

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Université A.MIRA de Bejaia
Faculté de Technologie
Département de génie des procédés



Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme de Master II
En Génie des polymères

Thème

**Etude comparative entre deux types de colles à
base d'amidon**

Soutenu le : 24/06/2013

Réalisé par :

M^{elle} MADDI Lydia

M^{elle} TOUAHRIA Cherifa

Devant le jury composé de :

Présidente: M^{me} L. AIT BRAHAM

Promotrice : M^{me} N. BOUZIDI

Examinatrice : M^{me} N. MALEK

Examinatrice : M^{me} T. IKHLEF

Promotion : 2012-2013

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

- ❖ Ma très chère Maman, mon très cher Papa, qui ont attendu et espéré ma réussite, je leur témoigne mon respect, ma profonde gratitude et beaucoup de reconnaissance pour tout ce qu'ils ont fait pour moi je ne les remercierai jamais assez.
- ❖ Mes sœurs Dalila, Miassa que j'aime profondément.
- ❖ Mes frères Bouzid, Ghilas, Idris.
- ❖ Mon frère Naim et sa femme Fazia et leur adorable petit Loucéf.
- ❖ Mon frère Seddik sa femme Nawel leur adorable petite Imene
- ❖ ma sœur Naima et son mari Azzedine et leur adorable petit garçon Rayan.
- ❖ A tout mes amis.
- ❖ Mon adorable binôme Naima et toute sa famille.

Lydia

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

- ❖ *Ma très chère Maman, mon très cher Papa, qui ont attendu et espéré ma réussite, je leur témoigne mon respect, ma profonde gratitude et beaucoup de reconnaissance pour tout ce qu'ils ont fait pour moi je ne les remercierai jamais assez.*
- ❖ *Mes sœurs Cylia et nabila que j'aime profondément.*
- ❖ *Mes, frères Maziane , mouloud et Yanis.*
- ❖ *Mon fiancé Sofiane et toute sa famille.*
- ❖ *Mon grand père et mes grandes mères.*
- ❖ *Touts mes oncles et toutes mes tantes.*
- ❖ *A tout mes amis.*
- ❖ *Mon adorable binôme Lydia et toute sa famille.*

Cherifa

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Technologie des Matériaux et de Génie des Procédés (LTMGP) de l'Université A/Mira de Bejaia. Je tiens à remercier très sincèrement son directeur le Professeur **H. Arkoub**.

Nous tenons à remercier notre promotrice Madame **N. BOUZIDI** pour ses conseils innombrables et son soutien et de nous avoir guidés tout au long de la réalisation de ce travail.

Nous tenons à remercier très chaleureusement Madame **L. AIT BRAHAM** pour l'honneur qu'elle nous a fait de présider ce jury. J'exprime aussi mes remerciements à madame N.Malek et Madame T .Ikhlef pour avoir accepté de juger notre travail.

Nos remerciements s'adressent également aux personnes qui nous ont aidés pour la réalisation de ce mémoire. Nous pensons particulièrement à M^{elle} Aissou Siham qui nous a été d'une aide précieuse. Que Madame **RABHI**, Monsieur **BENIDIRI** de l'université de Bejaia soient aussi remerciés pour leurs contributions dans la réalisation des techniques de IRTF et DRX.

Nous sommes très reconnaissantes envers **M^r M.Bessa** et toute l'équipe de SPA Général Emballage.

Nous tenons aussi à remercier toute l'équipe du Laboratoire de Technologie des Matériaux et de Génie des Procédés (LTMGP), tous les techniciens ainsi que pour leur soutiens et sympathie.

Enfin, Nous remercions, toutes les personnes qui nous ont encouragé et soutenu de près ou de loin durant la réalisation de ce travail.

Liste des abréviations

G.E	Général Emballage
DRX	Diffraction des Rayons X.
FTIR	Infrarouge à Transformées de Fourier.
PAF	Pertes Au Feu
cP	Centipoises
mPa.s	Mili pascal seconde
η	viscosité dynamique
v	viscosité cinématique
d	densité
E.S	extrait sec
SPA	Société par action

Liste des figures

Figure I.1: Structure de l'amylose.....	13
Figure I.2: Structure de l'amylopectine.....	14
Figure I.3 : Chaîne ramifiée de l'amylopectine.....	14
Figure I.4 : Structure d'un grain d'amidon.....	16
Figure I.5 : variation d'états d'amidon en fonction de la température.....	17
Figure I.6 : Microscopie des grains d'amidons de pois : A) Normal, B) Biréfringence, C) Transformé thermiquement.....	19
Figure I.7 : Différents niveaux d'organisation au sein d'un grain d'amidon.....	20
Figure I.8: Microscopie électronique d'amidon de différentes sources : a) Riz, b)Blé,c) Pomme de terre, d) Mais.....	20
Figure I.9 : Différents états du grain d'amidon placé en excès d'eau en fonction de la température.....	21
Figure I.10 : Structure du gel d'amylose.....	24
Figure I.11 : Modèle de localisation des fractions amylose, amylopectine dans des granules plus ou moins hydratés.....	25
Figure I.12 : Digestion de l'amidon par l'amylase.....	26
Figure I.13 : Viscosité d'une colle amylopectinée pendant son trajet thermique sur onduleuse.....	34
Figure I.14 : Micrographie d'un joint de colle-Etape 1.....	35
Figure I.15 : Micrographie d'un joint de colle-Etape2.....	35
Figure I.16 : Micrographie d'un joint de colle-Etape3.....	36
Figure I.17 : Micrographie d'un joint de colle-Etape 4.....	36
Figure II.1 : Localisation de l'SPA G.E.....	38
Figure II.2 : Evolution des effectifs le l' Spa Général Emballage.....	41
Figure III.1 : Viscosimètre brookfield.....	42
Figure III.2 : viscosimètre de Lorie.	43
Figure III.3 : Deux extrémités internes de viscosimètre.....	43
Figure III.4 La vue dessous de viscosimètre.....	44
Figure IV.1. Diagramme de diffraction des rayons-X d'amidon Maghnia et d'amidon de Cargill.....	56
Figure IV.2 : Spectre infrarouge des deux types d'amidons.....	57
Figure IV.3. Diagramme de diffraction des rayons-X de borax.....	61
Figure IV.4 : Spectre infrarouge de borax.....	62
Figure IV.5 : variation de la Viscosité dynamique d'amidon maghnia en fonction de la température pour chaque type d'eau.....	64
<hr/>	
Figure IV.6 : Variation de la viscosité de l'amidon de Cargill en fonction de la température pour chaque type d'eau.....	64
<hr/>	
Figure IV.7: Variation de viscosité cinématique de la colle en fonction de la température et en fonction de chaque type d'eau.....	66
<hr/>	
Figure IV.8 : Variation de viscosité dynamique de la colle en fonction de la	68

température et en fonction de chaque type d'eau.....	
Figure IV.9 : Variation de viscosité cinématique de la colle en fonction de la température et en fonction de chaque type d'eau.....	69
Figure IV.10 : Variation de viscosité dynamique de la colle en fonction de la température avec chaque type d'eau.....	70
Figure IV.11 : Variation de viscosité cinématique de la colle en fonction de la température avec chaque type d'eau.....	72
Figure IV.12 : Variation de viscosité dynamique de la colle en fonction de la température et en fonction de chaque type d'eau.....	73
Figure IV.13 : Variation de viscosité cinématique de la colle en fonction de la température en fonction de chaque type d'eau.....	74
Figure IV.14: Variation de viscosité dynamique de la colle en fonction de la température avec chaque type d'eau.....	75
Figure IV.15 : Variation de la densité de la colle de maghnia en fonction des déférant eaux.....	77
Figure IV.16 : Variation de la densité de la colle de maghnia en fonction des déférant eaux.....	78
Figure IV.17 : Variation de la densité de la colle de Cargill en fonction des déférant eaux.....	79
Figure IV.18 : Variation de la densité de la colle de Cargill en fonction des déférant eaux.....	80

Liste des tableaux

Tableau I.1 Composition des différents amidons exprimée en % de matière sèche.....	15
Tableau I.2 Teneur en amidon et forme selon l'origine botanique	18
Tableau I.3 Principaux polyosides utilisés comme épaississants, gélifiants ou stabilisants.....	27
Tableau I.4 : Identification de la soude.....	28
Tableau I.5 : identification de borax	30
Tableau II.1 :Evolution des capacités de production de l'entreprise G.E	40
Tableau III.1 : Propriétés physico-chimiques de l'amidon de Maghnia.....	44
Tableau III.2 : Propriétés physico-chimiques de l'amidon de Cargill	45
Tableau III.3 : Propriétés physiques de la soude	45
Tableau III.4 : Propriétés physiques de borax	45
Tableau III.5 : Propriétés chimiques de borax	46
Tableau IV.1 : les bondes cd caractérisations pour les amidons (Cargill et Maghnia	57
Tableau IV.2 : résultats des humidités des différents amidons.....	59
Tableau IV.3 : Résultats des pertes au feu des différents amidons.....	60
Tableau IV.4 : Valeurs des Viscosités dynamiques de l'amidon Maghnia en fonction de température avec chaque type d'eau.....	63
Tableau IV.5 :Valeurs des viscosités dynamique d'amidon Cargill en fonction de température avec chaque type d'eau.....	63
Tableau IV.6 : Variation de viscosité cinématique de la colle de Maghnia en fonction de la température avec chaque type d'eau.....	66
Tableau IV.7 Domaine de variation des viscosités des colles.....	67
Tableau IV.8 Variation de viscosité dynamique de la colle en fonction de la température avec chaque type d'eau.....	67
Tableau IV.9 : Variation de viscosité cinématique de la colle de en fonction de température avec chaque type d'eau.....	68
Tableau IV.10 : Variation de viscosité dynamique de la colle de en fonction de température avec chaque type d'eau.....	69
Tableau IV.11 : Variation de viscosité cinématique de la colle de en fonction de température avec chaque type d'eau.....	72
Tableau IV.12 : Variation de viscosité dynamique de la colle de en fonction de température avec chaque type d'eau.....	73
Tableau IV.13 : Variation de viscosité cinématique de la colle de en fonction de température avec chaque type d'eau.....	74
Tableau IV.14 : Variation de viscosité de la colle d dynamique en fonction de température avec chaque type d'eau.....	75
Tableau IV. 15 : Densités de la colle de Maghnia.....	76
Tableau IV. 16 : Densités de la colle de Maghnia.....	77
Tableau IV. 17 : Densités de la colle de Cargill.....	78
Tableau IV. 18 : Densités de la colle de cargill.....	79
Tableau IV. 19 : Résultats de l'extrait sec pour les deux types de colles.....	80

Sommaire

Liste des abréviations
Liste des figures
Liste des tableaux

Introduction Générale..... 1

Chapitre I : GENERALITES SUR LES COLLES

I.1.Introduction..... 2

I.2. Définition des colles..... 2

I.3.Historique des colles 2

I.4.Types de colles et leur domaine d'utilisation 3

I.4.1. Colles végétales..... 3

I.4.1.1. Colles d'amidon..... 3

I. 4.1.2. Colles d'amidon modifié..... 4

I.4.1.3. Colles dextrine..... 4

I.4.1.4 Colles à base de latex naturel..... 5

I.4.2. Colles animales..... 5

I.4.2.1. Caséine..... 5

I.4.2.2. Gélatine..... 6

I.4.3. Colles vinyliques aqueuses..... 6

I.4.3.1. Homopolymères d'acétate de polyvinyle (PVAC)..... 6

I.4.3.2. Alcool polyvinylique..... 7

I.4.3.3 .Copolymères d’acétate de polyvinyle.....	7
I. 4.4. Adhésifs VAC/E.....	7
I.4.5 .Adhésifs acryliques.....	8
 I.4.6. Adhésifs polyuréthanes.....	9
 I.4.7. Adhésifs thermofusibles ou hot-melts.....	9
I.5. Composition des colles	10
I.6. Les matières premières des colles à base d’amidon.....	10
 I.6.1.Amidon.....	10
 I.6.1.1. Rappels sur les polysaccharides.....	10
 I.6.1.2. Types d’amidons.....	11
 A. Amidon natif.....	11
 A.1.Les types d’amidon natif	12
• Maïs.....	12
• Pomme de terre.....	12
• Blé et tapioca.....	12
 A.2. Structure chimique de l’amidon natif.....	13
 A.2.1. Composition chimique de l’amidon.....	13
• Amylose.....	13
• Amylopectine.....	14
• Autres constituants glucidiques.....	15
 A.2.2. Fraction non glucidique.....	15
 A.2.2.1.Les lipides.....	15

A.2.2.2. Fraction minérale.....	16
A.3. Structure physique de l'amidon natif.....	16
A.3.1.Propriétés physiques de l'amidon.....	17
A.4. Morphologie et organisation moléculaires.....	18
A.4.1. Observation morphologique	19
• Observations en microscopie optique	19
• Observations en microscopie électronique à balayage (MEB)	19
• Observations en microscopie électronique à transmission (MET).....	19
A.5.Propriétés hygrothermiques des grains d'amidon natif.....	21
A.5.1.La sorption	21
A.5.2.la gélatinisation	21
A.5.3. Rétrogradation	22
B. Les amidons modifiés.....	24
B.1.Action de la chaleur et traitement acide.....	24
B.2.Traitement enzymatique.....	24
B.3.Classification des amidons modifiés et propriétés.....	26
B.3.1 Nature et origine	27
I.6.2. Soude.....	27
I.6.3.Borax	30
I.7.le procédés de fabrication des colles à base d'amidon.....	30
I.8.1.Historique du collage	30
I.8.2.Définition de collage.....	30
I.8.3.Théories de collage.....	30

I.8.4. Les étapes de collage	33
---	-----------

Chapitre II : PRESENTATION DE L'SPA GENERAL EMBALLAGE.

II.1.Historique de l'entreprise Général Emballage.....	37
II.2.Localisation.....	37
II.3.Activité principale	38
II.3.1.Mission Général Emballage.	38
II.3.2.Estimation et objets	39
II.4.Capacité de production de la Spa Général Emballage.....	39
II.5.L'évolution des effectifs de l'entreprise G.E	40
II.6.Organisation de la Spa Général Emballage	41

Chapitre III : MISE EN ŒUVRE EXPERIMENTALE ET TECHNIQUES D'ANALYSES

III.1. Matériels et réactifs.....	42
III.1.1. Matériels utilisés	42
• Viscosimètre brookfield.....	42
• Viscosimètre utilisé au niveau de l' Spa Général Emballage ((viscosimètre de Lorie).....	43
III.1.2. Produits et réactifs chimiques.....	44
III.1.3. Propriétés physico-chimiques des matières premières utilisées.....	44
a-Amidon de Maghnia.....	44
b- L'amidon de Cargill.....	45
c-La soude.....	45
d- Borax.....	45

III.2 Caractérisation physico-chimique de la colle et ces matières premières (amidon, borax).	46
III.2.1 Diffraction des Rayons X (DRX)	46
• Matériel utilisé et principe de fonctionnement	46
III.2.2 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)	47
III.2.3 Humidité des amidons	47
• Principe et mode opératoire	47
III.2.4 La perte au feu des amidons	58
• Principe et mode opératoire	48
III.2.5 La viscosité des colles	49
III.2.5.1.Préparation de la colle d'amidon au niveau de laboratoire	50
• Mode opératoire	50
III.2.5.2.La viscosité dynamique	50
• Mode opératoire	51
III.2.5.3.La viscosité cinématique	51
• Mode opératoire	51
III.2.6. la densité des colles	51
• Mode opératoire	52
III.2.7 Le point gel des amidons	52
• Mode opératoire	53
III.2.8. L'extrait sec des colles	53
• Mode opératoire	54
• L'adoucissement de l'eau d'usine	54

CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1.Caractérisation physico-chimique des amidons (Maghnia et Cargill) et de borax.....	56
IV.1.1 Caractérisation physico-chimique des amidons (Maghnia et Cargill).....	56
IV.1.1.1 Diffraction des rayons X (DRX).....	56
IV.1.1.2 Analyse par spectroscopie IRTF	57
VI.1.1.3 Humidité des deux types d'amidons	58
IV.1.1.4 La perte au feu.....	59
IV.1.1.5 La teneur en matière minéral	60
IV.1.2.Caractérisation physico-chimique de borax.....	61
IV.1.2.1 Diffraction des rayons X (DRX).....	61
IV.1.2.2 Analyse par spectroscopie IRTF	61
IV.2.Propriétés rhéologiques des amidons (Maghnia et Cargill).....	62
IV.2.1 Viscosité.....	62
IV.3.Propretés rhéologiques des colles à base des deux types d'amidons.....	65
IV.3.1 Viscosité.....	65
IV.3.1.1 Colle préparé à base d'amidon Maghnia.....	65
IV.3.1.2 Colle préparé à base d'amidon cargill	71
IV.3.2 Variation des densités.	76
IV.3.2.1 Densité de la colle de Maghnia.....	77
IV.3.2.2. Densité de la colle de Cargill.....	78

IV.4 Détermination de l'extrait sec des colles.....	80
Conclusion Générale.....	82
Références Bibliographiques	
Annexes 1	
Annexes 2	

Introduction

Introduction générale.

L'amidon est l'organe de réserve d'énergie des végétaux supérieurs et se présente sous la forme d'une poudre blanche constituée de grains micrométriques. On trouve l'amidon dans de nombreuses origines botaniques telles que les céréales, les tubercules et les légumineuses. L'amidon est une matière première abondante, renouvelable, biodégradable, et bon marché . De manière courante, l'amidon est utilisé dans l'industrie agroalimentaire, papetière et textile. Depuis une quinzaine d'années, l'amidon est également utilisé comme matière première de base des matériaux composites [1].

L'industrie de colle à papier carton en Algérie (SPA GE) utilise les amidons importés d'Italie et de Hollande (Cargill et Royal), et l'amidon local de Maghnia. Ces deux types d'amidons donnent des colles différentes néanmoins, elles posent problème lors de leurs applications comme matière première pour colle à papier carton. On se propose ainsi d'étudier les différents amidons physiquement et chimiquement et d'élaborer des colles avec différents types d'eaux (l'eau distillée, adoucie et l'eau d'usine) dans le but de trouver une différence entre ces amidons et d'aboutir à l'influence des différents eaux sur quelques propriétés physico-chimiques et rhéologiques. Afin d'atteindre cet objectif plusieurs méthodes seront utilisées. Parmi lesquelles nous pouvons citer : Les méthodes physiques d'analyses par diffraction des rayons X et par la spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier dans le but de nous donner des résultats sur les phases minéralogique des amidons utilisées.

Ce travail est constitué de quatre chapitres, après une introduction générale, les généralités et définitions sur les amidons et les colles sont développées dans le chapitre I, le chapitre II sera consacré pour la présentation de l'entreprise général emballage, nous entamerons la mise en œuvre expérimentale et techniques d'analyses utilisées dans le chapitre III, enfin le dernier chapitre portera sur la discussion des résultats. Nous terminons ce travail par une conclusion.

Chapitre I

Généralités sur les colles

I.1.Introduction

L'emballage est l'un des plus gros marchés utilisateurs de colles et adhésifs car la plupart des opérations d'emballage et de conditionnement utilisent le collage, que ce soit pour fabriquer les matériaux primaires d'emballage (carton ondulé, caisses, étuis, sacs, enveloppes, rubans adhésifs etc.) ou pour fermer et étiqueter les emballages et conditionnements et ensuite pour les grouper, regrouper, fardeler (c'est-à-dire constituer un petit fardeau en entourant plusieurs objets d'un ruban adhésif), étiqueter, etc. [2].

Pour de multiples raisons (facilité de distribution, , hygiène, facilité de stockage, prédosage...), le marché des colles et adhésifs pour l'emballage, le conditionnement, et le papier-carton a augmenté dans des proportions énormes depuis 30 ans (environ 3 % par an en volume) [3].

I.2. Définition sur les colles

Une colle est un produit chimique destiné à l'assemblage de deux matériaux. Liquide ou solide, on l'applique à l'état fluide sur le ou les matériaux à assembler sur lesquels elle doit donc d'abord accrocher par divers phénomènes physico-chimiques: c'est le phénomène d'adhérence. Puis on assemble les matériaux et la colle durcit ou sèche, par divers phénomènes physiques ou chimiques ; c'est ce que l'on appelle le durcissement ou le séchage ou la prise de la colle. Les colles et adhésifs se caractérisent donc par deux éléments essentiels : l'adhésion et la cohésion finale. On appelle colles, les colles plutôt traditionnelles telles que les colles à base d'amidon, de dextrans, ou d'origine animale (caséine) et aussi des colles synthétiques classiques telles que les colles vinyliques, à base de caoutchouc ou de latex.

On tend de plus en plus à appeler adhésifs, les colles modernes et synthétiques telles que les acryliques, les polyuréthanes (PU), les thermofusibles (ou hot-melts) qu'il faut cependant distinguer des adhésifs permanents, c'est-à-dire les enductions qui restent adhésives de façon permanente, telles que les rubans et étiquettes adhésifs [3].

I.3.Historique des colles

Au début du 20ème siècle, les premières colles à base de nitrocellulose apparaissent et permettent l'assemblage de matériaux de construction, sans l'utilisation de moyens mécaniques. En raison de progrès décisifs dans le domaine de la chimie macromoléculaire, les bases des techniques modernes du collage ont été mises en place.

Le collage a tiré partie du développement de l'industrie aéronautique en temps de guerre. En effet, c'est en 1949 que sont introduites les colles à base de Néoprène. Pour des raisons de manque de matières premières telles que l'acier, les constructeurs américains et anglais ont du utiliser cette technique pour la fabrication d'éléments de structure d'avions en bois, en grandes séries.

Après la seconde guerre mondiale, le collage a pris son essor. Le développement de nouveaux produits chimiques a apporté de nouvelles propriétés d'adhérence et de durcissement nécessaires au contrôle de la prise des colles. Cela a permis d'adapter cette technique d'assemblage à d'autres applications.

Aujourd'hui, le collage connaît un grand développement dans le domaine du Génie Civil. Cette technique est par exemple utilisée pour connecter des matériaux composites sur des structures en béton, dans le but de les réparer ou de les renforcer, elle permet également de concevoir des structures mixtes (dalle en béton sur profilé métallique) [4].

I.4. Types de colles et leur domaine d'utilisation

De nombreux types de colles et adhésifs sont utilisés dans l'emballage, afin de répondre aux différents besoins

I.4.1. Colles végétales

I.4.1.1. Colles d'amidon

Elles sont constituées d'amidon de pomme de terre, de maïs ou de blé gonflé et éclaté dans l'eau chaude. Leur teneur en extrait sec est de 18 à 20 % et leur viscosité de l'ordre de 500 mPa.s. Ces colles très bon marché ont un tack faible et une prise lente, une bonne adhérence sur le papier et le carton et des performances faibles avec une tenue à l'eau médiocre. De plus, elles sont sensibles à la biodégradation par les micro-organismes et leur viscosité évolue dans le temps. Elles ne peuvent donc pas être conservées à l'état de pâte prête à l'emploi et sont donc fabriquées dans l'atelier d'emballage et utilisées immédiatement. Elles permettent un recyclage facile des vieux emballages en papier puisqu'elles sont solubles dans l'eau chaude additionnée de soude [3].

Les colles d'amidon sont utilisées principalement pour les cartons bien pour les cartons ondulés en raison des prix bas, de la bonne adhérence sur le carton et de la possibilité de recyclage des emballages. La prise de ces colles à forte teneur en eau (80 %) se fait après évaporation forcée de l'eau au moyen d'un chauffage très puissant, sur de longues chaînes spéciales appelées onduleuses [3].

I. 4.1.2. Colles d'amidons modifiés

Diverses techniques permettent de modifier l'amidon (précuisson, hydrolyse, cuisson, broyage) et d'obtenir des colles amidon plus stables, ayant un meilleur tack, solubles à l'eau froide, d'extraits secs plus élevés (20 à 35 %) et possédant des gammes de viscosités plus larges.

- **Utilisations**

- Étiquetage de bouteilles en verre : le bon tack autorise des collages corrects à des cadences moyennes à lentes (20 000 flacons par heure maximum).
- Fabrication de sacs et sachets papier : la colle d'amidon épaisse garnit bien le joint entre les deux feuilles ou plis de papier, est incolore après séchage et ne tache pas.
- Contre collage papier décor/carton : le faible extrait sec des colles amidon est un inconvénient en raison de la forte teneur en eau. En effet, de l'humidité peut rester dans l'épaisseur des plaques.

Ces colles sont néanmoins utilisées dans ce domaine compte tenu de leur bas prix, dans les pays en voie de développement [3].

I.4.1.3. Colles dextrine

En grillant des amidons dans des conditions de température définies et dans un milieu favorisant certaines réactions chimiques, on prépare des dextrines de couleur plus ou moins foncée et de viscosité variable. Leur prise est en général lente et leurs coûts sont bas [3].

- ✓ **Colles dextrine en pâte**

De viscosité variable, ces colles ont un extrait sec compris entre 30 et 70 %. Leur résistance à l'eau et à la biodégradation est faible. Elles sont très bon marché.

Elles sont utilisées pour :

- le collage vertical des étiquettes de bouteilles ou de pots en verre sur machines traditionnelles lentes ; on met ici à profit le tack élevé et la couleur claire, non tâchante ;
- le collage d'étiquettes sur bouteilles en verre, sur des machines lentes [3].

- ✓ **Colles dextrine fluides**

Bien que d'extrait sec élevé (60 à 70 %), ces colles de couleur brune sont fluides (1 200 à 5000 mPa · s) et se caractérisent également par un tack élevé et une prise lente.

Elles sont utilisées pour :

- le contre collage papier décor sur carton ;

- le gommage d'enveloppes réhumectables, de timbre-poste (les films de colle ont un bon brillant, ne collent pas à sec et se réhumectent facilement) [3].

