

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA**

**FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT GENIE MECANIQUE
N° :**



**DOMAINE : SCIENCES ET TECHNOLOGIES
FILIERE : GENIE MECANIQUE
OPTION : GENIE DES MATERIAUX**

**Mémoire présenté pour l'obtention
Du diplôme de Master Académique**

Par: KHIRI AMEL & BOUCHIBA MARIA

Intitulé

**Effet des techniques d'extraction des fibres végétales
sur leurs caractéristiques physiques chimiques et
mécaniques**

Soutenu devant le jury composé de :

Pr RAHMOUNI Z. E. A	Université de Msila	Président
DR ROKBI M	Université de Msila	Rapporteur
DR MOUSAOUI N	Université de Msila	Examineur
DR AMROUNE	Université de Msila	Examineur

Année universitaire : 2018/2019

Remerciement

Au terme de ce travail, qu'il nous soit permis de témoigner à toute les personnes qui nous ont aidé à faire aboutir ce modeste travail nos plus vifs remerciements.

Nous tenons à remercier tout particulièrement :

Dr. M. Rokbi pour sa patience, son aide et son encouragement et d'avoir accepté de diriger ce travail malgré ces lourdes charges.

Nos vifs remerciements vont également à tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin, en particulier Mme. N. Moussaoui, Mr. M. Meddah et Mr. H. Zeggane.

Tous les ingénieurs des laboratoires du hall de technologie.

Que Mr. Le président de jury ainsi que ses membres trouvent ici l'expression de notre très haute considération pour avoir accepté de juger cet humble travail.

Maria et Amel

Dédicaces

Nous avons achevé cet humble ouvrage grâce à Dieu le tout puissant, et je le dédit :

- *Au être les plus chères à mon cœur mes merveilleux parents.*
- *A la mémoire de mes grands-parents.*
- *A ma chère sœur Lila et sa petite famille.*
- *A mes chers frères.*
- *A toute ma famille.*
- *A tous mes collègues.*
- *A tous les amis et les étudiants de la promotion*
- *A moi-même.*

Amel

Dédicaces

Nous avons achevé cet humble ouvrage grâce à Dieu le tout puissant, et je le dédit :

- *À la mémoire de mon cher père.*
- *À ma très chère mère.*
- *À mon cher mari.*
- *À adorables enfants.*
- *À mes chers frères et sœurs.*
- *À mes collègues et amis.*
- *À moi-même.*

Maria

Sommaire

Remerciement

Table des matières.....	I
Liste des tableaux.....	V
Liste des figures.....	IIV
Introduction.....	1

Chapitre I : Généralités sur les fibres végétales

I.1.Introduction	7
I.2. Fibres végétales ou ligno-cellulosiques.....	8
I.3. Caractéristiques d'une fibre végétale.....	9
I.4. Structure et morphologie d'une fibre végétale.....	10
I.5. Composition chimique d'une fibre végétale.....	12
I.5.1. La cellulose.....	14
I.5.2. Les hémicellulose.....	15
I.5.3. Les pectines.....	16
I.5.4. La lignine.....	17
I.5.5. Les cires.....	18
I.6. Domaine d'application des fibres végétales.....	19
I.7. La fibre d'Alfa.....	21
I.7.1. Généralités sur les fibres d'Alfa.....	21
I.7.2. Morphologie de la plante d'Alfa.....	23
I.7.3 Domaines d'application de l'Alfa.....	24

Chapitre II: Méthodes d'extraction des fibres végétales

II.1.Introduction.....	
II.2.Méthodes d'extraction.....	27
II.2.1 L'extraction mécanique.....	27
II.2.1.1 Le teillage.....	27
II.2.1.2.Par déflexion.....	29
II.2.1.3.Par laminage.....	29
II.2.1.4.Par explosion à la vapeur.....	29
II.2.2. L'extraction chimique.....	29
II.2.2.1.Procédé Kraft.....	31
II.2.2.2.Procédé au bisulfite.....	32
II.2.2.3.Procédé acide.....	32
II.2.2.4.Procédé Soude-Anthraquinone.....	32
II.2.2.5.Procédé à la soude.....	32
II.2.3.L'extraction biologique.....	33
II.2.3.1.Le rouissage à terre.....	33
II.2.3.2.Le rouissage à l'eau.....	34
II.2.3.3 Par action microbienne (enzymatique).....	36
II.2.4 L'extraction combinée.....	36
II.3.Conclusion.....	37

Chapitre III : Méthodes et techniques expérimentales

III.1 Introduction.....	39
III.2. Choix de la fibre végétale.....	39
III.3. Méthodes d'extraction de la fibre Alfa.....	39
III.3.1. Extraction par Ébullition.....	42
III.3.2. Extraction biologique.....	42
III.3.2.1. Extraction par Rouissage à l'eau.....	42
III.3.2.2. Extraction par rouissage à terre (rouissage au champ).....	43
III.3.2.3 Extraction microbienne (enzymatique).....	44
III.3.3. Extraction chimique.....	45
III.3.3.1 Extraction par NaOH.....	46
III. 4. Méthodes de caractérisation de la fibre Alfa.....	48
III.4. 1. Caractérisations physiques.....	48
III.4. 2. Caractérisations chimiques.....	50
III.4.2.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	50
III.4.2.2. Diffractométrie aux rayons X (DRX).....	52
III.4.2.3. Analyse thermogravimétrique (ATG).....	53
III.4. 3. Caractérisations mécaniques.....	53
III.4.3.1. Essai de traction.....	54

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1. Préface.....	57
IV.2. Caractérisation des fibres végétales d'Alfa.....	57
IV.2.1. Investigation morphologique.....	57
IV.2.1 Caractérisation physique.....	58
IV.2.1.1 Densité apparente.....	58
IV.2.1.2 Analyse thermogravimétrique (ATG).....	60
IV.2.3. Caractérisation microstructurale.....	63
IV.2.3.1 Spectroscopie infrarouge.....	63
IV.2.3.2 Diffraction des rayons X.....	65
IV.2.4. Caractérisation mécanique.....	66
IV.2.4.1. Traction.....	66
	70
Conclusion générale.....	
Références bibliographique.....	72

Introduction générale

Introduction générale

Le développement de matériaux de haute performance à base de ressources naturelles est d'actualité dans le monde entier, même Dans les régions déficientes en forêts, la production d'autres types de fibres a été développée comme les fibres de lin, de jute ou de sisal.

Dans ce cadre, les composites polymères renforcés de fibres naturelles connaissent actuellement une grande expansion et des applications dans de nombreux domaines, allant du secteur automobile au secteur de la construction en passant par le domaine médicale. Le grand défi dans la production de composites contenant des fibres naturelles et présentant des caractéristiques contrôlées est surtout lié à la grande variation des propriétés et des caractéristiques des fibres. La qualité des fibres naturelles est en grande partie déterminée par l'efficacité des processus d'extraction et de traitement qui peuvent influencer considérablement sur les propriétés des composites finaux. Aujourd'hui, de nombreux efforts sont déployés pour optimiser les méthodes d'extraction en termes de qualité de la production des fibres, de réduction des problèmes environnementaux et de coûts de production. Notre travail vise à fournir une classification et caractérisation d'un type de fibres avec des qualités bien particulière, il s'agit de la plante d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.). Cette plante qui nécessite très peu d'eau et qui pousse abondamment dans les steppes Algériennes. Elle a pendant longtemps été employée dans la fabrication artisanale et la fabrication de papier de très bonne qualité. Mais son utilisation dans le domaine des composites biosourcés reste limité, suite à différents facteurs entre autres les caractéristiques physiques, chimiques et mécaniques des fibres obtenues à partir de l'Alfa. Ainsi notre travail contribue à la caractérisation de fibres lignocellulosique issues de cette plante. Nous présentons à travers différents chapitres, les fibres lignocellulosique, les moyens d'extraction et le travail entrepris sur la plante Alfa, pour arriver enfin à caractériser différents types de fibres d'Alfa issus de la même plante mais suivant des protocoles d'extraction différents.

Chapitre



Généralité sur les fibres végétales

I.1. Introduction

Les composites à base de fibres comme le verre ou le Carbone ont permis de grandes innovations en allégeant le poids des structures, leur production est cependant énergivore. Le développement des fibres organique a été l'origine d'une grande famille de fibres qui possède des propriétés reliant surtout une grande rigidité axial à une faible densité[1]. C'est pourquoi les recherches ces dernières années portent sur des solutions alternatives issues directement des végétaux. Des solutions inspirées de la nature tout en la respectant.

Bien que le recours aux fibres végétales n'est pas nouveau, d'après M. Supran Salit les égyptiens auraient utilisé des composites de fibres naturelles, fabriqués à partir de paille et d'argile il y a environ 3000 ans [2] .

Dans ce chapitre nous allons décortiquer ces fibres théoriquement et aborder leur structure, leurs caractéristiques ainsi que leur composition chimique et leurs domaines d'application.

I.2. Fibres végétales ou ligno-cellulosiques

Une fibre végétale ou ligno-cellulosique est une expansion cellulaire morte qui est principalement composée de cellulose d'hémicellulose de lignine et de pectine. Elle est soit isolée soit regroupée avec d'autres en un faisceau [3]. Chaque fibre unitaire correspond à une cellule élémentaire fibreuse qui est Regroupée avec d'autres pour former un faisceau de fibres; Le lien interstitiel entre les fibres unitaire étant composé principalement de pectine et d'hémicellulose. Ce sont généralement ces faisceaux de fibres qui sont appelés fibres végétales[1].

Du point de vue structurel les fibres ligno-cellulosiques contiennent des polymères naturels qui leur confèrent des propriétés mécaniques intéressantes. Ces polymères naturels sont la cellulose (α -cellulose), les hémicelluloses, la lignine et les composés extractibles (cires, pectines) auxquels s'ajoute la matière inorganique en très faible quantité[4].

Ces fibres sont classées selon leur origine, elles sont issues de différentes parties de la plante : des feuilles (fibres de sisal, de bananier, de palmier, d'alfa), des graines (fibres de coton, de kapok, etc.), de la tige (lin, chanvre, jute, kénaf, ramie, bambou, etc.), des fruits (fibres de coco, etc.) telles qu'elles sont représentées dans la (Figure I.1).

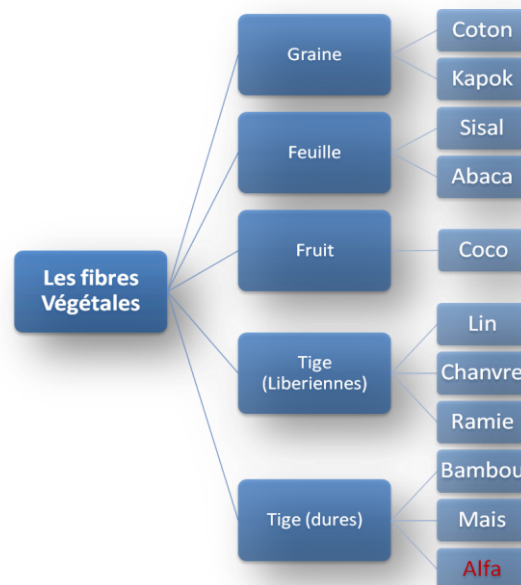


Figure I.1. Classification des fibres végétales selon l'origine [5]

I.3. Caractéristiques d'une fibre végétale

Une fibre végétale est caractérisée par sa finesse et sa forme allongée par rapport à son diamètre. La plupart des fibres végétales mesurent entre 10 et 150 mm de long pour un diamètre de 10 à 50 micromètres, soit un rapport longueur sur diamètre compris entre 10 et 100 [6]. Leur retour comme matériaux potentiels est dû aux différents avantages qu'elles présentent. Bien entendu, l'effet de ces avantages varie d'une fibre à une autre et dépend de la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage de cellulose, l'angle microfibrillaire, la section et le degré de polymérisation (voir Tableau I.1).

Tableau I.1. Propriétés physiques de différentes fibres végétales[5]

Type de fibres	Cellulose (%)	Angle microfibrillaire (°)	Diamètre (µm)	Longueur (mm)	Rapport L / d
Coton	85 - 90	33	19	35	1842
Lin	71	10	5 - 76	4 - 77	1687
Chanvre	70 - 74	6,2	10 - 51	5 - 55	960
Jute	61,1 - 71,5	8	25 - 200	9 - 70	110
Ramie	68,6 - 76,2	7,5	16 - 126	40 - 250	3500
Sisal	66 - 78	20	7 - 47	0,8 - 8	100
Coco	32 - 43	45	12 - 24	0,3 - 1	35
Alfa	45	-	5 - 95	5 -50	1964

Bien que la totalité des fibres végétales sont connues pour leur faible densité, leur pouvoir d'isolant thermique, leurs propriétés mécaniques, et notamment pour leur biodégradabilité et atouts écologiques [5], sans oublier le faible cout des fibres végétales comparé aux autres fibres (Le tableau I.2) Nous montre l'impact de production d'un kilogramme de fibres de Chanvre et fibres de verre sur l'environnement.

Tableau.I.2.Indicateurs d'impact de la production d'un kilo de fibres de chanvre et de verre

	Chanvre	Verre
Consommation énergétique	3,4 MJ	48,3 MJ
Emission CO₂	0,64 Kg	20,4 Kg
Emission de SO₂	1,2 g	8,8 g
Emission de NO_x	0,95 g	2,9 Kg
DBO (demande biologique en oxygène)	0,265 mg	1,75 mg
DCO (demande chimique en oxygène)	3,23 g	0,02g

I.4. Structure et morphologie d'une fibre végétale

Une fibre présente les parties suivantes (FigureI.2) :

- La lamelle mitoyenne M d'épaisseur de 0.5 à 2 μm en périphérie qui est commune aux cellules voisines. Elle est composée principalement de lignine (70%) associée à d'autres composés organiques tels les hémicelluloses, la pectine, la cellulose. La lamelle mitoyenne soude les fibres les unes aux autres et leur confère une grande rigidité grâce à la présence de la lignine.

- La paroi primaire P, très mince (0.03 à 0.1 μm) est souvent confondue avec la lamelle mitoyenne. Elle est constituée d'une structure fibrillaire enrobée dans un mélange de lignine, de pectines et d'hémicelluloses.
- La paroi secondaire, principale partie de la fibre qui comprend trois parties distinctes :
 - La paroi externe S1 mince (0.1 à 0.2 μm) dans laquelle les fibrilles sont enroulées en hélices parallèles, de sens opposés (une couche dans un sens, l'autre couche croisée).
 - La paroi centrale S2, de beaucoup la plus épaisse (0.5 à 8 μm). Les fibrilles sont disposées en hélices parallèles, la rigidité de la fibre dépend de l'épaisseur de cette paroi.
 - La paroi interne S3 (appelée paroi tertiaire) ; mince (0.04 à 0.1 μm), voisine du lumen W. Entre les fibres, il existe des espaces qui sont partiellement composés de lignine et d'hémicelluloses.

