

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE SALAH BOUBNIDER CONSTANTINE 3



FACULTE DE GENIE DES PROCEDES
DEPARTEMENT GENIE PHARMACEUTIQUE

N° d'ordre :... ..

Série :... ..

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie pharmaceutique

Mémoire de Master

Thème

**ETUDE DE L'INTERCALATION D'UNE BIOMOLECULE PAR
L'HYDROTALCITE: Synthèse et caractérisation.**

Dirigé par:

M^{me} Y. BENAIDJA

Grade: MAA

Présenté par :

ADJEMI Keltoum

MESSLEM Nedjla

Année Universitaire : 2016/2017

Session(Juin)

Sommaire

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I : Etude bibliographique

Introduction	3
I.1 Les argiles	3
I.1.1. Généralité	3
I.1.2. Définition des argiles	3
I.1.2.a. Les argiles cationiques	4
a.1.Classification des argiles	5
a. 2. La montmorillonite	7
I.1.2.b. Les argiles anioniques	7
b.1.Les hydroxydes doubles lamellaires ou (Hydrotalcites)	8
b.1.1.Description structurale	8
b.1.2.La nature de M'' et M'''	10
b.1.3. L'espace interfeuille	11
b.2.Méthodes de synthèse usuelle	12
b.2.1. Co-précipitation directe	13
b.2.2. Echange anionique	13
b.2.3.Reconstruction	14
I.1.3.Applications des hydroxydes doubles lamellaires.....	14
I.1.4. Propriétés des HDLs	15
I.1.4.a.La capacité d'échange anionique (CEA).....	15
I.1.4.b. Surface spécifique (S_{sp})	15
I.2.Les Agents pharmaceutiques.....	16

I.2.1.Les produits anti-inflammatoires	16
I.2.1.a. Anti-inflammatoires stéroïdiens (AIS)	16
I.2.1.b. Anti-inflammatoires non stéroïdiens AINS	17
I.2.2.Diclofénac de Sodium	18
I.3.L'adsorption	20
I.3.1.Définition	20
I.3.2.Types d'adsorption	20
I.3.3.Isothermes d'adsorption	21
I.3.4.la désorption	22
I.4.Synthèse bibliographique	23

Chapitre II : Partie expérimentale

II.1. Matériels et méthode	25
II.1.1. Matériels utilisés	25
II.1.2. Les produits utilisés	25
II.2. synthèse de l'hydrotalcite Mg-Al -CO ₃	26
II.2.1.Préparation de l'HDL calciné (HTc)	26
II.2.2.Mg. Al. Diclofénac de Sodium	26
II.3 .Les techniques de caractérisation	28
II.3.1.La spectrophotométrieUV-Visible	28
II.3.2. La Spectroscopie Infrarouge a Transformée de Fourier (IRTF)	28
II.3.3.L'analyse thermique	29
II.4.Détermination des propriétés de libération des HDL	30
II.4.1. Etalonnage des solutions	30
II.4.2. Détermination du point isoélectrique de HDL	30

II.5.Etude de la cinétique de libération d'HDL –Diclofénac	30
II.5.1.Modélisation de la cinétique	31
II.5.1.1.Modèle de pseudo-premier ordre(PPO)	31
II.5.1.2.Modèle de pseudo-second ordre (PSO)	32
II.5.1.3.Modèle d'Élovich.....	33
II.5.1.4.Modèle de la fonction puissance	34
II.5.1.5.Modèle de diffusion parabolique	34
 Chapitre III : Résultats Et discussion	
III.1.Technique de caractérisation des HDLS	35
III.1.1.La Spectroscopie IR à transformée de Fourier (IRTF)	35
III.1.2.Analyse thermique	39
III.1.3 Analyse de diclofinac du sodium par la spectrophotométrie UV-visible.....	42
III.2.Détermination du point isoélectrique de HDLs	43
III.3.Etude de libération de diclofénac de sodium à partir des HDL-Diclofénac du sodium...45	
III.3.1.Modélisation mathématiques des profils de libération	46
Conclusion générale.....	51
Référence bibliographique.....	53
Annexe.....	59