✓ Colles de dextrine boratées

Ces colles ont un extrait sec compris entre 30 et 50 % et une viscosité pouvant aller de 1 000 à 7 000 mPa · s. Elles se caractérisent également par un tack élevé, une prise lente, un coût bas et un film sec rigide.

Elles sont utilisées, comme beaucoup de dextrines, idéalement pour la fabrication des tubes spiralés, en raison de la rigidité du film sec [3].

I.4.1.4 Colles à base de latex naturel

Le latex de caoutchouc naturel, tiré de l'hévéa, donne des colles à prise très rapide, du fait de la coagulation rapide de ce latex [3].

• Propriétés

Le latex naturel est une émulsion blanche, très liquide (viscosité de 300 à 600 mPa.s), à 60 % d'extrait sec, qui peut être utilisée presque telle quelle, avec simplement une addition de stabilisant pour éviter une coagulation prématurée lors du stockage [3].

• Utilisations

Ces colles sont utilisées en emballage pour plusieurs applications :

- enduction des rabats d'enveloppes autocollantes ;
- scellage immédiat à froid de sachets papiers ou plastiques pour le conditionnement de produits sensibles à la chaleur comme les barres de chocolat.

Cette émulsion présente une bonne résistance à l'eau et à l'humidité et offre une bonne adhérence sur le papier, les films cellulosiques et le polypropylène biorienté (OPP) avec une faible consommation.

Les enductions sèches de latex naturel sont autocollantes, c'est-à-dire que si l'on encolle, par exemple, le rabat et le côté d'une enveloppe, on peut la fermer en rabattant et pressant le rabat sur le côté préencollé ; les deux enductions d'adhésif se soudent entre elles par simple contact sous pression [3].

I.4.2. Colles animales

I.4.2.1. Caséine

• Propriétés

Cette protéine du lait solubilisée en milieu alcalin donne des colles à haute viscosité, de 30 000 à 60 000 mPa.s, à tack très élevé, résistantes à l'eau et à la chaleur, à prise lente et qui

adhèrent sur de nombreux supports : papier, verre, acier galvanisé, bois, etc. Extraits secs de l'ordre de 40 % [3].

- **Utilisation :**

étiquetage de bouteilles et pots de verre : à grandes cadences (jusqu'à 50 000 bouteilles par heure), les colles de caséine adhèrent bien sur les traitements de surface que reçoivent les bouteilles de verre pour diminuer le risque de fissuration et de rayures et augmenter le glissement de la surface du verre (produits lubrifiants tels que des émulsions de polyéthylène ou des stéarates).

Bien que leurs temps de séchage et de prise soient longs, leur tack est suffisant pour plaquer parfaitement les étiquettes, y compris celles des bouteilles de bière qui sont un complexe aluminium/ papier [3].

Les colles caséine d'étiquetage sont souvent pompées à chaud, à une température de 25 à 30 °C pour régulariser leur viscosité. Leur résistance à l'humidité est suffisante pour résister à l'eau froide du seau à glace ou à la condensation qui se dépose sur les bouteilles sortant du réfrigérateur, mais elle n'est cependant pas trop forte pour ne pas gêner le lavage et l'élimination des étiquettes des bouteilles consignées [3].

I.4.2.2. Gélatine

Les colles de gélatine ne sont pratiquement plus utilisées en raison de leurs performances médiocres (tenue à l'eau faible par exemple). Leur seul intérêt était qu'elles étaient totalement comestibles ce qui est intéressant pour le conditionnement de produits alimentaires. On en fait par exemple des gélules pharmaceutiques [3].

I.4.3. Colles synthétiques (vinyliques aqueuses)

I.4.3.1. Homopolymères d'acétate de polyvinyle (PVAC)

Ces émulsions de PVAC, plastifiées par addition de phtalates et non chargées, sont les colles les plus employées dans l'emballage [3].

- **Propriétés des colles**

Elles ont les caractéristiques suivantes :

- prix modique ;
- extrait sec de 40 à 60 % et viscosités variables, facilement adaptables à l'utilisation ;
- tack élevé et prise rapide surtout sur supports absorbants (papier, carton) ;
- résistance à l'eau moyenne ;
- bonne adhérence sur papier, carton, bois, mais mouillant mal ou pas du tout les cartons traités hydrofuges ou vernis [3].

- **Utilisations**

Elles sont nombreuses et variées :

- collage des pattes de caisses américaines
- montage de boîtes carton, d'étuis carton
- contrecollage papier décor sur carton
- microcannelure
- tubes spiralés, fûts carton spiralés
- fabrication de sacs, sachets, pochettes
- collage de pattes d'enveloppes
- couvertures de livres rigides[3].

I.4.3.2. Alcool polyvinylique

Ce produit est soluble dans l'eau et sert à formuler des colles réactivables à l'eau, pour l'adhésivage des timbres des rabats d'enveloppes [3].

I.4.3.3 .Copolymères d'acétate de polyvinyle

La copolymérisation de l'acétate de polyvinyle avec des maléates, de l'éthylène ou des acrylates permet d'obtenir des polymères plus mous et plus collants que le PVAC homopolymère, donc utilisables sur des cartons imprimés [3].

I. 4.4. Adhésifs VAC/E

L'acétate de vinyle homopolymère est un polymère dur et cassant qu'il est nécessaire de plastifier par addition de phtalate, en général.

Avec les copolymères VAC/E (acétate de vinyle/éthylène), on obtient une plastification interne de l'acétate de vinyle par l'éthylène qui donne des polymères plus mous, plus souples et aussi plus collants.

Ils adhèrent sur de nombreux supports, y compris les films plastiques ; à l'extrême on peut même obtenir des VAC/E autoadhésifs [3].

- **Propriétés**

Ces polymères ont les caractéristiques suivantes :

- émulsions aqueuses, extrait sec 50 à 60 %, viscosités variables
- tack élevé et prise rapide
- assez bonne résistance à l'eau et à l'humidité
- bonne adhérence sur de nombreux supports : papier, carton (y compris les cartons enduits, traités, vernis), films plastiques divers, feuille d'aluminium

- **Utilisations dans l'emballage**

Elles sont nombreuses :

- collage sur cartons traités, vernis

- fermeture d'étuis cartons traités, imprimés, etc.
- contrecollage films plastiques sur carton
- blistérisation (Enduction thermoscellable sur le carton)
- étiquetage avec étiquettes plastiques et/ou sur bouteilles plastiques
- collage de fenêtres d'enveloppes en pellicule plastique à hautes cadences (jusqu'à 600 voire 700 fenêtres/min)
- fabrication de sacs et sachets
- prix moyen [3].

I.4.5 .Adhésifs acryliques

Ces homopolymères ou copolymères acryliques sont présentés sous deux formes :

- Emulsions aqueuses
- Solutions dans des mélanges de solvants (cétones et esters en général).

Les polymères acryliques adhèrent sur toutes sortes de matériaux :

- Papier
- Tous cartons (même vernis, enduits, imprimés)
- Tous films plastiques
- Feuilles d'aluminium.
- Ils se présentent sous divers aspects
- Enductions autoadhésives pour réaliser des étiquettes ou rubans adhésifs
- Enductions thermocollantes, sèches et non blocking, c'est-à-dire non collantes, qui permettent d'empiler ou d'embobiner des pièces enduites, face contre dos, sans qu'elles collent entre elles [3].

- **Utilisations**

- Étiquettes et rubans autoadhésifs
- Enductions thermocollantes
- Contrecollage de films plastiques (OPP, cellulosique...) sur papier imprimé
- Collage d'étiquettes sur PET, PE/PP (polyéthylène/ polypropylène)

Adhésifs acryliques spéciaux réticulables aux rayons UV ou par bombardement électronique [3].

I.4.6. Adhésifs polyuréthanes

Les polyuréthanes sont des produits contenant des groupements uréthanes qui résultent de la réaction d'isocyanates et de produits hydroxylés.

Il y a une très grande richesse de formulations car :

- Le produit hydroxylé peut être un polyol, un polyester, un polyéther ou un prépolymère de formule plus ou moins complexe
- Les isocyanates disponibles sont variés (certains isocyanates sont des produits nocifs qui nécessitent des précautions d'emploi : ventilation des locaux, protection des mains et des muqueuses).

Les adhésifs polyuréthanes peuvent être en milieu solvanté ou en milieu aqueux ou à 100 % d'extrait sec. Ils peuvent être thermoplastiques ou à réaction chimique.

La chimie des polyuréthanes est très complexe et variée et permet de préparer des produits très divers aux applications multiples. Diverses réactions chimiques peuvent coexister.

Mais dans le domaine de l'emballage, la principale utilisation des polyuréthanes est la fabrication de complexes d'emballages, c'est-à-dire le contrecollage de deux films plastiques l'un sur l'autre. Nous nous limiterons donc ici aux adhésifs polyuréthanes utilisés pour cette application. Ils peuvent être de trois types différents suivant leur mode de prise [3].

I.4.7. Adhésifs thermofusibles ou hot-melts

Ces adhésifs, très utilisés dans l'emballage et qui s'y développent très rapidement, sont des polymères thermoplastiques, solides à température ambiante (20 °C). On les applique à l'état fondu, après les avoir chauffés à une température de 140 à 180 °C (selon les types de formule). Après enduction, on réalise immédiatement l'assemblage des pièces, car les adhésifs thermofusibles font rapidement leur prise (en quelques secondes) en se solidifiant lors du refroidissement.

Ils sont livrés sous différentes formes :

- granulés ou pastilles ou petites plaquettes
- blocs de la taille d'une savonnette
- blocs plus gros (200 g à 2 kg) avec ou sans papier siliconé de protection, dans le cas des hot-melts autoadhésifs [3].

I.5. Composition des colles

Les colles sont constituées de composants appartenant aux trois catégories suivantes :

- ✓ Liants

- ✓ Liquide (eau ou solvant organique)
- ✓ Additifs

Les liants sont les composants de base indispensables au collage. Il en existe une grande variété, mais la majorité sont des substances synthétiques. Néanmoins, l'usage de substances naturelles, telles que le caoutchouc, la caséine et l'amidon, est également répandu.

Etant donné qu'à température ambiante les liants sont pratiquement toujours à l'état solide, un liquide leur est généralement ajouté pour les dissoudre ou pour former une dispersion fine. Le liquide disparaîtra lors du collage par évaporation ou par absorption dans le support.

Parmi les additifs, il y a des agents conservateurs, des agents épaississants ou des agents de remplissage. Contrairement au dernier type d'agent, les deux premiers ne sont généralement présents qu'en petites quantités [5].

I.6. Matières premières des colles à base d'amidon

La colle est l'élément fondamental nécessaire à une constitution et à la structure même du matériau carton ondulé : elle assure la stabilité et l'architecture du complexe. de type aqueux, les colles actuellement utilisées sont à base d'amidon.

I.6.1. Amidon

I.6.1.1. Rappels sur les polysaccharides

Les polysaccharides sont des substances de masse moléculaire très élevée, résultant de la condensation d'un grand nombre de sucres. Les plus communs correspondent à la condensation d'hexoses (particulièrement du glucose), et sont des hexosanes, mais il existe des composés analogues provenant de la condensation des pentoses (xylose par exemple), qui sont des pentosanes. Les polysaccharides les plus importants sont la cellulose, l'amidon et le glycogène [6].

I.6.1.2. Les types d'amidons

Par simplification pour le présent ouvrage, les amidons seront regroupés en deux groupes distincts soit :

- les natifs
- les modifiés.

Le premier groupe, les natifs, désigne tous les produits extraits directement des plantes d'origine, sans modification chimique de la molécule initiale, tout au plus une purification et une séparation par solvant.

Le second groupe, les modifiés, désigne les amidons dont la structure initiale est modifiée soit par substitution de groupements fonctionnels sur la molécule de base ou par altération de sa structure. Ces amidons, sont les plus utilisés dans le secteur industriel et celui des pâtes et papiers. De par les nombreuses réactions chimiques qu'il est possible d'appliquer à ce type d'amidon, une vaste gamme de nouveaux produits aux propriétés physico-chimiques distinctes peuvent être fabriqués, permettant de remplir des besoins spécifiques dans des utilisations diverses [7].

A. Amidon natif

L'amidon est un homopolymère de D-glucose. Les unités D-glucosyl (conformation chaise) sont liées majoritairement par des liaisons de type α (1,4) (95 – 96 %) et, dans un moindre mesure, par des liaisons de type α 1,6 (4 – 5 %). L'amidon est composé de deux polymères de structure primaire différente: l'amylose, molécule linéaire, et l'amylopectine, molécule ramifiée.

L'amidon se présente sous forme de granules de 1 à 100 μm , ils varient en taille et en forme selon leur origine botanique. Des composants mineurs (lipides, protéines, minéraux) sont présents en quantités variables en fonction de l'origine botanique et de la technologie d'extraction [8,9]

Les constituants de l'amidon sont essentiellement représentés par des polyholosides (98 à 99%). La fraction non glucidique (1 à 2%) est donc minoritaire.

A.1. Les types d'amidon natif

Les productions d'amidon diffèrent d'un continent à l'autre pour des raisons climatiques, géographiques, culturelles et autres. Ainsi, près de 98% de la production d'amidon aux USA provient du maïs, comparativement à 73% en Europe, où la pomme de terre comble près de 21% du reste de cette production.

Pour ne citer que les plus utilisés dans les pâtes et papiers en Amérique du Nord et en Europe, le maïs, la pomme de terre sont les principaux amidons natifs rencontrés, l'utilisation du blé et du tapioca étant beaucoup moins répandue [7].

- **Maïs**

L'amidon de maïs contient les deux types de polymères dont il a été fait mention précédemment, soit l'amylose et l'amylopectine, dans un rapport approximatif de 1:2.5 respectivement, dépendamment des variétés cultivées et des régions de culture. L'amidon de maïs est un hydrate de carbone que les plantes synthétisent par polymérisation du glucose. Il contient environ 27% d'amylose et 73% d'amylopectine [10].

- **Pomme de terre**

Au niveau de la pomme de terre, l'amidon constitue typiquement 75% de son poids sec, proportion quasi identique au maïs avec environ 71%. La balance étant 17-18% d'humidité, 0.35% de cendres, 0.1% de composés solubles, des traces de protéines et de sucres et aucun gras. Son ratio amylose: amylopectine est légèrement plus bas que celui du maïs avec 1:3[11].

L'amidon de pomme de terre possède un poids moléculaire élevé par rapport aux autres amidons, ce qui lui confère la particularité de développer une plus haute consistance dans les mélanges. Toutefois, il est très sensible à la dégradation lorsqu'il est agité en continu, exposé longuement à la chaleur ou à des forces de cisaillement élevées, même de durée brève. De plus, la colle d'amidon cuite est électro visqueuse et sensible aux hausses d'électrolytes [12].

- **Blé et tapioca**

Considérant la très faible utilisation actuelle de ces deux types d'amidons, en pâtes et papiers, nous nous limiterons à une brève description de ces derniers.

Bien que le blé soit la céréale la plus cultivée dans le monde, elle est destinée, dans sa presque totalité à l'alimentation humaine. Pour sa part, l'amidon de tapioca provient des racines du manioc poussant dans des zones équatoriales. Le poids moléculaire élevé de ses constituants lui donne des propriétés toutes aussi intéressantes que celles de la pomme de terre, mais la production actuelle est négligeable et limitée à l'hémisphère sud [7].

A.2. Structure chimique de l'amidon natif

A.2.1. Composition chimique de l'amidon

L'hydrolyse acide complète de l'amidon libère de 98 à 99 % de D-glucose. Le D-glucose se trouve dans sa conformation chaise la plus stable (C1), les groupements hydroxyles C2, C3, C4 et C6 étant en position équatoriale. Les unités monomères de D-glucose sont liées majoritairement par des liaisons de type α -(1-4) (95-96 %) et dans une moindre mesure par des liaisons de type α -(1-6) (4-5 %). Chaque molécule possède en son extrémité C1 une fonction pseudo-aldéhyde réductrice. Par fractionnement moléculaire de l'amidon, il a été montré que la fraction glucidique est un mélange de deux polymères: l'amylose, molécule essentiellement linéaire et l'amylopectine, molécule ramifiée [13].

- **Amylose**

L'amylose (figure I.1) représente 20 à 30 % de l'amidon suivant son origine botanique. Il s'agit d'une macromolécule de structure linéaire formée de résidus glucopyranoses reliés entre eux par des liaisons α -(1-4). Toutefois, on note une faible quantité de liaisons α -(1-6). La distribution en masses moléculaires de l'amylose est bien décrite par une distribution logarithmique. Sa masse molaire moyenne est de 105 à 106 g.mol⁻¹.

Du fait de son caractère essentiellement linéaire, lié à la présence quasi-exclusive de liaisons α -(1-4), l'amylose est susceptible de complexer les molécules hydrophobes (iode, acides gras, chaînes hydrocarbonées). En particulier, la complexation de l'iode est à la base de sa caractérisation analytique.

L'étude du comportement hydrodynamique de l'amylose en solution diluée montre que la molécule adopte une conformation en pelote statistique et ne présente pas de conformation hélicoïdale en milieu aqueux neutre [14, 15, 16, 17, 18]

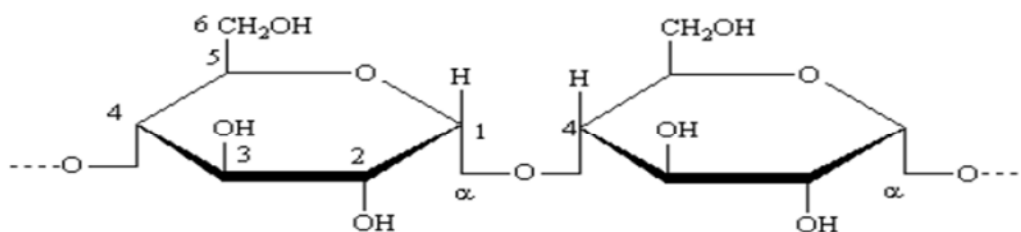


Figure I.1: Structure de l'amylose [6].

- **Amylopectine**

L'amylopectine (figure I.2) constitue 70 à 80 % de la fraction glucidique de l'amidon.

Il s'agit d'une macromolécule dont la masse molaire, comprise entre 107 et 108 g.mol⁻¹, dépend de l'origine botanique, de la variété et des conditions physiologiques lors de sa biosynthèse. Elle est formée par l'association de résidus glucopyranoses principalement reliés entre eux par des liaisons α -(1-4) et par 5 à 6 % de liaisons α -(1-6) qui lui donnent sa structure ramifiée. Cette structure peut être représentée par un ensemble de grappes de chaînes courtes (S) reliées entre elles par des chaînes plus longues (L) (figure I.3) [6].

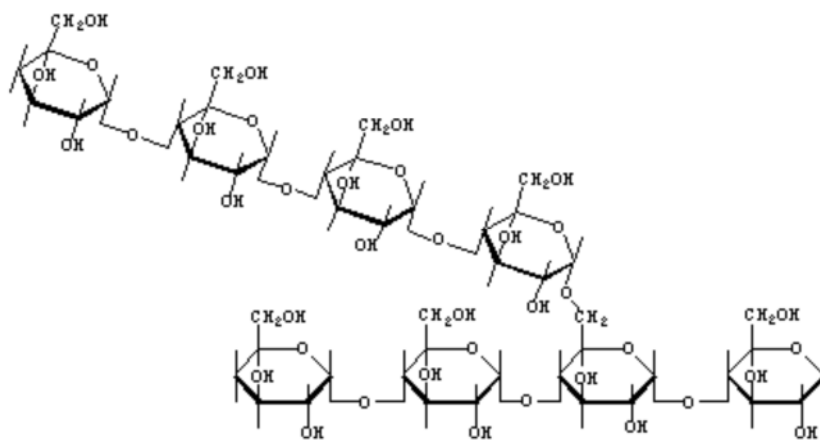


Figure I.2: Structure de l'amylopectine [6].

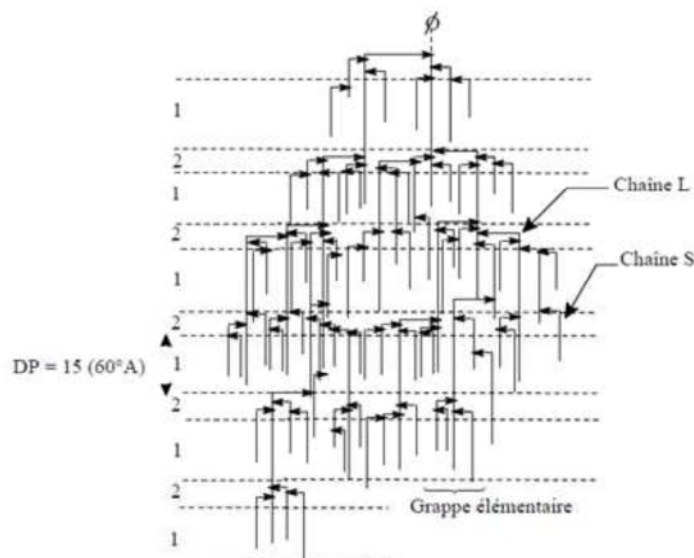


Figure I.3 : Chaîne ramifiée de l'amylopectine [6].

- **Autres constituants glucidiques**

L'existence d'un matériel intermédiaire (structure intermédiaire entre celles de l'amylose et l'amylopectine) a été mise en évidence par différents auteurs. Le type et la quantité de ce matériel intermédiaire dépendent de l'origine botanique et du degré de maturité du grain d'amidon. Il semble que la teneur en matériel intermédiaire soit liée à celle en amylose. Les espèces botaniques à teneur en amylose normale (20-30%) telles que les céréales ou la pomme de terre en contiennent de faibles quantités, 5 à 7 %. Il est en revanche beaucoup plus abondant pour les amidons riches en amylose. Ces molécules correspondraient à des formes imparfaites d'amylopectine, créées par un dysfonctionnement des mécanismes de biosynthèse de l'amylopectine [19].

A.2.2. Fraction non glucidique

La fraction non glucidique représente 1 à 2 % du poids total des amidons selon l'origine botanique et le procédé d'extraction (tableau I.1).

Tableau I.1 : Composition des différents amidons exprimée en % de matière sèche [20].

Amidon	Amylose	Lipides	Protéines	Minéraux	Phosphore
Amidon standard	26-28	0,63	0,3	0,1	0,015
Mais cireux	< 1	0,23	0,1	0,1	0,003
Amylomais	52-80	1,11	0,5	0,2	0,03
Blé	26-27	0,24	0,33	0,3	0,05
Pomme de terre	19-23	0,09	0,05	0,3	0,04
Pois lisse	33-35	0,19	0,18	0,05-0,22	0,04

A.2.2.1. Les lipides

Les lipides sont les constituants non glucidiques les plus importants. On distingue les lipides de surface des grains d'amidon des céréales constitués de triglycérides (facilement extractibles par des solutions eau-butanol) et les lipides internes, essentiellement monoacylés (ils nécessitent une gélatinisation pour être récupérables par des solvants polaires). Ces lipides internes sont en quantité limitée dans les amidons de tubercules ou de légumineuses, et en quantité supérieure dans les amidons de céréales (de 0,6 à 0,8 % pour le maïs et de 0,8 à 1,2 % pour le blé). Ils ont la capacité de former des complexes d'inclusion dans l'hélice d'amylose.

Cette fraction lipidique a une influence non négligeable sur les propriétés physico-chimiques de l'amidon et joue un rôle essentiel au niveau de la transformation de l'amidon [13]

A.2.2.2. Fraction minérale

La fraction azotée est constituée de protéines, d'enzymes, d'acides aminés et d'acides nucléiques. Cette fraction généralement trouvée en surface est abondante dans l'amidon de blé. La présence de protéines affecte principalement les propriétés rhéologiques et l'aptitude des grains d'amidon à l'hydrolyse enzymatique. A côté de l'azote, la fraction minérale est essentiellement composée de phosphore. L'amidon de pomme de terre contient une fraction importante de phosphate représentant de 0,06 à 0,1 % de la matière sèche. Ces phosphates confèrent à l'amylopectine de pomme de terre des propriétés polyélectrolytes (échangeur d'ions). Les sites de phosphorylation varient avec le génotype de l'amidon de pomme de terre [13]

A.3. Structure physique de l'amidon natif

Il se présente sous la forme de grains formés de zones concentrique alternativement claires et sombres, entourant un centre plus foncé appelé « hile ». La grosseur, la forme et la structure des ces grains sont variables avec la plante dont provient l'amidon. Il n'existe donc pas un seul mais plusieurs amidons ayant des propriétés voisines, mais légèrement différentes selon leur origine (figure I.4) [21].

