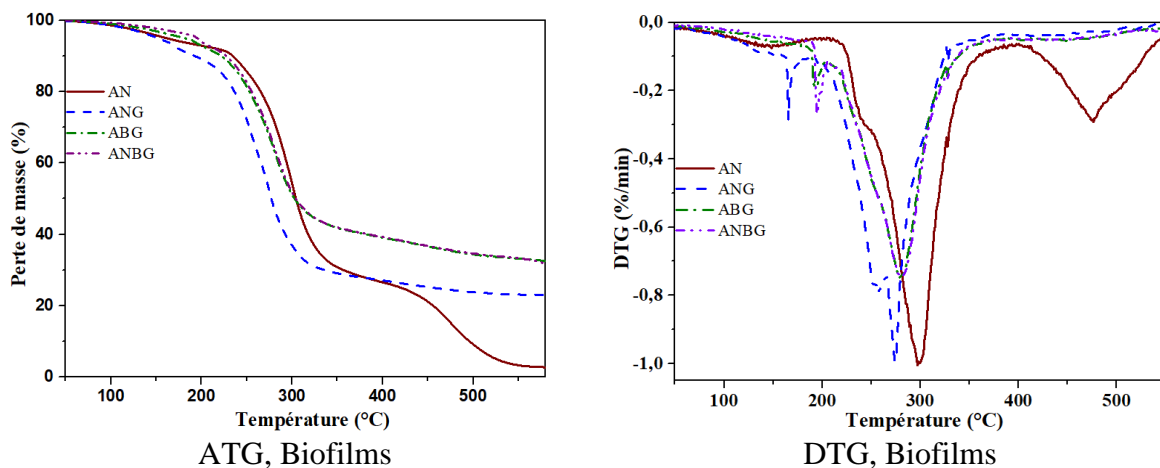


Figure 66 : Courbes ATG-DTG de films d'amidon

Tableau XIX: Températures de dégradation (T_d) et stabilité thermique des biofilms (ST)

Biocomposites	T_{d1} (°C)	T_{d2} (°C)	T_{d3} (°C)	ST (°C)
AN	143.5	299.5	-	476
ANG	165.4	275.06	380	-
ABG	190.2	279.9	380	-
ANBG	194.6	284.2	380	-

Le thermogramme ATG-DTG présent à Figure 66 montre plusieurs variations de masse, donc la précision de température est définie grâce à la DTG. Le premier pic observé autour de 100°C est attribué à l'évaporation de l'eau adsorbée et probablement à une partie du plastifiant glycérol. Le deuxième pic observé autour de 230 °C est attribué à l'évaporation du glycérol et au début de la dégradation de l'amidon. Le pic apparaissant à 300 °C est attribué à la dégradation de l'amidon et de l'ACH. Les derniers pics de dégradation autour de 460 °C correspondent à la combustion des composants résiduels de dégradation. Ces résultats sont en accord avec les travaux rapportés dans la littérature (Ghasemlou *et al.*, 2022 ; MO Syafiq *et al.*, 2020). L'ajout de la gomme a provoqué l'apparition d'un nouveau pic de dégradation à 165 °C pour l'ANG et 180-195°C pour l'ABG et l'ANBG, et la disparition du dernier pic observé vers 460°C. Le pic à 160-195°C a été attribué au début de la dégradation de la gomme naturelle. Il semble que la présence de bentonite inorganique ait décalé la dégradation de la gomme en raison de l'interaction/minéralisation de la gomme. La dégradation de l'amidon et de la cellulose hydrolysée est décalée vers des températures plus basses par rapport au biocomposite sans gomme, ce qui suggère que la dégradation de la gomme a favorisé la dégradation de l'amidon et de la cellulose. Cependant, il y a formation de nouveaux produits de dégradation résistants à la température. La quantité de résidus de la dégradation thermique était élevée pour les biocomposites avec gomme. Les valeurs les plus élevées de résidus obtenues avec ABG et ANBG sont dues à la présence de bentonite inorganique qui est connue pour être résistante à la dégradation thermique.

Tableau XX : Energies d'activation des biofilms d'amidon

Formulations	Equation Linéaire	E_a (kJ K⁻¹ mol⁻¹)	r^2	Taux de convection
AN	Y= -9257,1X +15,727	76,964	0,9999	0,976
ANG	Y= -8416,4X+14,933	69,973	0,9995	0,975
ABG	Y= -7930X+13,543	65,930	0,9999	0,975
ANBG	Y= -7700X+13,092	64,017	0,9997	0,977

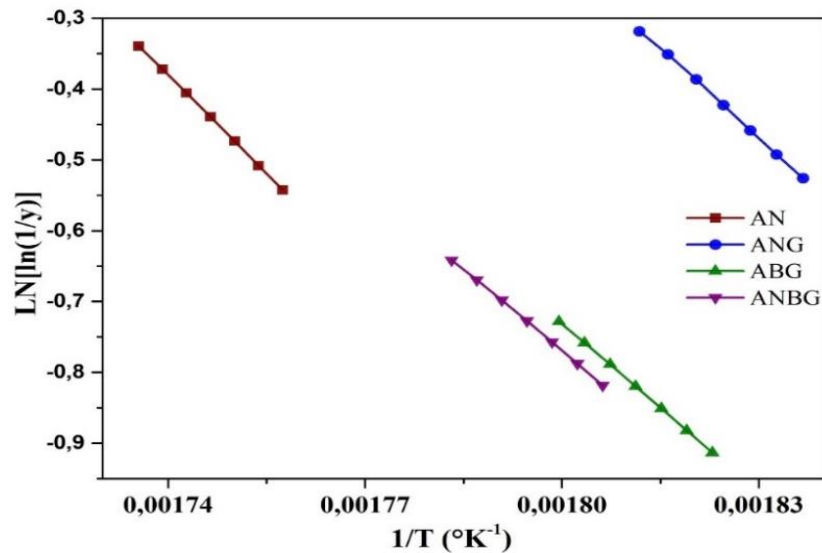


Figure 67: Diagrammes de Broido des composites bioplastiques obtenus à partir des données ATG à de température allant 280 à 300°C

L'énergie du biofilm AN et des biofilms ANG, ABG et ANBG renforcés par de la gomme est indiquée dans le Tableau XX. L'ajout de gomme améliore certaines propriétés, notamment les propriétés thermiques et cristallines. Ceci est en partie dû à l'amélioration de l'énergie d'activation et à l'apparition de phénomènes physiques dans le matériau. La réduction de l'énergie d'activation met en évidence les phénomènes exothermiques et augmente le taux de cristallinité des biocomposites ainsi que leur stabilité thermique.

3.5.4 Analyses DSC des films bioplastiques

Elles ont été effectuées pour évaluer le comportement cristallin des films composites lorsqu'ils sont stockés en température ambiante et à basse température. L'analyse DSC a été effectuée sur différents films biocomposites en incorporant respectivement de la cellulose hydrolysée, de l'amidon, de la bentonite et de la gomme naturelle. Les données ont été collectées pendant le premier et le second cycle de chauffage, permettant de ce fait d'évaluer l'état réel des cristaux des biocomposites. Tous les échantillons ont été analysés à partir d'un cycle défini par la Figure 68 avec une vitesse de chauffe de 10 K/min.

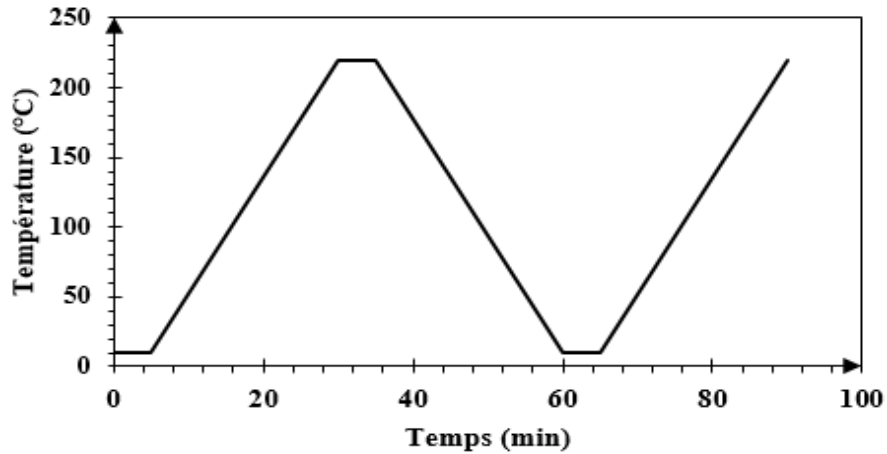


Figure 68 : Description de la méthode DSC

La Figure 68 présentée ci-dessus ne montre que la méthode DSC utilisée pour la préparation des bioplastiques. La stabilité des biofilms a été faite à vitesse constante avec une variation de chaleur associée à la dénaturation thermique. L'augmentation de la température de façon croissante s'accompagne avec un dégagement de chaleur. La chaleur dégagée est liée à la cristallisation. Les graphes présentent un flux de chaleur élevé. Les propriétés thermiques des films biocomposites mesurées grâce à l'analyseur DSC sont présentées dans la Figure 69.

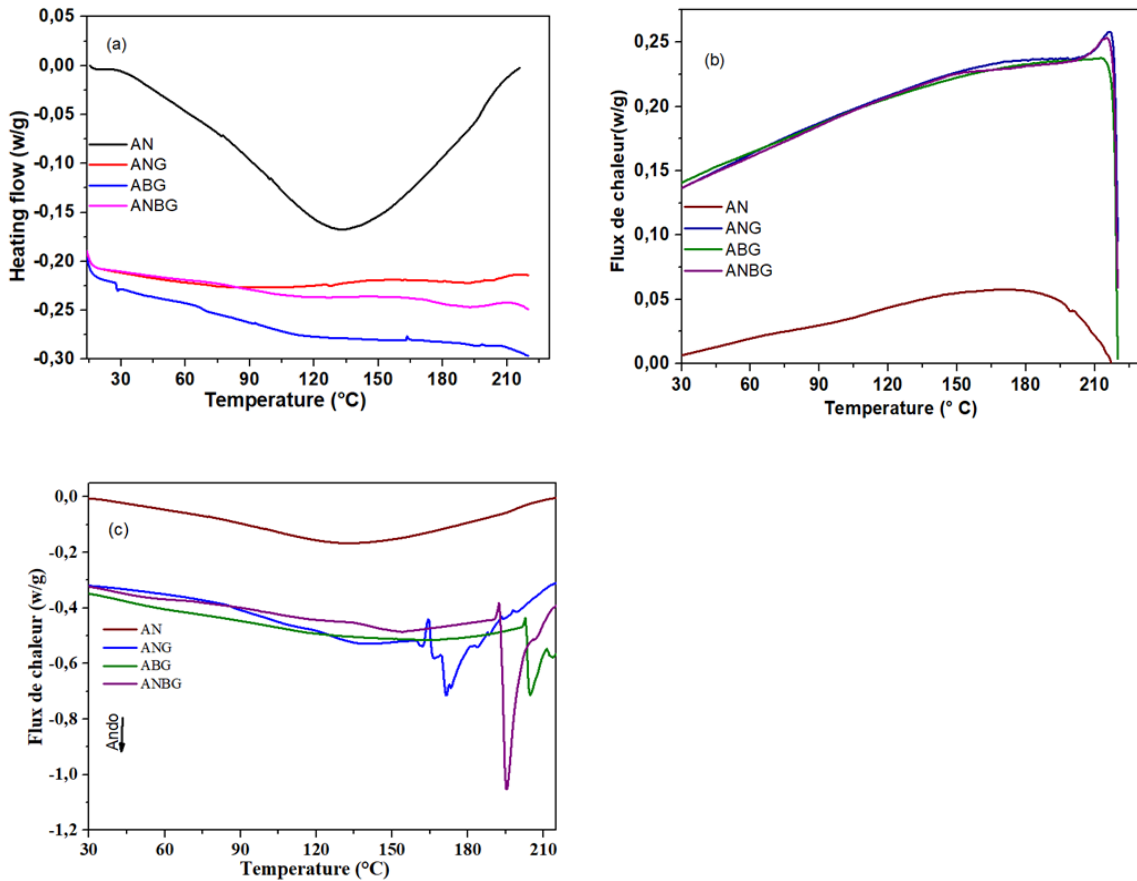


Figure 69 : Thermogramme DSC des films biocomposites (a et c) 10°C et b (-10°C)

L'enthalpie de fusion (ΔH_f), de cristallisation (ΔH_c), l'énergie de capacité thermique (ΔC_p) ainsi que la température de fusion (T_f) et de cristallisation (T_c) ont été déterminées sur la base de l'endotherme obtenue au deuxième chauffage et les paramètres des données sont présentés dans le Tableau XXI.

