



Département de Génie Mécanique
MEMOIRE DE FIN D'ETUDE
En vue de l'obtention du diplôme de :
MASTER
En Génie Mécanique
Option : Construction Mécanique

Présenté par :

ARBIA Youssra

DOUCENE Imane

Thème

**Développement de matériaux composites structuraux
biosourcés renforcés par des fibres de plantes marines**

Devant le jury composé de :

NOM et Prénom	Grade	Qualité
Pr. ROKBI Mansour	Université de M'sila	Président
Dr. BENHAMADOUCHE Lamia	Université de M'sila	Encadrant
Dr. BENNOUIOUA Tahar	Université de Boumerdes	Co-encadrant
Dr. ROUABHI Youcef	Université de M'sila	Examineur

Remerciements

Avant tout, nous remercions Allah le Tout-Puissant de nous avoir accordé la patience et la force nécessaires pour mener à bien ce modeste travail.

Nous tenons également à exprimer notre profonde gratitude à toutes les personnes ayant contribué à la réalisation de ce mémoire.

Nos sincères remerciements s'adressent à notre encadreuse, Madame Benhamadouche Lamia, pour son encadrement, sa disponibilité et sa précieuse aide tout au long de ce travail.

Nous adressons aussi nos remerciements à Monsieur Raouf Khaldoun, responsable du laboratoire, pour son soutien et ses conseils durant la réalisation de ce mémoire.

Nous remercions également tous les enseignants de la spécialité Génie Mécanique pour les connaissances et les orientations qu'ils nous ont apportées tout au long de notre parcours universitaire.

Enfin, nous remercions toutes les personnes qui nous ont aidés de près ou de loin à accomplir ce travail.

إهداء

إلى روح والدي الغالي...

أول من علّمني الحروف، وغرس في داخلي حبّ العلم والطموح، ثم رحل باكراً تارِكاً فراغاً لا يُملأ...

رحمك الله رحمةً واسعة، وجعل هذا النجاح نوراً يصل إليك في قبرك.

إلى أُمي الحبيبة...

إلى القلب الذي صبر، والدعاء الذي لم ينقطع، والسند الذي كان خلف كل خطوة نجاح...

لكِ وحدكِ بعد الله يعود الفضل فيما وصلت إليه، فشكراً بحجم حبك وعطائك.

إلى إخوتي الأعزاء: خالد، حسين، صديق، وعقبة...

شكراً لوجودكم الدائم ودعمكم الذي كان قوتي في هذه الرحلة.

إلى سكر العائلة وفرحة القلب:

أحمد أسيد ورهف...

حفظكم الله وأدام ضحكاتكم الجميلة.

إلى صديقاتي العزيزات: بشرى، هديل، مروة، عودة، وأروى...

شكراً لكل لحظة جميلة وذكرى ستبقى محفورة في القلب.

إلى صديقتي وشريكتي في هذه الرحلة،

التي كانت أختاً للروح قبل أن تكون رفيقة دراسة،

شكراً لكل لحظة تعب ونجاح تقاسمناها معاً.

إلى كل أحبائي وكل من ساندني ووقف إلى جانبي ولو بكلمة طيبة...

لكم مني كل المحبة والامتنان.

كما أتقدم بخالص الشكر والتقدير إلى الأستاذة: بن حمادوش لمياء، على دعمها وتوجيهاتها القيّمة طوال هذه الرحلة.

وفي الأخير، أحمد الله سبحانه وتعالى على هذه النعمة وهذا التوفيق، وأسأله أن يجعل هذا النجاح بداية خير ومستقبل أجمل.

تم

إهداء

الحمد لله الذي بنعمة تتم الصالحات الحمد لله حمدا طيبا مبارك فيه لله الذي وفقني لإتمام هذا العمل المتواضع

هدي ثمرة جهدي وتعبني إلى من أحمل اسمه بين الناس، إلى من كدّ وتعب، إلى من جاهد وناضل، إلى من عرق جبينه من أجل أن أصل إلى هذا اليوم، والذي الغالي.

وإلى من تحت قدميها الجنة، إلى أمي الحبيبة التي كانت بمثابة شمعة أنارت لي دروب الحياة، إلى من ربّتي، إلى من حملت معي مشقة هذا الطريق، إلى من كانت سندًا لي، والداي حفظكما الله لي وأدامكما تاجًا فوق رأسي.

إلى إخوتي وأخواتي: حسين، حنان، رفيق، أكرم، جنان، أمل، إيمان، شكرًا على دعمكم المتواصل. إلى أبيّ أخيّ العزيزين غياث وجود، اللذين كانا مصدر فرح وراحة لي، أدامكما الله ووفقكما في حياتكما.

إلى صديقتي، رفيقة دربي منذ الطفولة سندس، ورفيقتي في هذا المشوار إيمان، شكرًا لكما.

إلى أستاذتي المؤطرة الفاضلة بن حمادوش لمياء، وإلى الأستاذ عبد الرؤوف خلدون، شكرًا لدعمكما المتواصل طيلة إنجاز هذه المذكرة.

إلى أستاذتي من الابتدائي إلى الجامعة، وبالأخص الأستاذة بن حليلة، وإلى كل من ساهم من قريب أو بعيد، شكرًا لكم كلّ باسمه ومقامه.

يسرى

ملخص

تهدف هذه الدراسة إلى تطوير مواد مركبة حيوية المصدر مدعمة بألياف النباتات البحرية كبديل مستدام للمواد التقليدية. تم معالجة واختبارات الشد. DRX و ATG/DTG و FTIR الطحالب كيميائياً ودمجها مع راتنج البوليستر، ثم تقييم خصائصها باستخدام تقنيات أظهرت النتائج أن المعالجات الكيميائية حسنت التوافق بين الألياف والمصفوفة البوليمرية، مما أدى إلى تحسين الخصائص الميكانيكية الكلمات المفتاحية: المواد المركبة الحيوية، للمركبات، وأكدت إمكانية استخدام النباتات البحرية في التطبيقات الإنشائية والصناعية النباتات البحرية، الطحالب، الألياف الطبيعية، البوليستر.

Résumé :

Cette étude vise à développer des composites biosourcés renforcés par des fibres de plantes marines comme alternative durable aux matériaux conventionnels. Les algues ont été traitées chimiquement puis incorporées dans une matrice polyester avant d'être caractérisées par FTIR, ATG/DTG, DRX et des essais de traction. Les résultats montrent une amélioration de l'adhésion fibre/matrice et des propriétés mécaniques, confirmant le potentiel des plantes marines pour des applications structurales et industrielles. Mots-clés : composites biosourcés, plantes marines, algues, fibres naturelles, polyester.

Abstract :

This study aims to develop bio-based composites reinforced with marine plant fibers as a sustainable alternative to conventional materials. Chemically treated algae were incorporated into a polyester matrix and characterized using FTIR, TGA/DTG, XRD, and tensile tests. The results demonstrated improved fiber–matrix adhesion and enhanced mechanical properties, highlighting the potential of marine plants for structural and industrial composite applications. Keywords: bio-based composites, marine plants, algae, natural fibers, polyester.

Table de matière

Introduction Generale.....	1
----------------------------	---

CHAPITRE I

Les matériaux composites biosourcés — Généralités

I.2. Definition et classification des materiaux composites	3
I. 2. 1. Définition générale	3
I. 2. 2. Classification selon la nature de la matrice	4
I. 2. 3. Classification selon la forme du renfort.....	5
I. 2. 4. Rôle de l'interface matrice/renfort	6
I. 3. Les materiaux biosources : definitions et enjeux	7
I. 3. 1. Définition et critères de biosourcé	7
I. 3. 2. Enjeux environnementaux	7
I. 3. 3. Réglementation et classification	8
I. 4. Matrices pour composites biosources	9
I. 4. 1. Matrices biopolymères thermoplastiques	9
I. 4. 2. Matrices thermodurcissables biosourcées	10
I. 4. 3. Matrices Polymères Recyclées (PEHD, PP recyclés)	11
I. 5. Applications structurales et semi-structurales des composites biosources	13
I. 5. 1. Secteur du bâtiment	13
I. 5. 2. Industrie automobile	14
I. 5. 3. Mobilier, emballage structurant et applications marines	15
I. 6. Conclusion	16

CHAPITRE II

Fibres végétales et fibres de plantes marines comme renforts — Propriétés, traitements et potentiel structural

II. 1. Introduction	17
II. 2. Structure et composition des fibres vegetales lignocellulosiques	17
II. 2. 1. Structure hiérarchique de la fibre végétale.....	17
II. 2. 2. Composition chimique	19
II 2. 3. Lien entre composition chimique et propriétés mécaniques	22
II. 2. 4. Angle Micro-Fibrillaire (MFA) et module de Young	23
II. 3. Principales fibres vegetales terrestres utilisees comme renforts.....	23
II. 3. 1. Fibres de tige (lin, chanvre, jute, kéraf).....	23
II. 3. 2. Fibres de feuilles (sisal, abaca, alfa)	24
II. 3. 3. Fibres de fruits et déchets agricoles (palmier dattier, coco, bagasse).....	24
II. 3. 4. Autres fibres (bambou, luffa, agave).....	25

