



Département de Génie Mécanique

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de :

MASTER

En Génie Mécanique

Option : Génie des Matériaux

Présenté par :

FALI Allaoua & MERZOUG A/aziz

Thème

Etude de l'effet du traitement sur le comportement physico-chimique et mécanique d'une fibre végétale

Devant le jury composé de :

NOM et Prénom	Grade	Qualité
Rahmouni.Z	Professeur	Président
Moussaoui.N & Rokbi.	MAA	Encadreur
Benkherbeche.H	MCB	Examineur
Mechta	DOC	Examineur

Année Universitaire : 2018 / 2019

N° d'ordre : GM/...../2019

Remerciements

La présente étude a été réalisée au niveau du laboratoire de moulage , au département de Génie des mécaniques, Faculté de Technologie de l'Université Msila.

*Je voudrais tout d'abord à remercier mon encadreur madame l'enseignante **Moussaoui Nafissa**, pour m'avoir suivie, je tiens à souligner sa disponibilité, le soutien qu'elle m'a apporté ces idées son expérience et la confiance qu'elle m'a accordé.*

*Comme j'exprime mon respect et mes remerciements aux membres de jury, Monsieur le professeur **Rahmouni.Z**, Monsieur l'enseignante **Benkherbeche.H** ainsi que Monsieur l'enseignant **Meddah**, pour avoir accepté d'examiner mon travail et de l'avoir commenté.*

Je remercie aussi la technicienne du laboratoire de moulage , pour avoir mis à ma disposition tous les appareillages dont j'avais besoin.



Sommaire	page
Remerciements	I
Sommaire	II
Liste des tableaux	III
Liste des figures	IV
Introduction Generals	01

Chapitre I : Généralité sur les fibres végétales

I.1. Introduction.....	4
I.2. Les fibres naturelle.....	4
I.2.1. Définition.....	4
I.2.2. Classification des fibres naturelle.....	4
I.3.1. Définition des fibres végétales.....	5
I.3.2. Classification des FibresVégétales.....	5
I.3.2.1. Les fibres defeuilles.....	5
I.3.2.2. Les fibres detiges.....	6
I.3.2.3. Les fibres debois.....	9
I.3.2.4. Les fibres desurface.....	9
I.4. Structure de la fibre végétale.....	11
I.5. Composition chimique de la fibre végétale.....	12
I.5.1. La Cellulose.....	12
I.5.2.Hémicellulose.....	1
I.5.3.Lignine.....	12
I.5.4.Pectines.....	12
I.5.5.Extractibles.....	13

I.6 .Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales.....	13
I.7.Applications des fibres végétales.....	15
I.7.1.En automobile	15
I.7.2.En construction	15
I.7.3.En Infrastructure.....	15
I.7.4.Autres applications	15
I.8. Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales.....	15
conclusion.....	16

Chapitre II:méthodes d'extraction des fibres végétales

II-1-Introduction	18
II-2. Extraction des fibres végétales.....	18
II-2.1. Les prétraitements	18
II-2.3.L'extraction mécanique.....	18
II-2.3.1.Le teillage.....	18
 II-2.3.2.Par déflexion.....	19
II-2.3.3. Par laminage.....	19
II-2.3.4. Par explosion à la vapeur.....	19
- Le vapocraquage	20
-La décompression explosive.....	20
II-2.4L'extraction chimique.....	20
II-2.4.1.Procédé Kraft.....	20
II-2.4.2.Procédé au bisulfite.....	21
II-2.4.3.Procédé acide.....	21
II-2.4.4.Procédé Soude-Anthraquinone.....	21
II-2.4.5. Procédé à la soude.....	21
II-2.4.6.Procédé au sulfate neutre de sodium	21
II-2.5. L'extraction biologique	22

II-2.5.1.Le rouissage à terre.....	22
II-2.5.2.Le rouissage à l'eau.....	22
II-2.5.3.Par action microbienne.....	23

Chapitre III : Adhésion renfort –matrice

III.1-Introduction.....	25
III.2structure des composites.....	25
III.2.1.renforts fibreux.....	25
III.2.2Matrices.....	
III.3 Modification de surface du renfort végétal.....	26
III.2 .1.Prétraitement des fibre.....	26
III.2 .2.Traitementphysiques	26
III.2 .2.1.Traitementplasma.....	27
III.2 .2.2.Traitementcorona	28
III.2 .2.3.Traitement sous rayonsgamma.....	28
III.2 .2.4.Traitement sous rayonnement Ultraviolet.....	29
III.2 .3.Traitementchimiques.....	29
III.2 .3.1Traitement des fibres par mercerisation	29
III.2 .3.2.Traitement par agent decouplage.....	30
a)Les silanes	31
b) Le polypropylène greffé par de l'anhydride maléique(PP-g-AM).....	32
c)Lepermanganate.....	32
d)L'anhydrideacétique.....	33
e)-Les Isocyanates.....	34

Chapitre IV : Etude expérimentale

IV.1.Introduction.....	36
IV.2 Matériaux utilisés	

IV.2.1. Produits chimiques utilisés.....	36
IV.2.2. Fibres de DISS.....	37
IV.3. Procédure expérimentale.....	38
IV.3.1. L'extraction chimique des fibres.....	40
IV.3.2. les traitements physico-chimiques des fibres de Diss.....	41.
IV.3.2.1 Traitements chimiques.....	41
IV.3.2.2 Traitement physique.....	42
IV.4 Les méthodes de caractérisation.....	43
IV.4.1. Caractérisation physique	43
IV.4.1.2 Détermination de la section.....	44
IV.4.2 Caractérisation mécanique	45
IV.4.2.1. préparation des éprouvettes de traction.....	45
IV.4.2.2 Essai de traction sur les fibres	46
IV.4.3 Caractérisation chimique	47
IV.4.3.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF.....	47

Chapitre V : Résultats et Discussions

V.1. Introduction.....	49
V.2. Propriétés Physique.....	49
V.2.1. Densité des fibres.....	49
V.3 .Morphologie des fibres traitées.....	50
V.4. Caractérisation mécanique.....	50
V.4.1 Paramètres mécaniques.....	52
V.5 Spectroscopie infra rouge.....	56
Conclusion générale.....	59

Listedestableaux

Pages

Tableau 1.1. Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales [9, 24].....	13
Tableau 1.2. représente les caractéristiques mécaniques de quelques fibres végétales.....	14
Tableau 1.3. Les avantages et les inconvénients des fibres végétales.....	15
Tableau IV.1. la densité de fibre.....	44
TableauV.2. Propriétés physiques et mécaniques de quelques fibres végétales.....	54
l'étude des fibres végétales par spectrométrie infrarouge	56
TableauV.3.	

Listedesfigurespage

Figure I.1. Classification des fibres naturelles selonà l' origin.....	4
Figure I.2. Fibre d'abaca.....	5
Figure I.3: Fibre de sisal.....	6
Figure I.4: Fibre de palmier dattier.....	6
Figure I.5: Fibre de jute.....	7
Figure I.6: Fibre de lin.....	8
Figure I.7: Fibre de chanvre.....	8
Figure I.8: Fibre de kénaf.....	9
Figure I.9: Fibre de bambo.....	9
Figure I.10: Fibre de coton.....	10
Figure I.11: Fibre de coco.....	10
Figure I.12: quelques exemples de tissus de fibres végétale.....	11
Figure I.13. Structure de la fibre végétale.....	11
Figure I.14. Modèle de la description de structure d'une fibre végétale.....	12
Figure I.15 : Représentation schématique d'une fibre de boi.....	13
Figure. II.1 Echang pour teillage manuel (a) cylindres cannelées pour teillage mécanique (b) [37,38]...19	19
Figure. III.1. Schéma Traitement des fibres par une solution de soude.....	30
Figure. III.2. Schéma Principe d'interaction fibre naturelle/silane.....	31
Figure. III.3. Schéma .Activation du greffage Polymère (NR)/cellulose par le permanganate.....	32
Figure. III.4.Schéma. Réactions d'acétylation de la fibre végétale.....	33
Figure. III.5. Schéma. La réaction entre la surface lignocellulosique et les isocyanates.....	34
Figure. IV.1. Plante de DISS à l'état naturel.....	37
Figure IV. 2 : Composition chimique des fibres de Diss en matière sèche (% en poids).....	38
Figure. IV.3. Préparation de solution NaOH.....	39
Figure. IV.4. Fibre de DISS : a) avant et b) après immersion dans la solution NaOH.....	39
Figure. IV. 5. Procédé mécanique pour extraction les fibres.....	40
Figure. IV.6. Traitement thermique l'étuvage.....	40
Figure. IV.7. Fibre de DISS traité par 3% NaOH.....	41

Figure. IV.8 Fibre de DISS traité par l'anhydride acétique.....	42
Figure. IV.9 Micro-onde à fréquence fixe.....	43
Figure. IV.10 balance analytique (M du pycnomètre + M de l'éthanol).....	44
Figure. IV.11 :Machine de traction.....	45
Figure. IV.12 : éprouvette de traction, (a) avant (b) après l'essai de traction.....	46
Figure. IV.13 :Schéma représentant 2 types différents de courbes de traction.....	47
Figure V.1 : Morphologies des fibres obtenues par les différents traitements.....	50
Figure V.2 courbe contrainte/ déformation des fibres de Dis traitées avec NaOH 3% 4.....	51
Figure V.3 Superposition des courbes contrainte-extension de la fibre DISS en traction Avec l'anhydride acétique 4h.	51
Figure. V.4 Evolution des paramètres de la fibre de DISS en fonction du diamètre	53
Figure. IV.5 Histogrammes de l'évolution des modules de Young de différentes nuances de fibres Diss.....	55
Figure. IV.6 Histogrammes de l'évolution des contraintes de différentes nuances de fibres Diss.....	55
Figure V.7 : Comparaison des spectres IR entre 520 cm^{-1} et 4900 cm^{-1} en fonction des traitements ; Micro-onde, NaOH , Anhydride acétique et sans traitement.....	57

Références bibliographiques

- [1] Sciences Des Matériaux / TD : 2 séances / 2: Généralités sur les renforts des matériaux composites
- [2] Jean-Marie Berthelot. Mécanique des Matériaux et Structures Composites. Institut Supérieur des Matériaux et Mécaniques Avancés. Le Mans. France.
- [3] Jérémie AUCHER, « Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable i », Thèse de doctorat. Institut National des sciences Appliquées de Rouen, 2009.
- [4] Mustapha Malha, « Mise en oeuvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites : polymère thermoplastique renforcé par des fibres de Doum », Université Mohammed V – AGDAL, Mars 2013.
- [5] A. Blaga – Les plastiques thermodurcissables. The Editors of Modern Plastics Encyclopedia. New York, 1975. Cours sur les matériaux composites par Nadia Bahlouli- IPST – U. Strasbourg.
- [6] M. Chatain – Matériaux composites : Présentation générale (AM 5000). Techniques de l'Ingénieur, 2005
- [7] A. Blaga – Les thermoplastiques. The Editors of Modern Plastics Encyclopedia. New York, 1975.
- [8] M. Piperand – Matières Dobracginsky, J.P. Trotignon, J. Verdu, A.
- [9] plastiques : Structures, propriétés, mise en œuvre et normalisation. Nathan, 1996, 15-57.
- [10] A. Larena S. Jimenez de Ochoa, F. Domínguez - Dynamic- mechanical analysis of the photo-degradation of long glass fibre reinforced polypropylene: Mechanical properties' changes. Polymer Degradation and Stability, 2006, 940-946.
- [11] M. Chatain – Plastiques et composites : Introduction (A 3000). Techniques de l'Ingénieur, 2005.
- [12] Cours sur les élastomères – Department of polymer science. University of Southern Mississippi, 1995.
- [13] A. BOUDENNE, "Etude expérimentale et théorique des propriétés thermophysiques de matériaux composites à matrice polymère," Université PARIS XII, 2003.
- [14] R. Velmurgan, S. Solaimurugan (2006). Improvements in mode I interlaminar fracture toughness and in-plane mechanical properties of stitched glass/polyester composite
- [15] "GLOSSAIRE DES MATERIAUX COMPOSITES," Centre d'animation régional en matériaux avancés, 2006.
- [16]. Betriebsanleitung Seviceteile EMCOF1-CNC, catalogue de la machine
- [17] C. Baley- Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites (AM 5130). Techniques de l'Ingénieur, 2005.
- [18] Formation Matériaux - Essais mécaniques : Dimensions des éprouvettes pour essais de traction selon les normes : Thermoplastiques et thermodurcis Dimensions of specimens for tensile testing according to standards: Thermoplastiques and thermosets.

- [19] B. E. H. LY, "Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose," INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE, 2008.
- [20] Andrea STANOULOVIC-DAVIDOVLC, Matériaux biodégradables à base d'amidon expansé renforcé de fibres naturelles - Application à l'emballage alimentaire, Thèse de doctorat, Ecole doctorale de l'Université du Sud Toulon-Var, 2006
- [21] Baali Hafida, « étude de l'effet du traitement chimique des fibres de palmier dattier sur le comportement mécanique du béton polymère », université de M'sila, juin 2014.
- [22] CARMA, « Glossaire des matériaux composites renforcés des fibres d'origine renouvelable », centre d'animation régional en matériaux avancés, Décembre 2006.
- [23] P.V. Joseph, G. Mathew, K. Joseph, G. Groeninckx, S. Thomas – Dynamic mechanical properties of short sisal fibre reinforced polypropylene composites. Composites part A : Applied science and manufacturing, 2003, 275-290.
- [24] C. Baley- Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites (AM 5130). Techniques de l'Ingénieur, 2005.
- [25] Fibre (textiles) - Microsoft® Encarta® 2006. Microsoft Corporation, 2005.
- [26] Thi-Thu-Loan Doan, Shang-Lin Gao, Edith Ma' der- Jute/polypropylene composites.
- [27] A.R. Sanadi, D.F. Caulfield, N.M. Stark, C. Clemons - Thermal and mechanical analysis of lignocellulosic polypropylene composite. The Fifth International Conference on Woodfiber- Plastic Composites, 1999, 67-78. : [28] **G.Allaby, G.W.Peterson, D.A.Merriwether and Y.B.Fu** « Evidence of the domestication history of flax (*Linum usitatissimum* L.) From genetic diversity of the sad2 locus », [29]. Theoretical and Applied Genetics, Vol 112, no 1, pp. 58-65 (Décembre 2005).
- [30]. La culture et l'exploitation du lin disponible sur : <http://boiseau.free.fr/dossiers/lin/exploitationlinpdf.pdf>.
- [31] **S.Msahli** « Etude du potentiel textile des fibres d'Agave Americana L. », Thèse de
- [32] **D.Thi Vi Vi** « Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non », Thèse de Doctorat, Université de Grenoble et Université des sciences de Hochiminh Ville (Juillet 2011).
- [33] **K.Brecc, A.Vellar and W.G.Glasser** « Steam-assisted biomass fractionation I. Process considerations and economic evaluation » Biomass Bioenergy, Vol 14(3), pp.205- 218 (1998).
- [34] **N.Jacquet, C.Vanderghem, C.Blecker and M.Paquot** « La steam explosion : Application en tant que prétraitement de la matière lignocellulosique » Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement, Vol 14(S2), pp.561-566 (2010).
- [35] **X.F.Sun, F.Xu, R.C.Sun, Z.C.Geng, P.Fowler and M.S.Baird** « Characteristics of degraded hemicellulosic polymers obtained from steam exploded wheat straw », Carbohydrate Polymers, Vol 60, pp.15-26 (2005).
- [36] **E.Chornet E and R.P.Overend** « Phenomenological kinetics and reaction engineering. Aspects of steam/ aqueous treatments » In: Proceedings of the International workshop on steam explosion technique: fundamentals and industrial applications, pp.21-58, Milan, Italy (October 1988).

[37].**C.Meirhaeghe**« Evaluation de la disponibilité de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France », Etude réalisée pour le compte de l'ADEME par FibresDoctorat, Université de Haute Alsace (Juillet 2002).

[38].«Lincultivé»,Wikipédia(Sourceélectronique),disponiblesur:http://fr.wikipedia.org/wiki/Lin_cultivé (Novembre 2012)

[39].**J.-M. Berthelot**, Matériaux composites - Comportement mécanique et analyse des structures, 3ème éd. P. 1999, p. 642 p.

[40].Cf. L'évolution du métier à tisser p.16 et La mécanique Jacquard p.17

[41].M. Ragoubi. « **Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne** ». Thèse de doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, Allemagne, 2010,186 p. [En Ligne], disponible surhttp://docnum.univ-lorraine.fr/public/SCD_T_2010_0135_RAGOUBI.pdf

[42].A. Benmabrouk. « **Elaboration de nanocomposites a base de whiskers cellulose et de polymère acrylique par polymérisation in situ** ». Thèse de Doctorat , Institut polytechnique Grenoble(en co-tutelle avec l'université de Sfax ,Tunisie),France, 2011, 250p.

[En Ligne], disponible sur <https://www.hal.inserm.fr/tel-00721813/document>.

[43].D.M.Panaitescu.«**L'Effetdel'interfacedanslescompositesdefibresnaturelleset**

de matières plastiques ». Revue Roumaine de Chimie., Vol .52, n⁰4, 2007, pp. 409-414.

[44].F.G. Torres et M.L. Cubillas. « **Study of the Interfacial Properties of Natural Fibre Reinforced Polyethylene** ». Polymer Testing., Vol. 24, n° 6, 2005, pp.694-698.

[45].S. Berlioz. « **Etude de l'estérification de la cellulose par une synthèse sans solvant. Application aux matériaux nanocomposites** ». Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier-Grenoble1, France, 2007, 294p. [En Ligne].

[46].K.Y. Lee et A. D. Bismarck. « **Greener Surface Treatments of Natural Fibres for the Production of Renewable Composite Materials, in Cellulose Fibres** ». In Cellulose Fibers Chapitre 6, Bio- and Nano-Polymer Composites, Edition: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2011,p.155-178.

[47].X. Yuan, K. Jayaraman et D. Bhattacharyya. « **Effects of plasma treatment in enhancing the performance of wood fiber-polypropylene composites** ». Composites Part A: Applied Science and Manufacturing., Vol. 35,n⁰12, 2004, pp.1363-1374.