Tableau XXI : Données thermiques obtenues en analyse DSC des mélanges AN, ANG, ABG, ANBG

Essais	T_c (°C)	T_f (°C)	ΔH_f (J/g)	ΔH_c (J/g)	$\Delta H C_p$ (J/g K)
AN	133,4	133,4	7,61	6,80	-
ANG	162,3	165,7	1,37	1,47	0,041
ABG	201,8	203,3	1,23	14,58	0,078
ANAG	190,8	192,8	2,35	46,26	0,023

L'analyse DSC a été effectuée sur différents films biocomposites en incorporant respectivement de la cellulose hydrolysée, de l'amidon, de la bentonite et de la gomme naturelle. Les valeurs de la température de fusion et de cristallinité ont été calculées à partir de la courbe de la Figure 69 c et les données ont été résumées dans le tableau XXI. Le système de chauffage et de réchauffage a été effectué dans le but d'observer la transformation physique, le comportement de la température de fusion des films biocomposites lors du premier et du second chauffage. Évaluer l'influence des propriétés cristallines du matériau à l'ajout de la gomme. Il en ressort qu'au premier chauffage, seule la formulation AN présente un pic endothermique : elle est chauffée à température comprise entre 30°C et 250°C. Cette transition thermique est connue sous le nom de fusion, indiquant la transformation de l'état cristallin à l'état liquide. Au deuxième chauffage, tous les pics présentent une forme endothermique. Ce résultat pourrait s'expliquer par le fait que la présence de la gomme a suscité une amélioration des propriétés thermiques des films composites. L'augmentation de la température de fusion, l'apparition de la température de cristallisation montrent la présence des phénomènes physiques pendant la calcination. Ces phénomènes traduisent l'effet cristallin des films composites (Lai *et al.*, 2023). Les valeurs d'enthalpie de fusion associées à l'énergie thermique montrent la rupture du réseau cristallin des films biocomposites et la transition de phase, principalement de la transformation solide/fluide. La présence d'un pic exothermique dans la formulation ANG montre que le matériau pressé a une bonne résistance, des températures de fusion plus élevées dans ANG, ABG, ANBG par rapport à AN. Cette augmentation montre l'impact de la gomme sur les propriétés cristallines des biofilms.

Le changement des enthalpies de fusion des films avec des valeurs faibles témoigne de la présence des phénomènes physiques (Menczel et Prime, 2009).

3.5.5 Diffractogramme DRX des films biocomposites

L'objectif de cette analyse était de repérer les phases cristallines des biofilms préparés. La Figure 70 présente le diagramme DRX des biofilms préparés à partir de l'amidon, de la cellulose hydrolysée, de la bentonite et de la gomme naturelle

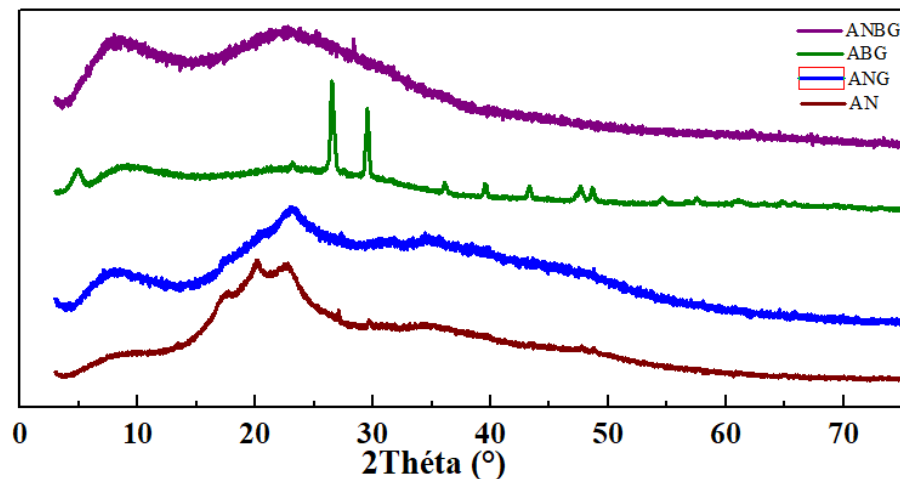


Figure 70 : Les spectres DRX des films composites à différentes formulations

Le film amidon-ACH (AN) présente quatre pics cristallins aux valeurs 2θ de $8,5^\circ$, $17,3^\circ$, $20,2^\circ$, $22,7^\circ$ respectivement. Ces valeurs peuvent être associées à la structure cristalline de l'amidon. Selon Gironès *et al.* (2012), les composites à base d'amidon présentent des pics de diffraction et des intensités en fonction de leur structure cristalline. L'amidon de manioc riche en amylopectine présente une phase cristalline très élevée (Zhong *et al.*, 2023). Cependant, les valeurs de 2θ ont légèrement augmenté par rapport à la littérature (Chen *et al.*, 2020). Cette augmentation caractérise la réduction de la phase amorphe dans le biocomposite et, suggère que la préparation des films à 110°C n'a pas d'impact sur la structure cristalline du biopolymère. Cependant, l'adhésion de l'ACH et de l'amidon peut être appréciée par la présence des pics cristallins dont la valeur de 2θ est $8,5^\circ$ et $22,7^\circ$. Ces deux pics montrent la présence des cristaux dans les biofilms. En référence aux travaux d'Osman *et al.* (2020), le taux de cristallinité a été évalué à 5% pour les films préparés à partir d'amidon, avec la cellulose hydrolysée, il a atteint les 11,5% (Figure 71.). La présence de la gomme, grâce à ses propriétés hydrophiles, favorise la dispersion de cellulose sur le site réactif du biopolymère (amidon). Les films présentent une morphologie plus opaque. Par conséquent, on peut s'attendre à des améliorations sur les propriétés cristallines des biofilms.

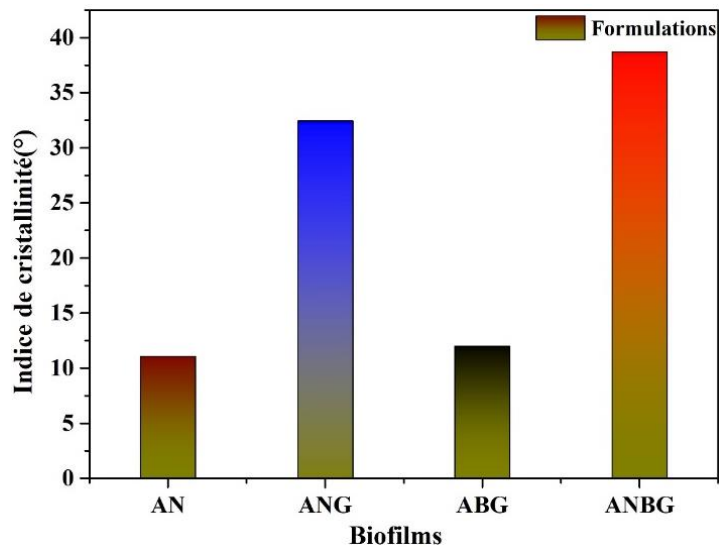


Figure 71 : Taux de cristallinité des films bioplastiques

La Figure 71 montre l'impact de la gomme sur les propriétés cristallines des films plastiques. La formulation ANG montre deux pics cristallins. Ils sortent à des valeurs 2 θ respectivement à $8,14^\circ$ et à $22,3^\circ$, pour un taux de cristallinité autour de 30%. Ces deux angles caractérisent la formation des cristaux provenant d'amidon d'une part et des cristaux provenant de la cellulose et de la gomme d'une autre part. En effet, la présence de la gomme a permis des améliorations sur les propriétés cristallines des biofilms. L'utilisation de la bentonite, malgré son défaut cristallin, est stabilisée par la gomme. La réduction des phases amorphes du composite à travers la diminution des pics d'ABG montre l'interaction de la gomme sur le matériau. Dans le film ANBG, le défaut de cristallinité de la bentonite est totalement stabilisé, ceci grâce à la cellulose et à la gomme. Sa diffractométrie DRX présente deux pics cristallins. Le premier sortant à $8,3^\circ$, le second à $22,3^\circ$, ces deux pics ont permis d'obtenir un taux de cristallinité autour de 37%. Toutefois, la similitude de diffractométrie DRX des films ANG et ANBG montre l'efficacité de la gomme et de la cellulose dans la préparation des bioplastiques. Malheureusement, on ne peut en dire autant pour l'ABG, donc l'absence de l'ACH, et laisse apparaître plusieurs pics cristallins dus au défaut cristallin de la bentonite.

3.5.6 Caractérisation mécaniques des films bioplastiques

L'objectif de cette analyse était d'évaluer l'efficacité de la gomme et de la cellulose issus des essences molles dans l'amélioration des propriétés de tractions des biocomposites d'amidon. Le module de Young, la déformation et la résistance à la traction calculée à partir de la Figure 72 sont indiqués dans le Tableau XXII.

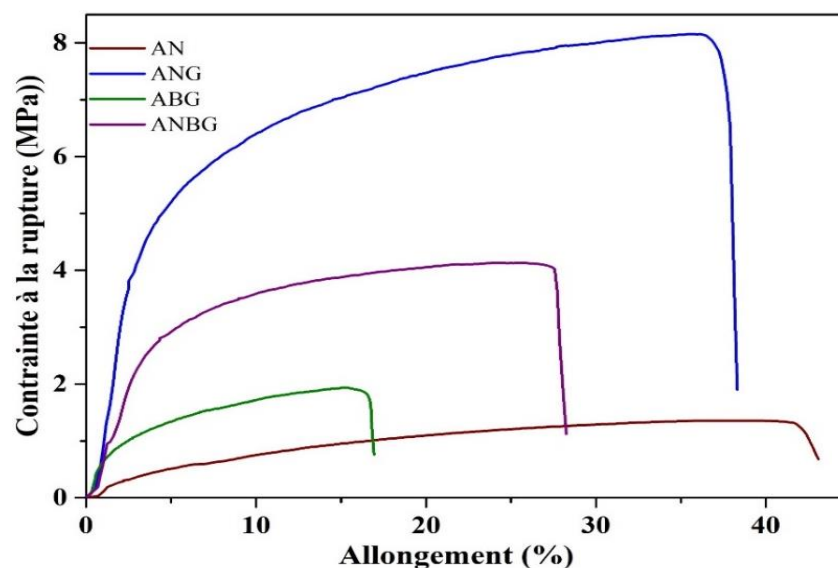


Figure 72: Courbes de contrainte-déformation des composites bioplastiques étirés à 25°C, V= 10 k/min

Tableau XXII : Données de modules d'Young, contrainte et allongements à la rupture à différentes formulations avec et sans gomme

Biofilms	E (MPa)	$\bar{\sigma}$ (MPa)	ϵ (%)
AN	39,9	1,46	40,4
ANG	150,7	7,14	36,2
ABG	113,7	1,93	15,1
ANAG	133,3	4,13	24,2

La Figure 72 montre que les biocomposites contenant de la gomme naturelle ont une résistance mécanique plus élevée que les composites sans gomme. La résistance à la traction était considérablement plus élevée lorsque la gomme naturelle était ajoutée aux composites amidon-nanocellulose. La résistance à la traction la plus élevée a été obtenue avec l'ANG (Tableau XXII). Cette valeur (7,14 MPa) est supérieure à celle généralement rapportée dans la littérature pour les composites à base d'amidon (Gironès *et al.*, 2012). La présence de la gomme réduit l'élongation des films bioplastiques. Ces résultats peuvent s'expliquer par le fait que la gomme, de nature hydrophile, favorise la dispersion de l'ACH et crée de ce fait la formation de ponts à hydrogène dans le composite. Ce pont est structuré grâce à la formation de liaisons hydrogène entre l'ACH, l'amidon, la gomme et la bentonite (Kandeeban, 2021). Des résultats similaires ont été rapportés dans la littérature pour des films plastiques à base d'amidon renforcés par des fibres de cellulose (Bangar et Whiteside, 2021 ; Xu *et al.*, 2019). La réduction la plus importante est observée avec les ABG, les composites contenant de la bentonite. Les matériaux minéraux sont

moins flexibles que les matériaux organiques ; leur ajout dans les composites à base entraîne généralement une réduction de la flexibilité. De telles observations ont été faites avec les composites à base de bentonite (Amin *et al.*, 2019), les composites à base de kaolinite et d'amidon (Mbey *et al.*, 2012).

