

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la recherche Scientifique
Université Abderrahmane MIRA Bejaia
Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés

Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme de
Master en Génie des Procédés
Option: Génie Chimique

Thème

*L'influence de la température et de la formule avec additifs sur
la viscosité de la colle à base d'amidon utilisé pour le carton
ondulé au niveau de l'unité Général Emballage*

Réalisé par :

M^{elle} : DAOUDEDINE Amel

M^{elle} : SAADI Salima

Encadré par :

M^{me} MALEK Nouara

M^r MOUSSACEB Karim

M^r BOUALOUCHE Zahir

Présidente : M^{me} L.AIT BRAHEM

Examinatrice : M^{me} G.IKHLEF

Examinatrice : M^{me} N.BOUZIDI

Promotion Juin 2013

Liste des abréviations

COV : Composés organiques volatils.

deN: deca-Newton.

DP : Degré de polymérisation.

DRX : Diffraction des rayons X.

ES : Extrait sec.

F : Force d'attraction.

GE : Général Emballage

IR : Infrarouge.

IRTF : Infrarouge à transformée de fourrier.

PVAC : Homopolymères d'acétate de polyvinyle.

RN : Route national.

SPA : Société par action.

S : Short (français : Courte).

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre II : GENERALITE SUR LES AMIDONS

Tableau I.1 : Caractéristiques des granules des principaux amidons natifs.....	14
Tableau I.2 : Composition en % des grains d'amidon.....	16
Tableau I.3 : Les diverses applications des amidons	21

Chapitre III : LE COLLAGE ET LA FABRICATION DU CARTON ONDULE

Tableau III.1 : Exigences et caractéristique des colles selon les opérations de collage....	30
Tableau III.2 : Types de cannelures et épaisseur du carton.	37

Chapitre IV : MATERIELS ET METHIDES

Tableau IV.1 : Les caractéristiques physico-chimiques de l'amidon de maïs.	44
Tableau IV.2 : Les caractéristiques physico-chimiques d'Hydroxyde de Sodium	45
Tableau IV.3 : Les caractéristiques physico-chimiques de Borax.	45
Tableau IV.4 : Les caractéristiques physico-chimiques de Sulfate de Zinc	46
Tableau IV.5 : Les caractéristiques physico-chimiques de Calcium de Chlorure.....	47
Tableau IV.6 : Les caractéristiques du mobile 2.....	50
Tableau IV.7 : Les caractéristiques du viscosimètre de Lorry.....	51
Tableau IV.8 : Compositions en borax et additifs pour les colles avec un seul additif	52
Tableau IV.9 : Compositions en borax et additifs pour les colles avec deux additifs.....	53

Chapitre V : RESULTATS ET DISCUSSION

Tableau V.1 : Attribution des principales bandes observées sur le spectre IR pour l'amidon.	63
Tableau V.2 : Résultats de viscosité de Lory des différentes formules de colles avec l'additif sulfate d'alumine en fonction de la température	64
Tableau V.3 : Résultats de viscosité de Brookfield des différentes formules de colles avec l'additif Sulfate d'Alumine en fonction de la température	65

Tableau V.4 : Résultats de viscosité de Lory des différentes formules de colles avec l'additif Sulfate Zinc en fonction de la température.....	66
Tableau V.5 : Résultats de viscosité de Brookfield des différentes formules de colles avec l'additif Sulfate Zinc en fonction de la température	68
Tableau V.6 : Résultats de viscosité de Lory des différentes formules de colles avec l'additif Chlorure de Calcium en fonction de la température.....	69
Tableau V.7 : Résultats de viscosité de Brookfield des différentes formules de colles avec l'additif sulfate Chlorure de Calcium en fonction de la température	70
Tableau V.8 : Résultats de viscosité de Lory des différentes formules de colles avec deux additifs Chlorure de Calcium et Sulfate d'Alumine en fonction de la température.....	71
Tableau V.9 : Résultats de viscosité de Brookfield des différentes formules de colles avec deux additifs Chlorure de Calcium et Sulfate d'Alumine en fonction de la température.....	72
Tableau V.10 : Les résultats de l'ES pour les différentes formules de colle.	74
Tableau V.11 : Résultats de densité apparente pour les différentes formules de colles. .	76
Tableau V.12 : Résultat du test d'adhérence du carton après collage avec les meilleurs colles obtenues	78

SOMMAIRE

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Sommaire

INTRODUCTION..... 1

Chapitre I : PRESENTATION DE L'ENTREPRISE

I- Historique 3

II- Présentation de l'entreprise 3

III- Activité de l'entreprise..... 3

VI- Nature de produit fabriqué..... 3

V- Organigramme de Générale Emballage 4

VI- Processus de produit d'onduleuse..... 5

VII- Préparation de la colle 8

Chapitre II : GENERALITES SUR LES AMIDONS

I- Définition..... 9

II- Types d'amidon..... 9

II-1-Les amidons natifs 10

a) Maïs 10

b) Pomme de terre 11

c) Blé 11

d) Tapioca..... 11

II-2-Les amidons modifiés 12

a) Les amidons réticulés.....	12
b) Les amidons stabilisés	12
c) Les amidons pré-gélatinisés.....	13
d) Autres modification	13
III- Compositions et structures	13
III-1- Formes et grosseurs des granules d'amidons natifs	13
III-2- Composition chimique des amidons natifs.....	14
a) Amylose	14
b) L'amylopectine	15
c) Les lipides	16
d) Les minéraux.....	16
III-3- Structure physique.....	17
IV- Propriétés de l'amidon	17
IV-1- Propriétés physiques	18
IV-2- Propriétés chimiques	19
V- L'utilisation générale des amidons	20
V-1- Alimentaires	20
V-2- Pharmaceutique	20
V-3- Papeterie	20
V-4- Cartonnerie	20
V-5- Colle	21

Chapitre III : LE COLLAGE ET LA FABRICATION DU CARTON ONDULE

I- Collage.....	23
I-1- Définition	23
I-2- Comment réussir un collage	24
I-3- Compositions des colles.....	24
I-3-1- Le liant.....	24
I-3-2- La phase de dissolutions.....	25

I-3-3- La charge	25
I-3-4- Les additifs	25
I-4- Les types de colle.....	25
I-4-1- Colles végétales.....	26
I-4-1-1- Colles d'amidon.....	26
I-4-1-2- Colles d'amidon modifié	26
I-4-1-3- Colles dextrine.....	27
a) Colles dextrine en pâte.....	27
b) Colles dextrine fluides.....	27
c) Colles de dextrine boratée	27
I-4-2- Colles animaux	28
I-4-2-1- Caséine	28
I-4-2-2- Colles de gélatine	28
I-4-3- Colles vinyliques aqueuses	28
I-4-3-1- Homopolymères d'acétate de polyvinyle (PVAC).....	28
I-4-3-2- Copolymères d'acétate de polyvinyle	29
I-5- Paramètres de choix d'une colle	29
I-6- Les caractéristiques physico-chimiques d'une colle.....	30
I-7- Théorie de collage.....	32
I-7-1- Théorie mécanique	32
I-7-2- Théorie adsorption thermodynamique	32
I-7-3- La théorie électrostatique	34
I-7-4- L'adhésion chimique	34
I-7-5- La théorie diffusionnelle.....	35
I-7-6- L'interphase.....	35
I-8- Les avantages et les inconvénients du collage.....	35
I-8-1- Avantages du collage	35

I-8-2- Inconvénients du collage	36
II- Le carton.....	36
II-1- Le carton ondulé.....	36
II-2- Les types de carton ondulé	37
II-3- Types de cannelures et épaisseur du carton	37
II-4- Les différents types de papier utilisé dans le carton ondulé.....	37
III- Le procédé de fabrication du carton ondulé.....	38
III-1- L'encollage dans les installations du carton ondulé.....	38
III-1-1- Modèles existants de cylindres encolleurs.....	38
III-1-2- Simple Face / Double Face	41
a) Simple face	41
b) Double face.....	42

Chapitre IV : MATERIELS ET METHIDES

I- Produits utilisés et leurs caractéristiques	44
I-1- L'amidon de maïs	44
I-2- Hydroxyde de Sodium (NaOH)	44
I-3- Borax.....	45
I-4- Additifs	46
I-5- La colle de référence pour l'essai d'adhérence.....	47
II- Matériels.....	47
a) E096 Malaxeur automatique de mortier	47
b) Viscosimètre de Brookfield	48
c) Viscosimètre de Lorry	50
d) Appareil de mesure d'adhérence	51
III- Préparation des différentes colles	51
III-1- Préparation de la colle de base au niveau de l'industrie.....	51
III-2- Préparation de la colle de base a l'échelle du laboratoire (Formule Fx-1)	52

III-3- Préparations des différentes colles avec un seul additif.....	52
III-4-Préparation des colles avec deux additifs (Chlorure de Calcium + Sulfate d' Alumine)	53
IV- Méthodes de caractérisation	53
IV-1-Spectroscopie (IRTF).....	53
a) Définition	53
b) L'expérience.....	54
IV-2- Diffraction des rayons X (DRX).....	54
a) Définition	54
b) L'expérience.....	54
V- Tests caractéristiques d'une colle	55
V-1- Tests de viscosité.....	55
V-2- Test d'extrait sec	56
V-3- Test de densité apparente	57
VI-Tests effectué sur les meilleures colles	57
VI-1- Le collage.....	57
VI-2- Résistance à l'attraction	58

Chapitre V : RESULTATS ET DISCUSSION

I- Caractérisation d'un amidon.....	60
I-1- La diffraction aux rayons X (DRX).....	60
I-2- L'étude spectroscopique par Infrarouge à Transformée de Fourier.....	61
II- Résultats des tests de caractérisation des différentes colles	63
II-1- L'étude des tests de viscosité.....	63
II-1-1- Résultats de viscosité des différentes formules de colles avec l'additif Sulfate d' Alumine en fonction de la température.....	64
II-1-2- Résultats de viscosité des différentes formules de colles avec l'additif Sulfate de Zinc en fonction de la température.....	66

II-1-3- Résultats de viscosité des différentes formules de colles avec l'additif Chlorure de Calcium en fonction de la température.....	69
II-1-4- Résultats de viscosité des différentes formules de colles avec deux additifs Chlorure de Calcium et Sulfate d'Alumine en fonction de la température....	71
II-2- L'étude de tests d'extraits sec.....	73
II-3- L'étude de tests de densités apparente.....	75
II-4- L'étude de tests d'attraction sur les meilleures colles	77
II-5- L'étude spectroscopique des colles par Infrarouge à Transformée de Fourier.....	79
II-5-1- L'étude spectroscopique de la colle F1-1 par IFTR.....	79
II-5-2- L'étude spectroscopique de la colle F4-2 par IFTR.....	80
II-5-3- L'étude spectroscopique de la colle F4-3 par IFTR.....	81
II-5-4- L'étude spectroscopique de la colle F4-4 par IFTR.....	81
II-5-5- L'étude spectroscopique de la colle F4-5 par IFTR.....	82
Conclusion générale et perspectives	86
Références bibliographiques	
Les annexes	



REMERCIEMENTS

Notre travail a été réalisé au sein du Laboratoire de Technologie des Matériaux de Génie des Procédés (LTMGP) de l'université A. MIRA de Bejaïa.

Nous exprimons toute notre reconnaissance et notre gratitude à notre encadreur M^{me} N.MALEK, et nos co-encadreurs M^r K.MOUSSACEB et M^r Z.BOUALOUCHE de nous avoir guidé tout au long de ce travail, pour leurs critiques et leurs conseils. Par leurs compétences et leurs disponibilités, ils ont su créer un climat de travail agréable et efficace.

Nous tenons à remercier les membres du jury pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant de juger notre travail.

Nos plus vifs remerciements vont aux responsables de l'unité Général Emballage de nous avoir acceptés au sein de leur unité et toutes les personnes qui nous ont fournies des informations.

Nous tenons également à remercier le responsable du Hall Technologie M^r R.YOUSFI d'avoir réalisé un viscosimètre, M^{me} AISSOU du département Biologie de nous avoir prêtée un viscosimètre Brookfield ainsi que M^r Dj. ZOUBIRI de nous avoir accepté au sein de son laboratoire Résistance des Matériaux du département de Génie Civil.

Nous adressons en outre nos remerciements à tous les techniciens de LTMGP, collègues de la section, chercheurs et plus particulièrement F.AIT MERZEG qui ont apportés de près ou de loin leurs contributions au développement de ce travail.

Nous témoignons notre reconnaissance à nos familles qui nous ont soutenus tout au long de notre parcours d'étude, nos proches, nos amis et surtout F.MAIBECHE.

Enfin, que toute personne qui, d'une manière ou d'une autre, nous a aidé et encouragé sans peut-être avoir conscience de l'importance de leur aide à la réalisation de ce travail, trouve ici l'expression de nos sincères reconnaissances.



Dédicaces



Je dédie mon travail :

*A mes parents qui ont toujours été présents et qui m'ont
permis de réaliser tout ce que je souhaitais
à mes yeux, vous êtes des
soutiens sans faille*

*A ma sœur Malika et sa famille
A mon frère Abd Erazak et sa famille
A ma sœur Guermia et sa famille
A mes frères Md Amezian, Abd El Kader et Khalil
A ma petite sœur adorée Nawel*

*A toute ma famille, la famille Ladjouzi, mes amis
en particulier Fatiha et Karima ainsi que tous ceux
qui me sont chère*

*A ma très chère binôme Salima et sa famille
et je les remercie de l'avoir bien élevée*

*A tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation
de ce travail
«Merci pour votre soutien, votre amour et tous vos sacrifices »*

A . DAOUDEDINE

Dédicaces



Je dédie mon travail:

*A la mémoire de mon cher père Rabia que Dieu l'accueil
dans son vaste paradis*

*A ma mère, l'être le plus noble dans la vie qui a donné de
son mieux pour me voir ainsi
« Merci ma chère maman »*

*A ma chère sœur Fahima qui ma apportée soutien
tout au lent de ma vie*

A mon grand frère Yacine

A mon frère Farid et sa femme Fatima

*A toutes ma famille surtout ma très chère
Tinouche, mes amis en particulier Pati, Rosa,
Sabrina et Soraya ainsi que tous ceux qui me sont*

A mon ami proche Youyou qui ma bcp aidé

*A ma très chère binôme Amel et sa famille et je
les remercie de l'avoir bien élevée*

*A tous ceux qui ont contribués de près ou de loin à la
réalisation de ce travail*

« Merci pour votre soutien, votre amour et tous vos sacrifices »

S.SAADI

Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

« L'emballage doit protéger ce qu'il vend et vendre ce qu'il protège ». Cette citation résume les grandes fonctions de l'emballage qui est divisé en six grandes familles : le papier, le plastique, le verre, le métal, le bois et le matériau composite. Le carton ondulé faisant partie de la famille des papiers, est l'un des emballages les plus utilisés et son utilisation ne cesse d'augmenter [1].

Le carton est plus épais que le papier et comporte souvent plusieurs couches. Il est produit sur des machines à papier spéciales, capables de traiter des épaisseurs plus importantes et plusieurs couches simultanément. Le carton ondulé constitue une variante particulière : une épaisseur de papier ondulé est collée entre deux couches extérieures afin de limiter le poids [2].

Pour assembler les différentes couches du carton ondulé, l'homme a toujours tendance à choisir la colle à base d'amidon. Cette colle est constituée d'amidon de pomme de terre, de maïs ou de blé gonflé et éclaté dans l'eau chaude. Elle permet un recyclage facile des vieux emballages. La colle à base d'amidon est utilisée en raison de son prix bas, de la bonne adhérence sur le carton, de la possibilité de recyclage des emballages et de sa non toxicité. 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 [3].

Afin d'optimiser la production du carton ondulé de l'unité Général Emballage, les personnes de cette unité ont signalés un problème au niveau du circuit de fabrication du carton ondulé plus exactement dans la section collage.

Pour palier à ce problème, quelques études ont été réalisées dans le but d'améliorer la qualité de la colle. Pour cela, un stage pratique d'une semaine a été effectué au niveau de cette unité afin de voir le processus de fabrication du carton ondulé ainsi que la préparation de colle. La plus grande partie de ce travail a été effectuée au niveau du laboratoire LTMGP.

Dans notre étude, nous nous sommes intéressés à la fabrication de la colle à base d'amidon, nous avons utilisés comme agents améliorant des additifs pour voir l'influence de la température et de la formule avec additifs sur la viscosité de la colle à base d'amidon.

Pour atteindre cet objectif, le travail a été partagé en deux grandes parties.

La première partie consacrée à l'étude bibliographique qui comporte trois chapitres, le premier qui consiste à la présentation de l'industrie GE, et les deux derniers comprennent quelques généralités sur les amidons, le collage et la fabrication du carton ondulé ainsi que leurs utilisations.

La seconde partie présentera la partie expérimentale qui comporte deux chapitres, dans le premier nous avons présenté les différents matériels et méthodes utilisés durant l'étude. Pour cela nous avons pris comme référence la formule de base préparée au niveau de l'unité GE, puis nous avons varié les quantités de borax en fraction avec les différents additifs pour trouver la meilleure formule de colle qui permet de coller d'une manière efficace les différentes couches du carton.

Pour finaliser notre travail, nous avons effectué quelques analyses, qui nous ont permis de connaître les paramètres de chaque colle obtenue. Ces analyses ont été effectués dans l'ordre suivant :

- Caractérisation physico-chimique et minéralogique de la matière première par analyses IRTF et DRX ;
- Les tests de viscosité, d'extrait sec et de densité pour caractériser chaque colle obtenue ;
- Caractérisation des meilleures colles avec la spectroscopie IR pour déterminer les modifications structurales apportées à ces colles après chauffage ;
- Les tests mécaniques de collage suivi de la résistance à l'attraction.

Le dernier chapitre consiste à présenter les résultats obtenus dans le chapitre précédent et leurs discussions.

Dans la conclusion générale, on présentera une analyse globale de nos résultats et quelques perspectives.

Chapitre I

Chapitre I : PRESENTATION DE L'ENTREPRISE

I- Historique

GENERALE EMBALLAGE est une société de nature juridique SPA. Elle a été créée le 1 août 2000 à la zone d'activités Taharacht, Akbou, Bejaia.les travaux de construction de bâtiment débutâmes en ce mois et sont réalisés par des entreprises Algériennes. En 2002 les équipements de fabrication, importés d'Espagne et furent installés. En juin la société débuta son activité en fabricant ses premiers produits.

En 2008 Générale Emballage a acquis deux nouvelles usines de transformation, une à Oran en mois d'avril et l'autre à Sétif en mois de juin [4].

II- Présentation de l'entreprise

Dénomination : SPA Générale Emballage

Siege sociale : zone d'activité de Taharacht, Akbou, Bejaia.

Situation géographique : La société est implantée au niveau de la zone d'activité de Taharacht d'une surface de **24 he**, situé à 2.5 km au nord-est du chef-lieu de la commune d'Akbou. Elle est un variables carrefour économique, de part le nombre d'unité industrielle qui se sont installé et exerçant dans divers domaines. [4].

III- Activité de l'entreprise [4]

La fabrication du carton ondulé, et sa transformation en Emballage utilisé dans l'industrie alimentaire, électroménagère.....

IV- Nature de produit fabriqué [4]

- Box (carrée octogonal)
- Caisse à fruits & légumes.
- Barquettes.
- Plaques et intercalaires.
- Cannelures (simples et doubles).
- Caisse américaine.

V- Organigramme de Générale Emballage [40]

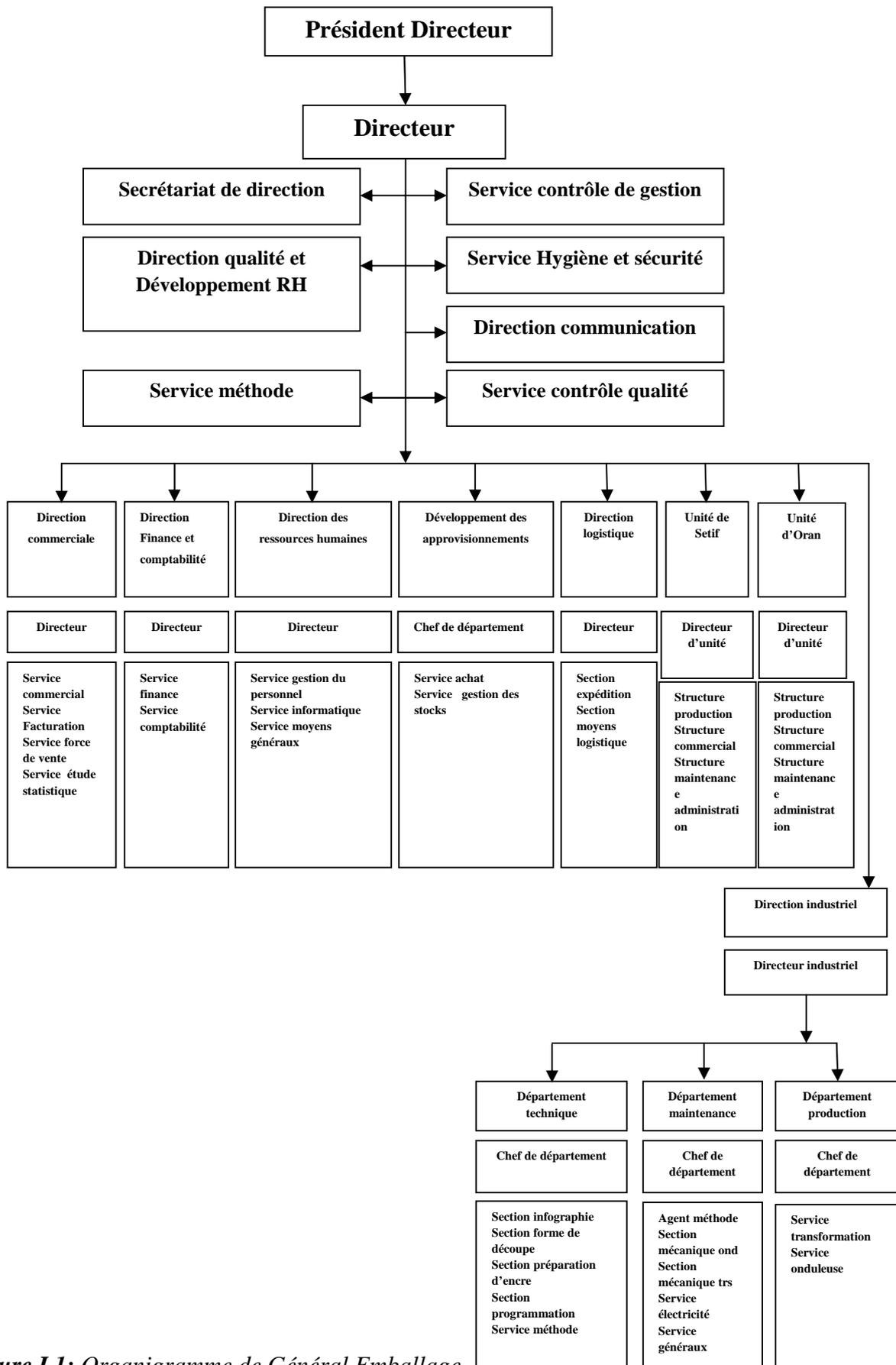


Figure I.1: Organigramme de Général Emballage.

VI- Processus de produit d'onduleuse [4]

➤ **L'onduleuse**

L'onduleuse est une machine qui fabrique le carton ondulé par la formation d'une cannelure au niveau du « bloc cannelure » et l'assemblage d'au moins trois papiers à l'aide d'une colle à base d'amidon de maïs.

L'apport énergétique est fourni par la vapeur à 190°C.

L'onduleuse est la juxtaposition de plusieurs machines simples synchronisées entre elles :

- Les dérouleurs de bobines équipés d'un système de freinage automatique qui garantit le défilement du papier à vitesse constante quelque soient le diamètre de la bobine.
- Les jonctionneurs qui raccordent automatiquement les papiers lors du changement de la bobine.
- Plusieurs bloc « simple face » composés de cylindre :
 - Pré chauffeurs qui préparent le papier pour un bon collage.
 - Canne leur qui donne la forme au papier cannelure.
 - Encolleur qui apporte un film de colle sur la tête des cannelures.
 - Presse lisse qui met en contact les cannelures enduites de colle et le papier de couverture.
- L'ensemble est appelé « nappe simple face » qui est transportée par un « pont » vers un bloc « double face ».
- Le module double face composé de cylindres :
 - Préchauffeurs qui préparent la nappe simple face ;
 - Préchauffeurs qui préparent la couverture extérieure du carton ;
 - Encolleur qui apporte la colle sur la tête des cannelures. La nappe et le papier de couverture sont assemblés sans écrasement à l'entrée de la table ;
 - La table de séchage est composée de plaques chauffantes sur lesquelles le carton est entraîné par un tapis.