[48].Y. Seki et all. « **The influence of oxygen plasma treatment of jute fibres on mechanical properties of jute fiber reinforced thermoplastic composites** ». In 5th International Advanced Technologies Symposium, Karabuk, Turkey. 2009, pp.1-4.

[49].M.N. Belgacem, P. Bataille et S. Sapiéha « **Effect of corona modification on the mechanical properties of polypropylene/cellulose composites**». Journal of applied polymer science., Vol. 53, n⁰ 4, 1994, pp.379-385.

- [50].M. Ragoubi et al. « **Impact of corona treated hemp fibers onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof** ». Industrial Crops and Products., Vol. 31,n⁰ 2, 2010, pp.344-349.
- [51].H.U. Zaman, et al. « **Effect of gamma radiation on the performance of jute fabrics- reinforced polypropylene composites** ». Radiation Physics and Chemistry., Vol.78, 2009, pp.986-993.
- [52].J. Gassan. et V.S. Gutowski. « **Effects of corona discharge and UV treatment on the properties of jute-fibre epoxy composites** ». Composites Science and Technology., Vol. 60, 2000, pp.2857-2863.
- [53].D. Ray et al. « **The mechanical properties of vinyl ester resin matrix composites reinforced with alkali-treated jute fibers** ». Composites Part A: Applied Science and Manufacturing., Vol. 32, 2001, pp. 119-127.
- [54].I. Taha, L. Steuernagel et G. Ziegmann« **Optimization of the alkali treatment process of date palm fibres for polymeric composites**». Composite Interfaces., Vol.14, n⁰7-9, 2007, pp.669-684.
- [55].S. Mishra et al. « **Studies on Mechanical Performance of Biofiber/Glass Reinforced Polyester Hybrid Composites** ». Composites Science and Technology., Vol. 63, 2003, pp. 1377-1385.
- [56].Y. Xie et al.« **Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review** ». Composites Part A: Applied Science and Manufacturing., Vol. 41, n⁰ 7, 2010, pp. 806-8
- [57].M.S. Sreekala. « **Oil palm fiber reinforced Phenol Formaldehyde Composites: Influence of fiber Surface modifications on the Mechanical Performance** ». Applied Composite Materials., Vol.7, 2000, pp.295-329.
- [58].A. P. Haseena, G. Unnikrishnan et G. Kalaprasad« **Dielectric properties of short sisal/coir hybrid fiber reinforced natural rubber composites**». Composite Interfaces., Vol.14, n⁰7-9, 2007, pp.763-786.19.
- [59].P. A. Sreekumar« **Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding** ».Composites: Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 40,2009, pp. 1777-1784.
- [60].A. K. Rana, et al. « **Studies of Acetylation of Jute Using Simplified Procedure and Its Characterization** ».Journal of Applied Polymer Science., Vol. 64, n⁰ 8,1997, pp. 1517-1523.
- [61].C. Albano, J. Gonzalez et M. Ichazo. « **Thermal stability of blends of polyolefins and sisal fiber** ».Polymer Degradation and Stability., Vol.66, 1999, pp.179-190.
- [62].X. Chen et al. « **Synthesis of covalently bonded cellulose derivative chiral stationary phases with a bifunctional reagent of 3-(triethoxysilyl) propyl isocyanate** ». Journal of Chromatography A, Vol. 10, n⁰ 2, 2003, pp. 185-194.
- [63].A. Karmarkar et al. « **Mechanical properties of wood–fiber reinforced polypropylene composites: Effect of a novel compatibilizer with isocyanate functional group** ». Composites: Part A, Applied Science and Manufacturing., Vol. 38, 2007, pp. 227- 233.

[64] .ISO. « **Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC)** ». EN ISO 11357-1:1997 F, Bruxelles, 1997,01p.

[65.]A. Arbelaiz et all. « **Mechanical properties of short flax fibre bundle/poly(3- caprolactone) composites: Influence of matrix modification and fibre content** ». Carbohydrate Polymers., Vol. 64 , 2006, pp.224–232.



INTRODUCTION GENERALE

Le problème croissant des déchets, les normes législatives environnementales ainsi que l'épuisement des ressources fossiles sont à l'origine de l'orientation de la recherche scientifique vers le développement des matériaux verts. A cet égard, depuis plus d'une décennie de nombreux laboratoires et centres techniques à travers le monde réalisent des travaux dans le but de combiner les matériaux d'origine naturelle avec les matières plastiques d'origine fossile.

En outre, les progrès récents dans le génie génétique, la science des composites et le développement des renforts naturels offrent d'importantes possibilités de développer de nouveaux matériaux issus de ressources renouvelables. Des matériaux aux appellations diverses (bio-composite, biodégradable, biocompatible, etc.) ont ainsi vu le jour [1, 2]. De ce fait, des fonds colossaux sont débloqués dans ce sens pour satisfaire la forte demande des marchés.

Dans les dernières années, les matériaux composites à matrice polymérique (thermoplastiques, thermodurcissables ou élastomères) font un grand axe de recherche. Le but initial recherché pour les matériaux composites de la première génération a été essentiellement une amélioration des propriétés mécaniques. Cependant, dans un souci de protection de l'environnement et de la santé publique, les matériaux composites de la deuxième génération tendent à intégrer un caractère écologique (ex : matières recyclables ou biodégradables).

L'utilisation des fibres végétales prend de plus en plus d'ampleur. Elles peuvent permettre aux industriels des matériaux de réduire leur dépendance vis-à-vis du pétrole, grâce à leurs propriétés mécaniques, leur faible densité, leur résistance thermique, leur absorption phonique, leurs propriétés de surface, et leur biodégradabilité. La littérature scientifique a souligné une faible affinité de ces fibres avec les matrices hydrophobes qui génère une mauvaise adhésion entre les deux matériaux. Ce problème d'interface peut être surmonté par un traitement chimique ou mécanique de la fibre naturelle. L'objectif principal de ce traitement est de substituer les groupements hydroxyles polaires de la surface des substrats cellulosiques par des groupements capables de renforcer les interactions avec les matrices polymériques généralement hydrophobes, et permettant même la préparation de composites uniquement à base de fibres cellulosiques (composites continus) [3]. Les voies de la modification chimique des fibres cellulosiques sont multiples, à savoir l'acylation, l'éthérisation, le greffage par copolymérisation, le traitement alcalin, le traitement au silane, le traitement aux isocyanates, etc [4]. Il est à noter que la modification physique des fibres cellulosiques, telles que le traitement avec un faisceau d'électrons [5], les rayons gamma [4], le plasma [6, 7], a été également étudiée par plusieurs équipes de recherche. C'est dans ce contexte que notre étude trouve son intérêt. On se propose

INTRODUCTION GÉNÉRALE



ainsi d'étudier l'effet des traitements sur les propriétés physico chimiques et mécanique des fibres de Dis végétales.

Ce mémoire est structuré en cinq chapitres dont le premier chapitre présente des généralités sur les fibres végétales. La morphologie ; la composition et le comportement mécanique des fibres sont décrites. Le deuxième chapitre présente les méthodes d'extraction des fibres végétales. L'adhésion renfort –matrice, La modification de la surface des charges végétales peut se faire par des méthodes physiques ou chimiques, ceci est détaillé dans le troisième chapitre.

-Le quatrième chapitre décrit les matériaux utilisés ainsi que les techniques expérimentales utilisées.

Le cinquième chapitre est consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués.

Le mémoire se termine par une conclusion générale rassemblant une synthèse des résultats.

The background features a decorative graphic consisting of three overlapping blue circles of varying sizes, arranged in a diagonal line from the top right to the bottom right. Two thin, light blue lines intersect at the top left and extend diagonally across the page, framing the circles and the text.

Chapitre I
*Généralité sur les fibres
végétales*



I.1. Introduction

Les fibres naturelles sont utilisées depuis 3000 ans dans les composites, par exemple dans l'ancienne Égypte, où la paille et d'argile étaient mélangés pour construire des murs. Au cours de la dernière décennie, les composites renforcés des fibres naturelles ont reçu une attention croissante, tant auprès du monde universitaire que de diverses industries [13].

I.2. Les fibres naturelles

I.2.1. Définition

Les fibres naturelles sont des substances filamenteuses issues de végétaux et d'animaux, susceptibles d'être filées pour fabriquer des fils et des cordes. Elles sont tissées, tricotées ou tressées pour confectionner des textiles indispensables à la société [14].

I.2.2. Classification des fibres naturelles

Les fibres naturelles sont pour la plupart d'origine végétale ; animale et minérale (**Fig.I.1**).

.Végétale : extraite de plantes, de fruit et d'arbres comme le coton, le lin, l'agave, le jute, le chanvre, etc.

.Animale : extraites de poil d'animaux comme le mouton, la chèvre, le lama, etc.

.Minérale : on trouve dans la nature des minéraux dont la texture fibreuse. il s'agit d'une matière toxique, comme l'amiante [15].

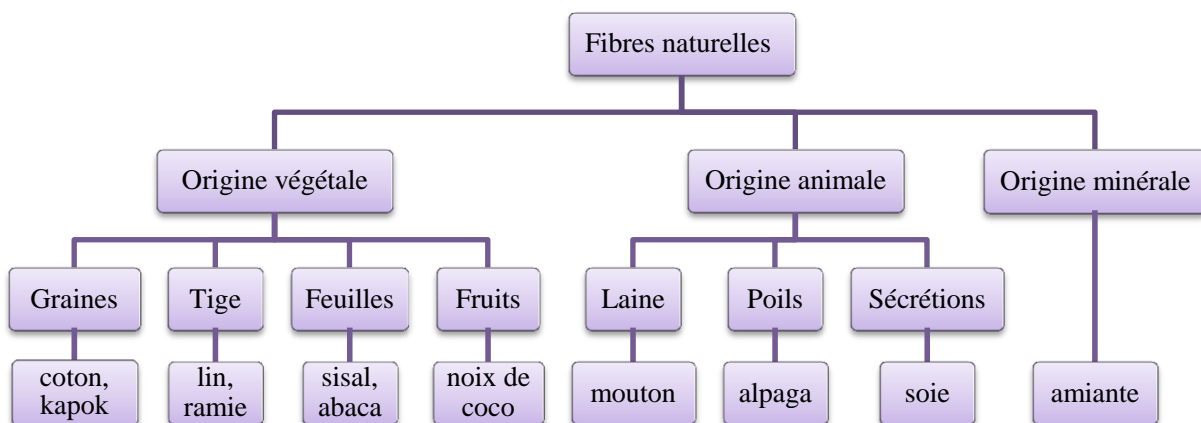


Figure I.1. Classification des fibres naturelles selon l'origine.



I.3.1. Définition des fibres végétales

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. En proportion relativement faible d'extractibles non azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales. Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [16].

I.3.2. Classification des Fibres Végétales

I.3.2.1. Les fibres de feuilles

Ces fibres sont obtenues grâce au rejet des plantes monocotylédones. Les fibres sont fabriquées par chevauchement de paquet qui entoure le long des feuilles pour les renforcer ces fibres sont dures et rigides. Les types de fibres de feuilles les plus cultivées sont [22,23].

a) L'abaca

L'Abaca ou chanvre de Manille est un bananier textile (Musacées) qui pousse aux Philippines : les fibres dans les gaines foliaires forment un pseudo tronc très recherché pour la fabrication de cordages légers et insubmersibles, et aussi de rabanes, nappes, stores, vêtements.

La fibre d'Abaca a une longueur de 6 mm pour un diamètre de 22 μm . Elle est utilisée principalement dans la composition des papiers filtres, des sachets de thé. Ce sont des papiers poreux demandant une bonne résistance, en particulier au déchirement [23].

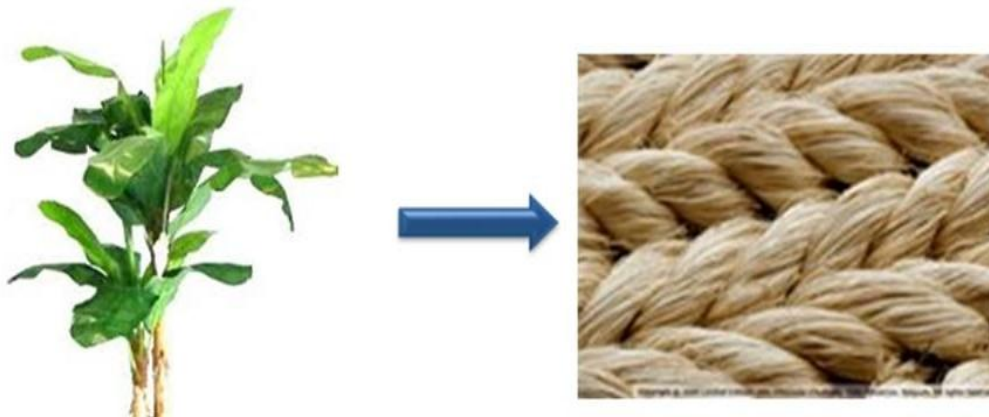


Figure I.2. Fibre d'abaca

b) Lesisal

Le sisal est une espèce d'agave, ses fibres sont extraites des feuilles de la plante sisal dont le nom scientifique est agave sisalana. Originnaire du Yucatan (près des Antilles), elle est essentiellement cultivée en Amérique du sud, en Afrique et en extrême orient.

Un plant de sisal produit jusqu'à 300 feuilles et chaque feuille contient 1000 à 1200 paquets

de fibres. Ces dernières sont relativement rigides et flexibles et sont multicellulaires avec des cellules ayant différentes formes. La longueur des fibres de sisal varie de 0,6 à 1,2 m avec un diamètre moyen de 200 μ m leur couleur est crème (parfois jaunâtre) [24].

Les méthodes de traitement pour l'extraction des fibres ressemblent étroitement à celles du lin ; les fibres sont ensuite lavées à grande eau afin d'enlever les déchets [24,25].

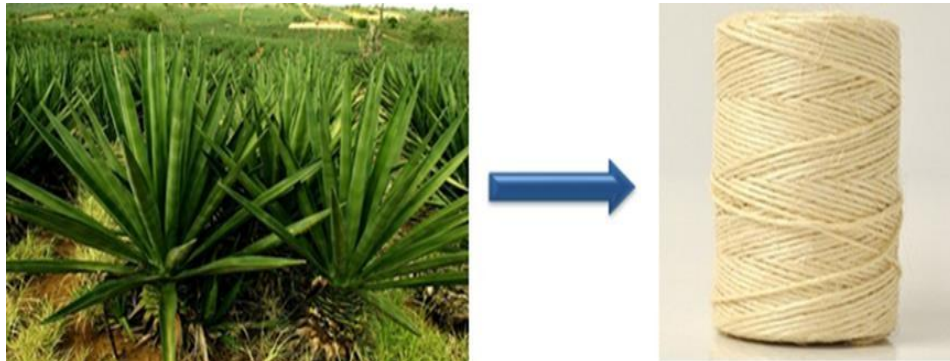


Figure I.3 : Fibre de sisal.

I.3.2.2. Les fibres de tiges

Les fibres de tige sont obtenues dans les tiges des plantes dicotylédones. Elles ont pour rôle de donner une bonne rigidité aux tiges de plantes. Les fibres de tige sont commercialisées sous forme de paquet de cor et en toute longueur. Les fibres de tige les plus utilisées sont [22].

a) Palmier dattier

Le palmier dattier se constitue principalement de 10 parties à savoir : Les palmes, La jeune palme, le régime de dattes, les dattes, le gourmand, Le stipe, les cicatrices annulaires, Le rejet, le bulbe, les racines [2].



Figure I.4 : Fibre de palmier dattier



a) Le jute

Le jute est la filasse extraite de la tige des plantes herbacées du genre *Corchorus* issues de la famille des Tiliacées [26]. Il pousse en grande partie à Bangladesh, sa hauteur varie de 4 à 6 m avec un diamètre d'environ 3 cm. Il existe deux espèces de jute : une blanche et un rouge.

La fibre de jute contient des paquets de cellules fondamentales qui contiennent des microfibrilles orientées et reliées entre elles sous la forme d'une spirale. Leur structure est assez similaire à celle du lin, du chanvre et du sisal [27].

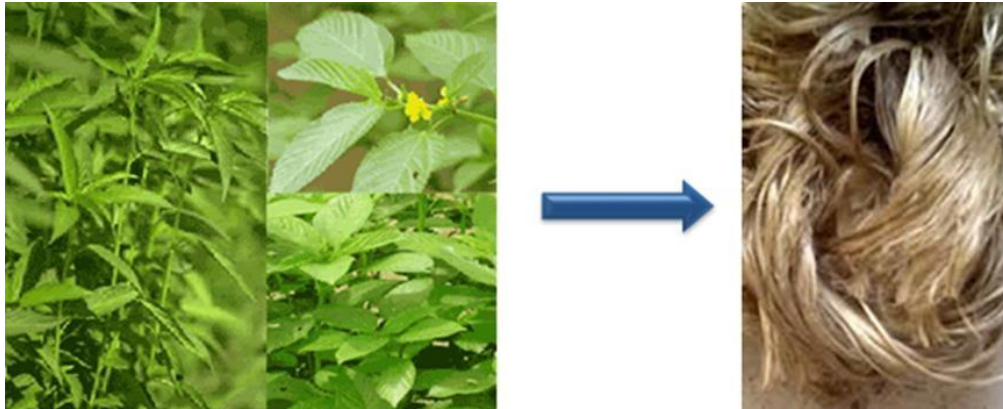


Figure I.5 : Fibre de jute.

a) Le lin

Le lin est une plante annuelle de la famille des linacées (*linum usitatissimum*), cultivée pour ses graines ou pour ses fibres (lin textile). Un plant de lin textile possède généralement une tige unique, qui atteint 0,60 à 1,20 m de hauteur et qui est plus longue que celle du lin oléagineux (à graines) [25,26]. Le lin est récolté par déracinage des plants qui sont ensuite empilés pour sécher. Après la récupération des graines, la paille est traitée par rouissage permettant la séparation de la partie ligneuse des fibres. Le rouissage par immersion se fait dans certains pays ; les pailles sont plongées dans des mares ou ruisseaux où les micro-organismes favorisent la décomposition.