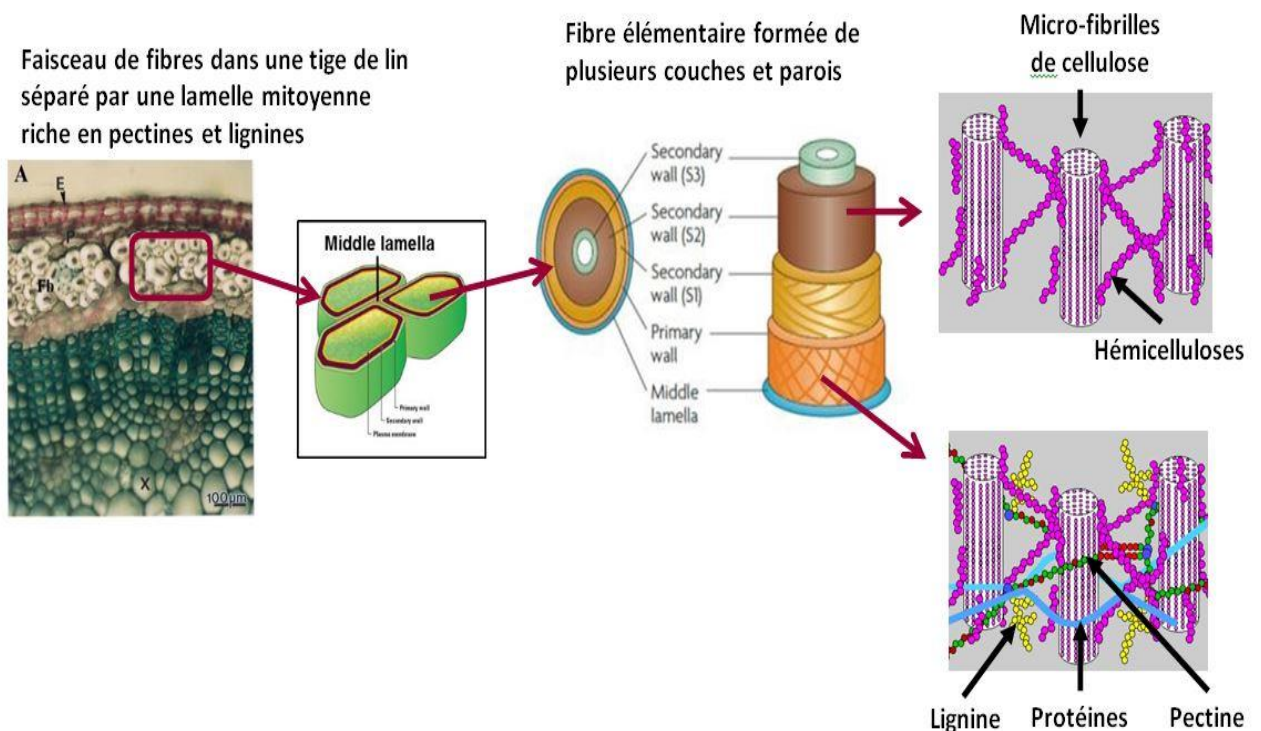


Figure I.2 Structure d'une fibre végétale [7]

Dans les plantes, la fibre contribue à des fonctions essentielles pour son développement : soutien et conduction. Elle est donc poreuse et certains liquides et gaz peuvent y pénétrer. Sa morphologie peut être influencée par plusieurs facteurs comme les saisons et les contraintes. Des différences de morphologie fibreuse ont également été observées suivant l'âge de la fibre[8, 9].

I.5. Composition chimique d'une fibre végétale

Dans une fibre végétale, les propriétés physiques, mécaniques et thermiques sont principalement déterminées par la composition chimique, la structure, la dimension des cellules, le pourcentage de cellulose, l'angle microfibrillaire, ainsi que la section et le degré de polymérisation [10].

Les principaux composants des fibres naturelles sont: la cellulose, les hémicelluloses et les lignines. Elles contiennent aussi des protéines, des extractibles et certains composés inorganiques en faibles proportions.

Chaque fibre se présente comme un biocomposite multicouche dans lequel la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant l'élément structurant très rigide qu'est la cellulose (voir figure I.2). Elle est assimilable à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose, la matrice étant principalement composée d'hémicellulose et de lignine [11]. La lignine constitue la matrice et l'hémicellulose joue le rôle d'agent comptabilisant entre ces deux composants. Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice suivant un angle nommé angle microfibrillaire [10](Figure I.3).

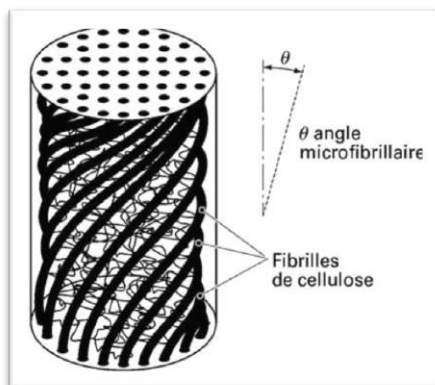


Figure I.3 Disposition hélicoïdale des fibrilles de cellulose dans une fibre végétale[12].

Les chaînes de cellulose sont rassemblées en structures basiques appelées microfibrilles avec des diamètres de 2 à 20 nm. Chaque microfibrille peut être considérée comme des chaînes de cristaux de cellulose liés par des zones amorphes. La composition des fibres naturelles varie selon leurs origines botaniques, les conditions climatiques, la maturité et le mode d'extraction. La composition chimique, la structure, les défauts et les dimensions des cellules des fibres sont les principaux paramètres qui conditionnent l'ensemble des propriétés des fibres notamment les propriétés mécaniques.

En règle générale, la résistance à la traction et le module d'Young des fibres croît avec l'augmentation de la teneur en cellulose[13].

Tableau.I.3. Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales[5]

Fibres	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Pectine	Cire
Coton	85 - 90	5,7	0,7 - 1,6	0-1	0,6
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

I.5.1. La cellulose

La cellulose est le constituant de base des cellules végétales, ce qui en fait la substance naturelle la plus importante dans les organismes vivants : environ 40% du carbone organique. C'est un polymère linéaire dont la masse molaire peut varier de 5.10^4 à $2,5.10^6$ g/mol [14].

D'un point de vue chimique, la cellulose est une molécule formée par une très longue chaîne

stéréorégulière composée de maillons de glucose $C_6H_{12}O_6$ (Figure I.4) [15]. Les molécules cycliques de glucose adoptent la conformation « chaise », qui est plus stable que la conformation « bateau » [16].

Le nombre de monomères de glucose, ou degré de polymérisation (DP), varie selon l'espèce végétale [17].

La cellulose I (ou cellulose "native") correspond à la cellulose existant à l'état naturel. Sa masse molaire est de l'ordre de $1,5$ à $2,0.10^6$ g.mol⁻¹ ; les traitements qu'elle subit pour son extraction réduisent sensiblement cette valeur. Dans la cellulose pure, la structure moléculaire est presque parfaitement régulière car elle ne contient de défauts que dans une unité sur mille environ. Le centre de ces microfibrilles est très cristallin tandis que les chaînes de surface sont de nature plus désordonnée et constituent des zones paracristallines [18]. Les microfibrilles de cellulose sont donc constituées de zones cristallines parfaitement ordonnées et de zones amorphes, au contraire, totalement désordonnées.

La cellulose n'est pas hydrosoluble mais est fortement hydrophile, propriété qui est à l'origine, pour les fibres exploitées, de leur grand confort en tant que fibres textiles. Dans les conditions normales d'utilisation, elle peut contenir jusqu'à 70% d'eau plus ou moins liée. Le remplacement d'une partie des interactions inter-chaînes par des liaisons hydrogènes entre la cellulose et l'eau provoque une plastification du matériau et donc une diminution de ses caractéristiques mécaniques. Alors que la contrainte à la rupture des fibres de cellulose très cristalline peut atteindre 700 MPa à sec, elle peut perdre jusqu'à 30% de sa valeur en atmosphère humide. Toujours grâce à une grande cohésion, la cellulose est insoluble dans la plupart des solvants.

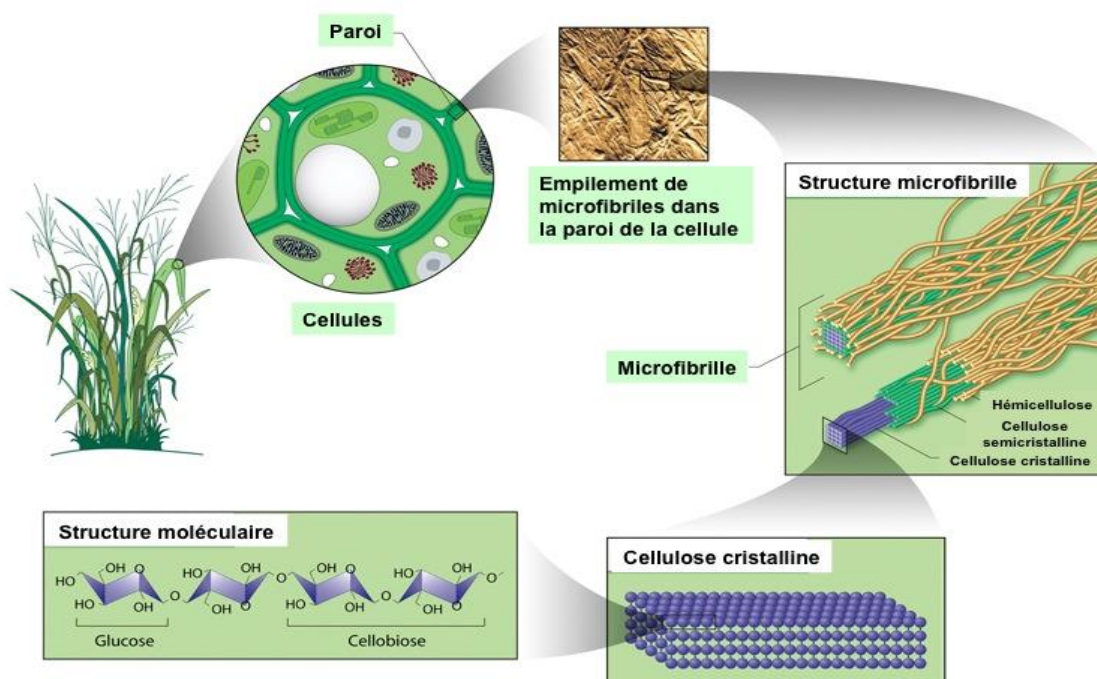


Figure I.4 Représentation de la cellulose [19]

I.5.2. Les hémicellulose

Les hémicelluloses constituent une classe de polymères amorphes présentant une grande diversité de structure. En effet, on appelle hémicellulose tout polysaccharide présent dans la paroi végétale n'étant ni cellulose, ni substance pectinique. Parmi eux, on retrouve les arabinanes, les xylanes, les galactanes, les mannanes, et les glucanes. Les hémicelluloses sont des polysaccharides complexes de faible poids moléculaire. Elles jouent un rôle fondamental dans le maintien d'une architecture pariétale organisée, liant les fibrilles de cellulose entre elles. Elles sont solubles dans l'eau et peuvent être extraites de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines. Elles ont un degré de polymérisation 100 fois plus petit que celui de la cellulose native et une structure en forme d'hélice qui leur confère une certaine souplesse [13].

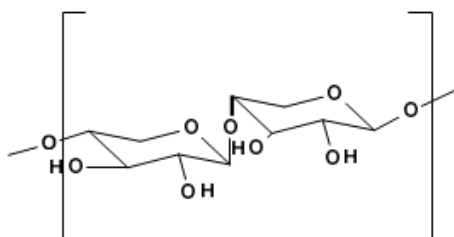


Figure I.5. Structures chimique de l'hémicellulose xylane [16]

I.5.3. Les pectines

Les pectines sont des polysaccharides complexes constitués d'un squelette principal d'acide galacturonique comportant des chaînes secondaires ramifiées. Certaines unités peuvent être méthylées rendant la molécule plus ou moins acide suivant le degré de substitution. Les pectines font parties des constituants des tissus végétaux et permettent le maintien de l'ensemble des cellules. Leurs actions dépendent des conditions ioniques du milieu[20].

Elles sont présentes dans la lamelle moyenne et la paroi primaire des cellules, présentes avec de moindres quantités que la cellulose et la lignine mais qui restent un élément d'une importance significative. Comme les hémicelluloses, elles permettent de maintenir la cohésion entre les cellules des tissus végétaux où elles jouent le rôle de ciment intercellulaire, responsables de la rigidité et de la cohésion. Elles sont associées à d'autres composants chimiques membranaires (cellulose, hémicellulose, lignine) par des liaisons physiques et/ou chimique[5].

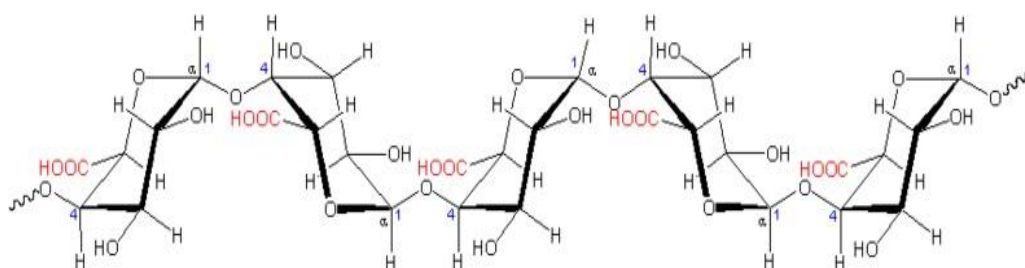


Figure I.6. Représentation de la molécule de pectine [16]

I.5.4. La lignine

La lignine est le composant liant dans les tiges d'alfa et en général dans les plantes. C'est le liant entre les fibres formant des faisceaux ou des tiges. Sans la lignine, les tiges d'alfa n'existeraient pas. L'extraction des fibres consiste en la libération des fibres ultimes en dégradant les composants non-cellulosiques comme la lignine. L'élimination de la lignine est appelée la délignification.

Une structure de base (Figure.I.7) de la lignine existe avec deux groupes fonctionnels qui peuvent varier, ainsi réalisant plusieurs molécules différentes de lignine. Par conséquent en réalité, le nom « la lignine » n'est pas correct car il s'agit de plusieurs molécules. Il est donc mieux de parler « des lignines ».

Les liaisons covalentes sont relativement fortes, conduisant à une bonne résistance biologique et chimique. C'est pour cela que l'élimination de la lignine afin d'obtenir des fibres d'alfa est difficile. Les propriétés mécaniques des lignines sont faibles[20].

La lignine est une macromolécule extrêmement hétérogène composée de polymères aromatiques. Elle représente, après les polysaccharides, le polymère naturel le plus abondant sur terre. Elle participe à la rigidité structurale des parois cellulaires et protège les plantes contre l'attaque des organismes pathogènes. La lignine est une molécule à trois dimensions composée d'unités de phényle propane[21].

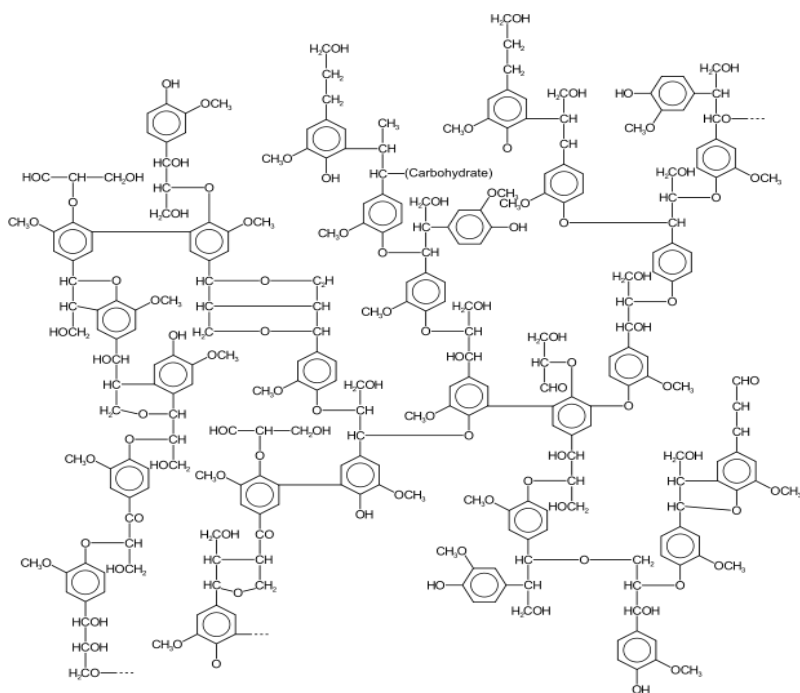


Figure I.7. Structure de la molécule de lignine[5]

I.5.5. Les cires

Les cires sont des composantes des fibres végétales qui peuvent être extraites avec des solutions organiques. Elles sont constituées de différents types d'alcools insolubles dans l'eau et de plusieurs acides comme l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique (Figure I.8)[22].

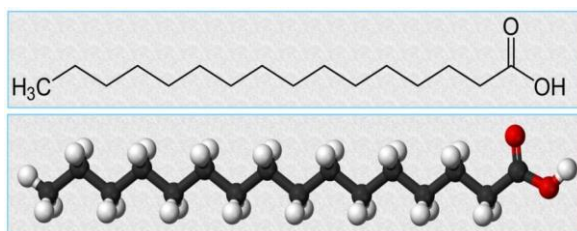


Figure I.8. Structure et modèle moléculaire de l'acide palmitique[22].