- La pression de contact entre le carton et les plaques est réglée en fonction du poids du carton et de la vitesse de la machine.

- La partie dimensionnelle est composée :

- D'un traçage et d'une coupe longitudinale sur la « coupeuse mitrailleuse CLM350CL ».

- D'une coupe transversale sur la « coupeuse CTM350 ».

L'onduleuse est équipée de deux coupeuses transversales pour permettre la fabrication simultanée de deux commandes différentes ceci afin d'occuper au mieux la laize (largeur) de la machine.

- La réception : les feuilles de carton sont empilées sur deux tables de sortie et évacuées par bloc.

➤ Processus de fabrication du carton ondulé à la ligne onduleuse

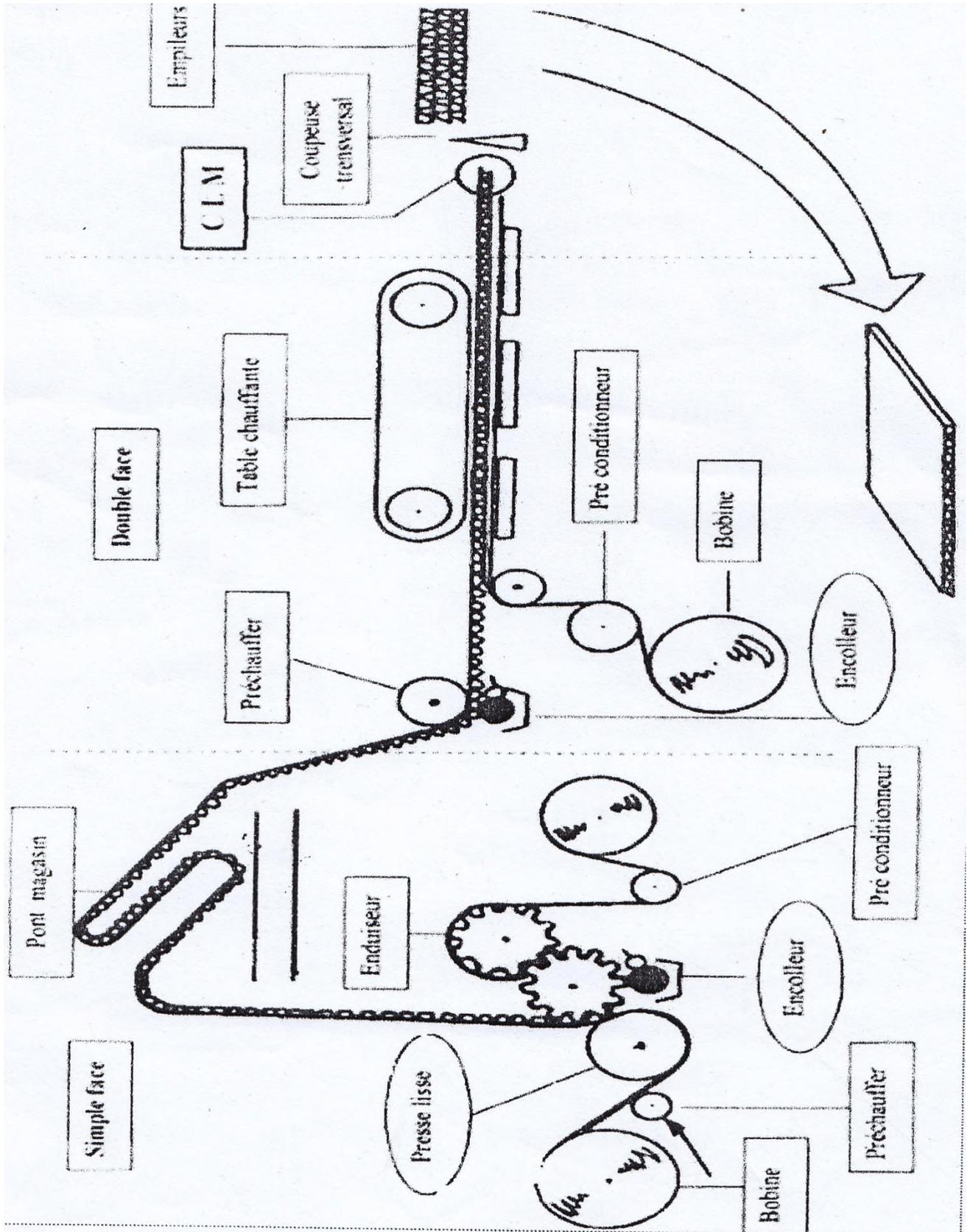


Figure I.2 : Schéma du Processus de fabrication du carton ondulé [4].

VII - Préparation de colle

Dans un réacteur agité fermé, on introduit 750 l d'eau qu'on chauffe à 40 °C, une fois chauffée, on lui ajoute 80 à 100 kg d'amidon puis 50 l de soude liquide en suite on attend 20 min pendant que l'agitateur automatique mélange, puis on lui ajoute 1150 l d'eau et 500 kg d'amidon, puis on fait un lavage avec 40 l d'eau, on laisse agiter pendant 5min pour ajouter du borax (5 kg), on laisse encore agiter c'est ce qu'on appelle l'agitation inter borax pendant 5min, et à la fin, on vérifie la viscosité qui varie de 35-45 seconds.

En suite cette préparation est introduite dans le deuxième réacteur qui contient de la colle qui revient du circuit de collage qui est plus visqueuse de l'ordre de 45-55 seconds pour avoir à la fin une viscosité moyenne [4].

Chapitre II

Chapitre II : Généralités sur les amidons

Aujourd'hui l'amidon issu des productions agricoles occupe une place prépondérante dans la vie humaine tant dans l'alimentation que dans l'industrialisation non alimentaire [5]. L'amidon constitue la principale source d'énergie pour la vie animale et la moitié de l'amidon produit industriellement est destinée à l'alimentation humaine [6]. C'est un composé nutritionnel abondant, renouvelable, peu coûteux, qui trouve dans les aliments de multiples fonctions [7] comme épaississant, gélifiant, liant sous sa forme d'empois d'amidon granulaire et comme matières sucrantes, liantes, support lorsqu'il est utilisé sous forme hydrolysé. L'amidon est également utilisé dans de nombreux secteurs industriels non-alimentaires : la production papetière, l'industrie pharmaceutique, cosmétique, textile etc.... [8].

I- Définition

Les amidons sont des polysaccharides végétaux. Physiologiquement, ce sont des substances de réserves, emmagasinés dans les grains de céréales telles que le maïs et dans les tubercules comme la pomme de terre, le manioc, et on les trouve aussi dans les fruits comme la banane et dans plusieurs légumes [9]. Ils possèdent un diamètre pouvant varier de 1 à 100 µm selon la plante. Le motif constitutif est le glucose, de formule brute (C₆H₁₂O₆) [10-11].

L'amidon est l'un des glucides d'origine végétale les plus largement répandus. Son intérêt primordial, tant sur le plan alimentaire qu'industriel n'est plus à démontrer [12]. L'amidon est un matériau peu coûteux, totalement renouvelable et en plus, rapidement biodégradable [13].

II- Types d'amidon

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 [14].

II-1- Les amidons natifs

Obtenu par extraction, l'amidon est donc appelé natif parce qu'il n'a subi aucune modification chimique de sa molécule initiale. Bien que l'amidon soit présent dans la presque totalité des plantes, son obtention est dictée par la disponibilité géographique et saisonnière de la plante en question, ainsi que par l'efficacité relative de son extraction, selon le contenu d'amidon de chaque espèce, et la rentabilité qui en découle. Ainsi, seulement certaines espèces sont exploitées à des fins commerciales de grande échelle [14].

Les granules d'amidon sont des particules blanches semi-cristallines, insolubles dans l'eau à température ambiante et dont la taille varie entre 2 et 100 μm . La taille et la forme des granules sont spécifiques de chaque espèce végétale [15]. La surface des grains d'amidon natif apparaît lisse et dépourvue de pores ou fissures [16-17].

Sur les plantes, l'amidon peut se concentrer à différents endroits :

- Dans les racines, les bulbes ou les tubercules : comme dans le cas de la pomme de terre et le manioc.
- les graines : comme dans le cas du maïs, du blé, du riz...etc.
- Dans la moelle de la tige : chez le sagoutier et le zamier [18].

Pour ne citer que les plus utilisés dans les pâtes et papiers en monde le maïs et la pomme de terre sont les principaux amidons natifs rencontrés, l'utilisation du blé et du tapioca étant beaucoup moins répandue [19].

a) Maïs

Le maïs est constitué d'amidon à près de 71% de son poids sec. De façon empirique, d'un boisseau de maïs pesant 25 kg, on peut extraire 15 kg d'amidon, 1 kg d'huile, 5 kg de gluten et de fibres qui seront orientées pour nourrir le bétail et 4 kg d'eau [20]. Le maïs comporte plusieurs avantages puisqu'il pousse rapidement, partout dans le monde, à l'année

longue et est, par surcroît, économique à exploiter. Il sèche facilement et s'entrepose aisément par les agriculteurs dans des silos pour ensuite suivre un approvisionnement échelonné des usines de transformation jusqu'à la prochaine récolte ou durant toute l'année s'il le faut.

L'amidon de maïs contient les deux types de polymères soit l'amylose et l'amylopectine, dans un rapport approximatif de 1/2.5 respectivement [21].

b) 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 [22]. 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 [23]. Enfin, la production d'amidon à partir de la pomme de terre est associée à des régions où les récoltes tardives peuvent être entreposées tout l'hiver pour fournir le procédé de transformation en continue [14].

c) Blé

Le blé est la céréale la plus cultivée dans le monde, elle est destinée, dans sa presque totalité à l'alimentation humaine. L'Australie et la Nouvelle-Zélande sont les seuls pays à produire leur amidon à partir du blé. La plus grande difficulté rencontrée dans l'extraction de l'amidon du blé est la séparation de l'amidon du contenu relativement élevé de protéines contenues dans les grains. . Il peut demeurer tout de même compétitif au maïs en raison de la grande qualité de son gluten qui est hautement prisé sur le marché de l'alimentation humaine. Ainsi, malgré le coût élevé de la transformation, les entreprises sont intéressées à effectuer la séparation afin d'obtenir le gluten et du même coup de l'amidon. Il est à noter que le gluten du maïs est utilisé essentiellement pour le bétail [14].

D) Tapioca

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 [14].

II- 2- Les amidons modifiés

Des amidons modifiés, c'est à dire transformés (par voie chimique ou physique) après leur extraction, afin de leur conférer de nouvelles propriétés ou de limiter les problèmes qu'ils occasionnent [24]. Ces propriétés ont été altérées soit par une scission significative de la molécule, un réarrangement des molécules, une oxydation ou par l'introduction de groupements fonctionnels par substitution. Cette définition inclut la conversion acide, la chloration, la conversion pyrolytique, la conversion enzymatique, la réticulation, et finalement, tous les dérivés découlant des différentes substitutions [25].

D'après les modifications effectuées sur l'amidon natif on cite quelques types d'amidons modifiés :

a) Les amidons réticulés

Les amidons réticulés sont des amidons pour lesquels on a rajouté des liaisons entre les chaînes de macromolécules (liaisons covalentes) plus résistantes que celles que l'on trouve à l'état naturel (liaisons hydrogène). Il existe deux types d'amidons réticulés : phosphate ou adipate d'amidon.

Les amidons réticulés sont plus résistants à l'acidité, au cisaillement et à la température, mais sont également plus difficiles à cuire [24].

b) Les amidons stabilisés

Ce deuxième type de modification a été développé pour limiter les problèmes de rétrogradation. Il s'agit de greffer sur les chaînes de macromolécules des groupements qui vont avoir un effet « répulsif », empêchant ainsi leur réassociation lors du refroidissement.

Selon la nature des groupements, on trouve trois types d'amidons stabilisés : acétate ou succinate d'amidon et amidon hydroxypropylé [24].

c) Les amidons pré-gélatinisés

Contrairement aux deux modifications précédentes, il s'agit d'un traitement physique qui va permettre de rendre l'amidon soluble à froid. Un amidon pré-gélatinisé va donc être capable d'épaissir sans traitement thermique préalable [24].

d) Autres modifications

On rencontre également des amidons qui ont subi d'autres modifications :

- **Les amidons fluidifiés** : ce traitement physique permet de diminuer la viscosité que les amidons vont développer lors du traitement thermique.
- **Les amidons oxydés** : l'oxydation est une réaction chimique qui rend l'amidon plus translucide.
- **Les amidons substitués** : la substitution par des groupements hydrophobes permet de conférer aux amidons un pouvoir émulsifiant [24].

III - Compositions et structures**III -1- Formes et grosseurs des granules d'amidons natifs**

Les granules d'amidon natif sont composées de deux types de polysaccharides compactés en rangs serrés, mais organisés dans un certain ordre répétitif. Cette caractéristique est dénotée par une biréfringence de la lumière polarisée traversant les cristaux du granule.

Les granules d'amidon varient en forme et en grosseur selon leur plante d'origine. Par contre, à l'état de poudre, il est difficile d'en déterminer l'origine, bien que quelques fois, une différence dans la coloration de la poudre les distingue. Un examen microscopique est souvent requis pour différencier leurs caractéristiques et déterminer leur provenance exacte.

Les caractéristiques propres à chacun des amidons, en regard de la forme et du diamètre des granules, peuvent se résumer par le tableau 1 [14]:

Tableau II.1 : Caractéristiques des granules des principaux amidons natifs.

Amidon natif	Forme des granules	Diamètre des granules (μm)
Maïs	Polygonale et ronde	5 – 25 (normal : 15)
Pomme de terre	Ovale	15 – 100
Blé	Circulaire et aplatie	2 – 10 ou 20 – 35
Tapioca	Arrondie avec une des extrémités tronquées	5 – 35 (normal : 20)

On constate que les granules de la pomme de terre sont, de loin, les plus grosses, suivi du tapioca.

III-2- Composition chimique des amidons natifs

L'amidon consiste en deux glucanes structurellement différents : l'amylose, polymère linéaire (c'est à dire non branché) et l'amylopectine, polymère fortement branché. L'amylopectine est le constituant principal de la plupart des amidons [26].

a) L'amylose

L'amylose (figure 3) 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) [27]. La distribution en masses moléculaires de l'amylose est bien décrite par une distribution logarithmique [28]. Sa masse molaire moyenne est de 10^5 à 10^6 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 [29]. 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 [30].

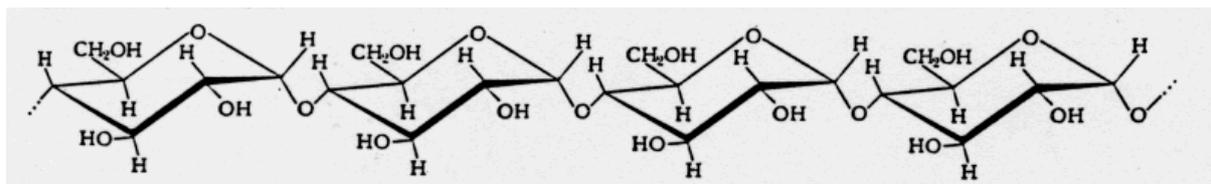


Figure II.1 : Structure de l'amylose [31].

b) L'amylopectine

L'amylopectine constitue 70 à 80 % de la fraction glucidique de l'amidon. Il s'agit d'une macromolécule dont la masse molaire, comprise entre 10^7 et 10^8 g.mol^{-1} , dépend de l'origine botanique, de la variété et des conditions physiologiques lors de sa biosynthèse [27]. 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 [32]. Cette structure peut être représentée par un ensemble de grappes de chaînes courtes (S) reliées entre elles par des chaînes plus longues (Lg) [33] (figure 4). Les chaînes courtes de degré de polymérisation (DP) voisin de 15-20, forment les arborescences terminales. Les chaînes longues (DP 40-45) forment l'ossature de la molécule et une chaîne de DP supérieur à 60 porte l'unique extrémité réductrice de la chaîne. Les différences structurales dues à l'origine botanique portent essentiellement sur le rapport chaînes longues sur chaînes courtes : ce dernier est de l'ordre de 5 pour les amylopectines des tubercules [34], de 8 à 10 pour les amylopectines de céréales et de légumineuses [35-36].

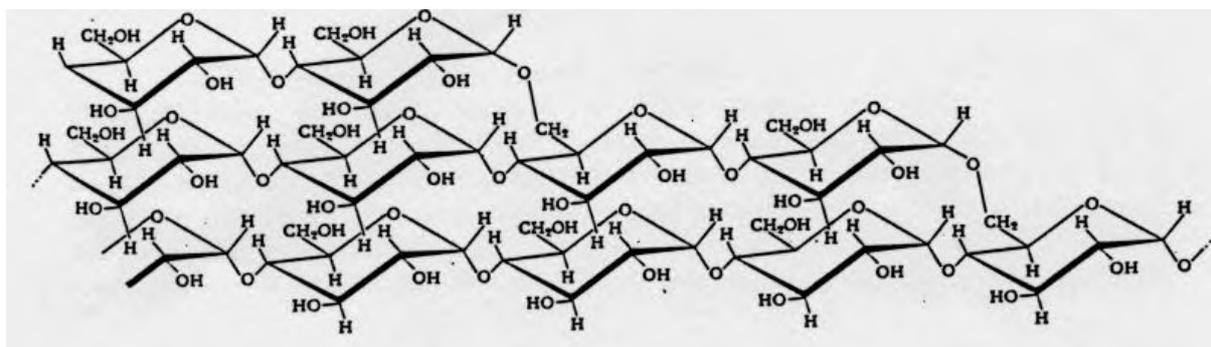


Figure II.2 : Structure moléculaire de l'amylopectine [31].

Ces types de molécules sont établis génétiquement et ils sont relativement constants pour chaque espèce d'amidon et ils sont insolubles dans l'eau froide ou tiède.

c) 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. 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 [37].

d) Les minéraux

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 [38]. 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. Ces phosphates confèrent à l'amylopectine de pomme de terre des propriétés polyélectrolytes (échangeur de cations) [39]. Les sites de phosphorylation varient avec le génotype de l'amidon de pomme de terre [40].

Les différents pourcentages des composés sont réunis dans le tableau suivant:

Tableau II.2 : Composition en % des grains d'amidon [41].

Amidon	Amylose	Lipides	Protéines	Minéraux
Maïs	26-28	0,63	0,30	0,10
Blé	26-27	0,63	0,30	0,10
Pomme de terre	20-24	0,63	0,05	0,30

La principale source de la cristallinité dans l'amidon, c'est la molécule de l'amylopectine dont les courtes branches sont arrangées en une organisation locale très importante responsable de la cristallinité de l'ensemble. Les molécules linéaires de l'amylose occupent les parties amorphes du granule [42].

III-3- Structure physique

Il se présente sous la forme de grains formés de zones concentriques 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 5) [43].

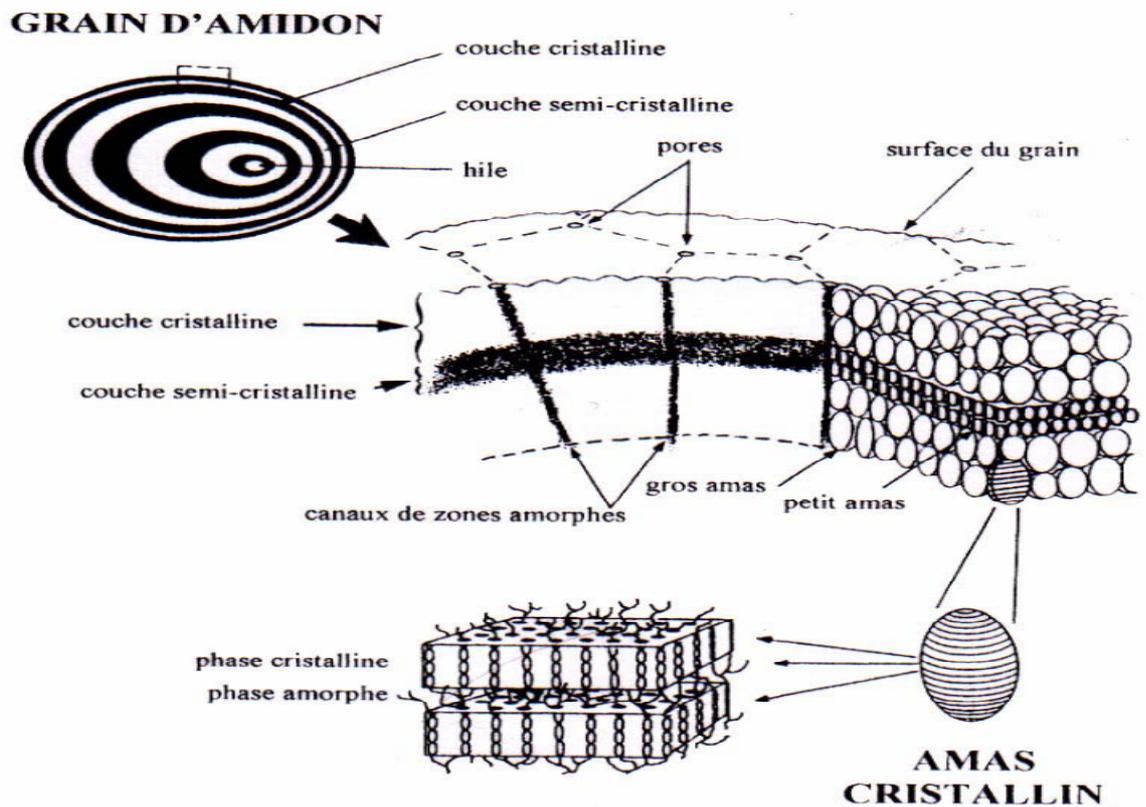


Figure II.3: Structure et ultra-structure d'un grain d'amidon [43].

IV - Propriétés de l'amidon

Elles sont très diverses, mais celles qui portent d'intérêt pour les industriels sont [5]:

IV- 1- Propriétés physiques

L'amidon a, comme tout produit, des propriétés physiques qui lui sont propres. Plusieurs facteurs entrent en jeu [5]:

- **La température de fusion** : température au cours de laquelle l'amidon se liquéfie;
- **La masse volumique** : généralement constante à 1,5 g/cm³;
- **La solubilité** : capacité des molécules à se dissoudre;
- **La température d'auto-inflammation** (ou d'auto-ignition) : température à partir de laquelle un gaz ou une vapeur s'enflamme spontanément en l'absence de flamme pilote. On peut aussi dire (point d'allumage spontané).

D'autres caractéristiques physiques simples importantes relativement à la fonctionnalité sont **la forme** et **la surface des grains d'amidon**, facteurs critiques lorsque celui-ci sert à véhiculer colorants, saveurs et assaisonnements. Ces qualités sont des fonctions du ratio amylose/amylopectine de l'amidon. Les deux polymères ont des structures très différentes l'amylose étant linéaire et l'amylopectine très ramifiée et chacun joue un rôle déterminant dans la fonctionnalité finale de l'amidon naturel et de ses dérivés: viscosité, résistance au cisaillement, gélatinisation, texture, solubilité, pouvoir adhésif, stabilité du gel, gonflement au froid et rétrogradation, tout dépend du ratio amylose/amylopectine [5].

- **Propriété rhéologique** : Un appareil est classiquement utilisé par les amidonniers pour caractériser les propriétés rhéologiques des amidons, il s'agit du **viscoamylogramme Brabender**. Cet appareil soumet l'amidon en solution à une agitation constante et enregistre l'évolution de la viscosité de la pâte au cours de différentes phases de chauffage, maintien en température ou refroidissement. Un viscoamylographe peut donc utiliser deux échelles (temps ou température) en abscisse [24].

