

Biopolymères

Protocoles et Méthodes

L'objectif de notre PSE était de synthétiser un fluide rhéofluidifiant à base de Cellulose. Pour cela nous avons suivi le protocole suivant :

Protocole de la réaction :

Dans un flacon de 15 ou 20 mL muni d'un barreau aimanté, introduire 10 mL d'une solution aqueuse de carboxyméthylcellulose à 2,5% en masse. Ajouter les quantités de EDC et NHS selon les valeurs indiquées dans le tableau 1. Acidifier la solution à pH 4-5 avec de l'acide chlorhydrique 0,1M et mettre sous agitation pendant 1h30 à température ambiante. Ajouter la quantité de Jeffamine (M-600) indiquée dans le tableau 1, ajuster si nécessaire le pH de la solution à 9-10 avec de la soude 0,1M et laisser réagir pendant 8h (une semaine avec les contraintes du laboratoire).

Équivalent	mEDC (mg)	mNHS (mg)	mJ600 (mg)
3	98,4 (1,2 eq)	158,0 (1,2 eq)	1236
1	79	131,6	421
0,5	39,5	65,8	206
0,1	7,9	13,2	41,2

Tableau 1. Quantités de réactifs selon l'équivalent par rapport aux fonctions acide carboxylique de la cellulose choisi

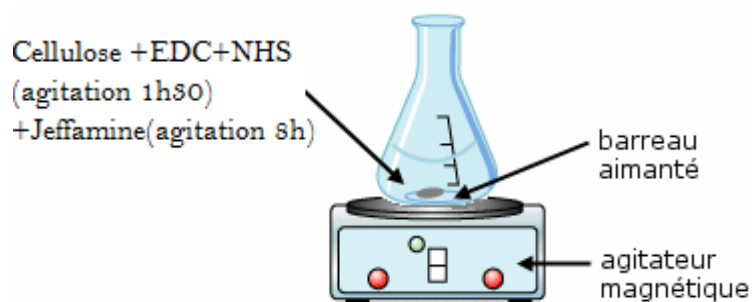
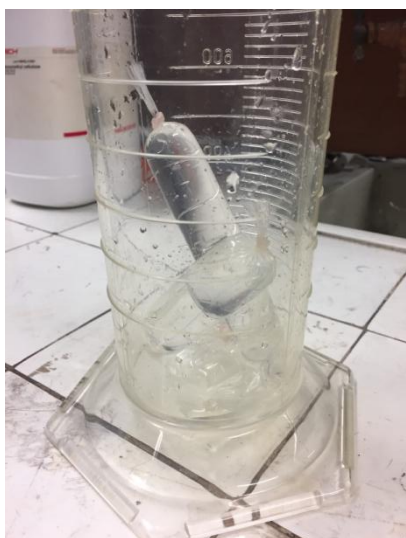


Schéma représentatif de la réaction

Protocole de la purification (optionnelle) :

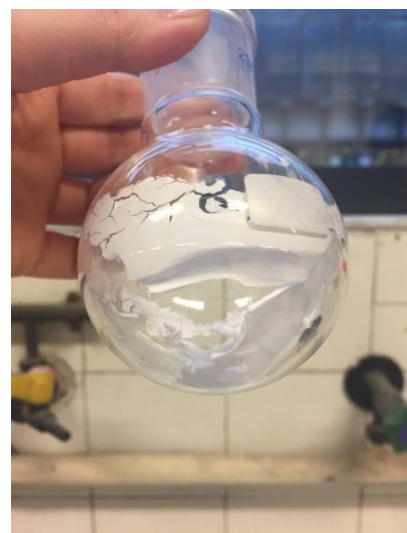
Transférer le produit de la réaction dans une membrane de dialyse (limite 12 000-14 000 MW). Le laisser 2*1semaine dans une saumure (NaCl 1M), puis 2*1semaine dans l'eau pure. Verser le contenu de la membrane dans un ballon d'au moins 100 mL. Refroidir son contenu dans l'azote liquide, puis le placer dans un lyophilisateur (5-7 mPa) pendant une nuit. Récupérer et peser le solide obtenu pour faire une nouvelle solution à 2,5% en masse



Membrane de dialyse contenant le produit



Lyophilisateur



Ballon avec le produit purifié

Protocole Rhéologie :

Équiper le rhéomètre d'un cône plan de diamètre 50mm. Verser sur la plaque 3 à 5 mL de solution à étudier et utiliser les paramètres suivants :

- Type de test : steady rate sweep test
- De 0,1 à 500 s⁻¹, 5 points par décade, temps de mesure 15s
- T = 25 °C
- Gap = 0,045mm

Dans la mesure du possible, effectuer trois tests différents pour chaque équivalent : échantillon purifié, échantillon ayant réagi sans purification, et référence (cellulose et Jeffamine mélangés sans réaction).

Estimation du coût de production pour 10 mL de solution à 1 équivalent :

- cellulose CMC : négligeable
- EDC : 1,50€
- NHS : 0,15 à 0,20€
- Jeffamine M-600 : environ 0,15€
- Membrane de dialyse : 0,50 à 0,70€ (optionnel)

Coût total : De 2 à 3€ selon référence et pureté des produits. Ce coût n'inclut pas celui de la verrerie et des machines.