

# ELABORATION D'UN MATERIAU COMPOSITE PECTINE/ HYDROXYAPATITE

O. Sebaoui<sup>1</sup>, R. Moussaoui<sup>1</sup>, H. Kadi<sup>1</sup>, M. Fiallo<sup>2</sup>, P. Sharrock<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Laboratoire de Chimie appliquée et Génie Chimique, Université M. Mammeri de Tizi-Ouzou, Algérie. Sebaouiouiza@live.fr

<sup>2</sup>Laboratoire SIMAD LU 50, Université de Paul Sabatier, France

## RÉSUMÉ

L'un des problèmes des substituts osseux en céramique d'hydroxyapatite est leur fragilité. Ainsi, ils risquent d'être endommagés lors de leur mise en place par le chirurgien. Notre objectif est de développer un matériau composite Pectine/Hydroxyapatite doué de propriétés mécaniques très importants, afin de les rendre plus résistants aux contraintes de compression. Les résultats d'essais mécaniques ont montré que les céramiques seules sont fragiles, néanmoins, lorsqu'elles sont renforcées avec de la pectine leur résistance est devenue intéressante. Aussi, l'ajout d'agents de solidification à propriétés mécaniques tel que : talc, borax, glycérol a permis de rendre le composite encore plus résistant à la rupture.

**Mots Clés:** *Hydroxyapatite, Pectine, Composites Pectine/Hydroxyapatite, Propriétés mécaniques.*

## 1. INTRODUCTION

L'os est une structure dynamique qui possède la propriété de se renouveler et de se reconstruire. Lorsque le renouvellement naturel du tissu osseux n'est pas possible suite à une fracture importante, un traumatisme ou une exérèse de tumeur, les chirurgiens font appel aux greffes osseuses. En raison des difficultés rencontrées par l'utilisation de greffes osseuses (risque de morbidité et transmission virale,...), les orthopédistes et dentistes se tournent de plus en plus vers l'utilisation des matériaux de comblements synthétiques ou d'origine naturelle contrôlée [1,2]. Les céramiques à base de phosphate de calcium tel que l'hydroxyapatite (HA) est les plus employés en orthopédie. Ces biomatériaux implantés posent le problème de leur devenir dans l'organisme : bio tolérance, biofonctionnalité. Pour mieux contrôler l'intégration et obtenir des biomatériaux qui assurent un service amélioré, en termes de qualité, la complémentarité de la recherche fondamentale et appliquée est indispensable, parmi lesquels, les composites polymère/minéral [3]. C'est dans ce contexte que nous avons voulu élaborer un nouveau biomatériau composite, sous forme de bloque (rectangle ), on utilisant le polymère « pectine » comme matrice et l'hydroxyapatite (HA) comme composé minéral. Pour préparer nos composites nous avons mélangé la poudre d'hydroxyapatite avec un gel de pectine en présence des agents de solidification (talc, borax, glycérol,...etc). Ces matériaux ont été ensuite subis des tests de résistance à la rupture en compression.

## 2. Matériels et Methodes

### 2.1. Poudre d'apatite

La poudre d'apatite que nous avons utilisée pour préparer nos céramiques a été fournie par MCP (Matériel Calcium Phosphate de Toulouse), elle est composée de 70% d'hydroxyapatite et 30% de TCP. Nous avons travaillé avec une poudre d'apatite dont les particules sont inférieures à 65µm. Nous avons préparé cette poudre d'apatite au laboratoire par tamisage humide d'une suspension de poudre d'apatite de départ, composé de particules de granulométrie variable, dans l'eau distillée. Après sédimentation, la poudre a été séparée de l'eau puis séchée à l'air pendant 10 jours.

### 2.2 Pectine

La pectine utilisée dans notre travail a été extraite à partir de zeste de citron selon les étapes suivantes :

#### *Préparation de la poudre du zeste de citron*

Le citron utilisé dans cette étude a été récolté durant les mois de Mars / Mai 2013 et il est issu du commerce algérien. La poudre de zeste de citron a été obtenue par la méthode suivante : Les peaux ont été séparées de l'endocarpe à l'aide d'un couteau après lavage. Dans un premier temps, ces peaux ont été découpées en dés et séchées à une température de 60°C dans un séchoir (marque Retsch) sous convection forcée. Ces écorces ont été ensuite triturées à l'aide d'un broyeur (marque Samap). La poudre obtenue a été conservée dans des boîtes hermétiques à une température de 4 à 6 °C jusqu'à utilisation.