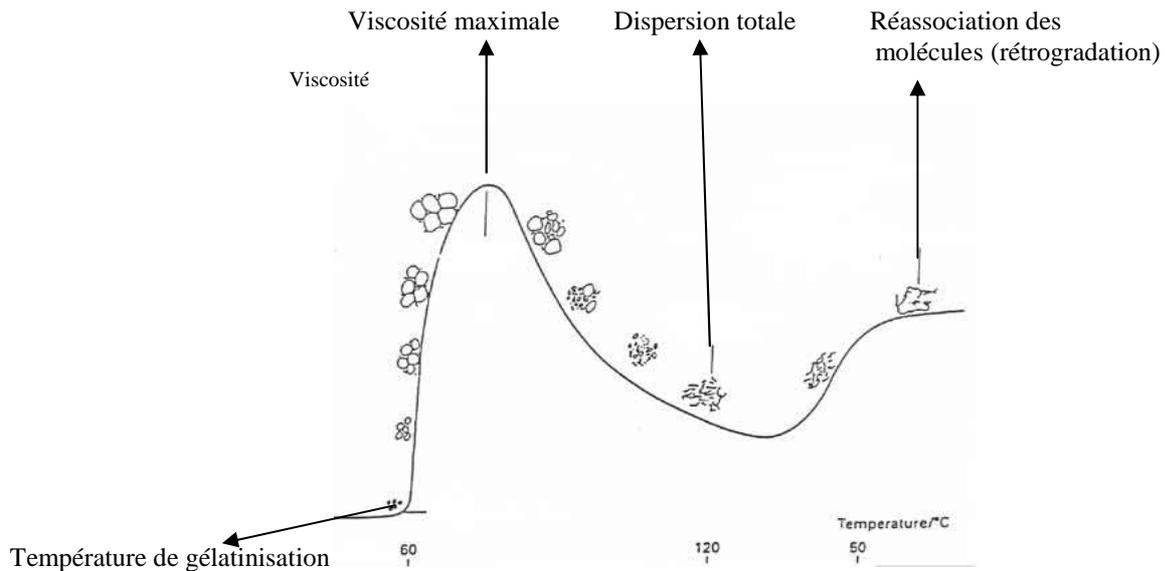


Figure II.4 : Viscoamylogramme et états correspondants des granules d'amidon.

IV-2- Propriétés chimiques

En suspension dans l'eau, on obtient du lait d'amidon, suspension instable mais qui, chauffée à 70 °C, devient visqueuse et translucide [5] c'est le point de gelatinisation. Lors d'une transformation thermique classique, les grains d'amidon natif gonflent en présence de chaleur et d'eau. Ce gonflement s'accompagne de la fusion des cristallites et d'une libération progressive de molécules de petites masses moléculaires et solubles dans l'eau, venant de l'amylose et de l'amylopectine, jusqu'à l'éclatement de la structure granulaire et la libération totale des macromolécules d'amidon [44].

Au contact d'une solution iodo-iodurée, l'amidon prend une teinte violette (réaction entre l'amylose et l'iode) [5].

L'amidon ne peut pas oxyder la *liqueur de Fehling*, car sa fonction alcool (-OH) réductrice est « perdue » dans la taille de la molécule. La molécule seule d'amylose s'organise en une hélice droite à six glucoses par tour [5].

L'amidon est obtenu des produits agricoles par des processus divers. Les opérations de transformation des féculents pour la production d'amidon passe des voie sèche et voie humide (hydrolyse) [5].

V- L'utilisation générale des amidons

Il serait fastidieux d'énumérer la liste exhaustive des applications dans lesquelles sont maintenant utilisés les amidons et leurs dérivés. On peut par contre mentionner que ces derniers se retrouvent dans l'alimentation humaine et animale, en pharmacie et cosmétologie, dans certaines applications industrielles et enfin, en papeterie et cartonnerie [14]. On cite quelques exemples :

V-1- Alimentaires

Les industries alimentaires utilisent l'amidon sous forme modifiée, non modifiée, de sirop de glucose et de dextrose (D-glucose). Il est utilisé comme épaississant (potages, sauces...) pour le coffrage et le capsulage, comme gélifiant et comme stabilisant (de par sa grande rétention d'eau) [5].

V-2- Pharmaceutique

L'amidon peut servir d'excipient dans la composition d'un médicament de par son faible apport énergétique et de son non toxicité. Il est également utilisé dans le capsulage des gélules et dans l'obtention de cachets [5].

V-3- Papeterie

Les amidons anioniques et cationiques sont très utilisés en papeterie. Ils se retrouvent à trois étapes de la fabrication. À la fin du traitement à l'eau, lorsque la fibre de cellulose est écrasée afin d'augmenter la dureté du papier et lui conférer sa résistance aux pliages [5].

V-4- Cartonnerie

L'amidon est utilisé pour la fabrication de carton ondulé. Les couches de carton sont collées ensemble avec une suspension d'amidon gélatinisé. Les plaques obtenues sont pressées entre deux rouleaux chauffés qui provoquent une gélatinisation de l'amidon [5].

V-5- Colle

L'amidon est un adhésif naturel de bonne qualité. Il existe deux types de colles : fabriquées à partir d'amidon modifié et de dextrines, la colle en poudre séchée sur séchoirs rotatifs et la colle liquide [5].

Le tableau 3, qui suit, dresse un aperçu du vaste champ d'application de l'amidon sous toutes ses formes.

Tableau II.3 : Les diverses applications des amidons [14].

	Alimentation humaine	Alimentation animale	Pharmacie et cosmétologie	Applications industrielles	Papeterie et cartonnerie
Liant	✓	✓	✓	✓	✓
Epaississant/ texturant	✓	✓	✓	✓	
Gélifiant	✓	✓	✓	✓	
Adhésif				✓	✓
Edulcorant	✓	✓	✓		
Anticristallisant	✓		✓		
Humectant/ plastifiant	✓	✓	✓	✓	✓
Substrat nutritif	✓	✓	✓	✓	
Intermédiaire			✓	✓	
Thérapeutique/ Sanitaire		✓	✓		
Complexant	✓	✓	✓	✓	
Floculant/Agent de rétention				✓	✓
Cryoprotecteur	✓				
Colorant	✓	✓			
Acidifiant	✓	✓		✓	
Filmogène				✓	✓
Désintégrant/ dispersant			✓	✓	
Lubrifiant			✓		

On peut remarquer que l'utilisation de l'amidon, dans les pâtes et papiers, ne constitue qu'une petite partie de toutes les applications possibles, mais par contre, le plus gros utilisateur d'amidon est sans contredit le secteur alimentaire [14]. Il est d'ailleurs intéressant de savoir que les amidons peuvent entrer dans la synthèse de produits pouvant substituer certains produits pétroliers usuels. Ainsi, leur importance pourrait accroître si le prix du pétrole et de ses dérivés continuent à augmenter [5].

Chapitre III

Chapitre III : Le collage et la fabrication du carton ondulé

Tout produit, industriel ou agricole, est de nos jours fourni en série, emballé et même parfois sur-emballé sur le lieu de production, transporté vers les lieux de vente, puis dégroupé pour la vente au consommateur final, parfois réemballé et enfin consommé avec ouverture et destruction de l'emballage. Il résulte de tout ce cycle une prolifération d'emballages divers qui sont, presque toujours, plus ou moins collés. C'est pourquoi le marché des colles et adhésifs pour l'emballage et le papier-carton a augmenté dans des proportions énormes depuis 30 ans (environ 3 % par an) [3].

I- Collage

Le collage est un procédé connu depuis la plus haute antiquité [45], c'est l'une des premières techniques d'assemblage utilisée par l'homme [46].

La nature a mis à la disposition de l'homme un grand nombre de produits adhésifs naturels d'origine végétale, animale et minérale tels que la glu extraite de l'écorce de houx, la chair visqueuse du fruit du gui, le jus de gousse d'ail, le latex, la sève résineuse des conifères, le bitume et beaucoup d'autres. Les premières manifestations de l'utilisation par l'homme de matières adhésives remontent à environ 3500 ans avant notre ère avec l'utilisation du bitume pour assembler le bois et le silex [46].

I-1- Définition

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 s'accrocher par divers phénomènes physico-chimiques: c'est le phénomène d'adhérence, c'est ce que l'on appelle le durcissement ou le séchage ou la prise de la colle [3].

Le collage est une technique d'assemblage au même titre qu'agrafer ou clouer, est devenu très populaire et très répandu dans des domaines aussi variés que la construction, la décoration intérieure (papier peint, carrelage et recouvrement de sol), les travaux de bureau et de l'écolier ou les arts plastiques. Mais le collage est aussi une technique très efficace et souvent irremplaçable dans le domaine des réparations *[même les tout jeunes enfants le savent]*.

Le collage est donc un instrument fondamental dans une politique de promotion de la réutilisation en vue de la réduction du volume des déchets et de leur impact sur l'environnement. Autrement dit, le collage est partie intégrante d'une politique « anti-gaspi » [47].

I-2- Comment réussir un collage

Pour réussir son collage, il faut, d'abord, choisir le bon type de colle et, ensuite, bien veiller à remplir certaines conditions.

Pour faire le bon choix de colle, il faut déterminer la nature exacte des éléments à coller et examiner attentivement la notice explicative, qui précise entre autres les éventuels prétraitements à faire subir aux supports avant collage [47].

Voici quelques questions-types à se poser avant l'application de la colle :

- Quels matériaux veut-on coller ?
- Quelle est la superficie à coller ?
- Dans quel état sont les surfaces à encoller ? (Lisse, rugueuse, poreuse, laquée...)
- Quels prétraitements sont nécessaires ? Dégraissage (à l'acétone ou à l'alcool), séchage, ponçage, dépoussiérage...
- La colle doit-elle avoir un effet de remplissage/rebouchage (dans une cavité/fissure) ?
- Quel est le temps de séchage souhaité ?
- Dans quelles conditions la soudure devra-t-elle résister ? Résistance à une charge, à la pression, conservation d'une certaine élasticité, résistance à la chaleur et/ou à l'humidité... [47].

I-3- Compositions des colles

I-3-1- Le liant

Le liant est le composant de base indispensable au collage. Il permet l'agglomération des diverses particules solides entre elles. Il est constitué de résines, synthétiques ou naturelles, qui forment un film en séchant [48].

I-3-2- La phase de dissolution

La phase de dissolution est un liquide volatil qui dissout ou dilue (eau) le liant pour faciliter l'adhésion des différents matériaux. Lors du séchage, le solvant s'évapore dans l'air ambiant ou est absorbé par le support. Les solvants des colles synthétiques (y compris les colles à phase aqueuse) sont les principaux responsables des émissions de COV (composés organiques volatils) liées aux colles [48].

I-3-3- La charge

Les charges sont des substances solides, non miscibles ayant pour but d'améliorer le renforcement mécanique ou l'absorption du support. Les charges d'origine minérale sont sans risque lors de l'utilisation des colles [48].

I-3-4- Les additifs

Les additifs apportent des propriétés spécifiques à la colle. Il peut s'agir de conservateurs, d'accélérateurs de séchage, de pesticides, d'épaississants... parfois très toxiques. Ils peuvent être d'origine minérale (les sulfites, nitrates, nitrites), végétale (certains épaississants extraits de graine, d'algues ou de fruits), ou animale (certains colorants tels que le rouge de cochenille) [48].

De manière particulièrement avantageuse, il peut être envisagé d'associer à l'amidon de légumineuses, natif ou modifié, au moins un agent plastifiant choisi parmi les acides hydroxycarboxyliques, leurs sels et dérivés, notamment parmi les lactates et les gluconates, la glycérine, l'éthylène glycol, le propylène glycol, les polyéthylène glycols, les polypropylène glycols et en particulier les représentants de ces deux familles ayant une masse moléculaire inférieure à 3000 g/mol, l'urée et / ou les nitrates [49].

I-4- Les types de colle

De nombreux types de colles et adhésifs sont utilisés dans l'emballage, afin de répondre aux différents besoins, on cite quelques exemples :

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 teneur 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 [3]. Elles permettent un recyclage facile des vieux emballages.

Utilisation

Utilisé comme colle dans la fabrication du carton ondulé 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 [3].

I-4-1-2- Colles d'amidon modifié

Diverses techniques permettent de modifier l'amidon (pré-cuisson, 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 [3].

Utilisations

- Étiquetage de bouteilles en verre : le bon *tack* autorise des collages corrects à des cadences suffisamment élevées (20 000 flacons par heure).
- Fabrication de sacs et sachets papier : la colle amidon épaisse garnit bien le joint entre les deux feuilles ou plis de papier, est incolore après séchage et ne tache pas. Deux colles amidon sont utilisées pour cette fabrication [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 viscosités variables. Leur prise est, en général, lente et leurs coûts bas [3].

a) 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.

Utilisations

- 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.
- Collage d'étiquettes sur bouteilles en verre, sur des machines lentes [3].

b) Colles dextrine fluides

Bien que d'extrait sec élevé (60 à 70 %), ces colles de couleur brune sont fluides (1 200 à 5 000 mPa·s) et se caractérisent également par un *tack* élevé et une prise lente.

Utilisations

- Contre-collage papier décor sur carton.
- 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].

c) Colles de dextrine boratée

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.

Utilisation

Comme beaucoup de dextrines, elles sont idéales pour la fabrication des tubes spiralés, en raison de la rigidité du film sec [3].

I-4-2- Colles animales

I-4-2-1- Caséine

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.

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) [3].

I-4-2-2- Colles de gélatine

Elles se présentent soit sous forme solide, soit sous forme de blocs gélatineux suivant leur teneur en eau ; leur *tack* est très élevé. Elles ne sont plus guère utilisées que pour la reliure, annuaires par exemple, en raison de leur parfaite repulpabilité et sont alors appliquées à chaud pour accélérer leur prise [3].

I-4-3- Colles 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, dans l'emballage, les colles les plus employées. Elles ont les caractéristiques suivantes :

- Extrait sec 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.

Utilisations

Elles sont nombreuses et variées :

- Collage des pattes de caisses américaines ;
- Montage de boîtes carton, d'étuis carton ;
- Contre-collage papier décor sur carton ;
- Micro-cannelure ;
- Tubes spiralés;
- Fabrication de sacs, sachets, pochettes ;
- Collage de pattes d'enveloppes ;
- Couvertures de livres rigides [3].

I-4-3-2- 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-5- Paramètres de choix d'une colle

Le premier paramètre qui détermine le choix d'une colle est la nature des matériaux à assembler.

Le second paramètre est le milieu ambiant dans lequel l'assemblage doit être placé.

Il faut noter que le choix final de colle résulte d'un compromis entre les différentes paramètres et que le choix réel est en fonction du coût envisagé et des performances demandées [45].

I-6- Les caractéristiques physico-chimiques d'une colle

Le tableau 4 indique, selon les opérations de collage, quelles sont les exigences et les caractéristiques des colles à considérer.

Tableau III.1 : Exigences et caractéristique des colles selon les opérations de collage à effectuer [3].

Séquence des opérations	Exigences pour les colles et adhésifs	Caractéristiques de la colle à connaître
Encollage	L'encollage doit se faire : -à la vitesse de la machine -de façon régulière	Viscosité, mouillage des matériaux, consommation, masse volumique
Transfert des pièces du poste d'encollage au poste d'assemblage	Après encollage, l'adhésif doit rester collant pendant le transfert	Temps ouvert
Assemblage (formage de l'emballage, pliage, étiquetage)	La colle doit maintenir immédiatement en place les pièces assemblées	<i>Tack</i> (adhérence immédiate), consistance ou viscosité, extrait sec, temps d'assemblage fermé
Pressage (durée, pression et température)	La colle doit faire sa prise pendant cette durée de pressage	Mode de prise, vitesse de prise, de séchage
Évacuation	Les collages ne doivent pas se relâcher.	<i>Tack</i> , vitesse de prise complète
Stockage	Les collages ne doivent pas se décoller dans le temps.	Caractéristiques de performance de la colle (résistance mécanique)

Une colle est caractérisée selon plusieurs facteurs, dont on peut citer :

➤ **La viscosité**

C'est la résistance d'un fluide à l'écoulement ou le déplacement d'un solide en son sein.

La viscosité est mesurée en poids ou en centipoises à l'aide d'un appareil appelé viscosimètre. Plus la colle est épaisse, plus sa viscosité est élevée, par contre sa fluidité devient faible [45]. La viscosité des colles varie selon le type et le mode de mise en œuvre désirés.

➤ **La couleur**

Les colles ont généralement les couleurs des produits principaux de leurs compositions.

- Colles en émulsion tendent à être blanches.
- Colles de résine sont rouges ou marrons clairs [45].

➤ **L'odeur**

Les colles possèdent l'odeur des solvants participants à leur fabrication [45].

➤ **Résistance à la chaleur**

La majorité des liants organiques ramollissent progressivement sous l'effet de la chaleur [45].

➤ **Résistance au vieillissement**

Sous l'action des différents facteurs agressifs tel que : l'oxygène d'air, les agents chimiques, le rayonnement, la colle est attaquée [45].

➤ **Point d'éclair**

C'est la température minimale à partir de laquelle, il y a inflammabilité des vapeurs des solvants constituant la colle [45].

➤ **Extrait sec**

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 (exprimé en %). 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 [3].

I-7- Théorie de collage

I-7-1- Théorie mécanique

La théorie mécanique correspond à un bon mouillage de la surface d'un substrat et un bon remplissage des microcavités du matériau. L'adhésif, au cours de son durcissement, engendre un phénomène de *fixation mécanique* des deux substrats, l'adhésif étant ancré et bloqué mécaniquement dans les pores et les irrégularités de la surface du substrat [50].

Cette théorie n'est valable que si l'adhésif déplace l'air présent dans les microcavités de la surface. Elle s'applique au cas du collage de substrats poreux ou, dans le cas de substrats non poreux, à des surfaces prétraitées, dégraissées, abrasées, pour lesquelles l'augmentation de la rugosité augmente l'aire de contact de collage [50].

I-7-2- Théorie de l'adsorption thermodynamique

L'adhésion entre deux substrats a pour origine le contact moléculaire entre deux matériaux ainsi que les forces qui s'y développent. Cette théorie repose sur le mouillage, c'est-à-dire le contact parfait et continu entre l'adhésif et le substrat. Dans le cas du collage, il s'agit du phénomène de mouillabilité d'un solide par un liquide. Plus l'étalement d'un liquide sur un solide est facilité, plus la mouillabilité du solide par ce liquide est importante.

Si un solide est entièrement mouillé par un adhésif, la tension de surface de cet adhésif est inférieure à la tension de surface du substrat.

Si l'on réalise l'assemblage d'un substrat avec un adhésif non approprié, il en résultera une mauvaise mouillabilité, une aire de contact restreinte et finalement aucune interaction

entre l'adhésif et le substrat, ce qui conduira à de faibles résistances de joint [50] (Voire la figure 7).

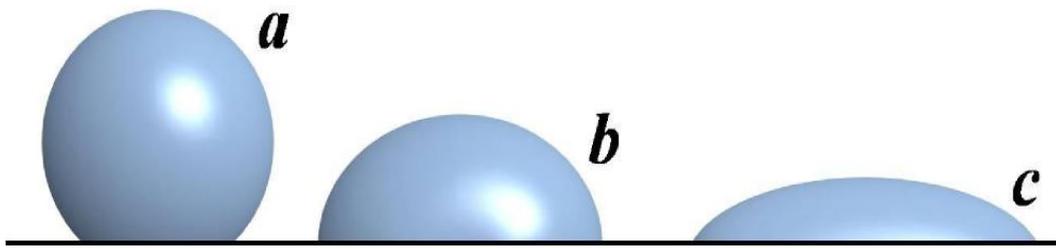


Figure III.1 : Représentation schématique du mouillage a : mauvais mouillage, b : mouillage partiel, c : bon mouillage [46].

Le mouillage dépend des tensions superficielles donc des valeurs d'angle de contact. Ce phénomène a été étudié par young, lorsqu'une goutte est déposée sur une surface, elle doit obier à la loi suivante [45] et à la figure 8:

$$Y_{sv} - Y_{sl} = Y_l \cos (\theta)$$

Avec :

Y_{sv} : Tension superficielle de vapeur – solide

Y_{sl} : Tension superficielle de liquide – solide

Y_l : Tension superficielle de liquide – vapeur (colle)

θ : l'angle de contact entre liquide-vapeur et liquide-solide

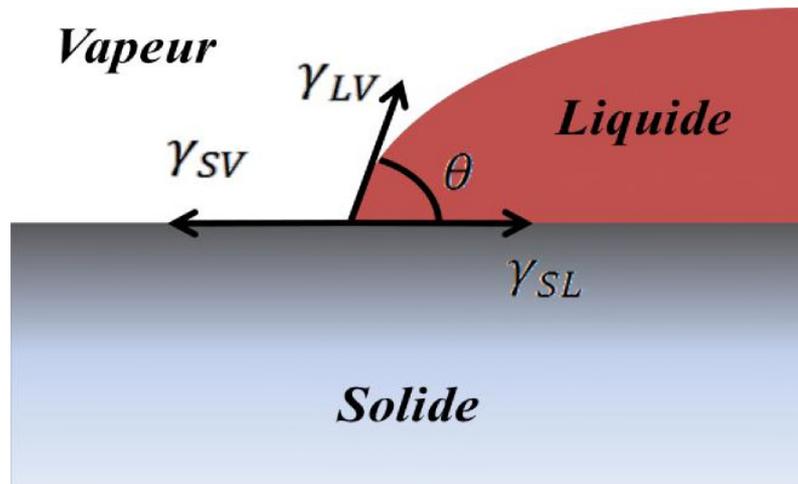


Figure III.2 : Mouillage selon modèle de Young [46].

I-7-3- La théorie électrostatique

Pour des matériaux de natures différentes, il convient d'évoquer le modèle électrostatique [51]. La composante électrostatique de l'adhésion est basée sur le transfert de charges électriques lors du contact et le réajustement des niveaux de Fermi, conduisant à la formation d'une double couche électrique à l'interface, assimilable à un condensateur (Figure 9). La séparation des deux phases de ce condensateur à la rupture provoque une séparation de charges et une différence de potentiel qui augmente jusqu'à décharge. Dans cette théorie, l'adhésion est due à l'existence des forces attractives présentes à travers la double couche électrique. Cependant, la séparation mécanique d'assemblages dissipant de l'énergie à travers les comportements visqueux, viscoélastique ou plastique des matériaux, indique que les effets électrostatiques, lorsqu'ils sont observés sont plus souvent des effets de l'adhésion constatée [46].

I-7-4- L'adhésion chimique

L'interface peut être le siège de réactions chimiques créant des liaisons de type ioniques ou covalentes. Étant donné l'importance de l'énergie des liaisons primaires ($\sim 200400 \text{ kJ.mol}^{-1}$) comparé aux énergies intervenant dans l'adhésion physique ($< 50 \text{ kJ.mol}^{-1}$), la résistance à la rupture des assemblages doit être très forte. Mais ces liaisons sont difficilement observables à cause de la faible épaisseur des interfaces. On retrouve ce modèle chimique dans le domaine des pneumatiques, où il régit l'adhésion des fils d'acier laitonnés des couches métalliques au contact des élastomères des carcasses et bandes de roulement, par

l'établissement de liaisons chimiques entre le laiton et le caoutchouc par l'intermédiaire de sulfure de cuivre suite à la vulcanisation du caoutchouc [46].

I-7-5- La théorie difusionnelle

Cette théorie, proposée par Voyutskii [52], explique l'adhésion intrinsèque des polymères entre eux et avec eux-mêmes, ou autohésion. Lorsque deux polymères chimiquement compatibles sont en contact intime, la mobilité moléculaire, thermiquement induite, est suffisante pour que les chaînes macromoléculaires interdiffusent produisant une interphase ainsi que des liaisons chimiques. Ce phénomène est développé plus tard par de Gennes [53]. La zone interfaciale est appelée interphase. Cette théorie ne peut s'appliquer que pour des matériaux ayant une mobilité et une intersolubilité suffisante.

I-7-6- L'interphase

Dans les années 60, Bikermann [54] émet l'hypothèse de la formation d'une zone au voisinage de l'interface caractérisée par une cohésion différente de celle des matériaux en présence. Dans le cas d'une forte cohésion, la rupture a lieu à l'intérieur de l'un des solides. Dans le cas contraire, la rupture dans la zone de transition interfaciale traduit une faible cohésion. Ce modèle d'interphase, à forte ou faible cohésion, ne prétend pas expliquer les mécanismes de l'adhésion, mais met l'accent sur la nature de l'interface lorsque l'on affine l'échelle d'observation, à l'échelle moléculaire.

