

### REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE Ministère de l'Enseignement Supérieur Et de la Recherche Scientifique Université de Ghardaïa Incubateur Université de Ghardaïa



# Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de

# MASTER

#### Dans le cadre de l'arrêté ministérielle 1275

DADDIOUAMEUR Taha ADDOUNE Bachir MOSBAH Kacem SNV ST ST Biologie Génie des procédés Génie des procédés

Science biologiques Génie des procédés Génie des procédés Biochimie appliquée Génie chimique Génie chimique

# Mémoire de fin d'études – startup -

# Valorisation des sous-produits du palmier dattier

# par extraction et caractérisationde la cellulose

# nanocristaux(CNC).

Soutenu publiquement, le23 / 09 /2024, devant le jury composé de :

M.BELGUIDOUM Mahdi	MCA	Président	Univ. Ghardaia
Mme.LAGHOUITER Oum Kelthoum	MCB	Examinateur	Univ. Ghardaia
M.KADRI Mouhamed	MCB	Encadreur	Univ. Ghardaia
M.SEBIHI Abdelhafid	MCB	Co-Encadreur	Univ. Ghardaia
M.BABAARBI Ilyes	MAA	Co-Encadreur	Univ. Ghardaia

Année universitaire : 2023/2024

# Avant-propos

Remerciements

La première et la dernière chose est pour **Allah** qui nous donne la capacité suffisante pour terminer ce travail.

Nous exprimons notre profonde gratitude au **Mr. KADRI Mouhamed** de l'Université de Ghardaïa pour avoir accepté de superviser ce mémoire dans le cadre du projet startup1275, et pour son aide précieuse, ses commentaires, ses conseils et son soutien tout au long de ce projet.

Nous souhaitons également exprimer notre sincère gratitude aux Mr. SEBBIHI Abdelhafid et Mr. BABAARBI Ilyes de l'Université de Ghardaïa pour la relecture de ce travail et pour leurs précieux commentaires et réactions.

Enfin, nous tenons à exprimer notre gratitude l'Université de Ghardaïaet à l'Incubateur de Ghardaïa; Sans oublier la**Pr. ZENKER Louiza** de l'Université de Ouargla et tous les ingénieurs et techniciens de :

- Laboratoire BioRessources Sahariennesde l'Université Ouargla
- Plateforme Technologique « Elaboration des matériaux et Fabrication » Constantine
- CRAPC Laghouat

Et à tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce projet.

Nous souhaitons exprimer nos sincères remerciements au président de jury **Mr. BELGUIDOUM Mahdi**à l'Université de Ghardaïa pour avoir accepté de présider ce jury, nous sommes honorés par sa présence et son soutien. Nos remerciements vont également à **Mme. LAGHOUITER Oum Kelthoum** à l'Université de Ghardaïa pour avoir accepté d'examiner ce travail, nous sommes reconnaissants pour leur temps et leur effort dans l'évaluation de notre travail.

Un sincère remerciement est également adressé à **Mme. DJEBRIT**l'ingénieur de laboratoires pour sa patience, sa disponibilité et ses précieux conseils. Nous exprimons notre gratitude envers tous les membres du laboratoire, chercheurs, techniciens, qui ont contribué à notre plaisir de travailler dans ce cadre.

Dédieace

Au nom de Dieu, le Tout Miséricordieux, le Très Miséricordieux Louange à Dieu pour Ses bienfaits, et paix et salut sur Son Messager.

À ma chère mère, source de tout soutien, que Dieu te récompense. À l'âme de mon père, que Dieu lui accorde le paradis. À mes frères, sœurs, et ma famille entière, merci pour votre amour et votre présence constante.

À mes professeurs, pour votre guidance et encouragement. À ma région bien-aimée Ghardaïa, et à mon cher pays l'Algérie, que vous soyez toujours des symboles de fierté et de réussite.

Cet accomplissement est le fruit de votre soutien.

Taha

Dédicace

Je dédie ce travail : À ma famille, elle qui m'a doté d'une éducation digne ; son amour à fait de moi ce que je suis aujourd'hui À ma chère mère ; et mon cher père À mon grand père À mes frères et mes sœurs À ma chère fiancée À tout ma famille

Je n'oublie pas également mes amis,mes collègue qui mon aide en craillant une ambiance agréable et amicale tout au long de l'année

d'étude

À tous mes amis de pré et de loin

Bachin

ONédicace

Tout d'abord, je remercie le Dieu, notre créateur de m'avoir donné la force, la volonté et le courage afin d'accomplir Ce travail modeste.

Je dédie ce travail à ma mère, la source de tendresse et la lumière qui guide mes routes et qui m'emmène aux chemins de la réussite, pour tous ses sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour toute sonassistance et sa présence dans ma vie.

A mon pè<mark>re</mark> que je le remercie énormément pour ses efforts, ses conseils et sa surveillance.

À mes chers frère et sœurs

À mon meilleure amie

À tout ce que je connais sans exceptions.

A tous mes enseignants sans exception

Enfin, j'offre mes bénédictions à tous ceux qui m'ont soutenu dans l'accomplissement de ce travail.

Karem

### Sommaire

Remerciements II
Dédicace III
SommaireVI
Liste des tableaux VIII
Liste des figuresIX
Liste des photographiesX
Liste des annexesXI
Liste d'abréviationsXII
Résumé XIII
XIV
AbstractXV
I. Introduction16
II. Matériels et Méthodes1
II.1.1. Présentation de la région5
II.1.2. Matériel végétal
II.2. Étapes de préparation des CNC6
II.2.1 Traitement physique7
II.2.2 Traitement chimique7
II.2.2.1. Élimination des matières grasses7
II.2.2.2. Traitement alcalin
II.2.2.3. Blanchiment
II.3. Etape de nano-cellulose
II.4. Caractérisation des CNCs des échantillons extraits14
II.4.1. Propriétés physiques et mécaniques14
a. Analyse de l'absorption14
b. Étude de la solubilité de la cellulose14
II.4.2. Caractérisation chimique14
Analyse Infra-Rouge par Transformée de Fourier (IRTF)14

II.4.3. Caractérisation morphologique14
Microscopie Electronique à Balayage couplée à une sonde EDX (MEB-EDX) 14
II.4.4. Caractérisation Thermique15
Analyse Thermogravimétrique (ATG)15
II.4.5. Caractérisation structurale15
Diffraction des Rayons X (DRX)15
III. Résultats et Discussion
III.1 Pourcentage de la matière grasse, de la lignine, de l'hémicellulose et rendement de la CNC
III 2 Dronniétés abreiques et mésoniques
III.2 Proprietes physiques et mecaniques
III.2.2 Étude de la celubilité de la cellulece
III.2.2 Etude de la solubilité de la cellulose
11.2.5 Couleur
III.2.4 Caractérisation chimique19
Analyse infrarouge par transformée de Fourier (IRTF)19
III.2.5 Caractérisation morphologique
III.2.5.1. Microscopie Electronique à Balayage couplée à une sonde EDX (MEB-EDX)
III.2.5.2. Analyse spectrochimique EDX (Spectroscopie de rayons X à Dispersion
d'Energie)
III.2.6. Caractérisation Thermique27
Analyse thermogravimétrique (ATG)27
III.2.7. Caractérisation structurale
Diffraction des rayons X (DRX)
Conclusion
Références Bibliographiques
Annexes

# Liste des tableaux

Tableau 1 : Matérielles et produits utilisés dans l'étude	6
Tableau 2 : Pourcentage des matières grasses	8
Tableau 3 : Pourcentage de lignine libérée	10
Tableau 4 : Pourcentage d'hémicellulose libérée	12

# Liste des figures

Figure 1 : Mécanisme de réaction de la lignocellulose du bois de pin avec le NaOH (Barman
<i>et al.</i> , 2020)
Figure 2 : Mécanisme d'oxydation de la cellulose par NaClO NaClO <sub>2</sub> (Isogai et al., 2018)11
Figure 3 : Isolement de CNC à partir de cellulose par hydrolyse à l'acide sulfurique(Attia et
<i>al.</i> , 2021)
Figure 4 : Pourcentage de la matière grasse, de la lignine, de l'hémicellulose et de la cellulose
isolées à partir de différentes parties du palmier dattier, Lif; Cornef et Jrid16
Figure 5 : Spectre IRTF des CNCs isolées à partir de différentes parties du palmier dattier,
(a) <i>Lif</i> , (b) <i>Cornef</i> et (c) <i>Jrid</i>
Figure 6 : Affectation des pics IRTF20
Figure 7 : Spectre IRTF de la cellulose commerciale (Abderrahim <i>et al.</i> , 2015)21
Figure 8 : Images MEB des CNCs de palmier dattier isolées à partir de (a) Lif, (b) Cornef
et (c) <i>Jrid</i>
Figure 9 : Image MEB de CNC isolé à partir de déchet de palmier dattier, (a) sans traitement
et (b) avec traitement (Raza et al., 2022)
Figure 10 : Analyse spectrochimique par une sonde EDX (MEB-EDX) à des CNCs
de palmier dattier isolées à partir de (a) Lif, (b) Cornef et(c) Jrid
Figure 11 : Courbes de l'analyse thermogravimétrique des CNCs de palmier dattier isolées à
partir de (a) <i>Lif</i> , (b) <i>Cornef</i> et (c) <i>Jrid</i> 27
Figure 12 Courbes de l'analyse DRX des CNCs de palmier dattier isolées à partir de (a) Lif,
(b) Cornef, (c) Jrid et la courbe de cellulose commerciale (pure)

# Liste des photographies

Photographie 1 : Organes du palmier dattier utilisés
Photographie 2 : Protocole de Soxhlet
Photographie 3 : Etape de traitement alcaline
Photographie 4 : Etape de blanchiment ; (a) premier blanchiment, (b) deuxième blanchiment.
Photographie 5 : Photographies des étapes clés et instrumentation dans la préparation
des CNCs: (1) L'hydrolyse à l'acide sulfurique, (2) Centrifugation, (3) Dialyse
et (4) L'ultrasonication
Photographie 6 : Étude de la solubilité (a) et l'absorption (b) de la cellulose18
Photographie 7 : Étude de la couleur de cellulose ; (a) Avant le blanchiment, (b) Après
le blanchiment

## Liste des annexes

Annexe 1 : Superficie et nombre de palmiers complantés et nombre de palmiers en rapp	oort
(MARD, 2021)	. 38
Annexe 2 : production de dattes et rendements (MARD, 2021).	. 39
Annexe 3 : Répartition de la production des dattes en 2019 (MARD, 2021).	. 39
Annexe 4: Nombre et poids d'organes de palmiers dattiers (Chehma et al., 20	00;
SEBIHI, 2014)	. 40
Annexe 5 : Tonnage de palmier dattier au niveau wilaya et national	. 40
Annexe 6 : Les produits chimiques	. 40
Annexe 7 : L'analyse de MEB, ATG et DR	. 40

