

# Biopolymères

## Protocoles et Méthodes

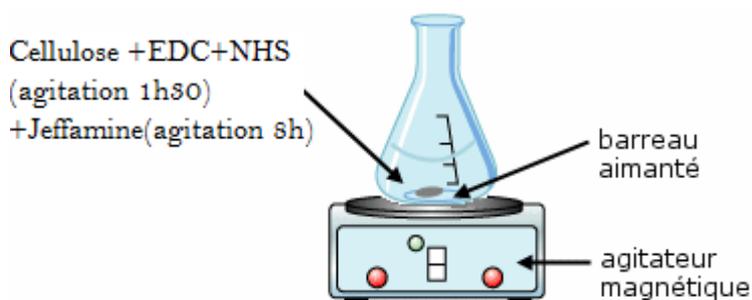
L'objectif de notre PSE était de synthétiser un fluide rhéofluidifiant à base de Cellulose. Pour cela nous avons suivi le protocole suivant :

### 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

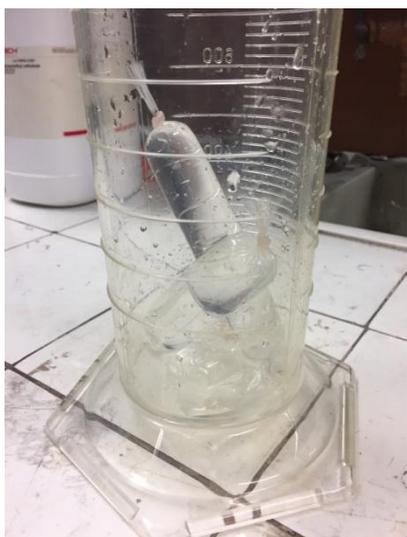
**Tableau 1.** Quantités de réactifs selon l'équivalent par rapport aux fonctions acide carboxylique de la cellulose choisi



**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.