I-8- Les avantages et les inconvénients du collage

I-8-1- Avantages du collage

Le collage possède plusieurs avantages :

- Il nous permet d'obtenir une répartition plus uniforme des contraintes sur les surfaces assemblées, ce qui entraîne une meilleure résistance à la "fatigue".
- Dans l'industrie aéronautique, le collage nous permet d'éviter de réduire localement le métal, comme le ferait le soudage.
- Le collage, nous permet d'assembler deux matériaux différents.

▪ Un joint collé, du fait de sa continuité, conduit également à une structure plus rigide. De plus, lorsqu'une augmentation de rigidité n'est pas requise, il est possible de réduire le poids de la structure tout en maintenant la rigidité nécessaire [50].

I-8-2- Inconvénients du collage

▪ Pour les colles, les risques sont liés, au moment de l'application et du séchage, à l'inhalation d'une proportion importante de solvants, avec apparition de troubles tels qu'une ébriété, une somnolence, des vertiges, des vomissements. De plus, après l'application de colles, d'importantes émissions de COV sont possibles [55].

- Résistance à la chaleur souvent limitée.
- Durabilité en milieux sévères parfois moyenne.
- Traitement de la surface avant le collage.
- Temps de prise parfois long [55].

II- Le carton

Si le papier existe depuis très longtemps, le carton, produit dérivé du papier, ne remonte qu'au XIXe siècle. Depuis l'industrialisation, il est utilisé à grande échelle pour les emballages en raison de sa flexibilité et de sa simplicité d'usage. Par souci d'économie et d'écologie, son processus de production n'a cessé de s'améliorer. Cette évolution est toujours en cours [2]. Sa recyclabilité et sa biodégradation font que c'est l'un des emballages les plus utilisés [56]. Ce dernier est l'un des rares matériaux recyclables à 100 % et son utilisation influe positivement sur la protection de l'environnement [57].

II-1- Le carton ondulé

Le carton ondulé, essentiellement utilisé pour l'emballage, est un matériau complexe composé de plus de deux feuilles. Les feuilles planes extérieures sont appelées couvertures ou peaux et les feuilles cannelées appelées cannelures ou âmes [58]. Solidarisée(s) avec la cannelure par des joints de colle au niveau de la ligne de contact de la (ou des) couvertures avec les sommets des cannelures d'une (ou des deux) face (s) de celle-ci, Lorsque la cannelure est associée à une couverture, le carton ondulé s'appelle "simple face" et, lorsqu'il est associé à deux couvertures, il s'agit d'un carton ondulé "double face"[49]. Cette structure ingénieuse permet au carton ondulé d'offrir une protection maximale contre les coups et de supporter des poids importants, tout en constituant un matériau d'emballage léger, ce qui facilite à la fois

son transport et sa manipulation [59]. Le carton ondulé est mis en œuvre sous forme de structure sandwich (matériau) [58]. Il est utilisé le plus souvent pour l’emballage sous forme de caisses [56].

II-2- Les types de carton ondulé

Il existe quatre types de carton ondulé [59] :

- Le carton ondulé à simple face.
- Le carton ondulé à double face.
- Le carton ondulé à double cannelure.
- Le carton ondulé triple cannelure.

Comme on peut le voir dans la figure 10.

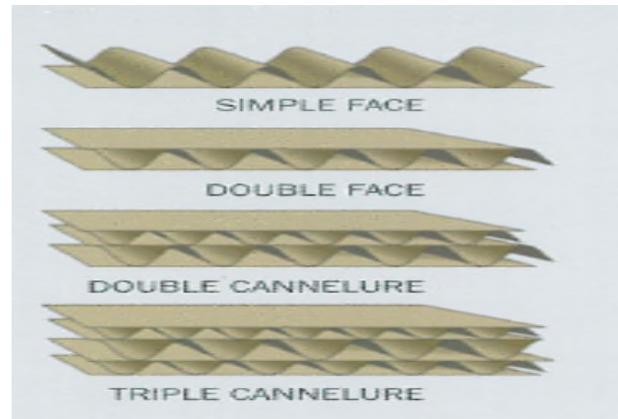


Figure III.3 : Schéma de types de carton ondulé.

II-3- Types de cannelures et épaisseur du carton

Il existe six grands types de cannelures définis par leur hauteur

Tableau III.2 : Types de cannelures et épaisseur du carton [60].

Symboles	Types de cannelures	Epaisseur du carton ondulé
	Très grande cannelure	Supérieure à 6mm
A	Grande cannelure	De l'ordre de 5mm
C	Moyenne cannelure	De l'ordre de 4 mm
B	Petite cannelure	De l'ordre de 3 mm
E	Micro cannelure	Inférieur à 2 mm
F	Mini micro cannelure	De l'ordre de 1mm

Pour le carton ondulé à plusieurs cannelures, les mêmes symboles sont utilisés et spécifiés dans l'ordre : cannelure extérieure vers cannelure intérieure [60].

II-4- Les différents types de papier utilisé dans le carton ondulé

La plupart des matériaux de base nécessaires à la production du carton ondulé sont :

- **Le Wellenstoff** : Le papier utilisé pour la partie ondulée à l'intérieur du carton.

- **Le testliner** : Le papier brun 100% recyclé constituant l'extérieur,

Ces deux derniers sont de fabrication propre (dans les entreprises qui font le recyclage). Tous deux existent en différentes variantes. Il existe d'autres types de papiers, comme :

➤ **Le virgin fibre** ou **le kraftliner**, sont achetés sur le marché. Il s'agit de papier brun, blanc ou marbré, issu de fibres de bois fraîches, utilisé pour des boîtes plus solides, le matériel d'emballage doit répondre à des normes légales strictes. D'autres sortes de papier, qui ne sont pas utilisées pour leur solidité ou leurs qualités physiques, mais avant tout pour des raisons esthétiques [60].

III- Le procédé de fabrication du carton ondulé

Le carton ondulé est fabriqué à partir d'un certain nombre d'épaisseurs de papiers appelés cannelure et/ou couverture. Les bobines de papiers cannelure et couverture alimentent une machine appelée onduleuse. Le papier cannelure est soumis à de la chaleur et de la vapeur et passe entre de grands cylindres cannelés qui lui donne un profil ondulé au niveau du groupe simple face. De l'amidon est déposé au sommet des cannelures d'un côté de la feuille et la couverture, face intérieure, est collée à la cannelure. La cannelure ondulée collée à une couverture est appelée simple face (Voire Figure 14) et traverse la machine jusqu'au poste double-encolleuse où la simple face s'associe à une couverture extérieure et forme le carton ondulé (Voire Figure 15). Plusieurs simples faces peuvent être ajoutés pour produire un carton ondulé double-double ou triple cannelure. Le carton ondulé est ensuite coupé dans les largeurs demandées puis coupé en plaques pour être empilées et palettisées [61].

III-1- L'encollage dans les installations du carton ondulé

Cette partie s'intéresse aux différents types de surface et aux nouvelles évolutions permettant un meilleur potentiel d'optimisation de l'encollage [62].

III-1-1- Modèles existants de cylindres encolleurs

En principe, dans l'industrie du carton ondulé, il existe deux types de cylindres encolleurs différents. D'une part, les cylindres encolleurs tramés les plus souvent utilisés; d'autre part, des modèles structurés (également dits « sablés ou « matés »).



Figure III.4 : Surface structurée (sablée) et surface tramée [62].

Les cylindres chromés structurés ou sablés ont une durée de vie plus courte et leur construction coûte moins cher. Les cylindres structurés présentent un volume nettement plus faible, et le plus souvent indéfini. Les cylindres encolleurs tramés avec des trames standard variant entre 7 et 10 L/cm ont, en comparaison, un volume beaucoup plus élevé, mais bien défini. Ils sont plus chers, mais leur durée de vie est beaucoup plus longue [62].

Développement de linéatures plus fines

Etant donné que, avec des trames standard traditionnelles, la quantité de colle appliquée est nettement plus importante que celle nécessaire pour un bon collage, et ce, malgré les possibilités mécaniques de réglage très fines de l'interstice, on en revient toujours à remettre l'utilisation de cylindres structurés sur le tapis malgré leurs désavantages connus, car ceux-ci transportent à leur surface des quantités de colle nettement moins élevées.

Pour profiter des avantages d'une trame constante par rapport à une surface structurée sans, pour autant, appliquer plus de colle, on utilise de plus en plus souvent des trames fines. De nouvelles évolutions ont permis de créer de nouvelles formes de trames utilisables de manière universelle et présentant d'autres avantages.

La plupart des trames standard ont actuellement des linéatures entre 7 et 10 L/cm. Pour une trame standard usuelle de 8 L/cm, la surface dispose donc de 8 cellules régulièrement ordonnées par centimètre. L'ouverture des cellules est donc de 1,2 mm pour une profondeur de cellules de 0,35 mm et un volume d'env. 120 cm³/m². Ce volume correspond, par équivalence, à une couche de colle d'une épaisseur de 0,12 mm [62].

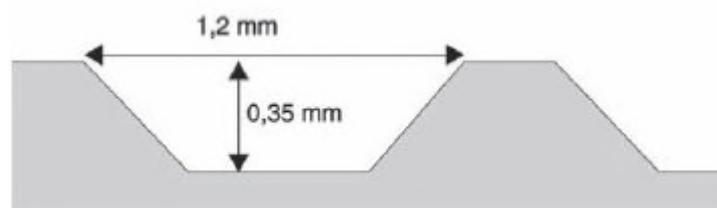


Figure III.5 : Trame 8 lignes par centimètre [62].

Le rapport entre le profilé cannelé F et la taille des cellules est représentée sur la figure suivante. Par souci de simplification, le schéma se base sur un film de colle de 0.1 mm. Pour connaître l'épaisseur réelle du film de colle à la surface du cylindre, le volume de la cellule doit être augmenté de 30%. Ce qui représente une augmentation du film de colle de 0.036 mm pour une trame avec 8 L/cm et un volume de 120 cm³/m² [62].

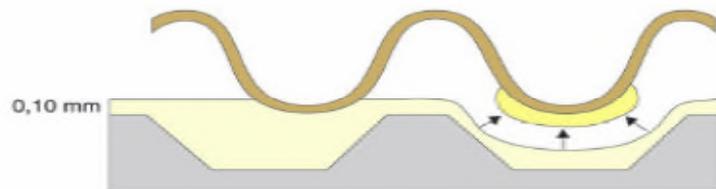


Figure III.6 : Trame 8L/cm par rapport à la cannelure F [62].

En utilisant une trame de 50 L/cm et un volume de 35 cm³/m², on obtient une ouverture de cellule de 0.18 mm pour une profondeur de seulement 0.05 mm. L'illustration suivante présente le rapport modifié entre le même profilé cannelé F et une trame plus fine.

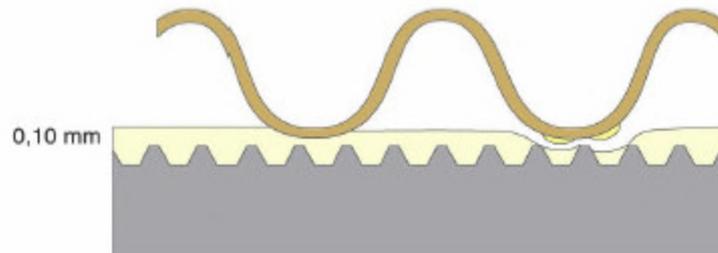


Figure III.7 : Trame 50 L/cm par rapport à la cannelure F [62].

Partant du fait qu'au moins 30 % du volume de la cellule doit également être ajouté au film de colle effectif, on obtient, dans ce cas, une augmentation de seulement 0.012 mm.

Si l'on compare l'utilisation d'une trame standard de 8L/cm avec une trame de 50 l/cm, on obtient une diminution du film de colle utilisable d'env. 18 % pour un réglage de l'interstice de 0.1 mm.

Faits : Une linéature plus fine offre la possibilité de diminuer le volume de colle de 10 à 20 % en conservant le même réglage pour l'interstice d'encollage ! En outre, avec une linéature plus fine, il est possible d'améliorer la qualité, de réaliser des économies, de diminuer les temps de

séchage (économie d'énergie), d'augmenter les vitesses des machines sans dépenser plus pour le séchage et d'améliorer l'imprimabilité du carton ondulé [62].

III-1-2- Simple Face / Double Face

Le dosage sur un Simple Face et sur un Double Face est très différent.

a) Simple face

Pour l'obtention d'un carton ondulé "simple face", on applique sur un côté du papier cannelé chauffé, de l'adhésif au niveau du sommet de chaque cannelure. Immédiatement après la dépose de colle, on met, sous l'influence de la chaleur et de la pression, le papier cannelé en contact avec la bande de papier couverture pour former entre les deux couches une forte liaison d'adhérence [63].

Sur la Simple Face, la distance entre le moment de l'encollage et le collage est très courte. En outre, la pression de collage appliquée peut généralement être plus élevée. Il est donc possible d'obtenir un bon collage avec moins de colle. Si, jusqu'ici, on utilisait des cylindres grossiers de 7 - 10 L/cm [62].

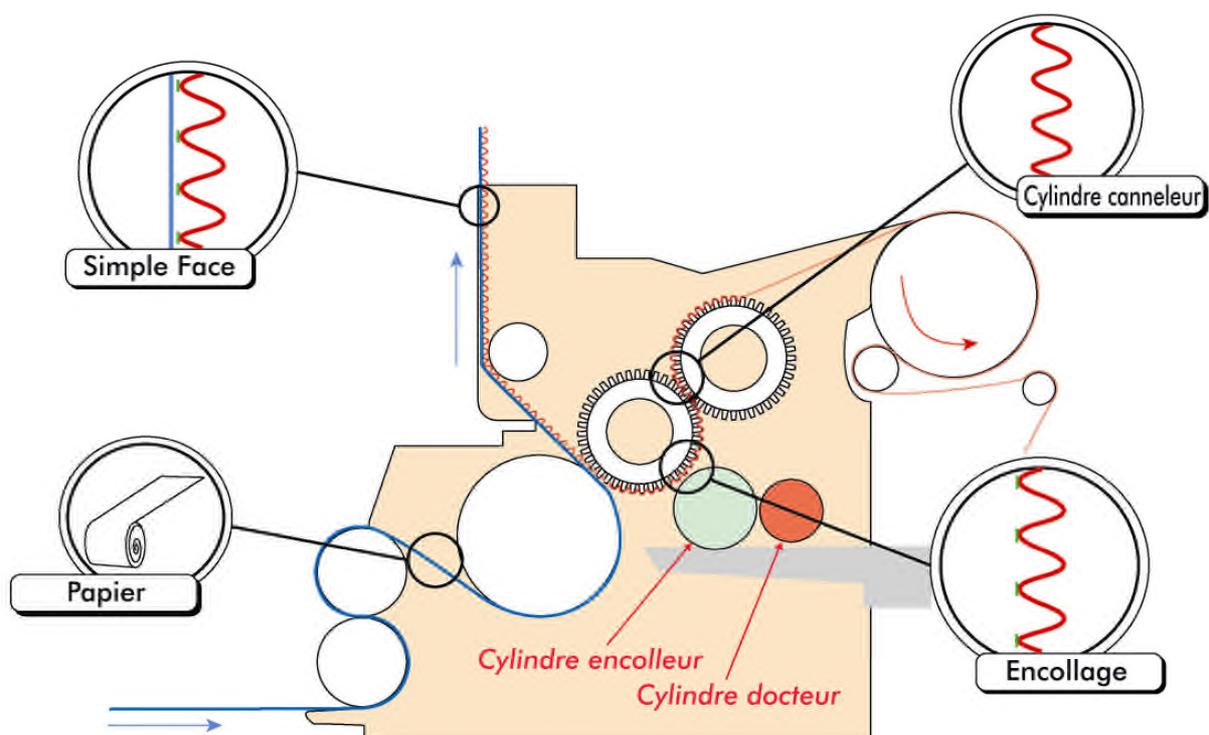


Figure III.8 : Schéma d'une installation de fabrication simple face [62].

b) Double face

Le carton ondulé dit "double face" est obtenu, en appliquant dans une nouvelle opération, de l'adhésif sur les extrémités exposées des cannelures de la simple face auxquelles on applique une seconde bande de papier de couverture que l'on colle sous l'influence de la chaleur et de la pression, en utilisant une machine à produire du carton ondulé double face [63].

Sur un Double Face, la distance à parcourir entre l'encollage et le collage est relativement longue. La colle a donc plus de temps pour commencer à sécher ou pénétrer dans le papier. La pression utilisée pour le collage est généralement nettement moins élevée que sur une machine unilatérale. Le volume d'un Double Face doit donc généralement être plus élevé. Le passage d'une trame grossière, le plus souvent utilisée jusqu'ici de 7 - 10 L/cm et d'un volume de 120 - 130 cm³/m² à une trame de 15 L/cm et d'un volume de 85 - 90 cm³/m² (en combinaison avec une trame de 30 l/cm ou 50 L/cm sur le Simple Face) est une première étape [62].

D'autres types de carton ondulé plus rigides, pouvant servir à la fabrication d'emballages, sont obtenus par assemblage soit d'un carton "simple face" sur un carton "double face" et sont appelés "double double", soit de deux cartons "simple face" sur un carton "double face" et sont appelés "triple cannelure". Ces cartons "double-double" et "triple cannelure" sont traditionnellement fabriqués sur le poste double face des trains onduleurs [63].

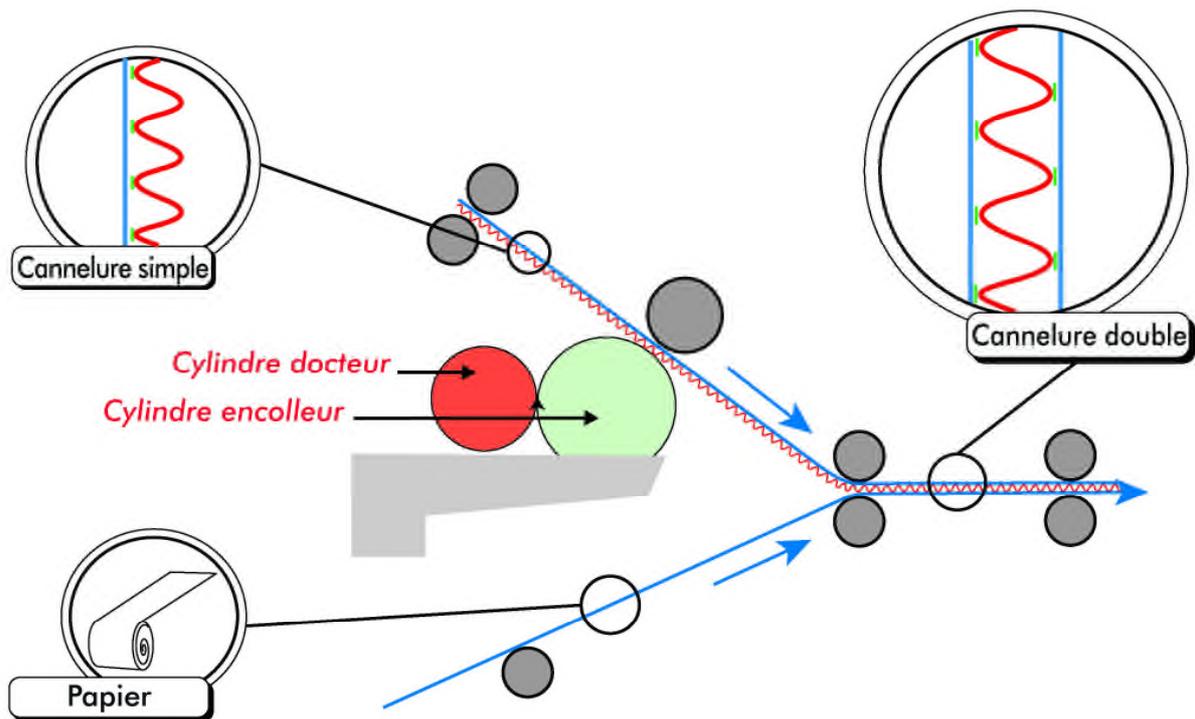


Figure III.9 : Schéma d'une installation de fabrication de double Face [62].

Des trames plus fines ont ensuite été fabriquées exactement comme les trames grossières, avec un angle de 45° . Actuellement, celles-ci sont principalement réalisées avec un angle de 60° car cette inclinaison présente de nets avantages au niveau de l'ordre et de la géométrie des cellules. Avec une linéature identique, le nombre de cellules disponibles augmente d'environ 17 % par rapport à une trame à 45° . Etant donné que l'espace entre les cellules est toujours identique, il est possible d'obtenir une répartition plus régulière de la colle [62].

Chapitre IV

Chapitre IV : Matériels et méthodes

Dans ce chapitre, nous présenterons une description sommaire des matériaux utilisés et les différentes formules de colle ainsi que les différentes techniques de caractérisations utilisées.

I-Produits utilisés et leurs caractéristiques

I-1- L'amidon de maïs

L'amidon utilisé dans cette étude est de marque **MAGHNIA**. L'amidon de maïs est un carbone que les plantes synthétisent par polymérisation du glucose.

Les grains d'amidon de maïs sont insolubles dans l'eau mais peuvent y être maintenus en suspension par agitation mécanique. Par augmentation de la température ou alcalinisation du milieu, ces granules absorbent l'eau, gonflent et forment un empois. Ces caractéristiques physico-chimiques sont résumées dans le tableau suivant [64]:

Tableau IV.1 : Les caractéristiques physico-chimiques de l'amidon de maïs.

Propriétés	Amidon soluble
Aspect	Poudre blanche
Amylose	27 %
Amylopectine	73 %
Goût et odeur	Neutre
Humidité	10 à 13 %
Propriétés solubles	0.1 % au maximum
Matières grasses	0.3 % au maximum
Ph	4.6 à 6

I-2- Hydroxyde de Sodium (NaOH)

L'Hydroxyde de Sodium (NaOH) connu sous le nom Soude Caustique est un sel inodore qui se présente sous forme de cristaux solides déliquescent blanc. Il peut servir comme un agent de neutralisation dans la fabrication de produit organique et peut être utilisé dans les colles pour améliorer la température de gélification de l'amidon à des valeurs qui

permettent un rendement élevé dans l'opération de l'ondulation. Ce produit est inflammable, explosif, irritant, corrosif et très toxique. Ces caractéristiques physico-chimiques sont résumées dans le tableau suivant [64]:

Tableau IV.2 : Les caractéristiques physico-chimiques d'Hydroxyde de Sodium.

Propriétés	Hydroxyde de Sodium
État physique	Solide
Masse moléculaire	40.01 g / mol
Densité	2.13 à 20 °C
Solubilité dans l'eau	1090.00 g/ l à 20 °C
Point de fusion	318.4 °C
Point d'ébullition	1390.00 °C
Tension de vapeur	Négligeable
Ph	11.5 solution 0.013 %

I-3- Borax

Le Borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) solide blanc et brillant, est un minéral de bore appelé aussi Tétraborate de Sodium Decahydraté ou borate de Sodium. Sa variante deshydratée $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ est appelée Tincalconite. Le Borax est un sel inodore et incolore, qui se présente sous forme de paillettes ou de poudre. Il peut être irritant et très toxique. Ces caractéristiques physico-chimiques sont résumées dans le tableau suivant [64] :

Tableau IV.3 : Les caractéristiques physico-chimiques de Borax.

Propriétés	Borax
La formule brute	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$
Masse molaire	$381.372 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$
T° fusion	75 °C
T° ébullition	320 °C
Solubilité	Dans l'eau à 20 °C : 5.1 g/ 100ml decahydraté)
Masse volumique	1,7 g/ml

I-4- Additifs**a) Sulfate d'Aluminium ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$)**

Le sulfate d'alumine est formé par la combinaison de deux cations d'aluminium Al^{3+} et de trois anions sulfate SO_4^{2-} . Le sulfate d'aluminium hexadécahydrate ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$) est un composé chimique solide de masse molaire 630.398 g/mol qui se présente sous forme de cristaux blancs, lustres ou poudre sans odeur. Il est utilisé pour le traitement des eaux et peut être utilisé en solution en jardinage. Il peut être irritant et toxique.

b) Sulfate de Zinc ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)

Le sulfate de zinc ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) est un solide blanc utilisé pour la conservation du cuir et du bois, le blanchiment du papier. Il se présente sous forme de cristaux, granulés ou poudre. Il peut être irritant. Ces caractéristiques physico-chimiques sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau IV-4 : Les caractéristiques physico-chimiques du Sulfate de Zinc.