I.6. Domaine d'application des fibres végétales

Depuis l'année 2002, la production des fibres végétales a été pour la première fois insuffisante pour répondre à la demande qui ne cesse d'augmenter avec l'intérêt croissant des industriels [23].

Ce qui n'est pas étonnant puisqu'au cours des dernières années, les contextes économique et environnemental ont permis l'émergence de nouveaux débouchés pour les fibres végétales jusqu'ici cotonnées aux secteurs du papier et du textile. Les industries montrent un intérêt croissant pour ces fibres qui ne manquent pas d'atouts pour la fabrication de matériaux composites alliés aux polymères et trouvent de nouvelles applications dans la plasturgie, le bâtiment et dans l'automobile. On trouve aussi ces composites dans l'électroménager, les emballages, le secteur pharmaceutique, les cosmétiques et bien d'autres domaines. La (figure II.8) illustre la répartition des biocomposites par application.

D'après un rapport publié par la FAO (Organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture) au cours de l'année internationale des fibres naturelles en 2009, l'une des applications les plus courantes ces dernières années est celles des membranes en nanocomposites à fibres végétales, qui servent de membranes aux dispositifs électro-acoustiques pour produire un son de haute qualité, les membranes pour cellules combustibles (hydrogène); les membranes ultrafiltrantes (purification de l'eau); et les membranes utilisées pour récupérer les minéraux et les huiles.



Figure.I.9. Pièces intérieures de véhicules de constructeurs allemands constituées de biocomposites [10]

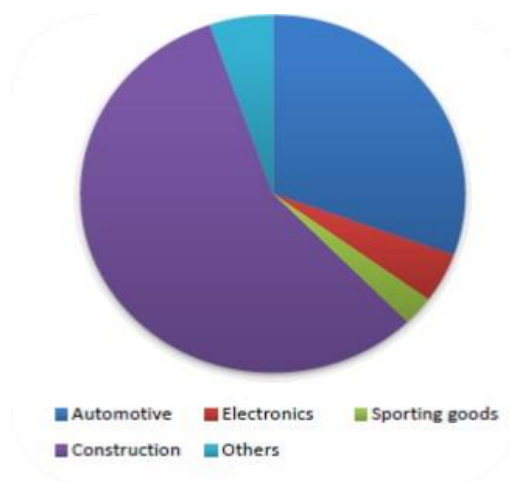


Figure I.10. Répartition des biocomposites par application [4]

Cependant un certain nombre de barrières techniques (process, comportement des résines et des fibres, propriétés des matériaux et cycle de vie) et d'autres inconvénients sont à prendre en compte dans le développement des biocomposites. La disponibilité des matières est maintenant réelle, mais la très grande diversité des sources de fibres et le peu de caractérisation des matières sont encore un frein à un développement industriel de ces matériaux. Le coût plus élevé des matières naturelles ou biosourcées par rapport aux matières utilisées pour les composites de grande diffusion peuvent également constituer un frein [24]. Le tableau I.4 résume quelques inconvénients et avantages des fibres végétales.

Tableau I.4 Quelques avantages et inconvénients des fibres végétales.

Avantages	Inconvénients
Faible cout	Absorption d'eau
Biodégradabilité	Biodégradabilité
Propriétés mécaniques spécifiques importantes	Tenue thermique limitée
Non abrasifs pour les outillages	Fibres anisotropes
Neutre pour l'émission de CO ₂	Renfort discontinu
Peu d'énergies pour la production	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance
Pas de résidus après incinération	Culture annuelle Demande la gestion d'un stock
Ressources renouvelables	

I.7. La fibre d'Alfa

I.7.1. Généralités sur les fibres d'Alfa

L'Alfa est une herbe vivace typiquement méditerranéenne, elle pousse en touffes d'environ 1m à 1m20 de haut formant ainsi de vastes nappes. Elle pousse spontanément notamment dans les milieux arides et semi arides, elle délimite le désert, là où l'Alfa s'arrête, le désert commence[5].

Cette plante appartient à la famille des Graminées, tribu des Stipées, genre Stipa. Ce genre comprend, outre l'Alfa (*Stipa tenacissima* L., seule espèce exploitée), environ 250 espèces dont 7 seraient rencontrées en Algérie[25].

L'Alfa (de l'arabe Halfa) ou Sparte (Esparto grass en Anglais) occupe une aire géographique bien délimitée. originaire des régions arides et semi arides méditerranéennes à l'exclusion des secteurs désertiques: Afrique du Nord (le Maroc, l'Algérie la Tunisie, et la Libye) et Europe du Sud (l'Espagne, le Portugal et l'Italie) [26, 27]. La localisation étroite de cette Graminée assure aux pays cités un monopole en ce qui concerne son exploitation et sa vente sous forme de produit brut. La répartition territoriale connue à ce jour est représentée dans le (tableau.I.5).

Tableau.I.5. Estimation de la répartition de l'Alfa en 2012 [5]

Pays	<i>Nombre d'Hectares</i>
Algérie	<i>4.000.000 ha</i>
Maroc	<i>3.186.000 ha</i>
Tunisie	<i>600.000 ha</i>
Lybie	<i>350.000 ha</i>
Espagne	<i>300.000 ha</i>

L'exploitation et l'utilisation de l'Alfa paraissent remonter à la plus haute antiquité. Cependant, l'essor véritable de l'Alfa en tant que plante industrielle de large utilisation date de la fin du XIXe siècle lorsque, grâce au procédé Routledge, les papeteries écossaises purent l'utiliser comme matière première pour la fabrication de la pâte à papier [25].

La plante présente un intérêt écologique et économique puisqu'elle n'a pas besoin d'insecticides ni de pesticides nocifs à l'environnement et elle consomme très peu d'eau. En plus, l'Alfa joue un rôle important dans la lutte contre la désertification et l'érosion [13].

Elle présente plusieurs applications aujourd'hui qu'on pourrait classer comme suit :

Les tiges d'Alfa sont utilisées :

- pour la fabrication des produits artisanaux tels que les tapis, les paniers et les cordes,
- comme nourriture par les animaux sauvages et pour le bétail.

Les fibres d'Alfa sont utilisées :

- pour des applications papetières dans la fabrication de papier de qualité supérieure, de papier filtre et de papier condensateur (diélectrique),
- pour des applications techniques; renforcement des composites(quelques études ont utilisé des fibres d'Alfa comme renfort de polymères thermoplastiques[27, 28], ou biodégradables)[29], et autres.

Tableau I.6. Propriétés mécaniques en traction de quelques fibres végétales[5]

Fibres	E (GPa)	All (%)	σ (MPa)	Densité
Coton	5,5 - 12,6	7 - 8	287 - 597	1,5 - 1,6
Lin	58	3,27	1339	1,53
Chanvre	35	1,6	389	1,07
Jute	26,5	1,5 - 1,8	393 - 773	1,44
Ramie	61,4 - 128	1,2 - 3,8	400 - 938	1,56
Sisal	9 - 21	3 - 7	350 - 700	1,45
Coco	4 - 6	15 - 40	131 - 175	1,15
Alfa	12,7	1,6	75 - 154	1,51

I.7.2. Morphologie de la plante d'Alfa

L'Alfa est une plante, à tige cylindrique. Cette espèce, disposant de feuilles effilées, pousse en touffes d'environ un mètre de haut[5] :

La composition chimique approximative de l'Alfa est la suivante:

La cellulose (44 - 47%), L'hémicellulose (22 - 35%), la lignine (19 - 24%) et les cendres (2 - 5%). La plante est plutôt une grande herbe dure avec une grande tige possédant ramifications et des feuilles. Par contre, beaucoup de tiges poussent en forme de cercle (du vue d'en haut) en se partageant la même racine. Les tiges peuvent atteindre une hauteur d'un mètre, et les racines une profondeur de plus d'un mètre. Entre les deux se trouve le rhizome. Les racines sont très ramifiées avec beaucoup de nœuds où de nouvelles racines secondaires commencent. De cette façon, l'alfa est bien ancrée dans le sol, ce qui est nécessaire dans les régions où elle pousse[30]. De plus, les tiges ou bien les feuilles proches du sol sont velues et cireuses. Quand le vent souffle et transporte le sable et la poussière de sable, ces parties velues peuvent capter ces particules et ainsi arrêter la désertification d'une deuxième façon[13].

Les cires limitent l'évaporation et cela est la raison pour laquelle l'alfa peut résister à des températures élevées et consomme peu d'eau[31].

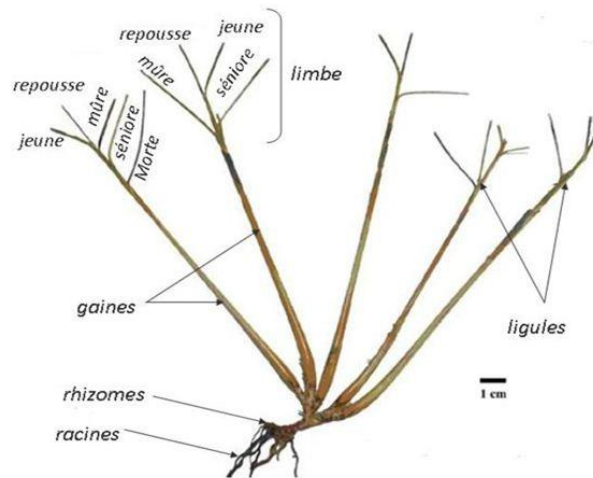


Figure.I.11 Morphologie de la plante d'Alfa [5]

I.7.3 Domaines d'application de l'Alfa

L'utilisation de la plante d'Alfa (Esparto) date de bien loin dans l'histoire. Ainsi elle a été utilisée depuis l'an 1322 pour la fabrication des cordes, et d'un type de chaussure bien répandu jusqu'à nos jours nommé espadrille de l'Espagnol *esparteña*. Ces chaussures ont été fabriquées en Espagne (un pays riche en Alfa) d'où leur nom qui porte le nom de cette plante.

A la fin du 19^{ème} siècle, le papier d'Alfa est apparu, c'est un papier de bonne qualité qui met bien en évidence la valorisation de cette plante et lui donne une grande importance économique [5, 32].

De nos jours, l'Alfa est employé dans différents domaines.

- Non tissés : Des travaux ont été effectués afin de remplacer des fibres de verre et de carbone, qui ont un coût élevé influençant le prix de revient du produit fini. Les non tissés sont utilisés comme couche de renfort pour des emboîtures dans le domaine orthopédique par exemple [26, 29].
- Composites : Analogiquement, des études ont été réalisées pour développer des composites à base de fibres d'Alfa dans une matrice de polypropylène, de

polyester ou de PVC. Ce recours aux fibres naturelles se produit de plus en plus de nos jours afin de réaliser des composites biodégradables avec des bonnes performances mécaniques et acoustiques et avec moins d'impact sur l'environnement. Mais ce type d'application connaît quelques difficultés pour la mise en œuvre telles que des problèmes de cohésion avec la matrice utilisée[23].

Chapitre

II

Méthodes d'extraction des fibres végétales

II.1.Introduction

L'extraction des fibres végétales est un procédé classique. Le filage des fibres nécessite des transformations : l'extraction et la purification de 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. Pour le coton, les fibres sont sous une forme plus ou moins filable. Certains traitements sont indispensables (élimination des graines etc...). 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 différentes techniques sont proposés: mécaniques, chimiques et biologique[33].

Ce sont ces différentes techniques que nous allons exposer dans ce chapitre.

II.2.Méthodes d'extraction

Le processus d'extraction consiste à extraire des faisceaux de fibres de la tige récoltée.

Selon la littérature, l'extraction des fibres végétales peut être effectuée par un procédé mécanique, biologique, chimique ou par Combinaison entre les trois méthodes[19].

II.2.1 L'extraction mécanique

L'extraction mécanique des fibres comprend diverses étapes, développées depuis l'Antiquité, principalement pour récupérer les fibres de chanvre et de lin. Aujourd'hui, ce traitement est un processus complètement automatisé mais les étapes n'ont pas changé[19].

II.2.1.1 Le teillage

Il s'agit d'un procédé permettant de rompre l'adhésion et séparer les fibres entre elles du corps de la tige en ouvrant les faisceaux de fibres pour aboutir à des faisceaux plus fins. Durant ce processus le cœur de la tige est brisé à plusieurs reprises en petits morceaux tout en gardant les propriétés des fibres. Ils existent deux méthodes principalement utilisées pour cet effet : les rouleaux tournants et les broyeurs à marteau[34, 35].

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'écang (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 le 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, nous retrouvons 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 au début puis à plus fines denture (Figure II.1). 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. Cette technique est améliorée si les tiges au départ son 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 [36].

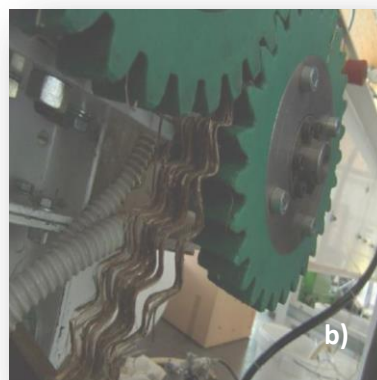


Figure.II.1 a) Ecang pour teillage manuel
b) cylindres cannelées pour teillage mécanique[5]

II.2.1.2.Par déflexion

L'extraction des fibres se fait par action combinée de grattage et de battage, les machines s'appellent «raspadors» (grattoir en langue espagnole), elles 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 machines, sont prises entre ces batteurs et une table à ciseaux, râpées et guidées vers le côté opposé [37]. La poudre et le bois passent à travers des cribles. La distance qui sépare les lames est réglable en fonction du lot (Figure II.2) [38].

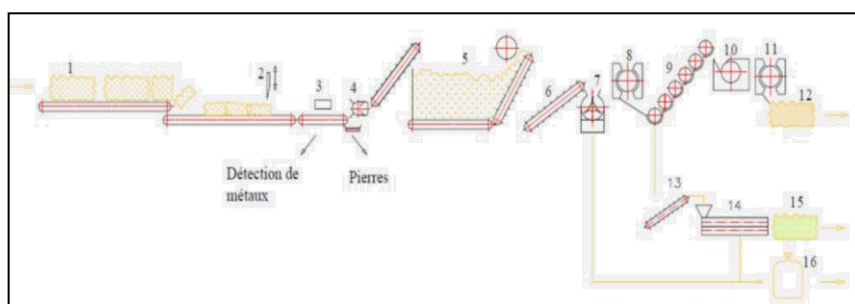


Figure II.2 : Ligne automatique d'extraction de fibres végétales et son système de grattage développée par la société ATB [38]

- | | |
|-------------------------|---------------------------|
| 1. Balles de paille | 2. Découpage |
| 3. Détecteur de métaux | 4. Séparateur de pierre |
| 5. Système de dosage | 6. Transporteur |
| 7. Machine d'extraction | 8. Condensateur |
| 9. Nettoyeur | 10. Ouverture horizontale |
| 11. Condensateur | 12. Balles de fibres |
| 13. Transporteur | 14. Fraction axiale |
| 15. Fibres courtes | 16. Chènevottes |

II.2.1.3.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 [21].

II.2.1.4.Par explosion à la vapeur

L'explosion à la vapeur connue également sous l'appellation anglaise « Steam explosion » parue en 1924 est un procédé thermomécanochimique 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 [39]. Le procédé est composé de deux phases distinctes:

- **Le vapocraquage:** cette 1^{ère} 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 xylanes et dans certaines fraction galactomannanes. Les acides organiques libérés augmentent l'acidité du milieu et catalysent la dépolymérisation de la lignine [5].
- **La décompression explosive:** cette 2^{ème} 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. Le schéma de principe de la ligne d'explosion à la vapeur est composé d'un générateur de vapeur qui alimente un réacteur, celui-ci sera soumis à une dépressurisation brutale. Lors de la dépressurisation, la matière est éjectée du réacteur et est récupérée au niveau d'un éclateur[40].