II. 4. Limites des fibres vegetales comme renforts structuraux	25
II. 4. 1. Hydrophilie et absorption d'eau.....	25
II. 4. 3. Faible adhésion à la matrice polymère.....	27
II. 4. 4. Sensibilité thermique lors de la mise en forme	27
Ii. 5. Traitements des fibres pour ameliorer l'interface fibre/matrice	28
II. 5. 1. Traitements physiques.....	28
II. 5. 2. Traitements chimiques.....	28
II. 5. 3. Effets des traitements sur la morphologie et les propriétés mécaniques	30
II. 5. 4. Synthèse : choix du traitement selon la matrice et l'application.....	31
II. 6. Les plantes marines comme source de fibres pour composites.....	31
II. 6. 1. Biodiversité marine exploitable.....	31
II. 6. 2. La Posidonie (<i>Posidonia oceanica</i>)	32
II. 6. 3. Autres plantes marines étudiées.....	33
II. 6. 4. Spécificités physico-chimiques des fibres marines.....	34
II. 6. 5. Défis de l'interface fibre marine / matrice polymère.....	34
II. 6. 6. Travaux antérieurs sur les ressources marines dans les composites.....	35
II. 6. 7. Lacunes identifiées et positionnement du présent travail.....	36
II. 7. Proprietes des biocomposites en conditions structurales.....	36
II. 7. 1. Propriétés mécaniques visées.....	36
II. 7. 2. Durabilité : vieillissement hygrothermique, UV et variation Dimensionnelles.....	37
II. 7. 3. Critères de sélection pour des applications structurales.....	37
II. 8. Conclusion.....	38

CHAPITRE III

Technique experimental

III. 1. Introduction.....	39
III. 2. Description des materiaux utilises.....	39
III. 2. 1. Matrice.....	39
III. 2. 2. Renforts algaux.....	39
III. 3. Preparation et traitement des algues.....	40
III. 3. 1. Collecte, lavage et séchage.....	40
III.3.2. Traitement alcalin à l'hydroxyde de sodium	41
III. 3. 3. Blanchiment au peroxyde d'hydrogène	42
III. 3. 4. Broyage fin et tamisage.....	43
III. 4. Élaboration des composites polyester/algues.....	44
III. 4. 1. Formulation.....	44
III. 4. 2. Procédé de mise en forme.....	44
III. 5. Methodes de caracterisation.....	44
III. 5. 1. Caractérisation physico chimique des algues.....	44
III. 5. 2. Caractérisation mécanique des composites.....	45
III. 6. Conclusion.....	46

CHAPITRE IV

Résultats et discussions

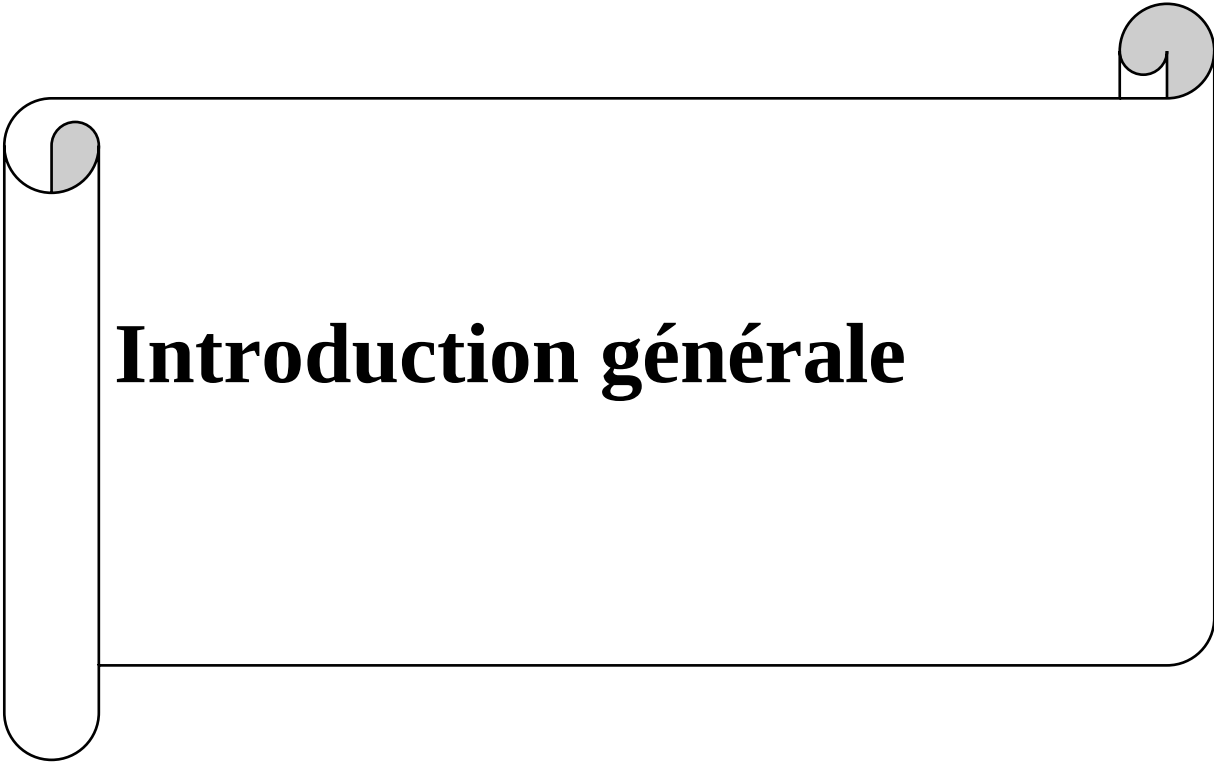
IV. 1. Introduction	47
IV. 2. Caractérisation des algues.....	47
IV. 2. 1. Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de fourier (FTIR).....	47
IV. 2. 2. Analyse Thermogravimétrique (ATG).....	49
IV. 2. 3. Analyse par Diffraction des Rayons X (DRX)	53
IV. 3. Caractérisation du composite polyester-algues	54
IV. 3. 1. Composite Polyester / Laminaria	54
IV. 3. 2. Composite Polyester / Sargassum.....	57
IV. 3. 3. Composite Polyester / Ulva.....	59
IV. 1. Conclusion	64

Liste des figures

Figure I. 1 : Représentation schématique d'un matériau composite	4
Figure I. 2 : Schématisation d'une matrice multicouche (CMC) et effet protecteur des interfaces.	5
Figure I. 3 : Classification des composites selon la forme des constituant	6
Figure II. 1 : Structure hiérarchique d'une fibre végétale (de la tige à la microfibrille).....	18
Figure II. 3 : Représentation de la chaîne de cellulose, n : degré de polymérisation	18
Figure II. 2 : Modèle de la structure d'une fibre végétale et angle des microfibrilles.....	18
Figure II. 3 : Représentation de la chaîne de cellulose, n : degré de polymérisation.....	19
Figure II. 4 : Structure d'un type de xyloglucane.....	20
Figure II. 5 : Principaux glucides constituant les hémicelluloses.	20
Figure. II. 6 : Structure d'une chaîne d'acide polygalacturonique et formation d'un coude par la présence de rhamnos	21
Figure. II. 7 : Motifs élémentaires de la lignine.	21
Figure II. 8 : Analyse de la dégradation thermique des fibres sous atmosphères air et N ₂	28
Figure II. 10 : Structure d'une fibre avant et après traitement alcalin.....	31
Figure II. 11 : Prairie sous-marine de Posidonia oceanica	33
Figure. III. 1 : Résine Polyester insaturée et durcisseur.....	39
Figure III. 2 : Algues utilisées a) Sargassum ; b) Ulva ; c) Laminaria	40
Figure III. 3 : Récolte et séchage des Algues.....	41
Figure III. 4 : Les Algues séchées.....	41
Figure III. 5 : Traitement des algues au NaOH.....	42
Figure III. 6 Blanchiment des algues au peroxyde d'hydrogène.....	43
Figure III. 7 : Algues broyées et tamisées	43
Figure III. 11 : Moulage des composites.....	44
Figure III. 12 : Éprouvette de traction.....	46
Figure IV. 1 : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) des trois types d'algues (Laminaria, Sargassum et Ulva).....	49
Figure IV. 2. Analyse thermogravimétrique (ATG et DTG) des trois types d'algues (Laminaria, Sargassum et Ulva	52
Figure IV. 3 : Analyse DRX des trois types d'algues (Laminaria, Sargassum et Ulva).....	54
Figure IV. 4 : Courbe traction □ - □ du composite Polyester / Laminaria	56
Figure IV. 5 : Courbe traction □ - □ du composite Polyester / Sargassum.	58
Figure IV. 6 : Courbe traction □ - □ du composite Polyester / Ulva.....	62

Listes des tableaux :

Tableau I.1 : Principales normes relatives à la réglementation et à la classification des matériaux biosourcés	8
Tableau I.2: Classification des biopolymères thermoplastiques selon leur origine et leur biodégradabilité	9
Tableau I 3 : Comparaison des principales matrices utilisées dans les composites biosourcés origine, propriétés, avantages et limites	13
Tableau. II. 1 : Composition chimique comparée de quelques fibres végétales.	21
Tableau II.2 1.: Plage des propriétés élastiques des composants des fibres végétales (d'après Placet et al., 2012).	23
Tableau II. 2 1 : Plage des propriétés élastiques des composants des fibres végétales (d'après Placet et al., 2012).	23
Tableau II. 3 : Propriétés mécaniques comparatives des principales fibres végétales et de la fibre de verre E.....	25
Tableau II .4 : Choix des traitements de surface en fonction du système matrice/renfort et l'application visée.....	31
Tableau II.5 : Principaux critères de sélection des matériaux composites biosourcés.....	38
Tableau. IV. 1 : Propriétés mécanique du composite Polyester / Laminaria	57
Tableau. IV. 2 : Propriétés mécanique du composite Polyester / Sargassum	59
Tableau. IV. 3 : Propriétés mécanique du composite Polyester / Ulva.....	62



Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

Face à la raréfaction des ressources fossiles et à l'augmentation des impacts environnementaux liés aux plastiques d'origine pétrochimique, le développement de matériaux plus respectueux de l'environnement est devenu une priorité scientifique et industrielle. Dans cette optique, les matériaux composites biosourcés, associant une matrice polymère et des renforts d'origine renouvelable, suscitent un intérêt croissant car ils permettent de réduire l'empreinte carbone tout en valorisant des ressources naturelles abondantes.