Après le rouissage, vient alors le teillage où les fibres de lin sont broyées. Cette étape donne naissance à deux sortes de fibres : les fibres linéaires (droites et longues) et la fillasse (fibres enchevêtrées et emmêlées). Les deux variétés de fibres sont employées dans l'industrie des composites [26].



Figure I.6 : Fibre de lin.

b) Le chanvre

Le chanvre (*Cannabis sativa*) est une plante herbacée annuelle d'Eurasie appartenant à la famille des cannabacées. La hauteur des tiges varie de 1 à 5 m. La tige est creuse et recouverte d'écorce fibreuse, ce sont les fibres de cette écorce qui servent de renfort après avoir subi le même traitement que celui des fibres de lin. La fibre ultime est moins régulière, plus aplatie et légèrement plus lignifiée que celle du lin [25,26].



Figure I.7 : Fibre de chanvre.

c) Le Kénaf

Connu aussi sous le nom de d'ah ou hibiscus hemp, le kénaf provient d'une plante cultivée en Indes, en Guyane et dans l'île de Java.

Les fibres de kénaf sont aussi extraites de la plante *hibiscus cannabinus* (espèce d'hibiscus originaire des Antilles). D'une couleur blanche dorée, la fibre de kénaf a des qualités comparables à celle du jute [28].

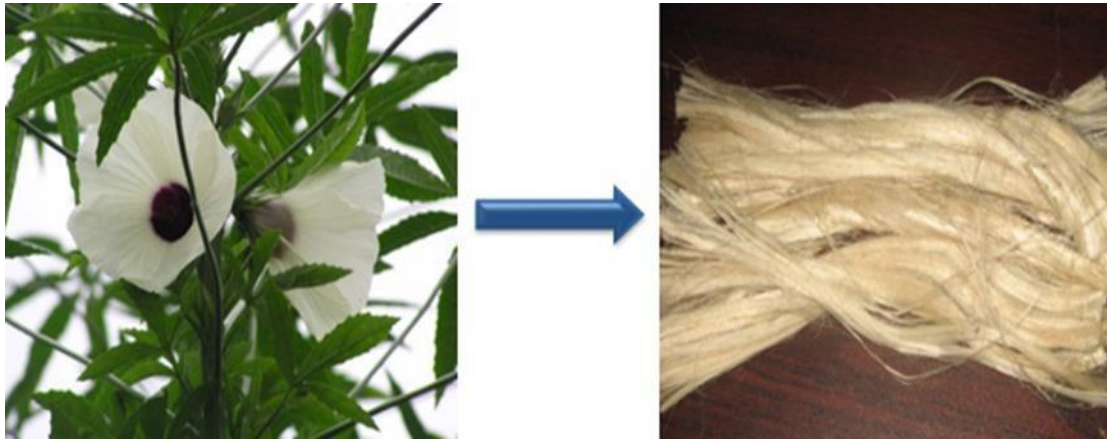


Figure I.8 :Fibre de kéna.

I.3.2.3.Les fibres de bois

Les fibres de bois proviennent du broyage des arbres tels que les bambous ou les roseaux. Elles sont généralement courtes. Plusieurs chercheurs ont montré l'efficacité de ces fibres dans le renforcement des ciments [22].

a) Le bambou

Le bambou est une herbe dont le nom scientifique est Gramineae (Poaceae). Il fait partie de la sous- famille des Bambusoideae et de la branche des Bambuseae.

Les bambous sont très faciles à cultiver, très appropriés pour les régions tropicales et subtropicales, ils poussent en touffes, ont une reproduction unisexuée et une durée de vie de 5 à 20 ans. Le bambou est l'espèce la plus ancienne et il fait partie des plantes les plus répandues et les plus utilisées dans le monde [21].

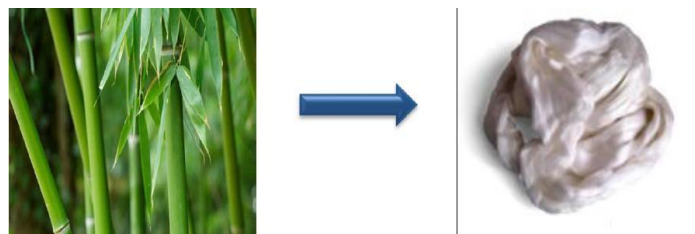


Figure I.9 :Fibre de bambou

I.3.2.4.Les fibres desurface

Les fibres de surface entourent en général la surface de la tige, de fruits ou de grains. Les fibres de surface des grains constituent le groupe le plus important dans cette famille de fibres

a)Le coton

Le cotonnier est un petit arbuste annuel de 1 à 1,50 m de haut. Il est cultivé dans les zones chaudes d'Amérique, d'Afrique, d'Asie et mêmes d'Europe (Espagne). Les fibres de coton



proviennent des graines, et sont appelés linters.

Cette fibre est utilisée pour ses bonnes caractéristiques physique et mécanique. En effet, les linters de coton mesurent 2 à 5 mm et ont une largeur de 18 μm . Elle est utilisée pour des papiers dits de luxe. Elles sont également utilisées pour les papiers fiduciaires et principalement pour les billets de banques, papiers pour lesquels la caractéristique essentielle est la résistance au pliage. Cette fibre est aussi beaucoup utilisée dans le domaine du textile [23].



Figure I.10 : Fibre de coton.

b) Le coco

Les fibres de coco proviennent de la couche fibreuse qui entoure la noix de coco. Elles sont filées et tissées après avoir été assouplies dans l'eau. Le filage grossier et irrégulier donne au coco un aspect rustique. Le coco est très résistant, il est isolant, imputrescible et antibactérien. On utilise plutôt dans des pièces spacieuses et lorsqu'on veut mettre en avant son côté rustique [23].



Figure I.11 : Fibre de coco.

Quelques exemples de tissus de fibres végétales sont présentés ci-dessous :



Figure I.12 : quelques exemples de tissus de fibres végétales

I.4. Structure de la fibre végétale

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de micro fibrille celluliques en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine. La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire

. La paroi secondaire est composée de trois couches de micro fibrilles (S1, S2, S3) (**Figure I.14**).

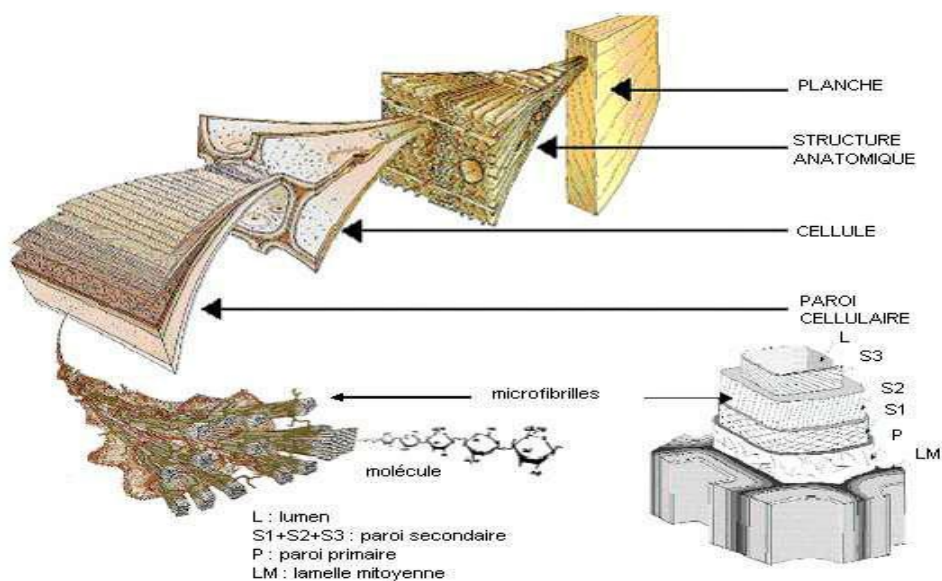


Figure I.13. Structure de la fibre végétale

Les micros-fibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle microfibrillaire dont la valeur varie d'une espèce à l'autre. L'orientation du microfibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres, Plus que l'angle des micros fibrilles augmente, le module de Young (une mesure de la rigidité) décroît, tandis que l'extensibilité des parois augment [16].

La figure .2.3.représente la modèle de la description de structure d'une fibre végétale.

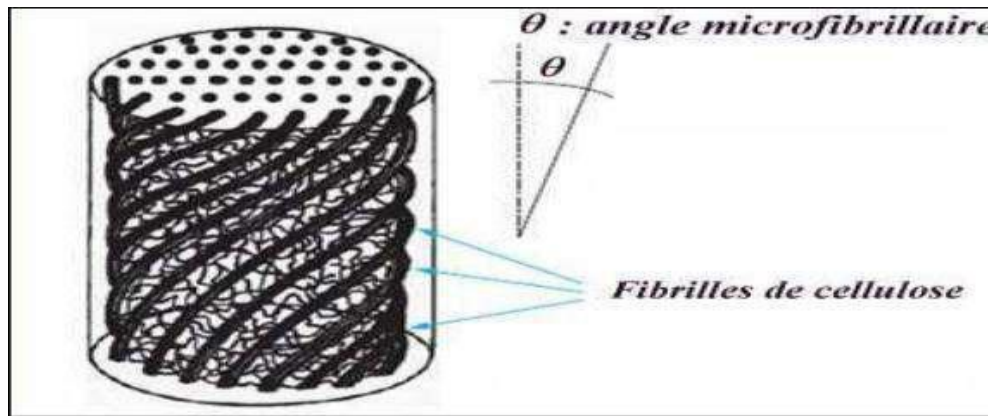


Figure I.14.Modèle de la description de structure d'une fibre végétale

I.5. Composition chimique de la fibre végétale

Les différents constituants des fibres végétales (Fig. I.14) sont :

I.5.1. La Cellulose : La cellulose est le principal composant dans le quasi-totalité des fibres végétales et représente la matière la plus abondante sur la surface de la terre (plus de 50 % de la biomasse) [17]. C'est un polymère naturel du premier plan. Généralement, les fibres végétales sont constituées par une chaîne des fibres en cellulose [4].

I.5.2.Hémicellulose : Les hémicelluloses représentent le 3ème composant principal juste après la cellulose et la lignine, avec une proportion en poids à peu près 25% de la biomasse [17].

L'hémicellulose présente dans toutes les parois de ces fibres. C'est le constituant responsable de l'élasticité des fibres [4]

I.5.3.lignine :La lignine forme avec la cellulose et l'hémicellulose la grande majorité de la biomasse, elle est 2ème après la cellulose en termes d'abondance. Ses principales fonctions sont d'apporter de la rigidité, une imperméabilité à l'eau et une grande résistance à la décomposition (barrière de protection biologique) [16].La lignine constitue la colle qui lie les fibres végétales entre elles ainsi que leurs parois. C'est un polymère tridimensionnel [4].

I.5.4.Pectines : Les pectines jouent un rôle capital dans l'architecture de la paroi végétale. Ces substances pectiques sont présentes avec des proportions variées dans la plupart des végétaux



(environ 1% dans le bois) [16].

I.5.5.Extractibles : Ce sont des molécules de faible masse molaire qui remplissent la lumière des cellules. Ils représentent 2 à 5 % de la masse sèche. La plupart de ces extractibles sont solubles dans l'eau ou des solvants organiques [16].

Tableau.I.2.Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales [9, 20].

Fibres	Cellulose	Hémicelluloses	Lignine	Pectine	Cire
Diss	44.10	15.15	16.80	11.85	12.10
Lin	71	18.6 - 20.6	2.2	2.3	1.7
Chanvre	70 - 74	17.9 - 22.4	3.7 - 5.7	0.9	0.8
Jute	61.1 - 71.5	13.6 - 20.4	12 - 13	0.2	0.5
Ramie	68.6 - 76.2	13.1 - 16.7	0.6 - 0.7	1.9	0.3
Sisal	66 - 78	10 - 14	10 - 14	10	2
Coco	32 - 43	0.15 - 0.25	40 - 45	3 - 4	-
Alfa	45	24	24	5	2

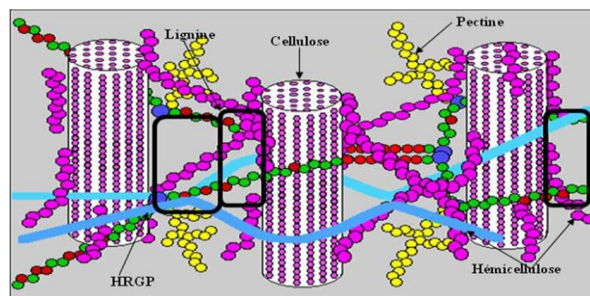


Figure I.15:Représentation schématique d'une fibre de bois [11].

I.6.Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales

Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre, sa densité, son teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau. Et elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, son élongation à la rupture et son module d'élasticité [4].



Le **tableau .1.2** représente les caractéristiques physiques et mécaniques de quelques fibres végétales.

Fibre	Densité (g/cm³)	Module de traction (GPa)	Résistance en traction (MPa)	Allongement (%)
Lin	1,5	28	345-1100	2.7-3.2
Jute	1.45	13-27	350-550	1 ,2-2,5
Chanvre	1,48	29-70	550-900	1,6-3,5
Ramie	1,5	20-70	550-900	1,6-4
kénaf	1,47	6-8	1580	2,7
Abaca	1,35	20	900	3,5
Sisal	1,45	9-20	400-700	2-14
Coco	1,15	4-6	130-120	15-40
Coton	1,5	5-12	300-800	3-10



I.7. Applications des fibres végétales

Les matériaux composites renforcés par des fibres naturelles sont actuellement en cours de développement pour remplacer les matériaux traditionnels. Les principaux marchés sont aujourd'hui l'automobile et la construction.

I.7.1. En automobile : les entreprises comme Opel Audi, BMW, Renault, Ford, Seat, fabriquent des composites renforcés de fibres végétales : garnitures et panneaux de portes, planches arrière, revêtements intérieurs et passage de roues, voûte interne de pneu, pare-choc, tableau de bord, ... etc.

I.7.2. En construction : les

fibres végétales sont utilisées en renfort de matériaux, notamment d'isolation, de produits en ciment, profilés de portes, de fenêtre, panneaux décoratifs... etc.

I.7.3. En Infrastructure : Trottoirs, digues, signalisation routières, isolant phoniques... etc.

I.7.4. Autres applications : les palettes, le mobilier (table de camping ou chaise), équipement de jeux publics [13].

I.8. Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales

Les avantages et les inconvénients des fibres végétales en tant que renfort de matériaux polymères sont présentés **Tableau.3.2** [19].

Tab .1.3. Les avantages et les inconvénients des fibres végétales

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Faible coût. <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Biodégradabilité. <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Neutre pour l'émission de CO₂. <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Pas de résidus après incinération. <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Ressource renouvelable. <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité). <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Non abrasif pour les outillages. <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres. 	<ul style="list-style-type: none"> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Absorption d'eau. <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> - Pour des applications industrielles, nécessite de gestion d'un stock. <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Fibres anisotropes. <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Faible stabilité dimensionnelle. <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Renfort discontinu. <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Faible tenue thermique 200 à 230°C <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, des conditions météorologiques.



CONCLUSION

Les fibres naturelles apportent un intérêt considérable lors du remplacement des fibres synthétiques dans les matériaux composites. Même si les fibres naturelles aient des avantages tel que leur prix réduit, leur faible densité, elles ne sont pas totalement exemptes de problèmes. Un sérieux problème causé par les fibres naturelles est leur caractère hydrophile fort qui crée l'incompatibilité avec la plupart des matrices polymériques hydrophobes.

The background features a decorative graphic consisting of three overlapping circles in shades of blue, arranged in a diagonal line from the top right to the bottom right. Two thin, light blue lines intersect at the top left and extend diagonally across the page, framing the circles and the text.

Chapitre II

*méthodes d'extraction
des fibres végétales*



II-1-Introduction

L'extraction de fibres végétales est un procédé classique. Le filage des fibres nécessite des transformations : extraction et purification la matière première ou brute en une forme filable. Vu la diversité des matières brutes, le procédé d'extraction diffère d'un type à l'autre.

Par contre, d'autres types se récoltent sous forme de tiges. Donc l'extraction des fibres ultimes (filables) est nécessaire. Au cours de l'extraction, on élimine les liants comme les pectines et la lignine. Les fibres obtenues sont appelées les fibres ultimes.

Selon la nature et le domaine d'utilisation des fibres, de différents types de traitements sont proposés : mécaniques, chimiques et biologiques (bactéries et enzymes).

II-2. Extraction des fibres végétale

II-2.1. Les prétraitements

Avant de commencer l'extraction des fibres, un travail préliminaire s'impose afin de mieux préparer les tiges aux différents traitements, cette préparation va faciliter et augmenter l'efficacité des prochaines opérations d'extraction.

La matière première arrive sous la forme de bottes (de 1-5 kilos), les tiges contiennent parfois de la terre, des racines, de la poussière ou tout autre type d'impuretés, des tiges mortes sont quelque fois présentes dans le lot, la première opération consiste à éliminer toutes ces impuretés et/ou corps étrangers de façon à n'avoir que des tiges propres et utilisables [1].

II-2.3.L'extraction mécanique

II-2.31.Le teillage

Cette méthode consiste à séparer le bois (le casser) des tiges par action mécanique : Broyage et battage, cette technique est plutôt utilisée pour extraire les fibres de lin ou de chanvre. Les tiges sont prises par leurs extrémités et insérées dans le tilleul ou l'échang (instrument manuel à levier). Si l'opération est manuelle, les tiges sont battues pour enlever le bois et cette opération est répétée jusqu'à ce que les fibres soient les plus souples possible, les morceaux de bois récupérés sont appelés les «anas», cette méthode ancestrale a été toujours effectuée manuellement avant de laisser la place aux machines.

Par ailleurs, il existe aujourd'hui des systèmes complètement automatisés qui engagent, maintiennent et dégagent automatiquement les tiges sans aucune intervention humaine grâce à des systèmes de roues cannelées à grosses dentures (**Fig.II.1**) au début puis à plus fines denture par la suite, elles passent sous la cannelure des rouleaux avec un angle proche de 90° pour rendre le broyage plus efficace.