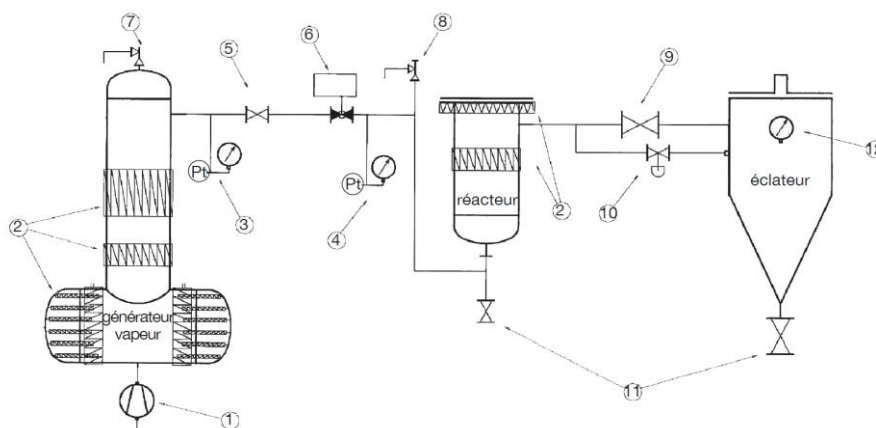


Figure.II.3.Schéma général d'une installation de Steam explosion [5]

- 1 : pompe haute pression
- 2 : colliers chauffants
- 3 : mesure de pression et de température du générateur
- 4 : mesure de pression et de température du réacteur
- 5 : vanne d'isolement
- 6 : vanne de mise en charge
- 7 : soupape de sécurité du générateur
- 8 : soupape de sécurité du réacteur
- 9 : vanne d'éclatement
- 10 : vanne de purge lente
- 11 : vannes de récupération des produits
- 12 : manomètre éclateur

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 [37]. Le deuxième étant le prix élevé des lignes d'extraction et leur encombrement, ce qui n'est pas toujours rentable quand il s'agit de petites productions. Selon une étude faite par ATB (Agrartechnik Bornim – Allemagne), le seuil de rendement est estimé à 3 tonnes/heure[5].

II.2.2 L'extraction chimique

Plusieurs méthodes basées sur la séparation chimique de la cellulose des autres composants non cellulosiques existent dans la bibliographie. Elles permettent d'éviter les inconvénients de l'extraction mécanique, et surtout un gain de temps et d'énergie considérables. En ce qui concerne le rouissage à l'eau à terre, les processus chimiques sont parfois préférables, car ils produisent des fibres caractérisées par une qualité constante et élevée, quelles que soient les conditions climatiques, généralement dans des durées plus courtes [19]. De nombreux traitements chimiques peuvent être effectués sur les fibres en fonction de leur type, du processus de rouissage à appliquer et des applications finales.
[5, 38, 41].

II.2.2.1.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 (Na₂S), 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 H₂S. 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. La liqueur extraite du réacteur contenant les composés éliminés de la paroi est appelée liqueur noire [5, 42].

II.2.2.2.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 14heures et la température de 130° jusqu'à 160°C qui sont aussi en fonction de la base utilisée[5] .

II.2.2.3.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 lignosulfonique soluble, ou l'acide chlorhydrique qui, grâce à ses ions chlorates, forme des chlorolignines solubles dans l'hydroxyde de sodium[5] .

II.2.2.4.Procédé Soude-Anthraquinone

Le procédé Soude-Anthraquinone ou Kraft-Anthraquinone utilise un catalyseur tel que les composés quinoniques 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. L'indice kappa est comparable à celui des pâtes kraft. L'effet de l'antraquinone est plus marqué sur le procédé à la soude (procédé n'utilisant que la soude comme agent de délignification)[19].

II.2.2.5.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[43] [5].

II.2.3.L'extraction biologique

II.2.3.1.Le rouissage à terre

Le rouissage à terre (au champ) est un procédé naturel destiné à favoriser l'extraction des fibres, il consiste à étaler les tiges dans un champ après sa récolte, afin 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 [44]. 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 [45]. 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

conséquence c'est un procédé aléatoire [5]. La rouille récoltée est dispersée dans les champs où des microorganismes indigènes, principalement des champignons filamenteux, se développent sur la plante et dégradent en partie les polysaccharides dans les parois cellulaires et les lamelles moyennes, libérant ainsi les fibres pour un traitement ultérieur. Toutefois, le rouissage à terre présente plusieurs inconvénients: seules quelques régions du monde ont un climat approprié, une qualité de fibre variable et inférieure est produite par rapport au rouissage à l'eau, des risques de dépassement de la surface se produisent et une terre inutilisable pendant de longues périodes. La poussière et les contaminants fongiques peuvent également causer des problèmes de santé [46].



Figure.II.4. Rouissage du lin (Copyrights © Lin et Chanvre de Bretagne)

II.2.3.2. 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 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. Le rouissage à l'eau est effectué en général en cuve, dans de l'eau tempérée (37°C) jusqu'à ce que les

fibres soient délignifiées et non adhérentes. Cette technique est en régression au profit du rouissage à terre[5].

Voir (Figure.II.5)

La quantité considérable de recherches investies dans l'amélioration du procédé montre clairement que le rouissage constitue une limite majeure à la production efficace de fibres de lin. Le rouissage à l'eau, qui dépendait de la fermentation des polysaccharides de la matrice par les bactéries anaérobies, était la principale méthode utilisée auparavant. La pollution résultant de ce processus de fermentation ainsi que les coûts élevés liés à la dessiccation et à l'assèchement de la nappe phréatique sont remplacés par la formation de rosée comme principale méthode d'isolement des fibres au cours des dernières décennies [46].



Figure.II.5. Rouissage à l'eau de tiges de jute.

II.2.3.3 Par action microbienne (enzymatique)

L'extraction microbiologique est une méthode d'extraction traditionnelle et très répandue. Elle est généralement effectuée à l'aide d'enzymes de la pectine sécrétées par la microflore [47].

Trois groupes d'agents microbiens sont capables de dégrader les composants non cellulotiques 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 [38]

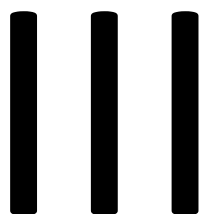
II.2.4 L'extraction combinée

Ce procédé d'extraction consiste à la combinaison de plusieurs procédés d'extraction des procédés cités auparavant, pour avoir des fibres de meilleures qualités. Les types d'extractions choisis dépendent de plusieurs facteurs, entre autre le type de plante et les qualités voulues [35].

II.3.Conclusion

L'extraction des fibres végétales se fait suivant différents procédés. Certains sont traditionnels utilisées depuis des dizaines d'années, d'autres nouveaux à grande production. A travers les années ces procédés se sont améliorés, on a de plus en plus recouru aux types d'extraction moins polluants, qui n'altèrent pas la biosphère. Les propriétés des fibres varient toujours selon le procédé d'extraction employé. Vu la diversité des matières brutes.

Chapitre



Méthodes et
techniques
expérimentales

III.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous allons décrire le protocole expérimental que nous avons retenu pour l'extraction des fibres d'Alfa et la démarche suivie. Dans le chapitre précédant nous avons mentionné que l'on peut mettre en œuvre plusieurs procédés d'extraction des fibres cellulosiques; il s'agit de procédés mécanique, chimique, biologique et combinée. Ces techniques ont été effectuées pour dégrader et éliminer les deux principaux composants de liaison, la lignine et les pectines. L'objectif étant de produire des fibres fines, et aussi de faire une comparaison entre les différentes méthodes d'extraction. Il n'est pas nécessaire d'éliminer l'hémicellulose car elle colle les filaments cellulosiques pour former des fibres. Les résultats ainsi obtenus vont nous permettre d'envisager la possibilité d'une éventuelle utilisation industrielle pour des applications techniques divers (renforts dans les matériaux composites). Suite à l'approche détaillée d'évaluation qualitative des fibres obtenues par les cinq modes d'extraction, ceci par l'étude de leurs morphologies, leurs propriétés physico-chimiques et leurs caractéristiques mécaniques.

III.2. Choix de la fibre végétale

Dans la vaste étendue des fibres végétale, nous avons opté pour la fibre d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L). La plante utilisée est issue des steppes Algérienne, dans la région de **BIR MADHI** près de Msila. Elle a été récoltée en hiver au mois de Décembre 2018.

III.3. Méthodes d'extraction de la fibre Alfa

Les fibres lignocellulosiques sont constituées par des micro-fibrilles et une matrice amorphe constituée de lignine et l'hémicellulose. Le but principal de l'extraction des fibres Alfa est l'élimination des liants non-cellulosiques comme les pectines, la lignine et les cires. En revanche, le taux de cellulose doit rester élevé pour obtenir des fibres les plus longues possible[48].

- **Préparation des tiges Alfa**

Avant de commencer l'extraction des fibres, un travail préliminaire s'impose afin de mieux préparer les tiges aux différents protocoles d'extraction[5], cette préparation va faciliter et augmenter l'efficacité des prochaines opérations d'extraction.

Notre matière première arrive sous la forme de bottes. 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. Ensuite, nous découpons les extrémités des tiges parce qu'elles présentent la variation la plus importante du diamètre. D'un côté, nous avons l'extrémité supérieure sous forme de pointe assez aigue et de l'autre côté, l'extrémité inférieure sous la forme d'un pied courbé très rigide[5, 26].

Ensuite, les tiges sont divisées en cinq bottes distinctes[49]. Elles sont ensuite lavées puis séchées à température ambiante.



Figure.III.1. Bottes d'Alfa préparées

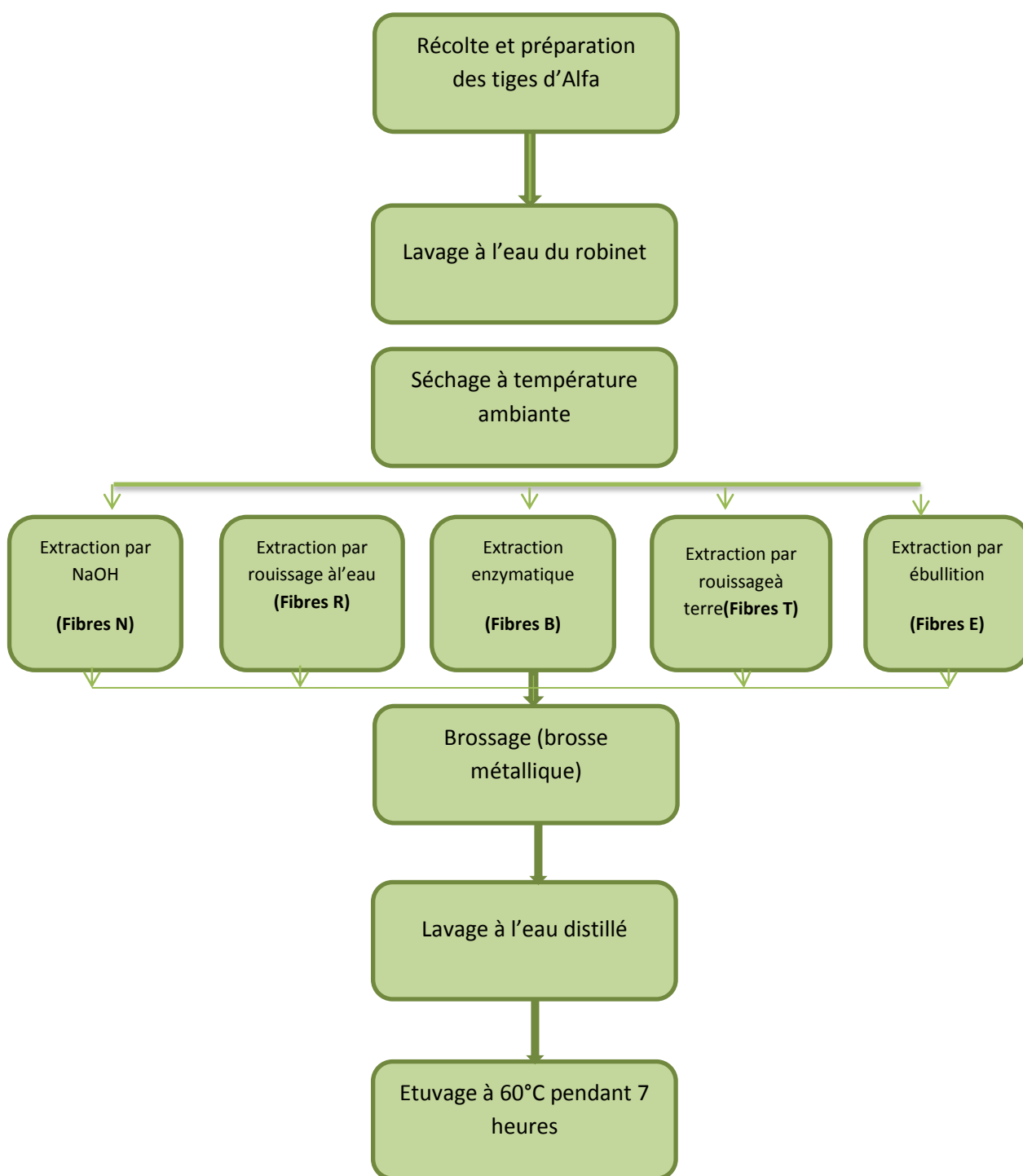


Figure.III.2. Organigramme représentant les étapes d'extraction

III.3.1. Extraction par Ébullition

Pour ce procédé les tiges d'Alfa ont été préparées suivant la figure.III.4, on est ensuite passé aux étapes suivantes :

- Ebullition pendant 2 heures [23]
- Brossage avec un peigne aux dents métalliques
- Rinçage à l'eau distillé puis séchage à l'air libre
- Séchage à l'étuve pendant 6 heures à 60°C

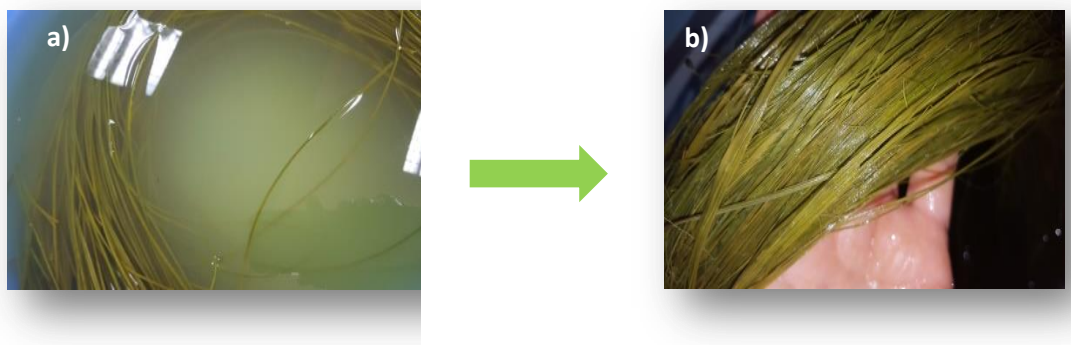


Figure.III.3. Extraction par Ebullition

a) Tiges d'Alfa bouillies b) Fibres obtenues

III.3.2. Extraction biologique

III.3.2.1. Extraction par Rouissage à l'eau

Après la préparation des tiges comme mentionné dans la (Figure.III.4) ; elle sont immergées dans un bac d'eau du robinet pendant 22 jours[50]. L'étape suivante consiste au brossage mécanique puis le rinçage plusieurs fois à l'eau distillée[47]. Après le séchage des fibre à l'air libre, on les met dans une étuve à 60°C pendant 6 heures comme pour les autres procédés [51, 52].

