

Université Assane Seck de Ziguinchor (UASZ)



UFR Sciences et Technologies

Département de Chimie



Mémoire de Master

SPÉCIALITÉ : SYNTHÈSE ORGANIQUE ET PRODUITS NATURELS

Titre :

**ETUDES ET CARACTERISATIONS DES BIOPOLYMERES
POUR L'ELECTRONIQUE ORGANIQUE : CAS DE
L'ACACIA SENEGAL**

Présenté par : **Moïse MANGA**

Soutenu publiquement le 05 février 2019 devant le jury composé de :

PRÉSIDENT :

Dr. Abdoulaye GASSAMA Maitre de Conférences CAMES UASZ

RAPPORTEUR :

Dr. Mamadou LO Maitre – Assistant CAMES UASZ

EXAMINATEUR :

Dr. Saidou Nourou DIOP Maitre – Assistant CAMES UASZ

DIRECTEURS DE MÉMOIRE :

Dr. El Hadji Babacar LY Maitre – Assistant CAMES UGB

Dr. Mbaye Diagne MBAYE Maître de Conférences CAMES UASZ

Dédicace



Aucune dédicace ni aucun mot ne pourra exprimer la profondeur de mes sentiments pour vous. C'est avec le plus grand Amour et Dévouement que je vous offre ce modeste travail en hommage de ma gratitude qui ne sera jamais assez pour tous vos sacrifices et votre abnégation.

Je ne vous remercierais jamais assez, j'espère simplement que vous aviez été fiers de moi.

Que **DIEU** vous accueille au paradis.

A mes **frères**
et **sœurs**

Vous étiez toujours les meilleurs ami(e)s pour moi, trouvez en ce travail un faible témoignage de toute mon affection et de ma tendresse.

A toute ma famille et mes ami(e)s

A tous ceux qui me sont chers



REMERCIEMENTS

Ce mémoire a été effectué au sein du Laboratoire Chimie et Physique des Matériaux (LCPM) de l'université Assane Seck de Ziguinchor et à l'université Gaston Berger de Saint-Louis (UGB) sous la direction du Docteur El Hadji Babacar LY, Maitre-assistant à l'université Gaston Berger de Saint-Louis et du professeur Mbaye Diagne MBAYE de l'université Assane Seck de Ziguinchor.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance aux Dr El Hadji Babacar LY et Pr. Mbaye Diagne MBAYE, mes directeurs de mémoire pour m'avoir fait confiance dans la réalisation de cette étude, pour leurs conseils avisés et l'influence de leurs rigueurs scientifiques. Vos expériences et vos savoirs ont été précieux. Merci pour vos confiances réconfortantes et pour vos grandes disponibilités qui permettaient à tout moment de taper à la porte de vos bureaux pour discuter des résultats obtenus. Aussi, je vous remercie également pour vos qualités humaines : vos humours, vos enthousiasmes et vos sympathies font de vous des personnes exceptionnelles. Je suis extrêmement heureux et fier d'avoir travaillé avec vous. Vos humilités et vos forces de caractères resteront pour moi un exemple à suivre.

Je remercie sincèrement les membres du Jury pour avoir accepté et pris le temps de juger ce travail.

Remerciements à :

Monsieur Abdoulaye GASSAMA pour avoir bien voulu présider le Jury,

Monsieur Mamadou LO, de me faire l'honneur d'être le rapporteur de ce travail,

Monsieur Saidou Nourou DIOP pour avoir acceptés d'examiner ce travail.

J'exprime également ma profonde reconnaissance au Pr. Abdou Karime DIALLO, enseignant chercheur à l'université Gaston Berger de Saint-Louis, pour la caractérisation électrique de notre matériau. Il a beaucoup contribué à la réalisation de ce mémoire et ses conseils et suggestions m'ont été d'une grande aide.

J'ai eu la chance de rencontrer et de collaborer avec des personnes admirables lors de ce mémoire :

Mes premières pensées vont à mes camarades de promotion Mlle. Eliane A. MANGA et Mlle. Adjil Fatou Fall POUYE, Mme Monique W. MENDY, Mme. Ramata Ousmane DIALLO, Mme. Gnima SAGNA pour leurs soutiens moraux et leurs conseils.

Un grand merci au Doctorants du département de chimie et ceux de physique pour leur aide toute au long de mon stage.

Un grand merci également à M. Albert Manga BADIANE pour ses conseils, aides et le rôle de grand frère qu'il a joué depuis mon arrivée à l'université Assane Seck de Ziguinchor.

J'exprime ma profonde reconnaissance à l'ensemble des enseignants chercheurs du département de chimie pour leurs enseignements de qualité, leurs conseils et leurs pédagogies qui m'ont beaucoup servi lors de la rédaction de ce mémoire. J'avoue que la plupart d'entre eux m'ont ébloui de leur savoir scientifique.

Je souhaite également exprimer ma reconnaissance à ceux qui assurent le bon fonctionnement quotidien du laboratoire, particulièrement à Mme Fatoumata Mbarké SOUMARE CAMARA. Vous nous facilitez grandement la vie.

La réalisation de ce mémoire n'aurait pas été possible sans le soutien moral et affectif de mes parents. Je les remercie de m'avoir donné un environnement (familial et matériel) idéal dans mon enfance et de m'avoir enseigné les valeurs essentielles (humilité, honnêteté et passion) avec lesquelles j'ai toujours essayé d'aborder mon travail scientifique. Merci Mamans et Papas d'avoir su (parfois péniblement) me comprendre dans les moments les plus difficiles et de m'avoir toujours fait confiance. Sachez que je vous suis et que je vous serai toujours très reconnaissant.

Toute ma profonde gratitude va à mes frères et amis Martin DIATTA, Jean SAGNA, Lamine Bakéba MANE, Abdoulaye DIOUF, Abdou Diouf BADJI et Momodou DIEDHIOU, à mes sœurs, mes deux familles de Diabir, et tous mes ami(e)-s qui m'ont motivé et encouragé durant mes études universitaires sans oublier les frères et sœurs amis qui ont accepté de m'héberger au villages G (campus 1) et H (campus 2) pendant mes 30 jours passés à l'université Gaston Berger de Saint Louis.

Enfin, je remercie tous les gens que j'aurais involontairement oubliés de remercier.

Table des matières

REMERCIEMENTS.....	II
Liste des figures	VI
INTRODUCTION.....	1
<i>Chapitre I : Etude bibliographique</i>	3
I. Etude botanique de l'Acacia Senegal	4
I.1. Description de la plante	4
I.2. Utilisations	5
I.3. Gommés d'acacia	5
II. Etudes physico-chimiques de la gomme arabique	7
II.1. Composition chimique	7
II.2. Structure chimique de la gomme	9
II.3. Propriétés fonctionnelles de la gomme arabique	10
II.3.1. Propriétés épaississantes	10
II.3.2. Propriétés gélifiantes	11
II.3.3. Propriétés stabilisantes	11
II.3.4. Propriétés émulsifiantes et stabilisation des émulsions	11
II.3.5. Relation structure-fonctionnalités des gommés	12
II.4. Polymères en électronique	12
II.4.1. Polymères synthétiques	13
II.4.2. Polymères naturels	13
<i>Chapitre II: Matériels et Méthodes</i>	15
I. Production et préparation de la gomme arabique	16
I.1. Préparation des solutions de gomme arabique	16
I.2. Préparation des surfaces	16
I.2.1. Spin coater	16
I.2.2. Spray pyrolyse	16
II. Outils de caractérisation	17
II.1. Infrarouge	18
II.2. Calorimétrie à Balayage Différentiel (DSC)	18
II.3. Rhéologie	19
II.4. Angle de contact	20
II.5. Mesures électriques : la spectroscopie d'impédance	21

Chapitre III: Résultats et discussions.....	Erreur ! Signet non défini.
I. Analyse infrarouge	24
II. Analyse calorimétrique différentielle (DSC)	26
III. Angle de contact.....	27
IV. Rhéologie	25
V. Mesures électriques	27
CONCLUSION.....	30
Annexes	35
Résumé	39

Liste des figures

Figure 1. Arbre de l'acacia senegal	5
Figure 2 : Gomme arabique.....	7
Figure 3 : Structures chimiques des composés de la gomme arabique	8
Figure 4 : Structures chimiques des acides aminés	9
Figure 5 : <i>Structure hypothétique de la gomme arabique.</i>	10
Figure 6 : Dispositif de dépôt par spray pyrolyse	17
Figure 7 : Perkin Elmer-Spectrum 400 FT-IR	18
Figure 8 : DSC Q100 TA instrument	19
Figure 9 : RHEOPLUS/32 (Anton Paar) model MCR 301	20
Figure 10 : Appareil de mesure d'angle de contact.....	20
Figure 11 : Schéma d'une goutte de liquide en équilibre avec sa vapeur sur une surface	21
Figure 13 : La spectroscopie d'impédance.....	21
Figure 14 : <i>Montage pour les mesures de différents paramètres à température variable</i>	22
Figure 15 : Spectre FTIR de la gomme arabique	24
Figure 16 : thermogramme DSC de la gomme arabique.....	26
Figure 17 : Comportement d'une goutte d'eau à la surface de la gomme.....	27
Figure 18 : Viscosité de la gomme arabique en fonction du temps avec différentes contraintes	25
Figure 19 : Valeurs de capacité en fonction de la fréquence à des températures différentes..	28
Figure 20 : Valeurs de conductance en fonction à des températures différentes	28
Figure 21 : Valeurs absolues de l'intensité de courant en fonction de la tension à des températures différentes	29
Figure 22 : Mouvement de cisaillement entre deux surfaces planes.....	35
Figure 23 : Forces de frottement entre deux couches.....	36
Figure 24 : Forces appliquées sur une goutte d'eau posée sur un support solide, \vec{u} le vecteur unitaire.....	38

INTRODUCTION

Ces dernières décennies, le développement de l'électronique a conduit à un formidable essor des technologies de l'information, de la communication et du transport. La miniaturisation de leurs composants tout en augmentant leurs capacités, leurs performances, leurs fiabilités et leurs fonctionnalités a une conséquence directe et spectaculaire sur plusieurs domaines.

C'est pour cette raison que certains physico-chimistes, acteurs de l'électronique, se sont tournés vers la conception, la réalisation et la compréhension des propriétés intrinsèques des matériaux biomoléculaires [1]. Ces matériaux provenant de la biomasse végétale ou animale, sont constitués pour la plupart de parois cellulaires sous forme de polysaccharides (cellulose, amidon, gommés), de lignine et de chitine, chitosane et kératine.

Ces polysaccharides servent également de réserve et de protection en vue de la croissance de certaines plantes comme l'acacia senegal. Issu de la famille des Fabacées, l'acacia senegal est connu par son ancienneté en Afrique plus particulièrement dans les régions sud Sahariennes (Sénégal, Soudan, Tchad, Mauritanie,...). Il joue un rôle important dans les systèmes de production. Son intérêt majeur est la production d'exsudat de gomme arabique à usages multiples et commercialisable en fournissant 90% de la production mondiale (dans les industries agro-alimentaires, dans le textile et dans beaucoup d'autres domaines) [4].

La recherche étant une contribution à l'apport de nouvelles connaissances, c'est-à-dire l'élaboration d'une nouvelle façon de faire ou une amélioration des résultats déjà connus. Ce travail de recherche que nous rapportons dans ce manuscrit n'est pas exclu de cette idéologie. Vues les importances énumérées de la gomme arabique dans les domaines cités précédemment, Nous nous sommes lancés dans des études physicochimiques à savoir une étude de ses propriétés d'utilisations, de la composition de sa structure et de sa résistance en vue d'étudier l'utilité de son application dans le domaine électronique.