3.5.7 Test de biodégradation

Le taux de dégradation du test d'enfouissement du sol a été calculé à partir de la perte de poids de l'échantillon au fil du temps. La perte de poids est un moyen direct de mesurer la biodégradabilité des biofilms. Le pourcentage de perte de poids du bioplastique amidon est présenté sur la Figure 73. Les résultats des tests de biodégradation après 3, 7 15, 20 et 30 jours ont été prise en fonction de l'humidité.

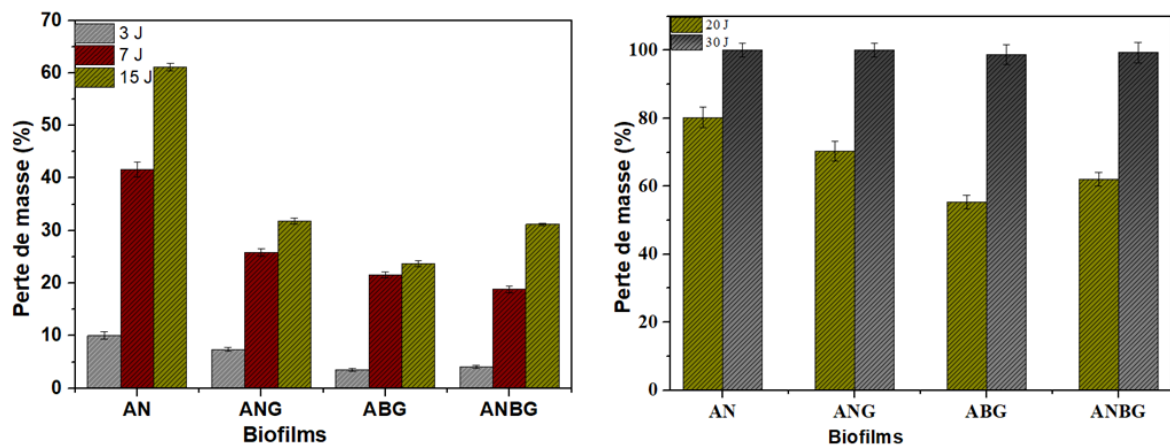


Figure 73 : Les taux de dégradation des films bioplastiques AN (10 : 01 : 00: 00), ANG (10: 01: 00: 01), ABG (10: 00: 03: 01) et ANAG (10: 01: 03: 01) testé à 76% d'humidité à 27°C et 85% d'humidité (20 et 30 J)

Ces résultats montrent que l'ajout de la gomme naturelle augmente la résistance à la biodégradation des composites. La biodégradation est un effet combiné de l'humidité et de l'action des micro-organismes qui utilisent les biopolymères comme nourriture, réduisant progressivement la masse du matériau sensible exposé. Il est évident que le changement de masse augmente avec le temps pour tous les échantillons. La résistance accrue des échantillons contenant la gomme peut être due à leur résistance élevée à l'eau par rapport au composite sans gomme, comme indiqué précédemment. L'absorption d'humidité a provoqué le gonflement des composites, ramolli la chaîne macromoléculaire et facilité la migration des micro-organismes ou des enzymes qu'ils produisent à l'intérieur du matériau pour la dégradation des biopolymères.

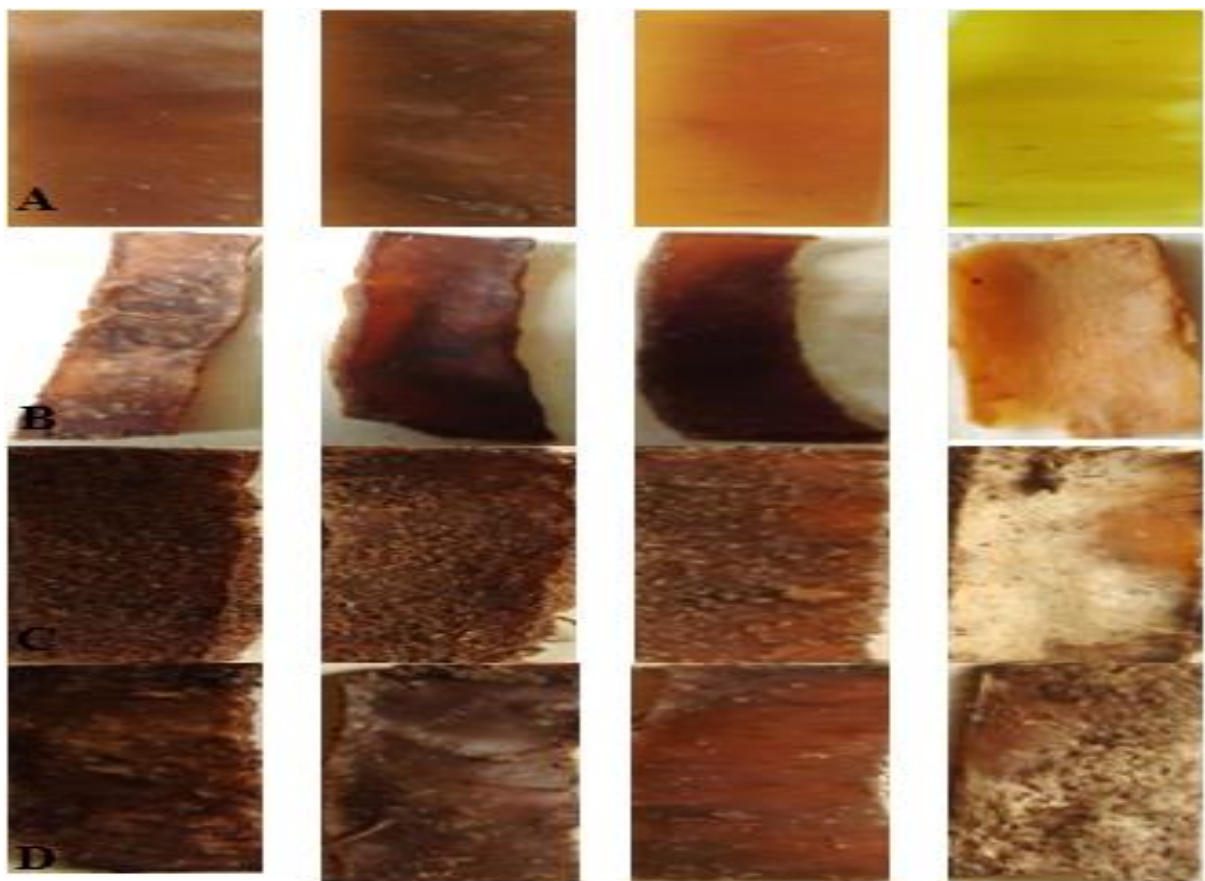


Figure 74 : Surfaces de la couche extérieure et intérieure de biofilms avant (A) et après 3 J (B), 7 J (C) et 15 J (D) d'enfouissement à 76% d'humidité relative à 27°C

La Figure 74 montre les bioplastiques avant et après le test de biodégradabilité. Les bioplastiques ont été dégradés en 3 jours, 5 jours et 15 jours, en fonction de l'humidité relative du milieu. Le temps de dégradation par enfouissement était similaire à ceux trouvés dans la littérature pour les films à base de manioc et de maïs (Agustin *et al.*, 2014 ; Syafri *et al.*, 2019). Ce résultat présenté en image montre que la présence de gomme dans le bioplastique à base d'amidon de manioc induit la réduction de sa dégradation. Toutefois, l'ajout de la bentonite nanoclay a une influence significative sur la biodégradation.

3.5.8 Rugosité de surface

Une surface rugueuse offre un ancrage mécanique supplémentaire aux matériaux composites. Les irrégularités à la surface peuvent limiter la propagation des fissures permettant l'agencement des charges dans les sites réactionnels du composite. Ce faisant, le matériau devient plus solide et plus résistant à la contrainte. La Figure 75 présente la rugosité de surface des biofilms d'amidon. Pour évaluer les irrégularités de surface, deux paramètres ont été étudiés : Ra

qui représente l'état de surface et Rz qui est la valeur moyenne des cinq plus grandes différences entre les pics et la vallée.

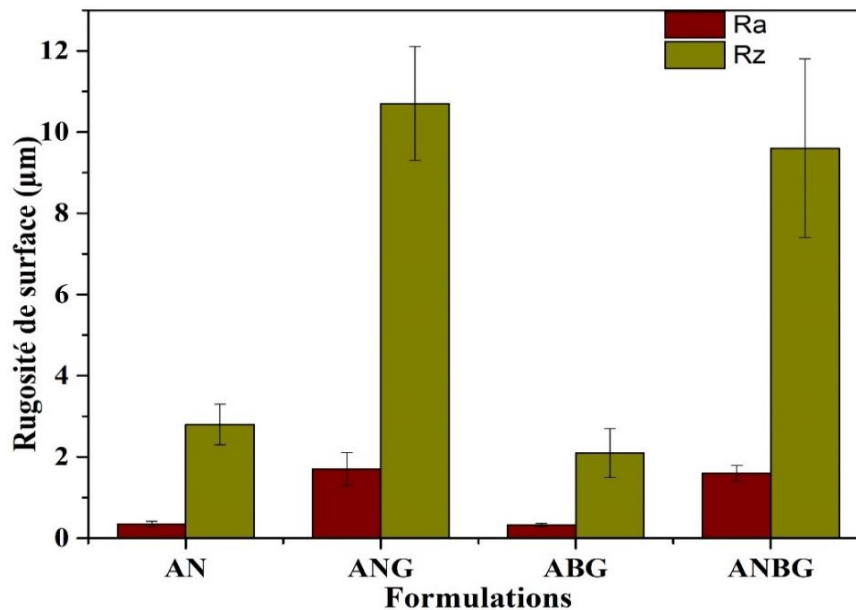


Figure 75: Paramètres de rugosité de différent traitement de surface

Deux paramètres de rugosité ont été étudiés pour évaluer la surface des films biocomposites. Ra qui représente la ligne directrice sur la structure de la surface et Rz représente les points périphériques obtenus à chaque prise d'essais et compte en moyenne trois sommets (Dobrzanski et Pawlus, 2010). Le modèle de rugosité des biofilms ANG et ANBG est largement supérieur à celui ABG et AN (Figure 75). La présence de la gomme dans les composites hybrides amidon/ACH, amidon/bentonite et amidon/ACH/bentonite présente une structure plus rugueuse (Marques *et al.*, 2015). Malgré les irrégularités de structure au niveau de la surface des films, ce qui pourrait s'expliquer par le fait que les charges ajoutées n'ont pas été gélatinées pendant le processus de formation. Toutefois, la présence de la gomme a montré une différence significative entre adhésions de surface avec Ra égale respectivement 0,35 ; 1,7 ; 0,34 ; 1,6 respectivement pour AN ; ANG ; ABG ; ANBG.

CONCLUSION GENERALE

Le but principal de ce travail était, d'une part, d'élaborer des alternatives aux méthodes conventionnelles de délignification, souvent très agressives. Cette approche a été mise en œuvre en utilisant des solvants moins corrosifs (voie douce) lors de la phase de délignification du bois d'eteng, une essence tropicale inexploitable dans les forêts. La pâte qui aura été délignifiée sera blanchie et purifiée pour donner une cellulose d'une pureté totale. L'objectif est d'améliorer les propriétés thermiques, physiques et cristallines de la cellulose obtenue en l'oxydant à l'aide d'une solution d'acide sulfurique concentré. Finalement, elle sera utilisée pour la préparation de biofilms afin d'améliorer ces caractéristiques mécaniques.

Pour ce qui est de l'étape de délignification, l'utilisation combinée des solvants tels que l'acide formique, l'acide acétique et l'eau s'est avérée très intéressante avec la température et le temps de réaction. Les résultats les plus significatifs ont été observés à 107°C pendant 3 h de temps de réaction avec une solution en acide AF : AA : Wa, dans un rapport 50 :30 :20. Les pertes de masses résultantes pouvant atteindre 35% par rapport à la masse initiale sont inférieures par rapport aux procédés conventionnels (45%). Le degré de blanchiment est similaire pour la pâte délignifiée dans les mêmes conditions par voie douce et par les procédés conventionnels, soit des indices respectifs de 10,5 et 10,9. Après délignification du bois d'eteng dans les conditions douces, la pâte est ainsi blanchie par les agents oxydants tels que l'hydrogène peroxyde (H_2O_2) et une solution de sodium chlorate dilué ($NaClO_2$ 5%), puis caractérisée. L'indice de cristallinité de 72, 95%, l'énergie d'activation plus élevée que celle de pâte conventionnelle, soit $E_a = 141.12 \text{ kJ mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Ces résultats suggèrent que la qualité de cellulose obtenue par voie douce (procédé écologie) sur le bois d'eteng pourrait être utilisée pour la préparation de la cellulose microcristalline, puis l'utilisée comme renfort pour améliorer les propriétés mécaniques et thermiques des biocomposites (biofilms).