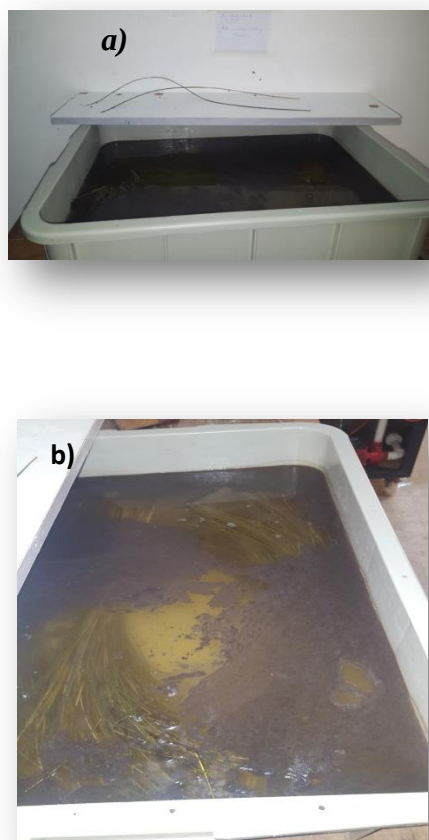


Figure.III.4. Extraction par rouissage à l'eau

a) Immersion des tiges d'Alfa dans l'eau b) Tat des tiges d'Alfa après 22 jours

III.3.2.2. Extraction par rouissage à terre (rouissage au champ)

Dans le rouissage à terre, également appelé rouissage au champ, les plantes récoltées sont dispersées de 2 à 10 semaine sous terre en fonction de la météo, afin de bénéficier de l'action combinée du soleil et de la pluie [5]. Au cours de cette période, les microorganismes, principalement les champignons microscopiques ou les bactéries présentent dans le sol et sur les plantes, attaquent les types de cellules non cellulosiques, éliminent les pectines et l'hémicellulose des cellules sans s'attaquer aux fibres de cellulose[40, 47, 53].

Nous avons enterré les tiges Alfa pendant une période de 20 jours (du 18/03/2019 au 08/04/2019), les conditions météorologiques étaient favorables avec une bonne quantité

de pluie et une température ne dépassant pas 18°C, un temps pluvieux, la tombé de la pluie était importante (deux fois dans une semaine) avec un taux de 2mm/m.

Les fibres obtenues semblaient de bonne qualité (Figure.III.5 a et b).



Figure.III.5. Extraction par rouissage à terre

- a) Disposition des tiges d'Alfa sous terre
- b) Tiges d'Alfa après 20 jours sous terre

III.3.2.3 Extraction microbienne (enzymatique)

Le traitement enzymatique est une modification de l'encrassement, dans lequel des enzymes dégradantes sont directement ajoutées à l'eau du réservoir ou dans un bioréacteur. Il a été démontré que cette technique constituait un remplacement prometteur des méthodes de rouissage traditionnelles en termes de gain de temps, de

convivialité écologique et de caractéristiques pratiques[47]. C'est un procédé peu polluant et très reproductible.

Dans notre cas nous avons eu recours au pain moisi, qui mélangé aux fibres dans des conditions propices (température ambiante, humidité) va produire des enzymes tel que l'amylase, qui vont aider à la dégradation des pectines et des hémicelluloses sans détériorer la cellulose.

Les tiges d'Alfa sont restées dans ce milieu pendant 20 jours, elles sont ensuite passées par les étapes citées dans la Figure.III.2 (Brossage au peigne métallique, rinçage puis séchage à l'étuve).

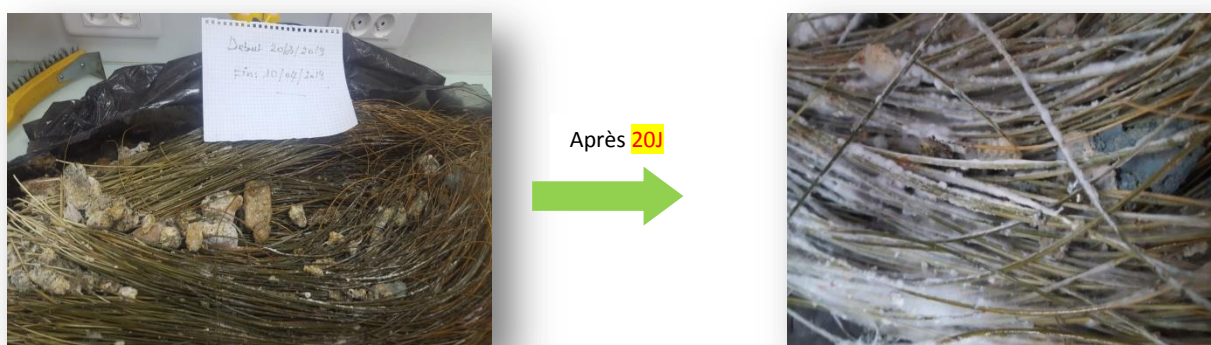


Figure.III.6. Extraction enzymatiques (Etat des tiges après 20 jours)

III.3.3. Extraction chimique

Plusieurs méthodes basées sur la séparation chimique de la cellulose des autres Composants non cellulotiques existent dans la bibliographie. Elles permettent d'éviter les inconvénients de l'extraction mécanique, et surtout un gain de temps et d'énergie Considérable. Dans notre cas, nous avons choisi l'extraction par NaOH.

III.3.3.1 Extraction par NaOH

Dans ce travail nous avons utilisé une méthode d'extraction chimique, elle est basée sur la séparation chimique de la cellulose des autres composants non cellulodiques. Le procédé à la soude est utilisé pour dissoudre les substances non cellulodiques 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. Il est conseillé de contrôler le pH de la solution et l'ajuster autour de 7 [54, 55]. Des réducteurs peuvent être rajoutés pour empêcher l'oxydation de la cellulose. La température, la pression, la concentration et la durée de l'extraction sont à définir en fonction du lot, de l'âge et du type de plante de façon à ne pas dégrader les fibres cellulodiques.[52]

•Préparation de la solution NaOH

Nous dissolvant de l'hydroxyde de sodium dans de l'eau distillée à l'aide d'un agitateur pour obtenir une solution de NaOH à concentration de 5% (Fig.III.7.a).



Figure.III.7. Etapes de l'extraction par NaOH

- a) préparation de la solution de NaOH
- b) Extraction avec brosses métalliques
- c) Fibres après extraction

La deuxième étape consiste à laver les fibres et les mettre ensuite dans la solution de NaOH préalablement préparée.

Les fibres sont ensuite lavées puis traitées pendant deux minutes dans une solution de H_2SO_4 , à 2% suivi d'un lavage méticuleux jusqu'à l'obtention d'un pH autour de 7. L'acide sulfurique a pour but de stopper la réaction des tiges d'Alfa avec la soude afin d'éviter la dégradation de la matière cellulosique. On emploie par la suite des peignes métallique pour extraire les fibres, qui sont lavées à l'eau distillé, égouttées à température ambiante puis séchées dans une étuve pendant 6 heures à $60^\circ C$ [52], comme citer dans la figure.III.2.



Figure.III.8. Fibres séchées à l'étuve après extraction



Figure.III.9. Fibres Alfa obtenues après l'extraction

- a) Extraction par ébullition,
- b) Extraction par rouissage à terre,
- c) Extraction enzymatique,
- d) Extraction chimique (NaOH),
- e) Extraction par rouissage à l'eau,

III. 4. Méthodes de caractérisation de la fibre Alfa

III.4. 1. Caractérisations physiques

Pour la mesure de la densité, On a choisi la méthode du Pycnomètre. La mesure de la densité des fibres précédemment obtenues a été effectuée en utilisant un pycnomètre pour les solides d'un volume de 50 ml. Le processus de pesée a été effectué sur une balance analytique avec une résolution de 0,00001 g. L'analyse a été effectuée à 23 ° C. Du méthanol a été utilisé comme liquide d'immersion avec une densité de 0,791 g / cm³ à 20 ° C [50]. Les fibres ont été coupées en longueurs de 5-10 mm. Ensuite, elle ont été séchées à 60°C, jusqu'à ce que la teneur en humidité soit réduite à moins de 5% [49].

On pèse les échantillons de fibres séchées, le pycnomètre vide, le pycnomètre rempli de fibres coupées, le pycnomètre rempli de méthanol puis le pycnomètre rempli de fibres et de méthanol.

On refait cette opération 3 fois pour chaque échantillon, les pesées sont réalisées pour chaque type d'extraction , à l'aide d'une balance Sartorius (1/1000) [33]. (Figure.IV.12.) La densité est ensuite calculée suivant la formule suivante :

$$\rho = \frac{\rho_m(m_1 - m_2)}{(m_3 - m_0) - (m_2 - m_1)} \quad (1)$$

Avec :

ρ_m : densité du Méthanol qui vaut 0,791g/cm³.

m_0 : masse du pycnomètre de 50 ml vide.

m_1 : masse du pycnomètre contenant 1 g de la fibre d'Alfa

m_2 : masse du pycnomètre contenant 1 g de fibres d'Alfa et rempli jusqu'au trait de jauge méthanol.

m_3 : masse du pycnomètre rempli seulement de méthanol jusqu'au trait de jauge.



Figure.III.10. Mesure de la densité

a) Echantillons préparés b) Pycnomètre

III.4. 2. Caractérisations chimiques

Préparation des échantillons

Pour faire les analyses du diffractogrammes (**DRX**), l'analyse thermogravimétrique (**ATG/DTG**) et le Spectromètre Infrarouge à Transformée de Fourier (**FTIR**), l'échantillon doit se présenter sous forme de poudre (la faine d'alfa), pour cela la fibre d'alfa a été broyée et tamisée afin d'obtenir une poudre très fine (des grains de l'ordre du μm).

Les échantillons de poudre d'Alfa ont été préparés comme suit :

- Découpage des fibres;
- Séchage pendant 10 minutes à l'étuve pour réduire le taux d'humidité;
- Broyage mécanique dans un broyeur planétaire " **pulvericelle 6** " avec une vitesse de 220 tr/mn en 4 cycles de 15 minutes chacun (Figure.III.11)
- Tamisage.

Cette opération a été répétée pour chaque type d'extraction.



Figure.III.11. Broyage Des fibres

a) et b) Broyeur planétaire c) Echantillons de fibres broyées

III.4.2.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Cette analyse a pour objectif, la caractérisation structurale de la fibre. Dans une analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR, d'après l'anglais « *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* »), on obtient un spectre montrant des vibrations moléculaires pour modifier ou caractériser des matériaux organiques comme les polymères, les lubrifiants, les agents adhésifs et nettoyants. Un nombre limité de composés inorganiques peuvent aussi être évalués en recourant à l'analyse FTIR. Dans

notre cas cette technique nous a permis de vérifier l'enlèvement ou non de la lignine, pectine et de l'hémicellulose, Il est intéressant d'examiner les spectres des fibres d'Alfa brut car ils donnent une meilleure idée sur sa composition. De cette façon la présence de la lignine et de la pectine résiduelles, pourrait être confirmée[31].

Les résultats ainsi obtenus sont réunis et traduits sous forme de courbes et tableaux.

La technique ATR-FTIR a été utilisée pour étudier la composition chimique des 5 types de fibres d'Alfa. Les échantillons de poudre d'Alfa ont été préalablement préparés. L'analyse chimique a été étudiée à l'aide de la technique de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier à réflectance totale atténuée (ATR – FTIR). Ce dernier est une moyenne puissante pour l'analyse qualitative. La mesure ATR – FTIR a été obtenue à l'aide de l'instrument Perkin – Elmer à la température ambiante. Cet instrument est piloté par un logiciel informatique (Perkin Elmer Spectrum) avec une résolution spectrale de 4 cm^{-1} et une plage de nombres d'ondes de 4000 à 400 cm^{-1} [56]. L'échantillon de poudre est placé sur le cristal ATR et poussé doucement avec une pince[50].

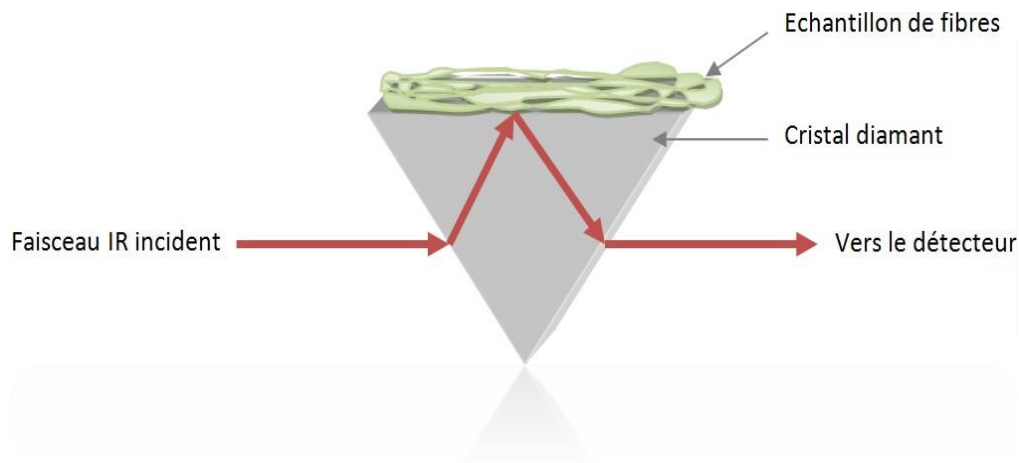


Figure.III.12. Schéma de principe de la spectrométrie FTIR-ATR sur des échantillons fibreux.

III.4.2.2. Diffractométrie aux rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X permet de déterminer la structure cristalline de composés organiques ou minéraux. Lorsqu'un faisceau de photons X interagit avec un échantillon cristallin, une partie du rayonnement est diffractée selon des angles bien définis, dont les valeurs sont directement reliées aux distances entre plans atomiques ou moléculaires[13, 56].

La diffraction des rayons X a été effectuée sur un système de diffractomètre X'Pert Pro SW avec rayonnement Cu Ka ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$). Des échantillons en poudre fine ont été utilisés pour l'analyse par diffraction des rayons X. Le spectre a été enregistré entre 10° et 70° (plage d'angle 2θ), pas de $0,02^\circ$, à 45 kV et 40 mA. L'indice de cristallinité (I_{cr}) des fibres d'Alfa a été calculé selon la méthode empirique Segal [56], cet indice peut être estimé à partir des valeurs des intensités de diffraction de la structure cristalline et celles de la structure amorphe en utilisant l'équation suivante[5, 23]:

$$I_{cr}(\%) = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100 \quad (2)$$

Avec :

I_{002} : est l'intensité du pic de la phase cristalline à $2\theta = 22.01^\circ$

I_{am} : est l'intensité du pic de la phase amorphe à $2\theta = 17.87^\circ$



Figure.III.13. Diffractomètre au rayons X de type X'Pert Pro SW

III.4.2.3. Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'Analyse thermogravimétrique est une technique d'analyse thermique qui consiste en la mesure de la variation de masse d'un échantillon en fonction du temps, pour une température ou un profil de température bien donné. Cette analyse est utilisée pour évaluer la stabilité et la décomposition thermique des fibres d'Alfa. Environ 20 à 28 mg d'échantillon ont été analysés à l'aide de l'instrument FANYUAN DW5470H-3 STA. Le spectre a été enregistré dans une plage de température de 0 à 600 ° C à une vitesse de chauffage de 10 ° C / min [50, 56].

III.4. 3. Caractérisations mécaniques

Préparation des échantillons

Pour l'essai de traction, on a choisi 25 fibres de différents diamètres pour chaque procédé d'extraction. Ces fibres ont été découpées à une longueur de 200 mm, puis pesées à l'aide d'une balance analytique avec une résolution de 0,00001 g (Figure.III.14).

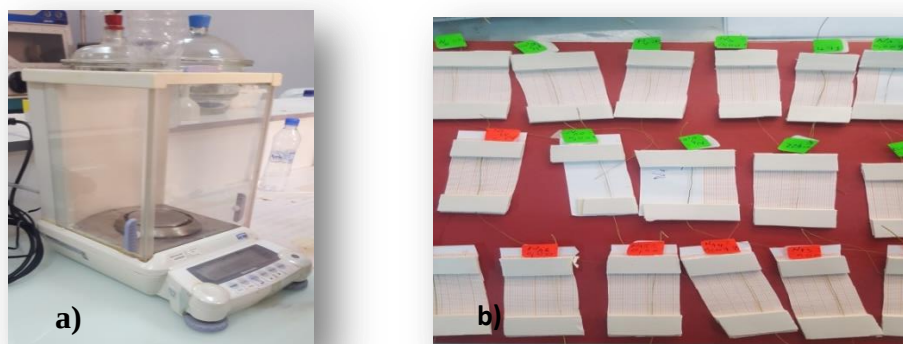


Figure.III.14.Préparation des fibres pour l'essai de traction

a) Balance analytique b) Echantillons préparés

III.4.3.1. Essai de traction

Les essais de traction sont des expériences effectuées dont le but de déterminer l'allongement, la contrainte à la rupture et le module d'Young des matériaux.