Liste des Tableaux

Tableau I.1: Schéma simplifié montrant la classification des principaux groupes de minéraux Argileux et de leurs espèces (Jasmund et Lagaly, 1992).....	6
Tableau I.2 : Propriétés physico-chimiques du diclofénac de sodium.....	19
Tableau III.1 : Bande de vibrations obtenues pour les phases Mg-Al non calcinée et calcinée, intercalé par le DS et le diclofinac de sodium.....	39
Tableau III.2: Résultats expérimentaux des pertes de masse de Mg-Al calciné,Mg-Al-CO ₃ nom calciné,Mg-Al-DS et diclofénac du sodium.....	42
Tableaux III.3 : Constantes du modèle de pseudo 2eme ordre de la cinétique de l'intercalation de diclofénac du sodium pour PH=4 et PH=7.....	49
Tableaux III.4 : Constantes de modélisation de la cinétique de libération.....	50
Tableau A.2.1: courbe d'étalonnage pour PH =4.....	61
Tableau A.2.2 : courbe d'étalonnage pour PH =7.....	61
Tableau A.3.1: Données expérimentales du point isoélectrique d'argile (calciné).....	62
Tableau A.3.2: Données expérimentales du point isoélectrique d'argiles(nom calciné)....	62
Tableau A.4 : Perte de masse en fonction de temperature des phases :calciné,nom calciné,intercalé et diclofénac du sodium.....	63
Tableau A.5.1: Données expérimentales de la cinétique de libération du diclofénac de sodium à pH=4.....	64
Tableau A.5.2: Données expérimentales de la cinétique de libération du diclofénac de sodium à pH=7.....	64

المخلص:

هذه الأيام تطبيق المواد الطينية يعرف تطورا كبيرا في جميع المجالات الصناعية تمثل ميدان المحفزات والامتصاص /الادمصاص والميدان الصيدلاني وهو محور تخصصنا. إن الهدف الرئيسي هو طريقة اعداد الطين الايوني واستعمالها في إقحام و تحرير الجزيئات الحيوي، المقحمة بالديكلوفيناك الصوديوم $Mg-Al-CO_3$ الطين الأيوني خيارنا يتعلق بطريقة إعادة البناء (مضاد للالتهاب الغير الستيرويدية). لقد أظهرنا أنه من الممكن صناعة المواد الطينية $Mg-Al-CO_3$ ابتداءا من الأملاح المعدنية (ثلاثية و ثنائية التكافؤ)و المقحمة من قبل الديكلوفيناك. ولمعرفة مميزاتها استعملنا تقنيات مختلفة مثل (FTIR، AT). أظهرت النتائج المتحصل عليها أن الطين أيوني ينتمي إلى عائلة من hydrocalcite، وتقنية FTIR (امتصاص الأشعة تحت الحمراء) تؤكد وجود ال أيونات CO_3^{2-} الأولية قبل الاحتراق و COO^- بعد إعادة بناء الطين الايوني ومنه نتأكد من وجود الديكلوفيناك في هذه الطين. وبعد تحرير الديكلوفيناك عن طريق الطين الأيوني عند درجة حموضة المعدة والأمعاء في درجة حرارة جسم الإنسان ° 37C نتأكد من درجة الحموضة المناسبة لتحرير الديكلوفيناك هي pH=7.

الكلمات المفتاحية :

- الطين الايوني , ديكلوفيناك الصوديوم , الامتصاص /الادمصاص , الاقحام .

Résumé

De nos jours l'application de matériaux argileux connaît un grand essor dans tous les domaines industriels aussi bien dans la catalyse l'adsorption/ la désorption, le génie pharmaceutique qui est notre domaine. Notre présent travail a pour objectif principale le mode de préparation et l'application des argiles anioniques dans l'intercalation et la libération des biomolécules, notre choix porte sur le diclofinac de sodium (anti-inflammatoire non stéroïdien) et l'hydrocalcite $Mg-Al-CO_3$ par la méthode de reconstruction. Nous avons montré qu'il est possible de synthétiser à partir des sels métalliques (trivalent et divalent) les matériaux argileux de type $Mg-Al-CO_3$ et d'intercaler par le diclofinac ($Mg-Al-DS$) et caractérisées par différentes techniques telle que (IRTF, AT). Les résultats obtenus montrent que l'argile anionique appartient a la famille de l'hydrocalcite, Les bandes d'absorption en IR confirment la présence des anions initiaux CO_3^{2-} avant la calcination et les anions COO^- après reconstruction de la phase initiale confirment l'intercalation avec le diclofinac. Le processus de la libération a été suivi en fonction du pH du milieu gastrique et intestinal et à température contrôlée 37°C proche de la température du corps humain, le pH favorable pour les mesures de libération est le pH 7.

Mots clés:

Hydroxyde double lamellaire (HDL), diclofinac de sodium (DS), Adsorption/Désorption, intercalation.