#### *Extraction de la pectine [4]*

Le système d'extraction utilisé est composé d'un réacteur cylindrique qui contient le mélange réactionnel (zeste de citron + solvant) muni d'un réfrigérant afin d'obtenir un reflux total. Ce réacteur baigne dans un cristalliseur rempli d'huile de silicone déposé sur une plaque chauffante munie d'une agitation magnétique. La prise d'essai soumise à l'extraction est de 5g. Cette quantité de poudre de zeste de citron est introduite dans le réacteur contenant de l'eau distillée. Le pH de la solution obtenue est ensuite ajusté en ajoutant de l'acide.

#### ✓ *Filtration sous vide*

Chaque extraction est suivie d'une filtration sous vide et à chaud pour isoler le gâteau de la solution où le vide est assuré par une trompe à eau. Le filtrat obtenu est refroidi à 4°C et coagulé pendant 24 heures en lui ajoutant un volume équivalent d'éthanol 95,5 %. La pectine ainsi coagulée a été séparée par filtration sous vide, lavée avec de l'éthanol acidifiée 70 %, puis avec l'éthanol 70 % et enfin avec l'éthanol 95,5 %. La pectine obtenue est sous forme de gel.

#### ✓ *Séchage du gel obtenu*

Le gel récupéré a été séché avec un séchoir à lit fluidisé à une température de 35 à 40 °C sous convection forcée jusqu'à obtention d'une masse constante. La pectine obtenue est sous forme d'un film fin.

✓ *Broyage du film (polymère)*

La pectine obtenue sous forme d'un film a été broyée avec un Moulinex à café afin d'obtenir une poudre fine qui, elle a été conditionnée dans des boîtes hermétiquement fermées à une température inférieure à 10 °C.

### 2.3. Analyse de la composition de pectine

La composition de la pectine en monosaccharides a été évaluée par HPAEC (High Pressure Anion Exchange Chromatography) sur un ICS 3000 (Dionex, USA) équipé d'une détection ampérométrique pulsée et AS 50 échantillonneur automatique.

### 2.4. Préparation des composites Pectine/Hydroxyapatite

Pour préparer nos composites nous avons mélangé la poudre d'hydroxyapatite avec un gel de pectine en présence des agents de solidification (talc, borax, glycérol,...etc). Le mélange homogène obtenu a été moulé sous forme rectangle d'environ 20 mm de longueur et 18 mm de largeur et 26 mm de hauteur, séché à l'air pendant une nuit. Nous avons ensuite déterminé la densité de chacun des composites afin de choisir l'agent qui permet d'obtenir des composites de densité élevée et possédant de bonnes propriétés mécaniques en compression.

### 2.5. Tests mécaniques

Pour déterminer les propriétés mécaniques des composites, nous avons réalisé des tests de résistance à la rupture en compression. Nous avons mesuré la force ou la contrainte (N/mm<sup>2</sup>) en fonction de la déformation (%). Ces essais mécaniques ont été réalisés sur une machine de type (ZWICK/ROELLE). Cette machine est munie d'un capteur de force assistée par ordinateur à l'aide d'un logiciel. Lors de l'essai de compression, la déformation du matériau en fonction de l'effort appliqué est enregistrée. La courbe contrainte- déformation est obtenue.

### 2.6. Mesure de la résistance à la rupture

La résistance à la rupture en compression exprimée en Pa ou MPa a été calculée par la formule suivante :

$$R_r \text{ (MPa)} = F_{\max} \text{ (N)} / S \text{ (mm}^2\text{)} \quad \text{tel que}$$

F est la force maximale à la rupture

S la surface de rectangle :  $S = L * l$  tel que

L : est la longueur de composite

l: est la largeur de composite

## 3. Résultats et discussion

### 3.1. Composition en monosaccharides de la pectine

L'analyse par HPAEC a indiqué que notre pectine se compose de cinq monosaccharides caractéristiques de la structure de la pectine: acide galacturonique (36,2% ± 2,1), glucose (32,7% ±

1,6), arabinose ( $15,80\% \pm 1,8$ ); galactose ( $10,2\% \pm 1,6$ ) et rhamnose ( $5,1\% \pm 1,3$ ). Cette analyse a confirmé que notre procédé d'extraction n'a pas d'influence sur la composition totale en monosaccharides puisque les écarts types relatifs sont inférieurs à 3% pour l'ensemble du processus d'extraction.