Des essais de traction ont été menés dans le but de déterminer les caractéristiques mécaniques des fibres d'Alfa, la vitesse de déplacement utilisée est de l'ordre de 2.5 mm/min. Les caractéristiques des échantillons de fibres testées sont les suivantes : longueur : 200mm, ces tests ont été réalisés sur une machine de traction Zwick- Roell (Figure.III.15) au niveau du Laboratoire des matériaux non métalliques (LMNM) (Institut d'optique et de mécanique de précision, Université Ferhat Abbas). La machine d'essai est équipée d'une cellule de force de 10900 N et elle est couplée au logiciel d'acquisition. La vitesse de traverse étant constante, fixée dans l'essai de traction à 2.5mm/mn. La distance entre les mors est de 40mm.

Paramètres étudiés

a) Eprouvette de traction

Les caractéristiques mécaniques déterminées de l'essai de traction sont :

- **Contrainte de rupture :**

La contrainte de rupture est donnée par la relation (3) [19] :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (3)$$

Avec :

F : Force de traction [N]

S : Section rompue (mm²)

σ : Contrainte de rupture (MPa)

- **Module d'Young:**

Le module d'Young est le facteur de proportionnalité entre la contrainte σ et la déformation ε [19]:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (4)$$

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (5)$$

Avec : E : Module d'Young (MPa).

L0 : Distance entre mors (mm).

S0 : Surface ou section (mm²).

ε : La déformation de la longueur des éprouvettes.

ΔL : L'allongement des éprouvettes (mm).

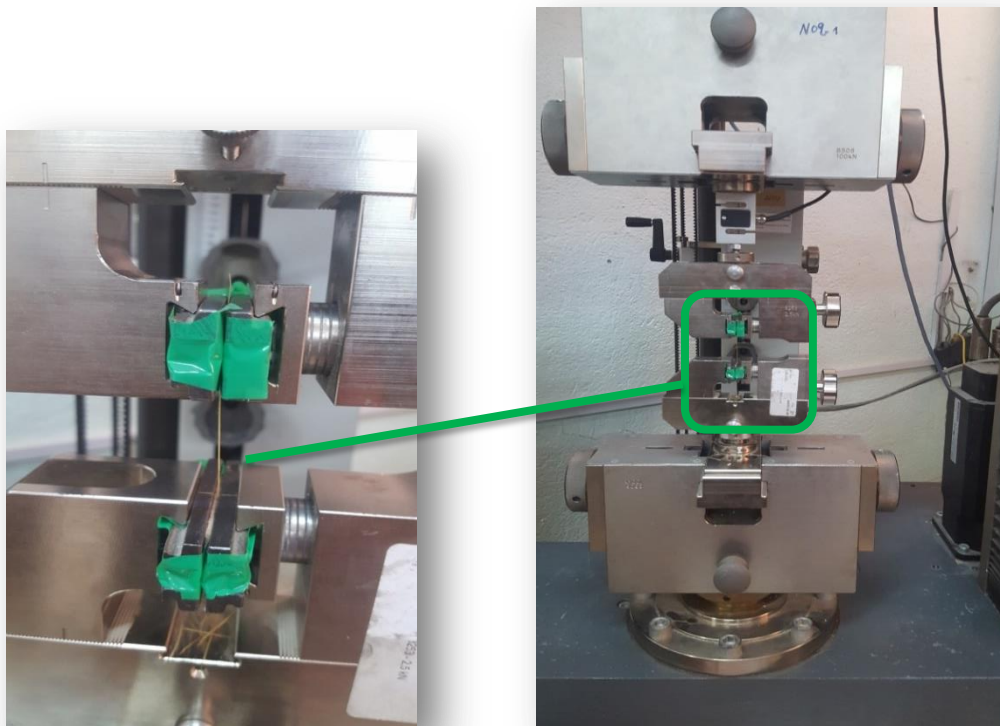


Figure.III.15. Essai de traction sur fibre unitaire d'Alfa.

Chapitre IV Résultats et discussions

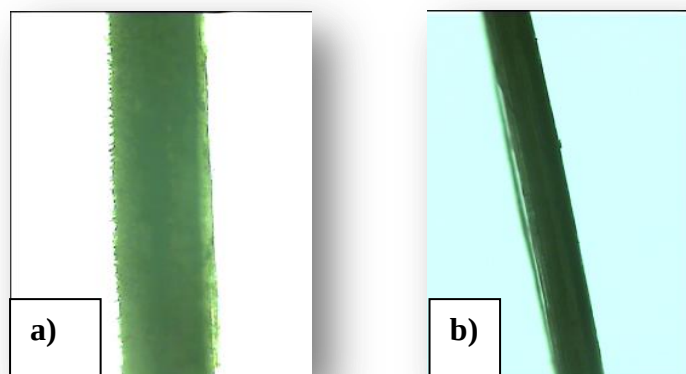
IV.1. Préface

Dans les plantes, la fibre contribue à des fonctions essentielles pour son développement : soutien et conduction. Elle est donc poreuse et certains liquides et gaz peuvent y pénétrer. Sa morphologie peut être influencée par plusieurs facteurs comme les saisons et les contraintes auxquelles sont soumis les arbres. Des différences de morphologie fibreuse ont également été observées suivant l'âge de la fibre : le bois formé pendant les premières années est différent du bois adulte. Le bois dit Juvénile présente des fibres plus courtes, à épaisseur de parois plus faible que celle du bois adulte [8].

IV.2. Caractérisation des fibres végétales d'Alfa

IV.2.1. Investigation morphologique

La figure.IV.1 représente la morphologie extérieure des différentes fibres extraites par les 5 procédés décrits dans le chapitre précédant. On remarque que la fibre extraite chimiquement a une surface rugueuse comparée aux autres fibres, ceci est sûrement dû à l'agressivité du procédé d'extraction et à l'interaction de la surface de la fibre avec la soude. Par contre les fibres extraite par ébullition et par enzymes semblent avoir une surface beaucoup plus uniforme.



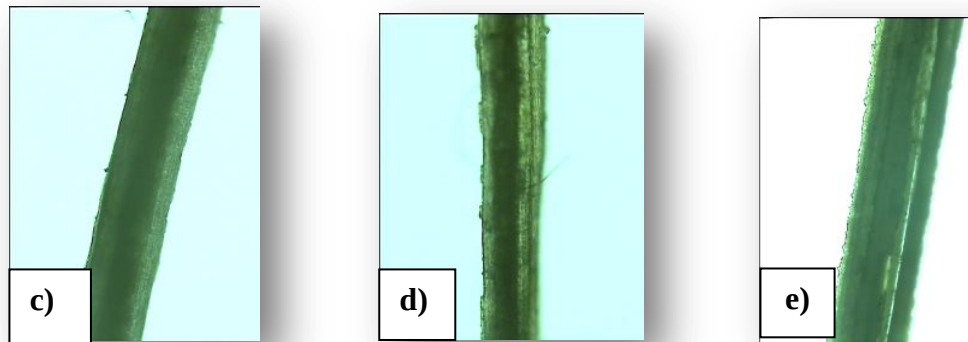


Figure.IV.1. Morphologie de la surface des fibres extraite a 100x.

- a) Fibre extraite par rouissage sous terre
- b) Fibre extraite par ébullition
- c) Fibre extraite par rouissage enzymatique
- d) Fibre extraite chimiquement par NaOH
- e) Fibre extraite par rouissage à l'eau.

IV.2.1 Caractérisation physique

IV.2.1.1 Densité apparente

La densité est l'une des caractéristiques les plus importantes dans un matériau. Les fibres végétales sont connues pour leur densité inférieure aux fibres de verre ce qui les rend l'un des meilleurs choix dans l'élaboration de matériaux composites légers.

La mesure de la densité des fibres d'Alfa précédemment obtenues a été effectuée en utilisant un pycnomètre comme cité dans le chapitre précédant.

On observe que la densité des fibres d'Alfa obtenues par ébullition est les plus basses comparées aux autres types de fibres, ce qui fait de ces fibres les plus appropriées pour l'élaboration de matériaux composites à fibres végétales. Alors que la densité des fibres

obtenues par un procédé d'extraction chimique (NaOH) est la densité la plus élevée ce qui est du à la diminution des pores dans la structure des fibres sous l'effet de la soude.

Les résultats obtenus de la densité apparente des différentes fibres d'Alfa sont mentionnées dans le tableau.IV.1 et la figure.IV.2 :

Tableau.IV.1. Densité apparente des fibres Alfa

Type d'extraction	Densité moyenne
Extraction par ébullition	$1,19 \pm 0.038$
Extraction par rouissage à l'eau	$1,18 \pm 0.019$
Extraction enzymatique	$1,14 \pm 0.032$
Extraction chimique	$1,27 \pm 0.036$
Extraction par rouissage à terre	$1,20 \pm 0.02$

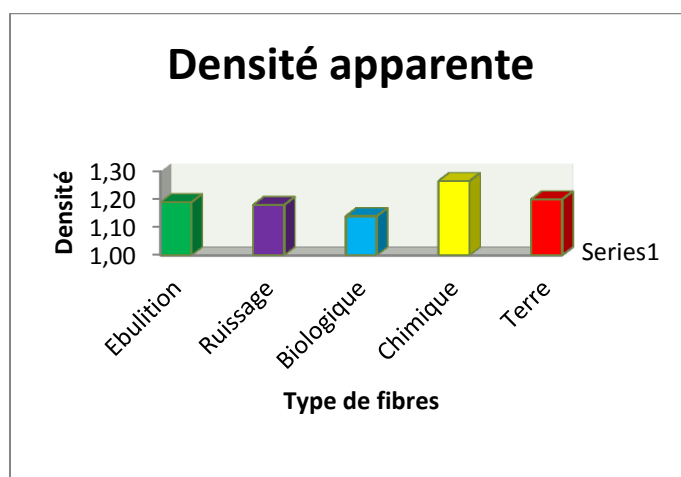


Figure.IV.2. Densité apparente des fibres Alfa

IV.2.1.2 Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'ATG est une technique d'analyse thermique qui consiste à la mesure de la variation de masse d'un échantillon en fonction du temps, pour une température ou un profil de température donné, ce qui va nous permettre de connaître la stabilité thermique de l'Alfa.

Les courbes ATG et (DTG) ont été tracées en fonction de la température.

On observe initialement qu'entre 25 et 100° C, les cinq échantillons de fibres Alfa ont perdu une petite quantité de masse en raison à l'évaporation et l'élimination de l'humidité présente dans les fibres [13]. D'après les Figure on remarque que ces valeurs varient entre 79°C et 106°C pour les fibres extraites par ébullition, ce qui explique que ces fibres ont absorbé beaucoup d'eau pendant l'extraction. Alors que les fibres Alfa extraites par rouissage à l'eau ont le plus faible taux d'humidité, ce qui est une caractéristique préférée pour les composites polymères renforcés par des fibres végétales. Cette diminution du pourcentage de perte d'humidité dans les fibres R pourraient être l'effet d'une cristallinité accrue, montré par diffraction des rayons X [57]. Les fibres d'Alfa T commencent à se décomposer autour de 230 ° C, tandis les autres fibres Alfa R, E, B et N ont commencé à se décomposer à environ 235°C, 237°C, 239 et 240° C, respectivement. Les courbes DTGA (Figure.IV.4) montrent également un pic de température plus bas avec un maximum aux alentours de 290 ° C pour fibres N, qui correspond à la décomposition de l'hémicellulose. Ce pic est à 235° C pour les fibres T, 260°C pour les fibre E, alors qu'il est à presque inexistant pour les fibres B, ce qui peut s'expliquer par la dégradation de l'hémicellulose durant l'extraction[50].

Tableau.IV.2. Stabilité thermiques des fibres d'Alfa

Type de fibres	Stabilité thermique (°C)
B (Fibres extraite par enzymes)	239
N (Fibres extraite chimiquement)	240
E (Fibres extraite par ébullition)	237
T (Fibres extraite par rouissage sous terre)	230
R (Fibres extraite par rouissage à l'eau)	235

De plus grands pics à une température autour de 339°C pour les fibres N 336°C pour les fibres R, 319°C pour les fibres E, 331°C pour les fibres B et 328°C pour les fibres respectivement, ces pics représente la dégradation de la cellulose et de la lignine[13].

Ces résultats indiquent que les différents types d'extraction des fibres Alfa éliminent complètement ou partiellement l'hémicellulose, la lignine et les cendres de la fibre. Par conséquent, le processus de décomposition a principalement eu lieu sur la cellulose. On remarque un quatrième pic à une température de 400°C pour les fibres B, 389° C pour les fibres E, 379°C pour les fibres R, 384°C pour les fibres N. Ce pic représente la dégradation des autres composants comme la pectine et les cendres.

La courbe de la figure IV.3 permet d'identifier plus clairement la stabilité thermique de notre matériau et les pertes de masse dans chaque intervalle de température. La même figure représente les variations de température en fonction du poids ; le comportement thermogravimétrique ATG et DTG des fibres d'Alfa.

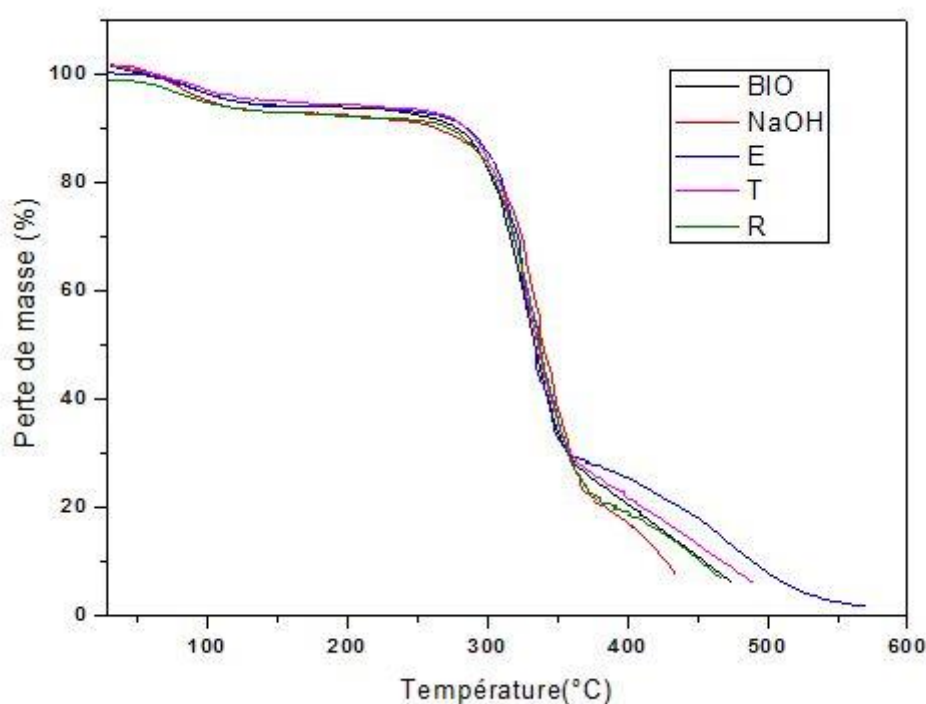


Figure.IV.3.Courbe ATG des différents échantillons des fibres Alfa

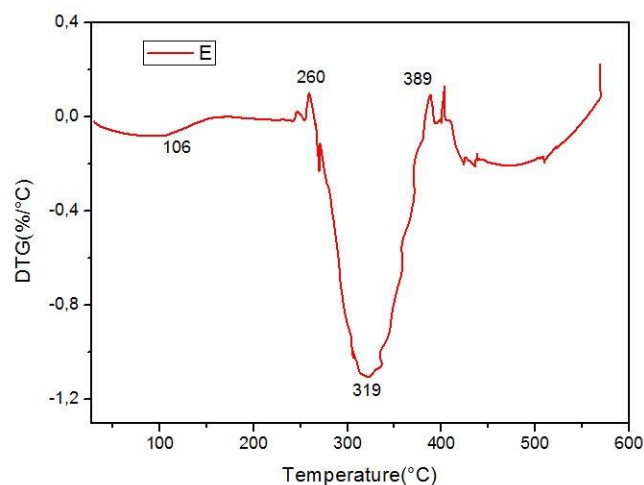


Figure.IV.4.Courbe DTG d'un échantillon de fibres d'Alfa

On distingue trois régions de perte de masse essentielle :

- La première région qui va jusqu'à **105°C** révèle une faible perte de masse, cela s'explique par l'évaporation de l'eau.
- La deuxième région qui s'étend jusqu'à **239°C** pour les fibres extraites par enzyme, **240°C** pour les fibres extraites chimiquement, **237°C** pour les fibres extraites par ébullition, **235°C** pour les fibres extraites par rouissage à l'eau et finalement **230°C** pour les fibres extraites par rouissage à terre. Cette zone se caractérise par une bonne stabilité thermique.