## Liste d'abréviations

- ATG: Analyse Thermogravimétrique
- **CNC :** La cellulose nano-cristaux
- **DRX :** Diffraction des Rayons X
- **EDX :** Spectroscopie de rayons X à Dispersion d'Energie
- IRTF : Analyse Infra-Rouge par Transformée de Fourier
- MEB: Microscopie Electronique à Balayage
- **qx** quintaux

#### Résumé

L'objectif de cette étude est la valoriser des sous-produits de palmiers dattiers : Lif, Cornef et Jrid issus du cultivar Ghars de la région de Ghardaïa, comme source pour la production de nanocristaux de cellulose (CNC). Après la préparation et le lavage des organes, les substances grasses telles que la pectine ont été éliminées à l'aide d'une préparation au soxhlet, puis les échantillons ont été traités avec de l'alcali (NaOH), suivi d'un blanchiment (NaClO<sub>2</sub>), avant d'être hydrolysé à l'acide sulfurique. Une caractérisation des matériaux obtenus après chaque étape des traitements chimiques est faite, afin d'éliminer la lignine et l'hémicellulose, ainsi que, leurs compositions chimiques, physiques et structurelles sont étudiées. L'examen de la composition par spectroscopie IRTF a donné un spectre similaire à celui de la cellulose commerciale, tandis que la Diffraction des Rayons X (DRX) a révélé de faibles valeurs de cristallinité, avec un maximum de 23,7 % pour le Lif. L'examen de la microscopie électronique à balayage (MEB) a montré que les fibres se présentaient sous la forme de longues aiguilles cohésives d'un diamètre compris entre 4 et16µm. L'analyse EDX a montré que les deux éléments les plus abondants dans les échantillons étaient le carbone (C) et l'oxygène (O). L'analyse ATG a montré que la température de Lif, Cornef et des Jrid était respectivement de 137,13°C; 158,03°C et 161,64°C et que le Lif avait la dégradation la plus stable avec une perte de masse inférieure de 2,908%, il a également produit le rendement le plus élevé de 35,4% suivi par les Jrid12,13% et les Cornef 7,4%, les organes sont similaires dans l'absorption statique, la résistance aux solvants organiques et aussi la couleur de la fibre qui est blanche.

**Mots clé :**La cellulose nano-cristaux(CNC), organes de palmier dattier, valorisation, Ghardaïa, biomatériaux

#### الملخص

تهدف هذه الدراسة إلى استغلال المنتجات الثانوية لنخيل التمر : ليف، كرناف وجريد من صنف الغرس من منطقة غرداية، كمصدر لإنتاج بلورات السليلوز النانوية (CNC).بعد تحضير العينات وغسلها، تمت إزالة المواد الدهنية مثل البكتين باستخدام جهاز السوكسلي، ثم عولجت بعد ذلك بالقلويات (NaOH)، ثم التبييض (2،NaClo)، قبل تحللها البكتين باستخدام جهاز السوكسلي، ثم عولجت بعد ذلك بالقلويات (NaOH)، ثم التبييض (2،NaClo)، قبل تحللها بحمض الكبريتيك. تم توصيف المواد التي تم الحصول عليها بعد كل مرحلة من مراحل المعالجة الكيميائية من أجل إزالة المونين والهيميسليلوز، ودراسة تركيبها الكيميائي والفيزيائي والهيكلي. أعطى فحص التركيب عن طريق التحليل الطيفي بالأشعة فوق الحمراء RTFملطيفًا مشابهًا لطيف الفيزيائي والهيكلي. أعطى فحص التركيب عن طريق التحليل الطيفي من أولائشعة فوق الحمراء RTFملطيفًا مشابهًا لطيف السليلوز التجاري، بينما كشف حيود الأشعة السينية (DRX) عن قيم بلورية منفضنة، بحد أقصى 7.2.2% لليف أظهر الفحص المجهري الإلكتروني بالمسح الضوئي (SEM) عن قبم بلورية منفضنة، بحد أقصى 7.2.2% لليف أظهر الفحص المجهري الإلكتروني بالمسح الضوئي (SEM) عن قبل بلوية مثل منفخينة، بحد أقصى 7.2.3% لليف أظهر الفحص المجهري الإلكتروني بالمسح الضوئي (SEM) عن قبل الأليف كانت على منفضنة، بحد أقصى 7.3.2% لليف أظهر الفحص المجهري الإلكتروني بالمسح الضوئي (SEM) عن قبل الأليف كانت على منفضنة، بحد أقصى 7.3.2% لليف أظهر الفحص المجهري الإلكتروني بالمسح الضوئي (SEM) من الألياف كانت على منفضنة، بحد أقصى 7.3.2% لليف أظهر الفحص المجهري الإلكتروني بالمسح الضوئي (SEM) أن الألياف كانت على منفضنة، بحد أقصى 7.3.2% لليف أظهر الفحص المجهري الإلكتروني بالمسح الضوئي (SEM) من الأليان والهينات من منفضنة، بحد أقصى 7.3.2% لليف أليفر الحلول المالية حال الفريق من ماليل الفوني أليفي أليفي ألمان الأليف من ما ماليل الفورة في العينات مليفي أليون (C) والأكسوين (SEM) مع كرومتر الظهر تحليل SEM أن الأليف كان الأكثر وفرة في العينات ما منفوني أليون (C) والأكسوين القولي ألفر الميلية حالهم من الميزيات على التوالي ألفر الورية مامليف ألفر الفوي ألفر ألموية ما ماليوي (C) والأكوس ما ألفوي ما الكرون (C) والمويد ما ما ألفير تحليل AD ألفير ما ميوني ألفوي الفو ألفوي ألفوي ألفوي الفوي الفوي ألفوي ألفوي ألفوي مالفوي ألف

الكلمات المفتاحية: بلورات السليولوز النانوية(CNC) ، أعضاء نخيل التمر ، الاستخلاص، غرداية، المواد الحيوية

### Abstract

The aim of this study is to valorize date palm by-products: Lif, Cornef and palms from the Ghars cultivar from the Ghardaïa region, as a source for the production of cellulose nanocrystals (CNC). After sample preparation and washing, fatty substances such as pectin were removed using a soxhlet preparation, and then the organs were treated with alkali (NaOH), followed by bleaching (NaClO<sub>2</sub>), before being hydrolyzed with sulfuric acid. The materials obtained after each stage of chemical treatment were characterized to remove lignin and hemicellulose, and their chemical, physical and structural compositions were studied. Examination of composition by FTIR spectroscopy gave a spectrum similar to that of commercial cellulose, while X-Ray Diffraction (XRD) revealed low crystallinity values, with a maximum of 23.7% for Lif. Scanning electron microscopy (SEM) showed the fibers to be long, cohesive needles with diameters ranging from 4 to 16 µm. EDX analysis showed that the two most abundant elements in the samples were carbon (C) and oxygen (O). TGA analysis showed that the temperature of Lif, Cornef and Jrid were 137.13°C, 158.03°C and 161.64°C respectively and that Lif had the most stable degradation with a lower mass loss of 2.908%, it also produced the highest yield of 35.4% followed by Jrid12.13% and Cornef 7.4%, the organs are similar in static absorption, resistance to organic solvents and also the color of the fiber which is white.

Key words: Cellulose nanocrystals (CNC), date palm organs, valorization, Ghardaïa, biomaterials

# I. Introduction

Le Sahara peut potentiellement être est considéré comme le premier désert du monde, à la fois du point de vue des dimensions, niveau d'humidité et températures élevées (GAUTIER, 1950).

**CASAJUS (2011)**, propose un critère pour délimiter le Sahara, qui correspond également à un mode de vie des habitants du Sahara : la présence ou l'absence du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*), qui ne parvient à maturité que dans des conditions spécifiques telles que des températures isothermes de 28°C en juillet et de 7°C en janvier.

AuSahara Algérien, le palmier dattier est distribué au niveau de 16 régions naturelles Sahariennes : le Ziban, Oued Righ, le Souf, le pays de Ouargla, le pays des Dayas, le M'Zab, le pays Châambas, El-Goléa, M'Guiden, Gourrara, le Touat, le Tidikelt, la Saoura, Tindouf, l'Ahagar et le Tassili N'Ajer(MARTIN, 1908).

Au M'Zab, la superficie occupée par le palmier dattier est estimée à 11 360 hectares, avec un nombre de palmiers évalué à plus de 1,3 millions palmiers. En 2019, le nombre de palmiers en rapport a augmenté à 1 140 996 palmiers, avec une production totale de 604 000 qx. répartis entre : 471 997 palmiers de la *Deglet* sont Nour produisent240 000 qxde dattes, 180 407 palmiers de Ghars et analogues produisent 100 000 qx de dattes, et 488 592 palmiers de Degla Beida et analogues produisent 264 000 qx de dattes (MARD, 2021).

Les habitants du Sahara algérien ont une grande importance socio-économique pour le palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*), et son utilisation dépasse la simple production de dattes. L'importance de ses fruits dans l'alimentation est primordiale et leur potentiel agroalimentaire est considérable (dattes fraîches, dattes sèches et farine de dattes). Les fruits sont bien conservés, ce qui permet de les consommer tout au long de l'année. Les graines peuvent servir à la nourriture du bétail. L'art et l'artisanat traditionnels utilisent ses sousproduits (*Palmes*, pétioles, régimes, fibruilum stipe...) pour créer de nombreux objets pratiques (charpentes de maisons, clôtures, brises vent, tapis, paniers) (GACEB-TERRAK et RAHMANIA, 2010).

D'après**CHEHMA** *et al* (2000); **SEBIHI** (2014), le palmier génère en moyenne 28 kg de déchets par an. Sur la base de ces données, le tonnage de déchets de palmiers produit par Ghardaïa en 2019 se situe 36.2 milliers de tonnes et 530 milliers de tonnes au niveau nationale. Et la plupart du temps, incendiée, ce qui provoque une pollution de l'environnement et ne sont pas valorisées pour apporter des bénéfices (Galiwango *et al.*, (2019)).

#### **I. Introduction**

Par conséquent une méthode efficace d'élimination et d'utilisation des déchets de palmier dattier est nécessaire. Il faut donc trouver une méthode efficace d'élimination et d'utilisation des déchets de palmier dattier.