Ainsi, ce manuscrit sera structuré en trois parties; une partie consacrée à l'étude bibliographique de l'acacia senegal, de ses origines, de son utilisation et des propriétés physicochimiques de l'exsudat de gomme qu'il produit ; une autre partie qui présente les matériels et méthodes utilisés pour la caractérisation de la gomme et enfin, terminer par l'exploitation et la discussion des résultats obtenus.

Chapitre I : Etude bibliographique

I. Etude botanique de l'Acacia Senegal

Acacia senegal est une espèce de la famille de Fabaceae, sous famille des Mimosoideae et du genre senegalia. Elle constitue une des plus grandes familles des plantes à fleurs, avec plus de **730** genres et **19400** espèces, réparties aussi bien en milieu tempéré que tropical. Les formes arborescentes prédominent dans les pays chauds et les formes herbacées dans les régions tempérées [2]. Néanmoins, la prédilection des plantes de cette famille pour les habitats arides ou semi-arides est reliée à leur métabolisme dépendant de l'azote, qui est considérée comme une adaptation aux variations climatiques et imprévisibles de l'habitat.

En effet, la fixation de l'azote via la symbiose légumineuse rhizobium permet aux plantes de cette famille d'obtenir des taux élevés en azote ammoniacal au niveau de leurs racines en fonction de la demande de leur métabolisme [2].

I.1. Description de la plante

Acacia senegal (**Figure 1**) encore appelé gommier blanc est une espèce d'arbre ou d'arbuste originaire d'Afrique, épineux, de **2 à 6 m** (voir **10 m**) de long avec une couronne en parasol. Très rameuses, les branches sont très ramifiées, les rameaux supérieurs sont divergents et ascendants. L'écorce est gris clair à brun clair et lisse sur les jeunes rameaux. La tranche est marbrée rouge et blanche. Les épines sont par trois et les griffes acérées, les deux latéraux sont courbés vers le haut et la médiane vers le bas. Les feuilles, petites vertes grises sont bipennées avec 3 à 6 paires de pinnules ayant 10 à 20 paires de foliolules ovales de 3 à 6 mm de long et 1 à 2 mm de large. Les fleurs sont situées sur les épis de 3 à 8 cm, blancs, pédonculés, insérés par 2 ou 3 par fascicules axillaires. Les gousses de 7 à 10 cm de long, de 2 cm de large, sont aplaties finement pubescentes, grisâtres, et contenant 3 à 6 graines aplaties, rondes, brun clair. La période de floraison se situe avant les premières pluies, mais parfois aussi en fin de saison des pluies [3]. Selon la classification, il appartient à :

Règne: Plantae ;

Ordre: Fabales ;

Sous-règne: Tracheobionta ;

Famille: Fabaceae;

Division: Magnoliophyta ;

Sous-famille: Mimosoideae ;

Classe: Magnoliopsida ;

Genre: Acacia.

Sous-classe: Rosidea ;



Figure 1. Arbre de l'acacia senegal

I.2. Utilisations

Acacia senegal fournit 90 % de la gomme arabique mise sur le marché international. Il surpasse en qualité tous les autres Acacias. La gomme est un produit d'exportation très important. Les quantités vendues dépendent beaucoup du climat. Le rendement varie beaucoup d'un arbre à l'autre et d'une année à l'autre et oscille entre 100 et 1000 g (jusqu'à 10 kg au Soudan), mais avec une moyenne de 250 g au moins dans un bon peuplement (au Kordofan 500 à 2000 pieds par ha) [4].

La population locale consomme des quantités importantes pour la préparation des plats spéciaux et pour la médecine humaine ou vétérinaire, ainsi que pour des cosmétiques et des œuvres d'art. La gomme arabique est particulièrement utilisée dans l'industrie agro-alimentaire, dans le domaine du textile, elle est aussi utilisée comme émulsifiant pour les huiles d'agrumes, dans l'industrie du papier (collage des étiquettes, enveloppes). *Acacia senegal* convient particulièrement dans les projets de ré-végétalisation et pour la fixation des dunes (agroforesterie), pour l'amélioration des sols par l'apport de litière organique et par la fixation de l'azote. Au Soudan, il a toujours contribué de façon significative à l'augmentation des recettes d'exportation du pays.

I.3. Gommages d'acacia

Les gommages peuvent être définies comme des substances d'origine végétale qui sont obtenues par exsudation spontanée de différents arbres vulgairement appelés gommiers, après un traumatisme mécanique de l'écorce, l'invasion par les bactéries ou champignons, ou bien de certaines graines et de différents tissus végétaux. Il a également été suggéré que la synthèse des gommages est un métabolisme de la plante normale [4].

Les gommés sont des substances contenant du carbone amorphe, de l'hydrogène et de l'oxygène, et elles sont membres du groupe des glucides. Dans de nombreux cas de petites quantités d'azote sont détectables. Des exsudats polysaccharides produits par un certain nombre d'espèces d'acacias ont plusieurs usages domestiques; c'est le cas de quelques gommés comme:

- Les galactomannanes de la gomme de caroube qui sont des polysaccharides hydrosolubles et neutres, sont utilisées comme agent épaississant dans l'industrie alimentaire (crèmes glacées, mayonnaises, sauces, produits de boulangerie, etc.) et dans l'industrie non-alimentaire (imprimerie, photographie, béton, explosifs, fluide de forage (pétrole), peinture, encre, cirage, textiles, produits de beauté, produits anti-diarrhéiques, etc.) [5].

- La gomme adragante est une exsudation séchée obtenue à partir des tiges et des branches d'espèces asiatiques d'*Astragalus* [6]. Elle est utilisée comme stabilisateur, émulsifiant et épaississant dans les aliments, industries pharmaceutiques et produits cosmétiques. Elle est l'une des gommés plus acido-résistante et un émulsifiant naturel plus efficace pour les acides émulsions huile dans l'eau [7]. La gomme adragante se compose de deux fractions principales: une soluble dans l'eau (tragacanthine et une petite quantité d'un arabinogalactane) et une fraction insoluble, mais gonflable à l'eau nommée bassorine. L'acide Tragacanthique et bassorine sont insolubles dans l'éthanol, mais l'arabinogalactane est soluble dans un mélange d'éthanol-eau (7/3);

- La gomme d'acacia (encore appelée **gomme arabique**), une des gommés les plus étudiées, plus utilisées et qui est étudiée dans ce manuscrit, est un exsudat de sève descendante solidifié et un polysaccharide complexe de type arabinogalactane produit naturellement ou à la suite d'une incision, sur le tronc et au pied d'arbres du genre *Acacia* (**Figure 2**), qui est riche en fibre soluble; le plus répandu est l'*Acacia senegal*. Comestible, elle est récoltée principalement dans les régions du Nord, Nord/Est et subsaharienne de l'Afrique comme le Maghreb, Mali, Sénégal, Tchad, Égypte, Soudan, etc. Elle est très soluble dans l'eau et forme des solutions sur une large gamme de concentrations.

Elle est connue depuis l'antiquité et est historiquement le premier polysaccharide qui fut utilisé dans l'étude de la coacervation complexe avec une protéine, en occurrence la gélatine [8]. D'ailleurs les Egyptiens l'ont nommé *Kami* et ont commencé à l'utiliser vers **2650** avant **J.C.** De nos jours on le retrouve dans le commerce sous forme de cristaux plus ou moins gros, de poudre mais également sous la forme liquide.



Figure 2 : la gomme arabique

II. Etudes physico-chimiques de la gomme arabique

Un grand nombre de polysaccharides sont utilisés dans l'industrie alimentaire, principalement pour leurs propriétés épaississantes ou stabilisantes, et dans certains cas gélifiants. Parmi ceux-ci, la gomme d'acacia occupe une place particulière puisqu'elle arbore des propriétés de surface et de stabilisation remarquables [9–11].

Dans cette partie, la composition et la structure de ce polysaccharide sont étudiées, puis les principales propriétés fonctionnelles seront décrites. Nous discuterons par la suite du rôle technologique de quelques polymères naturels et synthétiques pour mieux situer l'étude de la gomme d'acacia dans ce domaine.

II.1. Composition chimique

La gomme d'acacia possède la particularité de n'être pas uniquement composée de résidus glucidiques comme cela est classiquement le cas pour les autres polysaccharides. Elle contient en effet une partie protéique, plus exactement polypeptidique, qui représente environ 2% de la masse totale de la gomme [12].

L'hydrolyse acide de la gomme arabique avec l'acide sulfurique concentré conduit à la libération de cinq types de résidus glucidiques différents. Le composé majoritairement obtenu est le D-galactose (Gal) qui représente 40% des résidus glucidiques, vient ensuite le L- arabinose (Ara) dont la proportion dans la gomme d'acacia se situe aux alentours de 24%. La présence majoritaire de ces deux sucres fait que la gomme d'acacia est qualifiée d'arabinogalactane. Les autres sucres minoritaires composant la gomme d'acacia sont :

- un composé neutre le L-rhamnose (Rha) présent à 13%,
- deux acides uroniques, responsables du caractère anionique de la gomme :
 - l'acide D-glucuronique (GlcA) à 21%,
 - l'acide 4-0-methyl-D-glucuronique que l'on retrouve à de très faibles proportions (~ 2%).