Cependant, les polymères biodégradables ou biosourcés utilisés seuls présentent souvent des limites importantes, notamment une faible résistance mécanique, une sensibilité à la température ou à l'humidité et parfois une mise en œuvre délicate. Pour répondre aux exigences de secteurs tels que l'emballage, le bâtiment ou l'automobile, il est donc nécessaire d'améliorer leurs propriétés par l'ajout de renforts adaptés et par l'optimisation de l'architecture composite.

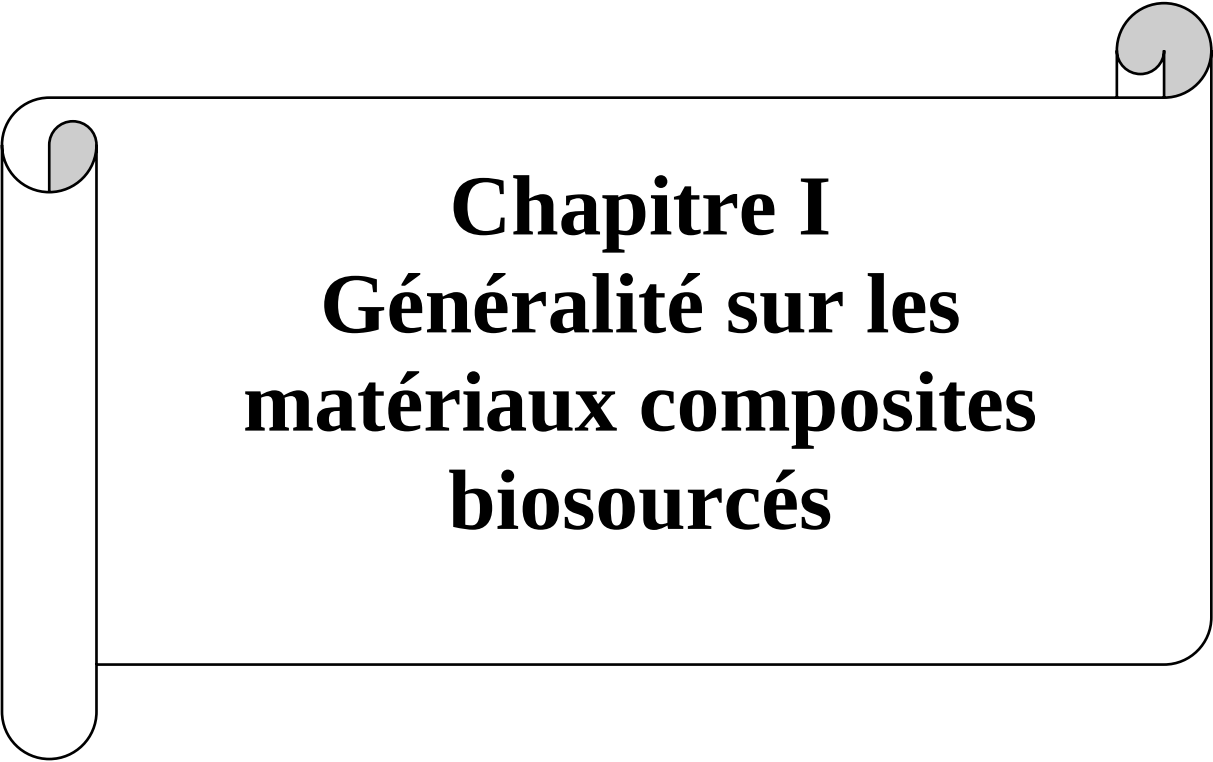
Les fibres naturelles constituent, dans ce contexte, une solution de renforcement particulièrement intéressante. Des fibres végétales telles que le lin, le chanvre, le jute ou le sisal ont déjà montré leur capacité à conférer de bonnes performances mécaniques à des matrices polymères, tout en présentant un coût modéré, une densité réduite et une meilleure fin de vie que les fibres synthétiques classiques. Parmi ces ressources, les plantes marines et certaines macro-algues offrent un potentiel encore peu exploité, alors même qu'elles sont disponibles en grande quantité et que leur prolifération peut générer des nuisances environnementales sur les zones côtières.

La valorisation de ces biomasses marines sous forme de particules de renfort permettrait à la fois de limiter leur impact négatif sur les écosystèmes littoraux et de proposer de nouveaux biocomposites pour des applications structurales ou semi-structurales. L'enjeu est alors de caractériser ces renforts, d'étudier leur compatibilité avec différentes matrices polymères et d'évaluer les performances des matériaux composites obtenus, afin de vérifier leur aptitude à remplacer, au moins partiellement, des solutions conventionnelles.

Dans ce cadre, le présent mémoire porte sur le développement et l'étude de matériaux composites structuraux biosourcés renforcés par des fibres issues de plantes marines. Il vise plus particulièrement à analyser l'influence de la nature des fibres et de la matrice sur les propriétés mécaniques et physiques des composites élaborés, et à identifier les conditions de mise en œuvre permettant d'optimiser leur comportement.

Ce travail s'articule en plusieurs étapes. Dans un premier temps, un état de l'art est consacré aux matériaux composites biosourcés, aux différentes matrices et types de renforts utilisés, ainsi qu'aux principales applications visées. Dans un second temps, la démarche expérimentale mise en œuvre pour l'élaboration et la caractérisation des composites à base de plantes marines est présentée. Enfin, les résultats obtenus sont analysés et discutés, avant de conclure sur les apports de ce travail et les perspectives qu'il ouvre pour le développement de biocomposites innovants.

[1]



Chapitre I

Généralité sur les matériaux composites biosourcés

I. 1. INTRODUCTION

Les matériaux composites biosourcés s'inscrivent dans une démarche de développement durable visant à substituer, au moins partiellement, les matériaux issus de la filière pétrochimique par des solutions plus respectueuses de l'environnement. Ce chapitre présente les notions fondamentales relatives aux matériaux composites, leurs constituants et leur classification, avant de définir le concept de biosourcé et d'en exposer les enjeux environnementaux et réglementaires. Les principales matrices utilisées pour les composites biosourcés — thermoplastiques, thermodurcissables et recyclées — sont ensuite décrites, et une synthèse comparative est proposée. Enfin, les principales applications structurales et semi-structurales de ces matériaux sont illustrées dans différents secteurs industriels.

I. 2. DEFINITION ET CLASSIFICATION DES MATERIAUX COMPOSITES

I. 2. 1. Définition générale

Un matériau composite est un assemblage d'au moins deux matériaux distincts et non miscibles, mais présentant une forte capacité d'adhésion à leur interface. Le matériau résultant possède des propriétés supérieures ou complémentaires à celles de chacun de ses constituants pris séparément. Il est constitué de deux phases principales :

- Le renfort, qui assure l'essentiel des propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture). Il peut conférer au composite un comportement isotrope, anisotrope ou orthotrope selon son architecture.
- La matrice, qui enrobe et protège le renfort, assure la cohésion de l'ensemble et transmet les efforts mécaniques vers les fibres.

En pratique, les matériaux composites les plus courants sont constitués d'une matrice polymère (thermodurcissable ou thermoplastique) associée à un renfort fibreux ou particulaire. Des exemples courants incluent le béton armé (matrice ciment + renfort acier) et les stratifiés verre/époxy.

Dans un contexte de développement durable, la conception de composites à faible impact environnemental, en valorisant des bio-ressources comme renforts et/ou matrices, est devenue un enjeu industriel et scientifique majeur [2].