Propriétés	Sulfate de Zinc ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)
État physique	Solide
Masse moléculaire	287,55 g/mol
Densité	1.97 à 20°C
La pureté	99 %
Solubilité dans l'eau	540 g/l à 20°C
Point de fusion	100 °C
Point d'ébullition	70 °C

c) Chlorure de Calcium (CaCl_2)

Le chlorure de calcium est un sel de calcium. C'est un produit anhydre recherché pour ses qualités exothermiques. Sa formule chimique est CaCl_2 , il est déliquescent et très soluble dans l'eau. C'est un sel solide à la température ambiante, qui se comporte comme un sel d'halogénure typique, qui se présente sous la forme granulés (de 5 à 15 mm). Il est irritant et réagit de manière exothermique avec l'eau. Ces caractéristiques physico-chimiques sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau IV-5 : Les caractéristiques physico-chimiques de Calcium de Chlorure.

Propriétés	Calcium de Chlorure (CaCl ₂)
État physique	Solide
Masse moléculaire	110.99 g/mol
Densité	2.15
Solubilité dans l'eau	745 g/l à 20 °C
Point de fusion	772 °C
Point d'ébullition	1935 °C

I-5- La colle de référence pour l'essai d'adhérence

Colle rapide « **ALTECO 3-TON QUICK EPOXY** » achetée par l'encadreur contient deux tubes **A** et **B** composés d'époxy-résine et de polythione 2, 4, 6 three(diméthyleaminométhyle)phénol respectivement. Fabriquée en INDONESIE et commercialisé sous forme de tube de 64 g, peut être irritante et corrosive au contact avec la peau et les yeux, à conserver loin des rayons de soleil et à ne pas laisser à la portée des enfants. Elle est utilisée dans le collage des plastiques, céramiques, le bois, le verre, le cuire, le métal...etc.

Avant l'utilisation de ce produit, il est recommandé de mélanger les tubes A et B afin d'avoir une colle homogène qui sera étalée sur la surface préalablement nettoyée et prête à être collée, puis l'assemblage en appuyant dessus pendant 5 min.

II- Matériels

a) E096 Malaxeur automatique de mortier

Durant notre travail nous avons utilisé le malaxeur ayant les caractéristiques suivantes au laboratoire LTMGP:

Ce malaxeur robuste est spécialement conçu pour le mélange efficace des pâtes de ciment, mortier etc., avec deux séquences automatiques de cycle de malaxage, Cuve en acier inox de 4.7 l, vitesses au choix 140 à 285 tr/min, 62 et 125 tr/min pour les rotations planétaires. Possibilité de l'utiliser aussi en manuel ou à l'une des deux vitesses en automatique. En automatique, les changements de vitesse, les arrêts et les séquences de

malaxage sont signalées avec un signal acoustique. Equipé d'un système d'alimentation de sable, qui opère pendant 30 secondes (pour la norme EN 196/1). Ce malaxeur est équipé aussi d'un système d'alimentation pour eau, additifs...etc, dans la cuve pendant l'opération. Arrêt automatique lors de la tentative d'ouverture de l'orifice. Son batteur qui doit être commandé séparément. 220/240 V, 50 Hz, dimensions 34x46x70 cm, poids 45 kg voir la figure IV.1 [65].



Figure IV.1 : Malaxeur automatique de mortier 096 [65].

b) Viscosimètre de Brookfield

Les viscosimètres rotatifs Brookfield sont devenus un standard dans pratiquement toutes les industries. Ils mesurent la viscosité dynamique 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 figure IV.2.



Figure IV.2 : Le viscosimètre de Brookfield SNB-1

Dans notre travail au laboratoire LTMGP, nous avons utilisé un viscosimètre rotatif emprunté du département biologie ayant les caractéristiques suivantes :

Princeton Instruments « **model : SNB-1 viscometer ; référence : 09050028 333** ».

Ce viscosimètre digital SNB-1 est conçu pour mesurer la viscosité dynamique pour les adhésifs (solvant); produits chimiques; cosmétiques; cires chaudes; encres (lithographique); peintures de latex; polymères; solutions en caoutchouc; solvants. Il contient une vitesse de rotation multiples (6, 12, 30, 60 tr/min) et des mobiles interchangeables indiquées dans la figure 19. Il est équipé d'une sonde révélatrice de la température, le viscosimètre peut stocker, comparer et enregistrer les données après s'être relié à un ordinateur (La fonction pour la collecte de données automatique par l'intermédiaire du port de l'ordinateur est facultative) [66].



Figure IV.3 : Les différents mobiles d'un viscosimètre Brookfield SNB-1.

Principe

Le principe de mesure de la viscosité est d'appliquer une force de mouvement aux échantillons en mettant en rotation (cisaillement), à vitesse constante, un mobile de taille fixe. La résistance au mouvement de rotation du mobile est enregistrée à l'aide d'un ressort spiralé interne, puis convertie en unité viscosimétrique (centi-poise ou milli-pascal seconde). Le domaine de mesures du viscosimètre dépend de la vitesse de rotation, des dimensions et de la forme du mobile [66].

Choix de la vitesse et du mobile

Parfois lorsqu'on mesure la viscosité l'appareil affiche un message d'erreur « over » ce qui implique qu'on a dépassé la gamme de torsion du ressort, il est donc nécessaire de diminuer la vitesse de rotation ou mettre un mobile plus petit. Si la valeur affichée clignote il faut augmenter la vitesse ou choisir un mobile plus grand.

Dans notre travail nous avons choisis la vitesse de rotation selon le domaine du pourcentage de fiabilité. D'après l'annexe (1), nous avons choisis une vitesse de 30 tr/min.

Afin de choisir le mobile, des mesures ont été effectuées avec chaque mobile. Quatre séries de mesures ont été effectuées Environ dix mesures à 30 tr/min. Tous les résultats se trouvent dans l'annexe (2).

Nous avons choisis le mobile 2 selon l'annexe 2. Les caractéristiques de ce mobile sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau IV.6 : Les caractéristiques de mobile 2.

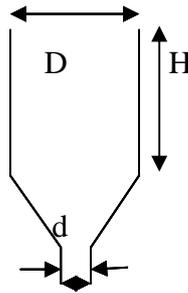
Moyenne	0.1652
Ecart type	0.0057

c) Viscosimètre de Lory

Pour le contrôle manuel et industriel de la viscosité cinématique, il existe plusieurs coupes dans le monde. Dans notre expérience nous avons utilisés la coupe indiquée dans la figure IV.4 ayant les caractéristiques résumées dans le tableau IV.7.

Tableau IV.7 : Les caractéristiques du viscosimètre de Lory.

Les caractéristiques	Les valeurs
Le volume	200 cm ³
Diamètre (D)	5 cm
Diamètre (d)	0.5 cm
La hauteur (H)	10.5 cm

*Figure IV.4*: Schéma du viscosimètre de Lory.

d) Appareil de mesure d'adhérence

Pour mesurer les forces d'adhérence des meilleures colles que nous avons obtenus sur le carton ondulé réalisé au niveau du laboratoire Résistance des Matériaux du département Génie Civil avec, nous avons utilisé un appareil de mesure « model E142 : dynamomètre de traction avec lecture digital de 16 kN » de marque « **MATEST** » qui permet d'évaluer l'adhérence de couches finales sur leur support (tel que mortier, plâtre...). La partie essentielle de cet appareil est un dynamomètre métallique fixé sur un plateau circulaire en alliage léger. L'essai d'adhérence s'effectuant manuellement, les résultats sont sensiblement différents selon la vitesse et la régularité de l'effort exercé par l'opérateur sur le bras de manœuvre.

Le principe de cet appareil consiste à exercer sur une rotule mâle un effort de traction normal à la surface de la pastille. On obtient ainsi la valeur d'adhérence (en daN) de la colle sur le carton, si la rupture a lieu suivant le plan de contact.

III- Préparation des différentes colles

III-1- Préparation de la colle de base au niveau de l'industrie

Dans un réacteur agité fermé, on introduit 750 l d'eau qu'on chauffe à 40 °C, une fois chauffée, on lui ajoute de 80 à 100 kg d'amidon puis 50 l de soude à une concentration de 25

kg pour une préparation de 110 l en suite on attend 20 min pendant que l'agitateur automatique mélange (préparation primaire), puis on lui ajoute 1150 l d'eau et 500 kg d'amidon, puis on fait une dilution avec 40 l d'eau, on laisse agiter pendant 5 min pour ajouter 5 kg de borax, en suite, on laisse encore agiter c'est ce qu'on appelle l'agitation inter-borax et l'agitation mini-borax pendant 5 min.

III-2- Préparation de la colle de base a l'échelle du laboratoire (Formule Fx-1)

On prend des quantités des composés de l'ordre de 0,025 % par rapport à la recette de base pour cela on introduit dans le malaxeur 187,5 ml d'eau qu'on chauffe à 40 °C à l'aide d'une plaque chauffante, on ajoute 25 g d'amidon, on commence l'agitation, puis, on ajoute 12,5 ml de soude de concentration de 0,22 g/ml en suite on attend 20 min pendant que l'agitateur automatique mélange c'est ce qu'on appelle la préparation primaire. La préparation secondaire, il s'agit d'ajouter à la préparation précédente 287,5 ml d'eau et 125 g d'amidon, puis on fait un lavage avec 100 ml d'eau, on laisse agiter pendant 5 min pour ajouter 1,25 g de borax, on laisse encore agiter pendant 5 min (voir les annexes 3,4,5 et 6).

III-3- Préparation des différentes colles avec un seul additif

Pour préparer ces différentes colles, on prend les mêmes quantités et les mêmes étapes que la recette de base (Formule Fx-1) en changeant juste la quantité de borax en fraction avec l'additif pour avoir les différentes colles (voir les annexes 3, 4,5). Les quantités sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau IV.8 : Compositions en borax et additifs pour les colles avec un seul additif.

Formules \compositions		Borax	Additif
Sans additifs	Fx-1	1.25	0
Avec additifs x (sulfate de zinc (1), sulfate d'alumine (2) ou encore chlorure de calcium(3))	Fx-2	1	0.25
	Fx-3	0.75	0.5
	Fx-4	0.5	0.75
	Fx-5	0.25	1

III-4- Préparation des colles avec deux additifs (Chlorure de Calcium + Sulfate d'Aluminium)

Pour préparer ces différentes colles, on prend les mêmes quantités et les mêmes étapes que la recette de Formule Fx-1 en changeant juste la quantité de borax en fraction différentes avec celle des additifs (voir annexe 6). Les quantités sont résumées dans le tableau suivant:

Tableau IV.9 : Compositions en borax et additifs pour les colles à deux additifs.

Formules \ composition		Borax (g)	Chlorure de calcium (g)	Sulfate d'alumine (g)
Sans additifs	F4-1	1.25	0	0
Avec deux additifs (chlorure de calcium et sulfate d'alumine)	F4-2	0.75	0.25	0.25
	F4-3	0.5	0.25	0.5
	F4-4	0.5	0.5	0.25
	F4-5	0.25	0.5	0.5

IV- Méthodes de caractérisation

La caractérisation de l'amidon utilisé et l'étude de la modification chimique des colles obtenues nécessitent la connaissance de tous les changements à l'échelle moléculaire. Pour ce fait, on dispose quelques techniques d'analyse.

IV- 1- Spectroscopie (IRTF)

a) Définition

La technique spectroscopie infrarouge a transformée de fourrier permet de détecter la formation de liaison inter et inter moléculaires (liaison hydrogène,...). Cette méthode occupe une place privilégiée en raison de la facilité de sa mise en œuvre et de la richesse des informations qu'elle fournit. La spectroscopie IRTF permet de faire une étude qualitative (position des bandes dans le spectre IR) ou quantitative (l'air de la bande caractéristique) des matières organique [67-68].

Le principe de la spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier est basé sur l'absorption des radiations par la molécule organique entraînent une déformation (vibration des liaisons excitées, la durée de vie des états d'excités est très courte, de l'ordre de 10^{-3} s. L'ensemble revient rapidement à son état fondamental en restituant l'énergie sous forme de chaleur. Seule la zone centrale de l'infrarouge dont les longueurs d'ondes s'étendent de 2,5 à 1,6 μm (400 0 625 cm^{-1}) est habituellement explorée [69-70].

b) L'expérience

En raison de la présence des groupements fonctionnels dans la structure de l'amidon de maïs, nous avons utilisé IRTF pour le caractériser. Le spectre infrarouge de l'échantillon de poudre d'amidon a été préparé sous forme de pastilles à base de KBr et de poudre d'amidon (2 mg de l'échantillon dans 80 mg de KBr), le spectre a été enregistré à l'aide d'un spectrophotomètre infrarouge de modèle « **SHILADZU FTIR 8400** » piloté par un micro-ordinateur et muni d'un logiciel qui effectue les transformations mathématiques nécessaires.

Le chauffage des colles à base d'amidon jusqu'à 70 °C induit des modifications structurales facilement détectées par la spectroscopie IRTF. Les échantillons ont été déposés sur des plaques en KBr, les spectres ont été enregistrés à l'aide du même spectrophotomètre infrarouge.

Les spectres IR de tous nos échantillons ont été enregistrés dans la région de 4000 à 400 cm^{-1} .

IV-2- Diffraction des rayons X (DRX)

a) Définition

La diffraction des rayons X est l'une des méthodes la plus intéressante pour étudier les polymères semi cristallins, elle permet de déterminer des paramètres importants tels que les dimensions de la maille cristalline, l'utilisation la plus fréquente de la méthode concerne la caractérisation des réseaux cristallins et de façon générale, l'analyse quantitative de cristallinité. Des cristaux d'arrangement régulier vont diffracter les rayons X, on obtient ainsi un spectre avec répartition des pics caractéristiques de l'échantillon étudié [71-72].

b) L'expérience

Les mesures de diffraction des rayons X ont été effectuées sur un appareil de marque « **EXPERT PROF PANALYTICAL** » en utilisant la raie Cu-K α de longueur d'onde $\lambda =$

1,540598 Å. La source de rayon X est un tube céramique muni d'une anode de cuivre et alimentée par un courant de 45 kV et une intensité de 30 mA et un pas de 0,0167. Chaque balayage a été effectué avec un temps de mesure de 6,05 seconde / pas.

V- Tests caractéristiques d'une colle

Les colles sont caractérisées selon plusieurs paramètres, dont on peut citer : la viscosité, l'extrait sec et la densité.

V-1- Test de viscosité

Le but de ce test est de connaître la résistance de la colle à l'écoulement, qui nous permet de déterminer le domaine d'utilisation et de la mise en œuvre de chaque composition de colle obtenue.

a) Tests de viscosité de Brookfield

Pour mesurer la viscosité de Brookfield nous avons procédé ainsi :



➤ Régler le niveau du viscosimètre jusqu'à ce que la bulle d'air soit dans le cercle blanc situé au dessus de la tête du viscosimètre ;

➤ Placer le mobile 2 sur la partie tournante et placer son protecteur ;

➤ Sélectionner une vitesse de rotation de 30 tr/min ;

Figure IV.5 : Remplacement du mobile.

➤ Verser la colle dans le Becher, et plonger le Becher dans le bain-marie au dessous de la tête de viscosimètre jusqu'à la centralisation de la cendre dans le Becher figure IV.6;

➤ Vérifier la température de colle pour qu'elle varie de 30 à 70 °C avec un pas de 5°C;

➤ Lire la valeur de viscosité à la stabilité de la température.



Figure IV.6 : L'installation pour la vérification de la viscosité en fonction de la température.

b) Test de viscosité de Lory

Pour mesurer la viscosité de Lory nous avons procédé ainsi

- Remplir totalement le viscosimètre avec la colle à une température bien déterminée ;
- Laisser couler la colle ;
- Lancer le chronomètre au début de l'écoulement et l'arrêter à l'apparition de la barre au fond du viscosimètre ;
- Lire la valeur de viscosité de lorry sur le chronomètre.

V-2- Test d'extrait sec

Le but de ce test est de déterminer le pourcentage de la matière sèche dans le mélange. C'est le rapport exprimé en % entre la masse de l'échantillon et de sa masse une fois sec est déterminé par la relation (1) suivante [3] :

$$ES = \frac{m_{sec}}{m_{humide}} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

Avec :

ES : L'extrait sec

m_{sec} : Masse d'échantillon après le séchage

m_{humide} : Masse d'échantillon avant le séchage

Pour calculer l'extrait sec nous avons procédés ainsi

- Peser un verre de montre vide **m_0** ;
- Tarer la balance avec le verre de montre puis peser une masse **m_{humide}** de 0.5 g de colle ;
- Mettre le verre de montre dans une étuve pendant 10 min à 105 °C ;
- Peser le verre de montre après séchage de la colle **m_1** ;
- Calculer la masse de la colle **m_{sec}** sachant que **$m_{sèche} = m_1 - m_0$** ;

- Calculer l'extrait sec ES avec la relation (1).

V-3- Test de densité apparente

Le but de ce test est de déterminer la masse de la colle dans un volume bien déterminé.

C'est le rapport entre la masse volumique apparente de la colle et la masse volumique de l'eau et déterminé par la relation (2) suivante :

$$d = \frac{\rho_{colle}}{\rho_{eau}} \dots \dots \dots (2)$$

Avec :

d : La densité apparente ;

ρ_{colle} : La masse volumique de la colle ;

ρ_{eau} : La masse volumique de l'eau.

Pour calculer la densité nous avons procédé ainsi :

- Peser le pycnomètre à vide ayant une masse m_0 et un volume de $V_0 = 10$ ml ;
- Introduire une quantité de colle dans le pycnomètre jusqu'au trait de jauge ;
- Peser le pycnomètre avec la colle pour avoir la masse m ;
- Calculer la masse de la colle m_c avec $m_c = m - m_0$;
- Calculer la masse volumique de la colle ρ_{colle} par la relation suivante : $\rho_{colle} = \frac{m_c}{V_0}$;
- Calculer la densité par la relation (2).

VI- Tests effectués sur les meilleures colles

Après avoir préparé les colles, nous avons effectué quelques essais pour les colles ayant de bons résultats de viscosité, à savoir le collage du carton ondulé ainsi que sa résistance à l'attraction.

VI-1- Le collage

Nous avons effectué un collage au sein du laboratoire LTMG, pour cela nous avons collé un papier kraft ayant un grammage de 140 g/m² sur une nappe simple face qu'on a ramené de l'unité Général Emballage, et nous avons procédé ainsi:

A l'aide des ciseaux, nous avons coupé les différentes parties sous formes de cercles de surfaces 28,26 cm² voire la figure IV.7, nous avons chauffé ces parties ainsi que la presse utilisée (machine à pâte) dans une étuve à 170 °C. La colle à tester a été chauffée dans un bain-marie jusqu'à 30 et à 50 °C.

Le collage a été effectué à l'intérieur de l'étuve à 170 °C, et cela en faisant passer un film de colle sur la tête des cannelures de la nappe simple face, puis, l'assemblé au papier kraft et le faire passé entre les deux cylindres de la presse lisse qui met en contact les cannelures enduites de colle et le papier de couverture figure IV.8 . En fin, le carton ondulé a été laissé sécher dans la même étuve pendant 5 min figure IV.9.



Figure IV.7 : Les surfaces à encoller.



Figure IV.8 : Le collage du carton ondulé.



Figure IV-9 : carton ondulé double face qui a été collé.

VI-2- Résistance à l'attraction

On découpe une surface circulaire du carton ondulé ($28,26 \text{ cm}^2$), pour délimiter la zone de la mesure d'adhérence. Sur la surface ainsi découpée, une pastille métallique d'un diamètre de 10 mm est collée avec un adhésif rapide à base d'époxy « **ALTECO 3-TON EPOXY ADHESIVE** » figure IV.10. Sur cette pastille est fixée une rotule mâle venant se loger dans la rotule femelle située à la base de l'axe central de l'appareil d'essai d'adhérence figure IV.11. En agissant sur l'axe central par l'intermédiaire du bras qu'on fixe au maximum. La remise à zéro s'effectue en appuyant sur le bouton situé sur le côté du manomètre. Puis, on exerce un effort de traction axial sur la rotule mâle vissée sur la pastille. On comprime ainsi le

dynamomètre, la réaction à cet effort étant reprise par les trois pieds fixés en dessous du plateau circulaire. L'effort de traction exercé sur la pastille est directement indiqué en daN et est mémorisé sur le manomètre de l'appareil. Sachant que la précision de la lecture est de l'ordre de $\pm 2\%$.



Figure IV.10 : La colle de référence.



Figure IV.11 : L'appareil d'essai d'adhérence.

Chapitre V

Chapitre V: Résultats et discussions

L'objectif de notre travail est d'améliorer la recette d'une colle à base d'amidon utilisée pour le carton ondulé au niveau de l'unité **Général Emballage**. Pour cela on vise à ramener les paramètres de notre colle à la gamme d'une bonne colle. Nous allons donc comparer les résultats obtenus par ajout des additifs avec celles de la recette de base.

Pour atteindre cet objectif nous avons donc étudié l'ES pour déterminer le pourcentage de la matière sèche dans la colle en utilisant l'équation (1) page 56, la densité avec l'équation (2) page 57 ainsi que la viscosité de Lory et celle de Brookfield.

I- Caractérisation d'un amidon

I-1- La diffraction aux rayons X (DRX)

La figure V.1 montre le spectre DRX de l'amidon de maïs.

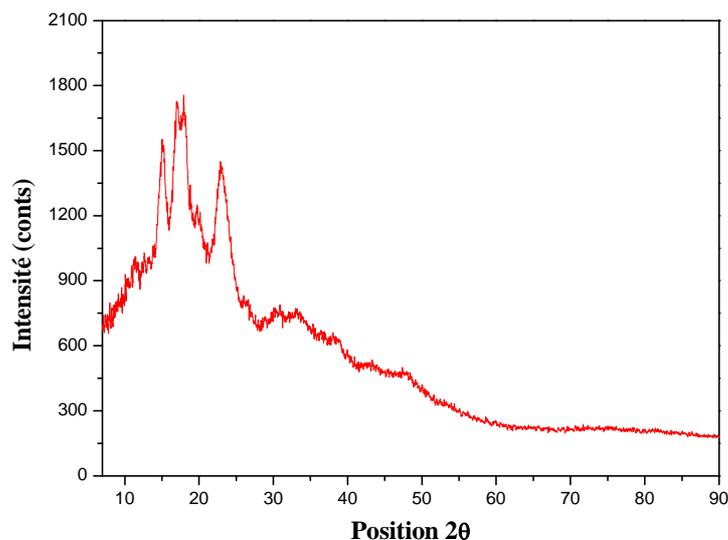


Figure V.1 : Diffractogramme de l'amidon de maïs.

Pour caractériser l'amidon de maïs, nous avons effectué une analyse par la diffraction des rayons X.

La figure V.1 présente le diffractogramme de l'échantillon de la poudre d'amidon de maïs qui présente une structure de type (A) dont on remarque la présence d'un pic de diffraction importante à 18° et quelques pics moins importants aux environ de 15° , 17° et un autre pic situé à 23° .

Selon la littérature, l'amylose linéaire, composé d'unité α -1,4 glucosidique est responsable de la présence de la région amorphe tandis que l'amylopectine, composé d'unité ramifié de α -1,4 glucosidique, est responsable de la formation de la région cristalline. Les liaisons hydrogènes inter et intermoléculaires sont responsables de la forte structure cristalline de l'amidon natif [41]. Ces formes cristallines peuvent être identifiées à l'aide de diagramme de diffraction des rayons X. À l'état natif, le diagramme de diffraction des rayons X des amidons de maïs est de type A avec des pics majeurs de diffraction observés aux angles d'émission (2θ) de 15 ; 17 ; 18 ; 20 et 23 [73]. Dans cet état, les doubles hélices d'amylopectines cristallisent en conformation monoclinique, emprisonnant en leur sein quatre molécules d'eau pour chaque tour d'hélice.