Par la suite, l'hydrolyse de la fraction amorphe de la cellulose avec une solution d'acide sulfurique à des concentrations respectives 50%, 55%, 60% à 40°C montre que la solution d'acide sulfurique à 60% est meilleure pour l'hydrolyse, car le rendement de la cellulose hydrolysée est inférieur (autour de 17%) par rapport aux concentrations d'acide investiguées. L'indice de cristallinité de la cellulose obtenue est autour de 77%, avec une densité de charge surfacique de 8.10^{-6} mol/g , malgré l'irrégularité des formes cristallines observée par le MEB. La cellulose hydrolysée peut être utilisée dans la mise en œuvre des matériaux biocomposites.

Par ailleurs, l'amidon (A), l'ACH (N), la bentonite (B) et la gomme (G) ont été utilisés pour la mise en œuvre de biocomposites selon les formulations AN, ANB, ABG, ANBG. Le test de gonflement effectué sur des films a montré qu'ils pouvaient absorber moins de 250% d'eau, excepté l'AN. Avec une humidité relative ($RH = 76\%$, $28^{\circ}C$), adsorption de ANG et ABG, ANBG en présence de la gomme à dégraissé de 7% et de 15%. Le spectre FTIR montre la formation de la bande 1740 cm^{-1} respectivement sur ANG, ABG, ANBG. Elle correspond au carbonyle d'esters, preuve que la gomme a bien réagi avec des biopolymères d'amidon et certains groupements hydroxyles de la cellulose. Les analyses thermiques (ATG-DTG) montrent que la température de dégradation ($279-300^{\circ}C$) par rapport à la littérature s'est améliorée. Cette amélioration est attribuée à la résistance des biofilms d'amidon, comme le confirment le diagramme DRX, les essais de traction et l'analyse DSC.

Ce travail démontre que le procédé de délignification est susceptible de donner des pâtes celluloses de bonne qualité. La cellulose, ainsi produite ou hydrolysée, pourrait trouver des applications dans plusieurs domaines. Ce travail s'inscrit dans un objectif de participation à la valorisation des coproduits de la filière bois et de trouver des alternatives pour mettre en évidence des composites naturels à partir de la chimie des plantes vertes.

À fin d'affirmé le protocole de délignification sur des déchets de plantations moins danse, d'affirmer le protocole d'élaboration des films composites ANG, ABG, ANBG, mis en place et de mieux élucider les liaisons établies entre amidon-cellulose-gomme, Amidon-bentonite-gomme et amidon-cellulose-bentonite-gomme ainsi que les liaisons qui ont créées, il apparait essentiel d'étudier des charges à ajouter pour la formulation des films, d'étudier les tests de dégradation des films AN, ANG, ABG et ANBG par voie biologique, à des temps long in vitro afin de déterminer leurs cinétiques de dégradation, de synthétiser des plastifiants à partir des cristaux de cellulose, puis de les utiliser pour renforcer la structure des films d'amidon,

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Aaliya, B., Sunooj, K. V., Lackner, M. (2021). Biopolymer composites: A review. *International Journal of Biobased Plastics*, 3(1), 40-84.
- Agarwal, U. P., Ralph, S. A., Baez, C., Reiner, R. S., Verrill, S. P. (2017). Effect of sample moisture content on XRD-estimated cellulose crystallinity index and crystallite size. *Cellulose*, 24, 1971-1984.
- Ahmed A., Mouangue R., Fiwa D., (2017). « Biocombustibles, vecteur de développement ». Symposium IUT, Université de Ngaoundéré, Cameroun, 1-18.
- Abral, H., Putra, G. J., Asrofi, M., Park, J. W., Kim, H. J. (2018). Effect of vibration duration of high ultrasound applied to bio-composite while gelatinized on its properties. *Ultrasonics Sonochemistry*, 40, 697-702.
- Agustin, M. B., Ahmmad, B., Alonzo, S. M. M., Patriana, F. M. (2014). Bioplastic based on starch and cellulose nanocrystals from rice straw. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 33(24), 2205-2213.
- Ahn, K., Zaccaron, S., Zwirchmayr, N. S., Hettegger, H., Hofinger, A., Bacher, M., Rosenau, T. (2019). Yellowing and brightness reversion of celluloses: CO or COOH, who is the culprit?. *Cellulose*, 26, 429-444.
- Ait Benhamou, A., Kassab, Z., Nadifiyine, M., Salim, M. H., Sehaqui, H., Moubarik, A., El Achaby, M. (2021). Extraction, characterization and chemical functionalization of phosphorylated cellulose derivatives from Giant Reed Plant. *Cellulose*, 28, 4625-4642.
- Amin, M. R., Chowdhury, M. A., & Kowser, M. A. (2019). Characterization and performance analysis of composite bioplastics synthesized using titanium dioxide nanoparticles with corn starch. *Heliyon*, 5(8).
- Anugrahwidya, R., Armynah, B., Tahir, D. (2021). Bioplastics starch-based with additional fiber and nanoparticle: characteristics and biodegradation performance: a review. *Journal of Polymers and the Environment*, 29(11), 3459-3476.
- Apsana, G., George, P. P., Devanna, N., Yuvasravana, R. (2018). Biomimetic synthesis and antibacterial properties of strontium oxide nanoparticles using *Ocimum sanctum* leaf extract. *Asian J. Pharm. Clin. Res*, 11, 384-389.

- Arevalo-Gallegos, A., Ahmad, Z., Asgher, M., Parra-Saldivar, R., Iqbal, H. M. (2017). Lignocellulose: a sustainable material to produce value-added products with a zero waste approach—a review. *International journal of biological macromolecules*, 99, 308-318.
- Aroke, U. O., Abdulkarim, A., Ogubunka, R. O. (2013). Fourier-transform infrared characterization of kaolin, granite, bentonite and barite. *ATBU journal of environmental technology*, 6(1), 42-53.
- Asrofi, M., Abral, H., Putra, Y. K., Sapuan, S. M., Kim, H. J. (2018). Effect of duration of sonication during gelatinization on properties of tapioca starch water hyacinth fiber biocomposite. *International Journal of Biological Macromolecules*, 108, 167-176.
- Avelino, F., de Oliveira, D. R., Mazzetto, S. E., Lomonaco, D. (2019). Poly (methyl methacrylate) films reinforced with coconut shell lignin fractions to enhance their UV-blocking, antioxidant and thermo-mechanical properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 125, 171-180.
- Avérous, L., Pollet, E. (2012). Biodegradable polymers. In *Environmental silicate nanobiocomposites* (pp. 13-39). London: Springer London.
- Azadi, P., Inderwildi, O. R., Farnood, R., King, D. A. (2013). Liquid fuels, hydrogen and chemicals from lignin: A critical review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 21, 506-523.
- Aziz S., McDonough T. (1988). «Solvent pulping-promise and programs», *Tappi Journal*, 71(2), 251 -256.
- Azwa, Z. N., Yousif, B. F., Manalo, A. C., Karunasena, W. (2013). A review on the degradability of polymeric composites based on natural fibres. *Materials & Design*, 47, 424-442.
- Babu, R. P., O'connor, K., Seeram, R. (2013). Current progress on bio-based polymers and their future trends. *Progress in biomaterials*, 2, 1-16.
- Bangar, S. P., Whiteside, W. S. (2021). Nano-cellulose reinforced starch bio composite films-A review on green composites. *International Journal of Biological Macromolecules*, 185, 849-860.
- Bajpai, P. (2004). Biological bleaching of chemical pulps. *Critical reviews in biotechnology*, 24(1), 1-58.

- Berardi, U., Iannace, G. (2015). Acoustic characterization of natural fibers for sound absorption applications. *Building and Environment*, 94, 840-852.
- Bernatas, R., Dagr  ou, S., Despax-Ferreres, A., Barasinski, A. (2021). Recycling of fiber reinforced composites with a focus on thermoplastic composites. *Cleaner Engineering and Technology*, 5, 100272.
- Beroual, M., Trache, D., Mehelli, O., Boumaza, L., Tarchoun, A. F., Derradji, M., Khimeche, K. (2021). Effect of the delignification process on the physicochemical properties and thermal stability of microcrystalline cellulose extracted from date palm fronds. *Waste and Biomass Valorization*, 12, 2779-2793.
- Bertoft, E. (2013). On the building block and backbone concepts of amylopectin structure. *Cereal Chemistry*, 90(4), 294-311.
- Bethke, K., Palant  ken, S., Andrei, V., Ro  , M., Raghuwanshi, V. S., Kettemann, F., Rademann, K. (2018). Functionalized cellulose for water purification, antimicrobial applications, and sensors. *Advanced Functional Materials*, 28(23), 1800409.
- Blondeau, D. (2018). *Caract  risation biochimique des extraits de r  sidus forestiers du bouleau blanc* (Doctoral dissertation, Universit   du Qu  bec    Trois-Rivi  res), 115p.
- Bouredja N., Mehdadi Z., (2015). Extraction, quantitative and qualitative dosage of cell wall of the pods of *Retama monosperma* (L.). Boiss growing in natural conditions in the Algerian western coast. *International Journal of Innovation and Applied Studies* 13 : 268-273
- Breuninger, W. F., Piyachomkwan, K., & Sriroth, K. (2009). Tapioca/cassava starch: production and use. In *Starch* (pp. 541-568). Academic Press.
- Boundzanga, H. M., Cagnon, B., Roulet, M., de Persis, S., Vautrin-UI, C., Bonnamy, S. (2020). Contributions of hemicellulose, cellulose, and lignin to the mass and the porous characteristics of activated carbons produced from biomass residues by phosphoric acid activation. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 1-16.
- Boonsuk, P., Sukolrat, A., Bourkaew, S., Kaewtatip, K., Chantarak, S., Kelarakis, A., Chaibundit, C. (2021). Structure-properties relationships in alkaline treated rice husk reinforced thermoplastic cassava starch biocomposites. *International Journal of Biological Macromolecules*, 167, 130-140.

- Carrier, M., Loppinet-Serani, A., Denux, D., Lasnier, J. M., Ham-Pichavant, F., Cansell, F., Aymonier, C. (2011). Thermogravimetric analysis as a new method to determine the lignocellulosic composition of biomass. *Biomass and bioenergy*, 35(1), 298-307.
- Chauvin, N. D., Mulangu, F., Porto, G. (2012). Food production and consumption trends in sub-Saharan Africa: Prospects for the transformation of the agricultural sector. UNDP Regional Bureau for Africa: New York, NY, USA, 2(2), 74.
- Chen, J., Wang, X., Long, Z., Wang, S., Zhang, J., Wang, L. (2020). Preparation and performance of thermoplastic starch and microcrystalline cellulose for packaging composites: Extrusion and hot pressing. *International Journal of Biological Macromolecules*, 165, 2295-2302.
- Chen, H., Chen, H. (2014). Chemical composition and structure of natural lignocellulose. *Biotechnology of lignocellulose: Theory and practice*, 25-71.
- Chen, H., Yu, Y., Zhong, T., Wu, Y., Li, Y., Wu, Z., Fei, B. (2017). Effect of alkali treatment on microstructure and mechanical properties of individual bamboo fibers. *Cellulose*, 24, 333-347.
- Chêne, M. (1963). Notions de chimie: Fabrication des pâtes cellulosiques collage du papier. Ed. Imprimeries Réunies de Chambéry–Paris. p 216.
- Cheng, W. (2019). Preparation and properties of lignocellulosic fiber/CaCO₃/thermoplastic starch composites. *Carbohydrate polymers*, 211, 204-208.
- Chu, J., Zhou, Y., Cai, Y., Wang, X., Li, C., Liu, Q. (2022). Life-cycle greenhouse gas emissions and the associated carbon-peak strategies for PS, PVC, and ABS plastics in China. *Resources, Conservation and Recycling*, 182, 106295.
- Das, K., Ray, D., Bandyopadhyay, N. R., Ghosh, T., Mohanty, A. K., Misra, M. (2009). A study of the mechanical, thermal and morphological properties of microcrystalline cellulose particles prepared from cotton slivers using different acid concentrations. *Cellulose*, 16, 783-793.
- Das, S. K., Rajabalaya, R., David, S. R. N. (2019). Nanotechnology in cosmetics: Safety evaluation and assessment. In *Nanotechnology* (pp. 419-446). CRC Press.
- De Almeida, D. P., Gomide, J. L. (2013). Anthraquinone and surfactant effect on soda pulping. *O Papel*, 74, 53-56.