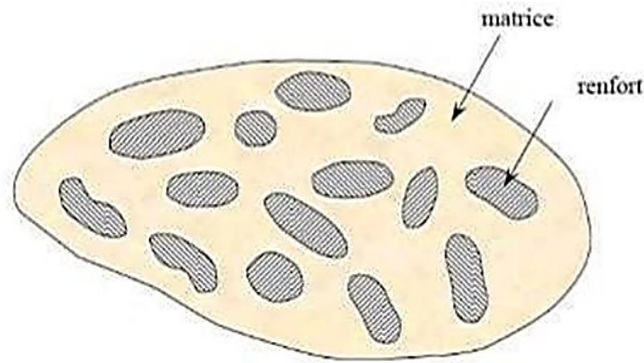


Figure I. 1 : Représentation schématique d'un matériau composite.

I. 2. 2. Classification selon la nature de la matrice

On distingue classiquement trois grandes familles de composites selon la nature de la matrice :

a) Composites à Matrice Organique (CMO)

Les CMO représentent de loin la famille la plus répandue et la plus produite à l'échelle industrielle. Ils utilisent des matrices en résines polymères (polyester, époxy, polyamide, polypropylène, etc.) renforcées par des fibres minérales (verre, carbone), organiques (Kevlar, polyamides) ou naturelles. On distingue :

- Les composites à grande diffusion, peu coûteux, représentant environ 95 % de la production mondiale des CMO, utilisés pour des pièces faiblement sollicitées.
- Les composites à haute performance, destinés à l'aéronautique, au nautisme ou aux sports et loisirs, offrant de meilleures propriétés mécaniques.

b) Composites à Matrice Métallique (CMM)

Les CMM combinent les qualités des métaux (ductilité, bonne tenue au feu, résistance au vieillissement) avec la légèreté et les bonnes propriétés mécaniques spécifiques des composites. La matrice est généralement un métal léger (aluminium, magnésium, titane) et le renfort est constitué de particules ou de fibres céramiques. Leurs performances sont élevées, mais leur coût de fabrication reste important, ce qui les réserve à des applications très exigeantes (aéronautique, défense). Un point critique est la réactivité chimique de la matrice métallique : une réaction entre la matrice et le renfort lors de la mise en œuvre peut gravement dégrader les propriétés mécaniques.

c) Composites à Matrice Céramique (CMC)

Beaucoup moins répandus, les CMC sont conçus pour des applications à très haute température (industrie spatiale, aéronautique militaire, freinage haute performance). Les céramiques présentent une excellente résistance thermique et une bonne stabilité chimique, mais une fragilité intrinsèque qui limite leur usage. L'architecture composite permet de les rendre moins cassants : les fissures se propagent préférentiellement aux interfaces fibre/matrice plutôt qu'au travers des fibres elles-mêmes, améliorant significativement la ténacité. Les renforts et matrices utilisés sont généralement le carbure de silicium (SiC), le carbone (C) ou l'alumine (Al_2O_3) [2].

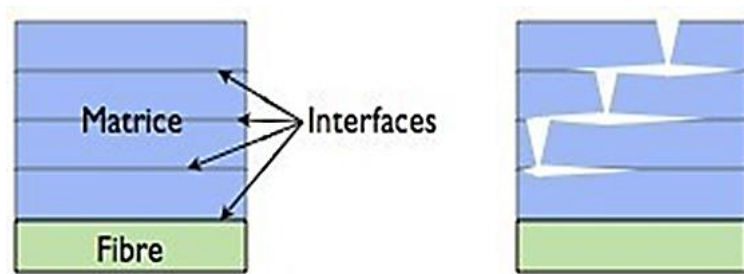


Figure I. 2 : Schématisation d'une matrice multicouche (CMC) et effet protecteur des interfaces.

I. 2. 3. Classification selon la forme du renfort

On peut également classer les composites en fonction de la forme et de la distribution du renfort :

- **Les composites renforcés par des particules** (grosses ou fines particules).
- **Les composites renforcés par des fibres**, continues (fibres longues) ou discontinues (fibres courtes ou coupées).
- **Les composites structuraux** : stratifiés (empilements de couches) et structures sandwich (âme légère entre deux peaux rigides).

Dans tous les cas, le renfort assure les propriétés mécaniques et physiques du composite (rigidité, résistance à la rupture, dureté). Il se présente sous plusieurs formes :

- **Renfort fibreux linéaire** : fils, mèches, fibres continues ou discontinues.
- **Renfort surfacique** : tissus, non-tissés, mats, nappes unidirectionnelles.
- **Renfort multidirectionnel** : tresses, tissus complexes, tissages tridimensionnels.[3]

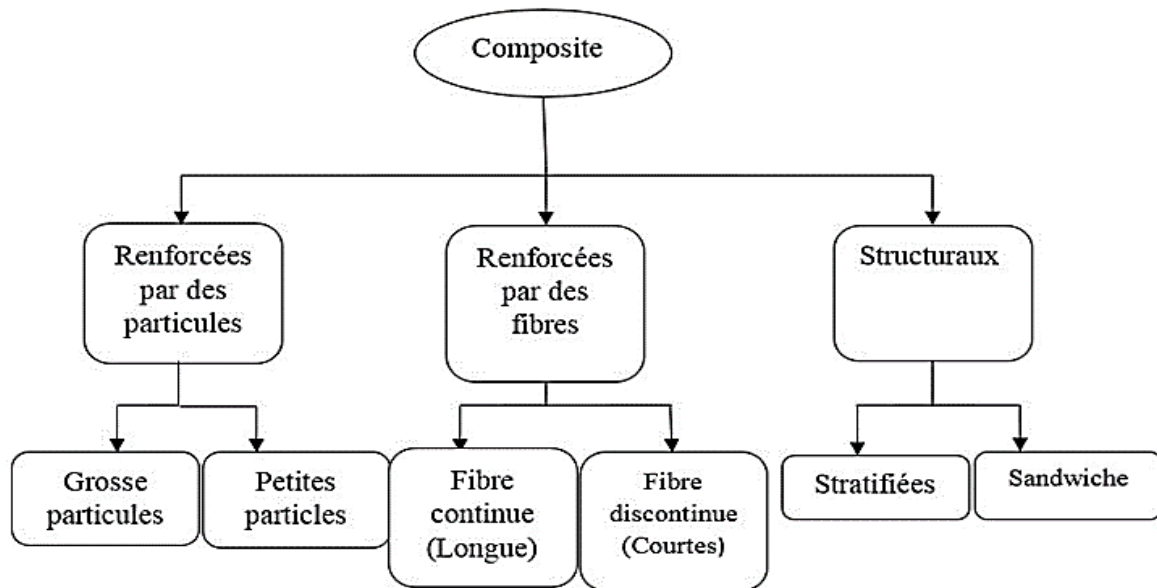


Figure I. 3 : Classification des composites selon la forme des constituants [3].

I. 2. 4. Rôle de l'interface matrice/renfort

L'interface matrice/renfort, ou **interphase**, est la zone de transition entre les deux phases du composite. Son rôle est déterminant pour les performances globales du matériau.

a) Transfert de contraintes mécaniques

La fonction principale de l'interface est d'assurer le transfert efficace des charges — traction, compression, cisaillement — de la matrice vers le renfort. Une mauvaise adhésion à l'interface se traduit par une initiation prématurée des fissures, un décollement fibre/matrice (*debonding*) et, in fine, une dégradation des propriétés mécaniques globales.

b) Protection du renfort

La matrice protège physiquement et chimiquement les fibres contre les agressions extérieures (humidité, agents chimiques, abrasion). Une interface bien liée limite la diffusion de l'eau vers les fibres, notamment dans le cas des fibres naturelles très hydrophiles.

c) Influence sur les modes de rupture

La qualité de l'interface détermine le mode de rupture du composite. Une interface trop faible favorise le décollement prématuré des fibres (*pull-out*), réduisant la contrainte à la rupture. Une interface trop rigide, en revanche, peut favoriser une rupture brutale et fragile. Un compromis optimal est recherché pour maximiser à la fois la résistance et la ténacité.[4]

I. 3. LES MATERIAUX BIOSOURCES : DEFINITIONS ET ENJEUX

I. 3. 1. Définition et critères de biosourcé

Un matériau biosourcé est un matériau fabriqué, en totalité ou en partie, à partir de substances issues d'organismes vivants ou ayant été vivants : végétaux, animaux ou micro-organismes (bactéries, champignons, levures). Ces substances proviennent parfois de déchets ou de coproduits de l'agriculture, de l'agroalimentaire ou des industries forestières.

On distingue plusieurs catégories selon le degré de transformation :

- **Matériaux peu transformés** (bâtiment) : bois, chanvre, paille, ouate de cellulose, liège, miscanthus, mycomatériaux.

- **Fibres textiles biosourcées** : laine, soie, coton, lin (souvent traitées et teintées chimiquement).

- **Papiers et cartons** issus de l'industrie papetière.

- **Bioplastiques** : acide polylactique (PLA), acétate de cellulose, polyhydroxyalcanoates (PHA), dont la fabrication implique des techniques avancées de synthèse chimique ou biologique.