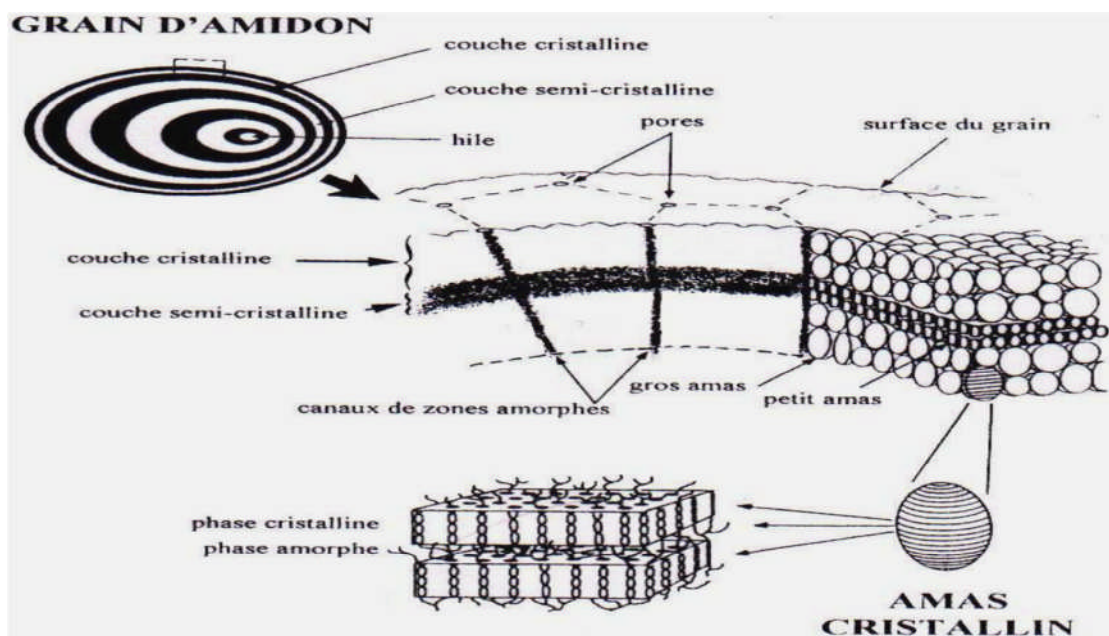


Figure I.4 : Structure d'un grain d'amidon [21].

A.3.1. Propriétés physiques de l'amidon

L'amidon a comme tout produit des propriétés physiques qui lui sont propres.

Influence de la température : l'amidon est insoluble dans l'eau. Il forme, en revanche à chaud (70°C) une solution colloïdale qui épaissit en donnant un gel communément appelé empois.

Température de gélification : la gélification commence graduellement à partir de 50°C mais est effective ensuite à une température dépendante de l'agitation moléculaire, de la grosseur des grains, de la nature de l'amidon, de l'eau employée et de la concentration en amidon.

Les amidons sont influencés par trois types d'action : thermique, chimique, enzymatique [22]

Actions thermique : elle change la couleur et le goût de l'amidon par dextrinisation.

Actions chimique et enzymatique : les acides entraînent une hydrolyse partielle de l'amidon qui conduit à la formation de dextrans. Le gel formé est moins épais. Cette hydrolyse est accélérée par une augmentation de température. L'amidon peut subir aussi l'action d'enzymes comme des enzymes végétales, ou animales (amylase) ou microbiennes.

On constate que les amidons natifs ont déjà beaucoup d'influence sur la texture cependant leur fragilité face à certains paramètres comme la température ont conduit à l'utilisation d'amidons modifiés.

Les traitements précédemment décrits mènent à la formation de corps plus simples comme des dextrans (D-glucose) et des maltoses. Les traitements de ces corps simples par ces mêmes traitements peuvent conduire à la formation d'amidons modifiés [6].

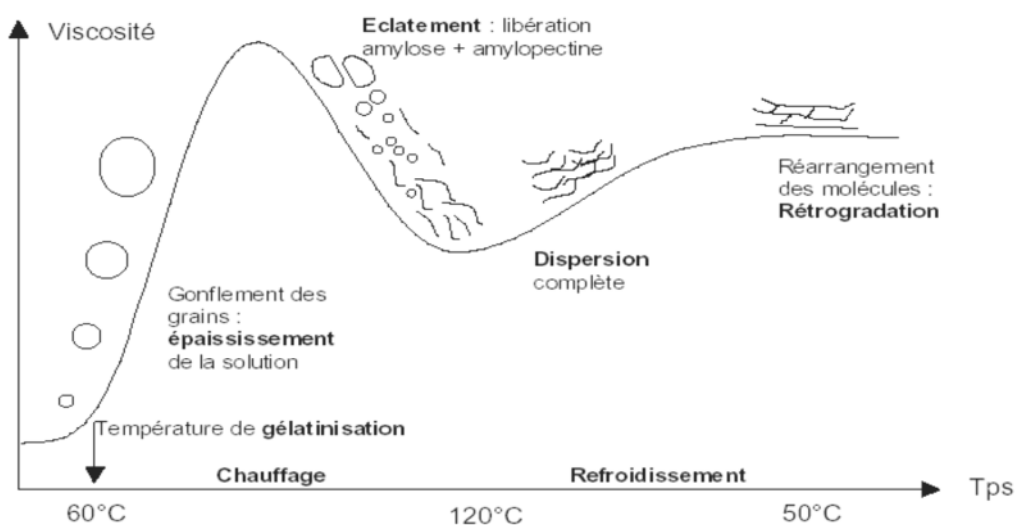


Figure I.5 : Variation d'états d'amidon en fonction de la température [6].

- **Commentaire sur la variation d'états d'amidon en fonction de la température**

Liaisons H → résistance physique et absence de solubilité masses → compacte cristallisées/ rupture des liaisons → solubilisation insoluble dans l'eau froide /empois dans l'eau chaude: à partir d'une certaine température de gélatinisation, dispersion irréversible (60 - 85°C) / en dessous : réversible.

Rétrogradation: création de liens intercaténaux → synérèse = séparation du liquide d'un gelexsudation → du liquide, diminution de la viscosité: exemples: gâteau non levé, crème "tournée", pain rassis sans séchage,...

Rétrogradation d'autant plus rapide que la proportion d'amylose linéaire est élevée [6].

A.4. Morphologie et organisation moléculaires

Les fractions glucidiques sont organisées en structure granulaire dont la taille de 1 à 100 µm, la forme, la morphologie, la position du hile sont sous contrôle génétique et en conséquence sont fonctions de leur origine botanique (tableau I. 2) [6].

Tableau I.2 : Teneur en amidon et forme selon l'origine botanique [6].

	Amidon %	Forme	Amylose %
Céréales			
Maïs normale	71 - 74 %	Polyédrique	28
Blé	67,2 – 68,4	Lenticulaire, Polyédrique	26
Avoine vêtue	41,5 – 43,3		27
Orge vêtue	54,8 – 59,3	Lenticulaire	22
Tubercules			
Pomme de terre	65 – 85	Ellipsoïdale	
Légumineuse			
Féverole	30 – 43	Sphérique ovoïde	24
Pois lisse	43 – 48	Réniforme	35
Pois ridé	32 – 37	Rosette	66

A.4.1. Observation morphologique

La taille et la forme dépendent de l'origine botanique.

- **Observations en microscopie optique**

En lumière naturelle, les grains d'amidon secs sont blancs. Dans certains cas (amidon de pomme de terre), des couches concentriques autour du hile sont visibles après hydratation (figure I.6). Le hile, centre initial de croissance du grain d'amidon, est une région moins organisée pouvant contenir une partie des constituants non glucidiques. En lumière polarisée, les grains d'amidon se comportent comme des cristaux spiralés, déformés, à biréfringence positive. Ils présentent une « croix noire » encore appelée croix de Malte dont les branches se rejoignent au niveau du hile. Mettre en évidence l'état granulaire de l'amidon de pois natif par microscopie optique, la présence de cristallites et donc de croix de Malte par biréfringence et la disparition de la forme d'une partie des cristallites après un traitement thermique [6].

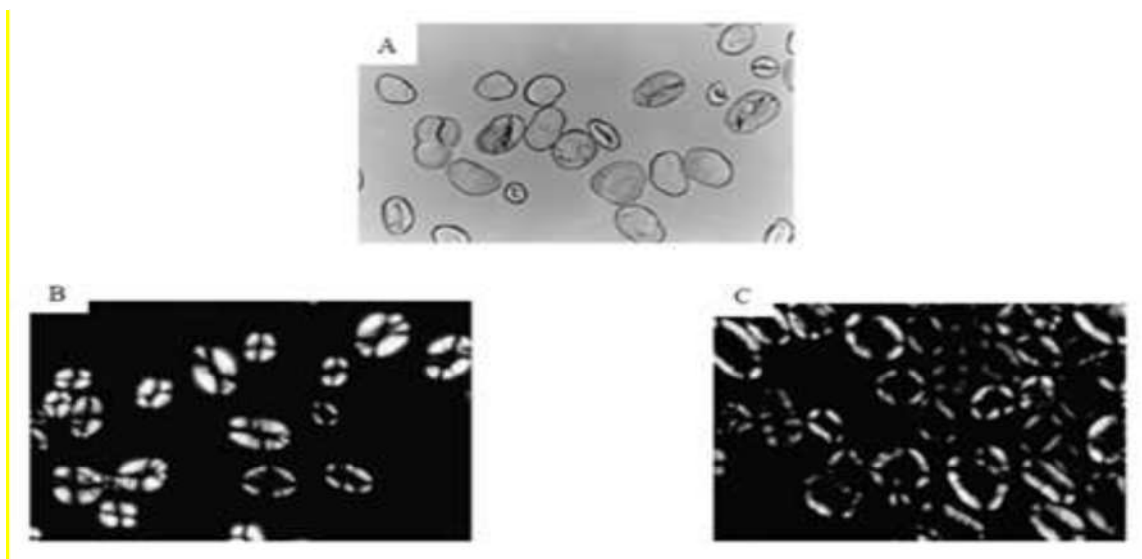


Figure I.6 : Microscopie des grains d'amidons de pois : A) Normal, B) Biréfringence, C) Transformé thermiquement[6].

- **Observations en microscopie électronique à balayage (MEB)**

La surface des grains d'amidon natif apparaît lisse et dépourvue de pores ou fissures. Soumis à des traitements acides ou enzymatiques, les grains d'amidon se craquent et exposent une structure de type lamellaire [6].

- **Observations en microscopie électronique à transmission (MET)**

Cette méthode permet d'établir un lien entre les méthodes précédentes d'analyse morphologique et celles qui permettent une analyse au niveau moléculaire (rayons X, analyses chimiques...). Une technique d'oxydation a montré l'existence d'une structure radiale répétitive de période 6-7 nm, indiquant une disposition correspondante à la moyenne des grappes dans la molécule d'amylopectine ; cela suppose que l'amylopectine est disposée

radialement au sein du grain (figure I.7). Ces anneaux pourraient être des cristallites bidimensionnelles, où la longueur de 5 nm correspondrait à des chaînes courtes de 14 unités glycolyses organisées en doubles hélices. Deux types d'organisations au sein du grain d'amidon peuvent ainsi être observés : d'une part, une organisation radiale des molécules d'amylose et d'amylopectine et, d'autre part, une organisation tangentielle, où les molécules d'amylopectine et dans une moindre mesure d'amylose, établissent des liaisons hydrogène intermoléculaires. Il y'a une différence morphologique entre amidons de différentes origines botaniques (figure I.8) [6].

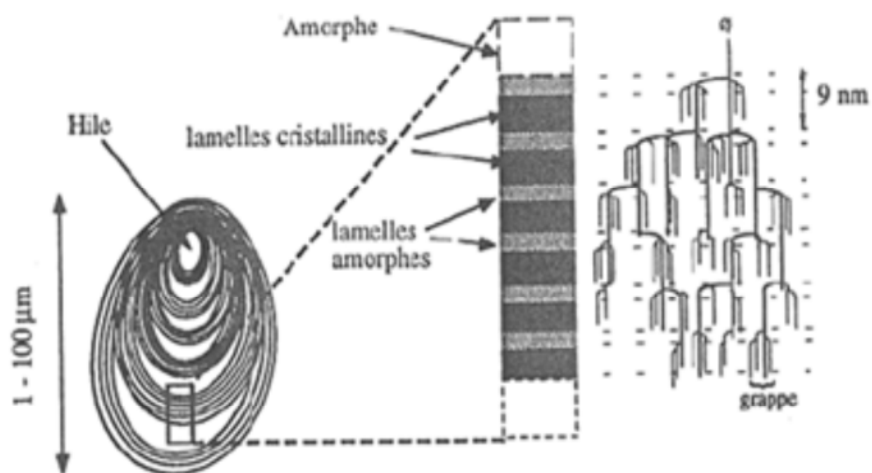


Figure I.7 : Différents niveaux d'organisation au sein d'un grain d'amidon [6].

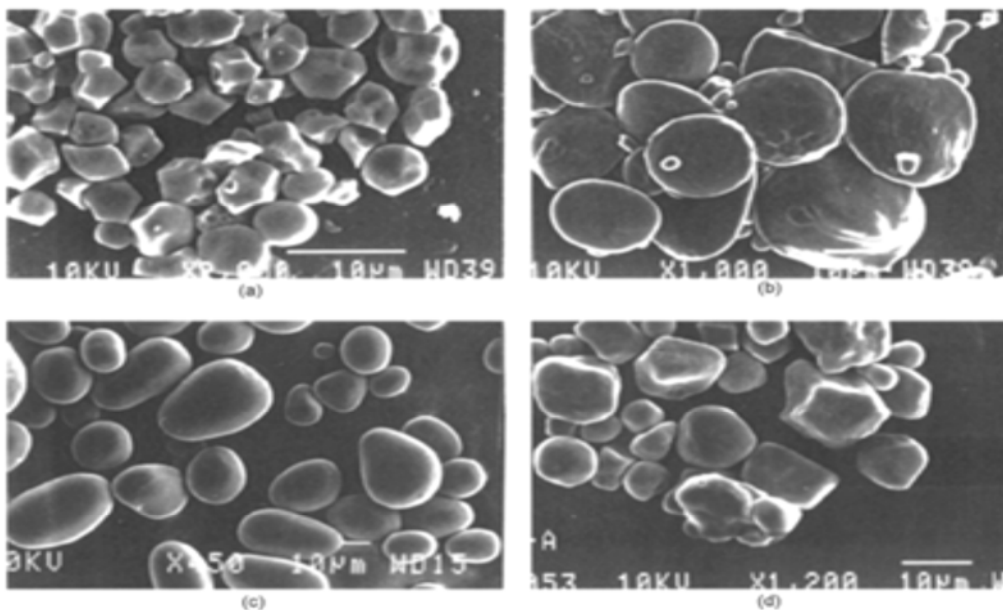


Figure I.8: Microscopie électronique d'amidon de différentes sources : a) Riz, b) Blé, c) Pomme de terre, d) Maïs [6].

A.5. propriétés hygrothermiques des grains d'amidon natif

A température ambiante, les grains d'amidon natifs sont insolubles dans l'eau. En présence d'un excès d'eau et à une température supérieure à 60°C, le grain d'amidon passe successivement par trois états (Figure I.9) : gonflement, gélatinisation et solubilisation. Au cours du refroidissement, un gel physique se forme, c'est la rétrogradation [23].

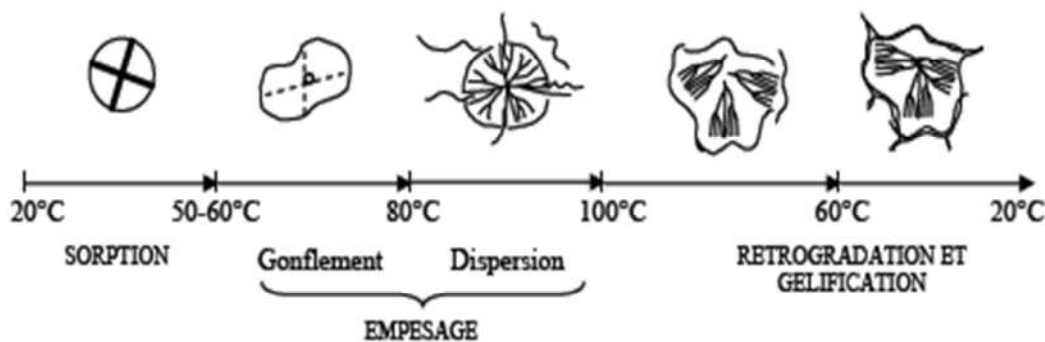


Figure I.9 : Différents états du grain d'amidon placé en excès d'eau en fonction de la température [23].

A.5.1. La sorption

Le phénomène de sorption s'explique par la fixation de molécules d'eau, par l'intermédiaire de liaisons hydrogènes, sur les groupements hydroxyles de l'amidon. Dès le commencement de l'adsorption, les molécules d'eau rompent les liaisons existantes entre les groupes hydroxyles présents sur les chaînes d'amidon, établissant ainsi un pontage par des liaisons hydrogènes ayant pour effet une dilatation du réseau macromoléculaire [24].

A.5.2. La gélatinisation

La gélatinisation est un terme employé pour décrire les changements irréversibles qui accompagnent la destruction de la structure du granule d'amidon [23]. On a proposé plusieurs étapes pour le phénomène de gélatinisation :

- ✓ La diffusion du plastifiant : en présence de cisaillement et de chauffage, le plastifiant entre dans les granules, occupant les espaces vides et les zones peu denses (amorphes), sans casser les liaisons hydrogènes entre couches.

- ✓ L'amylose s'infiltré dans le plastifiant : les chaînes d'amylose commencent à bouger et s'extirpent du granule par diffusion.
- ✓ Le gonflement du grain : après la migration des chaînes d'amylose dans le plastifiant, le granule commence à gonfler et à perdre la biréfringence. Cela va entraîner la création d'espace nécessaire pour la fusion de la partie cristalline et l'augmentation de l'entropie du système.
- ✓ La fusion de la cristallinité : les doubles hélices de l'amylopectine se déroulent, évoluant d'une structure semi-cristalline à une structure amorphe analogue à celle de l'amylose.
- ✓ La plastification ou gélation : les chaînes libérées d'amylose ou d'amylopectine commencent à former de nouvelles liaisons hydrogènes, formant un nouveau réseau de polymère

A.5.3.Rétrogradation

La rétrogradation est le terme utilisé pour désigner les réorganisations structurales (ou recristallisation) qui s'opèrent lors du refroidissement d'une dispersion d'amidon déstructuré lorsque la température de travail est supérieure à la température de transition vitreuse (T_g). Ces structures sont instables à température ambiante et leur stabilisation nécessite une diminution brutale de la température à une valeur inférieure à T_g , ou une diminution de la teneur en eau, qui aura pour conséquence d'augmenter la T_g . Lorsque la concentration en polymère est suffisante, un gel blanc opaque ayant un comportement viscoélastique est formé : c'est la gélification [23].

La formation d'un gel d'amidon s'effectue en deux étapes [25]. On observe tout d'abord une séparation de phase de type polymère-polymère et polymère-eau qui a lieu à des températures inférieures à 90°C . Elle résulte d'une part de l'incompatibilité de l'amylose et de l'amylopectine en solutions très concentrées ($C \geq 3\%$), et d'autre part d'une interaction défavorable du polymère avec l'eau. La deuxième étape consiste en une réorganisation de portions de chaînes linéaires (amylose) ou de grappes de chaînes (amylopectine). Il s'agit de la recristallisation ou rétrogradation proprement dite. Cette réorganisation se caractérise en premier lieu par une transition du type pelote statistique \rightarrow double hélice au niveau des

segments de chaînes polymères et en second lieu par une cristallisation par empilement de chaînes [26].

Les gels sont donc formés de deux phases composées de plus de 70 % du même polymère. Ils peuvent être assimilés à des matériaux composites avec un gel d'amylose comme matrice et les grains gonflés comme charge de renfort. La composition de chacune des deux phases dépend principalement du degré de gélification et du rapport amylose/amylopectine du grain d'amidon [27,28]. La fusion de l'amylose recristallisée a lieu vers 120°C, tandis que les cristaux rétrogradés de l'amylopectine fondent à plus basse température (45°C)[29]. La gélification de l'amylose est plus rapide que celle de l'amylopectine mais requiert des concentrations plus élevées. Le mécanisme de gélification serait dominé par l'amylose, même si ce n'est pas le constituant majoritaire [30]. La cristallisation à long terme des molécules d'amylopectine serait due aux chaînes de DP15 [31]. Les réorganisations moléculaires dans des solutions diluées des deux macromolécules ont été étudiées par TEM et cryo-TEM [31]. Putaux *et al* montrent que la rétrogradation de l'amylose est un processus continu impliquant la formation de réseaux branchés constitués d'unités semi-cristallines, puis la condensation de ces réseaux en agrégats compacts semi cristallins.

La rétrogradation de l'amylopectine suit le même processus, sauf que les unités semi-cristallines correspondent à l'organisation des chaînes latérales de l'amylopectine.

Les structures cristallines rétrogradées sont de type B quelle que soit la macromolécule mise en jeu [32].

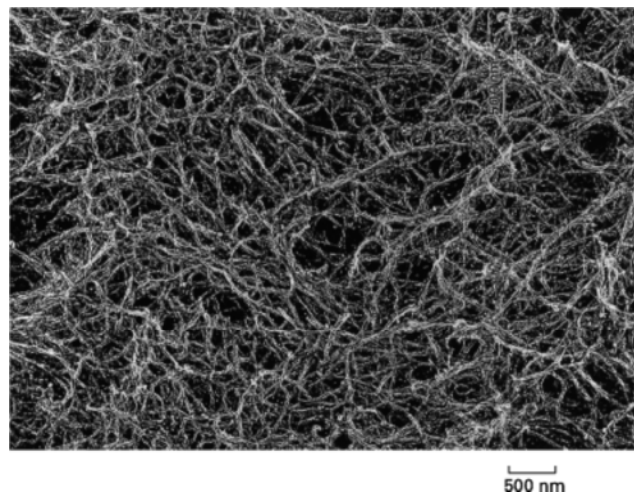


Figure I.10 : Structure du gel d'amylose [6].

B. Les amidons modifiés

Les premières modifications chimiques visant à réticuler l'amidon furent réalisées après

1940 : le but recherché était de modifier la texture du maïs cireux pour la rendre équivalente à celle du manioc.

Les modifications de l'amidon ont été ensuite développées pour « corriger » les défauts des amidons natifs, c'est-à-dire pour les adapter aux besoins des industriels de l'alimentation et aux exigences des consommateurs.

Deux grands types de réaction peuvent être distingués :

- ✓ réactions qui modifient la masse moléculaire du polymère : réactions de dégradation et réactions de réticulation.
- ✓ réactions qui modifient les propriétés (sans modification majeure de leur masse moléculaire) : réactions de stabilisation et réactions de fonctionnalisation [33].

Il existe différentes technologies qui permettent d'obtenir des amidons modifiés en changeant la structure de base d'une molécule d'amidon.

Les amidons modifiés sont des substances obtenues au moyen d'un ou plusieurs traitements chimiques d'amidon alimentaire. Ils peuvent avoir été soumis à un traitement physique ou enzymatique, et peuvent être blanchis ou fluidifiés par traitement acide ou alcalin [24].

B.1. Action de la chaleur et traitement acide

L'action conjuguée de l'acidité et de la température ($>100^{\circ}\text{C}$) permet une hydrolyse efficace. La coupure des chaînes d'amidon se font au hasard, d'où une action liquéfiante entraînant une diminution brutale de la viscosité.

Ces deux technologies permettent aux amidons d'être solubles dans l'eau froide, et d'obtenir des préparations dont l'épaississement reste modéré [24].

B.2. Traitement enzymatique

Il permet une plus large diversité dans la composition glucidique. L'amidon est hydrolysé par différentes espèces d'amylase (figure I.11)

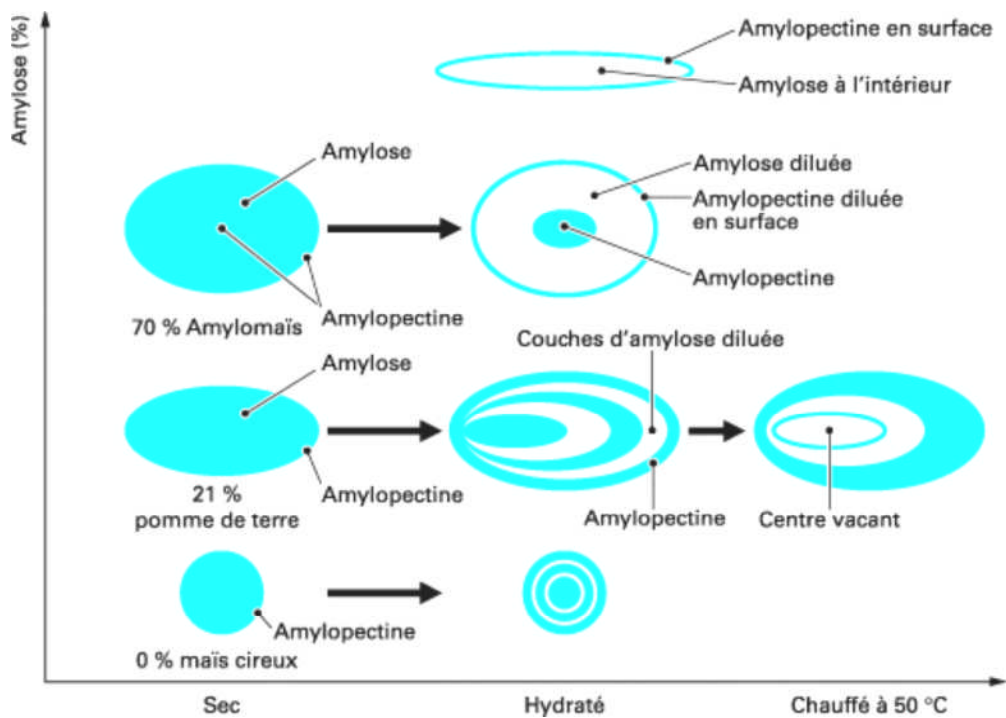


Figure I.11 : Modèle de localisation des fractions amylose, amylopectine dans des granules plus ou moins hydratés [24].

- L'alpha amylase : elle coupe les liaisons 1-4 des amyloses, au hasard, c'est une enzyme liquéfiante.
- La bêta amylase : elle libère surtout du maltose par rupture des liaisons 1-4 : hydrolyse saccharifiante, son action est stoppée au niveau des ramifications (1-6) de l'amylopectine.