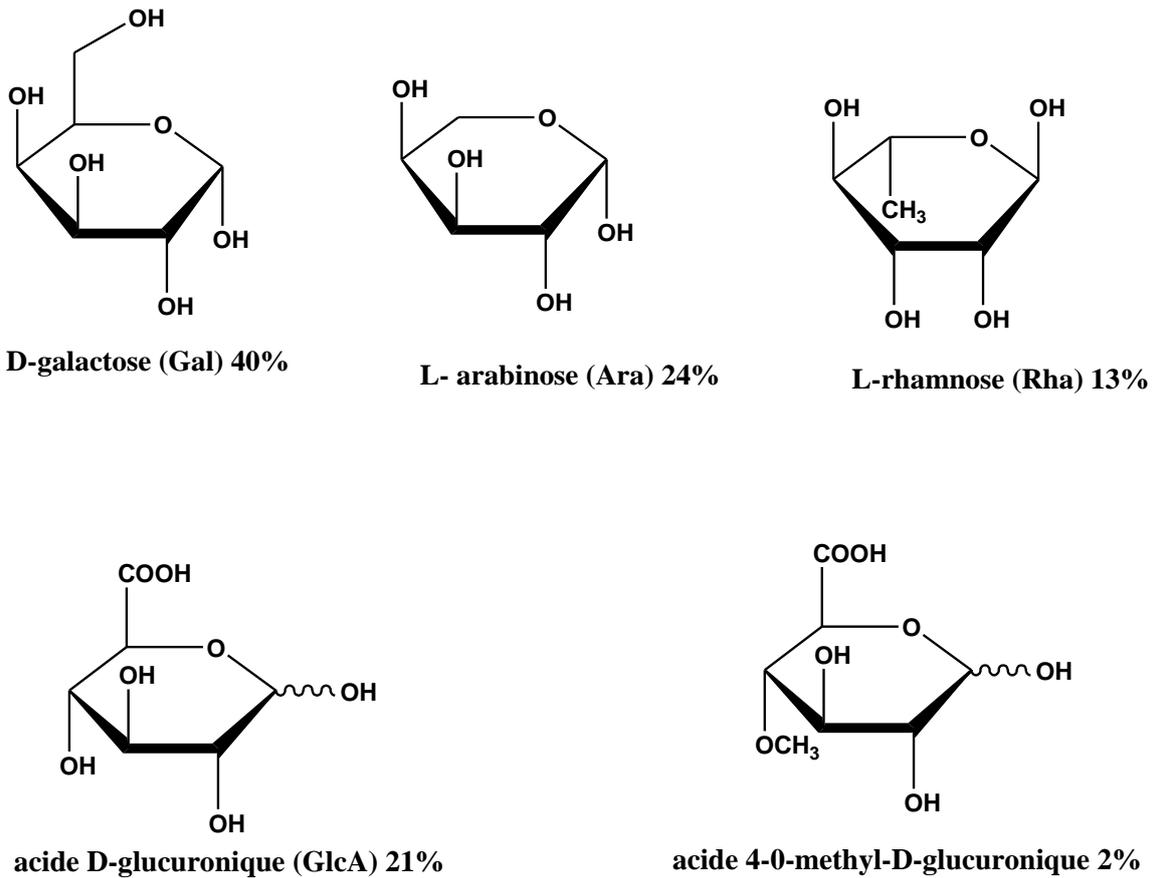


Figure 3 : Structures chimiques des composés de la gomme arabique

Il est important de noter que ces proportions sont des valeurs moyennes et que par conséquent elles peuvent différer en fonction de l'espèce d'Acacia considérée. La composition de la fraction peptidique de la gomme d'acacia a été étudiée par chromatographie. Les acides aminés les plus abondants sont l'hydroxyproline (27,4%), la sérine (13,7%), l'acide aspartique (6%) et la thréonine (7,7%). Enfin, la gomme d'acacia est très souvent associée à des ions divalents comme le Cr^{2+} , le Ca^{2+} ou le Mn^{2+} , mais également l'ion monovalent K^+ .

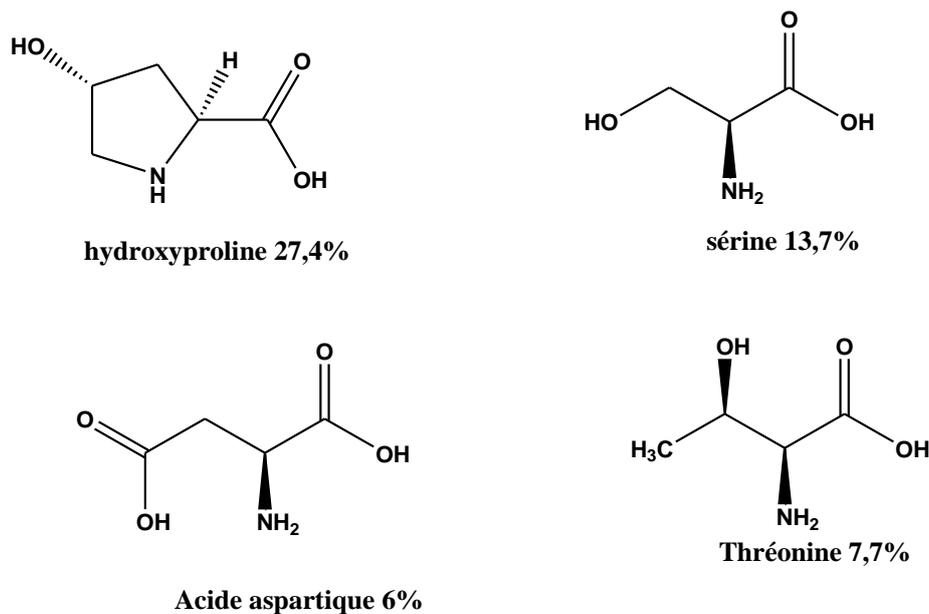


Figure 4 : Structures chimiques des acides aminés

II.2. Structure chimique de la gomme

La structure de la gomme d'acacia est complexe et encore mal connue, si bien qu'elle fait toujours l'objet de recherches intensives. Il semble cependant établi que cette structure particulière soit responsable des propriétés physico-chimiques remarquables de ce polysaccharide. Si, à l'origine, les études ont porté principalement sur la partie polysaccharidique, un modèle plus global incluant à la fois les parties peptidiques et polysaccharidiques a été élaboré depuis une quinzaine d'années. Concernant l'enchaînement des résidus glucidiques et la structure des chaînes, le modèle le plus communément admis pour la gomme d'acacia a été proposé par les équipes de Street et Anderson en 1983 [13].

Dans cette structure, la chaîne principale est composée de résidus de galactose liés en **1→3**. Sur cette chaîne principale se trouvent greffées, en position **1→6**, des chaînes latérales composées d' α -L-arabinofuranose, α -L-rhamnopyranose, β -D-glucuronopyranose et 4-O-methyl β -D-glucuronopyranose. Les unités de D-galactose sont liées en 3 ou en 6 avec le L-Rha_p, L-Ara_p, GlcA, D-Gal_p ou MeGlcA à la périphérie (*Figure 5*). En revanche, le L-arabinofuranose est toujours lié en **1→3** à l'intérieur de la chaîne principale tandis que les acides uroniques sont généralement présents en fin de chaîne. Le polysaccharide serait composé de 64 blocs ramifiés d'homogalactanes β (**1→3**) d'une masse moléculaire unitaire de **8000 g/mol**. L'analyse de la composition totale en carbone (RMN ¹³C) a mis en évidence la présence de **27** pics caractéristiques qui correspondent aux 27 types d'atomes de carbone composant la structure du polysaccharide [14].

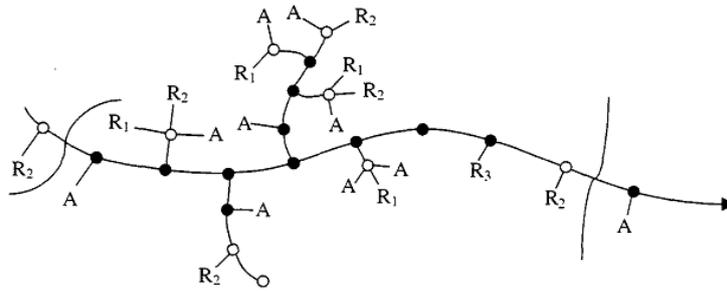


Figure 5 : Structure hypothétique de la gomme arabique.

A = arabinosyl; (●) = Galp 1→3; (○) = Galp 1→6 ou groupement terminal: R₁ = Rha 1→4 GlcA (Rha occasionnellement absent ou remplacé par Me ou Ara); R₂ = Gal 1→3 Ara; R₃ = Ara 1→3 (d'après Stephen et Churms, 1995) [15].

II.3. Propriétés fonctionnelles de la gomme arabique

Les propriétés fonctionnelles sont un ensemble de propriétés physico-chimiques et organoleptiques, déterminant la structure, nutritionnelle et l'acceptabilité d'un produit. Les polysaccharides d'origine naturelle ont été depuis des décennies utilisés dans les applications alimentaires pour leurs propriétés fonctionnelles. Ce sont principalement des polymères solubles dans l'eau provoquant une augmentation de la viscosité du milieu aqueux. Plusieurs d'entre eux sont considérés comme des fibres alimentaires utilisés comme additifs pour contrôler la texture.

Un hydrocolloïde à base de polysaccharide dans l'alimentaire est choisi en fonction [16] :

- de son action sur l'eau par exemple le pouvoir épaississant, gélifiant, anti cristallisant ;
- de sa résistance aux traitements thermiques ;
- de sa non-digestibilité ;
- des influences du **pH** et de la température sur les propriétés visqueuses des solutions

A cet égard, les gommes polysaccharidiques peuvent avoir des fonctions épaississantes, gélifiantes, stabilisantes, émulsifiantes et texturantes.

II.3.1. Propriétés épaississantes

L'épaississement consiste à augmenter la viscosité d'un liquide sans le rendre solide. La connaissance de la gamme de viscosité est utile pour la sélection des gommes propres à une application et à une formulation alimentaire spécifique. Le degré d'épaississement varie avec les types de gommes hydrocolloïdes. On rencontre peu de gommes qui donnent de faibles viscosités à hautes concentrations par ce que, la majorité des gommes développent de grandes

viscosités à des concentration très faibles (en-dessous de 1% habituellement) [17]. Au niveau moléculaire, l'épaississement est caractérisé par les liaisons intramoléculaires inexistantes ou extrêmement faibles.

II.3.2. Propriétés gélifiantes

La gélification est un mécanisme physico-chimique qui aboutit à la formation d'un gel. Un gel est une substance colloïdale, de consistance visqueuse avec des propriétés d'absorption. Au niveau moléculaire, la gélification peut être décrite simplement par l'association des macromolécules ou des fragments des macromolécules formant un réseau tridimensionnel. La phase liquide est contenue entre les mailles du réseau ce qui permet au gel d'être capable de résister à certaines contraintes physiques [16-18]. La formation de ces réseaux suppose donc l'organisation progressive des macromolécules initialement distribuées au hasard dans la solution par l'intermédiaire « des zones de jonction » entre les macromolécules. La nature du gel obtenu sera fonction de la structure du polymère en solution.

II.3.3. Propriétés stabilisantes

La stabilisation d'une solution par les gommes s'applique à une dispersion aqueuse où la phase dispersive est l'eau et la phase dispersée est soit un solide, un liquide ou un gaz. Dans tous ces trois systèmes, la phase dispersée a tendance à se déstabiliser ou se séparer. L'ajout d'une quantité de gommes appropriées dans un système augmente la viscosité de la phase aqueuse et par conséquent la migration de la phase dispersée est inhibée ou minimisée. En effet, pour jouer le rôle de stabilisation, les gommes agissent comme des agents de liaison, des émulsifiants, des inhibiteurs de cristallisation, des agents stabilisant des mousses et des suspensions, ou comme des colloïdes protecteurs.

II.3.4. Propriétés émulsifiantes et stabilisation des émulsions

Un agent émulsifiant agit normalement comme agent actif de surface et permet la miscibilité de deux liquides dissemblables. Leurs actions émulsifiantes résultent de la présence simultanée dans la molécule, de groupes qui attirent l'huile (groupes hydrophobes) et de groupes qui attirent l'eau (groupes hydrophiles). Leurs actions comme agents émulsifiants et stabilisants des émulsions se manifestent par [19] :

- la diminution de la tension interfaciale due à l'adsorption des émulsifiants à l'interface eau/huile. Cette action est d'autant plus importante que la molécule est linéaire et présente une haute valeur d'adsorption,

- la formation d'une couche rigide et cohérente autour des globules d'huile. Une concentration élevée en agent émulsifiant est nécessaire pour former une couche visqueuse qui permet une bonne stabilisation des émulsions,
- la stabilisation des dispersions par diminution de l'énergie libre totale de surface qui limite la coalescence et la floculation.