La notion de biosourcé ne préjuge pas de la biodégradabilité du matériau : un matériau peut être biosourcé mais non biodégradable (ex. : Bio-PE, Bio-PET), et inversement.[5]

I. 3. 2. Enjeux environnementaux

Les matériaux biosourcés répondent à trois enjeux environnementaux majeurs :

a) Empreinte carbone

Le remplacement des plastiques conventionnels par des matériaux biosourcés ou biodégradables permet de réduire les émissions de gaz à effet de serre. Les émissions de CO₂ des bioplastiques sont estimées entre 13,5 % et 62,2 % inférieures à celles des plastiques traditionnels. Pour le PLA en particulier, la réduction atteint 61 à 74 % par rapport au polypropylène (PP), principalement grâce à une matière première renouvelable et à une gestion de fin de vie plus favorable (compostage industriel). Cette évaluation doit toutefois reposer sur une Analyse du Cycle de Vie (ACV) complète pour éviter les transferts d'impact d'une étape à l'autre.

b) Recyclabilité

La recyclabilité est devenue une exigence réglementaire, notamment au sein de l'Union européenne avec le Règlement sur les emballages et déchets d'emballages (PPWR). D'ici 2030,

tout emballage mis sur le marché de l'UE devra être conçu pour être recyclé, avec des taux minimaux de plastique recyclé incorporés (par exemple, 30 % pour le PET en contact alimentaire). La substitution mal conçue peut, à l'inverse, perturber les filières de recyclage existantes.

c) Biodégradabilité

La biodégradabilité des matériaux biosourcés est une notion nuancée. Un plastique certifié biodégradable ne se dégradera pas dans n'importe quel milieu : le processus dépend de la température, de l'humidité et de la présence de micro-organismes spécifiques. De plus, la dégradation peut générer des microplastiques et libérer des additifs chimiques potentiellement toxiques. La biodégradabilité est donc pertinente pour des usages ciblés (films de paillage agricole, emballages compostables en collecte séparée), mais ne constitue pas une solution universelle [6]

I. 3. 3. Réglementation et classification

Plusieurs normes encadrent l'évaluation environnementale et la classification des matériaux biosourcés :

<i>Norme</i>	<i>Objet</i>
ISO 16620	Mesure du contenu biosourcé (notamment pour les plastiques)
EN 16760 :2015	Analyse du Cycle de Vie (ACV) des produits biosourcés
EN 16751 :2016	Critères de durabilité des matières biosourcées
ISO 14040 / 14044	Cadre général d'évaluation environnementale par ACV
NF EN 15804	Déclarations environnementales dans le secteur du bâtiment

Tableau I.1 : Principales normes relatives à la réglementation et à la classification des matériaux biosourcés[7]

Pour obtenir un **label biosourcé**, un matériau doit être fabriqué à partir de ressources renouvelables et contribuer à réduire les émissions de gaz à effet de serre, notamment par stockage du carbone. La traçabilité de la biomasse est essentielle : l'utilisation de biomasse de seconde génération (déchets ou coproduits) est encouragée afin d'éviter toute concurrence avec les usages alimentaires. La traçabilité des matières premières biosourcées est garantie par des certifications internationales telles que l'ISCC+ (International Sustainability and Carbon Certification), qui assurent le respect des critères de durabilité environnementale et sociale[4].

On distingue deux grandes catégories selon la fin de vie :

- **Biosourcés non biodégradables** (Bio-PE, Bio-PET) : recyclables comme leurs homologues pétrochimiques.

- **Biosourcés biodégradables** (PLA, PHA) : adaptés à des usages spécifiques comme le compostage industriel.[6]

I. 4. MATRICES POUR COMPOSITES BIOSOURCES

I. 4. 1. Matrices biopolymères thermoplastiques

Les matrices thermoplastiques biosourcées se distinguent par leur origine (biosourcée ou fossile) et leur fin de vie (biodégradable ou non). Contrairement aux thermodurcissables, elles peuvent être fondues et remises en forme par chauffage, ce qui facilite leur recyclage en fin de vie. On les classe en trois sous-groupes :

<i>Catégorie</i>	<i>Exemples</i>
Biosourcées et biodégradables	PLA, PHA (PHB), PBS
Pétrochimiques biodégradables	PBAT
Biosourcées non biodégradables (drop-in)	Bio-PE, Bio-PP, Bio-PET

Tableau I.2: Classification des biopolymères thermoplastiques selon leur origine et leur biodégradabilité.[8]

Des mélanges (*blends*) comme PBAT/PLA sont utilisés pour combiner la biodégradabilité du PLA et la ductilité du PBAT, palliant la fragilité de chaque polymère pris séparément.

a) Acide polylactique (PLA)

Le PLA est obtenu par fermentation de ressources végétales riches en amidon (maïs, betterave). C'est le bioplastique le plus produit et le mieux connu industriellement.

- **Propriétés** : polymère semi-cristallin, très rigide mais fragile à l'état pur. Température de fusion de la phase cristalline ≈ 175 °C ; température de transition vitreuse ≈ 60 °C. Bonnes propriétés optiques (faible haze, haute brillance). Tension superficielle élevée (≈ 40 mJ/m²), ce qui le rend plus facilement imprimable que les polyoléfinés.

- **Limites** : forte perméabilité à la vapeur d'eau, ce qui le rend inadapté aux emballages nécessitant une bonne barrière à l'humidité. Fragile sous sa forme pure (très faible allongement à la rupture). La stabilité en service est limitée au-delà de 60 °C

- **Usage dans les composites** : utilisé comme matrice pour des biocomposites renforcés par des fibres de lin, chanvre ou sisal, en combinaison avec des agents de couplage pour améliorer l'interface fibre/matrice.

b) Polyhydroxycanoates (PHA / PHB)

Les PHA sont des polyesters biosynthétisés par des micro-organismes sous conditions de stress nutritionnel. Le polyhydroxybutyrate (PHB) est le représentant le plus étudié.

- **Propriétés** : totalement biosourcé et biodégradable dans divers milieux (sol, eau de mer). Large gamme de propriétés selon la structure du monomère, allant du rigide et cassant au souple et collant. Production simplifiée parmi tous les biopolymères, notamment à partir de substrats industriels (boues de stations d'épuration, sous-produits agricoles).

- **Limites** : coût de production encore élevé, propriétés mécaniques moins reproductibles que celles du PLA, faible stabilité thermique lors de la mise en œuvre.

c) Amidon Thermoplastique (TPS)

Le TPS est obtenu par déstructuration de l'amidon natif (maïs, pomme de terre) sous l'action combinée de la chaleur et de plastifiants (glycérol, sorbitol).

- **Propriétés** : matériau amorphe, facilement mis en forme par extrusion ou injection. Comportement pseudo-plastique (non newtonien), donc facile à transformer. Excellente barrière à l'oxygène.

- **Limites** : très sensible à l'humidité (hygroscopicité élevée), ce qui entraîne un gonflement, une perte de rigidité et une instabilité dimensionnelle en milieu humide. Pour pallier ces insuffisances, le TPS est souvent mélangé à d'autres polymères (PLA, PBAT) ou renforcé par des fibres naturelles.

- **Usage** : principalement dans les applications à courte durée de vie (emballages, sacs, vaisselle jetable) en raison de sa biodégradabilité rapide [6].

I. 4. 2. Matrices thermodurcissables biosourcées

Contrairement aux thermoplastiques, les matrices thermodurcissables subissent une réticulation irréversible lors de la cuisson, ce qui leur confère une très bonne résistance thermique

et chimique. Les recherches visent à substituer les monomères et durcisseurs d'origine pétrochimique (BPA, formaldéhyde) par des équivalents biosourcés.

a) Résines époxy biosourcées

Les résines époxy biosourcées sont obtenues à partir d'huiles végétales (soja, lin, ricin) ou de la lignine, un polymère phénolique naturel abondant dans la biomasse lignocellulosique.

- Les résines issues d'**huiles végétales** sont produites par époxydation des doubles liaisons des acides gras. Elles présentent une bonne flexibilité, une faible toxicité et une meilleure biodégradabilité par rapport aux époxy classiques, mais leur rigidité et leur résistance thermique restent inférieures aux résines fossiles.

- Les résines à base de **lignine** offrent une bonne rigidité grâce à leur structure aromatique naturelle, mais sont difficiles à transformer en raison de leur hétérogénéité structurale et de leur faible réactivité chimique.

b) Résines furaniques

Les résines furaniques sont les thermodurcissables biosourcés les plus matures industriellement. Elles sont obtenues à partir de déchets agricoles (rafles de maïs, bagasse de canne à sucre) via le furfural, transformé en alcool furfurylique.

- **Propriétés** : excellente résistance thermique et chimique, faible inflammabilité, grande rigidité après réticulation.

- **Usages** : liants pour sable de fonderie, composites anticorrosion, production de charbons actifs.

c) Autres thermodurcissables biosourcés

- **Résines phénoliques biosourcées** : substitution du phénol pétrochimique par de la lignine ou des extraits tanniques, utilisées pour les colles à bois et les panneaux de particules.

- **Benzoxazines biosourcées** : synthétisées à partir de molécules naturelles comme l'eugénol (clou de girofle) ou le gaïacol. Elles ne contiennent ni bisphénol A ni formaldéhyde, ce qui les rend moins toxiques [7].

- **Résines à base d'acide lactique** : dérivées du maïs ou de la betterave sous forme de systèmes PLA réticulables.