L'amylo 1-4 glucuronidase : utilisé dans la fabrication du dextrose [33]: elle libère du glucose (dextrose) par rupture des liaisons (1-4)

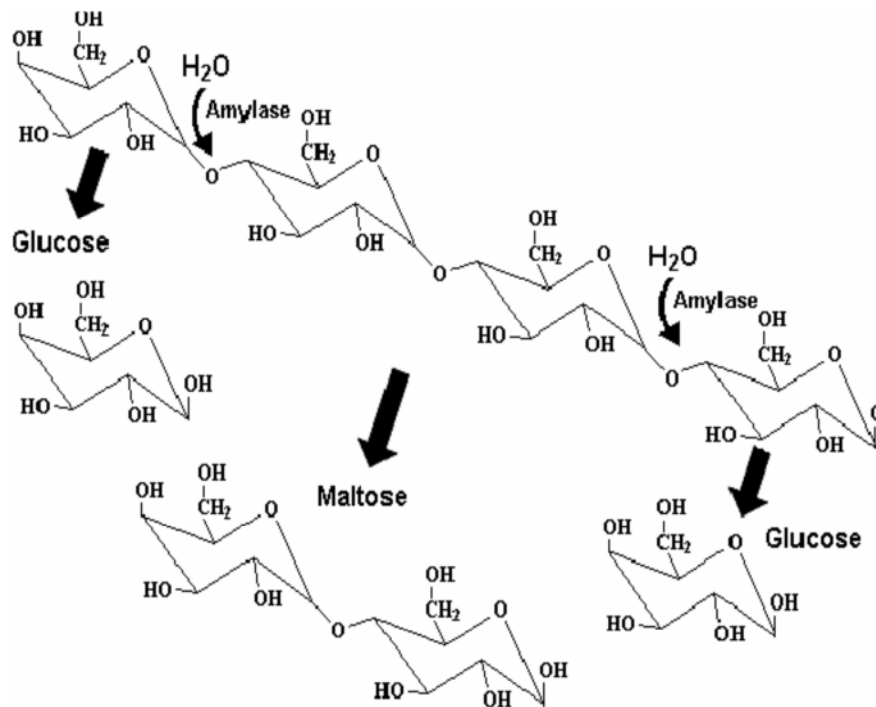


Figure I.12 : Digestion de l'amidon par l'amylase [24].

Nous pouvons classer les grains d'amidon en trois classes selon leur sensibilité aux attaques enzymatiques :

- ceux qui sont facilement attaqués (manioc).
- ceux qui résistent (maïs riche en amylose, pomme de terre).
- ceux dont la sensibilité est intermédiaire (maïs, orge et tapioca).

Les différences sont dues à la plus ou moins grande compaction des chaînes de l'amidon, qui détermine la capacité de diffusion des enzymes à l'intérieur du grain d'amidon. Cela est en accord avec le fait que l'amidon solubilisé est toujours plus sensible aux enzymes que l'amidon natif. En effet, lorsque l'amidon est solubilisé, les molécules d'amylose et d'amylopectine sont dispersées dans le solvant et donc accessibles aux enzymes. En revanche, dans l'amidon natif, ces molécules sont "organisées", compactes et donc difficilement accessibles aux enzymes [34].

B.3. Classification des amidons modifiés et propriétés

Les amidons modifiés font partie de la catégorie des agents de texture.

La texture est une caractéristique fondamentale d'un produit alimentaire. Dans les aliments "simples" (fruits, légumes, viande), elle contribue à leur spécificité au même titre que l'arôme et le goût. Dans les aliments complexes, elle peut être modifiée ou créée par un additif. C'est alors que des polyosides épaississants, gélifiants et stabilisants peuvent être utilisés [24].

B.3.1 Nature et origine

Il y a plus de 30 polyosides répertoriés à l'Union européenne avec un code E---- attribué de façon précise. Le tableau suivant regroupe quelques principaux polyosides utilisés comme épaississants, gélifiants ou stabilisants

Tableau I.3 : Principaux polyosides utilisés comme épaississants, gélifiants ou stabilisants [35].

	Carraghénances	Alginates	Pectines	Xanthane	Caroube	Amidon Modifiés
Code de Fonction	E 407 Gélifiant	E 401 Epaississant Et gélifiant	E 440 Gélifiant	E 415 Epaississant	E 410 Epaississant	E 1400 Epaississant
Origine	Algues	Algues	Pomme / Citron	Fermentation	Fermentation Graines	Graines et Tubercules

Comme nous pouvons le voir sur le tableau I.3, parmi les polyosides, nous distinguons :

- Les polyosides naturels
- Les polyosides modifiés ou semi-synthétiques, dérivés chimiques des premiers (Amidons et cellulose modifiés)

Tous ces produits sont des polymères, avec généralement des poids moléculaires élevés. Ils sont constitués d'enchaînement de sucres portant des substituant tels que les fonctions acides, carboxyliques, acétyles...etc. Ces molécules sont appelées également des hydrocolloïdes. Pour expliquer la fonction des amidons modifiés, nous avons choisi de décrire ces hydrocolloïdes d'une façon générale. Les hydrocolloïdes sont des molécules qui, à faible dose, sont capables délier une quantité importante d'eau, et par la présence de la phase aqueuse du produit alimentaire de modifier son comportement. Cette modification rhéologique dépend également de la molécule : longueur, rigidité, possibilité d'association [35].

On trouve aussi la soude et le borax comme deux matières premières qui rentre dans la fabrication des colles à base d'amidon.

I.6.2. Soude

I.6.2.1.Historique

L'hydroxyde de sodium provient du carbonate de sodium , appelé autrefois<<soude>>.Des égyptiens utilisaient déjà le carbonate de sodium , mélangé à la chaux pour synthétiser une base forte, l'ion hydroxyde OH⁻ en solution avec l'ion sodium Na⁺ .au

cours des siècles, plusieurs procédés ont été créés pour le synthétiser, comme le procédé Solvay, en 1861. L'hydroxyde de sodium est aujourd'hui essentiellement produit par électrolyse d'une solution de chlorure de sodium [37].

I.6.2.2. Identification

L'identification de la soude est regroupée dans le suivant :

Tableau I.4 : identification de la soude [37].

Numéro cas	N° 1310-73-2
Numéros CE	Index N° 011-002-00-6 EINECS N° 215-185-5
Synonyme	soude caustique

I.6.2.3. Utilisation

- ✓ Industrie des textiles artificiels.
- ✓ Fabrication de feuilles et films cellulosiques.
- ✓ Industrie de savon.
- ✓ Fabrication de nombreux produits chimiques.
- ✓ Raffinage du pétrole.
- ✓ Industrie des colles.
- ✓ Industrie métallurgique [37].

I.6.2.4. Propriétés :

- **Propriétés physiques**

- ✓ L'hydroxyde de sodium se présente sous la forme d'un corps solide blanc, translucide et très hygroscopique.
- ✓ L'hydroxyde de sodium est très soluble dans l'eau, la dissolution s'accompagne d'un important dégagement de chaleur.
- ✓ La solution aqueuse d'hydroxyde de sodium est des liquides incolores et transparents, d'aspect plus ou moins visqueux suivant la concentration [37].

- **Propriétés chimiques**

L'hydroxyde de sodium est un produit très hygroscopique qui fixe l'humidité de l'air, et dans ce cas, absorbe également le dioxyde de carbone.

L'hydroxyde de sodium est une base forte dont les solutions aqueuses, très alcalines, réagissent vivement avec les acides.

Avec les solutions étendues d'hydroxyde de sodium, le chlore donne de l'hypochlorite de sodium, avec les solutions concentrées et à chaude, il y a formation de chlorate. Le brome et l'iode réagissent de façon analogue.

L'hydroxyde de sodium est substance très réactive qui peut réagir très vivement avec de nombreux composés : aldéhyde acétique, acroléine, acrylonitrile, anhydride maléique...

Avec le 1, 2-dichloroéthylène et le trichloréthylène, il se forme du dichloroacétylène, composés qui peuvent exploser facilement.

En présence d'eau, L'hydroxyde de sodium réagit avec les nitroparaffines en donnant des sels qui sont explosifs à l'état sec.

Certains métaux, tels que le zinc, l'aluminium, l'étain, le cuivre, le plomb, ainsi que le bronze et le laiton, sont attaqués par les solutions aqueuse d'hydroxyde de sodium avec dégagement d'hydrogène.

Certaines catégories de plastiques, de caoutchoucs revêtements peuvent être attaquées par l'hydroxyde de sodium [37].

I.6.2.4. Récipients de stockage

Le fer et l'acier peuvent être utilisés pour les récipients devant contenir de la lessive caustique des concentrations plus élevées, ainsi que pour températures supérieures à 50°C environ, il faut avoir recours au nickel ou à un autre matériau plus résistant à la corrosion [37].

I.5.6.5. Son rôle dans la colle

La soude, dont le rôle est d'abaisser la température de gélification et de permettre ainsi un collage à plus grande vitesse.

I.6.3. Borax

I.6.3.1. Historique

Le borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), de l'arabe bawraqou du persan boûraq (blanc-brillant), est un minéral de bore appelé aussi tétraborate de sodium décahydraté ou borate desodium. Sa variante déshydratée $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ est appelée Tincalconite. Du minéral de borax se trouve généralement dans d'anciens lacs asséchés où l'eau s'est évaporée. Il a été utilisé dès le Moyen Âge, où il était importé du Tibet et connu sous des noms tels que tincar, tinkal, ou encore Chrysocolle, et arrivait en Europe par la route de la soie. Le borax est un sel inodore et incolore, qui se présente sous forme de paillettes ou de poudre. Il peut être irritant [38].

I.6.3.2. Identification

Le tableau (I.6) représente l'identification de borax :

Tableau I.5 : identification de borax [38].

Nom IUPAC	Tétraborate de sodium
N° CAS	1303-96-4 ($\cdot 10\text{H}_2\text{O}$)
	12179-04-3 ($5\text{H}_2\text{O}$)
N° E	E285
Apparence	Cristaux blancs ou poudre cristalline

I.5.3.3. Utilisation

- ✓ Fabrication du bore
- ✓ Industrie du verre
- ✓ Métallurgie
- ✓ Biocide
 - Autres utilisations
- ✓ Le borax entre dans la fabrication d'engrais, de savon, ... on le retrouve aussi dans les composants électroniques ou liquide de transmission.

On l'utilisait autrefois aussi en chimie analytique qualitative pour identifier les ions présents dans une solution : en humectant un peu de poudre de borax avec une goutte de solution au moyen d'une tige de platine et en portant le tout dans une flamme air-

méthane, on formait une masse pseudovitreuse (“la perle au borax “) dont la couleur orientait l’analyste sur la composition de la solution.

Les qualités ignifuges du borax sont recherchées dans le traitement des isolants naturels, comme par exemple la ouate de cellulose. Dilué dans l’eau, le sel de bore pénètre bien dans le bois et ne s’évapore pas. C’est un retardateur de flamme couramment utilisé aux Etats-Unis [38].

I.6.3.5.Réipients de stockage

Le tétraborate de disodium peut être stocké dans des emballages en papier, carton, polypropylène ou polyéthylène haute densité.

Matériaux déconseillés : métaux [39].

I.6.3.6.Son rôle dans la colle

C’est le borax qui provoque la montée en viscosité de la colle et détermine sa texture.

I.7.le procédés de fabrication des colles à base d’amidon

I.7.1.étapes de fabrication de la colle

La fabrication de la colle a l’échelle industrielle s’effectue par un procédés qui nécessite deux formulations:

- Préparation Première :

Etape 1 :

Introduction dans la cuve de préparation une quantité suffisante de l’eau puis on ajoute de l’amidon.

Etape 2 :

On prépare la solution caustique dans un silo puis on le transporte dans des cylindres vers la cuve de préparation.

Etape 3 :

On laisse le mélange précédant sous agitions durant 20 minutes.

- Préparation secondaire

Etape 4 :

Après les 20 minutes d'agitation on introduit de l'eau (une partie pour le lavage) et amidon, et on laisse le tout sous agitation pendant 7 min, et enfin on introduit le borax et on continue l'agitation pendant 3 minutes.

I.8. Domaine d'usage des colles

On applique la colle dans plusieurs domaines, et on trouve l'application sur papier carton parmi ses fortes applications.

I.8.1. Historique du collage :

Le collage est un procédé connu depuis la plus haute antiquité, son domaine d'emploi est extrêmement vaste [40]. Les nécessités de la construction aéronautique pendant la deuxième guerre mondiale, en particulier la difficulté d'assemblage des alliages métalliques par la soudure, ont orientaient les chercheurs avec l'apparition des résines vers l'emploi de ces dernières, pour réaliser les liaisons entre métaux en commençant par les assemblages secondaires puis les structures de bases [41].

I.8.2. Définition de collage

Le collage est un moyen d'assembler deux matériaux en appliquant entre eux un produit chimique, qui permet une enduction et le bon contact, pour donner un système solide et durable.

Pour réaliser cet assemblage, il est nécessaire de satisfaire deux conditions :

-la colle doit avoir une bonne adhérence pour s'accorder solidement sur les matériaux à assembler.

-la colle doit durcir pour « faire sa prise », c'est-à-dire développer sa cohésion [41].

I.8.3. Théories de collage :

L'adhésion ou le collage est une liaison entre deux surfaces, par des forces interfaciales. Les colles naturelles ou synthétiques sont des composés chimiques de poids moléculaires élevée, avec une résistance internes importantes, ce qui favorise la formation des liaisons de types physico-chimiques [41]. Il existe plusieurs théories pour expliquer ces phénomènes qui seront décrites plus loin [42].

I.8.3.1. Théorie mécanique :

Basée sur le réarrangement des substrats pour donner des forces intermoléculaire appelées force de VAN-DER-VAALS ; tels que :

- ✓ Forces de dispersion qui résultent de l'interaction de l'électron de polymère non polaire et ceux des substrats
- ✓ Forces d'induction due à la polarité des moléculaires de polymères, ce qui donne lieu à des forces électrostatiques entre la colle et le substrat [41].

I.8.3.2. Théories des forces de liaisons chimiques :

Ces liaisons sont formées grâce à la présence des atomes électropositifs et électronégatifs dans le métal .ce qui permet la formation des liaisons covalentes avec les atomes d'hydrogènes de la colle [41].

I.8.3.3. Théorie thermodynamiques :

Le mouillage dépend des tensions superficielles donc des valeurs d'angle de contact .Ce phénomène a été étudié par Yong [41].

I.8.3.4. Théorie de diffusion :

Cette théorie est basée sur la diffusion des molécules des polymères constituant la colle dans celles de substrats en donnant un ensemble dur [41].

I.8.4. Les étapes de collage

La description de l'évolution d'une colle amyliée pendant son trajet sur onduleuse introduit ici des phénomènes critique qui font l'objet d'études détaillées d'optimisation des systèmes colle-procédés.les transformations de l'amidon pendant le processus de collage sont similaires qu'il s'agisse de la simple face ou de la double face. En simple face, le temps nécessaire à la gélatinisation complète est court : de l'ordre 1 /10 de seconde à la vitesse de 300 m/min. en double face, le processus de collage est plus progressif, il faut alors environ 1 seconde pour obtenir l'éclatement des grains d'amidon dans les même conditions de vitesse. Nous retiendrons ici le cas de la simple face, caractérisé à partir de son application sur les sommets de cannelure. Nous avons distingué quatre étapes singulières, nécessaires à la compréhension des phénomènes mis en jeu [43].

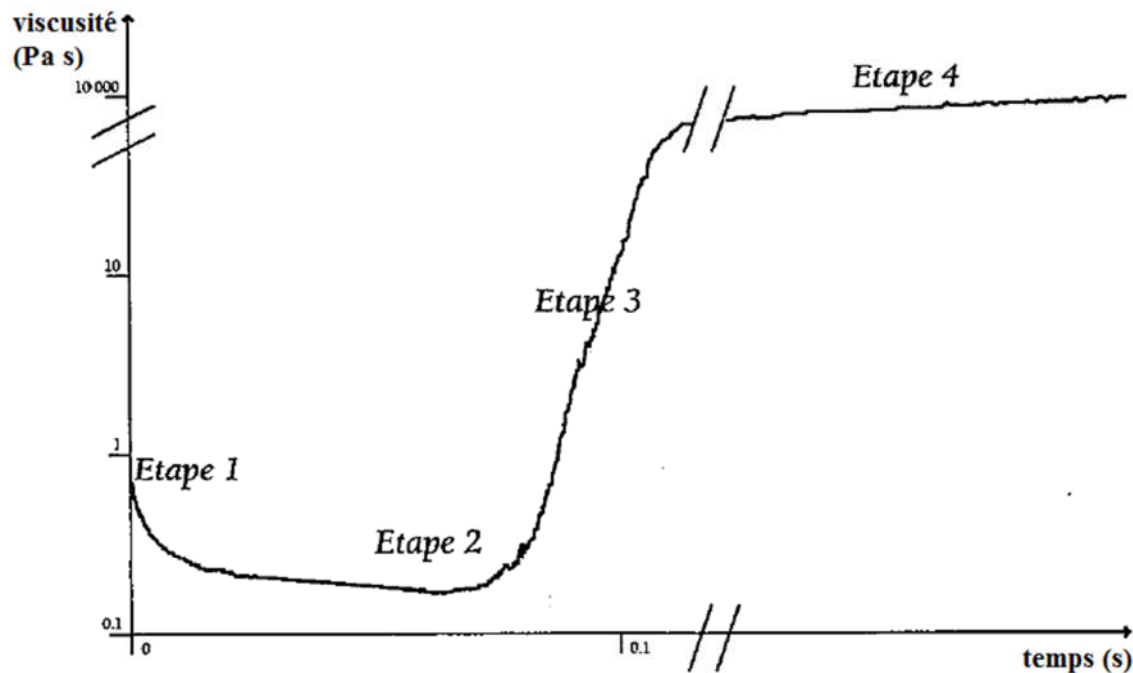


Figure I.13 : Viscosité d'une colle amyliée pendant son trajet thermique sur onduleuse [43].

- **Étape 1 de collage :**

Dans cette étape, l'adhésif vient de subir un cisaillement important lors du laminage entre les rouleaux docteur et applicateur et aussi pendant la prise de colle. A ce moment précis, une texture adaptée de la colle joue un rôle déterminant sur le centrage du joint sur les sommets de cannelure (voir la photo correspondant à la dépose et au centrage du joint de colle). Un joint de colle bien centré est synonyme d'efficacité de la colle déposée, localisée où c'est nécessaire.

A l'étape 1, la figure I.14 montre la fluidification de la colle : c'est la partie amyliée soluble qui est responsable de cette évolution sous l'effet du transfert de chaleur issu du papier cannelure : cette chute de viscosité facilite son mouillage. la planche photo montre la colle déposée pas encore soumise à la pression dans laquelle on distingue les grains d'amidon de maïs, non éclaté, qui occupent un espace important [43].

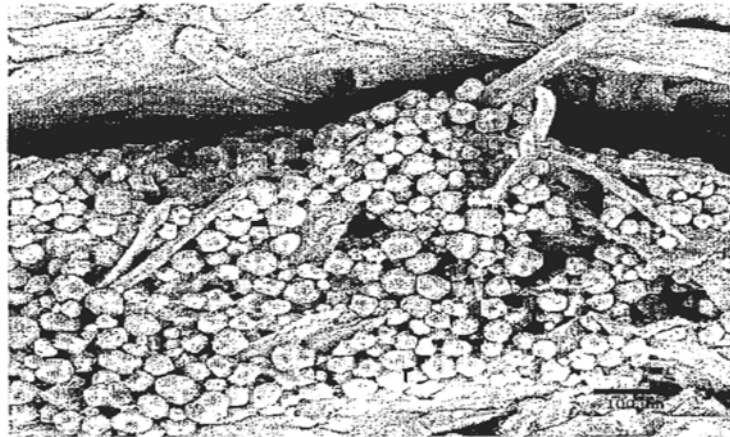


Figure I.14 : Micrographie d'un joint de colle-Etape 1[43].

- **Étape 2 de collage :**

Dans cette étape, la mise en contact des papiers se produit ensuite par la presse lisse et le cylindre cannelé. L'adhésif pénètre alors dans chacun des papiers. Cette étape est primordiale pour la qualité du collage. Une pénétration superficielle amènera un joint fragile. À ce niveau, la microscopie électronique montre que l'adhésif comporte encore de nombreux grains d'amidon non éclatés et occupent un espace important [43].

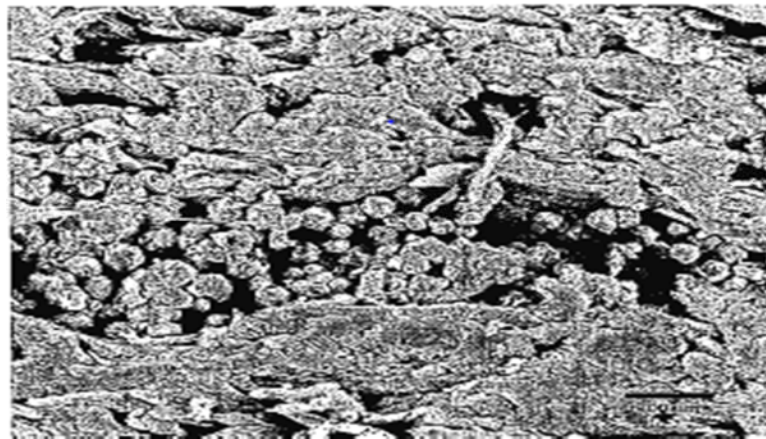


Figure I.15 : Micrographie d'un joint de colle-Etape2 [43].

- **Étape 3 de collage :**

Durant cette étape, la transmission de chaleur des cylindres vers la colle entraîne une augmentation rapide de viscosité due à la solubilisation des granules d'amidon dès la température de gélification atteinte. Cette augmentation de viscosité crée ce qu'il est convenu d'appeler le collage à vert. De la vitesse d'augmentation de cette viscosité dépendra la résistance du joint de colle aux efforts mécaniques. La micrographie à l'étape 3 montre l'état du

joint de colle à la fin de cette étape où l'on constate que presque tous les grains sont éclatés [43].

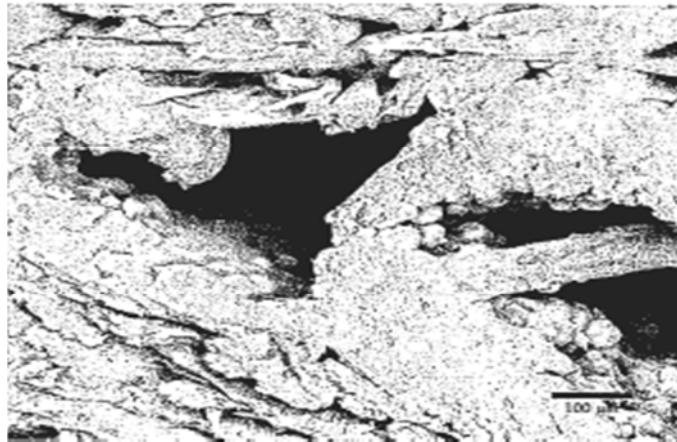


Figure I.16 : Micrographie d'un joint de colle-Etape3 [43].

- **Étape 4 de collage :**

Enfin la dernière étape est celle de déshydratation de colle. A ce stade, l'amidon a été parfaitement solubilisé comme on l'observe à l'étape 4. Au point de contact, les papiers cannelure et couverture semblent ne plus être qu'un seul et même composant. Cette étape n'est souvent réalisée que partiellement sur machine et se parfait lors du stockage des plaques de carton en piles [43].

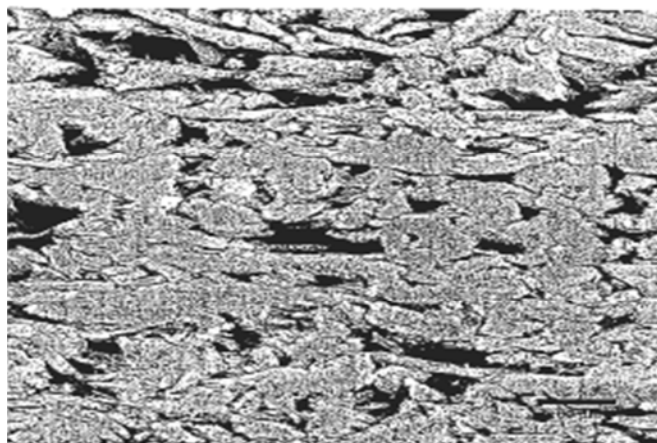


Figure I.17 : Micrographie d'un joint de colle-Etape 4[43].

Chapitre II

Présentation de l'SPA General
Emballage

Chapitre II : Présentation de l'SPA Général Emballage.

Général Emballage est l'une des entreprises algériennes, qui se sont imposées sur le marché. Elle est la première société privée dans l'industrie du carton ondulé sur le marché algérien.

II.1. Historique de l'entreprise Général Emballage.

Suit à la nouvelle politique économique adoptée par l'Algérie et qui encourage les investissements dans l'industrie, plusieurs entreprises privées sont nées, Général Emballage est l'une d'elles.

Cette société de nature juridique Sarl a été créée le 01 août 2000 par décision APSI N 13051 du 06 juin 1998 à la zone d'activité Taharacht, Akbou, Bejaia par Monsieur Mohand et Ramdane BATOUCHE avec un capital social départ de 32 millions de dinars algériens. Les travaux de construction de bâtiment ont débuté en août de la même année et sont réalisés par des entreprises algériennes. En 2002, les équipements de fabrication importés d'Espagne furent installés, la société qui a commencé à fabriquer ses premiers produits en juin de la même année c'est-à-dire 2002.

Le capital de l'entreprise a été porté à 70 millions de dinars algériens en 2005, puis à 150 millions de dinars algériens en 2006 et ensuite 102,32 millions de dinars en 2007.

L'assemblée générale des actionnaires de la société tenue le 03 juin 2009 a décidé de modifier la société en société par action (SPA) et à augmenter le capital par l'intégration de deux nouveaux associés (MAGHREB PRIVATE EQUITY FUND).