L'opération est effectuée successivement côté pied et côté tête, les fibres courtes appelées aussi

étoupes moins résistantes, et les anas sont récupérées par aspiration et séparées [29,30].

Cette technique est améliorée si les tiges au départ sont dures et sèches, d'où la nécessité d'une étape préliminaire qui consiste à chauffer les tiges dans un four ou par un fumage.

Enfin, pour donner aux fibres obtenues un meilleur aspect, les faisceaux de fibres sont divisés et parallélisés par une opération de peignage et séparées selon leur longueur.

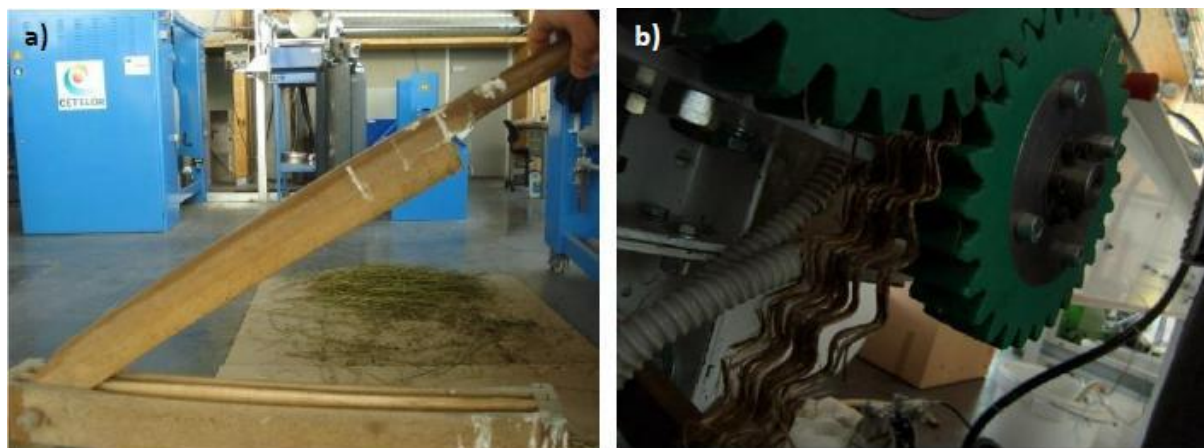


Figure. II.1 Ecang pour teillage manuel (a) cylindres cannelées pour teillage mécanique (b) [29,30].

II-2.3.2. Par déflexion

L'extraction des fibres se fait par action combinée de grattage et de battage, les machines appelées «raspadors» (grattoir en langue espagnole) râpent les feuilles de la plante et libèrent les fibres. Ces machines principalement constituées par un axe rotatif entraîné par un moteur sur lequel des supports maintiennent des batteurs en acier ont été fixés, les tiges insérées en amont de la machine sont prises entre ces batteurs et une table à ciseaux, râpées et guidées vers le côté opposé, la poudre et le bois passent à travers des cribles, la distance qui sépare les lames est réglable en fonction du lot [31].

II-2.3.3. Par laminage

Les tiges sont découpées en morceaux qui sont ensuite écrasés sous presse ou par laminage ou encore par combinaison des 2 traitements, ceci est effectué plusieurs fois de suite jusqu'à ce que les fibres soient le plus possible séparées [32]

II-2.3.4. Par explosion à la vapeur

L'explosion à la vapeur connue également sous l'appellation anglaise « steam explosion » parue en 1924, est un procédé thermo mécano-chimique qui permet la déstructuration de la matière lignocellulosique par l'action combinée de la chaleur issue de la vapeur, des hydrolyses induites par la formation d'acides organiques et du cisaillement résultant de la chute brutale de pression [33,34], le procédé est composé de deux phases distinctes:



- **Le vapocraquage** : cette première phase consiste à faire pénétrer la vapeur sous haute pression par diffusion à l'intérieur de la structure du matériau, la vapeur va ainsi se condenser et en présence d'une haute température va initier l'hydrolyse des groupements acétylés et méthylglucuroniques contenus dans les xylènes et dans certaines fractions galactomannanes, les acides organiques libérés augmentent l'acidité du milieu et catalysent la dépolymérisation de la lignine [35].

- **La décompression explosive** : Cette deuxième phase consiste à une chute brutale de pression ce qui va provoquer la vaporisation d'une partie de l'eau présente dans le matériau, cette expansion brutale de la vapeur d'eau va créer des forces de cisaillement assez importantes pour réussir un éclatement mécanique dans la structure du matériau.

Ces actions combinées vont selon les conditions modifier les propriétés physiques du matériau (surface spécifique, rétention d'eau, coloration, taux de cristallinité de la fraction cellulosique,...), améliorer l'hydrolyse des fractions hémicellulosiques et induire des modifications dans la structure des lignines ce qui facilite leur extraction [36].

Tous ces procédés d'extraction mécanique souffrent de deux problèmes majeurs, le premier réside au niveau du risque élevé de chute de propriétés mécaniques des fibres suite aux sollicitations mécaniques qui peuvent être agressives et altérer les caractéristiques intrinsèques de fibre et ceci quel que soit le mode de séparation suivi, le deuxième étant le prix élevé des lignes d'extraction et leur encombrement [1].

II-2.4L'extraction chimique

La méthode de l'extraction chimique permet d'éviter les inconvénients de l'extraction mécanique et surtout un gain de temps et d'énergie considérables, dans cette section nous présentons les principales méthodes d'extraction chimiques des fibres végétales [31].

II-2.4.1.Procédé Kraft

Ce procédé alcalin visant à éliminer la lignine, les pectines et les hémicelluloses sous l'action d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) et de sulfure de sodium (Na_2S), ce dernier est un réducteur, il protège la cellulose et évite son oxydation. La température de cuisson est comprise entre 170 et 175 °C pour une durée de 2 à 4 heures. Lors de la cuisson le sulfure de sodium est hydrolysé en soude en NaHS et en H_2S , les différents composés soufrés présents réagissent avec la lignine pour donner des thiolignines plus facilement solubles. La soude joue aussi un rôle de délignification qui s'associe à celui du sulfure et de ses dérivés. La liqueur appliquée au matériau est appelée liqueur blanche et la liqueur extraite du réacteur contenant les composés éliminés de la paroi est appelée liqueur noire [37].



II-2.4.2. Procédé au bisulfite

Le procédé au bisulfite permet de séparer la lignine des fibres de cellulose en utilisant divers sels de l'acide sulfureux. Les sels utilisés dans le processus de réduction sont en fonction du pH : des sulfites (SO_3^{2-}) ou bisulfites (HSO_3^-), il est basé sur la réaction sur la lignine de l'hydrogénosulfite de calcium, sodium, ammonium ou magnésium contenant de l'anhydride sulfureux libre. L'anhydride sulfureux est préparé par combustion à partir du soufre dans un excès d'air, le bisulfite est directement obtenu par réaction de l'anhydride sulfureux, le pH est situé entre 1.5 et 5 (sulfites ou bisulfites), la durée est entre 4 et 14 heures et la température de 130 jusqu'à 160°C qui sont aussi en fonction de la base utilisée [37].

II-2.4.3. Procédé acide

Les composants non cellulosiques sont éliminés par l'action d'un acide de préférence fort tel que l'acide sulfurique qui transforme la lignine en acide ligno sulfonique soluble, ou l'acide chlorhydrique qui grâce à ses ions chlorates, forme des chlorolignines solubles dans l'hydroxyde de sodium [1].

II-2.4.4. Procédé Soude-Anthraquinone

Le procédé Soude-Anthraquinone ou Kraft-Anthraquinone utilise un catalyseur tel que les composés quiconque dont fait partie l'anthraquinone, de ce fait le temps de cuisson peut être réduit et le rendement en pâte augmenté, les propriétés de ces pâtes sont comparables à celles des pâtes kraft [1].

II-2.4.5. Procédé à la soude

Ce procédé n'utilise que la soude NaOH pour dissoudre les substances non cellulosiques telles que la lignine, la pectine et l'hémicellulose ainsi que les différents constituants formant la réserve et la paroi extérieure de la tige de plante. La température, la pression, la concentration et la durée du traitement sont à définir en fonction du lot, l'âge et le type de la plante de telle façon à ne pas dégrader les fibres cellulosiques, il est conseillé de contrôler le pH de la solution et l'ajuster autour de 7, des réducteurs peuvent être rajoutés pour empêcher l'oxydation de la cellulose [1].

II-2.4.6. Procédé au sulfate neutre de sodium

Les fibres sont extraites à l'aide d'une solution de sulfate de sodium avec de carbonate de sodium à une température de 170° à 180°C sous pression (en autoclave), les substances ligneuses sont ainsi délignifiées, sulfonées et dépolymérisées et les hémicelluloses sont dissoutes, les fibres cellulosiques sont alors libérées [38].



II-2.5. L'extraction biologique :

II-2.5.1. Le rouissage à terre

Le rouissage est un procédé naturel destiné à favoriser l'extraction des fibres, il consiste à étaler les tiges (de lin par exemple) dans un champ après sa récolte, à fin de bénéficier de l'action combinée du soleil et de la pluie, ce qui va favoriser le développement de microorganismes capables de dissocier les éléments non cellulosiques de la partie fibreuse de la plante par élimination des liaisons qui les relient ensemble. Cette opération peut durer 6 à 8 semaines en fonction de la météo. Malgré l'efficacité de cette méthode, elle connaît plusieurs handicaps qui résident dans sa dépendance entière des conditions météorologiques, le moindre problème tel qu'un excès d'humidité ou un manque peut affecter directement la qualité des fibres obtenues. En effet si les tiges sont trop rouies, elles doivent être brûlées obligatoirement car elles pourrissent difficilement et lentement et favorisent ainsi l'éclosion de maladies pour la culture suivante ; si la récolte n'est pas assez rouie elle n'est pas transformable et donc invendable. un autre paramètre difficile à contrôler et qui nécessite un bon dosage, c'est le vent qui peut être à la fois un ennemi et un allié lors du rouissage, quand il souffle trop fort, les tiges sont emportées vers l'extrémité du champ mais il est nécessaire au séchage, c'est donc l'alternance des périodes de sec et d'humidité avec un vent léger qui favorise un bon rouissage. Une autre difficulté de ce procédé est sa durée très longue, donc le rouissage à l'air est un procédé efficace si la météo est bonne mais qui reste très lent, par conséquent, c'est un procédé aléatoire [38].

II-2.5.2. Le rouissage à l'eau

Ce type de rouissage repose sur le même principe de développement de micro-organismes que le rouissage à l'air, la différence est que les tiges (de chanvre par exemple) sont plongées dans l'eau pendant plusieurs jours. Les bottes de 5 à 7 Kg sont soumises à l'action de bactéries anaérobies, dès que les fibres se détachent sur toute la longueur, la plante est sortie de l'eau pour être séchée. cette technique donne des résultats moins aléatoires que la première mais elle présente un handicap majeur la pollution de l'eau.

En effet, le rouissage du lin et du chanvre très répandu au nord de l'Europe (France, Belgique, Pays Bas) s'effectuait traditionnellement en rivière avant qu'il soit interdit au début du 20^{ème} siècle pour des raisons environnementales à cause de la décomposition bactérienne des bottes trempées au fond des rivières [1].

II-2.5.3. Par action microbienne

Trois groupes d'agents microbiens sont capables de dégrader les composants non cellulosiques présents dans les tiges ou les feuilles des plantes ; les bactéries, les protozoaires et



les champignons .Dans la première catégorie de bactéries, il existe trois espèces, une qui possède une activité dépolymérase et une autre glycosidasique capables d'hydrolyser la chaîne principale et de couper les chaînes latérales en utilisant les oligosaccharides et les oses libérés. La deuxième possède uniquement une activité dépolymérase mais incapable d'utiliser les produits d'hydrolyse des hémicelluloses, enfin la troisième qui possède des activités glycosidasiques mais dépourvue d'activité dépolymérase, plusieurs espèces des protozoaires sont capables de dépolymériser les hémicelluloses ainsi que pour les substances pectiques, mais elles n'ont qu'une capacité limitée à utiliser les produits d'hydrolyse comme source d'énergie.

Concernant les champignons, ils sont capables de dépolymériser les hémicelluloses et d'utiliser les oligosaccharides et les oses libérés et de solubiliser partiellement la lignine, cependant, elles ne peuvent pas dépolymériser les pectines [31].

The background features a decorative graphic consisting of three overlapping blue circles of varying sizes, arranged in a diagonal line from the top right to the bottom right. Two thin, light blue lines intersect at the top left and extend diagonally across the page, framing the circles.

Chapitre III :

Adhésion renfort -matrice



III.1 Introduction

Le paramètre prédominant en termes de propriétés mécaniques des composites est probablement l'interaction renfort/matrice. Les interactions polymère-renfort peuvent être de nature physique (liaisons hydrogène, Van Der Waals) ou chimique (liaison covalente), en fonction de la nature des constituants et des additifs introduits dans le mélange initial. De bonnes propriétés d'adhésion doivent exister à l'interface pour que l'effort soit transmis de façon efficace de la matrice aux charges et obtenir ainsi des composites avec de bonnes propriétés mécaniques (résistance, rigidité,...) [42].

III.2 structure des composites

Un composite est un matériau hétérogène obtenu par une combinaison de deux ou plusieurs matériaux de structures chimiques différentes. Ces matériaux de base conservent leurs caractéristiques intrinsèques, mais leur combinaison donne naissance à des propriétés différentes. Un composite est constitué principalement d'une phase continue appelée matrice et d'un renfort qui est utilisé afin d'améliorer ou modifier les propriétés de la matrice. Comme mentionné dans le chapitre I, les renforts fibreux possèdent une résistance et une rigidité élevées, mais en l'absence d'une matrice, le potentiel structurel des faisceaux de fibre ne peut être exploité dans des applications de partage de charges [2]. La combinaison des faisceaux de fibres avec une matrice permet d'obtenir un matériau dont les fibres sont les principaux éléments porteurs de charge tandis que la matrice environnante les maintient dans la position et l'orientation souhaitées. En outre, la matrice agit comme un milieu de transfert de charge, protège les fibres contre les dommages causés par le milieu environnant (température, humidité ...) et donne au composite sa forme et son aspect de surface [11].

La formulation des composites peut contenir d'autres constituants tels que les agents de couplage, les revêtements et les charges. Les agents de couplage et les revêtements sont utilisés pour améliorer le mouillage du renfort par la matrice et favoriser ainsi la liaison renfort-matrice. Les charges sont utilisées avec certaines matrices principalement pour réduire le coût et améliorer leur stabilité dimensionnelle [37, 64]. Cependant on se limite dans ce qui suit à présenter les matrices polymériques renforcées par les fibres végétales

III.2.1 renforts fibreux

Issus d'origines diverses, les renforts sont commercialisés sous forme de fibres, de particules, de flocons, de trichites etc. Cependant la plupart des renforts sont des fibres parce que les matériaux sont plus forts et plus rigides dans la forme fibreuse que dans toute autre forme [65]. Les renforts fibreux peuvent être classés en trois catégories : les fibres polymériques, les fibres de carbone et les fibres naturelles.



III.2.2 Matrices

La matrice peut être polymérique, métallique ou céramique. Différentes compositions chimiques et arrangements micro structurels sont possibles dans chaque catégorie [10, 12]. Généralement la matrice peut prendre la forme de presque tous les matériaux. Cependant, les matrices polymériques sont les plus utilisées puisqu'elles représentent plus de 99% des matériaux composites. Ces matrices sont divisées principalement en deux grandes classes : les thermoplastiques et les thermodurcissables.

III.3 Modification de surface du renfort végétal

En raison de la faible compatibilité entre les fibres lignocellulosiques et les matrices thermoplastiques, il est essentiel de traiter la fibre et/ou la matrice. Les différents traitements pouvant être appliqués sont généralement classés en deux catégories : physiques et chimiques. Le but principal des traitements de la surface des fibres de cellulose est de leur conférer des fonctions pour les rendre hydrophobes afin de les doter d'une réactivité vis-à-vis de matrices polymères pour obtenir des matériaux composites à performance mécanique très élevée [18].

III.3.1. Prétraitement des fibres

Le prétraitement permet de préparer les fibres en vue de leur utilisation avec ou sans combinaison avec d'autres types de matériaux divers.

Les fibres végétales présentent une surface recouverte parfois de la terre, de la poussière ou tout autre type d'impuretés (graisses, de cires et d'autres composés organiques). En vue de les utiliser comme renfort pour les matériaux composites, ces fibres doivent subir un prétraitement dont le rôle est de nettoyer la surface des fibres et d'améliorer la surface d'accrochage en augmentant le degré de fibrillation [22]. Les résultats des études de **Torres** et **Cubillas**[44], ont montré que le prétraitement des fibres de sisal par l'acide stéarique augmente la déformation à la rupture du composite PEHD/fibres de sisal de 23% par rapport au composite à fibres de sisal non traitées et la contrainte à la rupture est plus grande dans le cas de composite à fibres traitées.

III.3 .2. Traitements physiques

Ces derniers peuvent être subdivisés en trois sous-catégories :

- Les méthodes qui ne changent pas la composition chimique des fibres comme l'étirage, le calandrage, le traitement thermique.
- Les méthodes qui modifient l'énergie de surface des fibres comme les traitements corona et
- les traitements par plasma froid.



L'utilisation d'adjuvants est une des méthodes les plus utilisées pour modifier la tension de surface de la cellulose et ainsi améliorer la compatibilité avec des polymères. L'intérêt principal de l'utilisation d'un tensioactif est de favoriser la dispersion des fibres dans les polymères. L'ajout d'agents de dispersion comme l'acide stéarique, la paraffine ou l'huile d'origine minérale assure une distribution plus homogène des fibres végétales dans le polypropylène. La quantité nécessaire de surfactant doit être définie de façon précise pour optimiser au mieux les propriétés mécaniques. D'une manière générale, il est possible d'améliorer la résistance aux chocs et l'élongation à la rupture grâce à des quantités d'additifs de l'ordre de 10%. En revanche, le module d'élasticité baisse dans de nombreux cas et la résistance à la rupture est généralement fortement diminuée par la présence d'un additif.