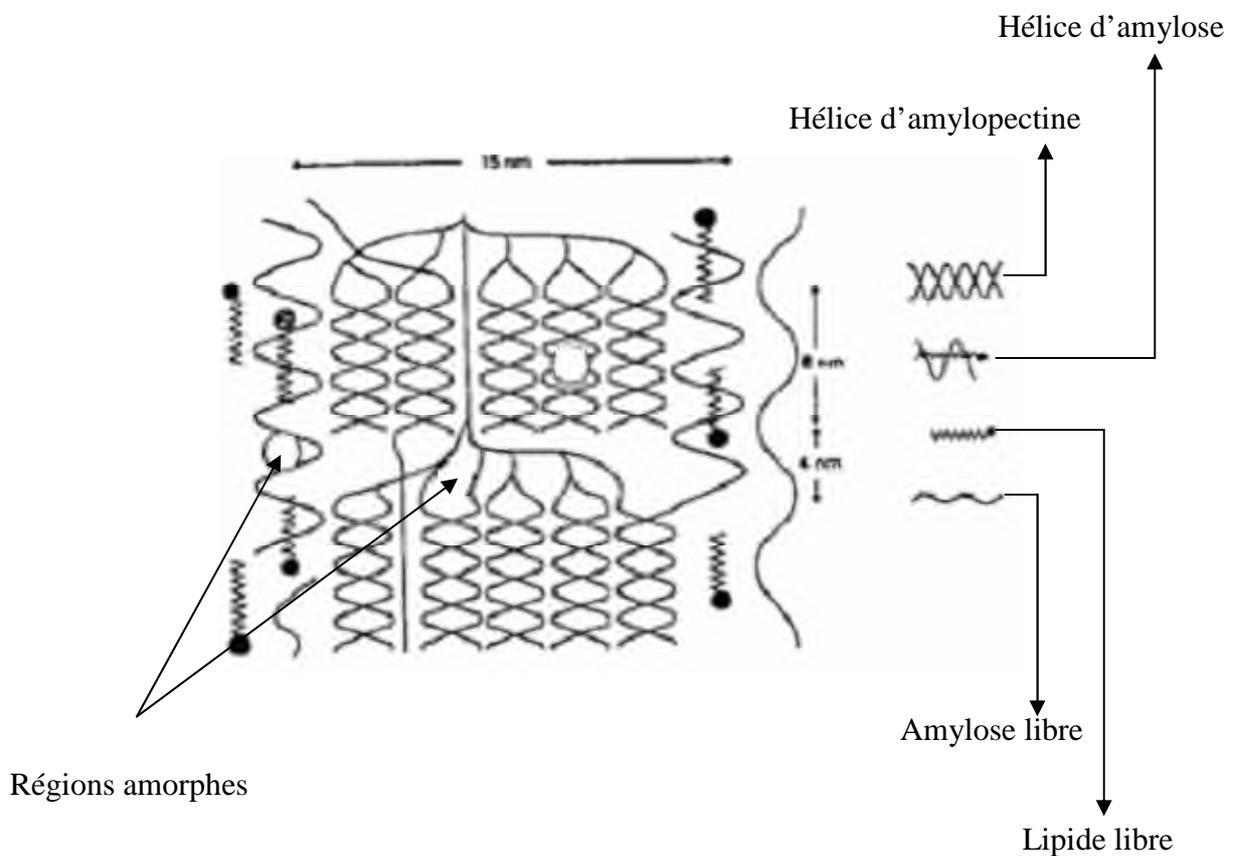


Figure V.2 : La structure du grain d'amidon montrant les positionnements possibles et les interactions entre les différents composants [33].

I-2- L'étude spectroscopique par Infrarouge à Transformée de Fourier

Pour déterminer les différents groupements fonctionnels existant dans l'amidon de maïs, nous avons effectué une analyse spectroscopique par IRTF. La figure ci-dessous montre le spectre IRTF de notre échantillon.

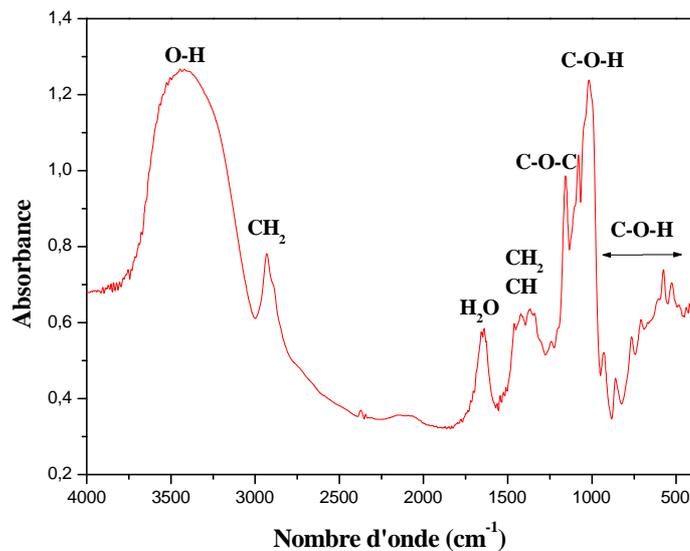


Figure V.3: Spectre IRTF de l'amidon de maïs enregistré entre 4000 et 400 cm^{-1} .

Le spectre IRTF de l'amidon de maïs montre la présence de plusieurs bandes d'absorptions. Il apparaît sur le spectre la plupart des bandes caractéristiques d'amidon. La bande à 3424 cm^{-1} est attribuée à la liaison (OH). Les bandes successives à 1159 et à 1014 cm^{-1} , 1086 cm^{-1} sont caractéristiques aux C-O-C α -1.4 liaison glucose, C-O-H, C-O-C unité glucose. Les vibrations du squelette apparaissent à 930 - 523 cm^{-1} . La bande à 2935 cm^{-1} correspond à l'élongation des CH_2 . Les bandes sont attribuées respectivement aux groupements cités dans le tableau suivant:

Tableau V.1 : Attribution des principales bandes observées sur le spectre IR pour l'amidon [74,75].

Vibration	Attribution	Nombre d'onde (cm ⁻¹)
Elongation	L'eau	3442
Elongation	CH ₂	2930
Déformation	L'eau	1650
Déformation	CH ₂	1459
Déformation	CH ₂ , CH	1420
Déformation	CH ₂ , CH	1371
Déformation	C-O-C α -1,4 liaison	1159
Déformation	Glucose	1082
Elongation	C-O-C unité glucose	1020
Vibration	C-O-H Squelette (conformation)	929-526

II-Résultats des tests de caractérisation des différentes colles

Après avoir effectué des travaux de caractérisation des différentes colles nous sommes parvenu à avoir les résultats des études suivantes :

II-1- L'étude des tests de viscosité

Les sources de réduction de viscosité d'un amidon sont la température, le taux de cisaillement exercé sur la solution, l'activité microbologique et un pH trop acide ou trop alcalin [14]. C'est pour cette raison que nous avons choisi d'étudier un paramètre parmi ces derniers qui est l'influence de la température sur la viscosité de la colle à base d'amidon de maïs.

Comme pour toute substance polymérique, la viscosité d'une colle d'amidon cuite est un indice fiable de son degré de polymérisation ou de sa longueur de chaîne moyenne. Toute baisse dans la mesure de la viscosité peut être interprétée comme un raccourcissement des chaînes d'amidon ou d'un état recroquevillé de ces derniers [14].

II-1-1- Résultats de viscosité des différentes formules de colles avec l’additif Sulfate d’Alumine en fonction de la température.

Les tableaux et les figures ci-dessous résument les valeurs obtenues expérimentalement au moyen d’un viscosimètre manuel de Lory et d’un viscosimètre électronique de Brookfield « SNB-1 digital viscosimeter » pour les différentes formules de colles avec l’additif sulfate d’alumine pour des températures qui varient de 30 à 70 °C.

Tableau V.2: Résultats de viscosité de Lory des différentes formules de colles avec l’additif Sulfate d’Alumine en fonction de la température.

Viscosité de Lory (s)									
Température T(°C)/Formules	30	35	40	45	50	55	60	65	70
F1-1	26	25	23	22	17	15	14	13	12
F1-2	38	29	28	29	30	23	19	16	25
F1-3	47	42	32	29	24	20	16	17	13
F1-4	38	24	22	17	15	14	12	14	32
F1-5	21	19	16	14	13	12	11	12	16

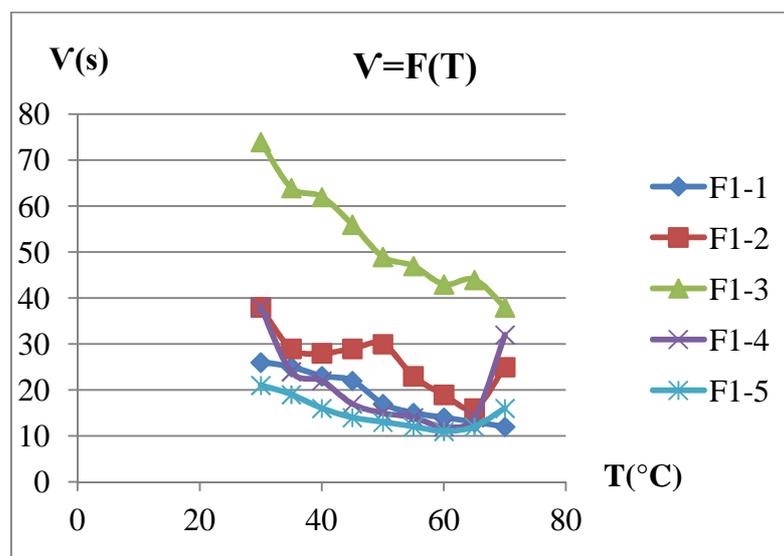


Figure V.4 : Résultats de la viscosité de Lory (cinématique) pour les différentes formules de colles avec l’additif Sulfate d’Alumine en fonction de la température.

Les tests de viscosité de Lory (tableau V.2 et figure V.4) démontrent que la colle F1-3 présente un caractère visqueux important par rapport au autres colles car la quantité d’additif utilisé permet de lui donner une bonne viscosité dans l’intervalle de 30 à 45 °C, par contre La colle de base F1-1 est pour sa part moins visqueuse, mais décroît de manière progressive. Par exemple à 30 °C, (voir tableau V.2) la viscosité de cette colle est de 26 s tandis qu’à 50 °C elle est de 17 s. A ces mêmes températures les viscosités de la colle F1-3 sont respectivement de 47 et 29 s. Cette baisse dans la mesure de la viscosité peut être interprétée comme un raccourcissement des chaînes d’amidon lorsque ces dernières sont exposées trop longtemps à de hautes températures.

Tableau V.3: Résultats de viscosité de Brookfield des différentes formules de colles avec l’additif Sulfate d’Alumine en fonction de la température.

Viscosité de Brookfield (mPa.s)									
Température T(°C)/Formules	30	35	40	45	50	55	60	65	70
F1-1	55	53	42	35	30	28	20	16	14
F1-2	112	103	67	71	75	66	46	45	49
F1-3	74	64	62	56	49	47	43	44	38
F1-4	55	51	50	44	39	38	35	36	37
F1-5	45	42	41	40	38	36	35	35	37

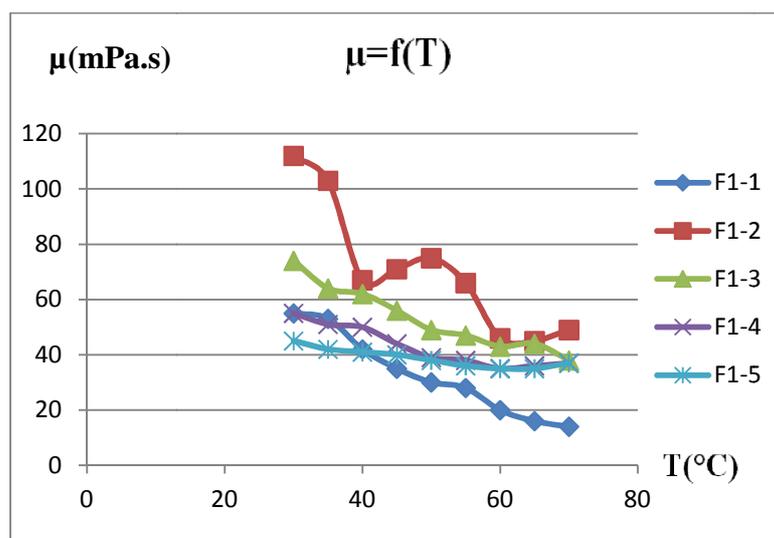


Figure V.5 : Résultats de la viscosité de Brookfield (dynamique) pour les différentes formules de colles avec l’additif Sulfate d’Alumine en fonction de la température.

On remarque dans le tableau V.3 et la figure V.5 que la viscosité a toujours tendance à diminuer lorsque la température augmente sauf pour la colle F1-2 qui présente au départ un caractère visqueux important par rapport aux autres colles, par contre son graphe présente une allure différente par rapport aux autres qui peut être due aux erreurs de manipulation, dans ce cas là on ne doit pas tenir compte de ses résultats. Alors d'après les résultats de cette viscosité, on remarque que c'est la colle la même colle F1-3 qui présente de bons résultats de viscosité de Brookfield et de Lory par rapport aux autres colles.

II-1-2- Résultats de viscosité des différentes formules de colles avec l'additif Sulfate de Zinc en fonction de la température

Les tableaux et les figures ci-dessous présentent les résultats expérimentaux obtenus au moyen d'un viscosimètre manuel de Lory et d'un viscosimètre électronique de Brookfield « SNB-1 digital viscosimeter » pour les différentes formules de colles avec l'additif sulfate de zinc pour des températures qui varient de 30 à 70 °C.

Tableau V.4: Résultats de viscosité de Lory des différentes formules de colles avec l'additif Sulfate de Zinc en fonction de la température.

Viscosité de Lory (s)									
Température T(°C)/Formules	30	35	40	45	50	55	60	65	70
F2-1	26	25	23	22	17	15	14	13	12
F2-2	140	90	54	53	36	31	27	23	50
F2-3	240	105	58	56	52	48	41	11	13
F2-4	57	54	50	45	38	31	30	26	22
F2-5	52	47	46	40	38	35	30	29	36

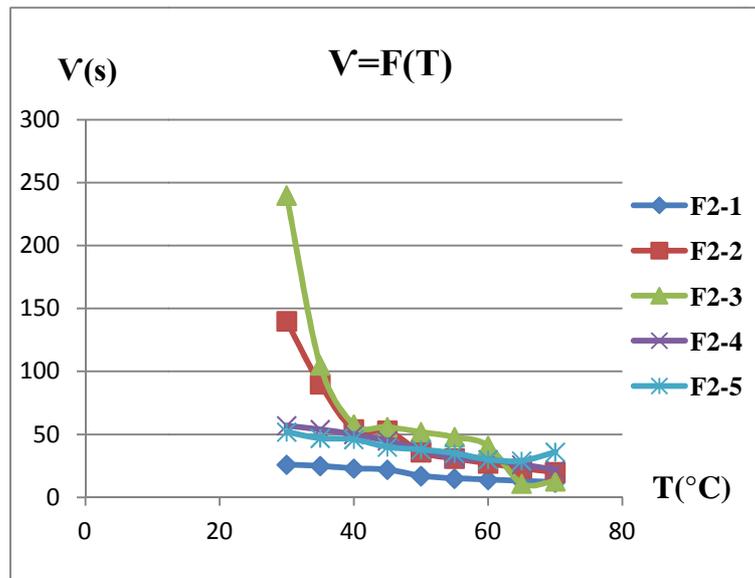


Figure V.6 : Résultats de la viscosité de Lory (cinématique) pour les différentes formules de colles avec l'additif Sulfate de Zinc en fonction de la température.

D'après les tests de viscosité de Lory (Tableau V.4 et Figure V.6), on remarque que la bonne colle est F2-5 après comparaison par rapport aux autres. La quantité d'additif utilisé permet de lui donner une bonne viscosité dans l'intervalle de température de 30 à 55 °C. Par contre la colle de base F2-1 est pour sa part moins visqueuse, mais décroît de manière progressive. Par exemple à 30 °C, (voir tableau V/4) la viscosité de cette colle est de 26 s tandis qu'à 55 °C elle est de 15 s. A ces mêmes températures les viscosités de la colle F2-5 sont respectivement de 52 et 35 s. Cette baisse dans la mesure de la viscosité peut être interprétée comme un raccourcissement des chaînes d'amidon lorsque ces dernières sont exposées trop longtemps à de hautes températures.

Le tableau V.4 et la figure V.6 démontrent que la colle F2-3 présente un caractère visqueux important par rapport aux autres colles qui ne peut pas être choisie comme une bonne colle car elle a dépassé la gamme d'une bonne viscosité.

Tableau V.5: Résultats de viscosité de Brookfield des différentes formules de colles avec l'additif Sulfate de Zinc en fonction de la température.

Viscosité de Brookfield (mPa.s)									
Température T(°C)/Formules	30	35	40	45	50	55	60	65	70
F2-1	55	53	42	35	30	28	20	16	14
F2-2	186	161	121	105	90	75	73	62	51
F2-3	353	308	285	214	203	166	123	121	148
F2-4	115	110	89	83	73	57	57	52	45
F2-5	220	203	200	166	154	142	138	130	135

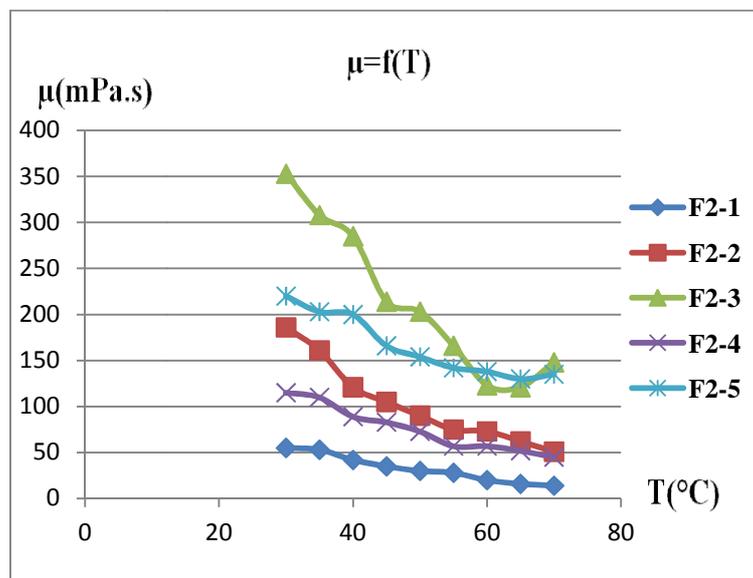


Figure V.7 : Résultats de la viscosité de Brookfield (dynamique) pour les différentes formules de colles avec l'additif Sulfate d'Alumine en fonction de la température.

On remarque dans le tableau V.5 et la figure V.7 que la viscosité en générale a tendance à diminuer lorsque la température augmente. La colle F2-3 présente un caractère visqueux important par rapport aux autres colles. Par contre La colle de F2-5 est pour sa part légèrement moins visqueuse par rapport à F2-5, mais décroît de manière progressive. Par exemple à 30 °C, (voir tableau V.5) la viscosité de cette colle est de 220 mPa.s tandis qu'à 50 °C elle est de 154 mPa.s. A ces mêmes températures les viscosités de la colle F2-3 sont respectivement de 353 et 203 mPa.s. C'est pour cela qu'on a jugé F2-5 comme étant la meilleure colle. Elle permet une stabilité dans la viscosité. Ces résultats peuvent être

interprétés comme un raccourcissement des chaînes d'amidon lorsque ces dernières sont exposées trop longtemps à de hautes températures.

II-1-3- Résultats de viscosité des différentes formules de colles avec l'additif Chlorure de Calcium en fonction de la température

Les tableaux et les figures ci-dessous présentent les résultats expérimentaux obtenus au moyen d'un viscosimètre manuel de Lory et d'un viscosimètre électronique de Brookfield « SNB-1 digital viscosimeter » pour les différentes formules de colles avec l'additif chlorure de calcium pour des températures qui varient de 30 à 70 °C.

Tableau V.6 : Résultats de viscosité de Lory différentes formules de colles avec l'additif Chlorure de Calcium en fonction de la température.

Viscosité de Lory (s)									
Température T(°C)/Formules	30	35	40	45	50	55	60	65	70
F3-1	26	25	23	22	17	15	14	13	12
F3-2	34	35	33	27	22	19	16	15	19
F3-3	161	102	94	52	39	34	28	26	24
F3-4	66	55	41	37	32	29	27	26	24
F3-5	48	46	41	38	32	29	28	26	23

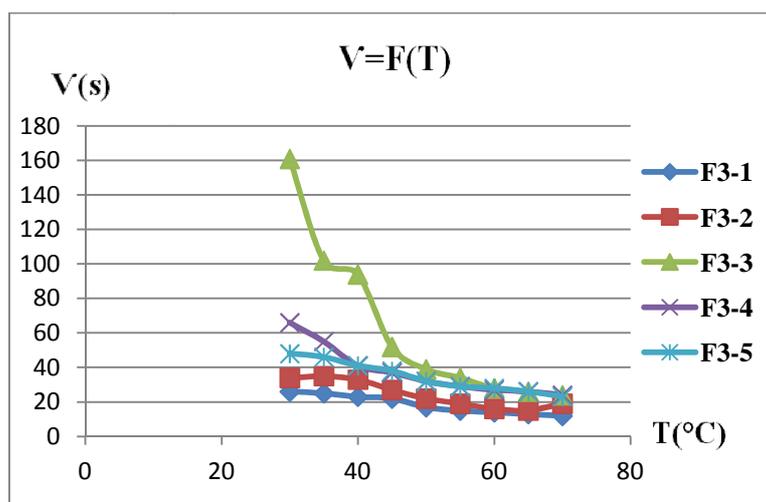


Figure V.8 : Résultats de la viscosité de Lory (cinématique) pour les différentes formules de colles avec l'additif Chlorure de Calcium en fonction de la température.

D’après le tableau V.6 et la figure V.8, on constate que la colle F3-5 est la meilleure colle par rapport à cette série de colle, malgré que F3-3 et F3-4 présente une grande valeur de viscosité. Ces valeurs ne sont pas prises en considération car elles dépassent la gamme de viscosité d’une bonne colle. La colle F3-5 présente une certaine stabilité de viscosité, dans le domaine de 30 à 50 °C, ses viscosités sont respectivement de 48 à 32 s.

Tableau V.7: Résultats de viscosité de Brookfield des différentes formules de colles avec l’additif Chlorure de Calcium en fonction de la température.

Viscosité de Brookfield (mPa.s)									
Température T(°C)/Formules	30	35	40	45	50	55	60	65	70
F3-1	55	53	42	35	30	28	20	16	14
F3-2	51	60	59	57	47	42	32	25	28
F3-3	310	228	226	203	167	138	130	123	103
F3-4	177	175	150	136	134	130	128	121	107
F3-5	115	99	92	79	78	76	71	67	66

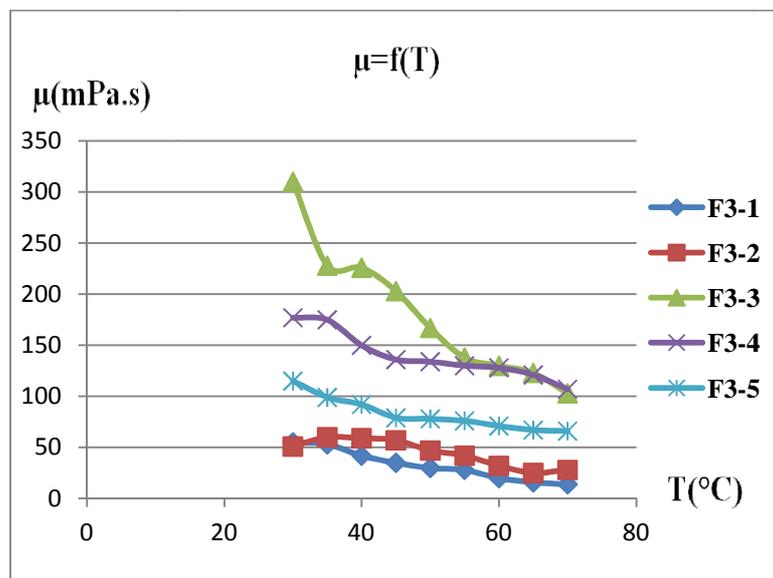


Figure V.9 : Résultats de la viscosité de Brookfield (dynamique) pour les différentes formules de colles avec l’additif Chlorure de Calcium en fonction de la température.

D'après les résultats des tests de viscosités de Brookfield indiqués dans le tableau V.7 et la figure V.9, on remarque que les valeurs de viscosité des colles F3-3 et F3-4 sont plus importantes que les autres. Par contre La colle de F3-5 qui est pour sa part la meilleure car elle est légèrement moins visqueuse, mais décroît de manière progressive. A 30 °C sa viscosité est de 115 mPa.s et à 50 °C elle est de 78 mPa.s, contrairement aux colles précédentes, la colle F3-3 procède une viscosité de 310 mPa.s à 30 °C et 167 mPa.s à 50 °C, les viscosités de F3-4 aux même températures sont respectivement 177 et 134 mPa.s .