### 3.2 Essais mécaniques

#### 3.2.1. Préparation des composites

La figure 1 présente la forme des composites avant le test de résistance à la rupture en compression.



FIGURE 1. La forme des composites

#### 3.2.2. Courbe contrainte- déformation

La forme de la courbe donner par le logiciel pour chaque composite est illustrée par la figure 2 (exemple : composite pectine/hydroxyapatite plus talc).

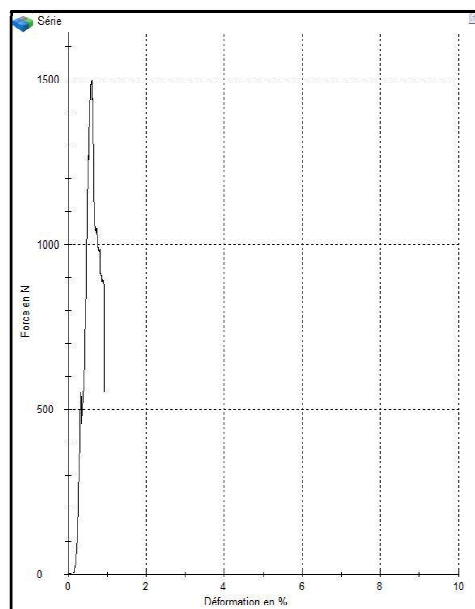


FIGURE 2. Courbe de contrainte – déformation

### 3.2.3. Résistance à la rupture en compression des composites

Les résultats de la résistance à la rupture (Rr) et la densité des matériaux à base de l'hydroxyapatite seul et à base de l'hydroxyapatite/ pectine ainsi que avec l'ajout des agents de solidification sont donnés par le tableau 1.

TABLEAU 1 : Résistance à la rupture en compression des composites

Composite	densité	résistance à la rupture (Rr (MPa))
HA seul	1.68	0.30
HA / pectine	1.52	2.58
HA/ pectine plus talc (10%)	1.70	3.53
HA /pectine plus silicate (10%)	1.46	2.42
HA / pectine plus glycérol (10%)	1.51	1.60

Ces résultats montrent que les céramiques à base de l'hydroxyapatite seules sont fragiles, leur résistance est améliorée en présence de la pectine. Ces résultats montrent aussi que le talc est l'agent de solidification qui permet d'obtenir des composites plus résistants avec une densité élevée.

## 4. CONCLUSIONS

Le travail réalisé a été consacré, en première lieu, à l'extraction de la pectine en vue d'être utilisé comme charge ultérieurement. Nous avons ensuite élaboré des composites à base de pectine/hydroxyapatite. Ces composites ont subi le test de résistance à la rupture en compression. Les résultats obtenus ont montré que l'utilisation de la pectine renforce les propriétés mécaniques de ces composites aussi que le type d'agent de solidification est un paramètre important à prendre en compte afin d'avoir des matériaux composites plus résistants.

## REFERENCES

- [1] H. Aoki. Medical applications of hydroxyapatite. Tokyo, St. Louis: *Ishikayu Euro America Inc.* 1994.
- [2] C.Schwartz. Bilan d'utilisation des substituts osseux de synthèse en chirurgie orthopédique et en traumatologie. *e.mémoires de l'académie nationale de chirurgie*, 9, 76-86, 2010.
- [3] K.Rezwana,Q.Z. Chena, J.J. Blakera, A.R.Boccaccinia.Biodegradable and bioactive porous polymer/inorganic composite scaffolds for bone tissue engineering.*Biomaterials*, 27, 3413-3431,2006.
- [4] Kratchanova, M., Pavlova, E. & Panchev, I. The effect of microwave heating of fresh orange peels on the fruit tissue and quality of extraction pectin.*Carbohydrate Polymers*, 56, 181-185, 2004.