

Résumé

Les objectifs de la présente étude, sont d'augmenter le caractère hydrophile de l'amidon, en introduisant des groupes carboxyles supportés par la molécule d'acide citrique préalablement greffée. Les polyelectrolytes obtenus pourraient servir, entre autres, à éliminer l'excès des sels présents dans les eaux salées et dans les sols.

Les citrates de l'amidon sont obtenus à partir de l'amidon via une réaction d'estérification en présence d'acide citrique.

Donc, on introduit une appréciable quantité de groupes carboxyles, en remplaçant des groupes hydroxyles, ce qui rend le nouveau matériau plus hydrophile.

L'influence des différents paramètres expérimentaux tels que la température et le temps d'estérification le degré de substitution des produits a été étudiée.

Enfin, différents esters d'amidon ont été obtenus. Leurs structures varient avec le degré de substitution. Les copolymères ont été caractérisés par analyse spectroscopie infra-rouge (IR), Par spectroscopie RMN¹ H, et thermogravimétrie (ATG) par viscosimétrie et par potentiométrie.

Mots clés : Amidon, acide citrique, estérification, degré de substitution.

Abstract

The aims of the present study are to increase the absorbent character of the starch, while introducing carboxylates groups supported by the molecules of citric acid previously grafted. The given polyelectrolyte could serve, at another ways, to eliminate the salts excess presents in waters and soils.

Starch citrates are obtained from starch via an esterification reaction in presence of citric acid.

Therefore, when we introduce a substantial quantity of carboxyl groups, while replacing the hydroxyls groups, the new material became more absorbent.

The influence of the various experimental parameters such as the temperature and the time and ratio of starch / citric acid of esterification the degree of substitution of the products were studied.

Lastly, various starch esters were obtained whose hydrophilic character varies with degree the substitution.

The copolymers were characterized by thermogravimetric analysis methods (TGA), NMR¹H spectroscopy, Fourier transforms infrared (FT-IR), viscosimetric and potentiometric methods.

Key words: starch, citric acid, esterification , degree of substitution.

ملخص

أهداف هذه الدراسة تكمن في زيادة قابلية النشاء مع الماء للإزالة الزيادة الملحية في المياه والتربة. ثم الحصول على سترات النشاء عن طريق أسترة بوجود حمض الليمون. فإن إضافة كمية معتبرة من زمرة الكربوكسيل تحل محل زمر الهيدروكسيلة. مما يسمح بالحصول على مركبات جديدة أكثر قابلية للاتحاد مع الماء.

إن مختلف العوامل التجريبية مثل درجة الحرارة مدة الأسترة و نسبة النشاء/الحمض الليمون و درجة الاستعاضة قد تمت دراستها وأخيرا أسترات النشاء المختلفة التي تم الحصول عليها قابلة الاتحاد مع الماء. تختلف هذه القابلية باختلاف درجة الاستعاضة التي تم تميزها عن طريق تحليل مقياس النقل النوعي الحراري.

مقياس اللزوجة و معايرة حمض- اساس . (RMN¹ H) تحليل الطيف النووي المغناطيسي. تحت الحمراء (IR) مطاف الأشعة
الكلمات المفتاحية: النشاء, حمض الليمون, الأسترة.

Résumé (mémoire de magister)

MAHAMMEDI FATIHA

Bon nombre de polymères naturels se composent d'un squelette macromoléculaire hydrophobe sur lequel sont greffées plusieurs chaînes hydrophiles. Ils ont fait l'objet d'un grand nombre de recherches durant cette dernière décennie.

De nombreux travaux antérieurs ont entrepris l'idée développée dans ce travail qui porte sur la modification des polysaccharides par les polyacides (amidon, cellulose).

Le greffage des acides poly carboxyliques est réalisé généralement en solution. La réalisation de cette réaction sur l'amidon au milieu sec fournirait des produits d'un intérêt économique et environnement important.

Les objectifs de la présente étude, sont d'augmenter le caractère hydrophile de l'amidon, en introduisant des groupes carboxyles supportés par la molécule d'acide citrique préalablement greffée. Les polyelectrolytes obtenus pourraient servir, entre autres, à éliminer l'excès des sels présents dans les eaux salées et dans les sols et dans plusieurs applications .

Les citrates de l'amidon sont obtenus à partir de l'amidon via une réaction d'estérification en présence d'acide citrique.

Donc, on introduit une appréciable quantité de groupes carboxyles, en remplaçant des groupes hydroxyles, ce qui rend le nouveau matériau plus hydrophile. L'étude expérimentale, effectuée sur l'amidon de maïs nous a montré que l'efficacité de la réaction dépend conjointement de l'ensemble des paramètres : temps, température, rapport acide citrique /amidon

Les résultats obtenus ont mis en évidence que les principaux paramètres à contrôler et à optimiser pour favoriser un degré de substitution élevé. Les deux objectifs principaux de ce travail étaient d'optimiser la préparation des citrates d'amidon et d'explorer leurs propriétés physico-chimiques.

Le premier objectif la modification d'amidon par la réaction estérification au milieu sec ce qui présente une méthode économique et facile par rapport en solution. Le premier objectif la modification d'amidon par la réaction estérification au milieu sec ce qui présente une méthode économique et facile.

Il est possible de poursuivre la modification des citrates d'amidon, ce qui nous permet en premier lieu d'accéder aux systèmes avec des caractéristiques très larges, et de découvrir de diverses possibilités d'application.

L'amidon possède plusieurs avantages parmi lesquelles nous indiquons les primordiaux :

- Biodégradable.
- Renouvelable.
- Disponible en grande quantité.
- Présente à sa surface de nombreux groupements hydroxyles qui pouvant être le siège d'une réaction chimique.

Enfin, différents esters d'amidon ont été obtenus. Leurs structures varient avec le degré de substitution. Les copolymères ont été caractérisés par analyse spectroscopie infra-rouge (IR),

Par spectroscopie RMN¹ H, et thermogravimétrie (ATG) par viscosimétrie et par potentiométrie.

Après avoir confirmé l'existence de la bande caractéristique du groupement carbonyle dans l'amidon estérifié par spectroscopie IR et l'apparition des pics caractéristiques aux déplacements chimiques des protons de l'acide citrique par RMN¹H, il est intéressant d'établir un bilan analytique permettant de quantifier cette estérification, c'est-à-dire de calculer la quantité d'acide fixée sur le polymère. Pour ce faire, on a eu recours au dosage potentiométrique des esters d'amidon préparés. Ce dosage a été utilisé aussi pour optimiser les paramètres de la réaction d'estérification : température, temps de réaction et quantités relatives de réactifs.

Les polyélectrolytes ont un comportement viscosimétrique particulier en milieu aqueux et leur viscosité augmente avec la dilution contrairement aux polymères neutres.

Le comportement d'amidon en solution a un comportement d'un polyélectrolyte neutre .

La viscosité intrinsèque $[\eta]$ de l'amidon est déterminée par extrapolation à l'origine des concentrations de la viscosité réduite de ce polymère. La détermination de la masse macromoléculaire moyenne viscosimétrique M de l'amidon devient facile, connaissant les valeurs des deux constantes a et k de l'équation de Mark –Howink.

Le comportement de notre d'ester obtenue a un comportement d'un polyelectrolyte typique.

La stabilité thermique des citrates d'amidon a été étudiée dans intervalle de température 31- 800 °C, sous air; l'appareillage utilisé est un instrument d'analyse thermogravimétrique 2950TG.

Le bon produit est celui qui possède une bonne stabilité thermique (les esters d'amidon) .

Mots clés : Amidon, acide citrique, estérification, degré de substitution.