II-1-4- Résultats de viscosité des différentes formules de colles avec deux additifs Chlorure de Calcium et Sulfate d'Alumine en fonction de la température

Les tableaux et les figures ci-dessous présentent les résultats expérimentaux obtenus au moyen d'un viscosimètre manuel de Lory et d'un viscosimètre électronique de Brookfield « SNB-1 digital viscosimeter » pour les différentes formules de colles avec deux additifs chlorure de calcium et sulfate d'alumine pour des températures qui varient de 30 à 70 °C.

Tableau V.8 : Résultats de viscosité de Lory des différentes formules de colles avec deux additifs Chlorure de Calcium et Sulfate d'Alumine en fonction de la température.

Viscosité de Lory (s)									
Température T(°C)/Formules	30	35	40	45	50	55	60	65	70
F4-1	26	25	23	22	17	15	14	13	12
F4-2	60	57	48	43	38	36	32	30	28
F4-3	58	54	48	44	40	37	36	33	31
F4-4	54	52	50	48	44	36	32	30	29
F4-5	54	50	48	46	38	36	33	30	27

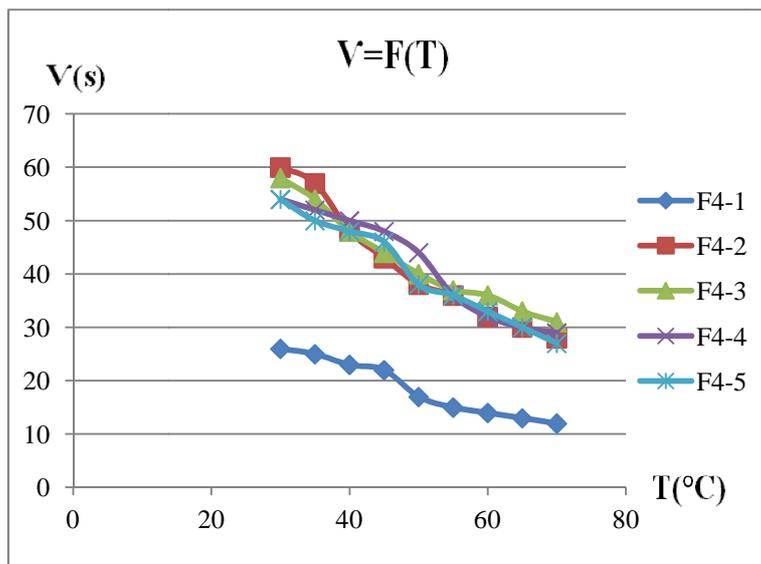


Figure V.10 : Résultats de la viscosité de Lory (cinématique) pour les différentes formules de colles ayant deux additifs Chlorure de Calcium et Sulfate d’Alumine en fonction de la température.

D’après les résultats de viscosité de Lory obtenus à partir des différentes colles avec deux additifs, ces derniers démontrent que l’ensemble des colles à partir de F4-2 présentent des viscosités importantes par rapport à la recette de base F4-1, on remarque que les viscosités de ces dernières sont toutes proches l’une de l’autre, elles présentent une certaine stabilité dans l’intervalle de 30 à 50 °C en ayant les valeurs de viscosité dans la gamme de viscosité d’une bonne colle. Pour cela on peut conclure que l’un des additifs utilisés ou les deux ensembles représente un bon conservateur pour la colle à base d’amidon.

Tableau V.9: Résultats de viscosité de Brookfield des différentes formules de colles avec deux additifs chlorure de calcium et sulfate d’alumine en fonction de la température.

Viscosité de Brookfield (mPa.s)									
Température T(°C)/Formules	30	35	40	45	50	55	60	65	70
F4-1	55	53	42	35	30	28	20	16	14
F4-2	140	137	100	83	74	60	58	56	54
F4-3	127	117	110	107	83	77	71	69	66
F4-4	113	110	109	103	94	78	70	62	58
F4-5	104	90	86	82	74	69	67	63	58

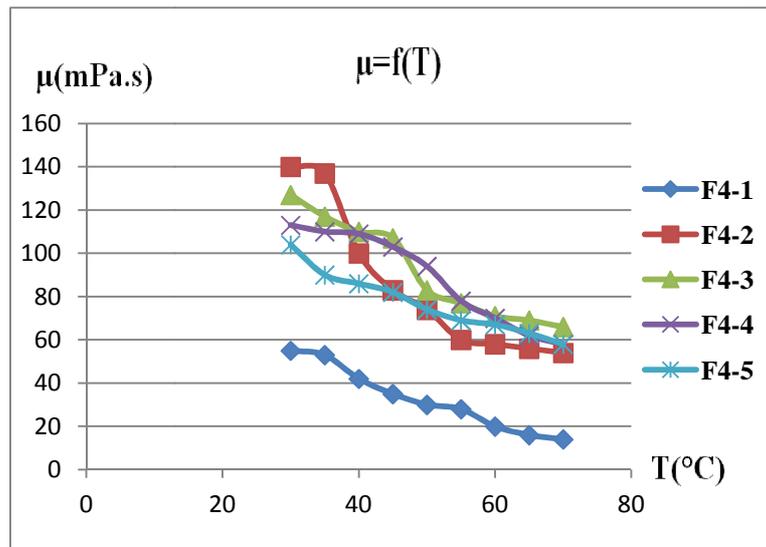


Figure V.11 : Résultats de la viscosité de Brookfield (dynamique) pour les différentes formules de colles ayant deux additifs Chlorure de Calcium et Sulfate d'Alumine en fonction de la température.

Les résultats de viscosité de Brookfield obtenus à partir des différentes colles avec deux additifs démontrent que l'ensemble des colles à partir de F4-2 présentent des viscosités importantes par rapport à la recette de base F4-1, on remarque que les viscosités de ces dernières sont toutes proches l'une de l'autre, elles présentent une certaine stabilité dans l'intervalle de 30 à 50 °C en ayant les valeurs de viscosité dans la gamme de viscosité d'une bonne colle. Pour cela on peut conclure que l'un des additifs utilisés ou les deux ensembles représente un bon conservateur pour la colle à base d'amidon.

II-2- L'étude de test d'extrait sec

Le tableau ci-dessus représente les résultats de l'extrait sec pour chaque formule de colle.

Tableau V.10 : Les résultats de l'ES pour les différentes formules de colle.

Formules/Extrait sec		ES(%)	
Sans agent		FX-1	20.36
Avec un seul additif	Sulfate d'Alumine ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$)	F1-2	20.26
		F1-3	21.00
		F1-4	19.10
		F1-5	19.42
	Sulfate de Zinc ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)	F2-2	20.10
		F2-3	20.28
		F2-4	20.04
		F2-5	20.00
	Chlorure de Calcium (CaCl_2)	F3-2	20.00
		F3-3	21.52
		F3-4	21.86
		F3-5	19.24
Avec deux additifs	Chlorure de Calcium (CaCl_2) + Sulfate d'Alumine ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$)	F4-2	20.08
		F4-3	20.36
		F4-4	19.84
		F4-5	20.38

L'histogramme suivant représente les résultats de l'extrait sec pour chaque formule de colle.

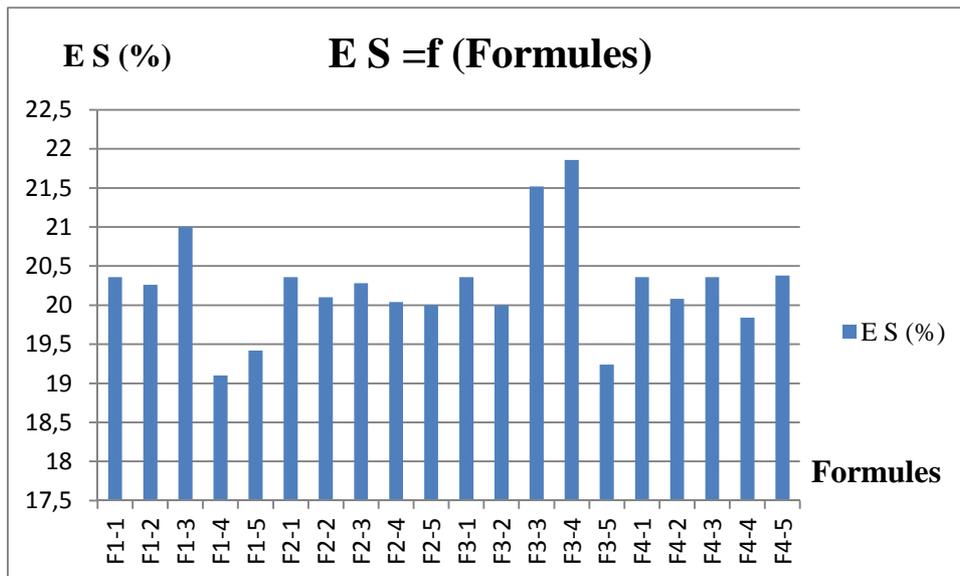


Figure V.12 : L'histogramme de l'extrait sec.

Comme le montre l'histogramme ci-dessus, presque tous les pourcentages de l'ES sont dans les normes (18-22 %), mis à part la colle F3-4 qui représente un pourcentage très important, suivit de la colle F3-3, puis de F1-3. Cela est du à la richesse de ces colles en matière sèche.

II-3- L'étude de test de densité apparente

Les résultats des tests de densité apparente sont représentés dans le tableau V.11 et la figure V.13.

Tableau V.11 : Résultats de densité apparente pour les différentes formules de colle.

Formules/Densité		d	
Sans agent		Fx-1	1.074
Avec un seul additif	Sulfate d'Alumine ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$)	F1-2	1.026
		F1-3	1.070
		F1-4	1.051
		F1-5	1.051
	Sulfate de Zinc ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)	F2-2	1.070
		F2-3	1.088
		F2-4	1.048
		F2-5	1.085
	Chlorure de Calcium (CaCl_2)	F3-2	1.050
		F3-3	1.026
		F3-4	1.027
		F3-5	0.955
Avec deux additifs	Chlorure de Calcium (CaCl_2) + Sulfate d'Alumine ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$)	F4-2	1.048
		F4-3	1.048
		F4-4	1.012
		F4-5	1.037

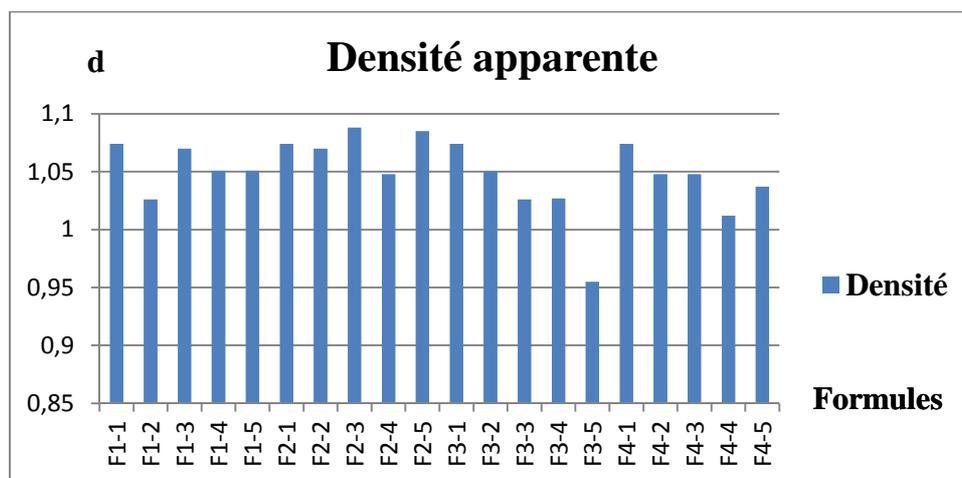


Figure V.13 : L'histogramme de la densité apparente.

Les résultats du teste de densité sont élaborés dans le tableau V.11 et figure V.13, d'après ces derniers on remarque que malgré le changement de la formule de colle, la densité ne présente pas un grand changement, cette dernière varie entre 1 et 1,1, par contre la colle F3-5 possède une densité de 0,955 qui est inférieure à celle de l'eau, ca pourrait bien être due aux erreurs de manipulations parce que même si la formule des colles changent, les quantités des composés ne changent pas.

II-4- L'étude du test d'attraction pour les meilleures

Les résultats des tests de densité apparente sont représentés dans le tableau V.12 et la figure V.14.

Tableau V.12 : Résultats du test d'adhérence du carton après collage avec les meilleures colles obtenues.

Colles	T (°C)	Force d'adhérence (daN)
F1-1	30	4.3
	50	4.1
F1-3	30	5.5
	50	5.0
F2-4	30	6.7
	50	4.2
F2-5	30	4.6
	50	4.5
F3-5	30	4.9
	50	4.8
F4-2	30	5.5
	50	5.0
F4-3	30	4.9
	50	4.6
F4-4	30	5.8
	50	5.6
F4-5	30	5.3
	50	4.8
Colle de Général Emballage	30	4.0

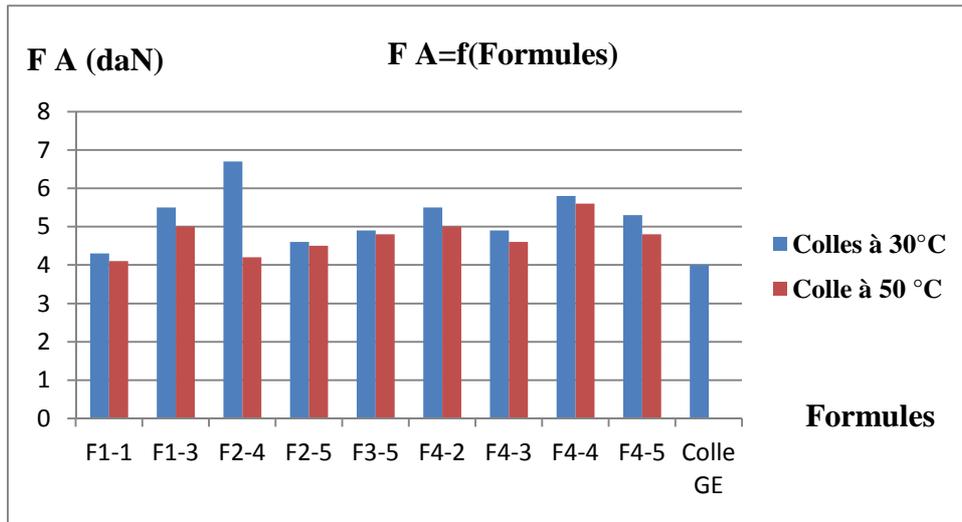


Figure V.14 : Histogramme des forces d'adhérence sur carton avec des colles à 30 et à 50 °C.

Ces essais d'adhérence ont donné lieu à des résultats illustrés dans le tableau V.12 et l'histogramme de la figure V.14. On remarque que les valeurs de la force d'adhérence sont plus importantes dans les colles chauffées à 30 °C que celles chauffées à 50 °C. Malgré ses résultats, on constate qu'il ya eu comme même une amélioration par rapport à la colle sur le carton ondulé de GE qui présente une force d'adhérence de 4 daN.

II-5- L'étude spectroscopique des colles par Infrarouge à Transformée de Fourier

II-5-1- L'étude spectroscopique de la colle F1-1 par IFTR

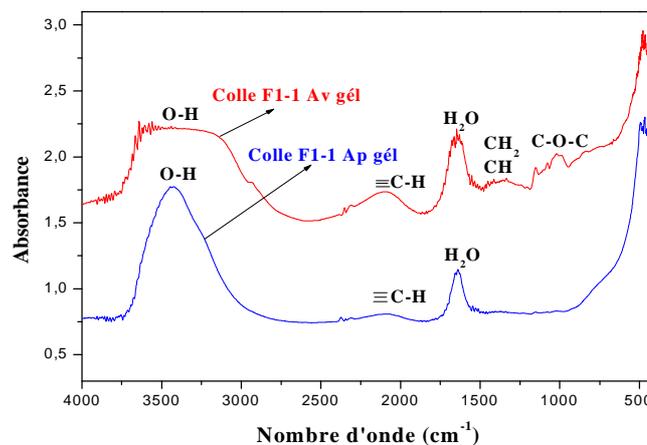


Figure V.15: Spectres IRTF de la colle F1-1 avant et après gélatinisation d'une partie enregistrés entre 4000 et 400 cm^{-1} .

D'après la figure V.15, Il apparaît sur le spectre de la colle F1-1 avant gélatinisation la plupart des bandes caractéristiques d'amidon. La bande à 3431 cm^{-1} est attribuée à la liaison (OH), on remarque quelques déformations en 1646 , 1350 et 1020 cm^{-1} qui correspondent respectivement aux liaisons H_2O , (CH_2 , CH) et C-O-C . On peut aussi constater que la colle sans additifs comporte une triple liaison qui n'existée pas au départ dans la structure de l'amidon et elle ne comporte pas la bande C-O-H .

Dans ses spectres on peut facilement voir les différentes modifications apportées à cette colle après gélatinisation cela se traduit par la disparition des déformations (H_2O , CH_2 , CH , C-O-C) et l'augmentation de la bonde O-H .

II-4-2- L'étude spectroscopique de la colle F4-2 par IFTR

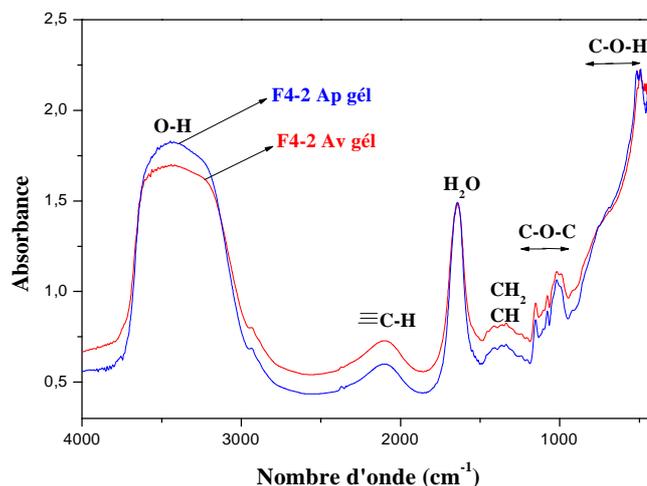


Figure V.16: Spectres IRTF de la colle F4-2 avant et après gélatinisation d'une partie enregistrés entre 4000 et 400 cm^{-1} .

Avec la comparaison des deux spectres IR de la colle F4-2 avant et après gélatinisation, On remarque sur ces spectres l'apparition de la plupart des bandes caractéristiques d'amidon en présentant un léger changement par l'apparition d'une triple liaison dans la zone de 2095 cm^{-1} . On distingue clairement que le spectre après gélatinisation montre une augmentation dans la bande de 3430 cm^{-1} caractéristique des fonctions hydroxyles. Et on constate aussi la diminution de quelques bandes, à 2080 cm^{-1} , la bande de la triple liaison, entre 1466 - 1320 cm^{-1} la déformation (CH_2 , CH) ainsi que les déformations à 1156 - 1023 cm^{-1} .

II-5-3- L'étude spectroscopique de la colle F4-3 par IFTR

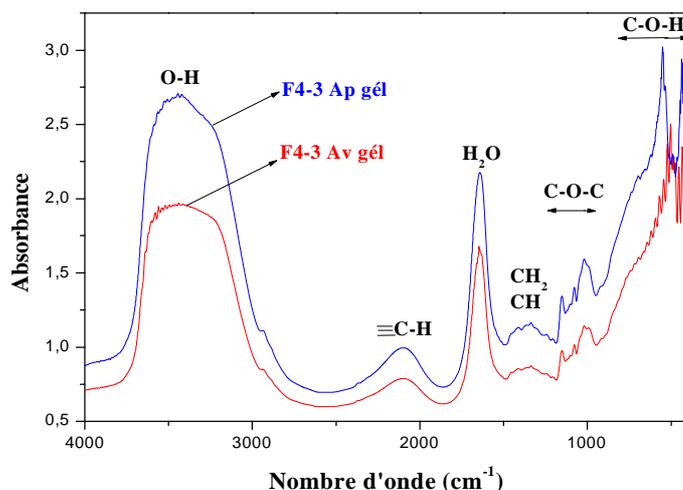


Figure V.17: Spectres IRTF de la colle F4-3 avant et après gélification d'une partie enregistrés entre 4000 et 400 cm^{-1} .

On compare les deux spectres IR de la colle F4-3 avant et après gélification, et la différence entre ces spectres c'est la bande de OH qui s'élargie et augmente ainsi que pour la bande H₂O, et on constate que la bande de liaison C-O-H change de fréquence de 503 à 545 cm^{-1} .

II-5-4- L'étude spectroscopique de la colle F4-4 par IFTR

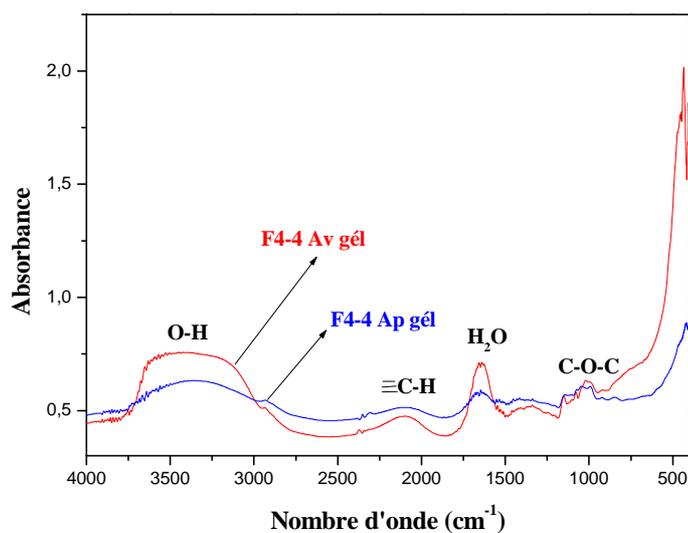


Figure V.18: Spectres IRTF de la colle F4-4 avant et après gélification d'une partie enregistré entre 4000 et 400 cm^{-1} .

Ces spectres montrent une grande diminution de la bande d'O-H et la disparition de presque la totalité des bandes de tous les autres groupements fonctionnels à savoir, la triple liaison, l'eau ainsi que le C-O-C de glucose. Ce qui explique une large modification dans la structure d'amidon apporté au départ par les additifs, en suite par la chaleur.

II-5-5- L'étude spectroscopique de la colle F4-5 par IFTR

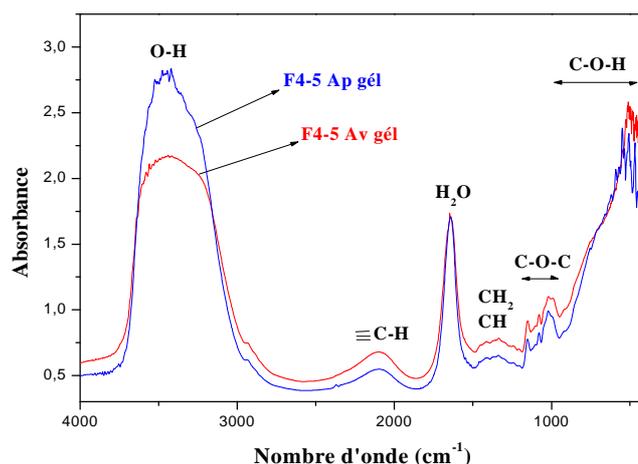


Figure V.19: Spectres IRTF de la colle F4-5 avant et après gélification d'une partie enregistré entre 4000 et 400 cm^{-1} .

Avec la comparaison des deux spectres IR de la colle F4-5 avant et après gélification, on distingue clairement qu'ils montrent une augmentation de la bande de 3425 cm^{-1} caractéristique des fonctions hydroxyles. Et on constate la diminution de quelques bandes, à 2089 cm^{-1} , la bande de la triple liaison, entre 1470-1330 cm^{-1} la déformation (CH_2 , CH) ainsi que les vibrations du squelette C-O-H de 510-922 cm^{-1} . On remarque aussi sur ces spectres l'apparition de la plupart des bandes caractéristiques d'amidon en présentant un léger changement par l'apparition de la triple liaison dans la zone de 2095 cm^{-1} .