On peut conclure que la fibre d'Alfa est stable thermiquement jusqu'à **235°C**, Ce qui nous laisse dire qu'elle peut être utilisée pour le renforcement des matrices thermoplastiques telle que le polypropylène ou autres.

IV.2.3. Caractérisation microstructurale

IV.2.3.1 Spectroscopie infrarouge

ATR-FTIR est une analyse fortement recommandé pour analyser la structure chimique des fibres lignocellulosiques. La figure.IV.5 montre les spectres FTIR des fibres Alfa extraites avec différentes méthodes. Les spectres obtenus partagent des bandes d'absorption communes vis-à-vis des principales fibres lignocellulosiques en termes de groupes fonctionnels.

La figure.IV.5 montre les spectres infrarouges des fibres d'Alfa. On remarque une disparition du pic à 1730 cm^{-1} pour les cinq échantillons de fibres. Ce pic caractérise l'hémicellulose, la pectine et les cires présentes dans les fibres avant l'extraction [12]. Le pic intense observé à 1650 cm^{-1} pour les fibres peut être associé à la présence de la lignine ce pic est moins intense pour les fibres R alors qu'il est plus visible et de valeurs rapprochées pour les fibres E et N et un peu moins pour les fibres B et T [20] ce qui a été confirmé par la présence d'un pic à $\sim 700\text{ cm}^{-1}$. Le pic à 1160 cm^{-1} reflète l'existence de la cellulose [12] et l'apparition de liaison C-C ce pic est très intense dans le spectre des fibres E, il diminue un peu et donne des valeurs rapprochées pour les fibres N et T, son intensité diminue beaucoup pour les fibres B e R, ce qui veut dire que les fibre E ont la plus grande teneur en cellulose, la valeur de cette dernière diminue ensuite d'un spectre à l'autre, elle atteint son sa plus petite valeur dans le spectre des fibres R. Tous les pics ayant des nombres d'onde supérieurs à 3000 cm^{-1} viennent des groupements d'hydroxyle (-OH) qui peuvent venir de plusieurs composants qui possèdent un ou plusieurs groupements d'hydroxyle dans leur structure [12].

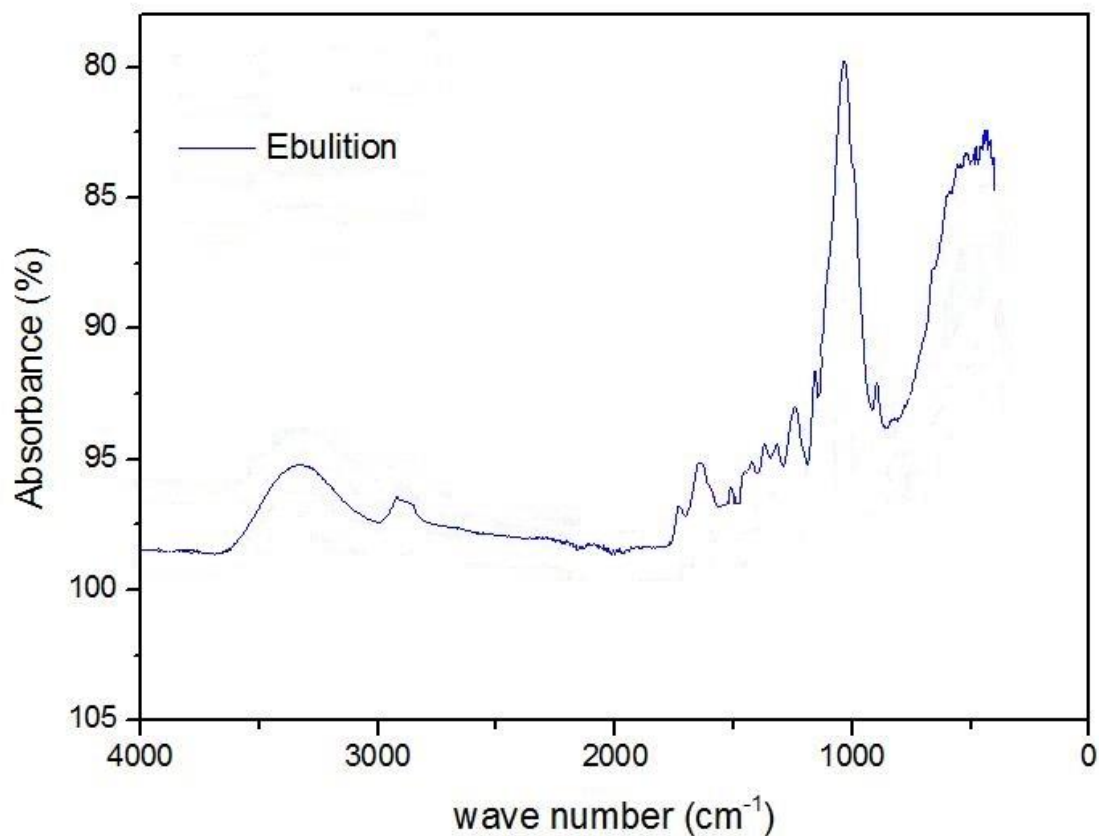


Figure.IV.5. Spectre FTIR d'un échantillon de fibres Alfa

Tableau.IV.3. Identifications des pics les plus importants des spectres ATR-FTIR issues de la littérature[50]

Wavenumber (cm ⁻¹)	Vibration mode(s)	Source(s)
3,200-3,600	O-H stretching	Cellulose, hemicellulose
2,919, 2,845	C-H stretching	Cellulose, hemicellulose
1,734	C=O stretching	Hemicellulose, lignin and extractives
1,648	H-O-H bending of absorbed water	Water
1,606, 1,510, 1,425	C=C stretching (aromatic skeleton)	Lignin compounds
1,367	C-H stretching	Lignin compounds
1,242	-COO stretching	Hemicellulose
1,163	C-O bridge stretching	Cellulose
1,036	C-O-C bridge stretching	Cellulose, hemicellulose
895	β -glycosidic linkage	Cellulose, hemicellulose

IV.2.3.2 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X a été utilisée pour confirmer l'enlèvement de la partie non Cellulosique (Lignine, Hémicellulose ...) à caractère amorphe, ce qui va nous renseigner sur l'efficacité du type d'extraction et par la suite sur le degré de cristallinité.

Les spectres DRX Figure.IV.6 et les résultats obtenues sont mentionnés dans le tableau .IV.4 montrent que l'indice de cristallinité varie entre 46,45% et 55,43%. La valeur la plus élevée de cette indice reste pour les fibres extraites par ébullition ce qui indique la disparition des partie amorphes (Lignine, Hémicellulose,..) et confirme que ce procédé d'extraction est le plus efficace contrairement au procédé biologique qui présente la valeur la plus basse de l'indice de cristallinité[12].

Tableau.IV.4.Indice de cristallinité des différents échantillons de fibres Alfa

	I_{002}°	I_{am}°	$I_c \%$
R	556,14	292,11	47,48
(NaOH)	657,9	329,83	49,87
T	619,87	318,26	48,66
E	680,44	303,28	55,43
BIO	608,8	326,04	46,45

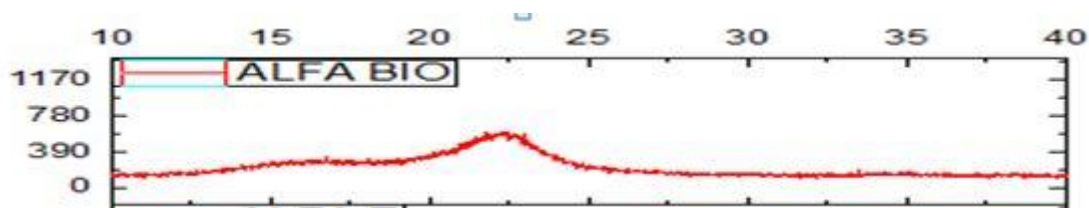


Figure.IV.6. Spectres DRX d'un échantillon d'Alfa

IV.2.4. Caractérisation mécanique

IV.2.4.1. Traction

Dans cette étude, les propriétés de traction des fibres d'Alfa (résistance à la traction, module de Young et allongement à la rupture) ont été obtenues selon la méthode d'essai normalisée ASTM D-3322-01. La figure.IV.7 montre une courbe de contrainte-

déformation typique des fibres d'Alfa. Ces fibres présentent un comportement fragile avec une chute soudaine de la charge en cas de défaillance[23]. Pour toutes les fibres testées, deux stades de comportement sont observés. La première montre une déformation linéaire de près de 0,5 % de la déformation, respectivement, pour les fibres. Pour chaque type de fibres Alfa, le module de Young a été évalué à travers la pente de la courbe dans cette région linéaire. Dans la seconde étape, une déformation non linéaire peut être observée jusqu'au la contrainte maximale [56]. Comme c'est le cas pour presque toutes les fibres naturelles, on peut observer une grande dispersion dans les données de traction des fibres Alfa. On sait que cette dispersion est fortement influencée par de nombreux facteurs tels que: les paramètres / conditions de test; Caractéristiques de la plante telles que l'origine, l'âge ou la maturité, les conditions climatiques des conditions météorologiques[53]; et la variation du nombre de cellules de fibre d'un faisceau à un autre peut également contribuer à la diffusion en traction [56].

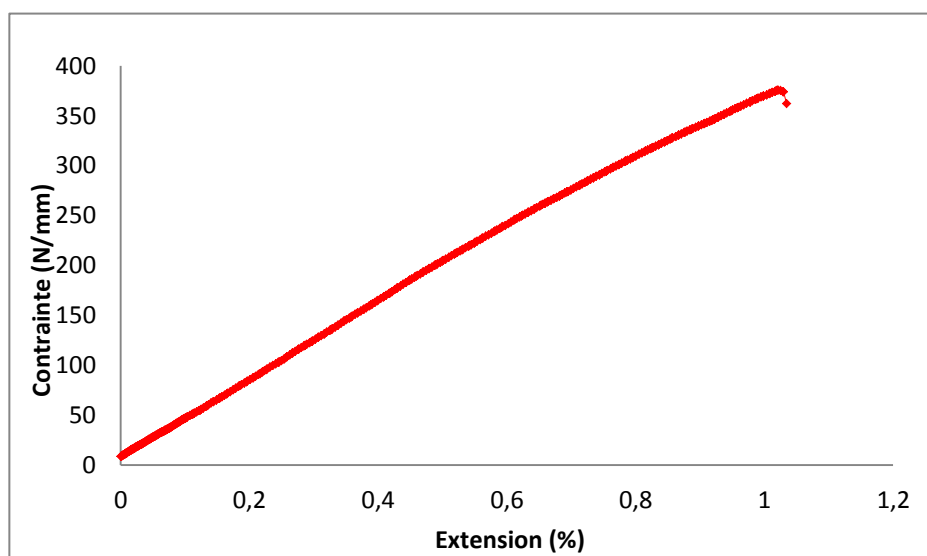


Figure.IV.7. Evolution de la contrainte en fonction de la déformation de la fibre d'Alfa sollicitée en traction

Les données démontrent que la contrainte maximale et le module de Young des fibres d'Alfa ont de meilleures valeurs pour les fibres E par rapport aux autres types de fibres, les fibres T quand a elles gardent un rapport presque constant et viennent en dernier. Cette modification des propriétés de traction est due à une augmentation de la densité de tassement et de l'orientation moléculaire provoquée par l'élimination de l'hémicellulose dans la région inter fibrillaire [50]. D'autre part, l'augmentation de l'allongement à la

rupture des fibres d'Alfa n'est que marginale. Les figures.IV.8, IV.9, montrent respectivement les courbes de la résistance à la traction et du module de Young en fonction du diamètre. La variation des propriétés mécaniques peut être évaluée à travers ces graphiques. D'une façon générale, la résistance à la traction et le module de Young diminuent au fur et à mesure que le diamètre diminue. Ceci est dû à l'augmentation du taux de composants non cellulotiques avec le diamètre de la fibre [56]. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par d'autres chercheurs qui ont étudié les fibres naturelles à cet égard [53, 56].

Tableau.IV.5. Comparaison des propriétés mécaniques des fibres obtenues par différents types d'extraction.

Type d'extraction	Module de Young E (GPa)	Contrainte à la rupture σ (MPa)	Diamètre d (μm)
Extraction biologique	24,81 – 8,93	389,96 – 61,5	354,94 – 169,4
Extraction par ébullition	25,59 -10,7	533,32 -91,73	439,01 – 148,64
Extraction chimique (NaOH)	22,85 – 6,45	453,34 – 59,3	324,33 – 119,3
Extraction par rouissage à l'eau	29,83 – 5,49	605,02 – 73,13	292,87 – 124,88
Extraction par rouissage à terre	25,86 -7,51	377,48 – 62,46	304,43 -84, 97

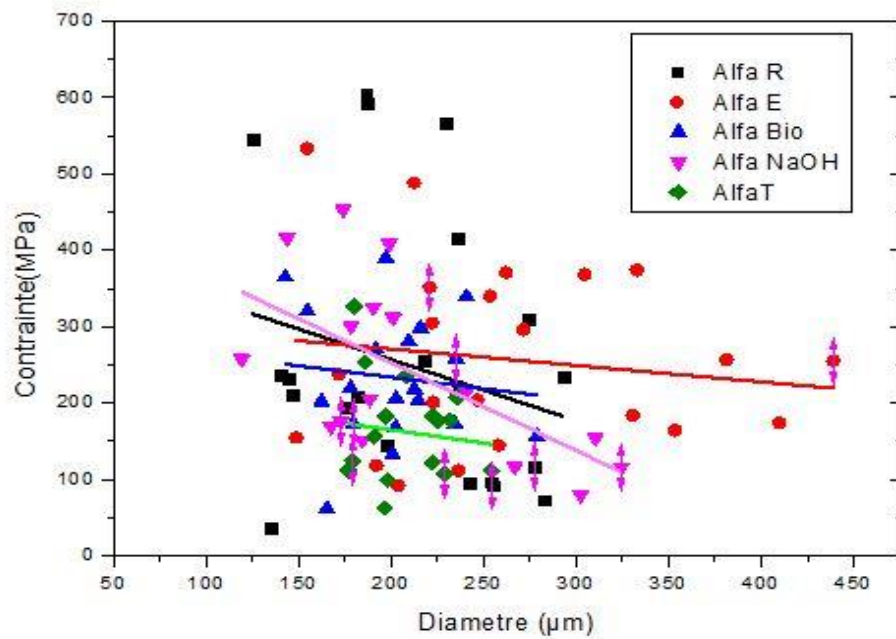


Figure.IV.8. Evolution de la contrainte en fonction du diamètre de la fibre d'Alfa

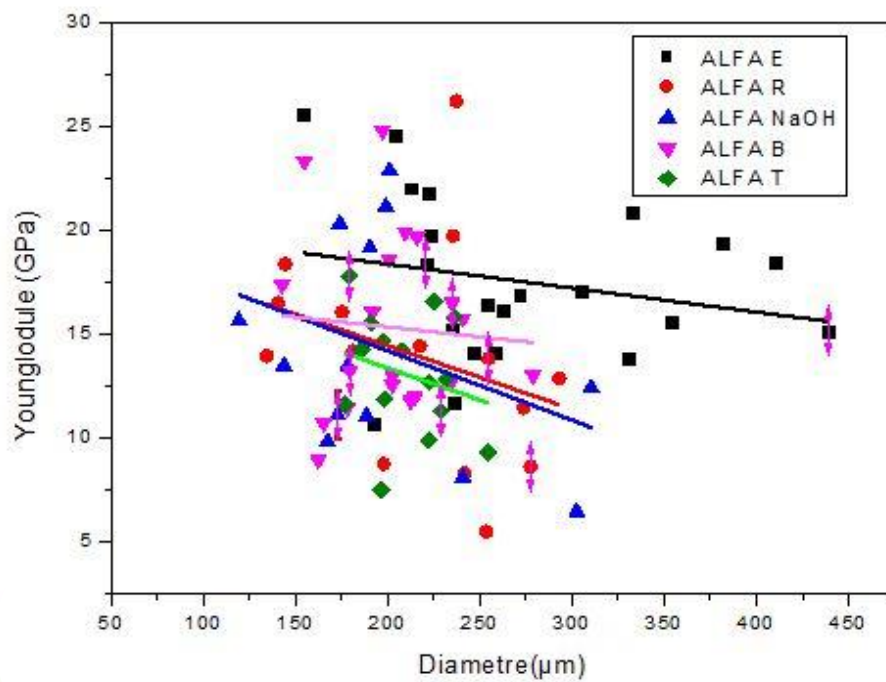


Figure.IV.9. Evolution du Module de Young en fonction du diamètre

Conclusion générale

Conclusion générale

Le développement de matériaux de haute performance à base de ressources naturelles est d'actualité dans le monde entier, même Dans les régions déficientes en forêts, la production d'autres types de fibres a été développée comme les fibres de lin, de jute ou de sisal.