Le capital de SPA Général Emballage a été porté à deux (02) milliards de dinars algériens par conversion par conversion du compte courant associé suite à la résolution N02 de l'Assemblée Générale extraordinaire le 30 juin 2009 [44].

II.2. Localisation

La SPA Général Emballage est implantée au niveau de la Zone d'activité de Taharacht, située à 5 km au Nord-est du chef-lieu de la commune d'Akbou. D'une superficie de 24 Ha, elle est véritable carrefour économique vu le nombre d'unités industrielles qui exercent différents domaines.

Les installations de la société occupent une assiette foncière d'une superficie de 25 175,00 M carré les limites de la société sont les suivant :

- ✓ Au Nord : lot inoccupé.
- ✓ Au Sud : projet d'une unité industrielle.
- ✓ Au l'Ouest : chemin de servitude interne de la zone.
- ✓ Au l'Est : Oued Tifrit.

Le site est accessible à partir de la R.N 26 (pont d'Oued Tifrit) sur une longueur de 1,5 Km, en empruntant le C.W.141, menant vers Seddouk.



Figure II.1 : localisation de l'SPA G.E.

II.3.Activité principale

Fabrication et transformation de carton ondulé.

II.3.1.Mission Général Emballage.

La mission de General Emballage est de satisfaire sa clientèle plus en plus exigeante en matière d'Emballage et de plaque en carton ondulé.

Parmi ces produits fabriqués on trouve :

- ✓ Plaque de carton ondulé.
- ✓ Caisse à fond automatique.
- ✓ Caisse télescopique.

- ✓ Barquette à découpe spéciale [44].

II.3.2. Estimation et objets

Les moyens utilisés permettent de faire face à la demande actuelle, afin d'augmenter ses parts de marché, répondre dans les délais à la demande de plus en plus croissante et augmenter ses capacités de production, pour cela la SPA a entrepris des négociations pour l'acquisition d'une nouvelle ligne de transformation et pour l'extension de l'espace de stockage des matières premières et des produits finis [44].

II.4. Capacité de production de la Spa Général Emballage.

En 2008 général emballage a acquis deux nouvelles usines de transformation ; une à Sétif au mois de juin et une à Oran au mois d'avril. Les équipements de l'entreprise sont :

- 2002 : une ligne onduleuse et une de transformation TECASA 2800A.
- 2004 : une ligne de transformation TECASA 2400.
- 2005 : une ligne de transformation TECASA 2800B et deux platines à porte feuilles.
- 2006 : une ligne synchronisée (impression et découpe à plat ; CAVIFES/TMZ)

Une AUTO PLATINE BOBST.

Une AUTO PLATINE COBRA.

- 2007 : une PLIEUSE COLLEUSE.
Une ligne MARTIN 924 MEDELINÉ au mois de juin.
Une ligne de transformation TECASA 2400 à Sétif.
Deux lignes SPO de BOOST 3 couleurs fin 2007 l'une à Sétif et l'autre à Oran.
Martin Flexo Folde Gluer 924 Fineprinting.
- 2011 : martin Flexo Folder Gluer 618 Quatro
Presse imprimeuse Master Flex-L
Presse Auto Platine Master Cut-2.1
- 2012: Ligne Onduleuse Complete 2500mm [44].

II.5. Evolution des effectifs de l'entreprise G.E.

Le tableau suivant représente l'évolution des capacités de production de l'entreprise G.E à partir de 2002 jusqu'à 2011, selon le développement des techniques de production pour augmenter sa capacité de production.

Tableau II.1 : l'évolution des capacités de production de l'entreprise G.E [44].

Année	Effectif
2002	83
2003	165
2004	176
2005	185
2006	318
2007	439
2008	479
2009	585
2010	630
2011	698

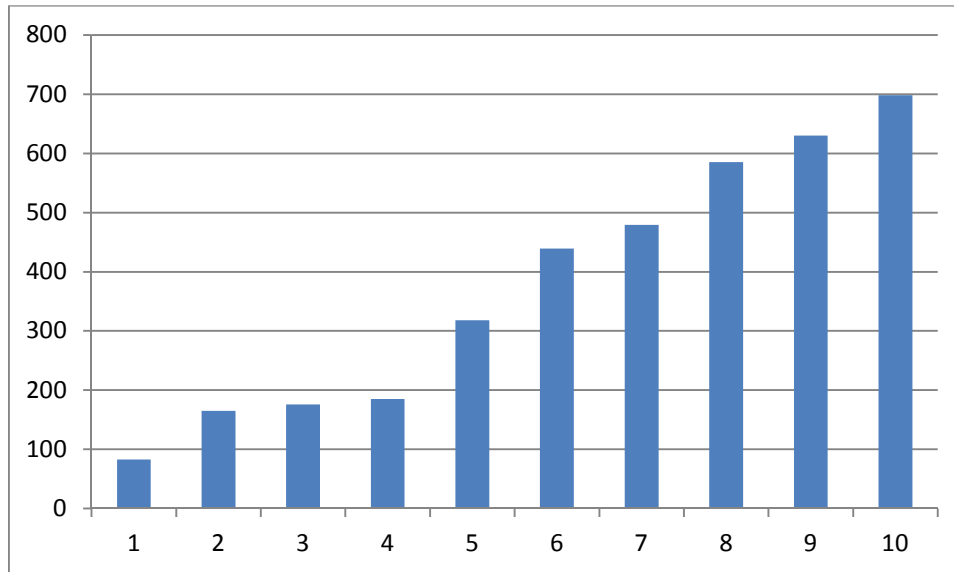


Figure II.2 : Évolution des effectifs le l' Spa Général Emballage [44].

II.6. Organisation de la SPA Général Emballage.

L'entreprise à adoptée une démarche marketing et commerciale, où toute sont et focalisée autour de la demande ; c'est-à-dire la satisfaction et la fidélisation de la clientèle en recherchant l'excellence de qualité des produits.

La société est composée actuellement de sept directions et trios départements :

- Direction général.
- Direction d'usine Sétif.
- Direction d'usine Oran.
- Direction maintenance.
- Direction commerciale.
- Direction finance et comptabilité.
- Direction des ressources humaines.
- Département technique.
- Département production.
- Département approvisionnement [44].

Chapitre III

*Mise en œuvre expérimentale et
techniques d'analyses*

Chapitre III : Mise en œuvre expérimentale et techniques d'analyses

Dans ce chapitre nous présenterons les matériels utilisés dans le cadre de cette étude sans omettre, bien sur, d'exposer les diverses techniques utilisées pour caractériser les matières premières utilisées et la colle préparé ainsi que les méthodes d'analyses et les protocoles expérimentaux qui s'en suivirent pour une bonne quantification et compréhension des résultats obtenus.

III.1. Matériels et réactifs.

III.1.1. Matériels utilisés

- **Viscosimètre brookfield :**



Figure III.1 : Viscosimètre brookfield

Les viscosimètres rotatifs Brookfield sont devenus un standard dans pratiquement toutes les industries. Ils mesurent la viscosité en analysant le couple exigé pour faire tourner un mobile à une vitesse constante dans un liquide immergé. Le couple est proportionnel à la traînée visqueuse sur le mobile donc à la viscosité de l'échantillon.

Les viscosimètres Brookfield constituent le standard dans l'industrie pour la détermination de la viscosité absolue de tous les types de liquides avec des viscosités aussi grandes que 320 millions de centipoises. BYK-Gardner offre des modèles numériques pour des fluides de basse, moyenne, et grande viscosité [45].

- **Viscosimètre utilisé au niveau de l'Spa Général Emballage (viscosimètre de Lorie).**

Ce viscosimètre est un cylindre en métal de longueur de 16 cm et de volume total de 300ml ; il à des extrémités internes qui occupent entre eux un volume de 100ml, la surface au bout inferieur du ce cylindre il y a un petit orifice de diamètre de 2 mm.



Figure III.2 : viscosimètre de Lorie.



Figure III.3 : Deux extrémités internes de viscosimètre.



Figure III.4 : Vue dessous de viscosimètre.

II.1.2. Produits et réactifs chimiques.

- amidons de Maghnia et Cargill de formule chimique $(C_6H_{10}O_5)_n$;
- Soude caustique (NaOH) ;
- borax ($Na_2B_4O_7 \cdot 5H_2O$) ;

III.1.3. Propriétés physico-chimiques des matières premières utilisées.

Les caractéristiques physico-chimiques essentielles des amidons, la soude et le borax tels qu'elles sont mentionnées sur la fiche technique de l'entreprise, sont présentées dans les Tableaux III.1 et III.2, III.3, III.4 et III.5 respectivement.

a-Amidon de Maghnia

Tableau III.1 : Propriétés physico-chimiques de l'amidon de Maghnia. [47].

Aspect	Neutre
Taux d'humidité	10 à 13%
Taux de protéines brutes	1% au maximum
Taux de protéines solubles	0.1% au maximum
Taux de matières grasses	0.3% au maximum
SO ₂	50ppm au maximum
pH	4.8 à 6

b- Amidon de Cargill.**Tableau III.2 :** Propriétés physico-chimiques de l'amidon de Cargill [48].

Aspect	Neutre
Taux d'humidité	10 à 13%
Taux de protéines solubles et brutes	0.4 % au maximum

c- la soude caustique.**Tableau III.3:** Propriétés physiques de la soude caustique [37].

Masse molaires	40.01g/mol
Points de fusion	318.4°C
Point d'ébullition	1390°C a la pression atmosphérique.
Densité (D_4^{20})	2.31
Pression de vapeur	0.13KPa à 793° C. 2.67KPa à 953 °C. 13.3KPa à 1111° C. 53.3KPa à 1286 °C.

d- Borax.

Le borax a plusieurs propriétés physico-chimiques qui sont importantes lors de préparation d'une colle à base d'amidon et ces propriétés sont regroupées dans les tableaux (III.7, III.8) suivants :

- **Propriétés physiques**

Tableau III.4. : Propriétés physiques de borax [38].

T° fusion	75°C (décahydrate)
T°ébullition	320°C (décahydrate)
Solubilité dans l'eau à 20°C	5.1 g /100ml (décahydrate)
Masse volumique (eau=1)	1.7 (Décahydrate)

- **Propriétés chimiques**

Tableau III.5: Propriétés chimiques de borax [38].

Formule brute	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	
Masse molaire	$381,372\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$	
	H 5,29 %	B 11,34 %
	Na 12, %	O 71,32 % [3]

III.2 Caractérisations physico-chimiques de la colle et ces matières premières (amidon, borax).

Afin de caractériser les trois matières premières utilisées dans ce travail à support plusieurs méthodes d'investigations (DRX, IRTF) sont utilisées.

III.2.1 Diffraction des Rayons X (DRX)

La composition minéralogique des matières premières est déterminée par la diffraction des rayons X (DRX), qui est une technique d'analyse nécessaire à l'identification et à la détermination qualitative des différentes phases minéralogiques

Les analyses de diffraction des rayons X ont été effectuées sur un appareil de type X Pert Pro Panalytical en utilisant la raie $K\alpha_1$ du cuivre de longueur d'onde $\lambda = 1,540598 \text{ \AA}$. Les diffractogrammes ont été enregistrés de 0° à 80° (2θ) avec un pas de $0,01^\circ$ [49].

- **Matériel utilisé et principe de fonctionnement :**

Le principe général de la méthode consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X, et à suivre l'intensité de ces rayons qui est diffusée selon l'orientation dans l'espace. Les rayons X diffusés interfèrent entre eux, l'intensité présente donc des maximums dans certaines directions ; on parle alors du phénomène de diffraction. On enregistre l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation 2θ du faisceau ; les résultats sont représentés sur des diffractogrammes.

L'identification des phases cristallines par diffraction des rayons X est rendue possible grâce aux périodicités de l'arrangement atomique, structure, des cristaux. Ces périodicités

sont dues à un empilement de plans identiques dans un cristal et sont décrites par des longueurs correspondantes aux distances entre les plans d'empilements. Cette distance entre les plans réticulaires est nommée distance réticulaire ou d_{hkl} , ou les indices hkl désignent la direction considérée dans le cristal. Selon la loi de Bragg :

$$2d_{hkl} \sin\theta = \lambda \quad [50].$$

Avec :

$$\left\{ \begin{array}{l} \lambda : \text{L'intensité détectée.} \\ 2\theta : \text{l'angle de déviation.} \\ d_{hkl} : \text{distance réticulaire.} \end{array} \right.$$

III.2.2 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) est une méthode d'analyse basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau [51].

Les spectres IRTF des différents échantillons ont été réalisés à l'aide d'un spectromètre SHIMADZU FTIR 8400, sur une gamme de 400 à 4000 cm^{-1} avec une résolution de 4 cm^{-1} . Les analyses ont été faites sur des échantillons pastillés, préparés après broyage et mélange intime avec une poudre de KBr dont l'échantillon ne représente que 1%.

III.2.3 Humidité des amidons

- **Principe et mode opératoire:**

L'humidité est la quantité d'eau (eau libre) contenue dans un échantillon en poudre, dont l'évaporation est obtenue par séchage à 105°C pendant 24 heures.

Une prise d'essai de 3g de chaque type d'amidon « cargill ; maghnia »,

($m_{1 \text{ cargill}}, m_{2 \text{ cargill}} ; m_{1 \text{ maghnia}}, m_{2 \text{ maghnia}}$) a été séchée dans une étuve de type Mamert à 105°C pendant 24 heures. Le taux d'humidité est exprimé par la relation suivante

$$\%H_2O = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1 - T} \times 100$$

Avec :

m₁ : masse de l'échantillon initial plus la masse de verre de montre.

m₂ : masse de l'échantillon après séchage à 105°C pendant 24 heures.

T : la masse de verre de montre. (g). [49]

III.2.4 Perte au feu des amidons

- **Principe et mode opératoire :**

La perte au feu est la quantité de matière qui est volatilisée lors de sa mise au four à une température de 1050°C pendant 3heures, ces matières volatilisées sont principalement l'eau de constitution, les carbonates, les sulfures, les matières organiques etc.... [49].

Une prise d'essai de 1g de chaque matière première séchée à 105°C a été mise dans un four de type« Nebertherm », porté à une température de 1050°C pendant une heure. La montée de la température à 1050°C se fait pendant 2heures et le palier de température a 1050°C se fait pendant 1 heure [49].

La perte au feu est calculée par la relation suivante : [49].

$$\%P.A.F = S \times \frac{(100 - \%H_2O)}{100}$$

Avec :

$$S = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100$$

m₃ : poids de l'échantillon initial séché à 105°C

m₄ : poids de l'échantillon après sa calcination à 1050°C.

III.2.5 Viscosités des colles.

La viscosité est une autre propriété des fluides qu'il faut bien comprendre pour décrire divers phénomènes dans les équipements mécaniques, comme les pertes de pression dans la tuyauterie dues au frottement ou à la lubrification des roulements.

La viscosité est une mesure de la résistance qu'oppose le fluide à l'écoulement, en raison de son frottement interne [50].

On mesure la viscosité de deux façons : dynamique (absolue) et cinématique. Ces deux paramètres sont liés entre eux, car on obtient la viscosité cinématique en divisant la viscosité dynamique par la masse volumique.

Dans cette partie et afin de garder les choses simples, nous parlerons uniquement de viscosité absolue quand nous expliquerons le frottement des fluides dans les circuits de tuyauterie. Par conséquent, dans le texte qui suit, quand nous parlons de viscosité, il s'agit de viscosité dynamique.

L'unité de base de la viscosité est le pascal-seconde (Pa·s). La viscosité d'un fluide vaut 1 Pa·s si une force de 1 N est requise pour déplacer un plan de 1 m² du fluide quand le changement de vitesse entre les couches adjacentes du fluide est de 1 m/s sur 1 m. On utilise également une unité mille fois plus petite, appelée le centipoise (cP). Pour avoir une idée de l'ordre de grandeur de cette unité, disons que la viscosité de l'eau à 20°C est d'environ 1 cP.

La viscosité des liquides est beaucoup plus grande que celle des gaz ou de la vapeur. Pour tous les fluides, la viscosité augmente avec la pression. L'effet de la température est toutefois plus important, et il dépend du type de fluide : l'augmentation de température réduit la viscosité d'un liquide, tandis qu'elle accroît la viscosité d'un gaz. Nous expliquons ci-dessous cette différence [50].

La résistance d'un fluide au cisaillement (c.-à-d. la viscosité) dépend de sa cohésion et de la vitesse de transfert de la quantité de mouvement moléculaire. La cohésion désigne les forces d'attraction entre les molécules voisines. Quand le fluide se dilate à cause de l'augmentation de la température, les molécules s'écartent et la cohésion diminue. Le transfert de la quantité de mouvement moléculaire est dû aux mouvements aléatoires des molécules du fluide qui vont et viennent entre les différentes couches. Ce transfert tend à égaliser les vitesses des couches adjacentes, et donc s'oppose à leur mouvement relatif. Dans les liquides, les molécules sont beaucoup plus rapprochées que dans les gaz. Par conséquent, la cohésion est la cause dominante de la viscosité, et comme la cohésion diminue avec la température, il

en va de même pour la viscosité. Par contre, les forces de cohésion sont très faibles dans un gaz. La majeure partie de la résistance au cisaillement dans un gaz est attribuable au transfert de quantité de mouvement moléculaire. Plus la température est élevée, plus ce transfert est grand, car les molécules se déplacent plus rapidement. Par conséquent, la viscosité d'un gaz augmente avec la température [50].

Dans ce test on va déterminer la variation de deux types de viscosités (La viscosité dynamique et La viscosité cinématique) en fonction de la température.

Le but de ce test est de connaître le point de gélification de chaque type de colle.

III.2.5.1. Préparation de la colle d'amidon au niveau de laboratoire

- **Mode opératoire**

Dans un bécher de 1000ml on verse environ 150ml d'eau distillés chauffés à 40°C, puis on ajoute 20g d'amidon de Cargill, en parallèle on dissout 3.4g de la soude dans 15ml d'eau froide; à l'aide d'une éprouvette de 10ml on prends 10ml de cette solution (NaOH) qu'on ajoute au mélange (eau+amidon), on met le bécher dans bain marri en variant à chaque préparation la température de 30 à 40°C avec un pas de 2°C, et sous agitation pendant 20min, à la fin de cette agitation on verse environ 380ml d'eau distillé (chauffé à 40°C) ensuite on verse 140g d'amidon de et on laisse le tout sous agitation durant 7 à 8 min et enfin on ajoute 1g de borax et on arrête l'agitation après 3 à 4 min.

On refait ces étapes de préparation de colle avec l'eau adoucie et l'eau de l'usine pour l'amidon Cargill.

On refait le même mode opératoire mais cette fois ci avec l'amidon de Maghnia.

III.2.5.2. Viscosité dynamique :

La viscosité dynamique d'un fluide homogène est la force par unité de surface qu'il faut appliquer à une surface plane solide plongée dans ce fluide pour la déplacer dans son plan tout en maintenant une différence de vitesse égale à l'unité entre la surface plane considérée et un plan parallèle à cette surface pris dans le fluide à une distance de la surface égale à l'unité. Cette grandeur est généralement désignée par η [50].

- **Mode opératoire**

- ✓ On règle le niveau horizontal du viscosimètre à l'aide d'une bulle à niveau.
- ✓ On verse la colle dans le bécher, et on le met dans le bain marie, puis on plonge le « grêle » du viscosimètre (qui sera centralisé au niveau du bécher).
- ✓ Après stabilisation de l'aiguille de l'appareil, on note la valeur obtenue.

III.2.5.3. Viscosité cinématique :

La viscosité cinématique d'un fluide est égale à sa viscosité dynamique divisée par sa masse volumique. Cette grandeur est généralement désignée par ν .

La viscosité cinématique d'un liquide se mesure souvent par sa vitesse d'écoulement à travers un ajutage calibré. A l'échelle industrielle Le nombre de seconds servants à mesurer la viscosité cinématique [50].

- **Mode opératoire**

Pour mesurer la viscosité cinématique de chaque type de colle à base d'amidon qu'on a déjà préparé, on a utilisé le viscosimètre de Lorie.

On a rempli le viscosimètre avec la colle puis on a pris à l'aide d'un chronomètre le temps d'écoulement de la colle entre deux extrémités de viscosimètre.

III.2.6. la densité des colles.

La masse volumique (parfois appelée densité) est une autre propriété de base des fluides. La masse volumique (désignée par la lettre grecque rho – ρ) est définie comme étant la masse (m) d'une unité de volume (V). Son unité de base est le kg/m^3 .

Mathématiquement, cela s'exprime comme suit :

$$\rho = m/V.$$

À toute fin pratique, on considère les liquides comme étant incompressibles, c.-à-d. que la pression n'a pas d'effet sur leur volume et leur masse volumique.

Bien que cela ne soit pas vrai dans l'absolu, ces modifications sont négligeables.

Toutefois, on ne peut pas ignorer l'effet de la température sur la masse volumique des liquides, car les liquides se dilatent et se contractent lorsque la température change.

La pression et la température influent toutes deux sur la masse volumique des gaz.

Si on garde la température constante et on augmente la pression, la masse volumique augmente. Si on garde constante la pression et on augmente la température, la masse volumique diminue [50].

- **Mode opératoire**

Sur une balance adaptée, on réalise les trois pesées suivantes :

- ✓ pycnomètre rempli de la colle jusqu'au trait de jauge : M_L
- ✓ pycnomètre rempli d'eau distillée jusqu'au trait de jauge : M_e
- ✓ pycnomètre vide et sec : M_v

La masse de colle contenu dans le pycnomètre se déduit par différence : $m_L = M_L - M_v$

De même, nous pouvons exprimer la masse d'eau contenue dans le pycnomètre : $m_e = M_e - M_v$

L'expression de la densité du liquide est donc :

$$d = m_L / m_e = (M_L - M_v) / (M_e - M_v)$$

III.2.7 Point gel des amidons.

Que ce soit pour la cristallinité des amidons ou leurs propriétés thermiques, l'eau joue un rôle majeur. En effet, à température ambiante les grains d'amidon sont insolubles. Par contre à des températures plus élevées, le grain d'amidon va passer par différents états caractéristiques successifs. A température ambiante, l'humidité relative de l'atmosphère influe sur la cristallinité ce qui montre bien la perméabilité du grain vis-à-vis de l'eau. C'est le phénomène de sorption. Dès que l'on atteint une température avoisinant 50-60°C, le phénomène d'empesage se produit. Enfin, en revenant à température ambiante, il y a gélification par rétrogradation de l'amidon [52].

- **Mode opératoire**

On a chauffé 380ml d'eau distillée à 40°C, puis on a ajouté une quantité de 160g d'amidon de Cargill.

En suit, on a lancé l'agitation pendant une durée de 5min jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène.

A l'aide de viscosimètre de brookfield on a mesure les viscosités de mélange préparé en variant la température de mélange dans un intervalle de 30 °C jusqu'a 80°C avec un pat de 5°C.

On refait ces étapes de préparation de mélange (eau+amidon) avec l'eau adoucie et l'eau de l'usine pour l'amidon Cargill.

On refait le même mode opératoire mais cette fois ci avec l'amidon de Maghnia.

III.2.8. l'extrait sec des colles.

Beaucoup d'adhésifs pour emballages sont des dispersions ou des solutions de polymères dans un liquide porteur qui est le plus souvent de l'eau (rarement du solvant).

L'extrait sec (ES) est la teneur en matières actives de la colle, c'est-à-dire un rapport de masses m (exprimé en %)

$$ES = \frac{m_{\text{polymère de base}} + m_{\text{résines}} + m_{\text{charges}} + m_{\text{additifs}}}{m_{\text{totale de colle}}} * 100$$

Le complément à 100 % indique alors le pourcentage de liquide porteur, lequel s'évapore ou est absorbé par les matériaux pendant le collage.

En général, les colles et les adhésifs pour emballages ne contiennent pas de charges minérales, comme c'est le cas avec d'autres adhésifs. Leur extrait sec est donc constitué uniquement de matières actives.

- L'extrait sec conditionne le prix de revient de la colle mais aussi son efficacité car, s'il est trop faible, on risque d'avoir trop peu de matières actives dans le joint de colle.
- L'extrait sec conditionne également la prise de la colle et il doit être choisi en fonction du pouvoir d'absorption des matériaux.
- L'extrait sec des colles doit toujours être indiqué par les fabricants. Il peut être calculé à partir de la pesée d'une certaine quantité d'adhésif, avant et après séchage complet à une température de 105°C. Les valeurs m_{humide} et m_{sec} obtenues permettent d'effectuer le rapport qui donne la valeur *ES* : [3].

$$ES = \frac{m_{\text{sec}}}{m_{\text{humide}}}$$

- **Mode opératoire**

On a pesé 2g de la colle de maghnia et 2g de la colle de Cargill, puis on a les étaler sur des papiers aluminiums jusqu'à avoir une couche mince et uniforme.

Ensuite on a introduit ces 2g de colle de maghnia dans une étuve de laboratoire (laboratoire de contrôle de qualité de ramdy), réglé à une température de 105°C, puis on a lancé la manipulation jusqu'à l'arrêt de la machine.

Les mêmes étapes sont reproduites pour la colle de Cargill.

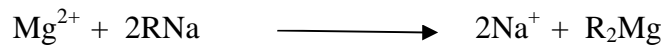
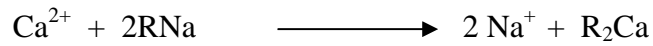
- **L'adoucissement de l'eau d'usine.**

L'adoucissement de l'eau donne alors des meilleurs résultats que l'eau de l'usine de G.E brut. Cette eau adoucie sert à éliminer la dureté totale de l'eau. Constituer par le sulfate de calcium (CaSO_4) et de magnésium (MgSO_4), chlorure de calcium (CaCl_2) et de magnésium (MgCl_2) ainsi que les bicarbonates ($\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$, $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$).