**CONCLUSION
GENERALE ET
PERSPECTIVES**

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale

Dans un contexte de préoccupation de l'unité Générale Emballage sur la production du carton ondulé, nous nous sommes intéressés, dans ce travail, à améliorer la qualité de la colle utilisée sur ce carton. Les exigences que nous nous étions fixé comme objectifs à atteindre étaient de ramener la viscosité de cette colle à la gamme de viscosité d'une bonne colle entre 35 et 55 s tout en essayant de garder cette viscosité dans la même gamme dans un domaine de température bien déterminé. La stratégie que nous avons suivie a consisté à préparer des colles à base d'amidon avec ajout d'additifs à la colle de base. Notre travail a consisté à évaluer la viscosité, l'extrait sec, la densité et la force d'attraction.

Dans l'ensemble, l'étude a démontré une amélioration de presque toutes les caractéristiques étudiées avec l'ajout d'additifs.

Les tests des viscosités (Lory et Brookfield) pour toutes les colles préparées ont démontrés que la modification effectuée avec le mélange d'additifs nous a permit d'avoir une viscosité importante et stable dans un domaine de température de 30 à 50 °C. Le Sulfate de Zinc et le Chlorure de Calcium de leurs parts eux aussi présentent de bons résultats. Par contre, avec le Sulfate d'Alumine, au départ les résultats son bons mais par la suite, la viscosité diminue et sort de la gamme (35-55).

Les tests d'extrait sec montrent que toutes les colles ont présentés de bons résultats avec toutes les formules. Le Chlorure de Calcium permet d'avoir des résultats très important suivi de Sulfate d'Alumine. Puis, Sulfate de Zinc et le mélange d'additifs.

En ce qui concerne la densité, les résultats sont presque les mêmes pour toutes les colles.

D'après la caractérisation avec l'IFTR. On constate que les spectres des colles présentent les mêmes groupements fonctionnels que ceux de l'amidon avec une apparition d'une bande de triple liaison attribuée 2095 cm^{-1} . On constate aussi que le chauffage des colles avec additifs n'influe pas sur leurs structures, contrairement à la colle de base dans laquelle on remarque la rupture de quelques liaisons (la triple liaison, CH₂, CH, C-O-C).

Les résultats des tests de forces d'attraction pour les colles avec additifs confirment l'amélioration de la qualité de la colle.

D'après toutes ces conclusions, on constate que le Sulfate de Zinc est un bon additif et que le Chlorure de Calcium est un bon conservateur.

Perspectives

À la faveur de tels résultats, il est indéniable que, puisqu'un travail n'est jamais une fin en soi, il reste toujours tributaire d'investigations complémentaires. Il peut donc être enrichi de perspectives parmi lesquelles nous citerons entre autres :

- L'optimisation de plusieurs paramètres de la colle de base (la température, le temps d'agitation, les quantités et les concentrations des composés);
- L'ajout d'autres mélanges avec les additifs utilisés ou l'ajout d'autres additifs (NaNO₃, l'urée,...etc.) ;
- L'étude de la variation de la viscosité en fonction du temps ;
- L'étude de l'impact du cisaillement sur la viscosité;
- L'influence de la tension superficielle sur le collage;
- Optimisation des conditions de collage (la température, la vitesse du cylindre).

REFERANCE BIBLIOGRAPHIQUE

- [1]: Z.ABOURA, S.ALLAOUI, et M.L.BENZEGGAGH, « Etude et modalisation du comportement élastique d'une structure sandwich de type carton ondulé », publié dans 13èmes journées nationales sur les composites, Strasbourg : France (2003).
- [2]: J. GOOSSENSG « Papier et carton : d'une matière première naturel à un emballage flexible », p1, Belgique juin 2010.
- [3]: PHILIPPE COGNARD, « technique de l'ingénieur », traité L'Entreprise industrielle A9825. Paris (France).
- [4]: KOUAME STEPHANE ALEXIS KOFFI, « Etude sur l'Industrie de l'amidon », Ingénieur des techniques agricoles : option agro- industrie, Institut national Félix Houphouët-Boigny de Yamoussoukro (Côte d'Ivoire), (2009).
- [5]: B. BOURSIER, « Amidons natifs et amidons modifiés alimentaires », Techniques de l'Ingénieur, (2005).
- [6] JEAN-LUC WERTZ, « L'amidon et le PLA : deux biopolymères sur le marché », Document ValBiom – Gembloux Agro-Bio Tech, Note de synthèse, (28 janvier 2011).
- [7] D. LAFARGUE, « Etude et élaboration de films à base de polysaccharides pour la fabrication de gélules pharmaceutiques », Thèse de Doctorat, Université de Nantes, (2007).
- [8]: J.CLAULD CHEFTEL, H.CHEFTEL, and J.APPL. « Polym », 1: 285, (1986).
- [9]: N.ST-PIERRE, B.D.FAVIS, and B.A.RAMSAY, « J.Polym », 38: 647-655, (1997).
- [10]: R.L.SHO GREN, R. V.GEENE, and Y. V. WU, J. APPL. « Polym. Sci », 42 :1701-1701, (1991).
- [11]: M^m TORINO, « Influence des techniques de séchage sur l'interaction Protéines-Amidon », Thèse d'Ingéniera en agronomie, spécialité : Technologie des Industries Agro-alimentaires, Institue Nationale Agronomie El-Harrach-Alger (Algérie), (1986-1987).
- [12]: K. JAMSHIDI, B. H. HYON, Y. IKADA, « J. Polym », 29: 2229-2234, (1988).
- [13]: ANDRE LECLERC, « Impact de la cationicité d'un amidon de maïs sur les propriétés physiques d'un papier », Sciences des pates et papier, Mémoire, L'université du Québec à Trois-Rivières, (Aout 2001).
- [14]: D.FRENCH, « Organization of Starch Granules ». In: Starch: Chemistry and Technology. 2nd Ed. R.L.WHISLER, J.N.BEMILLER, E.F.PASCHAL, Academic press, Orlando, p. 184-274, (1984).

- [15] : D.J.GALLANT, A.GUILBOT «Etude de l'ultrastructure du grain d'amidon à l'aide de nouvelles méthodes de préparations en microscopie électronique ». Starch, 21 p. 156-163, (1969).
- [16] : D.J.GALLANT, A.GUILOT, « Développement des connaissances sur l'ultrastructure du grain d'amidon ». I. L'amidon de blé. Starch, 25 p. 335-342, (1973).
- [17]: O.B.WURZBURG, « Modified starches: Properties and Uses », CRC Press, Florida, U.S.A.,p. 4, (1986).
- [18]: R.L.WHISTLER, J.N.BEMILLER, E.F.PASCHALL, «Starch Chemistry and Technology», Academic Press Inc, p577, (1984).
- [19]: R.L.WHISTLER, J.N.BEMILLER, E.F.PASCHALL, «Starch Chemistry and Technology», Academic Press Inc, p12, (1984).
- [20]: Technical Association of Pulp and Paper Industry, « Starch and Starch Products in Paper Coating », Tappi monograph series No.17, p 3, (1957).
- [21]: Technical Association of Pulp and Paper Industry, « Starch and Starch Products in Paper Coating », Tappi monograph series No.17, p. 3, (1957).
- [22]: R.L.WHISTLER, J.N.BEMILLER, E.F.PASCHALL, «Starch Chemistry and Technology», Academic Press Inc, p.484, (1984).
- [23]: CHRISTINE CHENE, « Les amidons », 1^{er} partie, Journal de l'ADRIANOR, Agro-Jonction n°34-Février/Mars, (2004).
- [24]:O.B. WURZBURG, « Modified starches: Properties and Uses », CRC Press, Florida, U.S.A., pp. 13-15, (1986).
- [25] : D. MONNET, « Etude de l'évolution des propriétés mécaniques de matériaux amylicés par sélection et/ou modifications structurales dirigées », Université de Reims Champagne-Ardenne, (2008).
- [26]: W.BANKS, C.T.GREENWOOD, « Starch and its Components ». Ed W.BANKS, C.T.GREENWOOD, Edinburg Univ. Press, (1975).
- [27]:S.G.RING, K.J.I'ANSON, V.J.MORRIS, « Static and Dynamic High Scattering Studies of Amylose Solutions ». Macromol, 18 p.182-188, (1985).
- [28]: M.JOHN, J.SCHMIDT, H.KNEIFEL, « Iodine Maltosaccharine Complexes: Relation between Chain Length and Colour ». Carbohydr. Res., 119 p. 254-257, (1983).
- [29]: W.BANKS, C.T.GREENWOOD, and «The Conformation of Amylose in Dilute Solution». Starch, 23 p. 300-314, (1971).
- [30] : ERIC SERRIS, « Influence des conditions de compression sur les propriétés physico-chimiques des comprimés issus de poudres organiques », thèse Doctorat, spécialité : Génie

des procédés, L'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne et de l'université Jean Monnet, France, (2002).

[31]: R.L.WHISTLER, J.R.DANIEL, «Molecular Structure of Starch. In: Starch Chemistry and Technology ». 2nd Ed. R.L.WHISTLER, J.N.BEMILLER, E.F.PASCHALL, Academic press, Orlando, p. 153-182, (1984).

[32]: J.M.V.BLANSHARD, « Starch: What Starch is, Structure of the Granule, Comparison Properties of Wheat, Corn and Potato ». Seminar Practical Extrusion Workshop: Process conditions. Nottingham University, (1997).

[33]: J.P.ROBIN, C.MERCIER, R.CHARBONNIERE, A.GUILBOT, « Lintnerized Starches. Gel Filtration and Enzymatic Studies of Insoluble Residues from Prolonged Acid Treatment of Potato Starch ». Cereal Chem., 51 p. 389-406, (1974).

[34]: J.P.ROBIN, « Comportement du grain d'amidon à l'hydrolyse acide ménagée. Etude physico-chimique et enzymatique de la fraction insoluble. Contribution à la connaissance de la structure de l'amylopectine ». Thèse, Université de Paris VI, (1976).

[35]: P.COLONNA, C.MERCIER, « Macromolecular Structure of Wrinkled and Smooth Pea Starch Components ». Carbohydr. Res., 126 p. 233-247, (1984).

[36]: M.MEUR, « L'amidon de maïs : comportement rhéologique, rôle des lipides en technologie ». Thèse, Université de Nantes, (1984).

[37]: M.SEGUSHI, Y.YAMADA, « Study of Proteins Extracted from the Surface of Wheat Starch Granules with Sodium Dodecyl Sulfate ». Cereal Chem., 66 p. 193-196, (1989).

[38]: M.PALASINSKI, « Über Die Phosphorsäure der Kartoffelstärke ». Starch, 32 p. 405-408, (1980).

[39]: P.MUHRBECK, C.TELLIER, « Determination of the Phosphorylation of Starch from Native Potato Varieties by P NMR ». Starch, 43 p. 23-27, (1991).

[40]: E.M.BENCHEGRA, K.MEZIANI, « Modification chimique de l'amidon par acétylation avec l'anhydride acétique », Mémoire de fin de cycle pour le diplôme de DEUA en génie des procédés, option: analyse, université A. Mira de Bejaia, (2009-2010).

[41]: I.TOMKA, J. MAC-MOL, 28 :6128-6137, (1978).

[42]: AK. SOUACDIH, S.IBIBITOUNE « Etude des formulations de colle à base du Néoprène et modification par des déchets de polystyrène », 'projet de fin d'études option analyse' l'université de Bejaia, Algérie, juillet 1996.

- [43] : S.CHAUFFAILLE « Durabilité des assemblages colles : aspects mécaniques et physico-chimiques », “Thèse de doctorat en Mécanique et Ingénierie”, Université du Bordeaux I, France, 24 mars 2011.
- [44] : DETIC, « Le Petit Manuel des Colles et Mastics », Association Belgo-Luxembourgeoise des producteurs et des distributeurs de savons, cosmétiques, détergents, produits d'entretien, d'hygiène et de toilette, colles, produits et matériel connexes, (décembre 2004).
- [45] : Dr. SUZENNE et PIERRE DOUX, « Le guide de l’habitat sain », Medieco Editions, - ISBN : 99920-1-399-0. (2002)
- [46] : Hubert SIMON, « technique de l’ingénieur », Docteur en sciences physique, A3758. France.
- [47]: B.V.DERYAGIN, N.A.KROTOVA, *Doklady Akademir Nank SSSR*, 61, 849-852, (1948).
- [48]: S.VOIUTSKII, «Autohesion and adhesion of high polymers», New York, (1963).
- [49]: P.G.GENNES, «Dynamics of fluctuations and spinodal decomposition in polymer blends», *J. Chem. Phys.*, 72 (9), 4756-4763, (1980).
- [50]: J.BIKERMANN, «The science of adhesive joints», New York: Academic press, (1961).
- [51] : Carole Ronzani, « Peintures, colles et revêtements : effets sur la santé », Rapport de stage hospitalo-universitaire, 5ème année de Pharmacie, STRASBOURG, (2007-2008).
- [52] : S. ALLAOUI, Z. ABOURA, M.L. BENZEGGAGH, N. TALBI, R. AYAD, « Modélisation analytique et numérique de structures sandwich de type carton ondulé », Université de Technologie de Compiègne. Laboratoire de Roberval de Mécanique, 17ème Congrès Français de Mécanique, Troyes, (Septembre2005).
- [53] : J.VAPENIKOVA, N.VAVROVA, « (Industrie et Commerce tchèques », revue économique bimestrielle,p7,(24-1-2007).
- [54]: Z.ABOURA, N.TALBI, S.ALLAOUI, M.L.BENZEGGAGH, «Elastic behavior of corrugated cardboard: experiments and Modeling», *Composite Structures*, vol 63, pp 53-62, (2004).
- [55] : Roquette Frères, « Procédé de fabrication d'adhésifs à base d'amidon pour carton ondulé », Publication Dates Range: (22-Jul-1987 - 06-Mar-1991).
- [56] : AFCO, « Le secteur des conditionnements et des emballages en carton ondulé », Institut espagnol du Commerce extérieur (ICEX), Dpt. d’information de la division des produits industriels et technologiques, Espagne, (2010).

- [57] : J.WILLAERT, K.V.D. ABBEELE, « Carton ondulé en cascade, production story», VPK Packaging, Usine entreprise, P10, Belgique, (OCTOBRE 2010).
- [58] : R.SITRAKA Annie NY AINA, «Contribution à l'amélioration du système de contrôle interne d'une entreprise industriel face aux changements environnementaux : cas de la société NEWPACK», Mémoire de fin d'étude, université d'Antananarivo, (2011).
- [59] : G.SELDERS, « L'encollage dans les installations de carton ondulé (Partie 2) », article Potentiels d'optimisation vu par un fabricant de cylindres doseurs, Pays-Bas.
- [60] : D.BREUIL, M.ROBERT, « Procédé de fabrication d'adhésifs à base d'amidon pour carton ondulé », Registre européen des brevets, Numéro de publication EP0229741 A2, Europe, (22 juillet 1987) .
- [61] : Catalogue des instruments pour génie civil, « Beatest AG, Ausserfeldsrasse 9, ch-5036 Oberentfelden», ciment- mortier page 110, Suisse/ Switzerland (2010).
- [62] : Nathalie DUFFEY, « évaluation d'un nouveau viscosimètre», laboratoire d'immunologie et d'allergie du CHUV, Lausanne, (mars 2008).
- [63]: D.BIKIARIS, and C. PANAYIOTOU, J. Appl. Polym. Sci ; 70 :1503-1531 (1998).
- [64]: D.BIKIARIS, and C. PANAYIOTOU, J. Appl. Degrad. And Stabi, 58 : 215- (228 1997).
- [65]: M. CHAVANE G.J. BEAUDOIN, (1986).
- [66]: G.DECODTS, E. Flammarion, 36 : 227-261. Paris (1985).
- [67] : J. VERDU, « technique d'ingénieur» A3272. Paris (1991).
- [68] : M.SEBA, « Thèse de doctorat », université de Bordeaux, (1992).
- [69]: A.IMBERTY et al, «The double-helical nature of the crystalline part of A-starch». *J.Mol. BIOL.*, 201, 365-378. (1988).
- [70]: XJ.XIE, QLIU, S W CUI, «Food Research Internationall», p39-332-341,(2006).
- [71]: J.J. CAEL, J. L. KOENIG, J .BLAKWELL, Res. CARBOHYDR, 76,239-2441979.

LISTE DES ANNEXES

Annexe 1

Le choix de la vitesse

La vitesse (tr/min)	Le pourcentage de fiabilité (%)	
	Minimum	maximum
12	18.8	23.3
30	35.4	47.4
60	30.6	36.7

Annexe 2

Le choix du mobile pour mesurer la viscosité de Brookfeild (Pa.s)

N ^{bre} d'essai \ mobile	Mobile 1	Mobile 2
1	0.1560	0.0945
2	0.1585	0.0955
3	0.1615	0.0990
4	0.1630	0.1010
5	0.1645	0.1025
6	0.1655	0.1050
7	0.1670	0.1080
8	0.1700	0.1095
9	0.1725	0.1130
10	0.1735	0.1180
Moyenne	0.1058	0.1652
Ecart type	0.00768819	0.00574553

Pour les mobiles 3 et 4 l'appareil affiche un message d'erreur « **over** ».

Annexes 3

Formules des colles avec l'additif Sulfate d'Alumine ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$) : F1

Formules/compositions		Sans agent	Avec agent				
		F1-1	F1-2	F1-3	F1-4	F1-5	
Préparation	Primaire	V(Eau) (ml)	187,5				
		M (Amidon) (g)	25				
		V (Soude à 0,22g/ml) (ml)	12,5				
		t(Agitation) (min)	20				
	Secondaire	V(Eau) (ml)	387,5				
		M (Amidon) (g)	125				
		t(Agitation) (min)	5				
		M (Borax) (g)	1,25	1	0,75	0,5	0,25
		M (Sulfate d'Alumine) (g)	0	0,25	0,5	0,75	1
		t(Agitation) (min)	5				

Annexes 4

Formules de colles avec l'additif Sulfate de Zinc ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) : F2

Formules/compositions		Sans agent	Avec agent				
		F2-1	F2-2	F2-3	F2-4	F2-5	
Préparation	Primaire	V(Eau) (ml)	187,5				
		M (Amidon) (g)	25				
		V (Soude à 0,22g/ml) (ml)	12,5				
		t(Agitation) (min)	20				
	Secondaire	V(Eau) (ml)	387,5				
		M (Amidon) (g)	125				
		t(Agitation) (min)	5				
		M (Borax) (g)	1,25	1	0,75	0,5	0,25
		M (Sulfate de Zinc) (g)	0	0,25	0,5	0,75	1
		t(Agitation) (min)	5				

Annexes 5

Formules de colle avec l'additif chlorure de calcium (CaCl₂): F3

Formules/compositions		Sans agent	Avec agent				
		F3-1	F3-2	F3-3	F3-4	F3-5	
Préparation	Primaire	V(Eau) (ml)	187,5				
		M (Amidon) (g)	25				
		V (Soude à 0,22g/ml) (ml)	12,5				
		t(Agitation) (min)	20				
	Secondaire	V(Eau) (ml)	387,5				
		M (Amidon) (g)	125				
		t(Agitation) (min)	5				
		M (Borax) (g)	1,25	1	0,75	0,5	0,25
		M (Chlorure de Calcium) (g)	0	0,25	0,5	0,75	1
		t(Agitation) (min)	5				

Annexes 6

Formules de colle avec deux additifs chlorure de calcium et sulfate d'alumine ($\text{CaCl}_2 + \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$) : F4

Formules/composés		Sans agents	Avec agents				
		F4-1	F4-2	F4-3	F4-4	F4-5	
Préparation	Primaire	V(Eau) (ml)	187,5				
		M (Amidon) (g)	25				
		V (Soude à 0,22g/ml) (ml)	12,5				
		t(Agitation) (min)	20				
	Secondaire	V(Eau) (ml)	387,5				
		m(Amidon) (g)	125				
		t(Agitation) (min)	5				
		M (Borax) (g)	1,25	0,75	0,5	0,5	0,25
		M (Chlorure de Calcium) (g)	0	0,25	0,25	0,5	0,5
		M (Sulfate d'Alumine) (g)	0	0,25	0,5	0,25	0,5
t(Agitation) (min)	5						

Annexe 7

Les différentes masses pour le calcul de l'extrait sec

La masse de colle humide $m_{\text{humide}} = 0.5\text{g}$;

La masse de verre de montre $m_0 = 5.9446\text{g}$.

Composition \ masse (g)		m_1 (masse de verre de montre+ la colle)	$m_{\text{sèche}}$ (masse sèche)
Sans additif	F1-1	6.0464	0.1018
Avec un seul additif	F1-2	6.0459	0.1013
	F1-3	6.0496	0.1050
	F1-4	6.0401	0.0955
	F1-5	6.0417	0.0971
	F2-2	6.0451	0.1005
	F2-3	6.0460	0.1014
	F2-4	6.0448	0.1002
	F2-5	6.0446	0.1000
	F3-2	5.0446	0.1000
	F3-3	6.0522	0.1076
	F3-4	6.0539	0.1093
	F3-5	6.0408	0.0962
Avec deux additifs	F4-2	6.0450	0.1004
	F4-3	6.0464	0.1018
	F4-4	6.0438	0.0992
	F4-5	6.0465	0.1019

Annexe 8

Les différentes masses pour le calcul de la densité

Le volume de pycnomètre vide $V_0=10$ ml;

La masse de pycnomètre $m_0= 18.6666$ g

Composition \ masse		M (masse de pycnomètre + la colle) (g)	m_c (masse de la colle) (g)	ρ_{colle} (la masse volumique de la colle) (g/ml)
Sans additif	FX-1	29.4066	10.74	1.074
Avec un seul additif	F1-2	28.9266	10.26	1.026
	F1-3	29.3666	10.70	1.070
	F1-4	29.1766	10.51	1.051
	F1-5	28.3666	9.700	0.970
	F2-2	29.3666	10.70	1.070
	F2-3	29.5466	10.88	1.088
	F2-4	29.1466	10.48	1.048
	F2-5	29.5166	10.85	1.085
	F3-2	29.1666	10.50	1.050
	F3-3	28.9266	10.26	1.026
	F3-4	28.9366	10.27	1.027
	F3-5	28.2166	9.550	0.955
Avec deux additifs	F4-2	29.1466	10.48	1.048
	F4-3	29.1466	10.48	1.048
	F4-4	28.7866	10.12	1.012
	F4-5	29.0366	10.37	1.037

NB : X correspond à 1, 2, 3, 4.

RÉSUMÉ

Il est reconnu que l'ajout d'additif à une colle à base d'amidon natif utilisé pour le carton ondulé lui donne une meilleure performance dans les fonctions auxquelles elle est destinée, à savoir le développement des caractéristiques physico-chimiques de la colle et l'efficacité de l'encollage. L'amidon de maïs permet d'obtenir une pâte adhésive qui conserve son pouvoir collant immédiat. Une fois sèche, elle forme et maintient une bonne liaison avec le papier. Le présent ouvrage visait à vérifier l'impact de la température et de la formule avec additif sur la viscosité de la colle utilisée pour carton ondulé de l'unité Général Emballage.

L'étude a démontré que, tous les additifs utilisés améliorent la viscosité de la colle ainsi que d'autres caractéristiques telle que la force d'attraction. Le Sulfate de Zinc ainsi que le mélange Sulfate d'Alumine-Chlorure de Calcium présentent des valeurs de viscosité importantes. Par contre le Chlorure de Calcium c'est un bon conservateur car il permet de stabiliser la viscosité avant d'atteindre le point de gélatinisation.

MOTS CLE : AMIDON DE MAIS, CARTON ONDULE, COLLE, VISCOSITE, FABRICATION DU CARTON ONDULE.

ABSTRACT

It is recognized that the addition of additive based glue native starch used for corrugated board gives better performance in the functions which it is intended, namely the development of physico-chemical characteristics of the adhesive and the sizing efficiency. Corn starch provides an adhesive composition which retains its immediate tack. Once dry, it forms and maintains a good connection with the paper. The present work was to verify the impact of temperature and additive formula with the viscosity of the adhesive used for corrugated board of "General Emballage" unit.

The study showed that all the additives improve the viscosity of the adhesive as well as other features such as the force of attraction. Sulphate-Zinc and Sulphate-Alumina mixture of the Calcium Chloride viscosity values are important. As against the Calcium Chloride is a good preservative because it allows stable viscosity before reaching the gelatinization point.

KEYWORDS: CORN STARCH, CORRUGATED, VISCOSITY, MANUFACTURING CORRUGATED.