II.3.5. Relation structure-fonctionnalités des gommés

Les polysaccharides sont identifiés comme des additifs grâce à leurs propriétés physico-chimiques. En général, les polymères utilisés sont principalement épaississants ou gélifiants. D'autres travaux ont montré que certains sont également utilisés comme stabilisateurs d'émulsions [16-20]. Leur capacité gélifiante dépend principalement des interactions moléculaires (présence des ions métalliques) contrôlées par la structure chimique et les conditions thermodynamiques. Au niveau moléculaire, la gomme en solution forme des liaisons hydrogènes avec les macromolécules ou encore avec les molécules d'eau du milieu (liaisons inter et intramoléculaires). L'interaction avec l'eau est à l'origine d'une conformation tridimensionnelle des gommés en solution et s'accompagne d'une augmentation de la viscosité du milieu et la formation de gels. Le réseau tridimensionnel formé par les solutions concentrées retardent ou ralentissent les mouvements des solides, des liquides ou des gaz emprisonnés dans le réseau, contribuant ainsi à la stabilisation du milieu.

Au-delà de ces interactions, les polysaccharides interfèrent aussi avec d'autres molécules présentes dans son environnement ce qui produit des effets physiques spécifiques. Par exemple, la présence de protéines dans le milieu, produit une solution stabilisée d'une suspension colloïdale ; avec les lipides, des effets d'émulsification sont observés [17]. L'interaction des hydrocolloïdes avec d'autres molécules se manifeste souvent par leur capacité à s'adsorber à une large gamme de surfaces. Le type d'adsorption dépend de la nature des groupements chimiques présents en surface de la molécule de polymère et/ou à l'intérieur de la région interfaciales. Ce phénomène est d'une importance significative dans les propriétés des hydrocolloïdes telles que la stabilisation des émulsions, l'adhésion et le contrôle de la taille des cristaux [16].

II.4. Polymères en électroniques

Le développement d'un bon nombre de biopolymères et de polymères synthétiques a trouvé son origine dans les besoins exprimés par les industries électroniques, principalement grâce aux nombreux champs d'application de ces matériaux que l'on peut trouver dans la fabrication des

composants. Les principales raisons de cette popularité sont qu'ils sont faciles à mettre en œuvre, avec un contrôle aisé des propriétés physico-chimiques, thermiques et électriques. Il faut aussi noter les besoins en miniaturisation, la nature légère de ces matériaux. L'utilisation d'un processus technologique impliquant une ou plusieurs propriétés des polymères va être abordée dans cette partie.

II.4.1. Polymères synthétiques

C'est récemment que sont apparus des matériaux synthétiques capables de conduire l'électricité. Les premiers polymères conducteurs extrinsèques, pour lesquels le mouvement des électrons est assuré par des particules incluses dans la matrice polymère, ont été élaborés ; mais ces matériaux présentaient une faible conductivité [21]. Ce n'est qu'en 1977, avec le polyacétylène, que sont apparus les polymères conducteurs intrinsèques, dont les valeurs de conductivité à l'état dopé (ou oxydé) sont comparables à celles des métaux [22]. Depuis lors, ces polymères Conducteurs Electroniques (PCE) font l'objet d'un intérêt considérable, tant au niveau fondamental que pour leurs applications potentielles.

Comme les matériaux isolants à l'état neutre, les PCE sont conducteurs à l'état oxydé. Des défauts sont créés pour obtenir une conductivité électrique dans la couche de valence électronique c'est ce qu'on appelle réaction de dopage des PCE. Elle consiste à créer des trous à la place des électrons délocalisés dans la bande de valence et des contre-ions (anions excités) pour assurer l'électroneutralité.

II.4.2. Polymères naturels

Les biopolymères sont des macromolécules naturelles contenant des groupements hydrolysables, tels que les polymères glucidiques produits en grande quantité dans la nature. L'amidon, la cellulose et la chitine sont parmi les polymères naturels les plus abondants sur terre. Ces polymères considérés comme renouvelables sont utilisés en tant que composants dans les dispositifs de stockage, de transport, et de signalisation. Leurs matrices ont une variété de structures qui confèrent une différenciation étendue des propriétés et peuvent offrir un degré de fonctionnalité que l'on ne retrouve pas dans les polymères synthétiques. Les groupes hydroxyles des biopolymères peuvent remplacer certains groupements fonctionnels dans le dispositif. La variabilité de la composition des polymères naturels et la substitution des groupements fonctionnels du dispositif affectent le réseau tridimensionnel de la macromolécule et ces interactions avec les autres éléments du substrat électronique. Grâce à leurs capacités de

former des liaisons hydrogènes, ils semblent être plus de bons conducteurs que les polymères qui n'en ont pas [23].

Chapitre II : Matériels et Méthodes

I. Production et préparation de la gomme arabique

Il existe différents instruments pour produire de la gomme arabique en saignant de quelques centimètres les branches ou le tronc d'*Acacia senegal*. Parmi ces instruments nous pouvons citer la saignette « classique » ou « plat », la saignette « à crochet » ou « Suunki (langue soudanaise) ». Les matériels utilisés pour la production de notre matière première, dans le nord du Sénégal, sont les couteaux de cuisine, le coupe-coupe et la hache. Après quelques jours de l'incision, on constate une exsudation collante et visqueuse d'une sève qui ressemble à du miel se cristallisant au contact de l'air. Les cristaux de gommés obtenus ont été nettoyés, pilés, tamisés et conservés. La poudre fine obtenue a été utilisée pour des analyses infrarouges (FTIR) et de calorimétrie à balayage différentielle.

I.1. Préparation des solutions de gomme arabique

Des solutions de 1,5g/l ont été aussi préparées en mélangeant la poudre de la gomme arabique avec de l'eau distillée à l'aide d'un agitateur magnétique pour des analyses rhéologiques et d'angle de contact.

Pour la caractérisation électrique de la gomme arabique, une autre solution constituée de 5g de gomme et 45mL d'eau distillée soit une concentration de 10% est préparé pendant 14h 37min à l'aide d'une plaque chauffante sous agitation magnétique. Elle est ensuite décantée pendant 2h puis filtrée avec un filtre de 0,2 μm .

I.2. Préparation des surfaces

I.2.1. *Spin coater*

Dans le but de mesurer la mouillabilité de notre produit, la solution de gomme arabique a été déposée sur des surfaces des lames en verre silicaté préalablement nettoyé avec de l'acétone. Le dépôt de la gomme a été effectué à l'aide d'un *spin coater* à une vitesse de 3500 tr/min, puis les lames de verre sont séchées dans une étuve à 105°C pendant une heure (1h).

I.2.2. *Spray pyrolyse*

La gomme arabique est déposée par spray pyrolyse sur un substrat en verre recouvert d'une couche d'Oxyde d'Indium dopé à l'Etain (ITO).

Le spray pyrolyse est une technique de dépôt de couches minces consistant à vaporiser puis projeter une solution sur un substrat chauffé. Il est composé du mot **spray** qui signifie jet d'un liquide en fines gouttelettes lancé par un pulvérisateur et de la **pyrolyse** qui est un processus

par lequel un solide (ou un liquide) subit, sous l'effet de la chaleur et sans interaction avec l'oxygène ou tout autre oxydant, une dégradation de ses produits chimiques à de plus petites molécules volatiles.



Figure 6 : Dispositif de dépôt par spray pyrolyse

Les paramètres de dépôt sont donnés dans le tableau ci-dessous.

<i>Distance gicleur-substrat</i>	<i>20 cm</i>
<i>Volume de solution</i>	<i>environ 6 ml</i>
<i>Durée de pulvérisation</i>	<i>4min 31s</i>
<i>Température de substrat</i>	<i>200°C</i>
<i>Débit de gaz(Azote)</i>	<i>0,5 bar</i>

II. Outils de caractérisation

Les caractérisations de la gomme arabique sont essentielles dans la mise en œuvre des matériaux utilisés en électronique. Ces analyses sont complémentaires et permettent entre autre de déterminer les fonctions présentes sur la surface de notre produit (Infrarouge à Transformée de Fourier) mais aussi donnent des informations sur les propriétés de mouillabilité et d'absorption de cette dernière (Angle de contact). D'autres techniques d'analyses ont été utilisées pour compléter ces caractérisations :

- La caractérisation thermique par la Calorimétrie différentielle à balayage en Anglais Differential Scanning Calorimetry (**DSC**) ;
- La description de l'écoulement, de la déformation et de la rupture des corps sous l'effet d'une contrainte par la Rhéologie ;
- Et l'analyse des mesures électriques.

II.1. Infrarouge

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse structurale, sensible à la nature des liaisons entre les atomes d'une molécule. C'est une technique qui utilise un interféromètre pour l'acquisition de données et une transformée de Fourier numérique pour le traitement des données. Elle se base sur les modes d'oscillations des arrangements d'atomes qui entrent en vibration dans des fréquences bien définies lors de l'émission de rayons infrarouges pour permettre la détermination des différentes fonctions présentes dans les molécules organiques. L'appareil de type *Perkin Elmer* modèle Spectrum 400 FT-IR (**Figure 7**) a été utilisé dans une plage de balayage comprise entre 500 et 4000 cm^{-1} avec résolution de 1 cm^{-1} . La poudre de gomme est placée sur une cellule en diamant qui sert de port échantillon, le spectre FTIR obtenu en ATR (Réflectance Totale Atténuée) après 16 scans.



Figure 7 : *Perkin Elmer-Spectrum 400 FT-IR*

II.2. Calorimétrie à Balayage Différentiel (DSC)

La Calorimétrie différentielle à balayage étudie les échanges thermiques entre un échantillon et une référence soumise à une température. Elle est basée sur la différence d'énergie à fournir pour maintenir l'échantillon et la référence à une même température. En effet, cette méthode permet de déterminer les caractéristiques thermiques des matériaux [24]. Elle sert à étudier les transitions thermiques (point de fusion et de cristallisation, et la température de transition vitreuse) des polymères. L'appareil utilisé est le DSC modèle Q100 V9.0 Build 275 de *TA instrument* (**Figure 8**) avec des ports échantillons sous forme de coupoles hermétiques en aluminium.

La gomme arabique (environ 12 mg) est placée dans un creuset fermé à l'aide d'un sertisseur puis placé dans le four avec rampe de température allant de -50° et 250° C à $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$. L'analyse des composés s'est faite sous atmosphère inerte avec un balayage de Nitrogène gazeux (N_2) à un débit de 50 ml/min. L'acquisition des données thermiques se fait avec le logiciel *Discovery*.

L'objectif de la DSC est de mesurer la différence de flux de chaleur entre l'échantillon et la référence inerte (creuset vide). Ce flux de chaleur échangé est directement relatif à la capacité calorifique du matériau considéré. L'expérience se matérialise par un thermogramme représentant l'évolution du flux de chaleur en fonction de la température qui peut se faire suivant un processus endothermique ou exothermique [25].

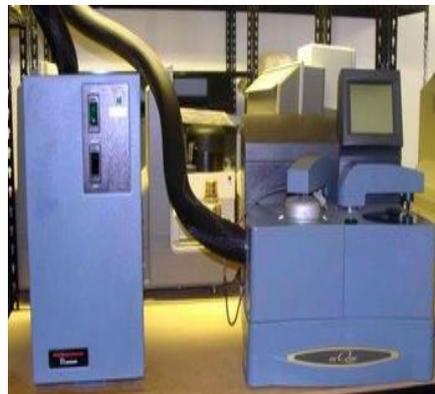


Figure 8 : DSC Q100 TA instrument

II.3. Rhéologie

Les techniques rhéologiques sont utilisées pour la détermination de la taille des macromolécules constituant le matériau, leurs formes, leur stabilité et les propriétés d'écoulement des fluides dans des conditions variées. Elle est régie par la relation entre la force, la déformation et le temps. Le RHEOPLUS/32 MCR 301 de marque Anton Paar, (**Figure 9**) a été utilisé pour étudier le comportement de la solution de gomme arabique de concentration 1,5g/l. Quelques gouttes de cette dernière sont déposées entre une plaque fixe ensuite une force est appliquée par une autre plaque conique (CP50) de rayon 25 mm, positionnée à 0,1 mm, en rotation avec une gamme de fréquence comprise entre 10^{-5} et 10^2 Hz. Ce déplacement est appelé mouvement de cisaillement qui est laminaire c'est-à-dire les couches adjacentes constituées de chaînes de polymères glissent les unes sur les autres sans transfert de matières entre elles.