Les bicarbonates de Ca et de Mg produisent des bicarbonates de Na. La résine opère les échanges tant qu'elle dispose d'ions Na^+ dont le nombre diminue au fur à mesure que le volume d'eau traitée augmente. Il arrive donc un moment où la résine ne peut pas fixer tout le calcium et le magnésium qui lui est fournis par l'eau brute et elle laisse subsister une dureté de plus en plus grande dans l'eau traitée lorsque cette dureté dépasse la valeur qu'on lui à

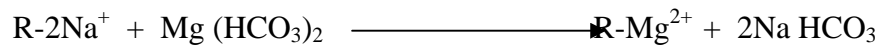
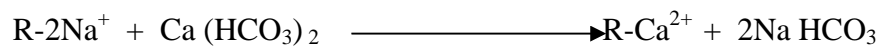
fixer d'admettre, on dit que la résine est épuisée c'est-à-dire que sa formule est devenue R-Ca²⁺ ou R-Mg²⁺, et à ce moment il faut procéder à la régénération de la résine

L'eau brute passe à travers un lit de résine cationique R-Na préalablement chargé de sodium (Na⁺), qui échange les ions calcium (Ca²⁺) et magnésium (Mg²⁺), responsable de la dureté de l'eau. La réaction de base est comme suit :



Tous les sels de l'eau traitée sont transformés en sels de sodium.

- Dans le cas des bicarbonates :



Chapitre IV

Résultats et discussions

CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSIONS

L'objectif de la première partie de ce chapitre consiste à caractériser les amidons et le borax utilisés dans l'élaboration de la colle par différentes techniques (analyse par diffraction des rayons X (DRX) ; analyse par spectroscopie IRTF, etc). La deuxième partie est consacrée à l'étude de propriétés rhéologique des amidons et des colles préparées en fonction de 3 types d'eaux (l'eau distillée, l'eau adoucie et l'eau de G.E).

IV.1.Caractérisation physico-chimiques des amidons (Maghnia et Cargill) et de borax :

Afin d'identifier les propriétés physico-chimiques de l'amidon Maghnia et de Cargill ainsi que le borax, différentes techniques d'investigations sont employées à savoir : la diffraction des rayons X (DRX), la spectrométrie (IRTF), humidité et la perte au feu.

IV.1.1 Caractérisation physico-chimique des amidons (Maghnia et Cargill)

IV.1.1.1 Diffraction des rayons X (DRX)

La Diffraction des Rayons X permet la caractérisation des différentes phases minéralogiques constituant la structure des amidons. Le diffractogramme obtenu est représenté sur les figures. VI.1, simultanément pour les deux types d'amidons.

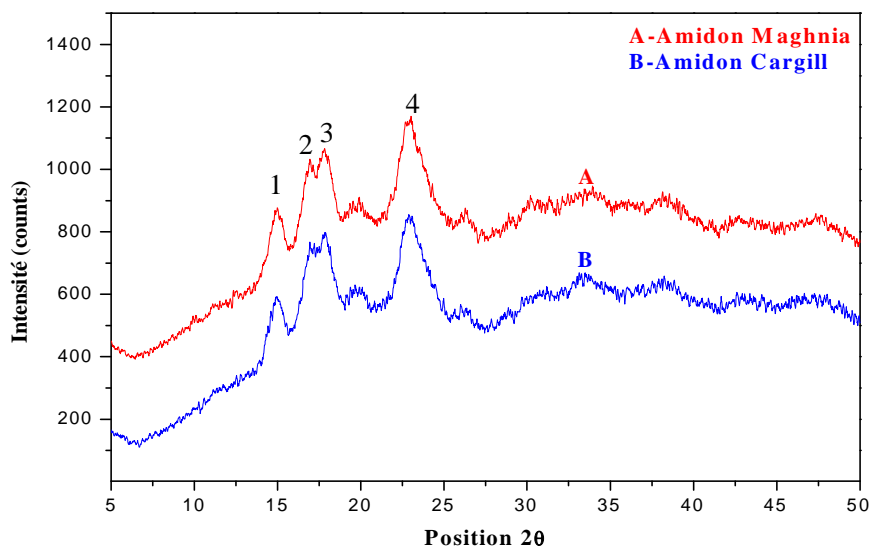


Figure IV.1. Diagramme de diffraction des rayons-X d'amidon Maghnia et d'amidon de Cargill.

Les angles des diffractions à 14.96° , 16.9° , 17.86° et à 23.18° 2θ correspondant respectivement à des pics caractérisant la cristallinité des amidons, les espaces interfoliaires correspondants sont respectivement de 12.4 \AA , 5.3 \AA , 5.2 \AA et 3.9 \AA . La diffraction de ces

amidons nous montre les mêmes phases minéralogiques stipulant que c'est des amidons de type-C. les pics de diffraction montrent que ces deux types d'amidons présentant une cristallinité et ont subi une modification.

IV.1.1.2 Analyse par spectroscopie IRTF

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) nous a permis d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans les amidons par la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques.

Le spectre d'analyses infrarouges caractéristique des amidons de Maghnia et Cargill sont représentés sur la figure IV.2 suivante :

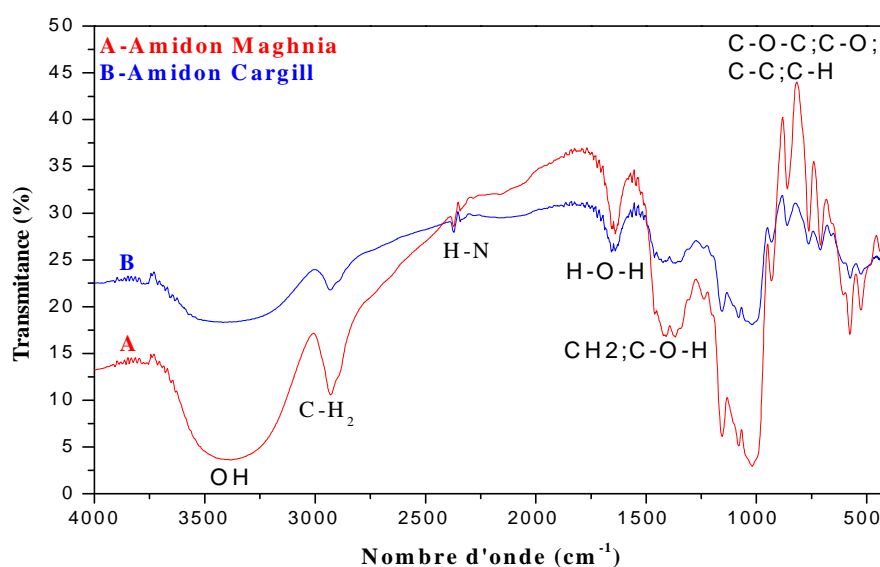


Figure IV.2 : Spectre infrarouge des deux types d'amidons.

Tableau IV.1 : les bandes de caractérisation pour les amidons (Cargill et Maghnia)[1].

Liaisons	Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	
	Amidon Cargill	Amidon Maghnia
O-H	3406.6	3409.009
H-O-H	1647.25	1640.129
CH ₂ ; C-C-O-H	1365.9 et 1156.6	1385.08 et 1149.9
C-O-C ; C-O ; C-C ; C-H	1156.6 et 1084.06	1149.6 et 1075.06
C-H ₂	2800	2800
H-N	2300	2300

Les mêmes bandes de vibration sont détectées dans les spectres infrarouges des deux types d'amidons (cité dans le tableau IV.1). Par ailleurs nous remarquons que les bandes de vibration du groupement à $V = 2800 \text{ cm}^{-1}$ et 2300 cm^{-1} sont beaucoup plus apparents dans l'amidon de Maghnia que celles de Cargill. Ces bandes correspondent aux modes de vibration du groupement C-H₂ et H-N respectivement pour les deux amidons. Ce qui caractérise la richesse de l'amidon de Maghnia en ces composés, par rapport à celui de Cargill.

La faible teneur en azote (H-N) est indicative d'une teneur quasi nulle en protéine mais moyennement présente dans l'amidon Cargill [53].

VI.1.1.3 Humidité des deux types d'amidons :

Le taux d'humidité est exprimé par la relation suivante :

$$\%H_2O = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1 - T} \times 100$$

Avec :

m₁ : masse de l'échantillon initial plus la masse de verre de montre.

m₂ : masse de l'échantillon après séchage à 105°C pendant 24 heures.

T : la masse de verre de montre (g).

Les résultats des humidités sont regroupés sur le tableau IV.2.

Tableau IV.2: Résultats des humidités des différents amidons.

masses Echantillons	m_1 (g)	m_2 (g)	%H ₂ O	% H ₂ O moyenne
Amidon Maghnia	3	2.59	13.66	13.16
Amidon Maghnia	3.08	2.69	12.66	
Amidon Cargill	3	2.57	14.33	13.98
Amidon Cargill	3.08	2.66	13.63	

Après le séchage à 105°C pendant 24h, pourcentage de l'humidité représente 13.98% pour l'amidon de Cargill et 13.16.% pour l'amidon de Maghnia On remarque que le pourcentage d'humidité est plus important pour l'amidon de Cargill, que l'amidon de Maghnia. Ce taux d'humidité correspond à la quantité d'eau physisorbée lors du séchage à 105°C pendant 24 heures.

IV.1.1.4 Perte au feu

La perte au feu est calculée par la relation suivante :

Avec :

$$\%P.A.F = S \times \frac{(100 - \%H_2O)}{100}$$

$$S = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100$$

m_3 : poids de l'échantillon initial séché à 105°C

m_4 : poids de l'échantillon après sa calcination à 1050°C.

Les résultats des pertes au feu obtenus sont regroupés dans le tableau IV.3.

Tableau IV.3 : Résultats des pertes au feu des différents amidons.

Echantillons	S(%)	PAF (%)	PAF(%) moyenne
Amidon Maghnia	100	86.34	86.84
Amidon Maghnia	100	87.34	
Amidon Cargill	100	85.67	86.02
Amidon Cargill	100	86.37	

D'après les résultats obtenus, on remarque que les pertes au feu sont presque les mêmes pour les deux amidons, mais avec une petite différence. Les pertes au feu sont considérables pour l'amidon de Maghnia (86.84%). et l'amidon de Cargill (86.02 %).

Les pertes au feu sont dues à la présence de carbonates, des sulfures, et l'eau de constitution des minéraux hydratés et le CO₂ qui est le principal gaz qui se dégage lors la calcination des matières organiques qui se décomposent vers 400°C.

IV.1.1.5 Teneur en matière minéral :

Pour évaluer la teneur en matière minéral l'amidon est calciné à 550°C dans un four à mowiffle (carbolite, type CWF 11/5), les échantillons de 5g pesés à 0.1g près des différent amidons sont pesés dans un creuset sec et tarés puis chauffé sur plaque chauffant jusqu'à carbonisation avant d'être placé dans le four pour calcination pendant 4heurs.

Les creusets sont ensuite pesés (après refroidissement), le pourcentage des cendres est calculé comme indiqué :

$$\% \text{ cendres} = \frac{\text{Masse des cendres}}{\text{Masse de l'échantillon}} * 100$$

Nous obtenons pour notre amidon une teneur en cendre minérale de 0.3 et 0.35% respectivement pour les amidons de Maghnia et Cargill. Nous remarquons que les pourcentages cendres sont presque équivalents.

IV.1.2. Caractérisation physico-chimiques du borax

IV.1.2.1 Diffraction des rayons X (DRX)

Le résultat de l'analyse minéralogique par DRX est donné dans les figures IV.3.

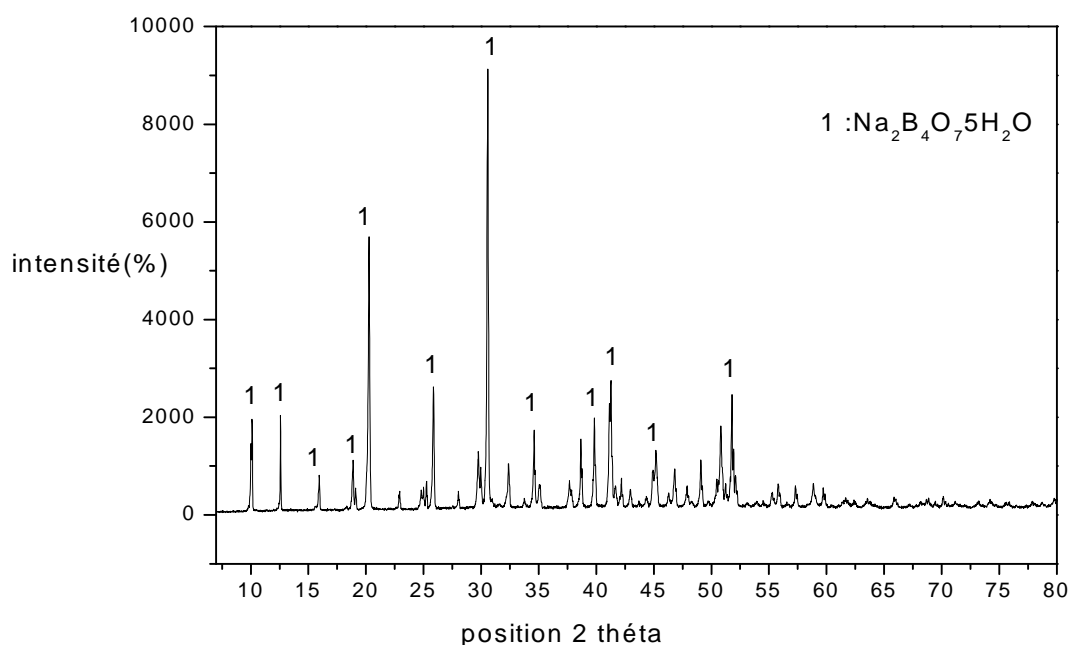


Figure IV.3. Diagramme de diffraction des rayons-X de borax.

Le diffractogramme X du borax présenté sur la figure IV.3, met en évidence l'existence des pics principaux de la phase minéralogique de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Cette dernière est caractérisée par ses pics de diffraction 20.65° , 30.73 , 34 , $40.7^\circ 2\theta$.

IV.1.2.2 Analyse par spectroscopie IRTF

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) nous a permis d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans Le borax par la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques. Le spectre d'analyses infrarouges caractéristique de borax est représenté sur la figure IV.4.

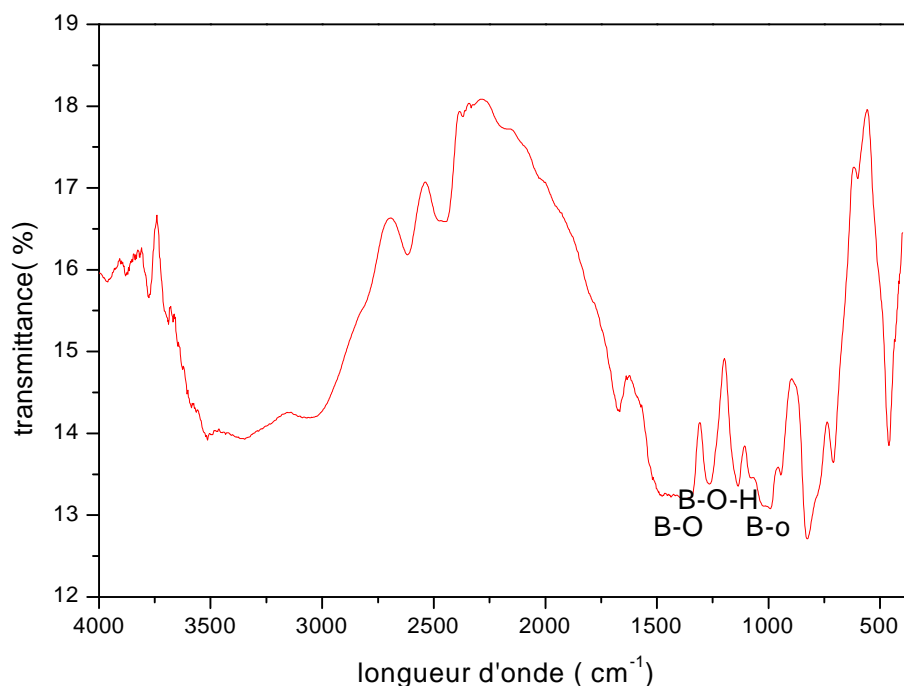


Figure IV.4 : Spectre infrarouge de borax.

Le spectre IR de borax confirme la présence de bandes situées vers 1425 cm^{-1} attribuées à la vibration de valence $V_3\text{B-O}$. La bande à 993 cm^{-1} est attribuée à la liaison $V_1\text{B-O}$. On remarque aussi un pic vers 1200 cm^{-1} qui correspond à la vibration de B-O-H.

IV.2. Propriétés rhéologiques des amidons (Maghnia et Cargill)

Afin de suivre l'évolution, le comportement rhéologique des deux amidons lors du traitement thermique et cela pour déterminer les points de gélatinisations de ces amidons, nous les avons traités à des températures différentes (de 30°C , jusqu'à 70°C) pour mesurer leur viscosité à chaque température.

IV.2.1 Viscosité.

Les résultats obtenus pour la variation de la viscosité dynamique de l'amidon de Maghnia et l'amidon Cargill qui sont mesurés à l'aide d'un viscosimètre de Brookfield à des différentes températures sont résumés dans le tableau IV.4 :

Tableau IV.4 : variation des Viscosités dynamiques de l'amidon Maghnia en fonction de température pour chaque type d'eau

Températures (°C)	Viscosité dynamique(Pa.s)		
	Eau distillée	Eau adoucie	Eau d'usine
30	0,004	0,004	0,005
35	0,012	0,021	0,03
40	0,028	0,049	0,06
45	0,045	0,058	0,065
50	0,075	0,078	0,083
55	0,089	0,09	0,1
60	0,113	0,15	0,18
65	0,142	0,172	0,193
70	0,188	0,191	0,199

Tableau IV.5: Variation des viscosités dynamiques d'amidon Cargill en fonction de température avec chaque type d'eau.

Températures (°C)	Viscosité dynamique Pa.s)		
	Eau distillée	Eau adoucie	Eau d'usine
30	0,002	0,001	0,003
35	0,004	0,003	0,008
40	0,006	0,02	0,033
45	0,007	0,028	0,076
50	0,009	0,044	0,082
55	0,013	0,05	0,099
60	0,017	0,057	0,13
65	0,046	0,064	0,146
70	0,085	0,16	0,175
75	0,18	0,195	0,198

Les résultats de ces analyses sont représentés sur les figures IV.6 et IV.5 respectivement pour l'amidon de Maghnia et pour l'amidon Cargill.

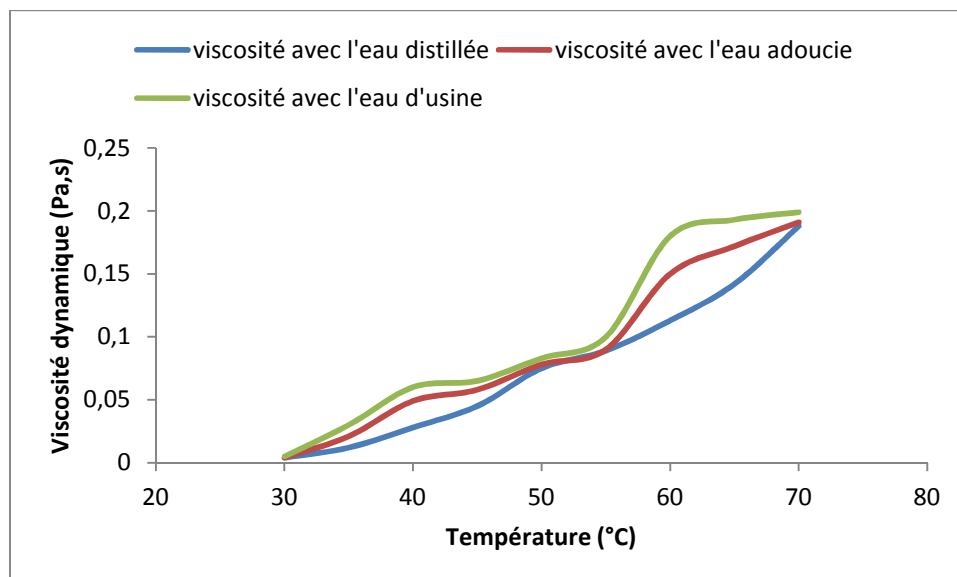


Figure IV.5 : Variation de la Viscosité dynamique d'amidon Maghnia en fonction de la température pour chaque type d'eau

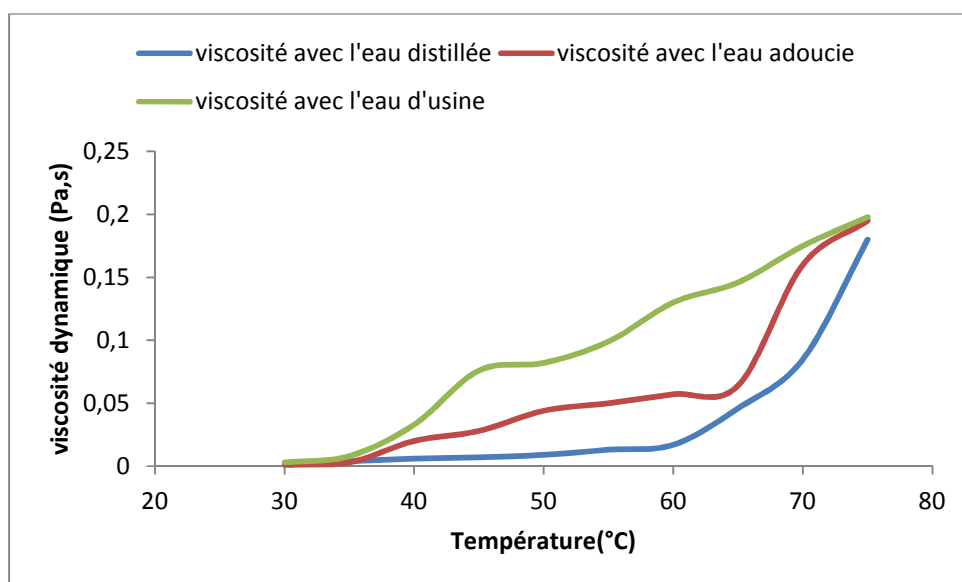


Figure IV.6 : Variation de la viscosité de l'amidon de Cargill en fonction de la température pour chaque type d'eau.

Nous constatons que la viscosité d'amidon augmente avec l'augmentation de température, et cela pour les trois types d'eau. En effet l'amidon de Maghnia avec l'eau distillée commence à former un gel à partir de la température de 55°C pour une viscosité de 0.089Pa.s; par contre avec l'eau adoucie le point de gélatinisation est à partir de 55°C pour une viscosité de 0.09Pa.s; la température de gélatinisation est moins importante en utilisant l'eau d'usine 50°C et aussi une viscosité plus élevée 0.098Pa.s.

L'amidon de Cargill a des températures de gélatinisation différentes de l'amidon Maghnia, on remarque que avec l'eau distillée a une température de 65°C et de viscosité 0.017Pa.s ; l'eau adoucie est de température de 65°C et de viscosité de 0.064Pa.s et de température de 60°C avec l'eau d'usine de viscosité de 0.13Pa.s .

IV.3.Propriétés rhéologiques des colles à base des deux types d'amidons.

Après l'élaboration des différents colles plusieurs Propriétés rhéologiques sont étudiées telles que la viscosité ou on utilise trois types d'eau, on fait varier la température, et pour la mesure on utilisant deux types de viscosimètres.et la densité en utilisant un pycnomètre.

IV.3.1 Viscosité.

L'une des principaux paramètres qui gouverne les propriétés rhéologiques des colles est la viscosité.

IV.3.1.1 Colle préparée à base d'amidon Maghnia.

Afin de voir l'influence de la température et la quantité de borax sur les colles des différents amidons à différentes températures nous avons mesuré leurs viscosités cinématiques à l'aide de viscosimètre de G.E et la viscosité dynamique à l'aide de viscosimètre brookfiel correspondants.

A) Avec 1g de borax

Pour mesurer les viscosités cinématiques et dynamiques dans cette étape on fixe la quantité de borax a 1g pour tout les préparations de colle qu' on a déjà présenté (chapitre III).

- Viscosité cinématique

D'après les données de G.E la viscosité cinématique des colles à base des amidons de Cargill et Maghnia varié entre 1.40s et 2.10s.

Les résultats des viscosités pour la colle de Maghnia sont regroupés dans le tableau IV.6.