I. 4. 3. Matrices Polymères Recyclées (PEHD, PP recyclés)

L'utilisation de matrices polymères recyclées constitue une autre voie pour réduire l'impact environnemental des composites, sans nécessiter de biomasse renouvelable.

a) Intérêt environnemental

- Réduction de la dépendance aux matières premières vierges.
- Diminution de la consommation d'énergie nécessaire à l'extraction et à la transformation.
- Réduction des émissions de CO₂ et de l'empreinte carbone.
- Limitation du volume de déchets envoyés en décharge et promotion de l'économie circulaire.

b) Performances comparées aux matrices vierges

Les matrices recyclées (PEHD recyclé, PP recyclé) présentent généralement des propriétés mécaniques légèrement inférieures à celles des matrices vierges, en raison de la dégradation des chaînes macromoléculaires lors des cycles de retraitement (thermolyse, cisaillement). Les principales propriétés affectées sont :

- **Module d'élasticité** : légère diminution due au raccourcissement des chaînes polymères.
- **Résistance à la traction et à la rupture** : réduction variable selon le nombre de cycles de recyclage.
- **Résistance à la fatigue** : peut être pénalisée par la présence de défauts (inclusions, porosités) introduits lors du recyclage.

Pour pallier cette perte de performance, des agents de compatibilité ou des charges de renforcement (fibres naturelles courtes, charges minérales) sont ajoutés afin de retrouver un niveau de propriétés satisfaisant pour les applications visées [6].

Le tableau ci-dessous synthétise les caractéristiques essentielles des différentes familles de matrices pour composites biosourcés :

Matrice	Origine	T_g / $T_m(^{\circ}\text{C})$	Module (GPa)	σ_r (MPa)	Avantages	Limites
PLA	Biosourcé/biodégradable	$T_g \approx 60$ / $T_m \approx 175$	3,0–3,5	50–70	Transparent, imprimable, biodégradable	Fragile, sensible à l'humidité, T_g basse
PHA (PHB)	Biosourcé biodégradable	/ $T_g \approx 5$ / $T_m \approx 175$	3,5–4,0	25–40	Biodégradable en milieu marin	Coût élevé, instabilité thermique
TPS	Biosourcé biodégradable	/ Variable	0,5–1,0	5–20	Très biodégradable, économique	Très hygroscopique, faibles propriétés mécaniques
BIO-PE / BIO-PP	Biosourcé / non biodégradable	$T_g \approx -120$ / $T_m \approx 135$	0,8–1,5	20–35	Recyclable, propriétés identiques aux PE/PP fossiles	Non biodégradable
ÉPOXY BIOSOURCE	Biosourcé thermodurcissable	/ $T_g \approx 60$ –100	2,5–4,0	60–90	Bonne résistance mécanique et chimique	Coût, mise en œuvre irréversible
RESINE FURANIQUE	Biosourcé thermodurcissable	/ $T_g > 150$	3,0–5,0	50–80	Excellente résistance thermique/chimique	Mise en œuvre complexe
PEHD RECYCLE	Fossile recyclé	$T_g \approx -120$ / $T_m \approx 130$	0,7–1,4	20–30	Économique, valorisation des déchets	Propriétés légèrement inférieures au vierge

Tableau I.3 : Comparaison des principales matrices utilisées dans les composites biosourcés origine, propriétés, avantages et limites.[9]

I. 5. APPLICATIONS STRUCTURALES ET SEMI-STRUCTURALES DES COMPOSITES BIOSOURCES

I. 5. 1. Secteur du bâtiment

Les composites biosourcés trouvent de nombreuses applications dans le secteur du bâtiment, à différents niveaux structuraux :

Applications structurales (éléments porteurs)

- **Profilés et poutres** : fibres de lin ou de chanvre longues (unidirectionnelles) associées à des résines biosourcées, pour remplacer l'acier ou l'aluminium dans des petites portées.
- **Planchers et dalles** : panneaux en bois lamellé-croisé (CLT) ou composites bois-polymère (WPC) haute densité, capables de reprendre des charges permanentes.
- **Passerelles piétonnes** : des prototypes en composites lin/bio-résine ont démontré leur viabilité structurelle à long terme.

Applications semi-structurales (enveloppe et second œuvre)

- **Panneaux de contreventement** : panneaux de particules (OSB) ou composites à base de tiges de coton / paille de blé pour la stabilisation des ossatures bois.
- **Cloisons autoporteuses** : structures sandwich (âme isolante + peaux rigides biosourcées) assurant la résistance mécanique et l'isolation acoustique.
- **Menuiseries extérieures** : profilés bois/lin-polymère offrant une excellente stabilité dimensionnelle.

Isolants et panneaux d'habillage

- Laine de chanvre, ouate de cellulose (vrac ou rouleaux).
- Béton de chanvre : matériau « mono-mur » combinant isolation et régulation hygrothermique.

I. 5. 2. Industrie automobile

L'industrie automobile est l'un des secteurs les plus actifs dans l'intégration des biocomposites, principalement pour réduire la masse des véhicules (*lightweighting*) et l'empreinte carbone globale.

Pièces intérieures (semi-structurales)

- **Panneaux de portières** : mélanges fibres de lin/chanvre + polypropylène (PP), réduction de masse jusqu'à 20 % par rapport aux plastiques chargés de talc.

- **Tableaux de bord et garnitures de pavillon** : amélioration de l'isolation thermique et phonique.

- **Dossiers de sièges** : meilleure absorption d'énergie lors d'un impact.

Pièces structurales ou sous-capot

- **Capots moteurs** : résines thermodurcissables biosourcées renforcées par des fibres de lin.

- **Supports de batterie** : structures sandwich pour la rigidité, notamment dans les véhicules électriques.

- **Tablettes arrière et planchers de coffre** : remplacement de la fibre de verre par le lin pour une meilleure recyclabilité en fin de vie.

Des constructeurs comme BMW, Mercedes ou Renault intègrent depuis plusieurs années des biocomposites à base de fibres de kenaf, de sisal ou de lin dans leurs véhicules de série.

I. 5. 3. Mobilier, emballage structurant et applications marines

Mobilier

Les biocomposites (PP/fibres de bois, PLA/fibres de lin) remplacent les matériaux conventionnels pour des coques de chaises autoportantes, des structures de tables et des panneaux de cloisonnement. Ils offrent un gain de poids et un meilleur amortissement vibratoire par rapport aux composites verre/carbone.

Emballage structurant

Pour les emballages devant garantir l'intégrité mécanique de produits lourds lors du transport (palettes, caisses réutilisables, coins de protection), des structures sandwich biosourcées (peaux en lin, âme en liège ou balsa) offrent une bonne résistance à la compression et au gerbage.

Construction navale et marine

Ce secteur est particulièrement exigeant en raison des contraintes hydrodynamiques et de l'exposition permanente à l'eau de mer. Les bio-composites y sont utilisés pour :

- La fabrication de coques de voiliers de plaisance, kayaks et ponts de bateaux.
- Des résines époxy biosourcées renforcées par des tissus de lin (haute résistance à la traction).

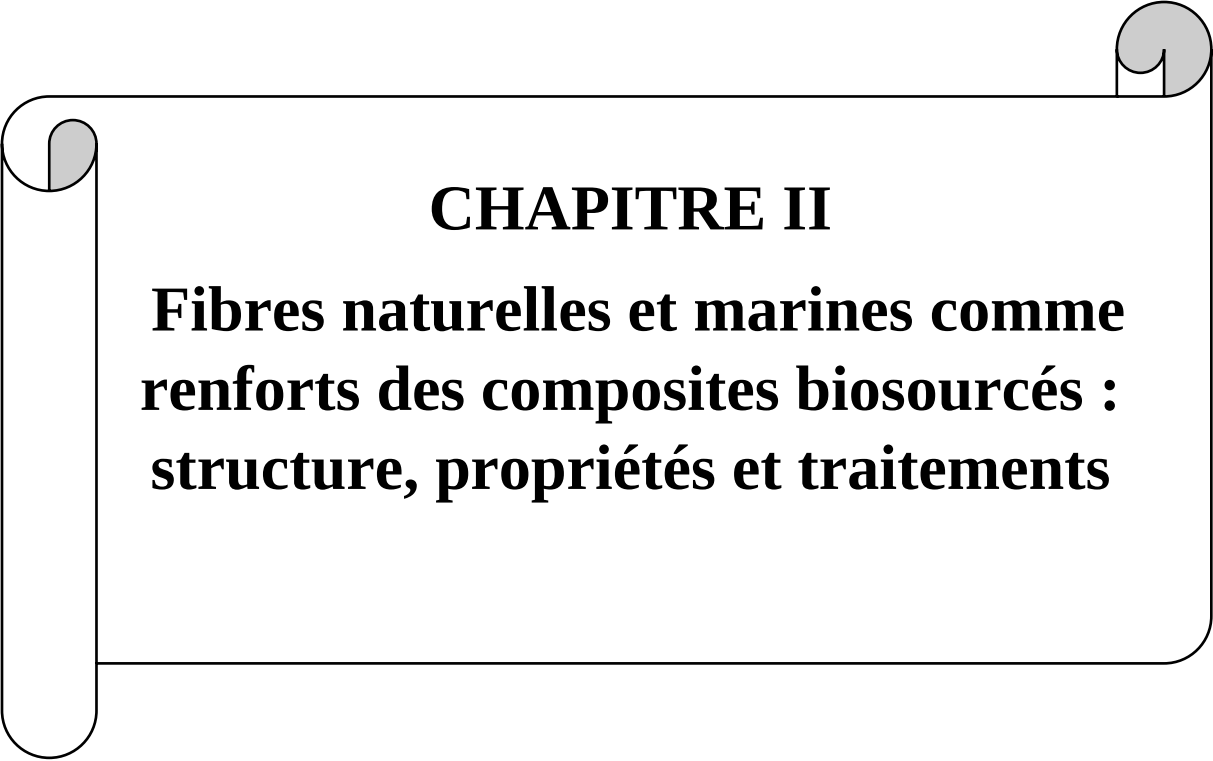
La durabilité en milieu marin reste cependant un verrou de recherche important, notamment en ce qui concerne le vieillissement hygrothermique à long terme.[10]