En d'autres termes, en raison des inquiétudes mondiales liées au changement climatique de pétrole, et Pour assurer la réussite économique et la pérennité et aux pénuries de l'environnement, le modèle de « bio-économie » du 21e siècle promeut l'utilisation des ressources renouvelables plutôt que la simple utilisation de ressources non renouvelables. Des chercheurs ont découvert cela au cours des 15 dernières années, l'intérêt pour le développement de matériaux respectueux de l'environnement a connu une augmentation significative. Avec une production annuelle approximative de 7,5x10<sup>10</sup> tonnes, la cellulose est peut-être le bio-polymère le plus abondant(RAZA et al., 2022).

La cellulose, les hémicelluloses et la lignine constituent les fibres végétales. C'est la raison pour laquelle on appelle souvent les fibres végétales(fibres lignocellulosiques). Cependant, à côté de ces éléments, les fibres végétales renferment aussi des pectines, des substances extraites, des cires, des minéraux, etc. Les composants des fibres végétales varient en fonction de différents facteurs tels que l'origine botanique, le temps de maturation, les conditions climatiques, l'âge de la plante, etc.(CELINO *et al.*, 2014; JOHN **et THOMAS**, 2008)

La cellulose est un homopolymère linéaire à longue chaîne, semi-cristallin, composé de molécules de  $\beta$ -D-glucopyranose qui sont liées covalente par des fonctions acétals formées par des liaisons  $\beta$ -(1,4) -glycosidiques. Ces liaisons glycosidiques de type  $\beta$  sont formées entre le groupe hémiacétal de l'atome de carbone anomérique C1 d'un D-glucose et le groupe hydroxyle en C4 de la molécule adjacente.L'unité structurelle répétitive du polymère de cellulose est constituée de deux anneaux de glucose adjacents, dont la formule chimique est (C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>)<sub>n</sub>(PEREZ et MAZEAU 2005; VARSHNEY et NAITHANI, 2011).

La lignine est un polymère très complexe composé d'unités phénylpropane (C<sub>9</sub>H<sub>12</sub>), principalement aromatiques et amorphes, qui absorbe moins d'eau que les autres éléments des fibres naturelles. La ramification de l'hémicellulose est entièrement amorphe et a un poids moléculaire inférieur à celui de la cellulose, ce qui signifie qu'elle est partiellement soluble dans l'eau. En raison de sa structure ouverte, l'hémicellulose présente une hygroscopie en raison de ses groupes hydroxyles et acétyles(**Rosliet al., 2013**).

#### **I. Introduction**

La cellulose se trouve également dans plusieurs autres types d'organismes tels que les bactéries, les champignons, les tuniciers animaux et même les amibes, mais il est négligeable par rapport aux plantes (CHEN, 2014), par exemple : le coton, le jute, le lin, la ramie, le sisal, la bagasse, le bambou, etc. Mais le bois est la matière première la plus importante pour la production commerciale de cellulose (SIRO et PLACKETT, 2010).

L'importance des problèmes environnementaux est de plus en plus prise en compte par la société, ce qui pousse l'industrie de la cellulose à s'efforcer d'utiliser des sources non ligneuses et à mettre en place des procédés innovants et moins polluants pour la cuisson des matières premières et le blanchiment des pâtes cellulosiques. Des études ont été menées pour extraire les fibres de cellulose de différentes sources, telles que la paille de blé, les coques de soja, la pulpe de betterave sucrière, la bagasse, le rachis de bananier et la gaine des feuilles de cocotier (NABILI *et al.*, 2014). Les sous-produits du palmier dattier (*Phoenix dactylifera L.*) sont une autre matière non ligneuse intéressante à engagés dans ce processus de production.

Les chercheurs s'intéressent à la préparation de la cellulose nanocristaux (CNC)en raison de leurs propriétés uniques tels que le coût réduit, la non-toxicité, la stabilité thermique supérieure, la transparence optique et la biodégradabilité, et de leurs performances mécaniques dans des applications avancées; renforcement pour les polymères, l'industrie alimentaire et pharmaceutique et la fabrication de papier, etc.(ALHAMZANI et HABIB, 2021).

#### Problématique et hypothèses de l'étude

Ainsi, sur la base de tous ces éléments, cette étude est une contribution à l'étude de la valorisation des sous-produits du palmier dattier dans la région de Ghardaïaconnue pour sa production de dattes, qui produit annuellement des tonnages très importants de déchets estimés en 2019 de 36,2 milliers de tonnes et 530 milliers de tonnes au niveau nationalede déchets selonle recensement des palmiersdattier(MARD(2021)).

Plusieurs études ont été réalisées dans le contexte de la valorisation des sous-produits du palmier dattier par extraction des CNCs,dont nous citons principalement :

HAFEMANN *et al.*, (2019) ont extrait des nano-cristaux de cellulose (CNCs) à partir des gaines des *Palmes*, par des méthodes de raffinage sans chlore, puis en les hydrolysant sous des conditions très acides. OTHMAN *et al.*, (2023) ont isolé les nano-cristaux de cellulose des graines de fruits à l'aide d'une hydrolyse à l'acide soufré.

3

Mais la question fondamentale qui constitue le point de cette étude est la suivante :

Quelles sont les caractéristiques de la CNC extraite des sous-produits du palmier dattierdans la région de Ghardaïa par rapport à la cellulose extraite d'autres sources ?

Un sous questionnement en découle, à travers de multiples interrogations résumées principalement en :

- 1. Les propriétés de la CNC isolée varient-elles en fonction du type sous-produit ?
- 2. Quelle est l'efficacité des méthodes utilisées pour l'isolement ?
- 3. Quel est le rendement des sous-produits et seront-ils en proportions égales dans les sousproduits isolés ?
- 4. Les propriétés de la cellulose extraite conviendront-elles à d'importantes applications environnementales ?

C'est de là que résultent nos hypothèses de travail, qui se concentrent principalement sur :

- L'isolation de CNC à partir des sous-produits du palmier dattier contribuera à la mise en place d'une économie verte durable et constitue une solution idéale pour l'élimination des déchets.
- 2. Les méthodes utilisées pour l'isolation ont le même impact sur le rendement des CNC.
- 3. La CNC issuedes différents sous-produits présentent des propriétés physiques, chimiques et structurelles similaires.

Ce travail comprend deux grands chapitres, le premier est consacré au matériel et méthodes qui contiennent, la présentation la région d'étude (Ghardaïa), le matériel de terrain, le matériel végétal, le matériel de laboratoire et enfin la méthodologie de travail. Le second chapitre est consacré aux présentations et interprétations des résultats obtenus et enfin une conclusion générale et recommandations.

# II. Matériels et Méthodes

#### II.1.1. Présentation de la région

La région de Ghardaïa, située au cœur de la vallée du M'zab en Algérie, est une zone emblématique du désert saharien. Ghardaïa est renommée pour son riche patrimoine culturel et son oasis, où l'agriculture joue un rôle central. Parmi les cultures les plus importantes de la région, le palmier dattier *Phœnix dactylifera*. *L*, particulièrement la variété locale *Ghars*, occupe une place prépondérante.

Le palmier *Ghars* a été sélectionné pour cette étude car il est le plus abondant après *DegletNour, etDegla Beida*, dans la zone centrale de Ghardaïa, formant une composante majeure de l'écosystème local, ce qui en fait un choix idéal pour l'extraction et l'analyse de la cellulose, ainsi que pour d'autres recherches agro-industrielles. Grâce à sa prédominance et à sa robustesse, le *Ghars* offre une opportunité unique d'explorer les potentialités économiques et écologiques du palmier dattier dans cette région semi-aride.

Ghardaïa, avec ses oasis luxuriantes, tire donc profit de cette culture ancestrale, qui contribue non seulement à la sécurité alimentaire locale mais également à l'économie de toute la région.

#### II.1.2. Matériel végétal

Le matériel végétal utilisé dans cette étude est les organes du palmier dattier, considérés comme des sous-produits ligneux ou des résidus de récolte et de nettoyage ou de toilette des palmiers(*Jrid* (Palmes sèches), *Cornef*, *Lif*, etc). Ils peuvent être des organes vivants, tels que les *Jrid* vertes, formant ainsi une source très importante de matières premières de plusieurs utilisations traditionnelles. En industrie moderne au niveau des usines, soit pour la fabrication ou la transformation en produits divers, par exemple l'industrie du papier, la fabrication du rayonne (la soie synthétique ; fibres textiles artificielle à base de cellulose, appelée actuellement : viscose...).

Les sous-produits adoptés dans notre recherche sont composés principalement dePalmes sèches (*Jrid*), du Fibrillium (*Lif*) et de pétioles (*Cornef*)qui sont présentés dans la (**Photographie 1**).



Photographie 1 :Organes du palmier dattier utilisés

### II.2. Étapes de préparation des CNC

Le procédé utilisé pour obtenir les CNC dans la fibre consiste à utiliser des acides forts afin de stimuler l'hydrolyse des liaisons glucosides des parties amorphes de la structure cellulosique, ce qui permet d'isoler les nano domaines cristallins. Ce traitement est précédé d'un traitement chimique en deux étapes, une délignification alcaline suivie d'un blanchiment pour éliminer les composants non cellulosiques (tels que la lignine, les hémicelluloses, les protéines, les résidus phénoliques, etc.)(Mariano, 2016).

La méthode suivie dans l'extraction de la CNC et la détermination du rendement dans cette étude a été modifiée sur la base de plusieurs études antérieures, en un protocole de travail consistant en plusieurs étapes de traitement physique et chimique, dans le but d'éliminer à chaque étape toutes les matières non cellulosiques, la pectine, la lignine et l'hémicellulose.

Le protocole appliqué dans cette étude nécessite chacun des produits et matériaux énumérés dans le (Tableau 1) ci-dessous :

Produits	Matérielles			
NaOH (Honeywell Fluka™)	Plaque chauffante avec agitateur	Thermomètre		
CH <sub>3</sub> COOH (Biochem Chemopharma)	Des verreries	pH mètre		
$H_2SO_4$ (VWR)	Centrifuge (ROTOFIX 32 A)	IRTF		
NaClO <sub>2</sub> (Nassah)	Ultrasonique (BK-1200)	MEB		
Eau déionisée	Étuve (Raypa)	ATG		
		DRX		

Tableau 1 : Matérielles et produits utilisés dans l'étude

#### **II.2.1 Traitement physique**

La préparation d'organes du palmier *Ghars*est débutée par leur lavage avec de l'eau ordinaire, afin d'éliminer toutes les impuretés, saletés et substances solubles dans l'eau. Cela facilite l'extraction de la cellulose ainsi que le prétraitement chimique. L'étape suivante est le séchage des échantillons dans une étuve pendant 24 heures à 60°C, pour les préparer au découpage mécanique.

Le découpage mécaniquement consiste à réduire les échantillons bruts en petite morceaux de 5mm, pour obtenir des fibres de tailles égales, dont les échantillons subissent le même traitement.