Tableau IV.6 : Variation de viscosité cinématique de la colle de Maghnia en fonction de la température pour chaque type d'eau

Températures (°C)	Viscosité cinématique (s)		
	Eau distillée	Eau adoucie	Eau d'usine
30	1,58	1,54	1,59
32	2,02	2	2,04
34	2	2,08	2,06
36	1,59	1,59	2,09
38	1,54	1,57	2,11
40	1,50	1,54	1,55

La représentation graphique des résultats du tableau IV.6 est donnée par la figure IV.7 suivant :

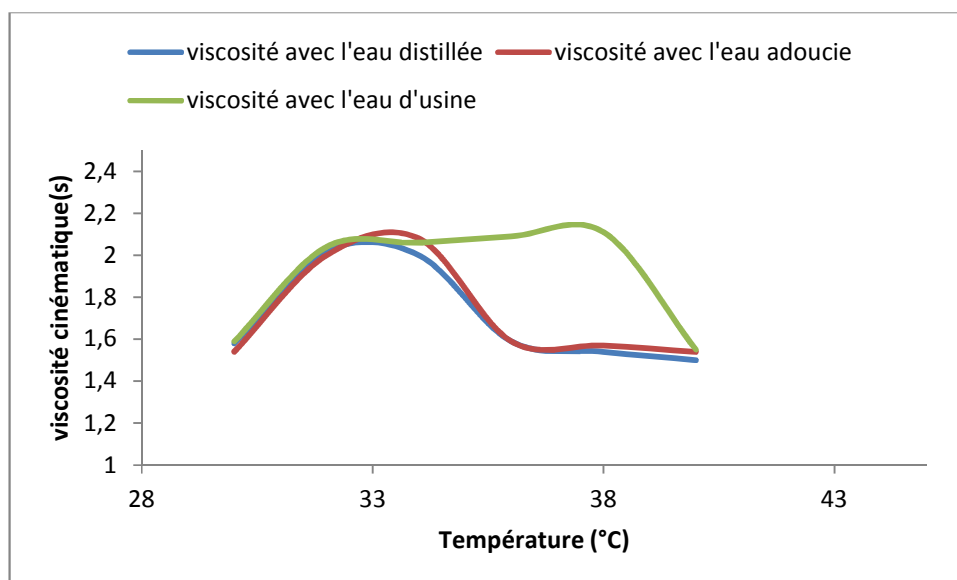


Figure IV.7: Variation de viscosité cinématique de la colle de Maghnia en fonction de la température pour chaque type d'eau.

- Viscosités dynamiques.

D'après les recherches bibliographiques on trouve que la viscosité dynamique des colles à papiers cartons varie selon leurs domaines d'usage comme la montre les valeurs résume dans le tableau IV.7. [41].

Tableau IV.7 Domaine de variation des viscosités des colles.

Viscosité (cps)	Domaine de la mise en œuvre
3000-2500	Les colles pâteuses et mastic.
2500-1000	Les colles pour le métal
1000-300	Les colles pour le bois et papier
300-100	Vernis adhésifs

Les résultats de la viscosité dynamique pour la colle de Maghnia préparée avec différents eau sont résumés dans le tableau IV.8 suivant :

Tableau IV.8 Variation de viscosité dynamique de la colle de Maghnia en fonction de la température pour chaque type d'eau

Températures (°C)	Viscosité dynamique (Pa.s)		
	Eau distillée	Eau adoucie	Eau d'usine
30	0,731	0,74	0,79
32	0,9	0,8	0,8
34	0,86	0,94	0,86
36	0,79	0,86	0,89
38	0,68	0,74	0,9
40	0,556	0,68	0,75

Les résultats de tableau IV.8 sont représentés dans la figure IV.8 suivant :

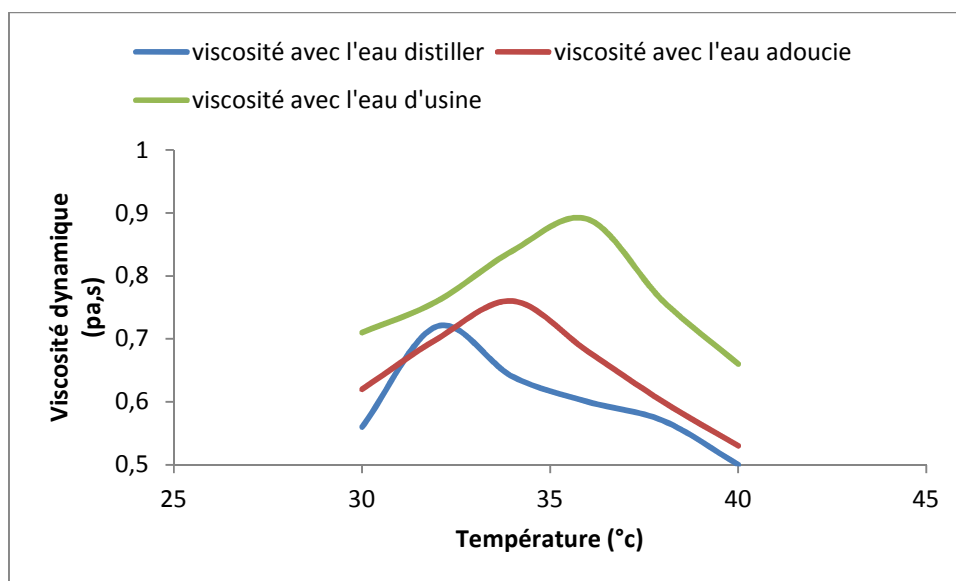


Figure IV.8 : Variation de viscosité dynamique de la colle de Maghnia en fonction de la température et en fonction de chaque type d'eau.

B) Avec 0.8g de borax

Dans cette étape on a varié la quantité de borax à 0.8g, puis on a refait les mêmes mesures pour les viscosités cinématiques et dynamiques des colles préparées.

- Viscosités cinématique

Les résultats des viscosités cinématiques des colles de Maghnia préparées avec différents types d'eau sont regroupés dans le tableau IV.9 suivant :

Tableau IV.9 : Variation de viscosité cinématique de la colle de Maghnia en fonction de la température pour chaque type d'eau

Températures (°C)	Viscosité cinématique(s)		
	Eau distillée	Eau adoucie	Eau d'usine
30	1,56	1,57	1,58
32	2,01	1,59	2,02
34	1,57	2,02	2,04
36	1,55	1,58	2,07
38	1,53	1,55	2,1
40	1,49	1,52	1,53

La représentation graphique des résultats donnés dans le tableau IV.9 est donnée par la figure IV.9. Suivant :

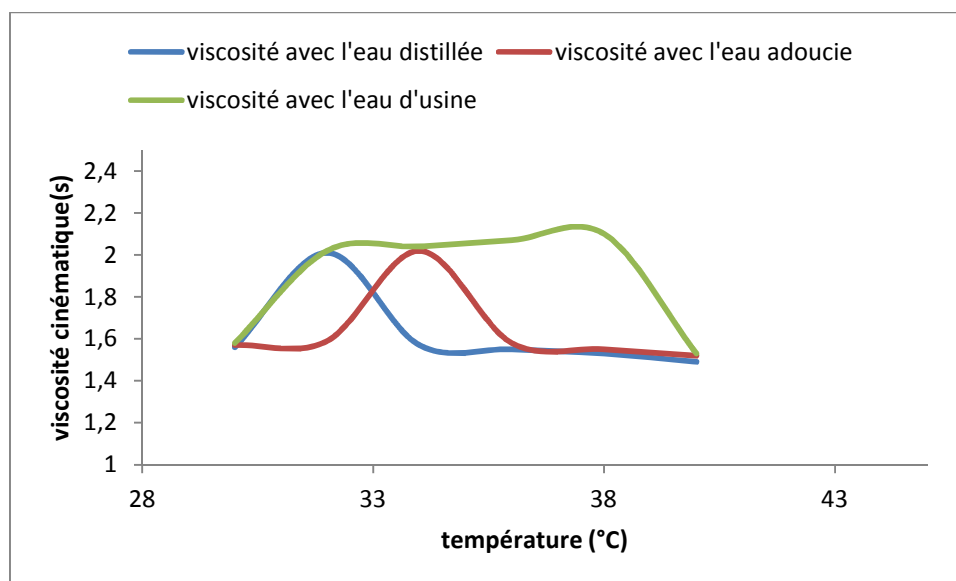


Figure IV.9 : Variation de viscosité cinématique de la colle de Maghnia en fonction de la température pour chaque type d'eau.

- Viscosités dynamiques

Les résultats des viscosités dynamiques des colles de Maghnia sont résumés dans le tableau IV.10 suivant :

Tableau IV.10 : Variation de viscosité dynamique de Maghnia de la colle de en fonction de température pour chaque type d'eau

Viscosité dynamique (Pa.s)			
Températures (°C)	Eau distillée	Eau adoucie	Eau d'usine
30	0,56	0,62	0,71
32	0,72	0,7	0,76
34	0,64	0,76	0,84
36	0,6	0,68	0,89
38	0,57	0,6	0,76
40	0,5	0,53	0,66

Les résultats de ces analyses sont représentés dans la figure IV.10 suivante :

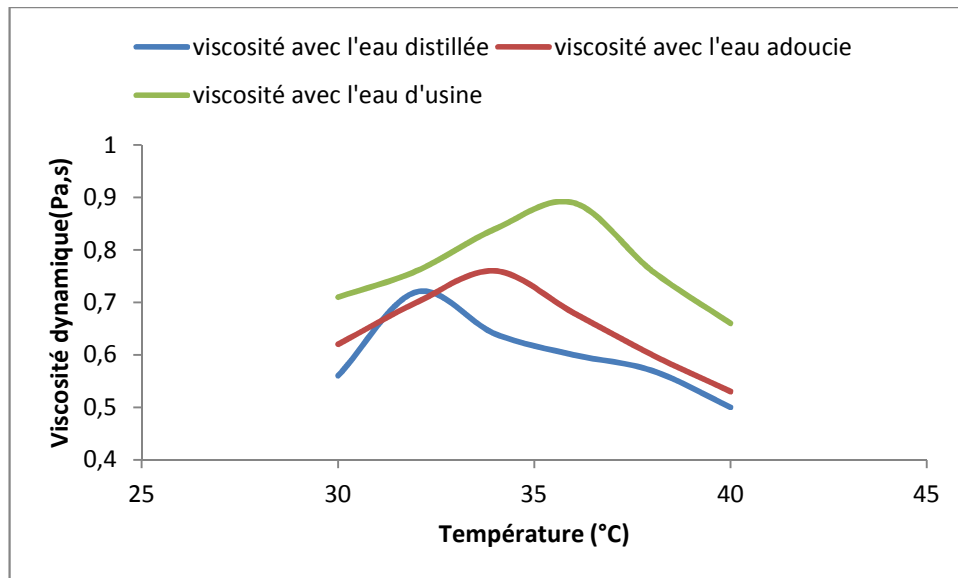


Figure IV.10 : Variation de viscosité dynamique de de Maghnia la colle en fonction de la température pour chaque type d'eau

L'analyse des résultats obtenus dans les figures ci-dessus montre que la viscosité (dynamique ou cinématique) de la colle préparée à partir de différentes eaux est proportionnelle aux variations de la température, elle augmente jusqu'à une valeur maximale. Pour l'eau distillée la valeur maximale des viscosités des colles est de 2.02(s) et 0.9 (Pa.s) et pour l'eau adoucie de 2.08(s) et 0.94(Pa.s) et dans le cas d'eau d'usine la valeurs maximal est de 2.11(s) et 0.9(Pa.s) puis diminue.

On remarque que pour la colle préparé avec l'eau distillée présente de faibles viscosités en comparaisons avec les deux autres colles préparées avec l'eau adoucie et l'eau d'usine, et celle prépare avec l'eau adoucie sont moins faibles que les viscosités des colles préparées avec l'eau d'usine. Elles varient entre 1.54 et 1.54(s), et entre 1.59et 1.55(s) pour celle d'eau adoucie et celle d'eau d'usine respectivement.

Par ailleurs, pour la colle d'amidon de Maghnia et avec l'eau distillée on remarque que la valeur maximale correspondant à 2.02 (s) et 0.9 (Pa.s) ,et a une température de 33.5°C, cette dernière présente le point de gélatinisation de la colle.

Par comparaison avec les viscosités des deux autres colles, on remarque que les viscosités maximales sont de 2.08(s) et 0.94 (Pa.s) pour la colle préparée avec l'eau adoucie à la température de 34°C, et pour la colle préparée avec l'eau d'usine on remarque que la valeur maximale est de 2.11(s) et 0.9 (Pa.s) à une température de 38°C.

Ces différences de viscosité sont expliquées par la différence des propriétés des eaux qu'on a utilisés à savoir l'eau distillée.

D'après les valeurs des viscosités qu'on a trouvé pour les colles avec les trois types d'eau et avec une quantité de 0.8g de borax on remarque une diminution de ces valeurs mais les températures de gélatinisation sont les mêmes. Cette diminution des valeurs de viscosités s'expliquent par la diminution de la quantité de borax qu'a un rôle important dans l'augmentation de la viscosité.

Les viscosités les plus petites et la température de gélatinisation la plus qualifiée se trouve dans le cas de la colle préparée à base d'eau distillée et ça peut s'expliquer par les bonnes propriétés de cette eau car elle n'a pas les minéraux qui peuvent influencer négativement sur cette colle.

Les viscosités et la température de gélatinisation pour la colle avec l'eau adoucie sont plus grandes que celles dans le cas de colle préparées avec de l'eau distillée.

Par contre les viscosités et les températures de gélatinisations trouvées dans le cas d'utilisation d'eau d'usine sont plus grandes que les deux autres. Cela s'explique par l'existence des impuretés, et une forte dureté, cette dernière du probablement à la nature des terrains traversés par l'eau (calcaires). Les inconvénients de ce genre d'eau entraînent une formation de dépôt de carbonate de calcium et de magnésium (CaCO_3 et MgCO_3) à des températures avoisinant les 40°C .

IV.3.1.2 Colle préparée à base d'amidon de Cargill

La même opération de mesure de viscosité dans le cas des colles de Maghnia est réalisée pour l'amidon de Cargill.

A) Avec 1g de borax.

- Viscosités cinématiques

Les valeurs de la viscosité cinématique des colles préparée à base d'amidon de Cargill avec 1g de borax sont présentées dans le tableau IV.11. Le tracé des courbes des viscosités des colles sont illustrées dans la figure IV.11.

Tableau IV.11 : Variation de viscosité cinématique de la colle de Cargill de en fonction de température pour chaque type d'eau

Températures (°C)	Viscosité cinématique 1(s)		
	Eau distillée	Eau adoucie	Eau d'usine
30	1,53	1,57	1,56
32	2,06	1,58	2,01
34	1,57	2	2,05
36	1,54	1,57	2,09
38	1,51	1,52	2,11
40	1,49	1,47	1,5

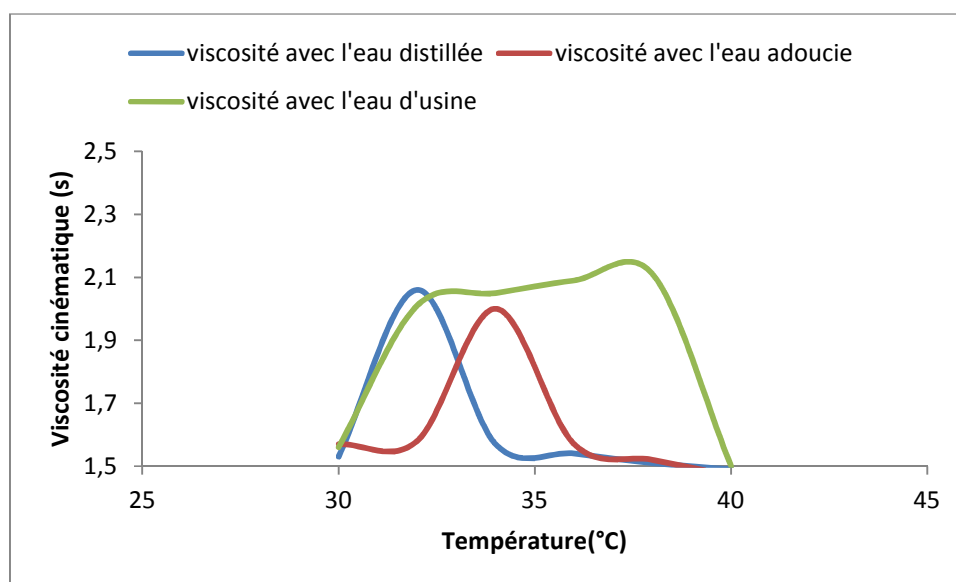


Figure IV.11 : Variation de viscosité cinématique de la colle de Cargill en fonction de la température pour chaque type d'eau

- Viscosités dynamiques

Les valeurs de la viscosité dynamique des colles préparées à base d'amidon de Cargill avec 1g de borax sont résumées dans le tableau IV.12. Les courbes des viscosités des colles sont présentées dans la figure IV.12.

Tableau IV.12 : Variation de la viscosité dynamique de la colle de Cargill de en fonction de température pour chaque type d'eau

Températures (°C)	Viscosité dynamique (Pa.s)		
	Eau distillée	Eau adoucie	Eau d'usine
30	0,49	0,6	0,701
32	0,68	0,61	0,797
34	0,57	0,74	0,85
36	0,54	0,55	0,92
38	0,477	0,51	0,877
40	0,47	0,49	0,69

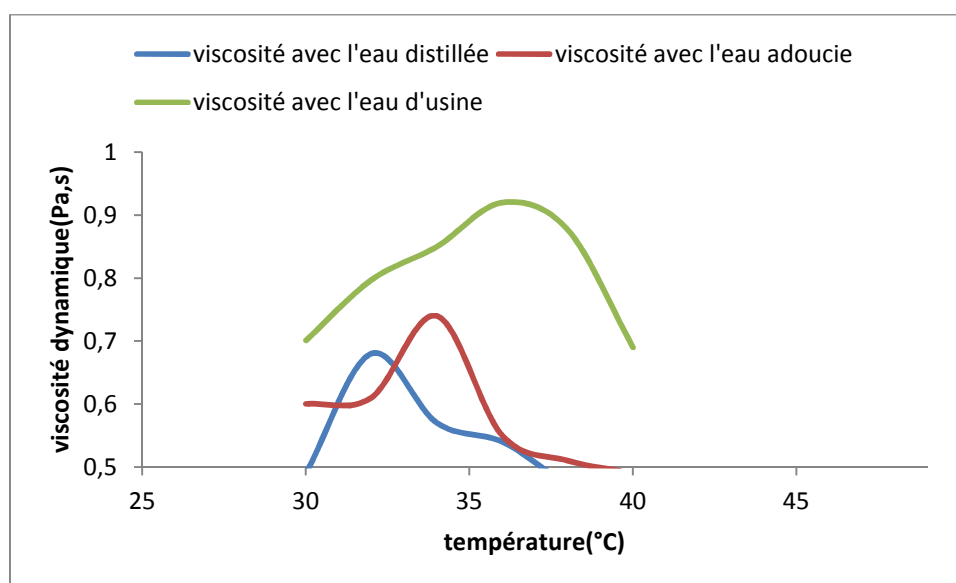


Figure IV.12 : Variation de viscosité dynamique de la colle de Cargill en fonction de la température pour chaque type d'eau

B) avec 0.8g de borax

Les mêmes étapes de préparation juste en variant la quantité de borax de 1g à 0.8g.

- Viscosités cinématique

Les résultats sont présentés dans le tableau IV.13 et la représentation graphique de ces résultats est donnée dans la figure IV.13.

Tableau IV.13 : Variation de viscosité cinématique de la colle de Cargill de en fonction de température avec chaque type d'eau

Températures (°C)	Viscosité cinématique (s)		
	Eau distillée	Eau adoucie	Eau d'usine
30	1,49	1,51	1,55
32	2,03	1,58	2
34	1,56	2	2,03
36	1,51	1,56	2,05
38	1,5	1,51	2,1
40	1,45	1,46	1,49

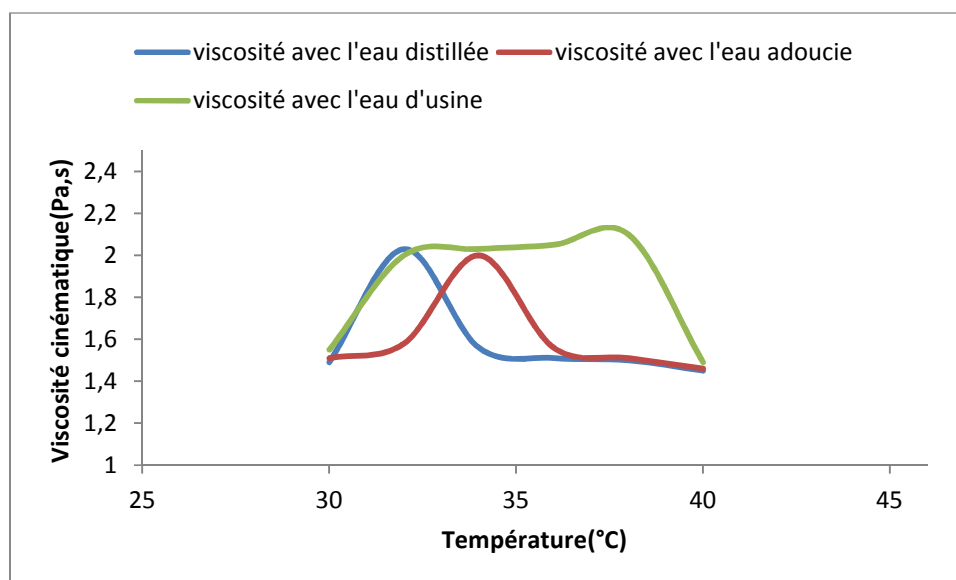


Figure IV.13 : Variation de viscosité cinématique de la colle de Cargill en fonction de la température pour type d'eau

- Viscosités dynamiques

Le tableau IV.13 suivant regroupe les valeurs des viscosités dynamiques des colles et leurs représentations graphiques données dans la figure IV.14.

Tableau IV.14 : Variation de viscosité de la colle d dynamique de Cargill en fonction de température pour chaque type d'eau.

Température (°C)	Viscosité dynamique (Pa.s)		
	Eau distillée	Eau adoucie	Eau d'usine
30	0,45	0,59	0,69
32	0,64	0,6	0,74
34	0,52	0,72	0,82
36	0,5	0,53	0,86
38	0,43	0,47	0,75
40	0,4	0,43	0,67

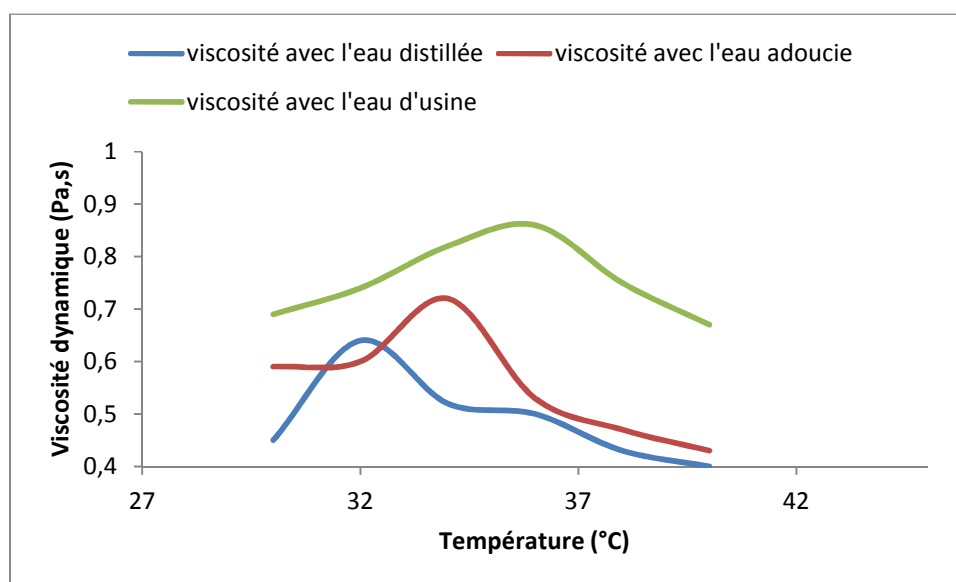


Figure IV.14: Variation de viscosité dynamique de la colle de Cargill en fonction de la température pour type d'eau.

Les résultats obtenus pour les colles préparées à base d'amidon de Cargill avec les trois types d'eau (distillée, adoucie et d'usine) sont inférieures à celles trouvées pour les colles de Maghnia, mais on remarque que les températures de gélatinisations restent les mêmes.

L'argumentation de cette différence de viscosité revient aux bonnes propriétés d'amidon de Cargill.

IV.3.2 variation des densités.

La densité de colles élaborées avec les deux types d'amidon et les trois types d'eaux est déterminée en utilisant un pycnomètre, c'est la méthode psychométrique. Les résultats obtenus pour la variation de la densité des colles à base d'amidon de Cargill et de maghnia en fonction de la température sont regroupés dans les tableaux ci dessous :

IV.3.2.1 Densité de la colle de Maghnia.

a) Avec 1g de borax

En fixant la quantité de borax à 1g lors de la préparation de la colle puis en mesure la densité de chaque type de colle avec la méthode psychométrique. Les résultats sont regroupés dans le tableau IV.15 suivant :

Tableau IV. 15: Les densités de la colle de Maghnia.

Températures (°C)	Densités		
	Eau distillée	Eau adoucie	Eau d'usine
30	1,2	1,22	1,22
32	1,16	1,16	1,21
34	1,15	1,14	1,18
36	1,14	1,12	1,17
38	1,12	1,11	1,14
40	1,11	1,09	1,12

Le tracé de la courbe de variation de la densité en fonction de la température est donné dans la figure IV.15.

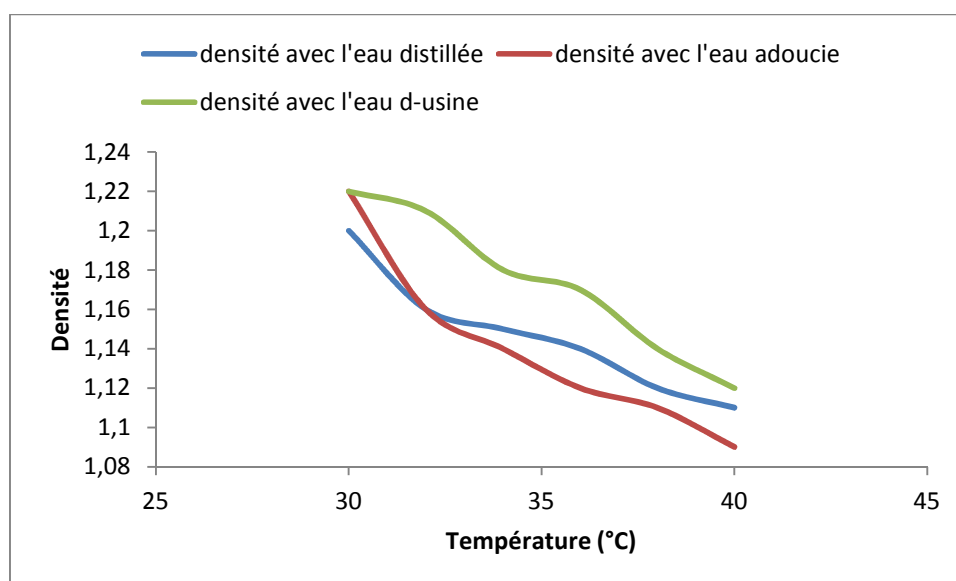


Figure IV.15 : Variation de la densité de la colle de Maghnia en fonction de température pour chaque type eaux.

b) avec 0.8g de borax

En refait les même mesures mais dans ce cas on varie la quantité de borax de 1g à 0.8g, le tableau IV.16 résumé tout les résultats :

Tableau IV. 16: Les densités de la colle de Maghnia.