Figure 9 : Le RHEOPLUS/32 (Anton Paar) model MCR 301

II.4. Angle de contact

L'angle de contact est une mesure physique qui permet de mesurer l'énergie de surface du solide ou la tension superficielle d'un liquide. Il permet, entre autre, d'apprécier la qualité des surfaces en termes de mouillabilité (comportement d'une goutte sur une surface) et d'hydrophobicité. L'appareil dataphysics a permis d'étudier la mouillabilité des surfaces préparées par la méthode de spin coater (**Figure 10**). Une goutte d'eau (20 μL) est déposée sur la surface à étudier par l'intermédiaire d'une seringue *Hamilton 500 μL* tout en maintenant le dispositif placé dans une chambre thermostatée à 25°C pour minimiser une quelconque perturbation de la goutte avec le milieu extérieur. Le module de logiciel (SCA 20) de base permet de mesurer des angles de contact.



Figure 10 : Appareil de mesure d'angle de contact

En fonction de la valeur de l'angle θ (**Figure 11**), on peut déduire la mouillabilité de la surface (gomme arabique étalée sur une lame en verre) par des mesures d'angle de contact. Cet angle dépend de trois tensions interfaciales solide-liquide, solide-vapeur et liquide-vapeur représentées respectivement par γ_{sl} , γ_{sv} , γ_{lv} qui permet de déterminer les tensions superficielles

du liquide ou l'énergie de surface. Dans les mesures d'angle de contact, plus le nombre de liquides utilisés est important plus la valeur obtenue est précise et fiable ; en générale, 3 liquides différents sont utilisés pour déterminer les caractéristiques de notre surface.

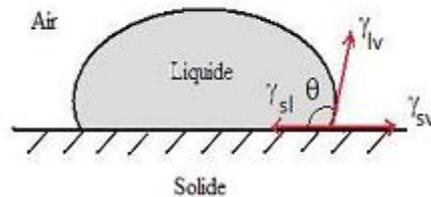


Figure 11 : Schéma d'une goutte de liquide en équilibre avec sa vapeur sur une surface

Le but de cette analyse, dans notre étude, est de voir le comportement de la goutte sur la surface constituée des molécules de la gomme arabique. Ainsi, un seul liquide (eau distillée) a été utilisé pour ce test afin de rendre compte de l'état de surface.

II.5. Mesures électriques : la spectroscopie d'impédance

La spectroscopie d'impédance est une méthode qui permet de mesurer la réponse du matériau (capacité, conductance, ...) en lui appliquant une excitation de faible amplitude sur une large gamme de fréquences

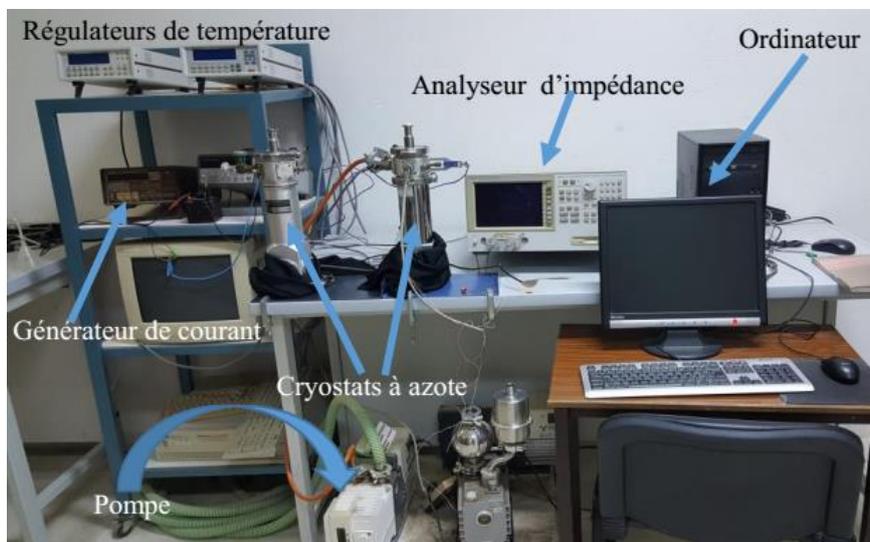


Figure 12 : La spectroscopie d'impédance

- Le cryostat à azote
- Le montage à l'intérieur du cryostat permet de faire des mesures sous vide (créé par la pompe) à température variable. Pour baisser la température (jusqu'à 80°K par exemple), on met de l'azote liquide dans le cryostat.
- Le régulateur de température : Il permet de varier la température à l'intérieur du cryostat.
- Le générateur de courant : Il est utilisé pour faire des mesures I(V).

- Le logiciel la **bviuw** installé sur l'ordinateur permet de visualiser les réponses et d'enregistrer les données. Les courbes sont tracées avec **Origin 7**.

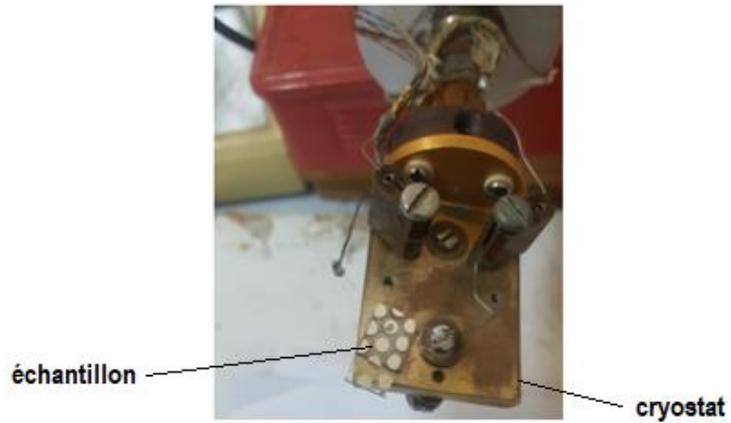


Figure 13 : Montage pour les mesures de différents paramètres à température variable

Chapitre III : Résultats et discussions

Dans ce chapitre est analysé l'ensemble des résultats obtenus lors de la caractérisation de la gomme arabique ainsi que des surfaces à base de ce biopolymère.

I. Analyse infrarouge

La FTIR est particulièrement sensible aux variations de structure des polysaccharides. Elle convient donc parfaitement à l'étude des polymères contenant des groupements carboxyliques comme la gomme d'acacia (gomme arabique). Dans ce cas, des variations de l'intensité des liaisons entre les atomes peuvent être mises en évidence en suivant l'absorbance ou la transmittance spécifique de ces groupements.

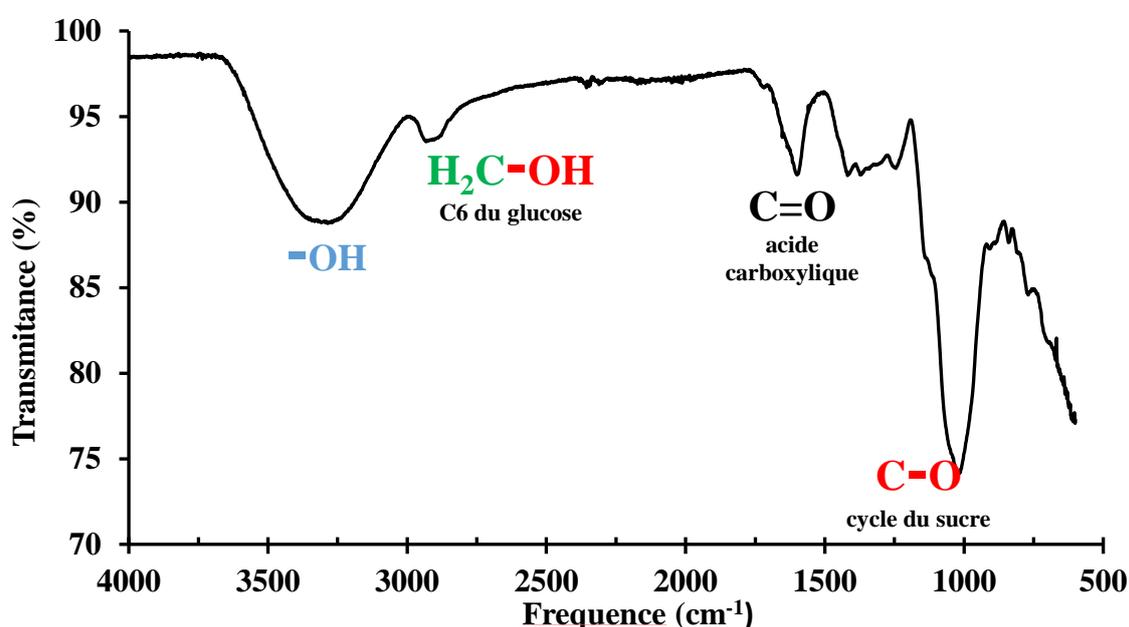


Figure 14 : Spectre FTIR de la gomme arabique

Le spectre infrarouge (Figure 14) de la gomme arabique montre des bandes caractéristiques d'absorbance qui peuvent être distinguées :

- une bande intense est repérée vers **900-1200 cm⁻¹**. Elle est d'intensité élevée, ce qui signifie que ce type de liaison est présent en grande quantité dans notre macromolécule. Il s'agit en effet de la vibration spécifique des liaisons simples de type **C - O - C** qui composent les cycles des résidus glucidiques de la chaîne principale ;
- une autre la bande d'absorption large observée entre **3290 et 3305 cm⁻¹**, caractéristique des groupements **OH** hydroxyles et carboxyles ;
- On observe aussi deux bandes d'intensités faibles dont une localisée à **1600 cm⁻¹** caractéristique des vibrations asymétriques du groupement carbonyle (**O = COH**) portés

par les résidus d'acide glucuronique à cause de sa faible teneur dans la gomme (~ 15%), et l'autre vers 2900 cm^{-1} indiquant les vibrations des $\text{C} - \text{O} - \text{C}$ qui assure la liaison peptidique du polysaccharide.

II. Rhéologie

L'analyse rhéologique a permis d'étudier le comportement de notre matériau (la déformation, l'écoulement et la rupture) sous l'effet des contraintes appliquées. Dans le cas particulier, nous avons étudié le taux de cisaillement (vitesse d'écoulement) de la gomme arabique qui est le gradient de vitesse de déplacement entre les plaques coniques face à des contraintes de cisaillements (forces de frottements). Ces forces de frottements s'exercent tangentiellement à la surface des deux plaques limitées par le matériau.

Sur les courbes de la **Figure 15** sont portées l'évolution de la viscosité à différentes contraintes en fonction du temps de la solution de gomme arabique de concentration 1,5g/L obtenues suivant la méthodologie décrite dans la partie Matériels et Méthodes.