- Une autre voie consiste à imprégner les fibres de cellulose avec des polymères compatibles avec la matrice. Des solutions ou dispersions de polymères de faibles viscosités sont alors utilisées. A titre d'exemple, l'imprégnation de fibres de cellulose par des dispersions de polychlorure de vinyle plastifié avec du ben zylphtalate permet une excellente distribution dans une matrice polystyrène[45].

III.3 .2.1.Traitement plasma

La technique consiste à placer un matériau dans une enceinte vide. Une décharge de gaz ionisé est appliquée et entre tenue à l'aide d'un générateur de haute fréquence, à l'intérieur de l'enceinte. Un agrégat d'ions, de radicaux, d'électrons et de photons se créent, c'est la naissance du plasma. Ces entités actives interagissent avec les surfaces mises en jeu [18]. En conséquence, les propriétés de surface telles que la rugosité, la mouillabilité et la chimie de surface du substrat peuvent être modifiées sans avoir recours à des produits chimiques ou des solvants [39]. Il résulte à la surface des matériaux la formation de groupements chimiques fonctionnels dépendant de la nature de la phase gazeuse utilisée [46].

Des modifications de morphologies des surfaces des fibres de bois ont été observées par **Yuan** et ses **collaborateurs** [47] après traitement par des plasmas avec deux gaz différents: l'air et l'argon. Ces surfaces sont devenues plus rugueuses avec apparition de trous aléatoirement répartis. Ceci a pour conséquence d'augmenter l'accrochage mécanique au niveau de l'interface entre la fibre et la matrice. **Seki** et ses **collaborateurs** [48] ont étudié l'effet du traitement plasma sous atmosphère oxygène sur les fibres de jute. Ils ont montré que pour certaines limites de puissance, des améliorations des propriétés mécaniques ont pu avoir lieu



III.3 .2.2.Traitement corona

Les procédés de type corona (couronne) sont largement utilisés dans le traitement de surface des matériaux. Différents types de supports peuvent être traités : polymères, aluminium, textiles..., etc. Cette technique est basée sur l'utilisation d'une haute tension (1500V) à haute fréquence entre deux électrodes. L'air est ionisé et les électrons sont accélérés et réagissent ainsi avec les surfaces adjacentes.

Le traitement corona sous air se traduit par une oxydation de la surface et une augmentation de la mouillabilité des substrats traités. Les espèces réactives créées à la surface du support sont des peroxydes qui se forment et se décomposent rapidement. Il y a aussi formation de groupes carbonyles, hydroxyles et carboxyles. Par conséquent, ce traitement entraîne une augmentation de l'énergie de surface du matériau [18]. Pour des niveaux de puissance de plus en plus élevés **Belgacem** et ses **collaborateurs** [49] ont observé des améliorations des propriétés mécaniques des composites cellulose/polypropylène. Des résultats similaires ont été observés par **Ragoubiet** et ses **collaborateurs** [50] en traitant des fibres de chanvre en vue de les incorporer dans une matrice polypropylène.

III.3 .2.3.Traitement sous rayons gamma

L'irradiation γ à haute énergie peut entraîner des modifications et peut être un moyen d'activation des substrats cellulose. Ce traitement affecte considérablement la structure, la réactivité, et les propriétés physico-chimiques de la cellulose en favorisant la production de sites très réactifs de courte durée de vie (radicaux libres, ions et états excités). La structure cristalline de la cellulose ne semble pas être affectée par l'irradiation à des doses importantes et il n'y a aucun changement dans le rapport des régions cristallines et amorphes. Le traitement par rayonnements γ augmente la réactivité de la cellulose par la formation des groupes carbonyles et carboxyles très réactifs [41]. **Zamanet** et ses **collaborateurs** [51] ont étudié l'influence du traitement γ sur les propriétés mécaniques d'un composite sandwich (quatre couches de tissus de jute intercalées entre cinq couches de feuilles de PP préchauffés à 190 °C pendant 5 min, le tout placé entre deux plaques d'acier sous une pression de 5 tonnes). Après refroidissement et découpage, les éprouvettes de composite ont été soumises à des sollicitations mécaniques. Les auteurs ont observé que l'augmentation de l'énergie des rayons γ permet d'améliorer la résistance à la traction et à la flexion du matériau par rapport à la matrice pure.



III.3 .2.4.Traitement sous rayonnement Ultraviolet

Le traitement sous rayonnement Ultra Violet (UV) est une technique qui n'a pas été beaucoup utilisée dans les applications composites. Elle permet d'oxyder des surfaces et s'avère aussi efficace que les traitements d'oxydation classiques avec les acides chromique et nitrique [41].

De nombreux scientifiques commencent à s'intéresser à ce type de traitement en vue de l'utiliser dans les matériaux composites. Ainsi **Gassanet** ses **collaborateurs** [52] ont appliqué le traitement UV sur des fibres de jute pour fabriquer des composites à base d'époxy. Ils ont montré que le traitement UV augmente la polarité des fibres et améliore les propriétés mécaniques des matériaux. Néanmoins, une durée de traitement par rayonnement UV excessive peut conduire à la dégradation de la surface des fibres. Il est donc nécessaire de trouver un équilibre entre l'accroissement de la polarité et la diminution de la résistance. Dans les conditions optimales de traitement, une augmentation de la résistance à la flexion d'environ 30% a été atteinte.

III.3.3Traitementschimiques

Le rôle des traitements chimiques est de modifier la surface des fibres : amélioration du mouillage des fibres par la matrice par modification de l'état de surface des fibres et création des liaisons chimiques avec le polymère. L'intérêt de la création de liaisons chimiques est de former une interface durable, résistant aux environnements agressifs, en particulier l'humidité. La modification de la surface par des méthodes chimiques a permis le couplage entre les fibres cellulosiques fortement hydrophiles et les polymères hydrophobes. Le choix du traitement se fait en fonction de la nature des fibres. Plusieurs méthodes ont été essayées, notamment :

III.3 .3.1Traitement des fibres par mercerisation

Le traitement des fibres le plus couramment utilisé est la mercerisation. Il s'agit d'une méthode ancienne largement adoptée dans le domaine du textile. La définition standard du mercerisage (proposée par la norme ASTM D 1965) est la suivante: procédé qui consiste à soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse concentrée d'une base forte, dans le but de provoquer un gonflement important résultant en des changements dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés mécaniques[3].

Ce traitement permet d'éliminer les constituants indésirables de la fibre, telles que la lignine, l'hémicellulose et la pectine. Ce qui entraîne des changements dimensionnels, morphologiques et mécaniques des fibres. La texturation de surface par apparition des micro fibrilles donne une rugosité de surface. Ceci peut faciliter l'adhérence mécanique en plus d'une meilleure imprégnation de la résine. Cependant, l'hydroxyde de sodium sous certaines proportions a tendance à faire diminuer la cristallinité des fibres. L'amélioration de leurs propriétés

mécaniques dépend étroitement de la conservation de leur cristallinité [18].

L'effet de la soude sur la fibre de cellulose est une réaction de gonflement, au cours de laquelle la structure cristalline naturelle de la cellulose relaxe. La cellulose native (telle qu'elle existe dans la nature) possède un réseau cristallin monoclinique de cellulose-I, qui peut être transformé en différentes formes polymorphes par des traitements chimiques ou thermiques [3].



Figure. III.1. Schéma Traitement des fibres par une solution de soude [6].

Ray et ses **collaborateurs** [53] se sont intéressés à l'étude des propriétés mécaniques des composites vinylester renforcé par les fibres de jute qui ont subi un traitement alcalin. Les fibres de jute traitées avec 5% en masse de NaOH à la température ambiante pour différents temps, montrent une amélioration des propriétés des composites. Les fibres traitées ont une faible quantité d'hémicellulose, une cristallinité élevée et une réduction des défauts. Les résultats ont montré une amélioration des propriétés des fibres à des temps de traitement de 6- 8 heures; alors que les composites ont des meilleurs propriétés à un taux de fibres de 35% en masse traitées pendant 4 heures.

Taha et ses **collaborateurs** [54] ont traité les fibres de palmier dattier par une solution de soude (2 à 5%) à 23°C pendant 2, 4, 6 et 24h pour l'incorporation dans des composites à base de polymères. Cette modification a permis un lavage des impuretés de surface des fibres et d'une partie des hémicelluloses qui influe sur les propriétés d'absorption notamment celle de l'humidité. En effet, la réduction des hémicelluloses dans ces fibres réduit la capacité d'absorption d'eau dans la fibre.

Ikhlef[28] s'est intéressée à l'élaboration et la caractérisation des composites à base de polyéthylène base densité renforcé par différents taux de farine de Genêt d'Espagne. La charge a été traitée avec une solution d'hydroxyde de sodium (1,25 N) à différents temps et à différentes températures. L'étude des propriétés mécaniques (traction) a montré que la contrainte et l'allongement à la rupture des composites diminuent avec l'augmentation du taux de farine. Mais il y a une certaine amélioration de ces derniers par le traitement alcalin.

Mishra et ses **collaborateurs** [55] ont traité la fibre de sisal par différentes concentrations de soude (5 et 10%). A partir d'une comparaison entre les deux composites (polyester/sisal), il a été trouvé que la résistance à la traction du composite à fibres traitées par 5% de NaOH est meilleure que celle des composites à fibres traitées par la concentration de 10%. Car la délignification excessive de la fibre végétale, rend cette dernière plus faible ou endommagée. La résistance à la

traction des composites à renfort végétal diminue rigoureusement au-delà d'une certaine concentration optimale de NaOH.

III.3 .3.2.Traitement par agent de couplage

La surface de la fibre est traitée avec un composé, qui forme un pont de liaisons chimiques entre les fibres et la matrice. Les agents de couplage sont classés en trois groupes ; organiques, inorganiques et organiques-inorganiques. Les plus populaires sont les isocyanates, les silanes, et les copolymères-anhydrides modifiés, tels que le polypropylène greffé par de l'anhydride maléique (PP-g-AM) et l'anhydride acétique [18].

a)-Les silanes

Grâce à leurs réactivités, les silanes peuvent se coupler chimiquement avec les groupements de la matrice polymère, la modification chimique des fibres par les silanes se fait par la réaction des alcoxysilanes avec les groupes hydroxyle de la cellulose en milieu aqueux acide ou basique [18].

Les principes d'action des silanes sont présentés en quatre étapes (Schéma III.2.) :

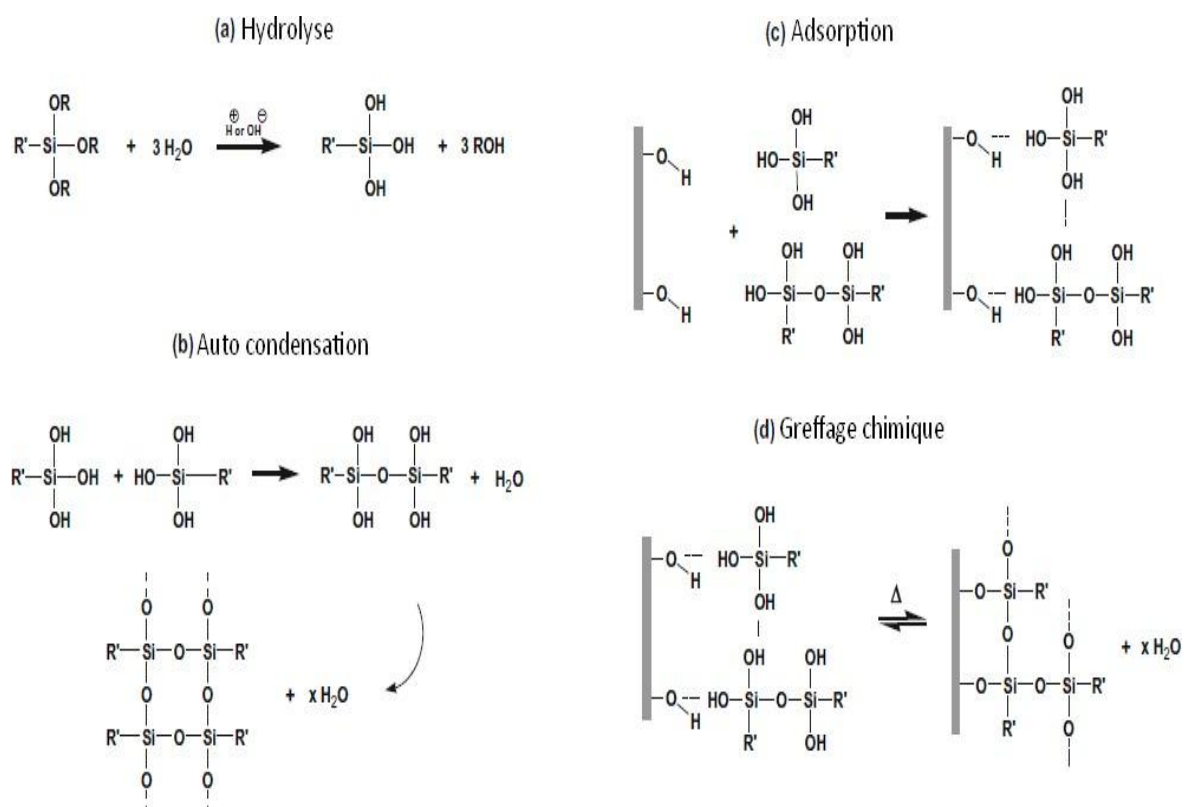


Figure. III.2.Schéma Principe d'interaction fibre naturelle/silane[56].



b)-Le polypropylène greffé par de l'anhydride maléique(PP-g-AM)

Le polypropylène modifié par de l'anhydride maléique (PP-g-AM) est un agent de couplage composé de longues chaînes de polymère avec un groupe fonctionnel AM greffés une extrémité (Schéma III.3.). Le PP-g-AM agit comme un pont entre le polypropylène non polaire et les fibres cellulosique polaires. Le groupe AM se lie à la surface de la fibre en formant des liaisons covalentes ou hydrogènes avec les groupes OH réactifs à la surface de la cellulose et la lignine. Le reste de la chaîne reste libre et forme des enchevêtrements avec les chaînes du polymère PP [18].

c)-Le permanganate

Le traitement par permanganate est indiqué comme l'un des meilleures méthodes pour améliorer la liaison à l'interface fibre - polymère. Le principe est basé sur l'immersion des fibres dans une solution de KMnO_4 à différentes concentrations dans l'acétone pour un temps de traitement de 1 à 3 min, après prétraitement alcalin. Une réduction du caractère hydrophilique des fibres et du taux d'absorption d'eau des composite à fibres traitées avec l'augmentation de la concentration du KMnO_4 [57]. En vue d'améliorer l'adhésion des fibres de sisal et de coco dans le caoutchouc naturel (NR), **Haseena** et ses **collaborateurs** [58] ont traité ces fibres par une solution de KMnO_4 (1%) dans l'acétone pendant deux minutes suivies par un séchage à l'air ambiant. Le principe de ce traitement est la création de sites radicalaires dans la cellulose des fibres ce qui augmente sa réactivité avec les matrices polymères (Schéma III.4).

Sreeku maret ses **collaborateurs** [59] ont étudié l'effet de traitement de surface des fibres de sisal par KMnO_4 sur les propriétés mécaniques telles que la traction, la flexion et la résistance au choc, des composites polyester /sisal. Les résultats ont montré que les composites renforcés par des fibres traitées ont montré une amélioration de la résistance à la flexion de 25%.

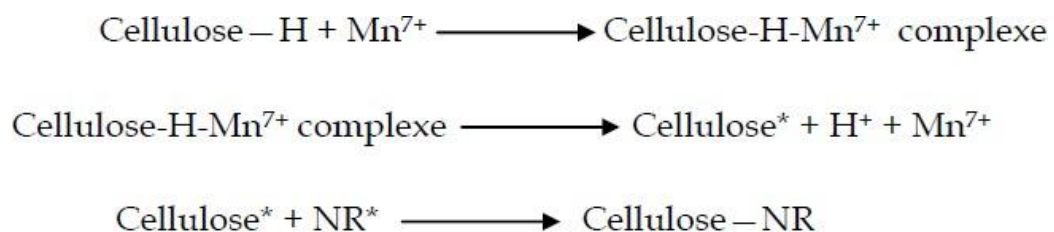


Figure. III.3.Schéma .Activation du greffage Polymère (NR)/cellulose par le permanganate [18].



d)-L'anhydride acétique

Le traitement des fibres avec l'anhydride acétique est une méthode efficace pour réduire le caractère hydrophile de fibres de cellulose ainsi que l'amélioration de la dispersion des fibres dans un composite thermoplastique. L'anhydride acétique permet de réduire l'énergie de surface de la fibre pour la rendre non-polaires et plus semblable à la matrice thermoplastique. Des liaisons acétate sont formées par réaction de l'anhydride l'acétique. Les groupes OH de la surface des fibres ne sont donc plus libres pour réagir avec d'autres groupes, tels que les groupes hydroxyles de l'eau [18].

Les groupes hydroxyles qui réagissent sont ceux des constituants mineurs de la fibre, c'est-à-dire la lignine et les hémicelluloses, et ceux de la cellulose amorphe.

Les groupes hydroxyles des régions cristallines de la fibre sont étroitement compactés grâce à des liaisons intermoléculaires fortes, et sont inaccessibles aux réactifs chimiques [3].

L'acétylation du groupe -OH est représentée ci-dessous : Acétylation avec un catalyseur acide :

Acétylation sans catalyseur acide :

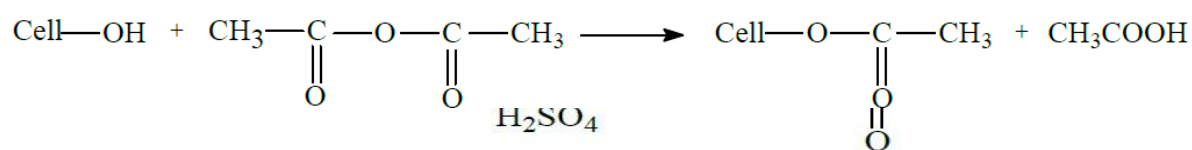


Figure. III.4.Schéma. Réactions d'acétylation de la fibre végétale [3].