#### **II.2.2 Traitement chimique**

Ce traitement consiste à prendre des déchetspréparé et trempés dans une bécher contenant 500ml d'eau distillée placé sur une plaque chauffante à une température de 80°C avec l'agitation pendant deux heures pour éliminer les matières dissoutes dans l'eau, et faciliter la rupture des liaisonset faciliter également l'élimination de la lignine (Khatunet al., 2023). Ensuite, les contenus seront filtrés. Ce processus a été répété 3 fois pour garantir complètement que toutes les matières solubles dans l'eau sont éliminées.

L'étape suivante est la filtration des échantillons et le séchage de la suspension dans un étuve à 60°C pendant 24 heures, après cela, les échantillons sont pesés pour déterminer la masse de substances hydrosolubles transportées par chaque organe (Alhamzani& Habib, 2021; Dimawarnita*et al.*, 2023).

#### II.2.2.1. Élimination des matières grasses

À l'aide de l'appareil *Soxhlet*,qui se compose d'un ballon récepteur avec un col rodé et d'un réfrigérant à reflux qui condense le solvant évaporé avant de le déverser dans un extracteur équipé d'un système d'aspiration pour transférer l'extrait dans le ballon. (Photographie 2)

Une cartouche en carton poreux est placée dans laquelle sont placés les échantillons à extraire.Les échantillons ont été traités avec une solution de « chloroforme/éthanol » (2/1) à 80°C pour l'élimination des matières grasses. Le processus dure 6 heures (Abu-Thabit*et al.*, 2020).

### II. Matériels et Méthodes

Une fois la procédure terminée, les échantillons ont été laissés refroidir, puis lavés avec de l'éthanol dilué à 30%, suivi d'eau distillée, et placés dansl'étuve à 60°C pendant 24 heures.



Photographie 2 :Protocole de Soxhlet

La solution « chloroforme/éthanol » est récupérée par évaporation rotative pour déterminer le pourcentage des lipides selon (l'équation 1) et les résultats présentés dans le (Tableau 2) suivante :

Echantillons	Jrid	Lif	Cornef	
$masse_{DP-R}$ (g)	12,05	12,05	20,7	
masse <sub>DP-SG</sub> (g)	7,825	11,28	16,425	
masse <sub>Matière grasse</sub> (g)	4,225	0,77	4,275	
Pourcentage (%)	35,06	6,4	20,65	
$masse_{Matière\ gras} = masse_{DP-R} - masse_{DP-SG}$				
$Pourcentage_{Matière\ grass} = \frac{masse_{Matière\ grasse} x100}{masse_{DP-R}}$				

Tableau 2: Pourcentagedes matières grasses

#### Équation 1

Où :

**DP-R** : Déchets de palmiers bruts

**DP-SG** : Déchets de palmiers sans matière grasse

#### II.2.2.2. Traitement alcalin

Afin d'éliminer la lignine selonla réaction présente dans la (Figure 1), des fibres à ce stade, une solution d'hydroxyde de sodium à 8% a été utilisée après avoir préparé la solution en ajoutant 100ml d'eau distillée pour 8g d'hydroxyde de sodium solide.Les échantillons sont ensuite placés dans la solution un rapport avec de « fibres/solution » (1/10) pendant une période de 2 heures, en mélangeant et en réglant la température à 80°C jusqu'à dissolution de la lignine dans la solution, en répétant cette étape et la deuxième deux fois. fois avec une solution de NaOH à 4% (Rosliet al., 2013)(Photographie 3).



Figure 1 :Mécanisme de réaction de la lignocellulose du bois de pin avec le NaOH (Barman *et al.*, 2020)



Photographie 3 : Etape de traitement alcaline

#### II. Matériels et Méthodes

Les échantillons ont été lavés avec de l'eau distillée jusqu'à ce que le pH=7 et séchés dans l'étuve à 60 °C pendant 24(Song *et al.*, 2016) ; en sortant de l'étuve,les échantillons sontpesés pour calculer le poids de la lignine libérée, les résultats obtenus sont présentés dans le (Tableau 3).En suivant (l'équation 2)ci-dessous :

Echantillons	Lif	Lif Cornef	
masse <sub>DP-SG</sub> (g)	11,28	16,425	7,825
masse <sub>DP–SL</sub> (g)	7,37	4,8	4,44
masse <sub>lignine</sub> (g)	3,91	11,625	3,385
Pourcentage (%)	34,66	70,7	43,25

T	<b>`ableau</b>	3:	Pourcentage	de	lignine	libérée
	antau	•••	1 Ourcontage	uv	inginne	1100100

$masse_{lignine} = masse_{DP-SG} - masse_{DP-SL}$				
$Pourcentage_{lignine} = \frac{1}{2}$	masse <sub>lignine</sub> x100 masse <sub>DP–SG</sub>			



Où :

**DP-SG :** Déchets de palmiers sans matière grasse.

**DP-SL** : Déchets de palmiers sans lignine.

#### II.2.2.3. Blanchiment

Cette étape vise à blanchir et à déshydrater les échantillons avec du chlorite de sodium  $NaClO_2$ à une concentration 4%, en abaissant le pH à [4-4,5] avec de l'acide acétique  $CH_3COOH$  dans la Hotte(Alhamzani& Habib, 2021) ; Les échantillons ont ensuite été placés dans la solution avec un rapport « fibre/solution » (1/50) en mélangeant dans un bécher à 80°C pendant 2h (Khatunet al., 2023), La réaction d'oxydation s'est déroulée selon le schéma de la (Figure 2).

Il est important de procéder au lavage des échantillons jusqu'à le pH=7 afin d'éliminer complètement le chlorite de sodium et l'acide acétique pour éviter qu'ils ne réagissent avec l'acide sulfurique lors de l'extraction de la CNC. Les échantillons ont été placés dans l'étuve à 60°C pendant 24h, et le processus de blanchiment a été répété jusqu'à ce que le mélange devientblanc (**Dhahi***et al.*, 2024).



Figure 2 : Mécanisme d'oxydationdela celluloseparNaClONaClO2(Isogaiet al., 2018)



Photographie 4 :Etape de blanchiment ; (a) premier blanchiment, (b) deuxième blanchiment.

La quantité d'hémicellulose dans chaque partie des échantillons a été pesée après leur sortie de l'étuve et les résultats obtenus suivant (l'équation 3) ci-dessous, et sont mentionnés dans le (Tableau 4):

Echantillons	Lif	Cornef	Jrid	
masse <sub>DP-SL</sub> (g)	7,37	4,8	4,44	
$masse_{DP-SH}(g)$	4,263	1,523	1,591	
masse <sub>hémicellulose</sub> (g)	3.107	3.277	2.849	
Pourcentage (%)	42.15	68.27	64.16	
$masse_{h\acute{e}micellulose} = masse_{DP-SL} - masse_{DP-SH}$				
Pourcentage <sub>hémicellul</sub>	$_{ose} = \frac{mas}{mas}$	se <sub>hémicellul</sub> masse <sub>DP–</sub>	osex100 -SL	

Tableau 4: Pourcentage d'hémicellulose libérée

1 D		1
Ean	ation	- 1
Lyu	auon	•

Où :

**DP-SL** : Déchets de palmiers sans lignine.

**DP-SH**: Déchets de palmiers sans hémicelluloses.

#### II.3. Etape de nano-cellulose

Au cours de cette phase, il s'agit d'éliminer les plages amorphes, l'étude a été fondée sur les recherches de **(Song** *et al.***, 2016)** et a été ajustée sur la base de plusieurs expériences de laboratoire en utilisant une solution d'acide sulfurique à 40%, en travaillant avec un rapport « fibre/solution » (1/20),fixant la température de la solution à 45°C et en mélangeant pendant 40 minutes**(Photographie 5** (1)),une réaction est simplement la relation représentée dans la **(Figure 3)**.

La réaction est ensuite arrêtée en utilisant de l'eau déioniséefroide à 4°C (10 fois la solution) (Khatunet al., 2023; Nwosuet al., 2022).

Afin de séparer la solution de l'acide sulfurique des CNCs, les échantillons ont été placés dans une centrifugeuse et réglée la vitesse à 4000 tours/minute pendant 10 minutes (Song *et al.*, 2016)(Photographie 5 (2)).

Pour purifier des CNCs extraites, les échantillons ont été placés dans une membrane de celluloseMW8000-14000 laboratoire, immergé dans un erlenmeyercontenant de l'eau distillée avec fixation de l'agitation à faible vitesse afin de séparer les petites molécules qui pouvaient passer à travers le sac comme les trace de l'acide sulfurique et les substances dissoutes dans l'eau, avec changement d'eau jusqu'à le pH soient neutralisé(Nwosuet al., 2022)(Photographie 5 (3)).

L'ultrasonicationa été effectuée à 25°C pendant 30 minutespour homogénéiser la suspension de nano-fibres(Raza *et al.*, 2022)(Photographie 5 (4)).



Figure 3 :Isolement de CNC à partir de cellulose par hydrolyse à l'acide sulfurique(Attia et al., 2021)



Photographie 5 :Photographies des étapes clés et instrumentation dans la préparation des CNCs : (1) L'hydrolyse à l'acide sulfurique, (2) Centrifugation, (3) Dialyse et (4) L'ultrasonication.

#### II.4. Caractérisation des CNCs des échantillons extraits

#### II.4.1. Propriétés physiques et mécaniques

#### a. Analyse de l'absorption

L'absorption de la CNC extraite de la matière première a été déterminée en prélevant 0,02 g de chaque échantillon. Après l'avoir placé dans un tube à essai avec 1 ml d'eau distillée et après un certain temps, la diminution du volume a été observée et mesurée.

#### b. Étude de la solubilité de la cellulose

Pour étudier la solubilité de la CNC extraite, trois solvants ont été utilisés (éthanol, acétone et chloroforme).0,02 g de chaque échantillon a été placé dans un volume de 2ml dans un tube à essai, après une période de temps avec agitation, le résultat a été enregistré.

#### II.4.2. Caractérisation chimique

Cette caractérisation est faite par :

#### Analyse Infra-Rouge par Transformée de Fourier (IRTF)

Un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) (INVENIO-R) a été utilisé pour réaliser des études de chimie fonctionnelle. Les variations des groupes fonctionnels à différentes longueurs d'onde ont été étudiées. Les spectres IRTF ont été obtenus à l'aide d'un spectrographe IRTF à réflexion totale atténuée avec une moyenne de 32 balayages et une résolution spectrale de [6000-80 Cm<sup>-1</sup>]. La formule chimique a été examinée en comparaison avec le spectre de la cellulose commerciale.