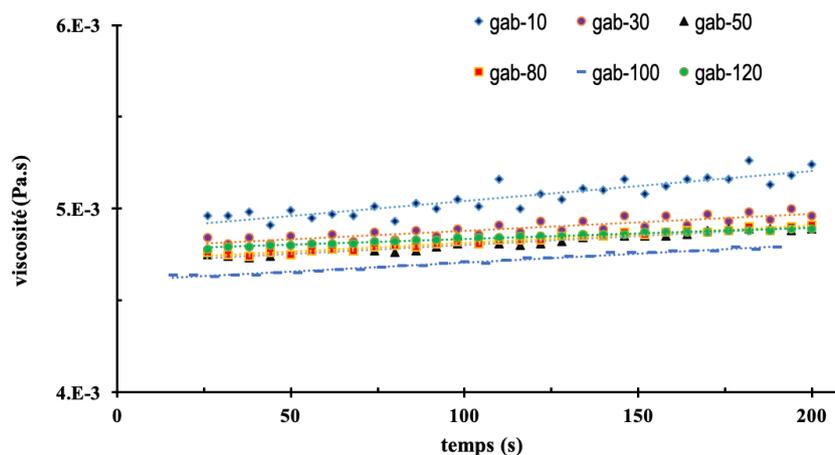


Figure 15 : Viscosité de la gomme arabique en fonction du temps avec différents contraintes

L'étude rhéologique de la gomme arabique montre deux (2) comportements :

- Le taux de cisaillement de notre matériau reste constant pendant toute la durée de l'expérience quel que soit la force qui lui est appliquée. Etant donné que ce taux de cisaillement reste proportionnel à sa contrainte, on en déduit que la viscosité apparente est constante (voir la formule dans l'**annexe 1**) ;
- le second constat révèle une faible diminution de la viscosité quand la contrainte de cisaillement augmente.

Ces observations montrent que la gomme arabique a un comportement newtonien car sa viscosité est constante, Nous pouvons donc conclure que la solution du polysaccharide est

viscoélastique c'est-à-dire qu'il n'y a pas de liaisons intermoléculaires, que les molécules glissent les unes sur les autres, d'où ses fonctionnalités épaississantes. La faible valeur de cette viscosité, estimée à $4,8.10^{-3}$ Pa.s, révèle une nature thermoplastique.

III. Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

La **Figure 16** montre le thermogramme DSC de la gomme arabique à des températures comprises entre -50 et 200 °C sous Nitrogène avec une vitesse de chauffage de 10 °C/min. L'ensemble est enregistré à l'aide d'un autre échantillon inerte qui sert de référence.

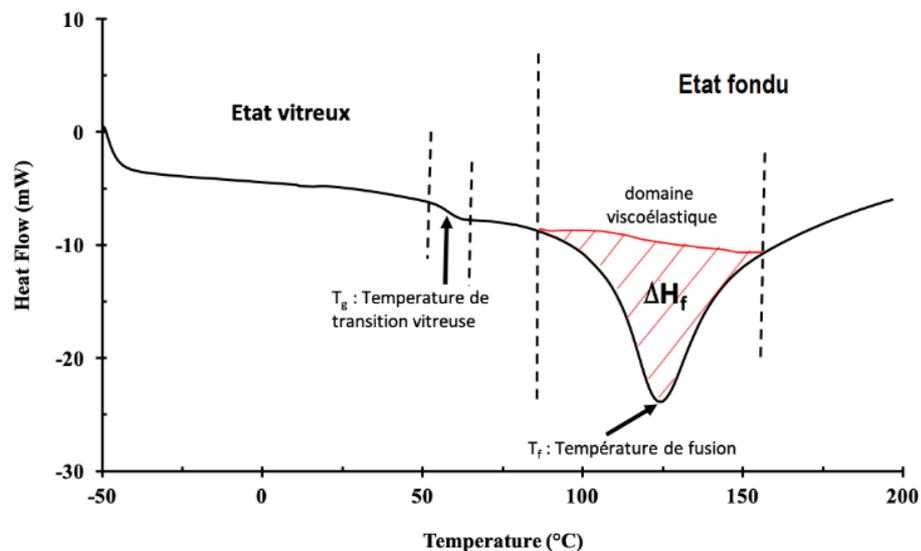


Figure 16 : thermogramme DSC de la gomme arabique

L'analyse de ce thermogramme a permis de mettre en évidence les deux phases de notre matériau :

- l'état vitreux (solide) qui peut être rigide et cassant ;
- et l'état fondu (domaine viscoélastique).

Ils sont séparés par la température de transition vitreuse (T_g) et la température de fusion (T_f). Ces températures peuvent être utilisées pour calculer l'enthalpie de cristallisation (ΔH_C) et de fusion (ΔH_f) associées à ces grandeurs thermiques caractéristiques de notre matériau.

Ces résultats montrent une évolution décroissante du flux de chaleur lors du second chauffage du matériau c'est-à-dire après la température de transition vitreuse qui se présente sous la forme d'un pic endothermique (absorption de chaleur) de températures comprise entre

90 °C et 150 °C avec une température de fusion $T_f = 125$ °C. Ce pic endothermique confirme, d'après les résultats de l'analyse rhéologique, la nature thermoplastique de notre matériau.

IV. Angle de contact

Les différentes mesures d'angle de contact en fonction du temps (**Figure 17**) révèlent un caractère hydrophile pour notre surface car la valeur de l'angle de contact θ est estimée à 60° inférieure à 90°. Le résultat est confirmé par l'allure des courbes **Figure 17B**.

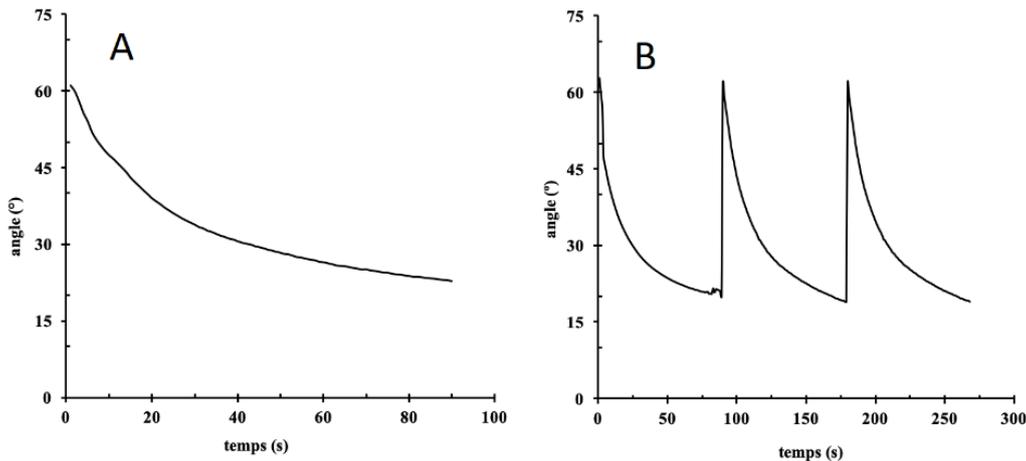


Figure 17 : Comportement d'une goutte d'eau à la surface de la gomme

La mesure montre une allure décroissante de l'angle interfaciale (**Figure 17A**) ce qui veut dire que le liquide déposé mouille ou s'étale sur la surface de la gomme arabique avec un seuil d'environ 20°. Ce qui confirme que la surface de la lame est recouverte de molécules hydrophiles qui attirent celles de l'eau.

La **Figure 17B** montre une répétabilité de la mesure ce qui permet de conclure que la surface étalée sur la lame est homogène et que l'interaction de notre matériau (hydrocolloïdes) avec les molécules d'eau se traduit par sa capacité d'absorption.

V. Mesures électriques

Les deux **figures 19** et **20** suivantes représentent respectivement l'évolution de la capacité et de la conduction en fonction de la fréquence à des températures différentes.

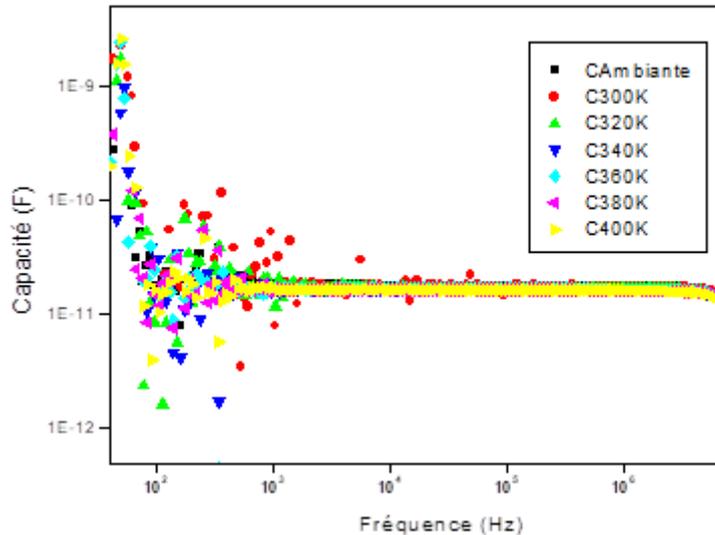


Figure 18 : Valeurs de capacité en fonction de la fréquence à des températures différentes

Dans cette analyse, on note une forte fluctuation de la valeur de la capacité jusqu'à 500 Hz, ensuite au-delà de cette fréquence, on observe une absence de la variation de la capacité même lorsque la température varie avec une faible chute aux alentours de 10^6 Hz alors qu'au tour de cette fréquence, la conduction augmente légèrement.

Cette augmentation est probablement due aux phénomènes de saut des porteurs de charge comme les ions. Ce comportement, le fait d'avoir une variation en sens inverse de la conductance et de la capacité, est spécifique aux diélectriques considéré comme isolant. On voit bien de ses résultats que la gomme arabique a un comportement isolant et donc utilisable dans les composants électroniques.