L'acide acétique ne réagit pas suffisamment avec la cellulose, il est préférable d'utiliser l'anhydride acétique. Toutefois, l'anhydride acétique n'est pas un très bon agent de gonflement de la cellulose, alors pour accélérer la réaction, la cellulose est d'abord immergée dans l'acide acétique et ensuite traitée avec l'anhydride acétique pendant 1 à 3 h. Dans les composites renforcés par les fibres naturelles, l'acétylation des groupes hydroxyles gonfle la paroi des cellules végétales réduisant considérablement la nature hygroscopique des fibres de cellulose. Cela entraîne une stabilité dimensionnelle des composites, car aucune absorption d'eau ne peut conduire à un gonflement ou un retrait du matériau composite [3]. **Ranaet ses collaborateurs** [60] ont étudié les propriétés thermiques et morphologiques des fibres de jute acétylées. Les courbes d'analyse thermogravimétrique des fibres de jute acétylées ont montré que la décomposition de l'hémicellulose a disparu, et que la perte de poids associée à l'étape principale de dégradation (373°C) a augmenté. La température de décomposition principale a augmenté de 363 à 373°C, indiquant que la stabilité thermique des fibres de jute acétylées est supérieure à celle des fibres non traitées. Les mêmes conclusions ont été faites par **Albano** et ses



collaborateurs [61], lors de l'étude de l'acétylation des fibres de sisal.

e)-Les Isocyanates

Les isocyanates possèdent un mode d'action similaire à celui de l'anhydride acétique. Ils permettent la réduction du caractère hydrophile des fibres lignocellulosiques en réagissant avec les groupes hydroxyles grâce à leur groupe réactif(-N=C=O).

Chen et ses **collaborateurs** [62] , **Karmarkaret** ses **collaborateurs** [63] ont montré que l'ajout du polybutadienisocyanate (PBNCO) comme agent de couplage a permis l'amélioration des propriétés mécaniques des composites polypropylène/fibres de bois. Les résistances à la traction et à la flexion ont augmentées de 45% et 85% respectivement.

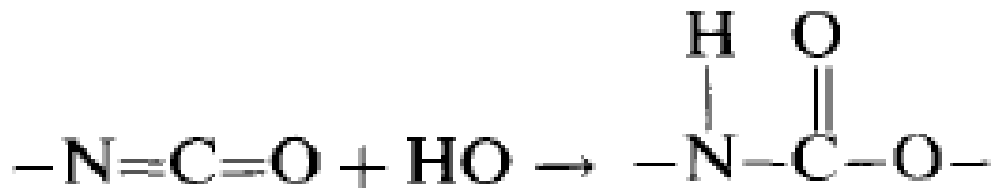


Figure. III.5.Schéma. La réaction entre la surface lignocellulosique et les isocyanates [43].

The background features a decorative graphic consisting of three overlapping blue circles of varying sizes, arranged in a triangular pattern. Two thin, light blue lines intersect at the top left corner, forming a large 'V' shape that frames the central text.

Chapitre IV

Méthodes expérimentales



IV.1 Introduction

Ce chapitre présente l'ensemble des techniques et méthodes expérimentales de mise en œuvre pour l'extraction chimique et les différents traitements des fibres d'une nouvelle plante locale appelée DISS. La densité apparente de la fibre de DISS est déterminée par la méthode du pycnomètre. On a aussi, déterminé les caractéristiques mécaniques de la fibre en utilisant l'essai de traction par le biais d'une machine universelle Zwik. L'effet de la thermogravimétrie sur la poudre de DISS a également fait objet de notre recherche.

IV.2 Matériaux utilisés

Dans notre expérience, nous avons utilisé les fibres de DISS comme élément de caractérisation afin de les utiliser comme élément de renforcement des matières plastiques. Pour cela des caractérisations physiques, chimiques et mécaniques sont établies sur les fibres de Diss.

IV.2.1 Produits chimique utilisés

-L'hydroxyde de sodium :

Produit chimique fourni par Biochem-Chemopharma

Formule chimique : NaOH

Masse molaire : $M = 40 \text{ g/mol}$ Pureté 99%.

-L'anhydride acétique :

Produit chimique fourni par Biochem-Chemopharma

Formule chimique : $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_3$

Masse molaire : $M = 60.04 \text{ g/mol}$

Densité (à 20°C) : 1.0480 à 1.051

-L'éthanol :

Produit chimique fourni par Biochem-Chemopharma

Formule chimique : $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$

Masse molaire : $M = 102,0886 \pm 0,0045 \text{ g/mol}$

Densité (à 20°C) : 1,08



IV.2.2 Fibres de DISS

Le matériau de base utilisé dans notre recherche est le « **DISS** », connu sous le nom scientifique (**ampélodesmos mauritanicus**), appelé en Italie (**Dissa**) et en Espagne (**Carritx**), il appartient à la famille des graminées (**Fig.IV.1**). Il pousse dans les montagnes et se trouve à l'état sauvage. C'est une plante annuelle, et très répandue sur toute la côte algérienne. Cette plante était utilisée auparavant dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécaniques, l'utilisation de ces fibres est limitée à la confection des couffins, à lier les branches de vignes ou à la confection des balais cantonniers.



Figure. IV.1 Plante de DISS à l'état nature

-Composition biochimique

La teneur en matière sèche dans les fibres de Diss varie de 89 à 92.6 %. Cette variation est due à l'humidité relative du milieu ambiant. La teneur en eau reste constitue environ 8.2 % à 25°C. Dans les conditions standards. Les fibres de Diss sont constituées de trois composants majoritaires : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Le reste de la composition comprend les extractibles (9%), les hydrosolubles et les cendres (matière minérale) des fibres Diss (3.1%). (**La figure IV.2**) illustre les proportions des différents constituants de la fibre Diss. Ces résultats représentent les proportions moyennes en poids d'au moins 3 essais pour chaque élément. L'écart type varie entre 3% à 8%. Le taux des matières extractibles et des minéraux représente en moyenne 12.1 % de la matière sèche de la fibre de Diss.

Par conséquent, on constate que la fibre est relativement riche en matière minérale par rapport à la fibre d'Alfa. Cette dernière contient 6 à 8%. On note que d'autres fibres comme les fibres de pailles et le kénaf ont aussi des quantités de matière minérale et cendres importantes.

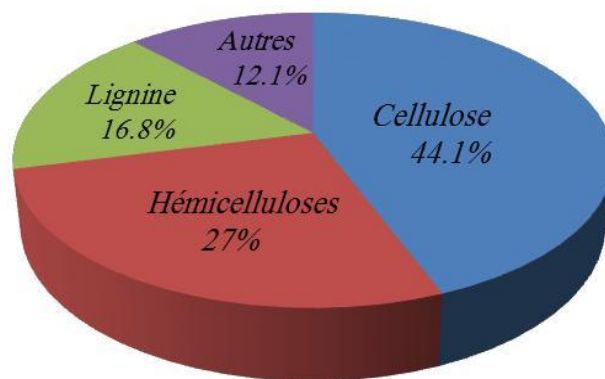


Figure IV. 2 Composition chimique des fibres de Diss en matière sèche (% en poids)

IV.3 Procédure expérimentale

Notre technique expérimentale est subdivisée en deux parties:

Partie A: la récolte et l'extraction chimique des fibres de Diss

Partie B: le traitement des fibres de Diss et leurs caractérisations

IV.3.1 L'extraction chimique des fibres

La plante de Diss est récoltée dans la région de sétif à ouelad tebbane. Les tiges de Diss se présentent sous forme de feuilles enroulées de façon circulaire ou parfois elliptiques. Les extrémités de cette plante sont coupées, puis les feuilles obtenues sont immergées dans un bac d'eau contenant la solution NaOH. Les fibres de DISS sont extraites, à partir des feuilles citées précédemment en parcourant les quatre étapes suivantes :

Préparation de la solution NaOH

Nous dissolvant de l'hydroxyde de sodium dans de l'eau distillée à l'aide d'un agitateur pour avoir une solution de NaOH avec une concentration de 2% (**Figure. IV.3**)

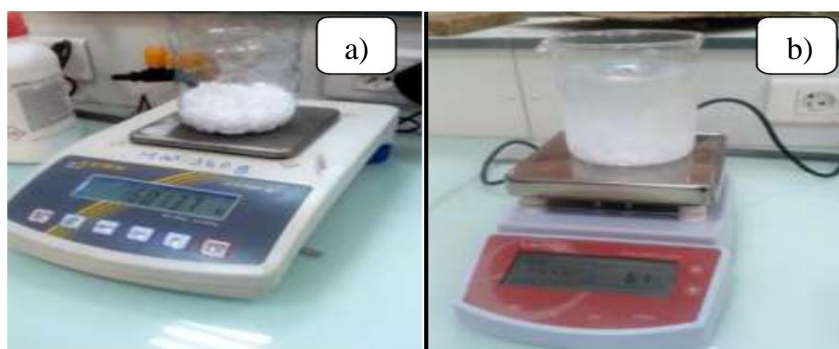


Figure. IV.3 Préparation de solution NaOH

a) NaOH et b) Dissolution de NaOH dans l'eau distillée.

-Traitement des tiges

Le but de ce traitement est l'élimination de certaine quantité de lignine de cire et d'impuretés qui recouvrent la surface externe des fibres (Fig. 4.3). Le traitement par l'hydroxyde de sodium (2% NaOH) de la fibre favorise l'ionisation du groupe hydroxyde de l'alcoolat :



Ainsi ; le traitement alcalin influe directement sur les fibrilles et le degré de polymérisation de la cellulose. Il favorise aussi l'extraction de la lignine et l'hémicellulose. La figure suivante représente les fibres de DISS avant et après l'immersion par solution de NaOH.



Figure. IV.4 Fibre de DISS : a) avant et b) après immersion dans la solution NaOH.

Après cette période (48h), les feuilles sont lavées à plusieurs reprises par de l'eau, puis lavées une seconde fois avec de l'eau distillée et 2% H₂SO₄ durant 10 min pour neutraliser les traces de NaOH restantes sur la surface des feuilles de DISS. Pour s'assurer, on refait le rinçage et on mesure chaque fois le **PH** de la solution jusqu'à avoir un **PH = 7**.

- L'extraction mécanique des fibres

Pour extraire les fibres, nous avons utilisé une extraction mécanique par brossage. Les fibres obtenues sont nommées **fibres de Diss (Fig.IV.5)**.

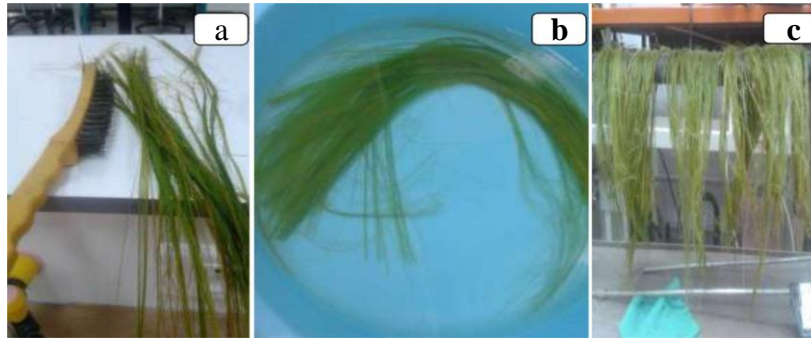


Figure. IV. 5 Procédé mécanique pour extraction les fibres

a) Brosage .b) Immersion dans l'eau distillée. c) Séchage

- Séchage thermique

Les fibres de DISS sont placées dans une étuve de séchage à une température de 70°C durant 5 heures pour améliorer leur propriété mécanique (**Fig. IV.6**).



Figure. IV.6 Traitement thermique : l'étuvage

IV.3.2 les traitements physico-chimiques des fibres de Diss

En raison de la faible compatibilité entre les fibres lignocellulosiques et les matrices, il est essentiel de traiter la fibre et /ou matrice. Les différents traitements pouvant être appliqués sont généralement classés en deux catégories : physiques et chimiques.

Le but principal des traitements de surfaces des fibres de cellulose est de leur conférer des fonctions pour les rendre hydrophobes. Donc automatiquement vont entraîner une compatibilité avec la matrice polymère, qui améliore la qualité des composites.



IV.3.2.1 Traitements chimiques

Nous avons choisi deux méthodes : la mercerisation et l'acétylation

- Traitement alcalin par NaOH :

Les fibres de DISS ont été émergées dans une solution alcaline de NaOH avec une concentration de 3% pendant 4 heures à une température ambiante, Cette opération est suivie d'un rinçage à l'eau distillée. L'élimination et la neutralisation de la soude caustique est assurée par un traitement acide (l'acide sulfurique).(Fig. IV.7).



Figure. IV.7.Fibre de DISS traité par 3% NaOH.

- Traitement par l'anhydride acétique :

L'acétylation des fibres par l'anhydride acétique a été menée en masse et sous l'action catalytique de l'acide sulfurique. Le rapport réactif/catalyseur utilisé dans la présente étude a été proposé par Olaru et al. [1].

L'anhydride acétique (5 ml) a été mélangé manuellement avec l'acide sulfurique (10 ml) dans un bécher à large diamètre. Après avoir ajouté 1 g de fibre au milieu réactionnel, le bécher a été couvert par un film en aluminium pour minimiser l'hydrolyse de l'anhydride acétique sous l'effet de l'humidité environnante(**Fig. IV.8**). L'acétylation a été menée à température ambiante, sans agitation, pendant 4 h. A la fin de la réaction, les fibres ont subi une série de lavages avec de l'eau déminéralisée jusqu'à pH neutre. Après lavage, les fibres modifiées ont été séchées à température ambiante. Il est à noter que les fibres n'ont pas été séchées à l'étuve pour conserver leur résistance mécanique [2, 3].



Figure. IV.8Fibre de DISS traité par l'anhydride acétique.

IV.3.2.2 Traitement physique

- Traitement par micro-onde :

Les micro-ondes sont des ondes électromagnétiques d'une longueur d'onde de 1 mm à 1 m, correspondant à des fréquences comprises entre 300 GHz et 300 MHz. Dans cette partie du spectre électromagnétique se trouvent des fréquences utilisées pour les communications par téléphone cellulaire, radar et télévision par satellite. Les fréquences réservées par la Federal Communications Commission (FCC) à des fins de chauffage par micro-ondes industrielles, scientifiques et médicales (ISM) sont 0,915 ; 2,45 ; 5,8 et 24,124 GHz. **2,45 GHz** (correspondant à une longueur d'onde de 12,2 cm et une énergie de $1,02 \times 10^{-5}$ eV) est un moyen de traitement couramment utilisé de fréquence pour le chauffage par micro-ondes car les basses fréquences permettent une plus grande profondeur de pénétration [9].

Dans ce traitement, nous avons utilisé une micro-onde à fréquence fixe (FFM, 2,45 GHz, LG (**Fig. IV.9**) avec une puissance de sortie maximale de 900 W était employés au cours de l'étude de faisabilité. La taille de la cavité était de 527 x 392 x 480 mm. Les fibres de DISS ont été mises à l'intérieur pendant une durée de 4 min mais avec une puissance choisie de 550W.

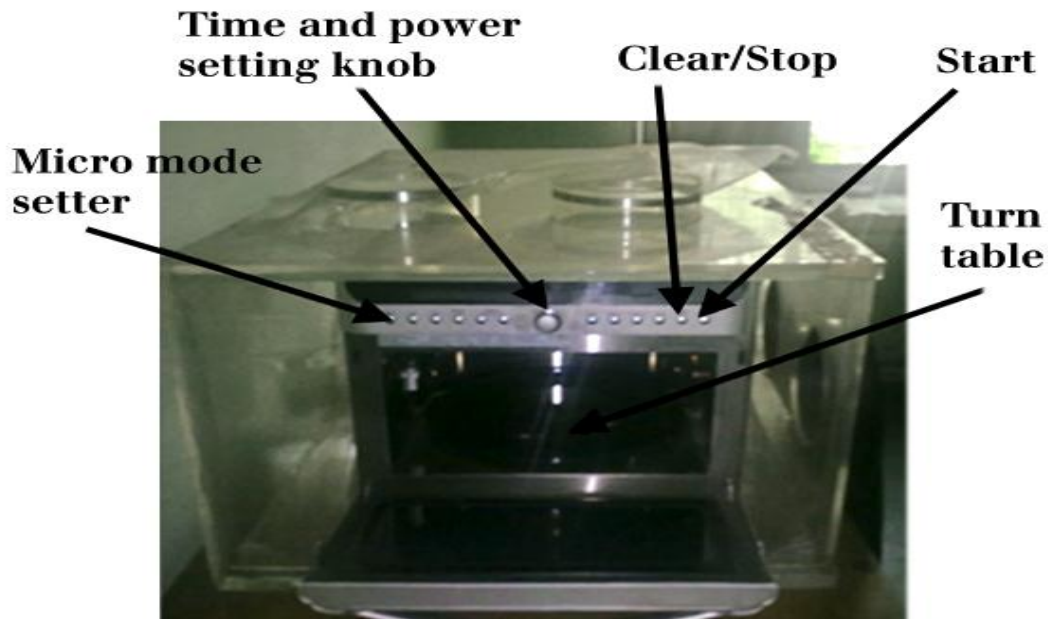


Figure. IV.9 Micro-onde à fréquence fixe.

IV.4 Les méthodes de caractérisation :

IV.4.1. Caractérisation physique :

IV.4.1.1. Détermination de la densité

Pour déterminer la densité, nous avons utilisé un pycnomètre de 50ml et une balance analytique de 0,00001g de précision (Fig. IV.10). L'éthanol est utilisé comme solvant, sa densité est de 0,8051g/cm³.