Notre région est riche en ressources naturelles qui ne sont pas suffisamment exploités, la plante Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) en fait partie.

La plante d'Alfa représente une ressource naturelle biodégradable et très écologique. En effet, sa croissance nécessite très peu d'eau, elle n'a besoin ni d'insecticides ni de pesticides, d'où son intérêt pour l'environnement.

Notre travail est une contribution à la caractérisation des fibres lignocellulosiques issues de cette plante, pour une éventuelle exploitation comme renfort dans des matériaux composites biosourcés.

Les cinq types d'extraction de la fibre Alfa nous ont permis de conclure les remarques suivantes :

- Les cinq types d'extraction nous ont permis d'obtenir des fibres riches en cellulose, ce qui est prouvé par l'analyse FTIR.
- Le taux de cristallinité a été investigué par une analyse DRX qui qualifie l'extraction par ébullition avec un taux de 55 %.
- L'analyse thermogravimétrique montre que les cinq type d'extraction aboutissent à des fibres très résistantes thermiquement, avec une stabilité thermique entre 105 °C et 230 °C. Ce qui rend la fibre Alfa acceptable pour l'utilisation comme renfort dans les matériaux composites biosourcés.
- Les tests de traction ont montré que les cinq types d'extraction nous fournissent des fibres lignocellulosiques avec de bonne propriétés mécaniques, qui se caractérise par une bonne contrainte à la rupture qui s' étale entre 605.02 Mpa et 59.3 MPa. Et un module de Young qui varie entre 29.83 GPa et 5.49 Gpa.

Références bibliographiques

references bibliographie

- [1] Bathias C. Matériaux composites. 2 ed. Paris: Dunod; 2009.
- [2] Salit MS. Tropical natural fibre composites: properties, manufacture and applications: Springer; 2014.
- [3] Kurek B. Les fibres naturelles: originalités, propriétés, qualités et défauts. Journée Technique: Matériaux renforcés fibres naturelles et matériaux issus de ressources renouvelables, appliqués en plasturgie, Pole européen de Plasturgie, Bellignat 2006.
- [4] Badji C. Vieillissement de matériaux composites renforcés de fibres naturelles: étude de l'impact sur les propriétés d'aspect et sur les émissions dans l'air intérieur: Université de Pau et des pays de l'Adour; 2017.
- [5] Dallel M. Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil: Université de Haute Alsace-Mulhouse; 2012.
- [6] Olesen PO, Plackett D. Perspectives on the performance of natural plant fibres. Proceedings of the Natural Fibres Performance Forum, Copenhagen, Denmark 1999. p. 27-8.
- [7] Le Moigne N, Otazaghine B, Corn S, Angellier-Coussy H, Bergeret A. Surfaces and Interfaces in Natural Fibre Reinforced Composites: Fundamentals, Modifications and Characterization: Springer; 2018.
- [8] Sbail A. Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier: effet de l'oxydation au tempo sur les fibres: Lyon, INSA; 2011.
- [9] Reyne M. Technologie des composites: Hermès; 1990.
- [10] Toupe JL. Optimisation des propriétés mécaniques de composites à base de fibres naturelles: application à un composite de fibre de lin avec un mélange de polyéthylène/polypropylène d'origine post-consommation. 2015.
- [11] Mohanty A, Misra Ma, Hinrichsen G. Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview. *Macromolecular materials and Engineering* 2000;276:1-24.
- [12] Mustapha M. Mise en œuvre, caractérisation et modélisation matériaux composites: Polymère thermoplastique renforcé par des fibres de DOUM. 2013.
- [13] Borchani K. Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa: Lyon; 2016.
- [14] Dalila H. Synthèse d'un nouvel agent de couplage PVC-g-MA et son utilisation dans les composites PVC/Alfa: Université de Béjaia-Abderrahmane Mira; 2010.
- [15] Ragoubi M. Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne: Nancy 1; 2010.
- [16] Sedan D. Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment: influence sur les propriétés mécaniques du composite: Limoges; 2007.
- [17] Joly N. Synthèse et caractérisation de nouveaux films plastiques obtenus par acylation et réticulation de la cellulose: Limoges; 2003.
- [18] Mitra G, Mukherjee P. X-ray diffraction study of fibrous polymers. I. Degree of paracrystallinity—a new parameter for characterizing fibrous polymers. *Polymer* 1980;21:1403-9.
- [19] Kalia S. Lignocellulosic Composite Materials: Springer; 2017.
- [20] Privas E. Matériaux ligno-cellulosiques: "Élaboration et caractérisation": Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris; 2013.
- [21] Do Thi VV. Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non: Université de Grenoble; 2011.
- [22] ACHOUR A. Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles: valorisation des plantes locales 2017.
- [23] Z. Belouadah AA, M. Rokbi, A. Bezazi, A. Imad Optimisation Des Méthodes D'extraction Et Caractérisation Mécanique De La Fibre Alfa En Vue De Son Application Comme Renfort Des Matériaux Composites *Journal of Materials, Processes and Environment* 2014; Vol.2.

- [24] Kueny R. Biocomposites: composites de hautes technologies en renfort de fibres naturelles et matrice de résines naturelles: Université de Lorraine; 2013.
- [25] Laumont P, Berbigier A. L'Alfa et l'Expérimentation alfatière en Algérie. *Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliquée* 1953;33:125-40.
- [26] Maghchiche A, Haouam A, Immirzi B. Extraction and characterization of Algerian Alfa grass short fibers (*Stipa Tenacissima*). *Chemistry & Chemical Technology* 2013;339-44.
- [27] Brahim SB, Cheikh RB. Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite. *Composites Science and Technology* 2007;67:140-7.
- [28] Bessadok A, Roudesli S, Marais S, Follain N, Lebrun L. Alfa fibres for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2009;40:184-95.
- [29] Mounir J, Béchir W, Slah M, Mohamed B. Characterization of Mechanical Extracted Alfa Fibres. *International Journal of Fiber and Textile Research* 2014;4:1-4.
- [30] Mabrouk AB, Kaddami H, Boufi S, Erchiqui F, Dufresne A. Cellulosic nanoparticles from alfa fibers (*Stipa tenacissima*): extraction procedures and reinforcement potential in polymer nanocomposites. *Cellulose* 2012;19:843-53.
- [31] Rogge E. Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'Alfa (*Esparto grass*) en vue d'applications textiles. Mémoire de maîtrise pour l'obtention du grade académique de master, Génie des matériaux, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud-Alsace (UHA, Mulhouse, France), Année universitaire 2009;2010.
- [32] Omar A, Khadra MB. *Esparto grass (Stipa tenacissima L.), raw material of papermaking. First part. Химия растительного сырья* 2007.
- [33] Bourahli MEH. Caractérisation d'un composite verre époxy. 2018.
- [34] Bouzouita S. Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel: Ecole Centrale de Lyon; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir; 2011.
- [35] Zakikhani P, Zahari R, Sultan M, Majid D. Bamboo fibre extraction and its reinforced polymer composite material. *Int J Chem, Mater Sci Eng* 2014;8:54-7.
- [36] Msahli S, Chaabouni Y, Sakli F, Drean J. Mechanical behavior of *Agave Americana* L. Fibres: Correlation between fine structure and mechanical properties. *Applied Sci* 2007;7:3951-7.
- [37] Das P, Nag D, Debnath S, Nayak L. Machinery for extraction and traditional spinning of plant fibres. 2010.
- [38] Msahli S, Sakli F, Drean J-Y. Study of textile potential of fibres extracted from Tunisian *Agave Americana* L. *AUTEX Research Journal* 2006;6:9-13.
- [39] Labidi K, Cao Z, Zrida M, Murphy A, Hamzaoui AH, Devine DM. Alfa fiber/polypropylene composites: Influence of fiber extraction method and chemical treatments. *Journal of Applied Polymer Science* 2019;136:47392.
- [40] Kessler R, Becker U, Kohler R, Goth B. Steam explosion of flax—a superior technique for upgrading fibre value. *Biomass and Bioenergy* 1998;14:237-49.
- [41] Sayeb S, Marzoug I, Hassen MB, Sakli F, Rodesli S. Study of water sorption properties for esparto grass ultimate fibre (ALFA fibre). *Journal of the Textile Institute* 2010;101:19-27.
- [42] Maafi EM, Tighzert L, Malek F. Elaboration and characterization of composites of castor oil-based polyurethane and fibers from alfa stems. *Journal of Applied Polymer Science* 2010;118:902-9.
- [43] Marzoug IBA, Sayeb S, Hassen MB, Sakli F, Rodesli S. Study of Some Properties of the Esparto Grass Fiber Waste (ALFA Fiber). *Journal of Textile and Apparel, Technology and Management* 2011;7.
- [44] Hakeem KR, Jawaid M, Rashid U. *Biomass and bioenergy*: Springer; 2016.
- [45] Fila G, Manici L, Caputo F. In vitro evaluation of dew-retting of flax by fungi from southern Europe. *Annals of applied biology* 2001;138:343-51.

- [46] Henriksson G, Akin DE, Hanlin RT, Rodriguez C, Archibald DD, Rigsby LL, et al. Identification and retting efficiencies of fungi isolated from dew-retted flax in the United States and Europe. *Appl Environ Microbiol* 1997;63:3950-6.
- [47] Sisti L, Totaro G, Vannini M, Celli A. Retting process as a pretreatment of natural fibers for the development of polymer composites. *Lignocellulosic composite materials*: Springer; 2018. p. 97-135.
- [48] El Oudiani A, Chaabouni Y, Msahli S, Sakli F. Crystalline character of *Agave americana* L. fibers. *Textile Research Journal* 2008;78:631-44.
- [49] Amel BA, Paridah MT, Sudin R, Anwar U, Hussein AS. Effect of fiber extraction methods on some properties of kenaf bast fiber. *Industrial Crops and Products* 2013;46:117-23.
- [50] Mansour R, Abdelaziz A, Fatima Zohra A. Characterization of long lignocellulosic fibers extracted from *Hyphaene thebaica* L. leaves. *Research Journal of Textile and Apparel* 2018;22:195-211.
- [51] Rao KMM, Prasad AR, Babu MR, Rao KM, Gupta A. Tensile properties of elephant grass fiber reinforced polyester composites. *Journal of Materials Science* 2007;42:3266-72.
- [52] Kılınç AÇ, Köktaş S, Atagür M, Seydibeyoglu MÖ. Effect of Extraction Methods on the Properties of *Althea Officinalis* L. Fibers. *Journal of Natural Fibers* 2018;15:325-36.
- [53] Bezazi A, Belaadi A, Bourchak M, Scarpa F, Boba K. Novel extraction techniques, chemical and mechanical characterisation of *Agave americana* L. natural fibres. *Composites Part B: Engineering* 2014;66:194-203.
- [54] Reddy N, Yang Y. Biofibers from agricultural byproducts for industrial applications. *TRENDS in Biotechnology* 2005;23:22-7.
- [55] Deshpande AP, Bhaskar Rao M, Lakshmana Rao C. Extraction of bamboo fibers and their use as reinforcement in polymeric composites. *Journal of Applied Polymer Science* 2000;76:83-92.
- [56] Belouadah Z, Ati A, Rokbi M. Characterization of new natural cellulosic fiber from *Lygeum spartum* L. *Carbohydrate polymers* 2015;134:429-37.
- [57] Ray D, Nayak L, Ammayappan L, Shambhu V, Nag D. Energy conservation drives for efficient extraction and utilization of banana fibre. *International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering* 2013;3:296-310.

Abstract

Sustainable development will be one of the biggest challenges of the 21st century. At the same time, we will have to cope with the scarcity of fossil resources and ecological risks, especially the greenhouse effect. The use of biomass for chemistry, energy and materials is one of the best solutions. Our work deals with the physical, mechanical and chemical characterization of the fibers extracted from the esparto grass (*stipe tenacissima* L.). After the extraction of lignocellulosic fibers of Alfa by five different retting processes, the vegetal fibers are analyzed to obtain the intrinsic properties of these fibers, so that they can be used as reinforcements in biosourced composite materials. The extracted cellulose fibers were characterized by infrared spectroscopy, X-ray diffractometry, TG and DSC thermal analysis, optical micrograph.

Keywords: Vegetal fibers – Lignocellulosic fibers – biosourced composites-characterisation – extraction – Alfa

Résumé

Le développement durable sera l'un des plus grands enjeux du 21ème siècle. Nous aurons à faire face simultanément à une raréfaction des ressources fossiles et aux risques écologiques, notamment l'effet de serre. L'usage de la biomasse pour la chimie, l'énergie et les matériaux est l'une des meilleures solutions. Notre travail traite de la caractérisation physique, mécanique et chimique des fibres extraites de l'alfa (*stipa tenacissima* L.). Après l'extraction des fibres lignocellulosiques d'Alfa par cinq différents procédés, ces dernières sont analysées pour aboutir aux propriétés intrinsèques de ces fibres pour d'éventuelles utilisations comme renforts dans des matériaux composites biosourcés. La fibre de cellulose extraite a été caractérisée par spectroscopie infrarouge, diffractométrie X, analyse thermique TG et DSC, micrographie optique.

Mots clés : Fibres végétales – Fibres lignocellulosique – composite biosourcé – extraction – caractérisation- Alfa

ملخص

التنمية المستدامة ستكون واحدة من أكبر تحديات القرن الحادي والعشرين. بحيث سيتعين علينا التعامل مع ندرة الموارد الأحفورية والمخاطر البيئية ، وخاصة تأثير الاحتباس الحراري. يعد استخدام الكتلة الحيوية في الكيمياء والطاقة والمواد أحد أفضل الحلول. يساهم عملنا مع التوصيف الفيزيائي، الميكانيكي والكيميائي للألياف المستخرجة من عشب الحلفة. بعد استخراج ألياف السللوز من نبتة الحلفة بواسطة خمسة طرق مختلفة، يتم تحليل هذه الألياف النباتية للحصول على خواصها الجوهرية ، بحيث يمكن استخدامها مستقبلا كتعزيزات في المواد المركبة الحيوية. تم تحليل ألياف السللوز المستخرجة بواسطة التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء ، الأشعة السينية ، التحليل الحراري ATG و DTG ، و التصوير المجهرى الضوئي.

الكلمات المفتاحية: ألياف نباتية – ألياف السللوز - مركبات ذات مصادر حيوية – استنباط الخواص - استخراج - الحلفة