#### II.4.3. Caractérisation morphologique

Cette caractérisation est faite par :

#### Microscopie Electronique à Balayage couplée à une sonde EDX (MEB-EDX)

Les morphologies des CNC de *Lif*, *Cornef* et *Jrid* ont été observées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) à une certaine résolution spatiale. Le Scios 2 Dual Beam-FIB MEB fonctionnant à 10 kV a été utilisé pour examiner la morphologie de la surface des échantillons. Les échantillons ont été recouverts d'une couche d'argent avant l'analyse afin d'éviter toute charge électrostatique pendant le test.

#### II.4.4. Caractérisation Thermique

#### Analyse Thermogravimétrique (ATG)

ATG est une analyse chimique utilisée pour étudier les propriétés thermiques des matériaux. Cette analyse est réalisée en mesurant la variation du poids du matériau en fonction de la température, cela permet de déterminer l'étude de décomposition thermique, la détermination de la teneur en humidité et l'étude de stabilité thermique.Le profil thermique des CNC de *Lif* ; *Cornef*et *Jrid* est mesuré à l'aide d'un analyseur thermogravimétrique. Des échantillons d'un poids prédéfini de 5,5 à 8 mg ont été analysés à l'aide d'un analyseur thermogravimétrique (LABSYS EVO). Les profils thermiques des trois échantillons ont été analysés à une vitesse de chauffage constante de 25°C/min jusqu'à 800°C dans un environnement d'azote (40ml/min).

#### **II.4.5.** Caractérisation structurale

#### **Diffraction des Rayons X (DRX)**

La diffraction des rayons X(Bruker D8) permet l'analyse non-destructive détaillée de n'importe quel matériau (sous forme de massifs, poudres ou couches minces), du domaine de la recherche fondamentale à celui du contrôle qualité en industrie.

Le rayonnement CuK a été utilisé pourl'échantillon avec les paramètres suivants de la lampe de travailparamètres suivants : V=40 kV, I=40 mA, et fente de réception=0,00 MM. Avec une plage de balayage de 10-80 et une vitesse de balayage de 94,5°C/(s),l'intensité des réflexions a été mesurée.

L'indice de cristallinité des échantillons a été calculé à l'aide de l'équation de Segal, comme il est illustré dans (l'Equation 4) suivante :

$$Crl = \left(\frac{I_{200} - I_{am}}{I_{200}}\right) \times 100$$

Équation 4

Où :

Crl: Est l'indice de cristallinité.

*I*200 :Représente l'intensité diffractée au niveau du pic cristallin le plus élevé.

*I*<sub>am</sub> :Représente l'intensité de diffraction de la région amorphe.

Les données de diffraction des rayons X (DRX) des échantillons ont été calculées à l'aide du logiciel HighScore Plus.

# **III. Résultats et Discussion**



# III.1 Pourcentage de la matière grasse, de la lignine, de l'hémicellulose et rendement de la CNC

# **Figure 4 :**Pourcentage de la matière grasse, de la lignine, de l'hémicellulose et de la cellulose isolées à partir de différentes parties du palmier dattier, *Lif* ; *Cornef* et *Jrid*.

La(Figure 4) compare le pourcentage de libération de trois composants : La matière grasse, la lignine, l'hémicellulose et présente le rendement de laCNC pour trois organes *Lif*, *Cornef*et *Jrid*.

Pour la teneur en matières grasses, les *Jrid* présentent le taux le plus élevé avec 35,1%, suivies par le *Cornef* avec 20,7% et enfin le *Lif* d'environ 6,4%.

Pour la lignine, le *Cornef* a donné un taux très important qui est de 70,7%, en deuxième lieu, la *Jrid* avec 43,3% et le faible taux obtenu est de 34,7% pour le *Lif*.

Quant à l'hémicellulose, le *Lif* est le plus riche, avec un taux de 68,3%, le *Cornef* avec 64,2%, et la *Jrid* a donné le plus faible pourcentage 42,2%.

En ce qui concerne la CNC, *Lif* occupe la première place avec 35,4%, *Cornef*la dernière avec 7,4% et *Jrid*la deuxième avec 13,2%.

*Lif* : Avec un rendement de 35,4%, le *Lif* se positionne comme l'organe le plus efficace pour la production de CNC. Sa composition faible en lignine 34,7% et matière gras 6,4% facilitent l'extraction malgré la proportion relativement élevée d'hémicellulose 68,3%.

#### **III. Résultats et Discussion**

*Jrid* : Le rendement de 13,2 % des *Jrid* est inférieur à celui du *Lif* ; mais reste supérieur à celui par rapport à *Cornef*. Bien que les *Jrid* contiennent plus de lignine 45% et de matière grasse 35,1% que le *Lif*, elles demeurent plus faciles à traiter que le *Cornef*. Cela pourrait expliquer le rendement modéré en CNC.

*Cornef* :est l'organe le moins productif avec seulement 7,4% de nano-cellulose. Sa composition riche en lignine 70,7% et d'hémicellulose 68,3% rend le processus de traitement moins efficace, car une grande partie de l'organe doit être éliminée pour isoler la cellulose.

#### **III.2** Propriétés physiques et mécaniques

#### **III.2.1** Analyse de l'absorption

Après avoir laissé les nano-cellulose qui sont isolées à partir de différentes parties (b) Cornefet (c) Jrid dans l'eau du palmier dattier, (a) *Lif*, distilléeselon la (Photographie 6 (b)), il a été constaté que le volume absorbé ne changeait pas au niveau de chaque échantillon, Ce comportement indique une interaction stable entre la CNC et les molécules d'eau. La CNC présente généralement un haut degré d'hydrophile en raison de la présence de nombreux groupes hydroxyles à sa surface, qui peuvent former des liaisons hydrogène avec l'eau. Cependant, le volume d'absorption constant suggère que le point de saturation est atteint rapidement, au-delà du quel aucune eau supplémentaire n'est absorbée (Flauzino Neto, 2017).

#### III.2.2 Étude de la solubilité de la cellulose

Les échantillons de nano-cellulose n'ont montré aucun signe de dégradation ou de solubilité dans les solvants organiques tels que l'éthanol, l'acétone et le chloroforme selon la (**Photographie 6** (a)).

Cette résistance aux solvants organiques met en évidence la solide stabilité chimique de CNC, probablement attribuée à sa structure cristalline qui résiste à la pénétration et à la décomposition par ces solvants.



Photographie 6 :Étude de la solubilité (a) et l'absorption (b) de la cellulose.

#### **III.2.3** Couleur

Selon la (**Photographie 7**) de l'état avant le blanchiment (a), les échantillons étaient de couleur brun clair à brun foncé, mais après blanchiment (b), ils sont devenus blancs, Ce changement de couleur résulte du processus de blanchiment chimique qui vise à éliminer ou à dégrader les composés colorés présents notamment la lignine, les tanins et d'autres pigments naturels qui leur donnent cette teinte brune.



Photographie 7 :Étude de la couleur de cellulose ; (a) Avant le blanchiment, (b) Après le blanchiment.

#### **III.2.4 Caractérisation chimique**

#### Analyse infrarouge par transformée de Fourier (IRTF)

Les **Figures** ci-dessous (5 et 6) exposent les spectresIRTF des celluloses isolées à partir de différentes parties du palmier dattier, (a) Lif, (b) Cornef et (c) Jrid et de la cellulose commerciale.



Figure 5 :Spectre IRTF des CNCsisolées à partir de différentes parties du palmier dattier, (a) *Lif*, (b) *Cornef*et (c) *Jrid*.

La (Figure 5)montre trois spectres IRTF différents de CNC isolées à partir de différentes parties du palmier dattier, (a) *Lif*,(b) *Cornef*et (c) *Jrid*, tandis que la (Figure 7) montre le spectre de la cellulose commerciale d'après les travaux de (Abderrahim *et al.*, 2015), chacun montrant des courbes indiquant les changements d'absorbance ou de transmittance en fonction du nombre d'ondes (en cm<sup>-1</sup>). Ces spectres présentent des pics en différents points qui reflètent les vibrations moléculaires des échantillons analysés et ces pics peuvent être lus à l'aide du tableau représenté à la (Figure 6).

Wave number (cm <sup>-1</sup> )	Vibration type	Assignment
808	Stretching	C–C
840	Rocking	C–H
073	Rocking	CH <sub>3</sub>
975	Stretching	C–C
996	Rocking	CH <sub>3</sub>
	Stretching	C–C
1166	Wagging	C–H
	Rocking	CH <sub>3</sub>
1376	Symmetrical bending	CH <sub>3</sub>
1456	Symmetrical bending	CH <sub>3</sub>
2870	Stretching	CH <sub>3</sub>
2920	Asymmetrical stretching	$CH_2$
2950	Asymmetrical stretching	CH <sub>3</sub>

#### Figure 6 : Affectation des pics IRTF.

Les spectres couvrent une large gamme de nombres d'ondes, allant de 4000 cm<sup>-1</sup> à 500 cm<sup>-1</sup>, avec des creux marqués dans des zonesspécifiques, notammentaut our de 3400 cm<sup>-1</sup>, 1600 cm<sup>-1</sup>, et dans la région en dessous de 1000 cm<sup>-1</sup>.

Tous les spectres montrent des similitudes avec des pics majeurs autour de 3400 cm<sup>-1</sup>, souvent associés aux vibrations d'étirement des groupes O-H, ce qui suggère la présence de groupes hydroxyles. Des pics marqués apparaissent également vers  $1600 \text{ cm}^{-1}$ , potentiellement liés à des vibrations C=C ou C=O.



Figure 7 :Spectre IRTF de la cellulose commerciale (Abderrahim et al., 2015).

À partirdesspectresIRTFdes échantillons(Figure 7),la banded'absorptionà 3391 cm<sup>-1</sup> est attribuée à l'étirement des groupes hydroxyles OH. Les bandes à 2906 cm<sup>-1</sup> et 1373 cm<sup>-1</sup> sont affectées aux vibrations d'étirement et de déformation du groupe C-H dans l'unité glucose.

La bande d'absorption à 898 cm<sup>-1</sup> est caractéristique de la liaison  $\beta$ -glycosidique entre les unités glucose. Le signal à 1061 cm<sup>-1</sup> est attribué au groupe -C-O- de fonctions alcools et éthers secondaires existant dans le squelette de la chaîne cellulosique (Abderrahim *et al.*, 2015).

Par comparaison entre les deux figures il a été observé qu'il existe une correspondance parfaite entre les spectres IR des échantillons préparés à partir des organes du palmierdattier et l'échantillon collecté lors des études précédentes. Cela indique un degré élevé de pureté des échantillons isolées à partir de différentes parties du palmier dattier, *Lif,Cornef*et *Jrid*, Cela indique l'efficacité de la procédure dans l'élimination des matières lignocellulosiques.