• Méthode pycnométrique

Pour mesurer la densité de différentes fibres de DISS traitées et non traitées, nous avons suivi le protocole de la méthode du pycnomètre suivant :

$$\rho_f = \frac{m_2}{m_2 - (m_3 - m_1)} \rho_{eth} \quad (1)$$

m1 : La masse de (pycnomètre + éthanol)

m2: La masse d'échantillons des fibres

m3: La masse de (pycnomètre + éthanol + échantillons)

ρ_{eth} : La densité de l'éthanol

ρ_f : La densité des fibres



Figure. IV.10 balance analytique (M du pycnomètre + M de l'éthanol).

Trois pesés de masses sont réalisées pour chaque échantillon et cela pour minimiser les erreurs possibles.

Les fibres de Diss	densité (g.cm ⁻³)
sans traitement	1.00
avec micro-onde 550w	1.55
NaoH	1.08
anhydride acétique	1.15

Tableau. IV.1 : la densité des fibres de Diss

IV.4.1.2 Détermination de la section

La section est calculée à partir de la masse de fibre qui a une longueur fixe qu'on a choisi (L= 80mm) et la densité. Et cela sera pour toutes les fibres des quatre échantillons.

Pour la pesé de masse de la fibre, nous avons utilisé une balance numérique de 10⁻⁵ g de précision.



IV.4.2 Caractérisation mécanique :

Les essais de traction sur les différentes fibres de Diss étudiées sont menés sur une machine de traction universelle **ZWICK /ROELL**. Elle est équipée d'une cellule de charge de 2.5 KN. La vitesse de la traverse mobile est de 1 mm/min. Le pilotage et l'acquisition des données sont faits par le logiciel **TESTEXPERT**. La **Figure(IV.11)** présente la fixation des éprouvettes.



Figure. IV.11 :Machine de traction.

IV.4.2.1préparation des éprouvettes de traction :

On a constaté que les fibres glissent ou s'écrasent au niveau des mors de fixation. Pour remédier à ces problèmes nous avons confectionné des échantillons sur des feuilles en carton perforées (**Figure. IV.12**). Vu la dispersion des résultats, chaque nuance nécessite la préparation au moins 30 éprouvettes

Les étapes de préparation sont :

- Préparation des feuilles de supports des fibres.
- Collage des fibres sur les feuilles de supports à l'aide de la colle.

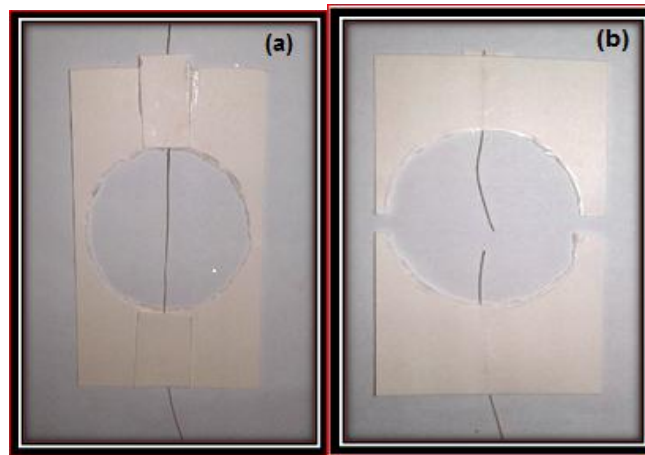


Figure. IV.12 : éprouvette de traction, (a) avant (b) après l'essai de traction.

IV.4.2.2 Essai de traction sur les fibres :

Notre objectif est l'étude du comportement mécanique des fibres Diss et de voir l'effet des traitements sur le comportement mécanique.

Les valeurs mesurées directement lors de l'essai de traction sont la force F et l'allongement ΔL , plutôt que les contraintes et la déformation.

La contrainte σ , rapportée dans un diagramme de traction est la force divisée par la section initiale S_0 de l'éprouvette (contrainte nominale).

$$\sigma = F / S_0 \quad (2)$$

De même la déformation ε , se réfère à la longueur initiale L_0 de la partie délimitée par l'extensomètre (déformation nominale).

$$\varepsilon = \Delta L / L_0 = (L - L_0) / L_0 \quad (3)$$

On parle de diagrammes rationnels quand on détermine les contraintes et les déformations vraies. Ils sont obtenus en divisant la force ou l'allongement par la section, respectivement la longueur instantanée. Ici nous nous contentons du premier type de diagramme qui est d'ailleurs le diagramme d'usage commun. La **Figure. IV.13** illustre l'allure que peuvent avoir les courbes de traction de différents matériaux. [40]

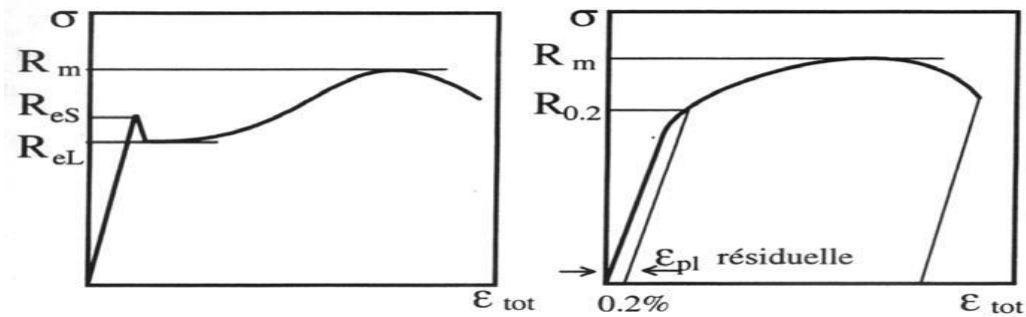


Figure. IV.13 :Schéma représentant 2 types différents de courbes de traction.

Les différents éléments donnés par les courbes d'essais sont :

- le module de Young E , ou module d'élasticité longitudinale.
- la limite élastique R_e ou σ_e , qui sert à caractériser un domaine conventionnel de réversibilité.
- la résistance maximale à la traction R_m ou σ_m .
- l'allongement à la rupture A , qui mesure la capacité d'un matériau à s'allonger sous charge avant sa rupture.

IV.4.3 Caractérisation chimique :

IV.4.3.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF

La spectroscopie I.R. est une méthode la plus efficace pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. En effet, le rayonnement I.R. excite des modes de vibration (déformation, élongation) spécifiques de liaisons chimiques. La comparaison entre rayonnement incident et transmis à travers l'échantillon suffit alors à déterminer les principales fonctions chimiques présentes dans l'échantillon.

Les mesures de spectroscopie infrarouge (I.R) sont réalisées sur un spectromètre à transformée de Fourier.

Les échantillons à analyser sont préparés sous forme de poudres (broyage des fibres de Diss traitées ou non) puis pastillées avec le bromure de potassium (KBr) ; Le balayage de balayage est comprise entre 500 et 4000 cm^{-1} [16].

The page features a decorative graphic consisting of three overlapping blue circles of varying sizes, arranged vertically. Two thin, light blue lines intersect at the top left and extend diagonally across the page, framing the circles and the text.

Chapitre V:

Résultats et discussions



V.1. Introduction

Ce chapitre présente les résultats obtenus par des caractérisations physico-chimique et mécanique des fibres de Dissayant subies les différents traitements : à la soude ; anhydride acétique et à la micro-onde à température ambiante plus les fibres qui sont pas traitées. Nous avons conclu la variation de densité de fibre de DISS dans la marge des densités des fibres naturelles. Et on a discuté les résultats du FTIR et l'essai de traction sur la fibre de DISS.

V.2. Propriétés Physique

V.2.1. Densité des fibres

L'utilisation de la technique du pycnomètre nous a permis de déterminer les valeurs de densité des quatre échantillons de différents traitements des fibres de DISS. Atteindre une valeur fiable de la densité était difficile en raison de la nature poreuse des fibres. Plus de 3 mesures de densité pour chaque type de traitement. Les résultats obtenus sont illustrés par le **tableau (V.1)**.

Tab.V.1. Résume les résultats de la densité des différents traitements des fibres de DISS.

Les fibres de Diss	densité (g.cm ⁻³)
sans traitement	1.00
avec micro-onde 550w	1.55
NaoH	1.08
anhydride acétique	1.15

Le tableau V.1 rassemble les différents résultats obtenus. La densité apparente obtenue par pycnomètre des feuilles Diss non traitées est de l'ordre de (1.00±0.1g/cm³). Par contre, pour un traitement de 4 heures à la soude (3%) elle est de l'ordre de (1.081 ±0.1g/cm³), pour un traitement de 4 heures à l'anhydride acétique est de l'ordre de (1.15±0.1g/cm³). et pour un traitement des fibres à 550W pendant 4 minutes par micro-ondes, la densité est de l'ordre de (1.55±0.1g/cm³). Cette augmentation de valeurs est due probablement à l'extraction de produits solubles de la fibre par différents traitements, ce qui favorise la diminution du nombre de pores présent dans la fibre.

D'après les résultats obtenus, il s'avère que les densités trouvées sont dans la marge des densités des fibres

naturelles : Sisal, Alfa, Coton, fibre de Palmier etc...

D'où la fibre de DISS est une fibre naturelle favorable pour le renforcement des bio-composites

V.3 Morphologie des fibres traitées :

Après les traitements des fibres avec l'anhydride acétique, micro-ondes et NaOH, il y'a un changement des couleurs avec une surface lisse pour les fibres non traitées et rugueuse de la fibre traitée.(Figure III.1).

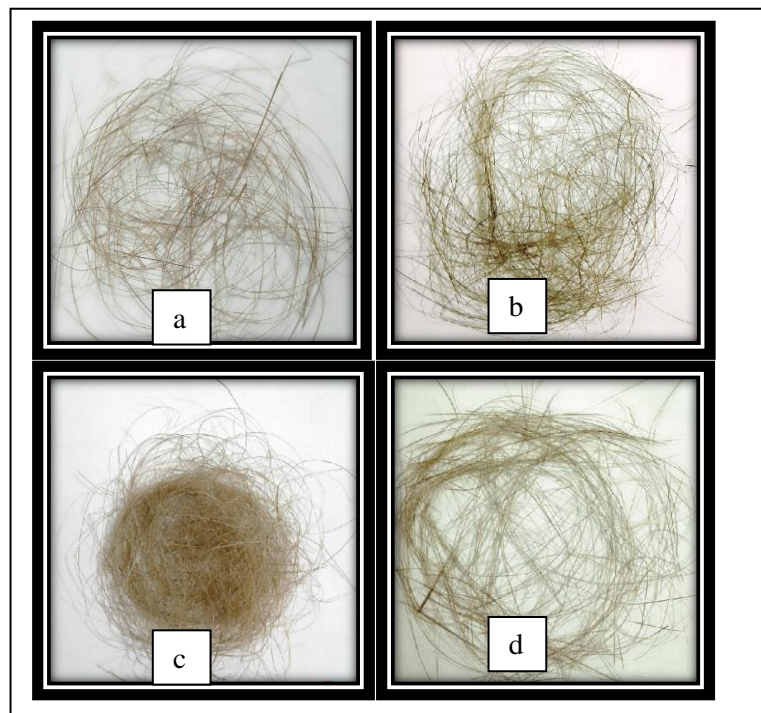


Figure V.1 : Morphologies des fibres obtenues par les différents traitements

a)Micro-ondes, b)NaOH, c) Anhydride acétique, d) sans traitement.

V.4.Caractérisation mécanique

Les essais de traction sont effectués sur les quatre nuances de fibres traitées et non. A titre d'exemple, la figure (V.2) présente les courbes contrainte-déformation pour une série des fibres traitées par une solution de l'anhydride acétique. Les calculs sont faits sous l'hypothèse d'une section circulaire des fibres testées. On constate que la fibre présente un comportement linéaire élastique. La rupture est de type fragile. Elle s'initie habituellement à partir de défauts préexistants là où le diamètre est le plus faible. La déformation à la rupture se situe autour de 1.7 %.

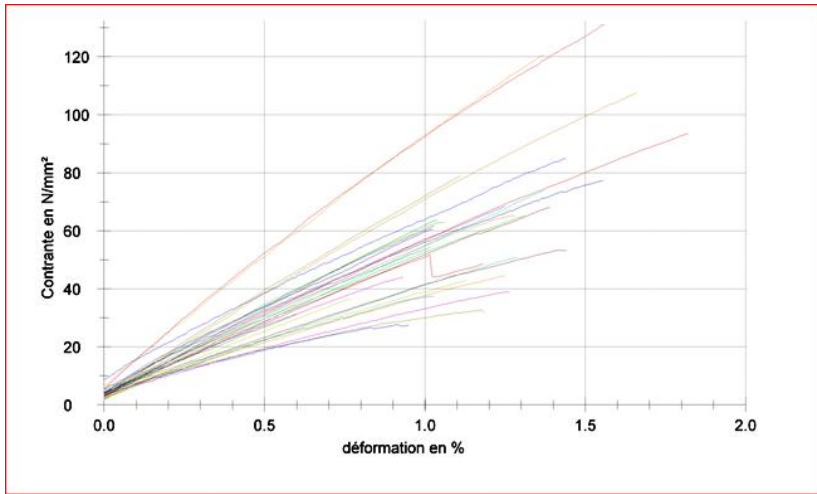


Figure V.2 courbe contrainte/ déformation des fibres de Disstraitées avec NaOH 3% 4h

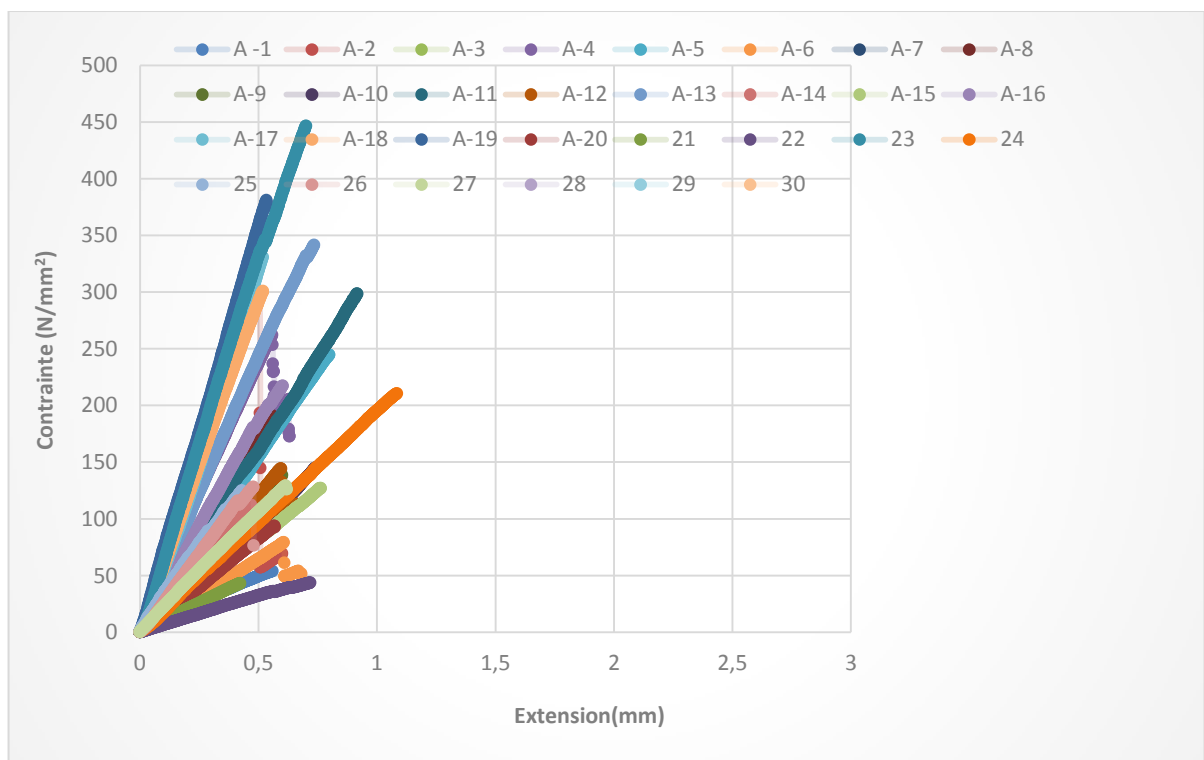


Figure V.3 Superposition des courbes contrainte-extension de la fibre DISS en traction Avec l'anhydride acétique 4h



Les caractéristiques mécaniques sont des paramètres intrinsèques de la fibre végétales DISS, on cite :

- Le module de Young (GPa)
- La contrainte à la rupture de la fibre (MPa)
- L'allongement à la rupture (%)

Bien que les fibres de DISS testées aient le même comportement, les résultats des tests en traction nous ont permis de constater un écart d'une fibre à une autre (**Fig.V.3**). Cet écart semble être issu des causes suivantes :

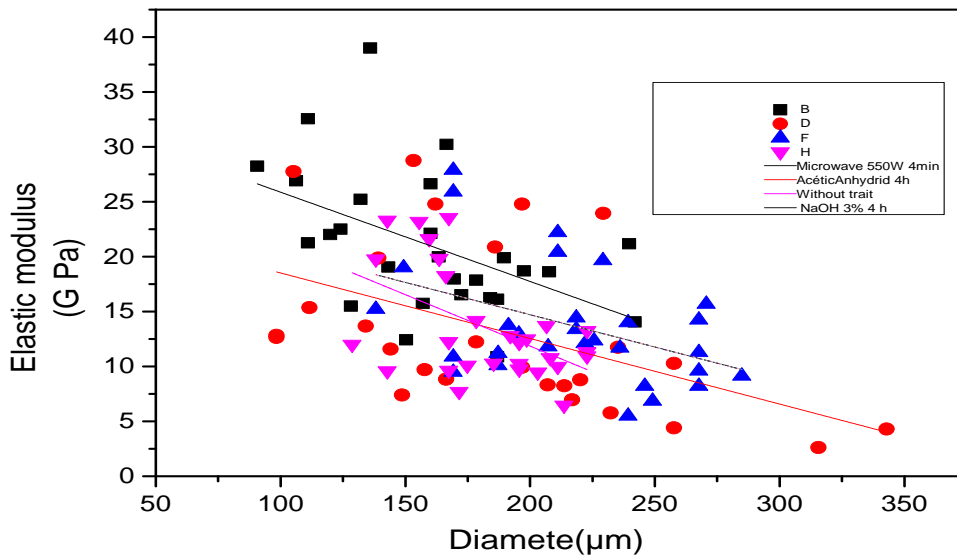
✓ Causes intrinsèques : elles sont liées aux conditions de croissance des fibres, à la variété, à la situation de la fibre dans la plante, à l'hétérogénéité des fibres et à la différence du taux de cristallisation de la cellulose d'une zone à l'autre des fibres.