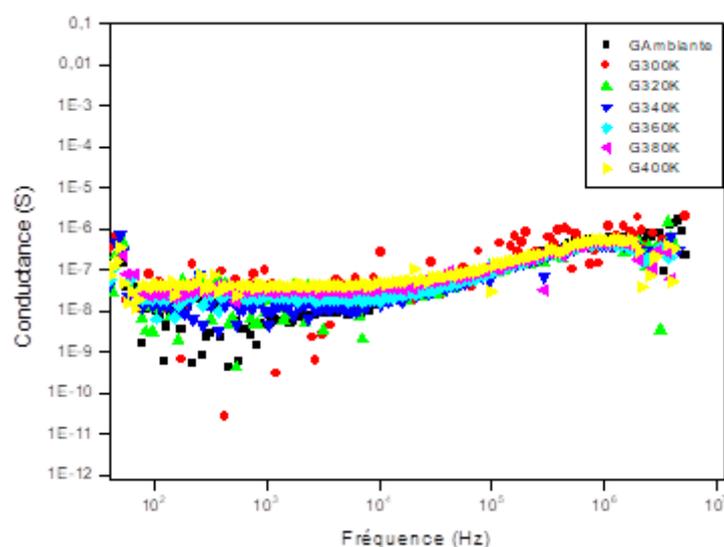


Figure 19 : Valeurs de conductance en fonction à des températures différentes

La **Figure 20** : Valeurs absolues de l'intensité de courant en fonction de la tension à différentes températures, à travers la couche mince de la gomme arabique déposée par spray

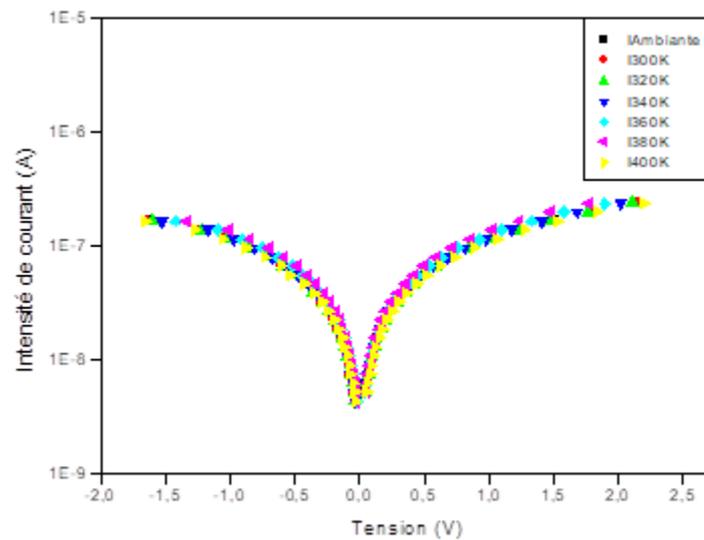


Figure 20 : Valeurs absolues de l'intensité de courant en fonction de la tension à des températures différentes

On constate que le courant augmente en fonction de la tension. Il passe de 10^{-9} à 10^{-7} A pour des tensions allant en valeur absolue de - 2 à 2,5 V en passant par zéro (0) qui correspond à la valeur du courant la plus basse. On constate aussi une saturation du courant vers -1,5 et 1,5 V. Ce courant correspond au courant de fuite dans la couche mince. Il est d'une importance capitale d'estimer ce niveau de courant afin d'apprécier les performances du dispositif électronique lorsque la gomme arabique sera utilisée dans un composant électronique de type transistor.

CONCLUSION

Le but principal de ce mémoire a été d'étudier et d'évaluer les propriétés d'un polysaccharide offert par la nature, pouvant être utilisé dans l'électronique, et qui n'a aucun impact négatif dans l'environnement et la santé humaine. La gomme arabique a été choisie de par sa non toxicité, sa biodégradabilité, sa production abondante par l'acacia senegal des régions sud sahariennes.

Ce travail a été consacré dans un premier temps à une brève présentation de l'acacia senegal, du polysaccharide et son étude physico-chimique. En effet, les différents composés qui constituent sa structure complexe et ses propriétés fonctionnelles sont à l'origine de son utilisation en quantité dans les industries agro-alimentaires, de textiles, de papiers, etc. Dans un second temps différentes méthodes sont utilisées pour la caractérisation de notre matériau à savoir la FTIR, la DSC, l'angle de contact, la rhéologie et la mesure électrique :

- l'étude de la spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier (FTIR) a permis de déterminer les différentes fonctions présentes dans le polysaccharide ;
- la calorimétrie à balayage différentiel (DSC) nous a permis de déterminer les propriétés thermiques (point de fusion $T_f = 125^\circ\text{C}$ et température de transition vitreuse $T_g = 60^\circ\text{C}$) des matériaux macromoléculaires et d'en déduire le comportement viscoélastique du matériau ;
- La mesure de la mouillabilité de la gomme arabique a confirmé le caractère hydrophile des molécules qu'elle contient ;
- La rhéologie confirme le comportement viscoélastique analysé en DSC avec une faible valeur de viscosité ($4,8 \cdot 10^{-3}$) révélant la nature thermoplastique de la gomme arabique;
- Et les mesures électriques de la gomme arabique qui consistent à analyser l'effet de la conductance et de la capacité en fonction de la fréquence et de l'intensité en fonction de la tension à différentes températures a confirmé en plus de son caractère hydrophile son comportement viscoélastique, sa nature thermoplastique, sa capacité d'être utilisée comme composante électronique.

En guise de perspective, puisque la caractérisation de notre matériau est en accord avec les caractéristiques des biopolymères utilisés en électronique, nous allons continuer dans la même lancée; mais avec d'autres biopolymères comme la kératine, le kel (wolof) et pourquoi pas essayer de faire des analyses poussées (RMN 1D ET 2D) pour déterminer la structure exacte de ce polysaccharide.

Référence

- [1] C. Baldé, Thèse de doctorat : “Etude des propriétés optiques, magnétiques et photo-induites dans les matériaux à transition de spin : effets de la dilution de l’ion métallique,”. Université Bordeaux 1, France, **2008**.
- [2] a) S. Morel, Thèse de doctorat : Etude phytochimique et évaluation biologique de *Derris ferruginea* Benth. (Fabaceae). Université d'Angers, **2011**.
- b) Z. K. F. et D. Fatma, Mémoire : “Expression phytochimique des plantes (cas Fabaceae) face aux stress écologiques,” Université Kasdi Merbah, Ouargla **2014**.
- [3] “https://fr.wikipedia.org/wiki/Senegalia_senegal,” [consulté le 07/11/ **2018**].
- [4] Dr. Aafi Abderrahman, gomme arabique "www.doc-developpement-durable.org" [consulté le 24/08/ **2018**].
- [5] T. Arbia, Mémoire “L’analyse biochimique de la gomme arabique exsudée de l’*Acacia arabica* de l’USTO,” Algérie, **2015**.
- [6] I. Mallett, Barry. V. McCleary. and Norman. K. Matheson. “galactomannan changes in developing *gleditsia tracanthos* seeds,” *Phytochemistry, Pergamon Journals Ltd*, 26, 1889–1894, **2006**.
- [7] a) M. Otadi and S. Mobayen, “The Survey of Kinetic Behavior of Immobilized Glucose Oxidase on Gum Tragacanth Carrier,” *World Applied Sciences Journal*, 14, 15–19, **2011**.
- b) Elham G. Gorji, Mohammad A. mohammadifar and Hamid ezzatpanah, “Influence of gum tragacanth , *Astragalus gossypinus* , addition on stability of nonfat Doogh , an Iranian fermented milk drink,” *international journal of Dairy technology*, 7, **2010**.
- [8] L. Aberkane, J. Jasniewski, C. Gaiani, and C. Sanchez, “Thermodynamic Characterization of Acacia Gum - β -Lactoglobulin Complex Coacervation,” *American Chemical Society Thermodynamic*, ” 26, 16, 12523–12533, **2010**.
- [9] M. J. Snowden, G. O. Phillips, and P. A. Williams, “Functional characteristics of gum arabic,” *Food Hydrocoll.*, 1, 4, 291–300, **1987**.
- [10] A. K. Ray, P. B. Bird, G. A. Iacobucci, and B. C. Clark, “Functionality of gum arabic. Fractionation, characterization and evaluation of gum fractions in citrus oil emulsions and model beverages,” *Food Hydrocoll.*, 9, 2, 123–131, **1995**.
- [11] C. Schmitt, these de doctorat “Etude de la coacervation complexe entre la b-lactoglobuline et la gomme d’acacia en solution aqueuse,” Institut National Polytechnique de Lorraine, France, **2000**.
- [12] A. M. Stephen, G. O. Phillips, P. A. Williams, Revue d'article “Food Polysaccharides and Their Applications” *Taylor & Francis Group, Ed. 2*, 456-466, **2006**.
- [13] C. A. Street, D. M. W. Anderson, “Refinement of structures previously proposed for gum arabic and other acacia gum exudates,” *talanta*, 30, 11, 887-893, **1983**

- [14] D. M. W. Anderson, J. R. A. Millar, and W. Weiping, "Gum arabic (acacia senegal): Unambiguous identification by ^{13}C -NMR spectroscopy as an adjunct to the revised jecfa specification, and the application of ^{13}C -NMR spectra for regulatory/legislative purposes," *Food Addit. Contam.*, vol. 8, no. 4, pp. 405–421, **1991**.
- [15] Stephen, A. M. et Churms, S. C. Dans A. M. Stephen (Ed.), "Food Polysaccharides and their Applications, New York: Marcel Dekker Inc," *Marcel Dekker, Inc. New York*, **1995**.
- [16] C. Saidou, these de doctorat, "Propriétés physico-chimiques et fonctionnelles des gommes hydrocolloïdes des écorces de *Triumfetta cordifolia* et *Bridelia thermifolia*," Université de grenoble et Université de ngaoundéré, **2013**.
- [17] J. Milani, B. Ghanbarzadeh, and G. Maleki, "Rheological properties of anghouzeh gum," *Int. J. Food Eng*, 8, 3, **2012**.
- [18] T. H. McHugh, C. C. Huxsoll, and J. M. Krochta, "Permeability properties of fruit puree edible films," *J. Food Sci.*, 61, no. 1, 88–91, **1996**.
- [19] C. Dagorn-Scaviner, J. Gueguen, and J. Lefebvre, "Emulsifying Properties of Pea Globulins as Related to Their Adsorption Behaviors," *J. Food Sci*, 52, 2, 335–341, **1987**.
- [20] a) Harris P. Revu(payant) "Food Gels, Elsevier Applied Science, Baking," consulté (Amazon.com) .**1990**. b) G. O Phillips, D. J Wedlock and P. A. Williams, "Gums and Stabilisers for food Industry," *Pergamon Press, Oxford*, 2, 37-161, **1992**.
- [21] L. Rebattet, these de doctorat, "Un polymere conducteur électronique, lapolyaniline, en separation gazeuse: optimisation des propriétés de transport par traitement acido-basique alterne," Université Claude Bernard Lyon I, France, **1994**.
- [22] H. Shirakawa, E. J. Louis, A. G. MacDiarmid, C. K. Chiang, and A. J. Heeger, "Synthesis of Electrically Conducting Organic Polymers, Halogen Derivatives of Polyacetylene, $(\text{CH})_x$," *Polymer (Guildf)*, 36, 578, 578–580, **1977**.
- [23] V. L. Finkenstadt, "Natural polysaccharides as electroactive polymers," *Appl. Microbiol. Biotechnol.*, 67, 6, 735–745, **2005**.
- [24] Cours "La calorimétrie différentielle à balayage," pp. 1–5, consulté [docplayer.fr/46940511-La-calorimétrie-différentielle-a-balayage.html].
- [25] E. B. Ly, Hadji, these de doctorat "Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose," Institut national polytechnique de Grenoble **2008**.
- [26] P. Montpellier, "Travaux Pratiques."
- [27] M. Zinet, these de doctorat "Modélisation de la cristallisation des polymères dans les procédés de plasturgie : quantification des effets thermiques et rhéologiques," Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, **2011**.
- [28] C. Badre, these de doctorat "Étude de la réactivité de surface par mesure d'angle de contact : influence de la fonctionnalisation et de la structure. Applications aux films

d'oxyde de zinc électrodéposés," Université Pierre et Marie CURIE (Paris VI), **2007**.

Annexes

Annexe 1 : Etude rhéologique

la rhéologie, science fondée dans les années 1920 par Bingham et Réiner [26] est la science qui étudie et décrit l'écoulement, la déformation et la rupture des corps sous l'effet d'une contrainte. Elle a été considérée comme un domaine majeur dans les sciences des polymères. Les techniques rhéologiques ont été utilisées pour la détermination de la taille moléculaire, la forme, la stabilité et la structure des matériaux et des propriétés d'écoulement des fluides dans des conditions variées. La rhéologie est régie par la relation entre la force, la déformation et le temps. Elle peut être fonction de certains facteurs tels que la température et d'autres facteurs liés au milieu comme la nature physico-chimique du produit ou du polymère, et la force ionique.