Malgré ces similitudes, l'intensité et la forme des pics varient entre les trois spectres, ce qui indique des différences subtiles dans la composition chimique ou la structure des échantillons. Les variations dans les basses fréquences, en dessous de 1000 cm<sup>-1</sup>, reflètent probablement la présence de groupes fonctionnels différents ou des interactions moléculaires spécifiques propres à chaque échantillon.

#### III.2.5 Caractérisation morphologique

#### III.2.5.1. Microscopie Electronique à Balayage couplée à une sonde EDX (MEB-EDX)

Cette caractérisation est effectuée par la microscopie électronique à balayage couplée à une sonde EDX (MEB-EDX), comme il est illustré dans les images de la **(Figure 7)**.



Figure 8 : Images MEB des CNCs de palmier dattier isolées à partir de (a) *Lif*, (b) *Cornef*et (c) *Jrid*.

#### **III. Résultats et Discussion**

La(Figure 8) présentetrois images micrographies étiquetées de palmier dattier isolées à partir de (a) *Lif*, (b) *Cornef*et (c) *Jrid*, qui sont des vues rapprochées des fibres de CNC de palmier observé au microscope électronique à balayage (MEB). Ces images montrent des structures fibreuses complexes avec des textures et des densités variées.

L'Image (a) *Lif*, montre un réseau de fibres longues, fines et faiblement entrelacées. Cette image a été prise à un grossissement de 500 fois et l'échelle se réfère à 200 micromètres. Les fibres sont disposées de manière lâche et présentent des surfaces irrégulières.

L'Image (b) *Cornef*, présente un agencement plus compact de fibres qui forment une structure en toile couvrant une plus grande partie de l'espace. Avec un grossissement de 350x et une échelle de 200  $\mu$ m, les fibres semblent plus uniformément réparties, créant une texture plus dense que dans l'Image (a).

L'Image (c)*Jrid*, prise également à un grossissement de 500x avec une échelle de 200  $\mu$ m, montre des fibres très denses formant un motif entrecroisé. Ces fibres sont plus nettes et serrées que celles des images précédentes, formant une structure bien plus compacte et rigide.

Sur toutes les images, les fibres présentent des surfaces irrégulières et rugueuses, d'une épaisseur comprise entre 4 et 16 µm et d'orientation différente calculée avec le logiciel ImageJ.

Les fibres forment un réseau poreux, mais le niveau de compaction varie : L'Image (c)*Jrid*est la plus dense et l'Image (a)*Lif* la plus lâche.

Selon les travaux de **Raza** *et al.*(2022), les régions amorphes de l'hémicellulose, de la lignine, pectine, substances circuses et autres matériaux non cellulosiques qui agissent comme une surfaceprotectrice qui dépose et lie les fibres cellulosiques.

Ces composants indésirables sont éliminés par blanchiment, élimination de la lignine et hydrolyse à l'acide sulfurique. Les **Images (a)***Lif* et **(c)***Jrid*montrent que la surface est plus poreuse, ce qui est très similaire aux travaux précédents sur la même fibre montrée en **(a)**(**Figure 9**)que la surface avant traitement en **(b)**(**Figure 9**). Ceci est dû à l'élimination des impuretés. Ceci est dû à l'élimination des impuretés. L'hydrolyse à l'acide sulfurique élimine les zones amorphes de la cellulose, ce qui permet la production d'un nano-composite de haute densité. Les nano-cristaux de cellulose ont la forme d'une aiguille.

23



Figure 9 :Image MEB deCNC isolé à partir de déchet depalmier dattier, (a) sans traitement et (b) avectraitement(Raza *et al.*, 2022).

III.2.5.2. Analyse spectrochimique EDX (Spectroscopie de rayons X à Dispersion d'Energie)



**Figure 10 :** Analyse spectrochimique par une sonde EDX (MEB-EDX) à des CNCs de palmier dattier isolées à partir de (a) *Lif*, (b) *Cornef*et(c) *Jrid*.

La(Figure 10) présentent les résultats d'analyses spectrochimiques par spectroscopie à dispersion d'énergie (EDX) pour trois échantillons provenant de différentes parties du palmier dattier : (a) *Lif*, (b) *Cornef*et (c) *Jrid*. Chaque graphique montre un spectre EDX avec des pics pour les éléments détectés, ainsi qu'un tableau récapitulatif des pourcentages massiques et atomiques des éléments présents dans chaque échantillon.

Le spectre (a) *Lif* : Le spectre EDX met en évidence des pics dominants pour le carbone (C) et l'oxygène (O), ainsi que des traces de chlore (Cl), rubidium (Rb), plomb (Pb) et molybdène (Mo). Le tableau montre que le carbone (C) et l'oxygène (O) représentent la majorité des éléments détectés, avec des poids respectifs de 41,80% et 47,13%.

Le spectre (b) *Cornef* : Le spectre montre également des pics prononcés pour le carbone (C) et l'oxygène (O), accompagnés de traces de thulium (Tm) et de chlore (Cl). Le tableau révèle que le carbone (C) et l'oxygène (O) dominent la composition de l'échantillon, avec des poids respectifs de 45,77% et 52,31%.

Le spectre (c) *Jrid* : Le spectre montre des pics similaires pour le carbone (C) et l'oxygène (O), avec des traces de magnésium (Mg), aluminium (Al), et radon (Rn). Les éléments les plus présents sont le carbone (C) avec un poids de 45,14% et l'oxygène (O) avec 52,58%.

Les analyses montrent que les principaux éléments détectés dans les fibres de cellulose de palmier dattier sont le carbone (C) et l'oxygène (O), qui représentent la majorité de la composition chimique de chaque échantillon. Cette prépondérance est cohérente avec la structure de la CNC, un bio-polymère constitué principalement de ces deux éléments. Les fibres contiennent également des traces d'autres éléments, comme le chlore (Cl), le rubidium (Rb), le plomb (Pb), le molybdène (Mo), le thulium (Tm), le magnésium (Mg), l'aluminium (Al) et le radon (Rn). Ces éléments en faibles proportions peuvent provenir d'impuretés ou des conditions de préparation des échantillons, mais leur présence n'altère pas la dominance de la CNC dans la structure des fibres analysées.

#### **III.2.6.** Caractérisation Thermique

#### Analyse thermogravimétrique (ATG)

La **(Figure 10)**exposent des courbes de l'analyse thermogravimétrique des CNCs de palmier dattier isolées à partir de différentes parties du palmier dattier(a) *Lif*, (b) *Cornef* et (c) *Jrid*.



Figure 11 : Courbes de l'analyse thermogravimétrique des CNCs de palmier dattier isolées à partir de (a) *Lif*, (b) *Cornef*et (c) *Jrid*.

courbes La (Figure 11) présent les trois graphiques montrent les thermogravimétriques (ATG) des échantillons de CNC isolée à partir de (a) Lif, (b) Cornefet (c) Jrid du palmier dattier. Chaque courbe montre la perte de masse (%) en fonction de la température, permettant de caractériser la dégradation thermique des échantillons.

La courbe (a) : La dégradation thermique de l'échantillon de *Lif* commence à 137,13°C et s'accélère jusqu'à 326,56°C. Cela correspond à la dégradation principale de la cellulose. Le résidu final est faible, avec 5,622 mg de masse restante, représentant une perte de masse totale de 2,908%. Cette faible perte indique une cellulose relativement pure, avec peu d'impuretés ou de composés non cellulosique.

La courbe (b) : Pour le *Cornef*, la dégradation commence à 158,03°C et se poursuit jusqu'à 322,76°C. La perte de masse est légèrement plus importante que celle du *Lif*, avec une perte totale de 5,673 % et une masse résiduelle de 7,254 mg. Cela suggère que le *Cornef* contient plus de composants non cellulosiques, rendant sa dégradation légèrement différente de celle du *Lif*.

La courbe (c) : La *Jrid* présente une dégradation similaire, débutant à 161,64°C et se terminant autour de 331,50°C. La masse résiduelle est de 5,506 mg avec une perte de masse de 5,564 %, comparable à celle du *Cornef*. Cette proximité des valeurs indique une composition chimique similaire entre le *Cornef* et la *Jrid* en termes de composants non cellulosique, bien que la température de dégradation soit légèrement différente.

En comparant les résultats de Galiwangoet al., (2019) et Raza et al., (2022), toutes les études ont montré un comportement de dégradation thermique similaire pour la cellulose, mais avec de légères différences dues à la composition chimique spécifique de chaque partie du palmier dattier. Galiwangoet al., (2019) ont constaté que la dégradation de la cellulose commence entre 200 et 250°C, tandis que Raza et al., (2022) ont observé une température de dégradation de 249,5°C avec une perte de masse de 6,9%. Les résultats du palmier de *Ghars*utilisé dans cette l'étude indiquent que le *Lif*avait la dégradation la plus stable, commençant à 137,13°C avec une perte de masse plus faible de 2,908%, ce qui indique une plus grande pureté. En revanche, *Cornef* et *Jrid* se sont dégradés à des températures légèrement plus élevées (environ 158-161°C), avec des pertes de masse plus importantes de 5,564% et 5,673%, probablement en raison de la teneur plus élevée en lignine et en

hémicellulose. Dans l'ensemble, bien que les comportements thermiques soient cohérents, le *Lif* a montré une apparence de cellulose plus stable et plus pure que le *Cornef* et le *Jrid*.

#### III.2.7. Caractérisation structurale

#### **Diffraction des rayons X (DRX)**

La **(Figure 12)** exposent des courbes de l'analyse diffraction des rayons X des CNCs de palmier dattier isolées à partir de de différentes parties du palmier dattier(a) *Lif*, (b)*Cornef* et (c) *Jrid*.



Figure 12Courbes de l'analyse DRX des CNCs de palmier dattier isolées à partir de (a) *Lif*, (b) *Cornef*, (c) *Jrid* et la courbe de cellulose commerciale (pure).

La (Figure 12)présent les graphiques DRX ci-dessous représentent les spectres de diffraction des rayons X pour des CNCs de palmier dattier isolées à partir de (a)*Lif*, (b)*Cornef*, (c)*Jrid* et la cellulose pure comme référence.

Les courbes montrent des pics marqués entre  $2\theta \approx 22,5^{\circ}$  pour une région cristalline et  $2\theta \approx 15^{\circ}$  pour une région amorphe.

Les Résultats des indices de cristallinité (Crl) :

CrlLif (a) =23,7%

CrlCornef(b) = 17.4%

Crl Jrid (c) = 10,6%

Crl de la cellulose pure = 60,64%

L'Échantillon Lif (a) (Crl = 23,7%) :

Cet échantillon présente un indice de cristallinité plus élevé que les échantillons *Cornef* (b) et *Jrid* (c), mais reste inférieur à celui de la cellulose pure.