- DeFrates, K., Markiewicz, T., Callaway, K., Xue, Y., Stanton, J., Salas-de la Cruz, D., Hu, X. (2017). Structure–property relationships of Thai silk–microcrystalline cellulose biocomposite materials fabricated from ionic liquid. *International Journal of Biological Macromolecules*, 104, 919-928.
- De Lange, P. J., Murray, B. G., Datson, P. M. (2004). Contributions to a chromosome atlas of the New Zealand flora-38. Counts for 50 families. *New Zealand Journal of Botany*, 42(5), 873-904.
- De Rosso, M., Cancian, D., Panighel, A., Dalla Vedova, A., Flamini, R. (2009). Chemical compounds released from five different woods used to make barrels for aging wines and spirits: volatile compounds and polyphenols. *Wood Science and Technology*, 43, 375-385.
- Deshwal, G. K., Panjagari, N. R., Alam, T. (2019). An overview of paper and paper based food packaging materials: health safety and environmental concerns. *Journal of food science and technology*, 56, 4391-4403.
- Djrboua, F., Djetoui, Z. (2013). Elaboration and Properties of Starch-Based Bio-Material Films Using Different Solvent Systems. *Journal of Materials Science and Engineering. B*, 3(8B), 498.
- Dobrzanski, P., Pawlus, P. (2010). Digital filtering of surface topography: Part I. Separation of one-process surface roughness and waviness by Gaussian convolution, Gaussian regression and spline filters. *Precision Engineering*, 34(3), 647-650.
- Dong, M., Zhang, H., Tzounis, L., Santagiuliana, G., Bilotti, E., Papageorgiou, D. G. (2021). Multifunctional epoxy nanocomposites reinforced by two-dimensional materials: A review. *Carbon*, 185, 57-81.
- Dusselier, M., Mascal, M., Sels, B. F. (2014). Top chemical opportunities from carbohydrate biomass: a chemist's view of the biorefinery. *Selective catalysis for renewable feedstocks and chemicals*, 1-40.
- Ebikade, E. O., Samulewicz, N., Xuan, S., Sheehan, J. D., Wu, C., Vlachos, D. G. (2020). Reductive catalytic fractionation of agricultural residue and energy crop lignin and application of lignin oil in antimicrobials. *Green Chemistry*, 22(21), 7435-7447.

- El Achaby, M., El Miri, N., Hannache, H., Gmouh, S., Trabadelo, V., Aboulkas, A., Ben Youcef, H. (2018). Cellulose nanocrystals from Miscanthus fibers: insights into rheological, physico-chemical properties and polymer reinforcing ability. *Cellulose*, 25, 6603-6619.
- Elanthikkal, S., Gopalakrishnanicker, U., Varghese, S., & Guthrie, J. T. (2010). Cellulose microfibrils produced from banana plant wastes: Isolation and characterization. *Carbohydrate polymers*, 80(3), 852-859.
- Farhat, W., Venditti, R. A., Hubbe, M., Taha, M., Becquart, F., Ayoub, A. (2017). A review of water-resistant hemicellulose-based materials: processing and applications. *ChemSusChem*, 10(2), 305-323.
- Feng, Y. H., Cheng, T. Y., Yang, W. G., Ma, P. T., He, H. Z., Yin, X. C., Yu, X. X. (2018). Characteristics and environmentally friendly extraction of cellulose nanofibrils from sugarcane bagasse. *Industrial Crops and Products*, 111, 285-291.
- Fleming B. L., Kubes G. J., MacLeod J. M., Bolker H., (1978). «Soda pulping with anthraquinone-A mechanism». *Tappi*, 61(6), 43-46.
- Floody, M. C., Theng, B. K. G., Reyes, P., Mora, M. L. (2009). Natural nanoclays: applications and future trends—a Chilean perspective. *Clay Minerals*, 44(2), 161-176.
- Francis, R. C., Bolton, T. S., Abdoulmoumine, N., Lavrykova, N., Bose, S. K. (2008). Positive and negative aspects of soda/anthraquinone pulping of hardwoods. *Bioresource technology*, 99(17), 8453-8457.
- Gao H., Sun, Q., Han, Z., Li, J., Liao, B., Hu, L. (2021). Comparison of bacterial nanocellulose produced by different strains under static and agitated culture conditions. *Carbohydr. Polym.* 227:115323.
- Gaye, A., Sene, N. A., Balland, P., Sambou, V., Gning, P. B. (2023). Extraction and physicomechanical characterisation of *Typha Australis* fibres: Sensitivity to a location in the plant. *Journal of Natural Fibers*, 20(1), 2164106.
- Gérard, J., Paradis, S., Thibaut, B. (2019). Survey on the chemical composition of several tropical wood species. *Bois et Forêts des Tropiques*, 342.
- Ghasemlou, M., Daver, F., Murdoch, B. J., Ball, A. S., Ivanova, E. P., Adhikari, B. (2022). Biodegradation of novel bioplastics made of starch, polyhydroxyurethanes and cellulose nanocrystals in soil environment. *Science of the Total Environment*, 815, 152684.

- Gilarranz, M. A., Santos, A., García, J., Oliet, M., Rodríguez, F. (2002). Kraft pulping of *Eucalyptus globulus*: Kinetics of residual delignification. *Industrial & engineering chemistry research*, 41(8), 1955-1959.
- Gironès, J., López, J., Mutjé, P., Carvalho, A. D., Curvelo, A. A. D. S., Vilaseca, F. (2012). Natural fiber-reinforced thermoplastic starch composites obtained by melt processing. *Composites Science and Technology*, 72(7), 858-863.
- Gnanasekaran, S., Nordin, N. I. A. A., Jamari, S. S., Shariffuddin, J. H. (2022). Isolation and characterisation of nanofibrillated cellulose from N36 Ananas comosus leaves via ball milling with green solvent. *Industrial Crops and Products*, 178, 114660.
- Gouater Issola, A. G., Kamlo, A. N., Yona, A. M., Ndikontar, M. (2018). Chemical modification of cassava starch by transesterification using vegetable oil/aluminum chloride. *Journal of Renewable Materials*, 6(6), 642-650.
- Guerrin J. (1986). La sucrerie de cannes. Tome 2. Massy ISSA (Institut supérieur de l'agroindustrie) ENSIA (Ecole nationale supérieure des industries agricoles et alimentaires), 383-388.
- Haberzettl, J., Hilgert, P., von Cossel, M. (2021). A critical review on lignocellulosic biomass yield modeling and the bioenergy potential from marginal land. *Agronomy*, 11(12), 2397.
- Hasanin, M. S., Kassem, N., Hassan, M. L. (2023). Preparation and characterization of microcrystalline cellulose from olive stones. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 13(6), 5015-5022.
- Hearle, J. W. S. (1963). The fine structure of fibers and crystalline polymers. III. Interpretation of the mechanical properties of fibers. *Journal of applied polymer science*, 7(4), 1207-1223.
- Hedin Louis (1929). Cassava cultivation in Cameroon. In: *Journal of Applied Botany and Colonial Agriculture*, 9^e year, bulletin n°93, pp. 311-314.
- Hergert L. H., Pye E. K., (1992). «Recent history of Organosolv pulping», Tappi Solvent Pulping Symposium, Boston, 9-26.
- Howard, E. T., Manwiller, F. G. (1969). Anatomical characteristics of southern pine stemwood. *Wood Science*, 2(2), 77-86.

- Huang, J., Dufresne, A., Lin, N. (Eds.). (2019). *Nanocellulose: From Fundamentals to Advanced Materials*. John Wiley & Sons, 504-pp
- Iamareerat, B., Singh, M., Sadiq, M. B., Anal, A. K. (2018). Reinforced cassava starch based edible film incorporated with essential oil and sodium bentonite nanoclay as food packaging material. *Journal of Food Science and Technology*, 55, 1953-1959.
- Jahan, M. S., Shamsuzzaman, M., Rahman, M. M., Moeiz, S. I., Ni, Y. (2012). Effect of pre-extraction on soda-anthraquinone (AQ) pulping of rice straw. *Industrial Crops and Products*, 37(1), 164-169.
- Jahan, M. S., Rumeel, J. N., Rahman, M. M., Quaiyyum, A. (2014). Formic acid/acetic acid/water pulping of agricultural wastes. *Cellul. Chem. Technol.*, 48(1-2), 111-118.
- Jia, X., Chen, Y., Shi, C., Ye, Y., Wang, P., Zeng, X., Wu, T. (2013). Preparation and characterization of cellulose regenerated from phosphoric acid. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61(50), 12405-12414.
- Jin, X., Hu, Z., Wu, S., Song, T., Yue, F., Xiang, Z. (2019). Promoting the material properties of xylan-type hemicelluloses from the extraction step. *Carbohydrate polymers*, 215, 235-245.
- Kaewtatip, K., Thongmee, J. (2012). Studies on the structure and properties of thermoplastic starch/luffa fiber composites. *Materials & Design*, 40, 314-318.
- Kale, R. D., Bansal, P. S., Gorade, V. G. (2018). Extraction of microcrystalline cellulose from cotton sliver and its comparison with commercial microcrystalline cellulose. *Journal of Polymers and the Environment*, 26, 355-364.
- Kargarzadeh, H., Mariano, M., Gopakumar, D., Ahmad, I., Thomas, S., Dufresne, A., Lin, N. (2018). Advances in cellulose nanomaterials. *Cellulose*, 25, 2151-2189.
- Kamel R., El-Wakil, N. A., Dufresne, A., Elkasabgy, N. A. (2020). Nanocellulose: From an agricultural waste to a valuable pharmaceutical ingredient. *International Journal of Biological Macromolecules*, 163, 1579-1590.
- Kandeeban, G. (2021). Biodegradable nanocomposite packaging films for meat and meat products: A review. *Journal of Packaging Technology and Research*, 5(3), 143-166.
- Khan, S. A., Khan, S. B., Khan, L. U., Farooq, A., Akhtar, K., Asiri, A. M. (2019). Fourier transform infrared spectroscopy: fundamentals and application in functional groups and

- nanomaterials characterization. Handbook of Materials Characterization, publisher?, town?, 317-344.
- Kommula, V. P., Reddy, K. O., Shukla, M., Marwala, T., Reddy, E. S., Rajulu, A. V. (2016). Extraction, modification, and characterization of natural ligno-cellulosic fiber strands from Napier grass. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 21(1), 18-28.
- Kramarenko, A., Etit, D., Laudadio, G., D'Angelo, F. N. (2021). β -Zeolite-Assisted lignin-first fractionation in a flow-through reactor. *ChemSusChem*, 14(18), 3838-3849.
- Kuljich, S., Hernández, R. E., Llavé, A. M., Koubaa, A. (2013). Effects of cutting direction, rake angle, and depth of cut on cutting forces and surface quality during machining of balsam fir. *Wood and Fiber Science*, 195-205.
- Kumar, S., Mishra, S. P., Mishra, O. P., Bajpai, P., Tripathi, S., Bajpai, P. K., & Varadhan, R. (2007). Hot chlorine dioxide versus conventional d stage in ECF. *Ippta J*, 19(1), 87-91.
- Kumar, A. K., Parikh, B. S., Pravakar, M. (2016). Natural deep eutectic solvent mediated pretreatment of rice straw: bioanalytical characterization of lignin extract and enzymatic hydrolysis of pretreated biomass residue. *Environmental Science and Pollution Research*, 23, 9265-9275.
- Kupiainen, L., Ahola, J., Tanskanen, J. (2012). Distinct effect of formic and sulfuric acids on cellulose hydrolysis at high temperature. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 51(8), 3295-3300.
- K Shukla, S., Dubey, C., Ashutosh Tiwari, G., Bharadvaja, A. (2013). Preparation and characterization of cellulose derived from rice husk for drug delivery. *Advanced Materials Letters*, 4(9), 714-719.
- Lai, D. S., Osman, A. F., Adnan, S. A., Ibrahim, I., Sandu, A. V., Rahim, S. Z. A., Vizureanu, P. (2023). The role of natural hybrid nanobentonite/nanocellulose in enhancing the water resistance properties of the biodegradable thermoplastic starch. *e-Polymers*, 23(1), 20230014.
- Lamlom, S. H., Savidge, R. A. (2003). A reassessment of carbon content in wood: variation within and between 41 North American species. *Biomass and Bioenergy*, 25(4), 381-388.
- Lawoko, M. (2013). Unveiling the structure and ultrastructure of lignin carbohydrate complexes in softwoods. *International Journal of Biological Macromolecules*, 62, 705-713.