Températures (°C)	Densités		
	Eau distillée	Eau adoucie	Eau d'usine
30	1,18	1,21	1,2
32	1,15	1,2	1,19
34	1,144	1,195	1,18
36	1,137	1,17	1,16
38	1,13	1,158	1,14
40	1,126	1,134	1,13

Le tracé de la courbe de variation de densité en fonction de la température est donné dans la figure IV.16.

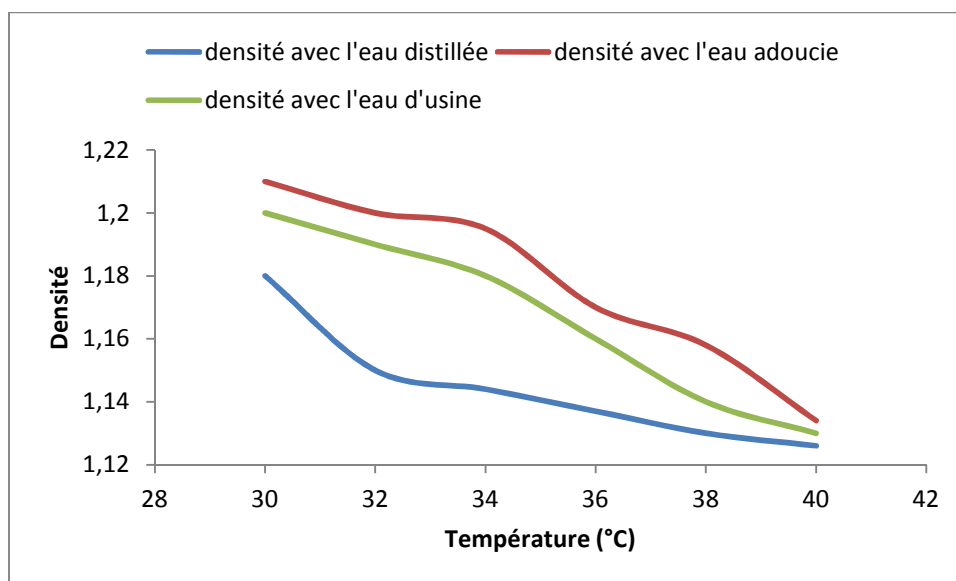


Figure IV.16 : Variation de la densité de la colle de Maghnia en fonction des température pour chaque type eaux.

IV.3.2.2. Colle préparé à base d'amidon Cargill.

La même opération est réalisée à base d'amidon de Cargill, les résultats sont donnés dans les tableaux IV.17, IV.18 et leurs représentations graphiques correspondantes sont données dans les figures IV.17 et IV.18 respectivement pour 1g de borax et 0.8g de borax.

A) avec 1g de borax

Tableau IV. 17: les densités de la colle de Cargill.

Températures (°C)	Densités		
	Eau distillée	Eau adoucie	Eau d'usine
30	1,25	1,19	1,25
32	1,22	1,175	1,24
34	1,2	1,15	1,22
36	1,18	1,134	1,2
38	1,16	1,12	1,18
40	1,155	1,11	1,16

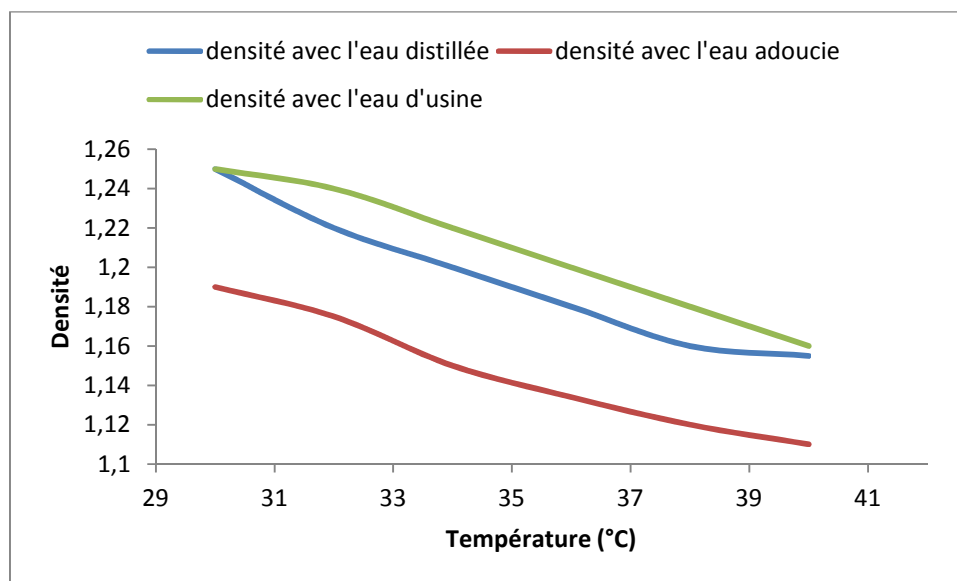


Figure IV.17 : Variation de la densité de la colle de Cargill en fonction de température pour chaque type d' eaux.

b) avec 0.8g de borax

Tableau IV. 18: les densités de la colle de Cargill

Températures (°C)	Densités		
	Eau distillée	Eau adoucie	Eau d'usine
30	1,17	1,18	1,19
32	1,16	1,17	1,18
34	1,15	1,15	1,17
36	1,13	1,14	1,15
38	1,13	1,13	1,13
40	1,11	1,12	1,13

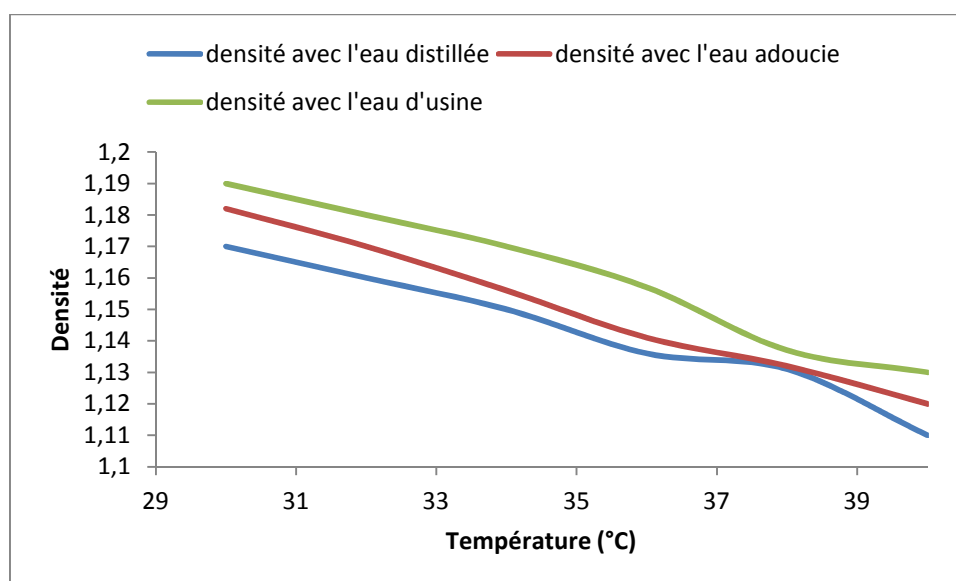


Figure IV.18 : Variation de la densité de la colle de Cargill en fonction de température pour chaque type d'eaux.

D'après les résultats des tableaux IV. 15, IV.16, IV. 17, IV. 18, et les courbes précédentes on remarque, que les densités des colles diminuent avec l'augmentation des températures. Cela s'explique par le fait que l'amidon commence à rentrer en réaction avec les autres matières premières pour dégager de la vapeur en outre les molécules composant cette colle prend plus de volume.

IV.4 Détermination de l'extrait sec des colles.

Cette partie concerne la détermination de taux de matières sèches dans les deux types colles (Colle à base d'amidon Maghnia et colle à base d'amidon Cargill), en utilisant une étuve de l'usine (Ramdy) ; cet appareil nous donne le taux de matières sèches. Les résultats obtenus lors de ce test sont regroupés dans le tableau qui suit :

Tableau IV. 19 : résultats de l'extrait sec pour les deux types de colles.

Type de colle	Taux de matières sèches %	Temps (min)
Colle à base d'amidon Maghnia	19.76	16
Colle à base d'amidon Cargill	21.94	9.8

D'après les résultats on remarque que le taux de matières sèches dans Colle à base d'amidon Cargill est plus important que ce lui trouvé dans la colle à base d'amidon Maghnia et c'est le cas contraire pour le temps de ces deux déterminations.

Conclusion Générales

Conclusion générale

Conclusion Générale

Notre travail qui a été effectué au laboratoire de technologie des matériaux et du génie des procédés (LTMGP) et qui est porté sur la caractérisation physico-chimique de deux types d'amidons : l'amidon de Cargill, et de Maghnia et le borax. En outre une étude comparative de deux types de colles obtenues à base de ces deux types d'amidons

- ✓ Les résultats de l'analyse qualitative par diffraction des rayons X sur les amidons nous ont permis de trouver les mêmes phases minéralogiques et que les deux types d'amidons sont de type -C-
- ✓ En ce qui concerne le borax la DRX nous a permis la détermination d'une seule principale phase minéralogique, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.
- ✓ Les résultats par analyse infrarouge à transformée de Fourier sur les amidons de Cargill et Maghnia, nous ont permis de détecter l'existence des mêmes bandes caractéristiques mais avec des différences en longueurs d'ondes.
- ✓ En ce qui concerne le borax l'IRTF nous ont aidé à observer des bandes caractéristiques de vibration de valence $\text{V}_3\text{B-O}$ et $\text{V}_1\text{B-O}$. ainsi que la vibration de B-O-H.
- ✓ En ce qui concerne le borax l'IRTF nous ont aidé à observer des bandes caractéristiques de vibration de valence $\text{V}_3\text{B-O}$ et $\text{V}_1\text{B-O}$. ainsi que la vibration de B-O-H.
- ✓ Les résultats de la mesure du taux d'humidité ont montré que les amidons de Cargill et de Maghnia ont une humidité acceptable mais avec une différence remarquable. Elle est relativement élevée dans l'amidon de Cargill (13.98%) que celle de Maghnia (13.16 %).
- ✓ La mesure des pertes au feu des amidons nous a permis de trouver un taux de matière minérale plus important dans l'amidon de Cargill que dans l'amidon de Maghnia.
- ✓ Le taux de cendres est relativement important (0.35%) pour Cargill que celle de Maghnia (0.3%).
- ✓ On a estimé que le point gel d'amidon Cargill avec l'eau distillée et l'eau adoucie est dans l'intervalle de température [55-60°C], et dans l'intervalle [60-65°C] avec l'eau d'usine.

Conclusion générale

- ✓ En ce qui concerne l'amidon Maghnia son point de gélatinisation et dans l'intervalle de température [60-65°C] avec l'eau distillée et l'eau adoucie et plus élevée (plus de 65°C) avec l'eau d'usine.
- ✓ Les résultats des températures de gélatinisation des colles confirment qu'après l'eau distillée c'est à base de l'eau adoucie qu'on a obtenu une meilleure colle.
- ✓ D'après les résultats obtenus sur les viscosités des colles, on constate que les viscosités des colles à base d'amidon Maghnia sont supérieures par rapport à celles trouvées avec les colles d'amidon Cargill.
- ✓ Nous avons constaté aussi que les viscosités de chaque type de colle à base de 1 g de borax sont les plus élevées par rapport à celles de 0.8 g de borax. Alors que les densités des colles varient inversement avec l'augmentation de la température.

***Références
Bibliographiques***

Références bibliographiques

- [1] : Hélène ANGELLIER. « Nanocristaux d'amidon de maïs cireux pour applications composites ».thèse de doctorat de l'université Joseph Fourier France. 2005.
- [2] Philippe COGNARD. « Colles et adhésifs pour emballages-applications », 06 /11/2012.
- [3] Philippe COGNARD.. « Colles et adhésifs pour emballages-généralités », 06 /11/2012
- [4] Alexandre GACOIN. « Étude expérimentale et numérique du comportement micromécanique des liaisons collées de type sifflet et double sifflet ».thèse de doctorat, UFR science exactes et naturelles, Université de Reims Champagne Ardenne. 10/07/2007.
- [5] Le petit Manuel des colles et mastics, FEICA, Fédération Européenne des industries de colles et adhésifs.2007
- [6] Abderrahim KARA SLIMANE.. « Préparation des copolymères hydrosolubles à base d'amidon, Modification et contrôle des propriétés ». Mémoire de Magister en Chimie, Option: Chimie et Physico-chimie Organique Macromoléculaire, université ABOU BAKR BELKAID – TLEMCEN faculté des sciences département de chimie. 2010.
- [7] ANDRÉ LECLERC.. «Impact de la cationicité d'un amidon de maïs sur les propriétés physiques d'un papier». Mémoire présenté à l'université du QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES. AOÛT 2001
- [8] Arvisenet (G.) - Influence des interactions physico-chimiques entre amidons et composés d'arôme sur la libération des arômes et les propriétés rhéologiques dans des matrices aqueuses complexes - . These de l'université de Bourgogne, Enesad, Ensana. 2001.
- [9] Atkin (N.J.) - Cheng (S.L.) - Abeysekera (R.M.) - Robards (A.W.) - Localisation of amylase and amylopectin in starch granules using enzyme-gold labelling - . Stärke 51, no 5, p. 163-172. 1999.
- [10] Technical Association of Pulp and Paper Industry, "Starch and Starch Products in Paper Coating", Tappi monograph series No.17,p. 3
- [11] Technical Association of Pulp and Paper Industry, "Starch and Starch Products in Paper Coating", Tappi monograph series No.17,p. 3
- [12] Whistler, R. L., Bemiller, J. N., Paschall, E.F., "Starch Chemistry and Technology", Academic Press Inc, p.484 (1984).
- [13] Modification chimique de l'amidon par extrusion réactive, thèse de doctorat, Ahmed TARA. Page 15.

- [14] Dupra T F., Gallant D., Guilbot A., Mercier C., Robin J.P., l'amidon, in : les polymères végétaux., Ed Bernard Monties, 176-231.
- [15] Banks W., Greenwood C.T. Starch and its components, Edinburgh University Press. .1975.
- [16] Whistler R.L., Daniel J. R. Molecular structure of starch, starch: chemistry and Technology, R.L. Whistler, J.N. Bemiller and E.F. Paschall, 153-182. 1984.
- [17] Buleon A., Colonna P., Planchot V., Ball S. Starch granules: structure and biosynthesis., Int. J. Biol. Macromol., 23(3),85-112. 1998.
- [18] Jane J. Starch : Structure and Proprieties, in Chemical and Functional Proprieties of Food Sacharides, P. Tomasik Editor, CRC Press LLC, Boca Raton Fla., 81-101. 2004.
- [19] Banks W., Greenwood C.T., Muir D.D. The characterization of starch and its components. 5. Observation on the quantitative acid hydrolysis of starch and glycogen, Die Starke, 25(12), 405-408. 1973.
- [20] Guilbot A., Mercier C. Starch, in The polysaccharides, Volume3, Edited by Gerald O. Aspinall, New York, Academic Press. 1985.
- [21] E.Leveque, B. Haye, A. Belaribi. L'amidon et ses dérivés, applications Industrielles, Collection Bio Campus, Edition Scientifiques et médicales Elsevier SAS 2000.
- [22] AM Regiant, E Frollini, GA Marson, OA El Seoud, Second International Symposium on Natural Polymères ans composites 235-239. 1998.
- [23] Colonna (P.) - Amidons modifiés physiquement - . Formation Adria des 21 et 22 mars à Nantes, 2001
- [24] Fabien Teyssandier.. « Formulation et morphologies de mélanges de polymères thermoplastiques à base d'amidon ». Thèse de Doctorant, Spécialité Matériaux polymères et composites, L'institut national des sciences appliquées de Lyon .06 décembre 2011.
- [25] Cooke, D. and M.J. Gidley, *Loss of Crystalline and Molecular Order During Starch Gelatinization - Origin of the Enthalpic Transition*. Carbohydrate Research, 1992. **227**: p. 103-112.
- [26] Xie, F.W., et al., *A new study of starch gelatinization under shear stress using dynamic mechanical analysis*. Carbohydrate Polymers, 2008. **72**(2): p. 229-234.
- [27] MILES M.J. MORRIS C.F. RING S.G. (1984) "Some recent observations on the retrogradation of amylose.", *Carbohydr. Polym.*, 4(1), 73-77.

- [28] BULEON A. COLONNA P. LELOUP V. (1990) "Starch and its derivatives in the cereal industry" *Industries Alimentaires et Agricoles*, 107(6), 515-532.
- [29] LELOUP V. COLONNA P. BULEON A. (1991) "Influence of amylose-amylopectin ratio on gel properties". *J. Cereal Sci.*, 13(1), 1-13.
- [30] MILES M.J., MORRIS C.F. RING S.G. (1985) "Gelation of amylose." *Carbohydr. Res.* 135, 257-269.
- [31] ZOBEL H.F. "Gelatinization of starch and mechanical properties of starch pastes", in *Starch: Chemistry and Technology*, R.L. Whistler, E.F. Paschall, and J.N. Bemiller Editors, Academic Press: London, 285-307. (1984)
- [32] RING S.G., COLONNA P., L'ANSON K.J., KALICHEVSKY M.T., MILES M.J., MORRIS C.F., ORFORD P.D. (1987) "The gelation and crystallisation of amylopectin.", *Carbohydr. Res.*, 162, 277-293.
- [33] PUTAUX J.L., BULEON A., CHANZY H. "Network formation in dilute amylase and amylopectin studied by TEM.", *Macromolecules*, 33(17), 6416-6422. (2000)
- [34] Wurzburg (O.B.) - *Modified starches : properties and uses - .*, CRC Press, Inc. 1986
- [35] J.L.MULTON. *Le sucre, les sucres, les édulcorants et les glucides de charge dans les IAA*, Collection sciences et techniques agro-alimentaires, Edition Tec&doc. Lavoisier, p 286 287. 1992
- [36] E. Leveque, B. Haye, A. Belarbi. *L'amidon et ses dérivés, applications industrielles*, Collection Bio Campus, Editions scientifiques et médicales Elsevier SAS, 2000.
- [37] INRS fiche toxicologique N°20, édition 1997.
- [38] Fiche technique de Borax, donnée par SPA général emballage.
- [39] fiche toxicologique FT 287, édition 2012.
- [40] JACQUES SHULTZ et ALAIN CARREE. « L'adhésion des polymères, état des connaissances perspectives », *information de chimie N°231*, décembre 1982.
- [41] PHILIPPE COGNARD, F.PARADOS, collage industriel, édition de l'usine nouvelle, Paris, France, 1982
- [42] A.K.SOUADIH et S.IBIBITOUNE. juillet 1996, « études des formulations des colles à base du néoprène et modification par des déchets de polystyrène », projet de fin d'études, université de Bejaia.
- [43] JL.COUDEVYLLE, C.BOUXIN, F.BOUVIER. « La chimie de formulation des colles amyliées pour carton ondulé. », fefco-nice-1997.
- [44] Documentations techniques de l'entreprise Générale Emballage .
- [45] : Brant-industrie 14 bis Pl. de la république, 59260 Hellemmes.

[46] : Catalogue de viscosimètre brookfield (référence mondiale).

[47] : Fiche Technique de l'amidon maghnia donnée par Générale Emballage .

[48] : Fiche Technique de l'amidon Cargill donnée par Générale Emballage .

[49] : Aissou Siham « Immobilisation d'une lipase sur un support de bentonite et polymérique : étude comparative et application ».mémoire de magister, option génie des polymères, Université de Bejaia 2012.

[50] : ZIBOUCHE Fatima née OUBELLIL. « Phénomènes physico-chimiques liés aux transformations des kaolins » Thèse de doctorat en sciences et génie des matériaux. Université de Boumerdes 2011.

[51] :Hesse.M,Meier.H, Zeeh.B, « méthodes spectroscopiques pour la chimie organique », édition Masson, 1997.

[52] : Domien MONNET, « étude de l'évolution des propriétés mécanique de matériaux amylicés par sélection et/ou modification structurale dirigées », thèse doctorat, école doctorale : sciences, technologies, sante. Université de Reims Champagne-Ardenne 2008.

[53] : Jean Aime MBey « films composites amidon de Mauisc-Kaolinite » thèse de doctorat de l'université de lorraine 2009.

Annexes

ANNEXE 1 : Fiche technique des eaux utilisées (distillée, adoucie, usine) pour la préparation des différents types de colle.

Tableau 1 : Fiche technique des eaux.

eaux propriétés	distillée	adoucie	usine
pH	6.94	7.3	7.50
Conductivités (μ.s)	4.83	880	760
Turbidités(U.T.F)	0.00	0.14	0.16

ANNEXE 2 : Viscosimètre brookfield.

a. Caractéristiques et avantages :

- ✓ Facilité d'utilisation ;
- ✓ Aucun calcul requis (affichage direct de la viscosité en cP ou en mPa.s) ;
- ✓ 18 vitesses pour une grande capacité de la plage de mesure ;
- ✓ Précision : ± 1.0 % de plage de mesure ;
- ✓ Reproductibilités : ± 0.2 % [46].

b. Sélection du viscosimètre Brookfield

Tandis que l'on recommande divers modèles de viscosimètres Brookfield pour des applications de viscosités hautes, moyennes et basses, ces désignations sont seulement des orientations. Des vitesses multiples et des mobiles interchangeables sur chaque viscosimètre permettent une grande flexibilité dans l'application. La sélection du bon modèle assurera la sensibilité et la précision maximales dans la gamme de viscosité mesurée [45].

b. 1. Viscosimètres rotatifs : Applications typiques Faible viscosité (LV)

➤ **Gamme: 15 à 2 000 000 centipoises**

Adhésifs (solvant); produits chimiques; cosmétiques; cires chaudes; encres (lithographique); peintures de latex; polymères; solutions en caoutchouc; solvants [45].

b.2.Moyenne viscosité (RV)

➤ **Gamme: 100 à 13 000 000 centipoises**

Adhésifs; pâtes céramiques; gommes; encres (sérigraphie); peintures; papier peintures; plastisols; couches superficielles; vernis. [45].

b.3.Haute Viscosité (HA /HB)

➤ **Gamme: 200 à 104 000 000 centipoises**

Asphalte; composés calfeutrant; époxydes; gels; encres (offset); pâtes; bitumes; mastics; feuille modelant composés.

Asphalte; composés calfeutrant; époxydes; gels; encres (offset); pâtes; bitumes; mastics; feuille modelant composés. [45].

C- Géométrie de Mobile Brookfield

Tous les viscosimètres Brookfield sont fournis avec des mobiles appropriés pour la plupart des applications. Il y a des situations où la géométrie du mobile doit être spécifiée afin d'avoir les meilleurs résultats. Tous les mobiles sont en acier inoxydable. De plus, des accouplements rapides et des extensions de mobile sont aussi disponibles pour certains mobiles [45].



Figure1: Jeu de mobiles LV [45].

d. Mobiles type disques

Pour les applications générales pour des résultats précis et reproductibles Inclus avec le modèle LV (mobiles 2 et 3), Inclus avec les modèles RV/HA/HB (mobiles 2 à 6) [45].

➤ **Mobiles type cylindriques**

Pour la plupart des applications impliquant des liquides non-newtoniens comme des peintures. Fournir une géométrie de mobile scientifiquement définie pour le calcul du taux de la contrainte de cisaillement afin de déterminer la viscosité.

Applicable à n'importe quel modèle de viscosimètre Inclus avec les modèles LV (mobiles 1 et 4) et RV/HA/HB (mobile 7) [45].

➤ **Mobiles type T-Bar**

Pour mesurer des matières non-fluides comme des pâtes, des gels et des crèmes. Généralement utilisées avec le support Helipath [45].

➤ **Cylindre coaxial**

Fournir des données rhéologiques incluant la contrainte de cisaillement et la valeur du taux de cisaillement.

Disponibles avec plusieurs accessoires : petit adaptateur d'échantillon, adaptateur UL et système thermostat. [45].

Résumé

Dans notre travail, nous avons comparé deux colles à base de différents types d'amidons. Les matières premières (amidon et le borax) ont été caractérisées par plusieurs techniques (DRX, IRTF). Les caractéristiques rhéologiques des amidons ont été déterminées par différents analyses (PAF, humidité, la teneur en matières minérales). Nous avons mesuré les viscosités (cinématiques et dynamiques). En outre on a déterminé les températures de gélatinisations des colles élaborées en fonction de trois types d'eau (distillée, adoucie et l'eau d'usine) et mesuré la densité de chaque type de colle. Les résultats sont satisfaisants du moment que ça nous a permis de trouver quelle est le type d'eau qui donne la meilleur colle.

Mots clés : amidon, colle, viscosité, densité.