✓ Causes extrinsèques : elles sont liées aux conditions expérimentales. On observe par exemple que le collage d'une fibre n'assure pas une détermination précise de la longueur de jauge. La colle enrobe parfois par capillarité une partie de la fibre. L'humidité ambiante modifie les propriétés de la fibre

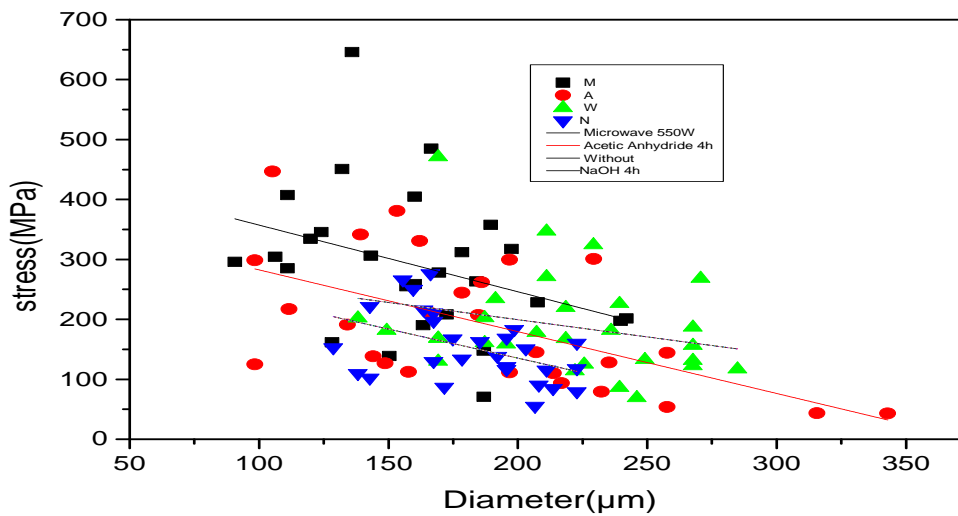
V.4.1 Paramètres mécaniques

L'analyse des résultats des tests de traction sur les différentes nuances de fibres de DISS traitées et non, nous a permis de déterminer les paramètres intrinsèques de cette fibre.

Comme déjà signalé plus haut, ses paramètres sont fortement influencés par le milieu naturel de croissance de la fibre de DISS. Les deux courbes (**Fig. V.4 a et b**) représentent l'évolution du module de Young et de la contrainte en fonction des diamètres de la fibre de DISS respectivement. De **la figure V.4 a**), on voit clairement que le module de Young est important pour des diamètres de fibre réduits. Cela peut être expliqué par la présence des éléments ligno-cellulosiques dans les fibres ayant de grands diamètres. Il est à signaler que la fibre de DISS peut atteindre des modules importants allant de **15,01715 GP** pour NaOH à **24,9273 GP** pour le traitement aux micro-ondes. Ce qui permet de dire que ce dernier nous donne les meilleurs résultats, comme il est montré dans **la Fig.V.5**. Le recours au traitement physique de la surface des fibres contribue à les rendre moins hydrophiles et favorise ainsi une adhérence efficace à l'interface fibre-matrice du composite.



a) Module de Young en fonction du diamètre



b) Contrainte en fonction du diamètre

Fig. V.4 Evolution des paramètres de la fibre de DISS en fonction du diamètre :

a) Module de Young en fonction du diamètre b) Contrainte en fonction du diamètre

De même pour la **figure V.4. b)**, la contrainte à la rupture de la fibre de DISS est importante pour des diamètres de la fibre très petits. La contrainte des fibres de DISS peut varier de **165.88741MPa** pour NaOH à **358.3453MPa** pour le traitement à la micro-onde. Comme il est illustré



dans la Fig.V.6, On peut dire la même chose qu'auparavant, le traitement aux micro-ondes nous donne les meilleurs résultats,

Pour pouvoir comparer la fibre de DISS avec les autres fibres naturelles utilisées comme renfort des bio-composites, on compare les propriétés physiques et mécaniques de la fibre de DISS avec ces fibres (Tab .V.2) :

Tab.V.2. Propriétés physiques et mécaniques de quelques fibres végétales.

Nom de la fibre	Densité (g/cm ³)	Diamètres (µm)	Module de Young (GPa)	Contrainte (MPa)
Bambou	0,91	240–330	0.35–0.91	509
Palmier	0,99	155–250	11.32	309
Banane	1,35	60–250	17,85	600
Sisal	1,45	50–300	9,4–22	530–640
Jute	1,3–1,5	40 -350	10–30	393–773
Abaca	0,83	114–130	12–13,8	418–486
DISS Brute	1,00	284-138	27,90-5,5	470,88-68,70
Diss à micro- onde 550W	1.55	242 – 91	38,98- 10,87	645,78-70,90

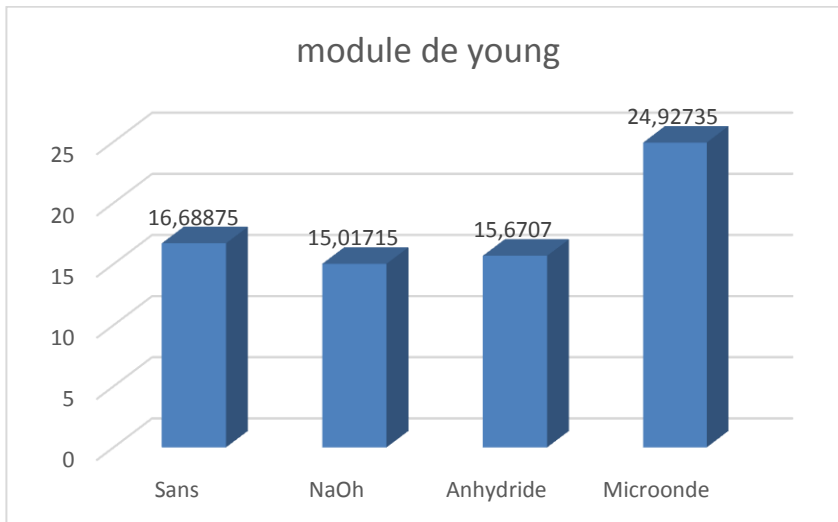


Figure. IV.5. Histogrammes de l'évolution des modules de Young de différentes nuances de fibres Diss

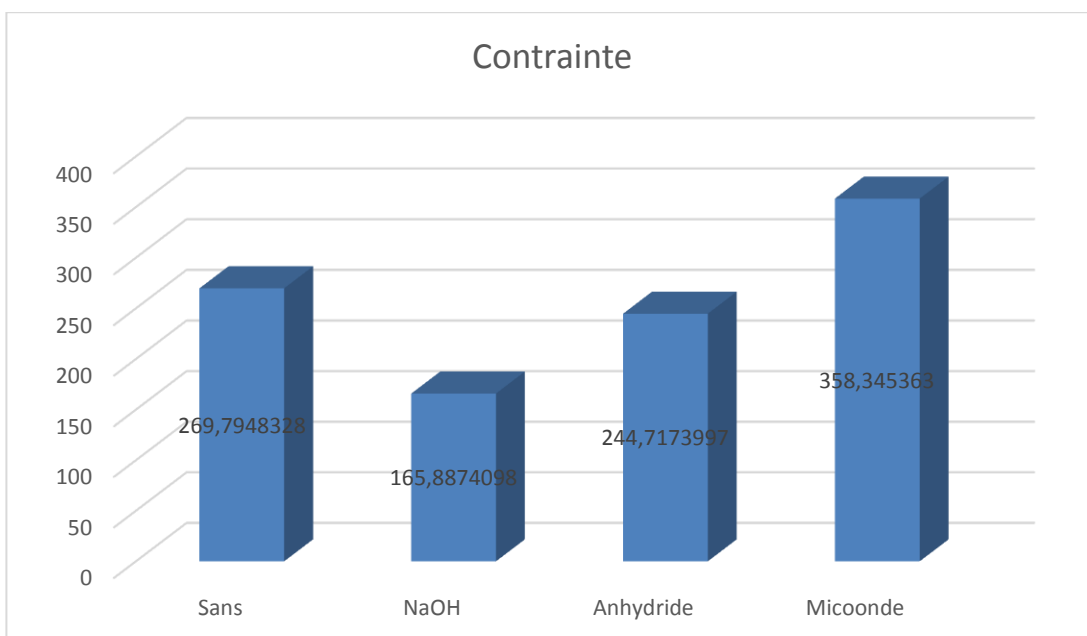


Figure. IV.6. Histogrammes de l'évolution des contraintes de différentes nuances de fibres Diss.

V.5 Spectroscopie infra rouge :

Des spectres infrarouges obtenus par transmittance des fibres Diss brutes et modifiées après un temps de traitement chimique de 4h et traitement physique de 4min sont présentés à la Figure V.7 L'analyse a été faite

par comparaison entre les différents spectres de Diss et le spectre témoin de la cellulose pure obtenus. L'interprétation se fait à l'aide des bandes associées aux fonctions les plus fréquemment rencontrées dans l'étude des fibres végétales par spectrométrie infrarouge (**Tab V.3**)

Fréquence (cm ⁻¹)	Attributions possibles	éléments	Réf
3440	Liaison O-H (vibration d'élongation)	Polysaccharides et eau d'hydratation	[GRO, WGT0]
2920	C-H (vibration d'élongation)	cellulose	[SINO]
2850	H3C-O (vibration d'élongation)	Lignines et Graisses	
2350			
1740	Groupe ester et acides C=O (élongation symétrique)	Xylanes (hémicelluloses)	[HAQ]
1650	Liaison hydrogène H ₂ O adsorbée dans la cellulose cristalline	Eau	
1505	C=C cycle aromatique (élongation symétrique)	Lignines	
1430	Déformation dans le plan de groupes C-H et Vibration aromatique	Pectine, hémicellulose pectates de calcium lignine	[ALIO, SU0]
1325	Déformation dans le plan de groupe CH ₂	Polysaccharides	
1250	C -O cycle aliphatique	Cellulose	
1030	Déformation des groupes acétyles (xylanes)	Lignine	
1162	C-O-C (élongation antisymétrique)	Cellulose, hémicelluloses	
900	Vibration des liaisons glycosidiques	Polysaccharides	
670	C -OH de déformation	Cellulose	
Fréquence (cm ⁻¹)	Attributions possibles	éléments	Réf
3440	Liaison O-H (vibration d'élongation)	Polysaccharides et eau d'hydratation	[GRO, WGT0]
2920	C-H (vibration d'élongation)	cellulose	[SINO]
2850	H3C-O (vibration d'élongation)	Lignines et Graisses	
2350			
1740	Groupe ester et acides C=O (élongation symétrique)	Xylanes (hémicelluloses)	[HAQ]
1650	Liaison hydrogène H ₂ O adsorbée dans la cellulose cristalline	Eau	
1505	C=C cycle aromatique (élongation symétrique)	Lignines	
1430	Déformation dans le plan de groupes C-H et Vibration aromatique	Pectine, hémicellulose pectates de calcium lignine	[ALIO, SU0]
1325	Déformation dans le plan de groupe CH ₂	Polysaccharides	
1250	C -O cycle aliphatique	Cellulose	
1030	Déformation des groupes acétyles (xylanes)	Lignine	

1162	C-O-C (élongation antisymétrique)	Cellulose, hémicelluloses
900	Vibration des liaisons glycosidiques	Polysaccharides
670	C-OH de déformation	Cellulose

Les principaux pics d'absorption de Diss brut commun au spectre de la cellulose pure, sont : 3353 cm^{-1} , 2920 cm^{-1} , 1650 cm^{-1} , 1430 cm^{-1} , 1030 cm^{-1} et 900 cm^{-1} .

On observe une large bande à $3342,68\text{ cm}^{-1}$. Cette bande est due principalement aux groupements OH caractéristiques des polysaccharides. Les bandes 2900 cm^{-1} et 1750 cm^{-1} sont correspond successivement aux liaisons C-H de CHO et liaison C=O des esters. Les bande 1675 cm^{-1} et 1425 cm^{-1} successivement traduit l'existence des liaisons C=O des aldéhydes aromatiques et liaison O-H des acides carboxylique et cette dernier est signe del'existence des pectines, de lignine et de l'Hémicellulose.

On note aussi la présence d'une bande à $1055, \text{ cm}^{-1}$. Cette dernière correspond à la liaison O-H alcool secondaire et primaire.

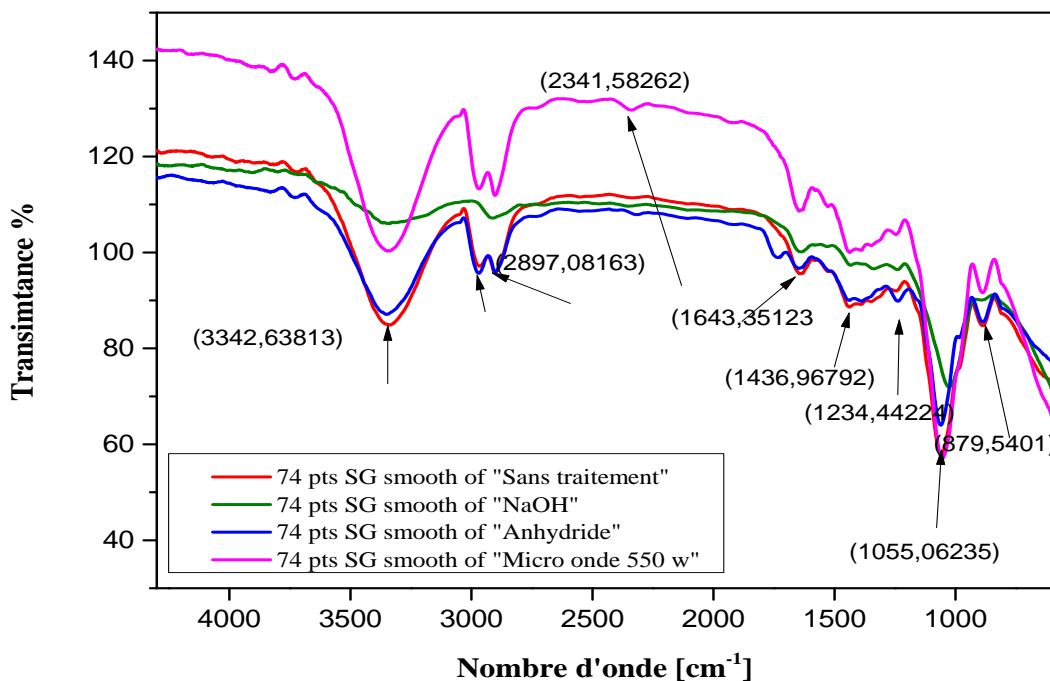


Figure V.7 : Comparaison des spectres IR entre 520 cm^{-1} et 4900 cm^{-1} en fonction des traitements ; Micro-onde, NaOH, Anhydride acétique et sans traitement.



Conclusion générale

L'objectif de ce travail de mémoire consiste à modifier chimiquement et physiquement les fibres d'une plante qui s'appelle Diss, par des procédés simples et écologiques, dans le but de les insérer dans des matrices polymériques permettant ainsi d'élaborer des matériaux performants à partir de labiomasse.


Les fibres sont des matières premières ligno cellulosiques prometteuses pour le renforcement des composites. Cependant et malgré les multiples avantages des fibres cellulosiques tels que la faible densité, le faible coût et la biodégradabilité, leur utilisation à l'état naturel est limitée par leur caractère hydrophile qui diminue leur affinité avec les matrices hydrophobes. Pour remédier à ce problème, un traitement chimique ou physique de la fibre naturelle est recommandé. Plusieurs procédés de modification chimiques et physiques des fibres que nous avons élaborés, afin de réduire leur caractère hydrophile, dont on cite principalement l'acétylation, l'alcalisation et micro-ondes. Certes, ces traitements ont été largement étudiés, mais cette fois-ci avec une nouvelle fibre qui est le Diss.

L'analyse chimique a révélé que les fibres de Diss sont constituées principalement de cellulose, Hémicellulose, pectine et de lignine. Il est important de noter que des études antérieures ont souligné que les paramètres tels que la nature, le lieu de culture et les conditions de récolte des fibres végétales influencent de manière importante sur la composition chimique. On souligne que l'analyse chimique de la fibre de Diss révèle qu'elle est constituée de plus de 44 % de cellulose.

Les résultats des tests physico-chimiques sur les fibres obtenues montrent que les propriétés des fibres de DISS varient considérablement. Ces propriétés sont gouvernées par la composition chimique et structurale et dépendent du type de la fibre et des conditions de croissance. La cellulose, le composant principal de toutes les fibres végétales, la composition structurale peuvent varier de façon substantielle en fonction du procédé et des conditions d'extraction. De plus, Nous avons déterminé la densité de la fibre de DISS. Cette valeur est dans la marge des densités des fibres naturelles : Sisal, Alfa, Coton, fibre de Palmier etc. elle varie pour les différents traitements entre (1.00 et 1.55 g/cm⁻³).

La technique de caractérisation mécanique de la fibre de DISS montre que cette fibre pour les quatre types d'échantillons (non traités, l'anhydride acétique, solution alcaline par la soude, et micro-ondes) a un comportement linéaire fragile. Cela provient du fait que la rupture est due à la propagation des défauts préexistants. Il est à signaler que la fibre de DISS peut atteindre un module de Young important surtout pour les traitements à la micro-onde

Conclusion générale



jusqu'au(24,93GPa), et une contrainte de rupture remarquable (358,345MPa). Ce qui nous laisse dire que cette fibre peut être utilisée comme renfort pour les composites.

Nous souhaitons que ce travail trouve une continuité, et ces fibres de DISS seront utilisées comme renfort des bio-composites à haut niveau pour confirmer plus nos résultats.