I. 6. CONCLUSION

Ce premier chapitre a posé les bases conceptuelles nécessaires à la compréhension des matériaux composites biosourcés. Les notions fondamentales de renfort, de matrice et d'interface ont été définies, et les différentes familles de composites ont été présentées selon leur classification par nature de matrice et forme de renfort. Le rôle central de l'interface matrice/renfort dans les performances mécaniques globales a été mis en évidence.

Les matériaux biosourcés se distinguent des matériaux conventionnels par leur origine renouvelable, leur potentiel de réduction de l'empreinte carbone et leur compatibilité avec les exigences de l'économie circulaire. Les différentes matrices disponibles — biopolymères thermoplastiques (PLA, PHA, TPS), résines thermodurcissables biosourcées (époxy végétal, furanique) et polymères recyclés — présentent chacune des avantages et des limites qu'il convient de prendre en compte lors du choix d'un système composite adapté à une application donnée.

Enfin, la diversité des applications industrielles (bâtiment, automobile, marine, mobilier) confirme le potentiel réel des composites biosourcés comme alternative crédible aux matériaux d'origine fossile. Toutefois, des verrous persistent, notamment en termes d'optimisation de l'interface fibre/matrice, de durabilité en conditions sévères et de standardisation des propriétés des renforts naturels. Ces points feront l'objet d'une analyse approfondie dans le chapitre suivant, consacré aux fibres végétales et marines comme renforts pour composites [11].

A decorative graphic of a scroll with a black outline and grey shading on the rolled-up ends, framing the chapter title.

CHAPITRE II

**Fibres naturelles et marines comme
renforts des composites biosourcés :
structure, propriétés et traitements**

II. 1. INTRODUCTION

Les renforts jouent un rôle déterminant dans les performances mécaniques des matériaux composites. Si les fibres synthétiques (verre, carbone, aramide) dominent encore les marchés industriels exigeants, les fibres naturelles — d'origine végétale terrestre ou marine — font l'objet d'un intérêt scientifique et technologique croissant. Leur faible densité, leur caractère renouvelable, leur biodégradabilité et leur disponibilité à faible coût en font des candidates sérieuses pour le renforcement de matrices biosourcées dans des applications structurales ou semi-structurales.

Ce chapitre est consacré à l'étude de ces renforts naturels. Il présente d'abord la structure hiérarchique et la composition chimique des fibres végétales lignocellulosiques, puis analyse les liens entre ces caractéristiques et les propriétés mécaniques observées. Les principales familles de fibres végétales terrestres sont ensuite décrites, avant que leurs limites en tant que renforts structuraux ne soient discutées. Les traitements physico-chimiques destinés à améliorer l'interface fibre/matrice sont examinés, et une attention particulière est portée aux fibres issues de plantes marines, encore peu exploitées. Le chapitre se conclut par une analyse des propriétés des bio-composites dans des conditions structurales et par les critères de sélection des renforts [12].

II. 2. STRUCTURE ET COMPOSITION DES FIBRES VÉGÉTALES LIGNOCELLULOSIQUES

II. 2. 1. Structure hiérarchique de la fibre végétale :

La fibre végétale est elle-même un matériau composite naturel. Elle présente une organisation hiérarchique qui s'étend de l'échelle macroscopique (la tige ou la feuille) jusqu'à l'échelle nanométrique (la molécule de cellulose).

La paroi cellulaire est organisée en plusieurs couches concentriques disposées radialement :

- **La lamelle mitoyenne**, riche en lignine et en pectines, assure la cohésion entre cellules adjacentes.
- **La paroi primaire (P)**, fine, est formée d'un réseau désorganisé de microfibrilles cellulosiques noyées dans une matrice polysaccharidique.

• La **paroi secondaire (S)**, la plus épaisse, comprend trois sous-couches S_1 , S_2 et S_3 . La couche S_2 , qui représente environ 80 % de l'épaisseur totale de la paroi, est la plus déterminante pour les propriétés mécaniques.

Les microfibrilles de cellulose forment avec l'axe longitudinal de la fibre un **angle microfibrillaire (MFA)**. Plus cet angle est faible (proche de 0°), plus la fibre est rigide et résistante à la traction. À l'inverse, un MFA élevé confère à la fibre une plus grande extensibilité mais une moindre rigidité. Le lumen — canal central creux — varie en diamètre selon l'espèce et influence la densité linéaire de la fibre.

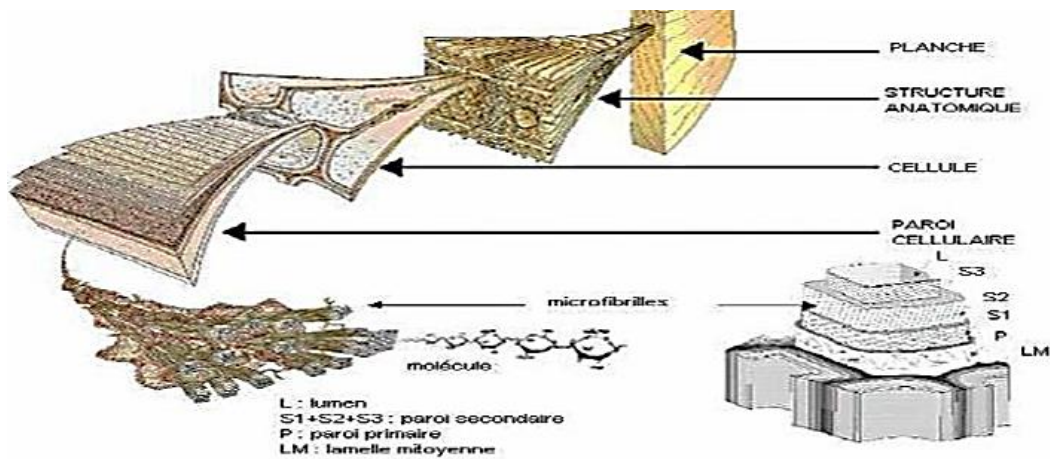


Figure II. 1 : Structure hiérarchique d'une fibre végétale (de la tige à la microfibrille).

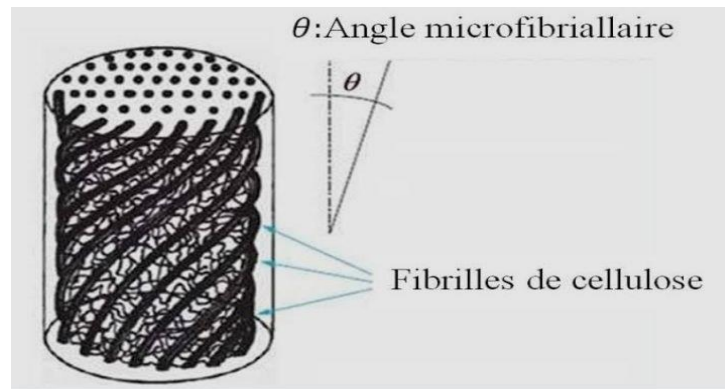


Figure II. 2 : Modèle de la structure d'une fibre végétale et angle des microfibrilles.

II. 2. 2. Composition chimique

La paroi cellulaire végétale est composée principalement de quatre macromolécules :

a) Cellulose

La cellulose est le constituant majoritaire et le principal porteur des propriétés mécaniques. C'est un homopolysaccharide formé d'unités β -D-glucopyranose liées entre elles par des liaisons glycosidiques β -1,4. Ces longues chaînes s'organisent en microfibrilles qui adoptent une configuration hélicoïdale très ordonnée, partiellement cristalline.

Le degré de polymérisation (DP) — nombre de monomères de glucose — varie selon les espèces : environ 10 000 pour le coton, 9 000 pour le lin, le chanvre et la ramie, et 8 000 pour l'épicéa. La cellulose cristalline présente un module d'élasticité intrinsèque exceptionnel, estimé à environ 136 GPa, ce qui en fait l'un des polymères naturels les plus rigides.