La structure cristalline de l'échantillon a est plus prononcée que dans les échantillons *Cornef* (b) et *Jrid* (c), ce qui suggère une proportion plus importante de cellulose cristalline.

Toutefois, une cristallinité de 23,7% reste modérément faible par rapport à la cellulose pure, indiquant une proportion significative de matériaux amorphes, tels que la lignine et les hémicelluloses.

L'Échantillon *Cornef* (b) (Crl = 17,4%) :

Cet échantillon montre une cristallinité encore plus faible que l'échantillon Lif (a), avec une prépondérance des régions amorphes.

Il contient plus de lignine, d'hémicellulose, ou d'autres composants amorphes qui diminuent sa structure cristalline.

L'Échantillon Jrid (c) (Crl = 10,6%) :

L'échantillon *Jrid* (c) possède l'indice de cristallinité le plus bas parmi les trois échantillons analysés, ce qui indique qu'il est majoritairement amorphe.

Cet échantillon présente donc la plus faible proportion de cellulose cristalline, rendant sa structure moins ordonnée et plus susceptible d'être constituée de matériaux non cellulosiques. La Cellulose pure (Crl=60,64%) :

La cellulose pure présente un indice de cristallinité élevé, indiquant une structure essentiellement cristalline.

Galiwango*et al.*, (2019), ont trouvé que l'indice de cristallinité moyen dans les déchets de palmier dattier était de 52,27%, une valeur significativement plus élevée que les échantillons *Lif* (a), B et *Jrid* (c) dans cette étude.

L'échantillon Lif(a) (Crl = 23,7%) se distingue comme étant le plus proche de ces résultats, bien qu'il soit toujours inférieur aux résultats de **Galiwango***et al.*, (2019), suggérant que les parties de palmier dattier étudiées ici pourraient contenir plus de composants amorphes ou être moins purifiées.

Abe &Yano, (2009)ont rapporté des indices de cristallinité de 68% et 71% pour les celluloses extraites de la paille de riz et du tubercule de pomme de terre, respectivement.

Les résultats de cristallinité des échantillons Lif(a), Cornef(b), et Jrid(c) sont nettement inférieurs, soulignant que la cellulose extraite des parties du palmier dattier analysées dans cette étude contient une plus grande proportion de composés amorphes.

# Conclusion

#### Conclusion

A la fin de l'étude, nous avons pu répondre aux questions posées après l'isolement des composés cellulosiques cristallins à partir des résidus du palmier à *Lif*, du *Cornef* et du *Jrid*, la biomasse la plus abondante à Ghardaïa, à travers les étapes suivantes : élimination des grasses, blanchiment ;traitement alcalin et hydrolyse à l'acide sulfurique, à savoir que la cellulose extraite a des propriétés différentes en fonction des organes utilisés et que le processus de traitement, bien qu'efficace, nécessite une optimisation supplémentaire pour obtenir des résultats prometteurs tels qu'un rendement et une pureté plus élevés, Il a été constaté que le Palme peut également être exploité pour l'extraction des lipides, tandis que le *Cornef* et le *Lif* peuvent être exploités pour l'extraction des polysaccharides telle que la lignine et de l'hémicellulose, ce qui indique que les différentes propriétés sont dues aux différents organes.

La propriété d'absorption constante peut être utile dans les applications où la stabilité de l'humidité est essentielle. La résistance aux solvants organiques confère au CNC dans l'industrie de l'emballage une résistance efficace. L'obtention d'une couleur blanc brillant suggère l'utilisation des déchets de palmier dans l'industrie du papier.

L'exploitation des déchets de palmier dans l'extraction des cristaux de cellulose contribuera à élever l'économie de l'État de Ghardaïa et de l'Algérie et à atteindre la durabilité et la vitalité de l'économie verte.

Enfin, ce travail dans la région de Ghardaïa reste insuffisant et mérite d'être parachever en tenant compte des éléments suivants :

- Lancer plus d'études afin de tester d'autres caractéristiques de cette cellulose et de ses performances industrielles ;
- Approfondir les études sur la possibilité d'utilisation des organes du palmier dattier dans d'autres domaines industriels dans cette région potentielle.

# **Références Bibliographiques**

- Abderrahim, B., Abderrahman, E., Aqil, M., Fatima Ezahra, T., Abdesselam, T., & Krim, O. (2015). Kinetic Thermal Degradation of Cellulose, Polybutylene Succinate and a Green Composite : Comparative Study. https://doi.org/10.12691/wjee-3-4-1
- Abe, K., & Yano, H. (2009). Comparison of the characteristics of cellulose microfibril aggregates of wood, rice straw and potato tuber. *Cellulose*, *16*(6), 1017-1023. https://doi.org/10.1007/s10570-009-9334-9
- Abu-Thabit, N. Y., Judeh, A. A., Hakeem, A. S., Ul-Hamid, A., Umar, Y., & Ahmad, A. (2020). Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from date seeds (Phoenix dactylifera L.). *International Journal of Biological Macromolecules*, 155, 730-739. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.03.255
- Alhamzani, A. G., & Habib, M. A. (2021a). PREPARATION OF CELLULOSE NANOCRYSTALS FROM DATE PALM TREE LEAFLETS (PHOENIX DACTYLIFERA L.) VIA REPEATED CHEMICAL TREATMENTS. *Cellulose Chemistry* and *Technology*, 55(1-2), 33-39. https://doi.org/10.35812/CelluloseChemTechnol.2021.55.04
- Alhamzani, A. G., & Habib, M. A. (2021b). PREPARATION OF CELLULOSE NANOCRYSTALS FROM DATE PALM TREE LEAFLETS (PHOENIX DACTYLIFERA L.) VIA REPEATED CHEMICAL TREATMENTS. *Cellulose Chemistry* and *Technology*, 55(1-2), 33-39. https://doi.org/10.35812/CelluloseChemTechnol.2021.55.04
- Attia, M. S., Elsaady, M. M., Afify, H. G., Mohamed, A. A., & Abou-Omar, M. N. (2021). Cellulose Nanoparticle-based Advanced Materials for Optical Sensors Technology and Applications (p. 387-413). https://doi.org/10.1039/9781788019545-00387

- Barman, D., Md, A., Hossain, Md. M., Paul, S., & Yun, H. (2020). Deconstruction of Pine Wood (Pinus sylvestris) Recalcitrant Structure Using Alkali Treatment for Enhancing Enzymatic Saccharification Evaluated by Congo Red. *Waste and Biomass Valorization*, 11. https://doi.org/10.1007/s12649-018-00547-z
- Casajus, D. (2011). Sahara en mouvement. L'Année du Maghreb, VII, 5-23. https://doi.org/10.4000/anneemaghreb.1096
- Célino, A., Fréour, S., Jacquemin, F., &Casari, P. (2014). The hygroscopic behavior of plant fibers : A review. *Frontiers in Chemistry*, *1*. https://doi.org/10.3389/fchem.2013.00043
- Chehma, A., Longo, H. F., & SIBOUKEUR, A. (2000). ESTIMATION DU TONNAGE ET VALEUR ALIMENTAIRE DES SOUS PRODUITS DU PALMIER DATTIER CHEZ LES OVINS. 15.
- Chen, H. (2014). Brief Introduction to the Biotechnology of Lignocellulose. In H. Chen, Biotechnology of Lignocellulose (p. 1-24). Springer Netherlands. https://doi.org/10.1007/978-94-007-6898-7\_1
- Dhahi, R. M., Mohammed, M. M., &Mikhlif, H. M. (2024). *Biowaste valorization of palm tree Phoenix dactylifera L. for nanocellulose production* [Preprint]. In Review. https://doi.org/10.21203/rs.3.rs-3843311/v1
- Dimawarnita, F. 1, Indriyantini, P. D. 2, Faramitha, Y. 1, Perwitasari, U. 3 1 I. R. I. for B., Bioindustry, J. T. K., & Innovation Agency (BRIN), J. R. B. K. 48. (2023). Isolation and Characterization α-Cellulose from Cocoa Pod Husk using Peracetic Acid. 012043. https://doi.org/10.1088/1755-1315/1187/1/012043
- Flauzino Neto, W. (2017). Morphological investigation of cellulose nanocrystals and nanocomposite applications [Universidade Federal de Uberlândia]. https://doi.org/10.14393/ufu.te.2017.51

- Gaceb-Terrak, R., &Rahmania, F. (2010). Analyse des lipides et autres composés volatils de Deglet Nour, cultivar de palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.), par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse. *Acta Botanica Gallica*, 157(1), 127-133. https://doi.org/10.1080/12538078.2010.10516194
- Galiwango, E., Abdel Rahman, N. S., Al-Marzouqi, A. H., Abu-Omar, M. M., & Khaleel, A.
  A. (2019). Isolation and characterization of cellulose and α-cellulose from date palm biomass waste. *Heliyon*, 5(12), e02937. https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e02937
- GAUTIER. (1950). Le Sahara (Payot Paris).
- Hafemann, E., Battisti, R., Marangoni, C., & Machado, R. A. F. (2019). Valorization of royal palm tree agroindustrial waste by isolating cellulose nanocrystals. *Carbohydrate Polymers*, 218, 188-198. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.04.086
- Isogai, A., Hänninen, T., Fujisawa, S., & Saito, T. (2018). Review : Catalytic oxidation of cellulose with nitroxyl radicals under aqueous conditions. *Progress in Polymer Science*, 86. https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2018.07.007
- Israa Othman, B. A., Priyabrata Pal, Mohammad Abu Haija, Shadi W. Hassan, Basim Abu-Jdayil, & Banat, F. (2023). Extraction of crystalline nanocellulose from palm tree date seeds (Phoenix dactylifera L.). *Chemical Engineering Communications*, 210(1), 61-73. https://doi.org/10.1080/00986445.2021.2001458
- John, M., & Thomas, S. (2008). Biofibres and biocomposites. *Carbohydrate Polymers*, 71(3), 343-364. https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2007.05.040
- Khatun, A., Sultana, S., Islam, Z., Kabir, M., Sahadat Hossain, M., Nur, H., & Chowdhury, A.M. S. (2023). Extraction of crystalline nanocellulose (CNC) from date palm mat fibers and its application in the production of nanocomposites with polyvinyl alcohol and

polyvinylpyrrolidone blended films. *Results in Engineering*, 17, 101031. https://doi.org/10.1016/j.rineng.2023.101031