- *Dispositif et principe expérimental*

La rhéologie met en œuvre couramment un mouvement appelé mouvement de cisaillement. Un exemple particulièrement simple de cisaillement concerne le mouvement d'un échantillon entre deux surfaces planes (**Figure 21**), l'une au repos et l'autre animée d'un déplacement parallèle à la première. Ce mouvement peut être celui d'une peinture étalée sur un mur, d'une crème cosmétique étendue sur la peau, du beurre étalé sur la tartine du pain [16] ou d'une solution de gomme étendue sur une surface plane et horizontale.

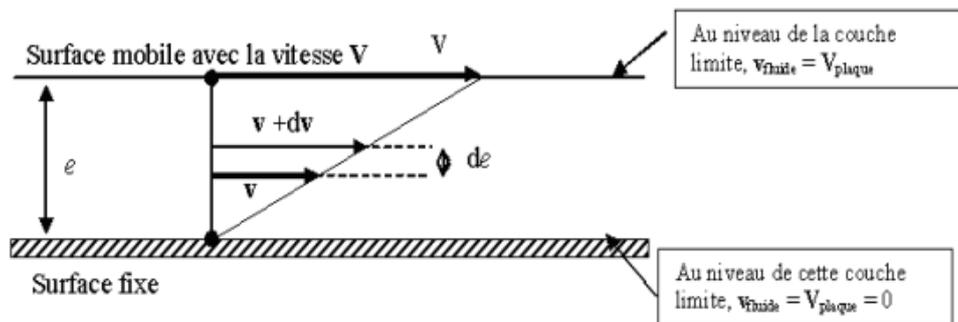


Figure 21 : *Mouvement de cisaillement entre deux surfaces planes*

Sous l'effet de ce cisaillement, le fluide s'écoule en couches planes parallèles entre elles, animées de vitesses différentes qui varient continument de « 0 » pour la couche au contact de la surface fixe et « V » pour la couche au contact de la surface mobile. Pendant toute la durée de l'écoulement, on suppose que le mouvement est laminaire c'est-à-dire les couches glissent les unes sur les autres et que le matériau est assimilé à une superposition de couches adjacentes d'épaisseur « de » infiniment minces sans qu'il y ait transfert de matières entre

les couches. Deux grandeurs servent à caractériser quantitativement ce cisaillement notamment la vitesse de cisaillement « $\dot{\gamma}$ » et la contrainte de cisaillement « τ ». La première encore appelé gradient de vitesse caractérise la variation de la vitesse entre les couches limites et elle est égale au quotient de la vitesse V et l'épaisseur « e » de l'échantillon (**Eq. 1**)

$$\dot{\gamma}(\text{s}^{-1}) = \frac{v}{e} \quad (1)$$

« V » est exprimé en m.s^{-1} et l'épaisseur « e » en m .

La deuxième, la contrainte de cisaillement, est caractérisée par le fait que, sous l'effet du déplacement relatif des différentes couches, il apparait en effet des forces de frottement entre les couches, forces qui s'exercent tangentiellement à la surface de ces couches (**Figure 22**).

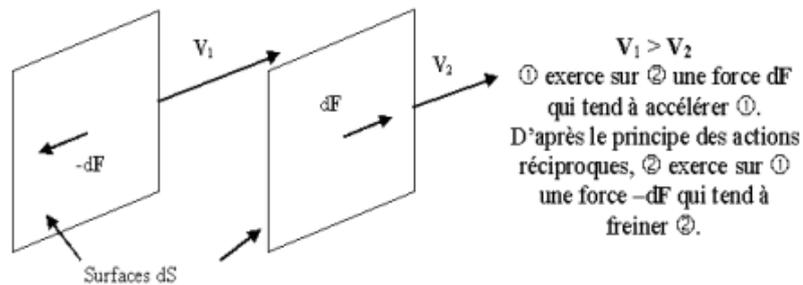


Figure 22 : Forces de frottement entre deux couches

Ces forces dépendent de la surface considérée et lorsqu'elles sont rapportées à l'unité de surface (S), permettent de définir la contrainte de cisaillement donnée par (**Eq. 2**) :

$$\tau = \frac{dF}{dS} \quad (2)$$

Où τ est exprimé en N/m^2 et équivalent en pascal (**Pa**), F en N (Newton) et S en m^2

Cette grandeur est définie en tout point du matériau. Elle varie en général d'une couche à l'autre, mais est constante en tout point de la même couche. En général, la contrainte de cisaillement augmente avec la vitesse de cisaillement. Lors du cisaillement, le déplacement des particules des fluides d'une couche pendant une durée « t » est appelé la déformation. Le rapport entre la contrainte de cisaillement et la vitesse de cisaillement donne une idée sur la propriété d'un matériau qui est sa viscosité donnée par (**Eq. 3**):

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (3)$$

Cette viscosité est appelée viscosité dynamique et se définit selon Macosko (1994) comme la résistance frictionnelle qu'un fluide en mouvement oppose à une force de cisaillement. La viscosité est la base de la propriété rhéologique qui caractérise le comportement d'écoulement des solutions. L'opération fondamentale dans les mesures rhéologiques consiste en l'application d'une force à l'échantillon suivi de la mesure de la déformation ou bien l'application d'une déformation et la mesure de la résistance de l'échantillon. La viscosité est un paramètre qui intervient aussi dans la mesure du débit, dans les calculs des coefficients de transfert thermique et dans le contrôle des processus chimiques. La connaissance des coefficients de viscosité suffit parfois pour caractériser de façon précise le comportement rhéologique du matériau. Elle constitue le facteur principal dans la distinction entre les différents types de fluides. Bien plus, c'est aussi un facteur important dans l'acceptabilité organoleptique de plusieurs produits alimentaires.

Annexe 2 : Calorimétrie différentielle à balayage

La calorimétrie différentielle à balayage ou Differential Scanning Calorimetry (**DSC**) est une méthode permettant de déterminer les caractéristiques thermiques des matériaux [24]. Cette méthode sert à étudier les transitions thermiques d'un polymère. Les transitions thermiques sont les changements qui interviennent dans un polymère quand vous le chauffez. Il existe trois événements thermiques principaux que l'on peut observer dans les matériaux polymères :

La transition vitreuse qui correspond au passage d'un état rigide à un état caoutchoutique où des portions de la chaîne polymère peuvent se mouvoir. Elle est caractérisée par une température de transition vitreuse (T_g pour "glass température"). En dessous de cette température, le polymère est dit vitreux et présente le comportement d'un corps solide élastique et au-dessus il présente un comportement viscoélastique;

La cristallisation et la fusion qui sont des transitions thermiques du premier ordre car elles impliquent un changement de chaleur spécifique ainsi qu'une absorption ou un dégagement de chaleur latente. Par contre, la cristallisation dépend de la cinétique d'arrangement des chaînes moléculaires. Cependant en raison de la présence d'irrégularités et de défauts dans la structure moléculaire les polymères ne cristallisent jamais totalement, ils coexistent alors dans des proportions variables entre une phase amorphe et une phase cristalline; on parle d'état semi-cristallin qui présente deux transitions, une transition vitreuse (température T_g) et une fusion (température T_m), dans le sens de la chauffe. Au cours du refroidissement, la cristallisation est susceptible de se produire sur une plage de température située entre ces transitions [27].

Annexe 3 : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

Elle permet de déterminer les fonctions chimiques présentes dans les molécules et aussi de différencier les constituants d'un mélange isomérique. Elle est la méthode la plus adéquate pour trouver ou définir un groupement fonctionnel d'une molécule. Le spectre infrarouge peut être divisé en deux parties : la section de droite ($<1500\text{ cm}^{-1}$) appelée « **empreinte digitale** » parce qu'elle comprend un très grand nombre de bandes aux formes variées et la section de gauche ($>1500\text{ cm}^{-1}$) comportant la plupart des bandes caractéristiques des groupements fonctionnels [11].

La Spectroscopie FTIR est particulièrement sensible aux variations de structure secondaire des protéines impliquant les feuillets β . Elle convient donc parfaitement à l'étude de la β -Ig qui contient 50 à 55% de structures en feuillets β (Creamer et al, 1983 ; Hambling et al, 1992 ; Boye et al, 1996; Dong et al, 1996). Les polysaccharides peuvent également être étudiés par spectroscopie infrarouge. Dans ce cas, des variations de l'intensité des liaisons entre les atomes peuvent être mises en évidence en suivant l'absorbance spécifique de ces groupements.

Annexe 4 : Angle de contact

L'angle de contact d'un liquide sur un solide est l'angle formé par la surface du solide avec la tangente à une goutte du liquide déposée sur ce solide passant par le bord de la goutte (**Figure 23**). C'est un paramètre fondamental pour les applications industrielles comme l'automobile, les textiles, les peintures et les adhésifs. Cet angle de contact (θ) du liquide sur le solide dépend de trois tensions interfaciales solide-liquide, solide-vapeur et liquide-vapeur représentées respectivement par γ_{sl} , γ_{sv} , γ_{lv} .

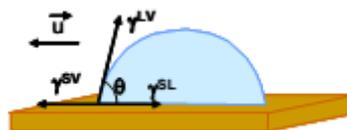


Figure 23 : Forces appliquées sur une goutte d'eau posée sur un support solide, \vec{u} le vecteur unitaire

Une goutte de liquide déposée sur une plaque solide plane et horizontale peut: soit s'étaler (avec $\theta = 0^\circ$), on dit que le liquide mouille parfaitement le solide ou il y'a une lentille qui se forme dans ce cas, soit l'angle que forme la lentille et la surface est inférieur à 90° on dit que le liquide ne s'étale pas parfaitement le solide ou l'angle que fait la goutte avec la surface est supérieur à 90° , on dit que le liquide ne mouille pas le solide. Dans ces trois cas il y'a des interactions moléculaires qui se font entre le liquide et la paroi du solide[28].

Moïse MANGA

Université Assane Seck de Ziguinchor

UFR Sciences et Technologies

«Etudes et caractérisations de biopolymères pour l'électronique organique : Cas de *l'Acacia Sénégal*»

Résumé

Ce mémoire s'inscrit dans le cadre de la valorisation des biopolymères utilisés en électronique. Il est consacré à l'étude et la caractérisation de la gomme arabique de *l'acacia senegal* (biopolymère) pour son utilisation en électronique.

Le premier chapitre de ce mémoire est consacré à l'étude bibliographique. Dans cette partie, nous vous présentons la gomme arabique de *l'acacia senegal*, l'étude physicochimique du polysaccharide (sa composition, étude de sa structure, de ses propriétés fonctionnelles) et l'étude de polymères et biopolymères utilisés en électronique. Ensuite dans le second chapitre, nous vous avons présenté les matériels et méthodes utilisés pour faire la caractérisation et mener à bien ce travail. Enfin les résultats de notre travail sont présentés dans le dernier chapitre tout en les commentant.

Ce travail a abouti aux résultats attendus, en effet les différentes méthodes de caractérisations physicochimiques (FTIR, Rhéologie, DSC, Mesure de mouillabilité) nous ont permis de connaître les types de fonctions présents dans notre matériau, l'état de surface de notre matériau et sa nature viscoélastique et thermoplastique. Les études électriques de notre polymère viennent confirmer son utilisation en électronique comme isolant.

Mots clés : *Acacia senegal*, Gomme arabique, Biopolymère, Utilisation en électronique.