- Le Floch, A., Jourdes, M., Teissedre, P. L. (2015). Polysaccharides and lignin from oak wood used in cooperage: Composition, interest, assays: A review. *Carbohydrate Research*, 417, 94-102.
- Legrand, N. B. R., Pierre, O., Fabien, B. E., Marcel, N. P., Jean, A. A. (2020). Physico-chemical and thermal characterization of a lignocellulosic fiber, extracted from the bast of cola lepidota stem. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*, 8(5), 377-392.
- Letourneau, D. R., & Volmer, D. A. (2023). Mass spectrometry-based methods for the advanced characterization and structural analysis of lignin: A review. *Mass spectrometry reviews*, 42(1), 144-188.
- Li, M. F., Yu, P., Li, S. X., Wu, X. F., Xiao, X., Bian, J. (2017). Sequential two-step fractionation of lignocellulose with formic acid organosolv followed by alkaline hydrogen peroxide under mild conditions to prepare easily saccharified cellulose and value-added lignin. *Energy Conversion and Management*, 148, 1426-1437.
- Liao, Y., de Beeck, B. O., Thielemans, K., Ennaert, T., Snelders, J., Dusselier, M., Sels, B. F. (2020). The role of pretreatment in the catalytic valorization of cellulose. *Molecular Catalysis*, 487, 110883.
- Liu, X., Wu, H., Jiao, Z., Xin, F., Zhang, W., Dong, W., Jiang, M. (2018). The degradation and saccharification of microcrystalline cellulose in aqueous acetone solution with low severity dilute sulfuric acid. *Process biochemistry*, 68, 146-152.
- Madni, A., Khalid, A., Wahid, F., Ayub, H., Khan, R., Kousar, R. (2021). Preparation and applications of guar gum composites in biomedical, pharmaceutical, food, and cosmetics industries. *Current Nanoscience*, 17(3), 365-379.
- Mahmud, MM, Perveen, A., Jahan, RA, Matin, MA, Wong, SY, Li, X., Arafat, MT (2019). Préparation de différents polymorphes de cellulose à partir de différents milieux d'hydrolyse acide. *Journal international des macromolécules biologiques*, 130, 969-976
- Maningat, C. C., Seib, P. A., Bassi, S. D., Woo, K. S., Lasater, G. D. (2009). Wheat starch: production, properties, modification and uses. In *Starch* (pp. 441-510). Academic Press.

- Mannana, A., Kazmia, K. R., Khan, I. H., Khan, M. S. (2006). A method for the determination of relative crystallinity of minerals by x-ray diffraction. *Biological Sciences-PJSIR*, 49(2), 72-76.
- Marques, I. D. S. V., Barão, V. A. R., da Cruz, N. C., Yuan, J. C. C., Mesquita, M. F., Ricomini-Filho, A. P., Mathew, M. T. (2015). Electrochemical behavior of bioactive coatings on cp-Ti surface for dental application. *Corrosion science*, 100, 133-146.
- Mbey, J. A., Hoppe, S., Thomas, F. (2012). Cassava starch–kaolinite composite film. Effect of clay content and clay modification on film properties. *Carbohydrate Polymers*, 88(1), 213-222.
- Mendes, J. F., Paschoalin, R. T., Carmona, V. B., Neto, A. R. S., Marques, A. C. P., Marconcini, J. M., Oliveira, J. E. (2016). Biodegradable polymer blends based on corn starch and thermoplastic chitosan processed by extrusion. *Carbohydrate Polymers*, 137, 452-458.
- Menczel, J. D., Prime, R. B. (Eds.). (2009). *Thermal Analysis of Polymers: Fundamentals and Applications*. John Wiley & Sons.
- Morán, J. I., Alvarez, V. A., Cyras, V. P., Vázquez, A. (2008). Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers. *Cellulose*, 15, 149-159.
- MO Syafiq, R., Sapuan, S. M., Zuhri, M. R. (2020). Effect of cinnamon essential oil on morphological, flammability and thermal properties of nanocellulose fibre–reinforced starch biopolymer composites. *Nanotechnology Reviews*, 9(1), 1147-1159.
- Murray, H. H. (2006). *Applied clay mineralogy: occurrences, processing and applications of kaolins, bentonites, palygorskitesepiolite, and common clays*. Elsevier, Amsterdam, 66p.
- Muurinen E., (2000). *Organosolv pulping, a review and distillation study related to peroxyacid pulping*, Doctoral thesis, Oulo University Library, Finland. <http://herkules oulu.fi/isbn9514256611/isbn9514256611>.
- Mvodo, E. S. M., Liang, D. (2012). Cassava sector development in Cameroon: Production and marketing factors affecting price. *Agricultural Sciences*, 3(05), 651.
- Naishadham, P., Sushma, P. R., Dasika, R., Tangirala, S., Tangirala, S. (2013). Evaluation of organic hair dye formulation by an environment friendly process. *Int J Pharm Sci Rev Res*, 21, 152-157.

- Nasir, M., Hashim, R., Sulaiman, O., Asim, M. (2017). Nanocellulose: Preparation methods and applications. In *Cellulose-reinforced nanofibre composites* (pp. 261-276). Woodhead Publishing.
- Natalio, F., Fuchs, R., Cohen, S. R., Leitus, G., Fritz-Popovski, G., Paris, O., Butt, H. J. (2017). Biological fabrication of cellulose fibers with tailored properties. *Science*, 357(6356), 1118-1122.
- Ncube, L. K., Ude, A. U., Ogunmuyiwa, E. N., Zulkifli, R., Beas, I. N. (2021). An overview of plastic waste generation and management in food packaging industries. *Recycling*, 6(1), 12.
- Ndiwe, B., Pizzi, A., Tibi, B., Danwe, R., Konai, N., Amirou, S. (2019). African tree bark exudate extracts as biohardeners of fully biosourced thermoset tannin adhesives for wood panels. *Industrial Crops and Products*, 132, 253-268.
- Nicholson, S. R., Rorrer, N. A., Carpenter, A. C., & Beckham, G. T. (2021). Manufacturing energy and greenhouse gas emissions associated with plastics consumption. *Joule*, 5(3), 673-686.
- Nypelö, T., Berke, B., Spirk, S., Sirviö, J. A. (2021). Periodate oxidation of wood polysaccharides—Modulation of hierarchies. *Carbohydrate Polymers*, 252, 117105.
- Onuaguluchi, O., Banthia, N. (2016). Plant-based natural fiber reinforced cement composites: A review. *Cement and Concrete Composites*, 68, 96-108.
- Osman, A. F., Ashafee, A. M. T., Adnan, S. A., Alakrach, A. (2020). Influence of hybrid cellulose/bentonite fillers on structure, ambient, and low temperature tensile properties of thermoplastic starch composites. *Polymer Engineering & Science*, 60(4), 810-822.
- Park, S., Baker, J. O., Himmel, M. E., Parilla, P. A., Johnson, D. K. (2010). Cellulose crystallinity index: measurement techniques and their impact on interpreting cellulase performance. *Biotechnology for biofuels*, 3, 1-10.
- Pereira, B. L. C., Carneiro, A. D. C. O., Carvalho, A. M. M. L., Colodette, J. L., Oliveira, A. C., Fontes, M. P. F. (2013). Influence of chemical composition of Eucalyptus wood on gravimetric yield and charcoal properties. *BioResources*, 8(3), 4574-4592.
- Pettersen, R. C. (1984). The chemical composition of wood. *The chemistry of solid wood*, 207, 57-126.

- Post, W., Kuijpers, L. J., Zijlstra, M., Van Der Zee, M., Molenveld, K. (2021). Effect of mineral fillers on the mechanical properties of commercially available biodegradable polymers. *Polymers*, 13(3), 394.
- Prata, J. C., da Costa, J. P., Lopes, I., Andrady, A. L., Duarte, A. C., & Rocha-Santos, T. (2021). A One Health perspective of the impacts of microplastics on animal, human and environmental health. *Science of the Total Environment*, 777, 146094.
- Rahman, M. M., Maniruzzaman, M., Islam, M. R., Rahman, M. S. (2018). Synthesis of nano-cellulose from okra fibre and FTIR as well as morphological studies on it. *American Journal of Polymer Science and Technology*, 4(2), 42-52.
- Ralph, J., Lundquist, K., Brunow, G., Lu, F., Kim, H., Schatz, P. F., Boerjan, W. (2004). Lignins: natural polymers from oxidative coupling of 4-hydroxyphenyl-propanoids. *Phytochemistry reviews*, 3, 29-60.
- Ramamoorthy, S. K., Skrifvars, M., Persson, A. (2015). A review of natural fibers used in biocomposites: Plant, animal and regenerated cellulose fibers. *Polymer Reviews*, 55(1), 107-162.
- Rambo, M. K. D., Schmidt, F. L., Ferreira, M. M. C. (2015). Analysis of the lignocellulosic components of biomass residues for biorefinery opportunities. *Talanta*, 144, 696-703.
- Ramesh, M., Palanikumar, K., Reddy, K. H. (2017). Plant fiber-based bio-composites: Sustainable and renewable green materials. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 79, 558-584.
- Ratarova, V., Kostovska, D., Ilieva, L. (2012). Healthy Growth. Risk and Opportunity in Bulgaria's Biomass Industry. *Bulgarian Society for the Protection of Birds*, Sofia, 39p.
- Remya, R., Jyothi, A. N. (2015). A comparative study on the resistant starch content in starches from different botanical sources in relation to their physicochemical properties. *Journal of Root Crops*, 41(1), 37-47.
- Rodrigues Pinto, P. C., Borges da Silva, E. A., Rodrigues, A. E. (2012). Lignin as source of fine chemicals: vanillin and syringaldehyde. *Biomass conversion: the interface of biotechnology, chemistry and materials science*, 381-420.
- Rubio-Senent, F., Lama-Munoz, A., Rodríguez-Gutiérrez, G., Fernandez-Bolanos, J. (2013). Isolation and identification of phenolic glucosides from thermally treated olive oil byproducts. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 61(6), 1235-1248.

- Ruffinatto, F., Cremonini, C., Macchioni, N., Zanuttini, R. (2014). Application of reflected light microscopy for non-invasive wood identification of marquetry furniture and small wood carvings. *Journal of Cultural Heritage*, 15(6), 614-620.
- Salam, M. A., Kosa, S. A., Al-Beladi, A. A. (2017). Application of nanoclay for the adsorptive removal of Orange G dye from aqueous solution. *Journal of Molecular Liquids*, 241, 469-477.
- Sango, T., Yona, A. M. C., Duchatel, L., Marin, A., Ndikontar, M. K., Joly, N., Lefebvre, J. M. (2018). Step-wise multi-scale deconstruction of banana pseudo-stem (*Musa acuminata*) biomass and morpho-mechanical characterization of extracted long fibres for sustainable applications. *Industrial Crops and Products*, 122, 657-668.
- Sango, T., Stoclet, G., Joly, N., Marin, A., Yona, A. M. C., Duchatel, L., Lefebvre, J. M. (2019). Water-soluble extracts from banana pseudo-stem as functional additives for polylactic acid: Thermal and mechanical investigations. *European Polymer Journal*, 112, 466-476.
- Sango, T., Koubaa, A., Ragoubi, M., Yemele, M. C. N., Leblanc, N. (2023). Activities of cellulose acetate and microcrystalline cellulose on the thermal and morpho-mechanical performances of a biobased hybrid composite made polybutylene succinate. *International Journal of Biological Macromolecules*, 253, 126918.
- Sartika, D., Syamsu, K., Warsiki, E., Fahma, F. (2020). Isolation of microfiber cellulose from kapok fiber (*Ceiba pentandra*) by using chemical-hydrothermal treatment. *Ecol. Environ. Conserv.*, 26, 2020-2654.
- Schroeter M. C., Dahlmann G., (1991). «Organocell simplifies-The solvent pulping process». *Tappi Pulping Conference, Orlando*, 2, 645-654.
- Segal, L. G. J. M. A., Creely, J. J., Martin Jr, A. E., & Conrad, C. M. (1959). An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer. *Textile Research Journal*, 29(10), 786-794.
- Serna Saldívar, S. O., Ayala Soto, F. E. (2020). Chemical composition and biosynthesis of dietary fiber components. *Science and technology of fibers in food systems*, 15-43.
- Setter, C., de Melo, R. R., do Carmo, J. F., Stangerlin, D. M., Pimenta, A. S. (2020). Cement boards reinforced with wood sawdust: an option for sustainable construction. *SN Applied Sciences*, 2, 1-9.