- MARD. (2021). Agricultural statistics de Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural. (Serie B) : Algeria.
- Mariano, M. (2016). Applications of cellulose nanocrystals: Thermal, rheological and mechanical properties of new materials [PhD Thesis, Université Grenoble Alpes]. https://theses.hal.science/tel-01560014/
- Martin, A. G. P. (1908). Les oasis Sahariennes (Gourara-Touat-Tidikelt). L'Imprimerie Algérienne.
- Nabili, A., Fattoum, A., Passas, R., &Elaloui, E. (2014). *EXTRACTION AND* CHARACTERIZATION OF CELLULOSE FROM.
- Nwosu, O. U., Nwanonenyi, S. C., Osuagwu, C. O., &Nnawugwu, N. (2022). Extraction and Characterization of Nanocrystalline Cellulose from Agricultural Residue-Oil Palm Petiole Fiber . *International Journal of Advanced Science and Engineering*, 9(2), 2751-2757. https://doi.org/10.29294/IJASE.9.2.2022.2751-2757
- Perez, S., &Mazeau, K. (2005). 2 Conformations, Structures, and Morphologies of Celluloses. *Polysaccharides: Structural diversity and functional versatility*. https://doi.org/10.1201/9781420030822.ch2
- Raza, M., Abu-Jdayil, B., Banat, F., & Al-Marzouqi, A. H. (2022). Isolation and Characterization of Cellulose Nanocrystals from Date Palm Waste. ACS Omega, 7(29), 25366-25379. https://doi.org/10.1021/acsomega.2c02333
- Rosli, N. A., Ahmad, I., & Abdullah, I. (2013). Isolation and Characterization of Cellulose Nanocrystals from Agave angustifolia Fibre. *BioResources*, 8(2), 1893-1908. https://doi.org/10.15376/biores.8.2.1893-1908

- SEBIHI, A. H. (2014). Valorisation des produits du palmier dattier (Phoenix dactyliferaL); source de promotion des produits de terroirs-Cas de la région de Ouargla. UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA.
- Siró, I., & Plackett, D. (2010). Microfibrillated cellulose and new nanocomposite materials : A review. *Cellulose*, 17(3), 459-494. https://doi.org/10.1007/s10570-010-9405-y
- Song, Y. K., Leng Chew, I. M., Yaw Choong, T. S., Tan, J., & Tan, K. W. (2016). Isolation of Nanocrystalline Cellulose from oil palm empty fruit bunch – A response surface methodology study. *MATEC Web of Conferences*, 60, 04009. https://doi.org/10.1051/matecconf/20166004009
- Varshney, V. K., & Naithani, S. (2011). Chemical Functionalization of Cellulose Derived from Nonconventional Sources. In S. Kalia, B. S. Kaith, & I. Kaur (Éds.), *Cellulose Fibers : Bio- and Nano-Polymer Composites* (p. 43-60). Springer Berlin Heidelberg. https://doi.org/10.1007/978-3-642-17370-7 2

# Annexes

## Annexes

# Annexe 1 : Superficie et nombre de palmiers complantés et nombre de palmiers en rapport (MARD, 2021).

WILAYA	Superficie occupée	Deglet nour (Dattes fines)	Ghers et Analogues (Dattes molles)	Degla Beida et Analogues (Dattes sèches)	Total Palmier- dattier
	ha	Nbre d'arbre	Nbre d'arbre	Nbre d'arbre	Nbre d'arbre
1 ADRAR	28 320	0	0	3 798 759	3 7 98 7 5 9
3 LAGHOUAT	265	10 240	12 740	10 260	33 240
5 BATNA	207	9 338	7 453	9 681	26 472
7 BISKRA	43 851	2756 137	569 690	1 099 040	4 4 24 867
8 BECHAR	13 91 9	0	1 406 138	234 626	1 6 40 7 6 4
11 TAMANRASSET	7 118	0	0	752 310	752 310
12 TEBESSA	569	38 200	22 400	0	60 600
17 DJELFA	260	19 300	5 400	1 300	26 000
28 M'SILA	0	0	0	0	0
30 OUARGLA	22 512	1 435 032	1 018 559	175 223	2 6 28 8 1 4
32 EL-BAYADH	477	3 600	15 900	28 200	47 700
33 IL LIZI	1 254	7 758	77 585	43 760	129 103
37 TINDOUF	464	30	44 511	1 809	46 350
39 EL-OUED	38 147	2 5 5 6 8 7 5	742 160	676 895	3 975 930
40 KHENCHELA	812	51 400	70 100	11 542	133 042
45 NAAMA	253	2 000	39 788	0	41 788
47 GHARDAIA	11 359	563 249	239 699	494 562	1 297 510
TOTAL ALGERIE	169 786	7 453 159	4 272 123	7 337 967	19063 249

#### PALMIERS DATTIERS (2/3)

Nombre de palmiers en rapport

WILAYA	Deglet nour (Dattes fines)	Ghers et Analogues (Dattes molles)	Degla Beida et Analogues (Dattes sèches)	Total Palmier-dattier
	Nbre d'arbre	Nbre d'arbre	Nbre d'arbre	Nbre d'arbre
1 ADRAR	0	0	2 825 633	2 825 633
3 LAGHOUAT	9240	12 740	10 260	32 240
5 BATNA	8938	7 453	9 221	25 612
7 BISKRA	2 690 000	559 800	1 096 000	4 3 45 800
8 BECHAR	0	813 096	182 230	995 326
11 TAMANRASSET	0	0	643 120	643 120
12 TEBESSA	21660	18 350	0	40 010
17 DJELFA	13700	3 000	1 300	18 000
28 M'SILA				0
30 OUARGLA	1 258 489	942 006	152 161	2 3 5 2 6 5 6
32 EL-BAYADH	2100	8 000	11 800	21 900
33 IL LI ZI	2 3 6 2	40 123	24 613	67 098
37 TINDOUF	0	40 147	1 306	41 453
39 EL-OUED	2 463 624	723 177	632 647	3819448
40 KHENCHELA	44 300	62 100	11 342	117 742
45 NAAMA	1 4 50	20 428	0	21 878
47 GHARDAIA	471997	180 407	488 592	1140 996
TOTAL ALGERIE	6 987 860	3 4 30 827	6 090 225	16 508 912

WILAYA	Deglet nour Da	ittes fines	Ghers et an Dattes m	alogues olles	Degla Be analogues Dat	ida et tes séches	Ensemble palmi	ier dattier
	Production	Rdt	Production	Rdt	Production	Rdt	Production	Rdt
	dx.	kg/arbre	qx	kg/arbre	qx	kg/arbre	qx	kg/arbre
1 ADRAR	0	0,0	0	0,0	934 562	33,1	934 562	33,1
3 LAGHOUAT	3 880	42,0	5 223	41,0	4 104	40,0	13 207	41,0
5 BATNA	6 780	75,9	3 893	52,2	6 070	65,8	16 743	65,4
7 BISKRA	3 070 000	114,1	558 000	99,7	1 095 000	99,9	4 723 000	108,
8 BECHAR	0	0,0	325 230	0,0	72 900	40,0	398 130	40,
11 TAMANRASSET	0	0,0	0		105 181	0,0	105 181	16,4
12 TEBESSA	9 550	44,1	10 350	56,4	0	0,0	19 900	49,7
17 DJELFA	10 470	76,4	1 890	63,0	850	65,4	13 210	73,4
28 MSILA		0,0		0,0		0,0	0	0,
30 OUARGLA	938 022	74,5	624 831	66,3	87 311	57,4	1 650 164	70,
32 EL-BAYADH	824	39,2	3 750	46,9	5 581	0,0	10 155	46,
33 ILLIZI	713	30,2	10 833	27,0	6 646	27,0	18 192	27,
37 TINDOUF	0	0,0	10 977	27,3	353	0,0	11 330	27,
39 EL-OUED	1 823 080	74,0	498 990	69,0	430 030	68,0	2 752 100	72,
40 KHENCHELA	35 300	79,7	41 670	67,1	6 900	60,8	83 870	71,
45 NAAMA	436	0,0	6 069	29,7	0	0,0	6 505	29,
47 GHARDAIA	240 000	50,8	100 000	55,4	264 000	54,0	604 000	52,
TOTAL ALGERIE	6 139 055	87.9	2 201 706	64.2	3 0 19 488	49.6	11 360 249	68.

Annexe 2 :production de dattes et rendements (MARD, 2021).
--

# Annexe 3 : Répartition de la production des dattes en 2019 (MARD, 2021).



Annexe 4 :Nombre et poids d'organes de palmiers dattiers(Chehmaet al.,	2000;
SEBIHI, 2014)	

Organes de palmier dattier	Moyenne par palmier/an	poids (kg)	kg/an/palmier
Lif	/	/	1.15
Cornefs	17	0.228	3.876
Jridsèches	22	1.04	22.88
		Total	27.906

Annexe 5 : Tonnage de palmier dattier au niveau wilaya et national.

Organes de palmier dattier Tonne/an	Tonnage wilaya	Tonnage national
Lif	1,495	21,850
Cornefs	5,039	73,644
<i>Jrid</i> sèches	29,744	434,720
Total	36,278	530,214

#### Annexe 6 : Les produits chimiques



#### Annexe 7 : L'analyse de MEB, ATG et DR



الجمهورية الجزائرية الديمقر اطية الشعبية République Algérienne Démocratique et Populaire وزارة التعليم العالي والبحث العلمي Ministère de l'Enseignement Supérieur Et de La Recherche Scientifique

Faculté des sciences de la nature et de la vie et sciences de la terre



كلية علوم الطبيعة والحياة وعلوم الأرض

قسم البيولوجيا

Département de Biologie

Université de Ghardaïa

Ghardaïa le :. OG. 1.1.1.1.2.02 Y

#### Rapport : Correction du mémoire

Enseignant (e) (s) Chargé (e) de la correction :

Nom et prénom l'examinateur et Signature	Nom et prénom de président et Signature
Mine. LAGHOUITER Dum Kelthoum	M. BELGUIDOU'M Mahdi

Thème : Valorisation des sous-produits du palmier dattier

par extraction et caractérisation de la cellulose nanocristaux(CNC).

Après les corrections apportées au mémoire, L'étudiant :

DADDIOUAMEUR Taha

Est es autorisé à déposer le manuscrit au niveau du département.

Signature



### Autorisation d'impression finale d'un mémoire de master

	Nom et prénom	Signature
Examinateur	LAGHOUITER Oum Kelthoum	dore
Encadrant	M. BABAARBI Ilyes	Afrain

Soussigne M. BELGUIDOUM Mahdi

Président de jury des étudiants : ADDOUNE Bachir et MOSBAH Kacem

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie chimique

**Thème :** Valorisation des sous-produits du palmier dattier par extraction et caractérisation de la cellulose nanocristaux (CNC).

Autorise les étudiants mentionnés ci-dessus à imprimer et déposer leurs manuscrit final au niveau du département.

Ghardaïa le: 06/11/202 4

Président de jury

Le chef de département