- Shanmugarajah, B., Kiew, P. L., Chew, I. M. L., Choong, T. S. Y., Tan, K. W. (2015). Isolation of nanocrystalline cellulose (NCC) from palm oil empty fruit bunch (EFB): Preliminary result on FTIR and DLS analysis. *Chemical Engineering Transactions*, 45, 1705-1710.
- Sharma, N., Bhardwaj, N. K., Singh, R. B. P. (2020). Environmental issues of pulp bleaching and prospects of peracetic acid pulp bleaching: A review. *Journal of Cleaner Production*, 256, 120338.
- Shen, L., Worrell, E. (2024). Plastic recycling. In *Handbook of recycling* (pp. 497-510). Elsevier.
- Shmulsky, R., Jones, P. D. (2019). *Forest products and wood science: an introduction* (No. 175345). John Wiley & Sons.
- Silvério, H. A., Flauzino Neto, W. P., Dantas, N. O., Pasquini, D. (2013). Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from corncob for application as reinforcing agent in nanocomposites. *Ind. Crops Prod.* 44, 427–436
- Simon M., Brostaux Y., Vanderghen C., Jounez B., Paquot M., (2013). *Optimization of a formic/acetic acid delignification treatment on beech wood and its influence on the characteristics of the extracted lignins. Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 89, 128-136.
- Smook G. A., (1992). «Overview of pulping methodology», *Handbook for pulp and paper technologists*, 3ed, Angus Wilde Publication. Atlanta, 4, 38-44
- Smyth, M., García, A., Rader, C., Foster, E. J., Bras, J. (2017). Extraction and process analysis of high aspect ratio cellulose nanocrystals from corn (*Zea mays*) agricultural residue. *Industrial Crops and Products*, 108, 257-266.
- Stanton, J., Xue, Y., Pandher, P., Malek, L., Brown, T., Hu, X. et Salas-de la Cruz, D. (2018). Impact de type liquide ionique sur la structure, la morphologie et les propriétés des matériaux biocomposites soie-cellulose. *Journal international des macromolécules biologiques*, 108, 333-341
- Stewart, T., Abraham, A., Andrew, M., Grant, A. M., Hamilton, R. (2004). Competition issues in selected CARICOM countries: an empirical examination.
- Syafri, E., Yulianti, E., Asrofi, M., Abral, H., Sapuan, S. M., Ilyas, R. A., Fudholi, A. (2019). Effect of sonication time on the thermal stability, moisture absorption, and biodegradation of

- water hyacinth (*Eichhornia crassipes*) nanocellulose-filled bengkuang (*Pachyrhizus erosus*) starch biocomposites. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(6), 6223-6231.
- Tchinda, J. B. S. (2015). Caractérisation et valorisation des substances extractibles de cinq essences camerounaises majeures de l'industrie du bois: Ayous, Moabi, Movingui, Padouk et Tali. Moabi, Movingui, Padouk et Tali, Thèse de l'Université de Lorraine.
- Tchindjang, M., Amougou, JA, Abossolo, SA, Bell, SB (2012). Enjeux du changement climatique, dynamiques paysagères et risques environnementaux au Cameroun. Évolution du paysage, néotectonique et changements environnementaux quaternaires au Sud-Cameroun. *Paléoécologie de l'Afrique*, 31, 237-286.
- Tenhunen-Lunkka, A., Rommens, T., Vanderreydt, I., Mortensen, L. (2023). Greenhouse Gas Emission Reduction Potential of European Union's Circularity Related Targets for Plastics. *Circular Economy and Sustainability*, 3(1), 475-510.
- Terrett, O. M., Dupree, P. (2019). Covalent interactions between lignin and hemicelluloses in plant secondary cell walls. *Current Opinion in Biotechnology*, 56, 97-104.
- Tester, RF, Karkalas, J., Qi, X. (2004). Amidon—composition, structure fine et architecture. *Journal of cereal science*, 39 (2), 151-165.
- Thamizh Selvan, R., Vishakh Raja, P. C., Mangal, P., Mohan, N., Bhowmik, S. (2021). Recycling technology of epoxy glass fiber and epoxy carbon fiber composites used in aerospace vehicles. *Journal of Composite Materials*, 55(23), 3281-3292.
- Traoré, M., Kaal, J., & Cortizas, A. M. (2023). Variation of wood color and chemical composition in the stem cross-section of oak (*Quercus* spp.) trees, with special attention to the sapwood-heartwood transition zone. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 285, 121893.
- Torres, F. G., Arroyo, J. J., Troncoso, O. P. (2019). Bacterial cellulose nanocomposites: An all-nano type of material. *Materials Science and Engineering: C*, 98, 1277-1293.
- Tusch, M., Krüger, J., Fels, G. (2011). Structural stability of V-amylose helices in water-DMSO mixtures analyzed by molecular dynamics. *Journal of Chemical Theory and Computation*, 7(9), 2919-2928.

- Ugoeze, K. C., Amogu, E. O., Oluigbo, K. E., Nwachukwu, N. (2021). Environmental and public health impacts of plastic wastes due to healthcare and food products packages: A Review. *Journal of Environmental Science and Public Health*, 5(1), 1-31.
- Vanderfleet, O. M., Reid, M. S., Bras, J., Heux, L., Godoy-Vargas, J., Panga, M. K., & Cranston, E. D. (2019). Insight into thermal stability of cellulose nanocrystals from new hydrolysis methods with acid blends. *Cellulose*, 26, 507-528.
- Vanderghem, C., Brostaux, Y., Jacquet, N., Blecker, C., Paquot, M. (2012). Optimisation de la délignification à l'acide formique/acétique de *Miscanthus giganteus* pour l'hydrolyse enzymatique à l'aide de la méthodologie de surface de réponse. *Cultures et Produits Industriels*, 35 (1), 280-286.
- Vassilev, S. V., Baxter, D., Vassileva, C. G. (2013). An overview of the behaviour of biomass during combustion: Part I. Phase-mineral transformations of organic and inorganic matter. *Fuel*, 112, 391-449.
- Vena, P. F., Brienzo, M., del Prado García-Aparicio, M., Görgens, J. F., Rypstra, T. (2013). Hemicelluloses extraction from giant bamboo (*Bambusa balcooa* Roxburgh) prior to kraft or soda-AQ pulping and its effect on pulp physical properties. *Holzforschung*, 67(8), 863-870.
- Vena, P. F., Brienzo, M., García-Aparicio, M., Görgens, J. F., Rypstra, T. (2015). Dilute sulphuric acid extraction of hemicelluloses from *Eucalyptus grandis* and its effect on kraft and soda-AQ pulp and handsheet properties. *Cellulose Chemistry and Technology*, 49(9-10), 819-832.
- Villamil Watson, D. A., Schiraldi, D. A. (2020). Biomolecules as flame retardant additives for polymers: A review. *Polymers*, 12(4), 849.
- Villwock, K., BeMiller, J. N. (2022). The architecture, nature, and mystery of starch granules. part 2. *Starch-Stärke*, 74(11-12), 2100184.
- Vogt, B. D., Stokes, K. K., Kumar, S. K. (2021). Why is recycling of postconsumer plastics so challenging. *ACS Applied Polymer Materials*, 3(9), 4325-4346.
- Voronova, M. I., Surov, O. V., Guseinov, S. S., Barannikov, V. P., Zakharov, A. G. (2015). Thermal stability of polyvinyl alcohol/nanocrystalline cellulose composites. *Carbohydrate Polymers*, 130, 440-447.

- Wang, K., Bauer, S., Sun, R. C. (2012). Structural transformation of *Miscanthus × giganteus* lignin fractionated under mild formosolv, basic organosolv, and cellulolytic enzyme conditions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60(1), 144-152.
- Wang, Y., Wei, X., Li, J., Wang, F., Wang, Q., Zhang, Y., Kong, L. (2017). Homogeneous isolation of nanocellulose from eucalyptus pulp by high pressure homogenization. *Industrial Crops and Products*, 104, 237-241.
- Wang, Z., Yao, Z., Zhou, J., Zhang, Y. (2017). Reuse of waste cotton cloth for the extraction of cellulose nanocrystals. *Carbohydrate Polymers*, 157, 945-952.
- Wang, J., Li, X., Song, J., Wu, K., Xue, Y., Wu, Y., & Wang, S. (2020). Direct preparation of cellulose nanofibers from bamboo by nitric acid and hydrogen peroxide enables fibrillation via a cooperative mechanism. *Nanomaterials*, 10(5), 943.
- Wang, J., Xu, J., Zhu, S., Wu, Q., Li, J., Gao, Y., Chen, K. (2021). Preparation of nanocellulose in high yield via chemi-mechanical synergy. *Carbohydrate Polymers*, 251, 117094.
- Wiemann, M. C. (2010). Characteristics and availability of commercially important woods. *Wood Handbook-Wood as an Engineering Material*, 508.
- Wulandari, W. T., Rochliadi, A., Arcana, I. M. (2016). Nanocellulose prepared by acid hydrolysis of isolated cellulose from sugarcane bagasse. In *IOP conference series: materials science and engineering* (Vol. 107, No. 1, p. 012045). IOP Publishing.
- Xu, J., Cheng, L., Zhang, Z., Zhang, L., Xiong, C., Huang, W., & Yang, L. (2019). Highly exfoliated montmorillonite clay reinforced thermoplastic polyurethane elastomer: in situ preparation and efficient strengthening. *RSC Advances*, 9(15), 8184-8196
- Zain N.F.M., Yusop S.M., Ahmed I., (2014). Preparation and characterization of cellulose and Nanocellulose from Pomelo (*Citrus grandis*) Albedo. *J Nutr Food Sci*, 5(1), 334p
- Zalamea, M., González, G., Ping, C. L., Michaelson, G. (2007). Soil organic matter dynamics under decaying wood in a subtropical wet forest: effect of tree species and decay stage. *Plant and Soil*, 296, 173-185.
- Zhang, R., Liu, Y. (2018). High energy oxidation and organosolv solubilization for high yield isolation of cellulose nanocrystals (CNC) from Eucalyptus hardwood. *Scientific reports*, 8(1), 16505.

- Zhang, K., Hamidian, A. H., Tubić, A., Zhang, Y., Fang, J. K., Wu, C., & Lam, P. K. (2021). Understanding plastic degradation and microplastic formation in the environment: A review. *Environmental Pollution*, 274, 116554.
- Zhao, X. B., Wang, L., Liu, D. H. (2008). Peracetic acid pretreatment of sugarcane bagasse for enzymatic hydrolysis: a continued work. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology: International Research in Process, Environmental & Clean Technology*, 83(6), 950-956.
- Zhao, G., Du, J., Chen, W., Pan, M., Chen, D. (2019). Preparation and thermostability of cellulose nanocrystals and nanofibrils from two sources of biomass: Rice straw and poplar wood. *Cellulose*, 26(16), 8625-8643.
- Zheng, J., Suh, S. (2019). Strategies to reduce the global carbon footprint of plastics. *Nature Climate Change*, 9(5), 374-378.
- Zhong, Y., Tai, L., Blennow, A., Ding, L., Herburger, K., Qu, J., Liu, X. (2023). High-amylose starch: Structure, functionality and applications. *Critical reviews in food science and nutrition*, 63(27), 8568-8590.
- Zhu, J., Xie, S., Yang, Z., Li, X., Chen, J., Zhang, X., Zheng, N. (2021). A review of recent advances and prospects on nanocellulose properties and its applications in oil and gas production. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 96, 104253.
- Ziani, K., Ioniță-Mîndrican, C. B., Mititelu, M., Neacșu, S. M., Negrei, C., Moroșan, E., Preda, O. T. (2023). Microplastics: a real global threat for environment and food safety: a state of the art review. *Nutrients*, 15(3), 617.
- Zugenmaier, P. (2008). Cellulose. *Crystalline Cellulose and Derivatives: Characterization and Structures*, 101-174.

Annexe 1

Les tableaux ci-dessus présentent des données de délignifications du bois d'eteng en fonction de la température et le temps de réaction

- Extraction de la lignine à partir de la solution AF : AA : Wa (50 :30 :20) à 107°C

Essais	Temps (min)	AF :AA :Wa (%)	Perte de masse (%)	Rendement de la pâte (%)
1	60	50 :30 :20	23,5	77,04
2	90	50 :30 :20	24 ,9	75,1
3	120	50 :30 :20	30,5	69,9
4	180	50 :30 :20	37,2	62,74

- Extraction de la lignine à partir de la solution AF : AA : Wa (40 :40 :20) à 107°C

Essai	Temps (min)	AF :AA :Wa (%)	Perte de masse (%)	Rendement de la pâte (%)
1	60	40 :40 :20	21	79
2	90	40 :40 :20	23,1	76,9
3	120	40 :40 :20	26,8	73,2
4	180	40 :40 :20	30,8	69,2

- Extraction de la lignine à partir de la solution AF : AA : Wa (20 :30 :50) à 107°C

Essai	Temps (min)	AF :AA :Wa (%)	Perte de masse (%)	Rendement de la pâte (%)
1	60	20 :30 :50	19,2	80,8
2	90	20 :30 :50	21,3	77,7
3	120	20 :30 :50	24,9	75,1
4	180	20 :30 :50	29,8	70,2

- Extraction de la lignine à partir de la solution AF : AA : Wa (50 :30 :20) à 90°C

Essai	Temps (min)	AF :AA :Wa	Perte de masse	Rendement de la pâte
-------	-------------	------------	----------------	----------------------

		(%)	(%)	(%)
1	60	50 :30 :20	22,5	77,5
2	90	50 :30 :20	24 ,1	75,9
3	120	50 :30 :20	29,3	70,7
4	180	50 :30 :20	36,1	63,9

➤ Extraction de la lignine à partir de la solution AF : AA : Wa (40 :40 :20) à 90°C

Essai	Temps (min)	AF :AA :Wa (%)	Perte de masse (%)	Rendement de la pâte (%)
1	60	40 :40 :20	19,03	80,97
2	90	40 :40 :20	22,7	73.3
3	120	40 :40 :20	25,8	74.2
4	180	40 :40 :20	30,1	69.8

➤ Extraction de la lignine à partir de la solution AF : AA : Wa (20 :30 :50) à 90°C

Essai	Temps (min)	AF :AA :Wa (%)	Perte de masse (%)	Rendement de pâte (%)
1	60	20 :30 :50	17,02	82,02
2	90	20 :30 :50	20,25	79,25
3	120	20 :30 :50	22,7	77,3
4	180	20 :30 :50	26,8	73,2

➤ Extraction de la lignine à partir de la solution AF : AA : Wa (50 :30 :20) à 80°C

Essai	Temps (min)	AF :AA :Wa (%)	Perte de masse (%)	Rendement de la pâte (%)
1	60	50 :30 :20	16,4	83,6
2	90	50 :30 :20	18,4	81,6
3	120	50 :30 :20	21,7	78,3
4	180	50 :30 :20	24,4	75,6

Extraction de la lignine à partir de la solution AF : AA : Wa (40 :40 :20) à 80°C

Essai	Temps (min)	AF :AA :Wa	Perte de masse	Rendement de la pâte
		(%)	(%)	(%)
1	60	40 :40 :20	15,9	84,1
2	90	40 :40 :20	18,3	81,7
3	120	40 :40 :20	20,3	79,7
4	180	40 :40 :20	23	77

➤ Extraction de la lignine à partir de la solution AF : AA : Wa (20 :30 :50) à 80°C

Essais	Temps (min)	AF :AA :Wa	Perte de masse	Rendement de la pâte
		(%)	(%)	(%)
1	60	20 :30 :50	14,51	85,49
2	90	20 :30 :50	16,9	83,1
3	120	20 :30 :50	17,6	82,4
4	180	20 :30 :50	20,4	79,6

➤ Extraction de la lignine à partir de la solution éthanol-soude (15% en masse) à 150°C

Essais	Temps (min)	EtOH -Wa	Perte de masse	Rendement de la pâte
			(%)	(%)
1	60	60 : 20	29,32	70,68
2	90	60 : 20	32,1	67,9
3	120	60 : 20	38,98	61,02
4	180	60 : 20	42,3	57,7

➤ Extraction de la lignine à partir du procédé kraft à 170°C

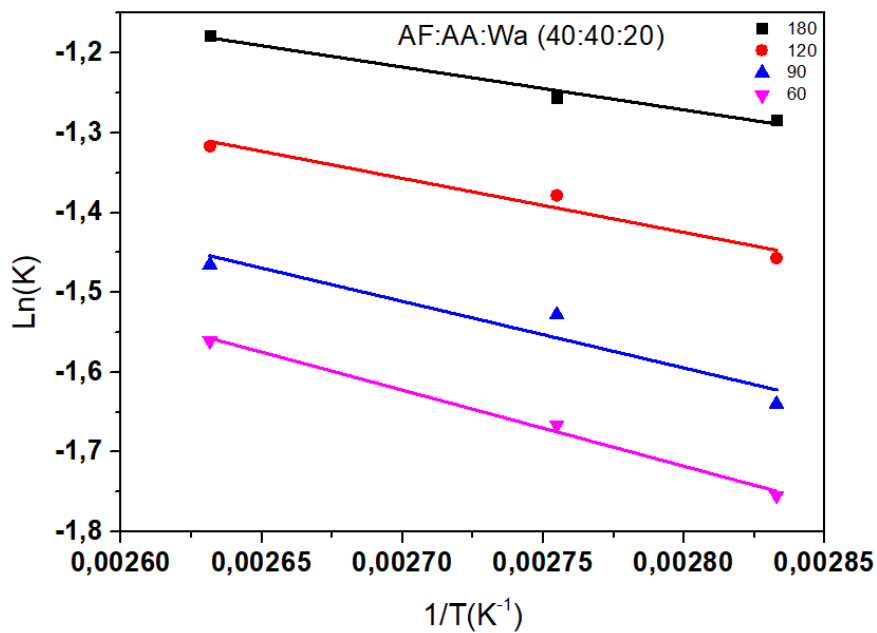
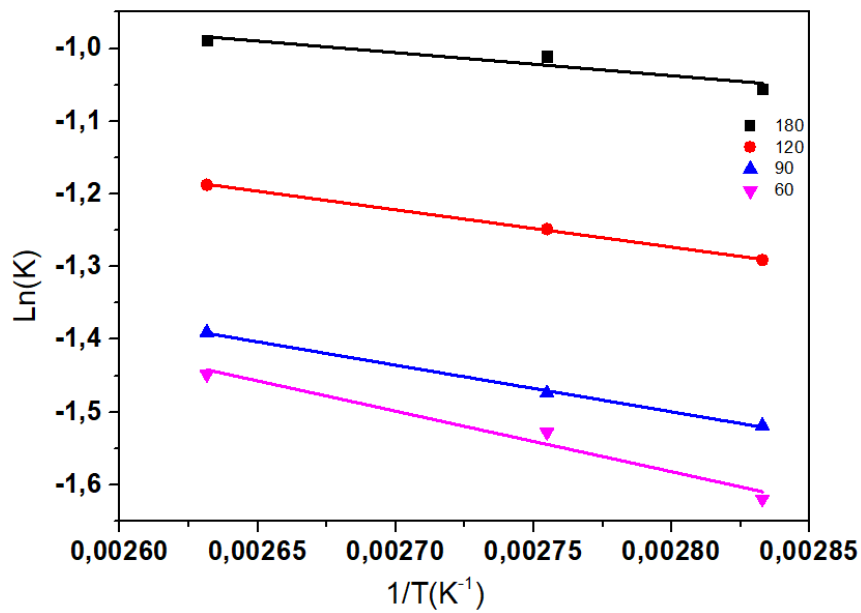
Essais	Temps (min)	NaOH/Na ₂ S	Perte de masse	Rendement de la pâte
			(%)	(%)
1	60	70 :30	31,8	68,2
2	90	70 :30	37,6	62,4
3	120	70 :30	40	60
4	180	70 :30	46,3	53,7

Annexe 2

Le tracé d'Arrhenius pour les réactions de délignification a été réalisé sur une plage de température de 80 à 107°C. Le bois d'éteng a été délignifié à reflux dans solution acide constituée de (AF : AA : Wa). L'énergie d'activation a été calculée selon cette équation :

$$\ln K = -\frac{E_a}{RT} + \ln A$$

où K est la quantité de lignine délignifiée à l'instant (t), E_a est l'énergie d'activation, A est la constante d'Arrhenius.



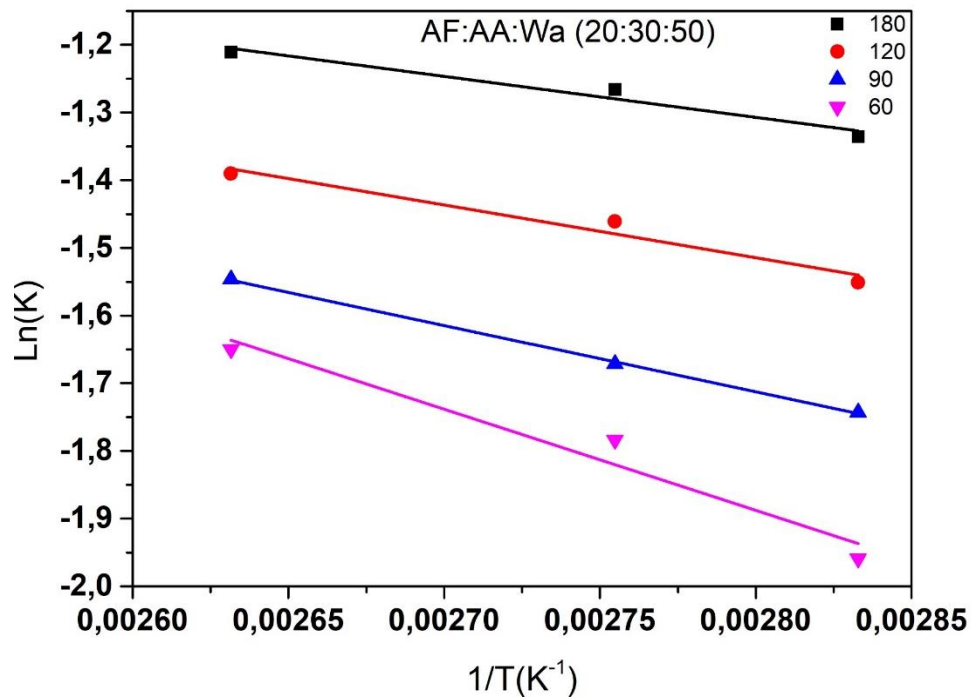


Figure : Le tracé d'Arrhenius pour des réactions de délignification

Tableau : Équation linéaire obtenue grâce à la courbe d'Arrhenius à différentes concentrations de solvants de délignification

Essais	Temps	50 :30 :20	40 :40 :20	20 :30 :50
1	60	-832,7 x+0,7498	-953,17 x+0,9511	-1493,2 x +2,2934
2	90	-641,57 x+0,2967	-834,79 x+0,7428	-979,59 x+1,032
3	120	-512,53 x+0,162	-677,63 x+0,4726	-778,89x-0,6665
4	180	-317,37 x-0,1488	-536,29 x+0,2304	-605,13 x-0,3872

Annexe 3

[Home](#) > [Journal of Polymers and the Environment](#) > [Article](#)

Original Paper | [Published: 07 November 2022](#)

Preparation and Characterisation of Cellulose by Delignification of Eteng (*Ceiba pentandra*) Wood in Formic Acid-Acetic Acid-Water Solvent Mixtures

[Herman Lekane Assonfack](#), [Arnaud Maxime Yona Cheumani](#), [Derek Ndinteh](#), [Jordan Tonga Lembe](#), [Josiane Bertille Nga](#) & [Maurice Kor Ndikontar](#) 

[Journal of Polymers and the Environment](#) (2022) | [Cite this article](#)

52 Accesses | [Metrics](#)

Oxidized cellulose from *Ceiba pentandra* in starch/bentonite/acacia gum biocomposites films

Assonfack¹ Herman Lekane, Arnaud Maxime Cheumani Yona¹, Fabien Lucioni Tsague¹, Martial Aime Kuete^{1,2}, Tatiane Marina Abo¹, Jean Aime Mbey¹, Derek Tantoh Ndinteh³, Maurice Kor Ndikontar^{1*} ([Soumis](#))