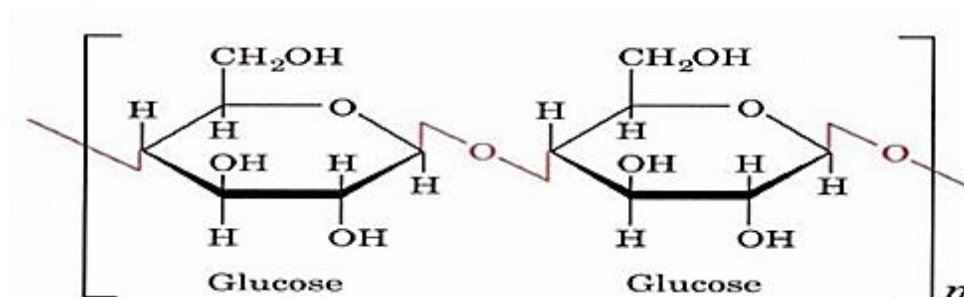


Figure II. 3 : Représentation de la chaîne de cellulose, n : degré de polymérisation.

b) Hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des polysaccharides ramifiés de masse moléculaire plus faible (degré de polymérisation entre 200 et 300). Elles sont définies comme tout polysaccharide soluble dans une solution aqueuse légèrement alcaline. Leur chaîne principale est constituée de xylose, de mannose ou de galactose selon l'espèce végétale. Les hémicelluloses jouent un rôle de liant dans la paroi cellulaire en interagissant avec la cellulose (liaisons hydrogène) et avec la lignine (liaisons covalentes).

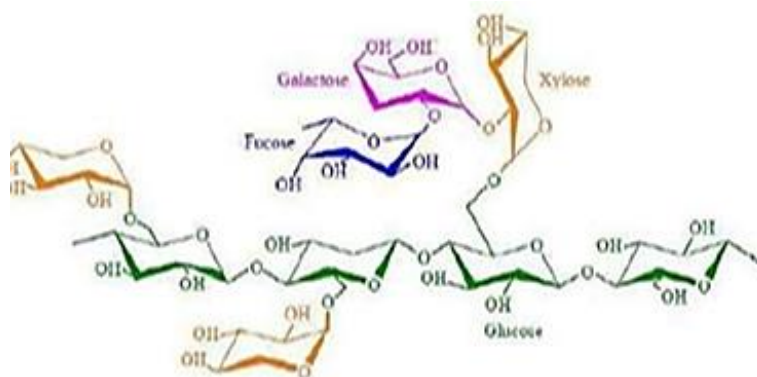


Figure II. 4 : Structure d'un type de xyloglucane.

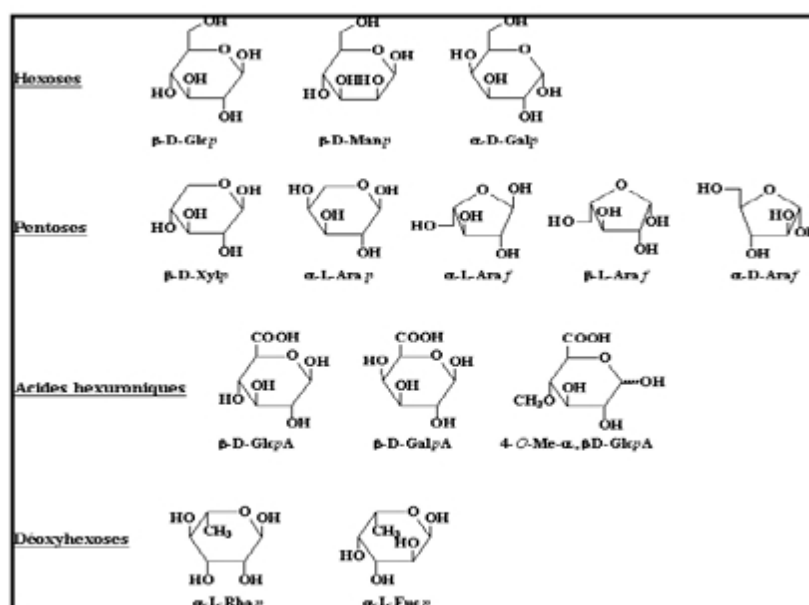


Figure II. 5 : Principaux glucides constituant les hémicelluloses.

c) Pectines

Les pectines sont des polysaccharides acides dont la chaîne principale est composée de monomères d'acide galacturonique reliés en position 1-4. Des unités rhamnose s'intercalent régulièrement le long de la chaîne principale, créant des coudes qui confèrent une certaine flexibilité à la paroi végétale. Leur teneur est généralement faible (< 5 %) et leur contribution aux propriétés mécaniques reste mineure.

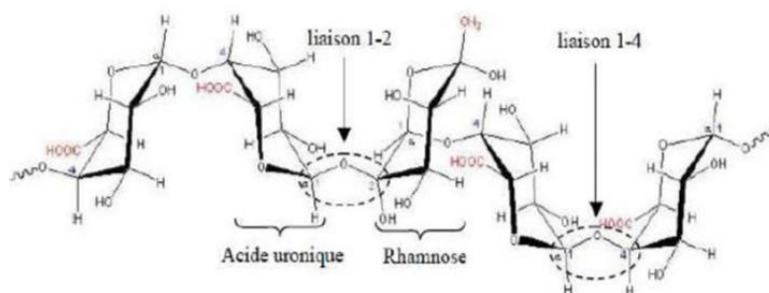


Figure. II. 6 : Structure d'une chaîne d'acide polygalacturonique et formation d'un coude par la présence de rhamnose.

d) Lignine

La lignine est le deuxième polymère naturel le plus abondant sur Terre après la cellulose. Polymère phénolique tridimensionnel et amorphe, elle est constituée de trois types d'unités monomères (alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique). Elle agit comme le «ciment» de la paroi cellulaire, en assurant la cohésion et la rigidité de l'ensemble. Sa masse moléculaire approximative varie de 5 000 à 10 000 g/mol pour les feuillus et jusqu'à 20 000 g/mol pour les résineux. La lignine confère aux fibres une résistance à la compression et à la dégradation biologique, mais elle est hydrophobe, ce qui complique l'adhésion avec certaines matrices polymères[13]

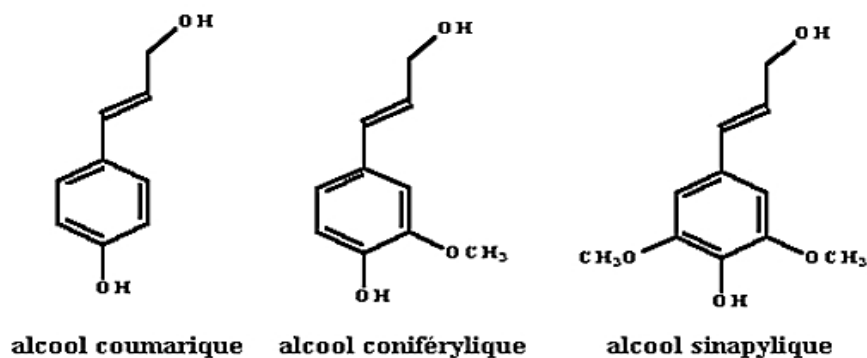


Figure. II. 7 : Motifs élémentaires de la lignine.

Types de fibre	Cellulose	hémicellulose	lignine
Cotton	82.7	5.7	-
Jute	64.4	12.0	11.8
Zoster	57	28	5
Ramie	68.6	13.1	0.6
Sisal	65.8	12.0	9.9
Chanvre	57-77	14-17	9-13
Kénaf (écorce)	44-60.8	20.3-23	10-19
Kénaf (bois)	37-49	18-24	15-21
résineux	48.0	15.0	25.3

Tableau. II. 1 : Composition chimique comparée de quelques fibres végétales. [14]

II 2. 3. Lien entre composition chimique et propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des fibres végétales résultent de la combinaison de leurs quatre constituants :

Constituant	Contribution mécanique	Effet sur la sensibilité à l'humidité
Cellulose cristalline	↑ Rigidité, ↑ résistance à la traction	Faible (zones cristallines peu accessibles à l'eau)
Hémicellulose	↑ Flexibilité, ↓ résistance	Élevée (très hydrophile)
Lignine	↑ Rigidité en compression, ↑ résistance à la dégradation	Modérée (hydrophobe)
Pectines	Faible contribution	Élevée

Tableau II.2.1.: Plage des propriétés élastiques des composants des fibres végétales

Une teneur élevée en cellulose, associée à un faible angle micro-fibrillaire, est donc un indicateur de bonne performance mécanique. À l'inverse, une teneur élevée en hémicellulose accroît la sensibilité à l'humidité et la variabilité des propriétés.

Composants	Cellulose cristalline	Cellulose amorphe	Hémicellulose	Lignine
EL (GPa)	74 - 168	8,45 – 10,42	7 - 8	2 - 4
ET (MPa)	27 200	8,45 – 10,42	3 500 – 4 000	2 - 4
GLT (MPa)	4 400	4 240 - 5900	1 750	760
V _{LT}	0,1 – 0,2	0,23	0,2	0,3 – 0,33
Densité	1,6	1,42	1,4	1,4

Tableau II. 2.2 : Plage des propriétés élastiques des composants des fibres végétales (d'après Placet et al., 2012).[14]

II. 2. 4. Angle Micro-Fibrillaire (MFA) et module de Young

L'angle micro-fibrillaire (MFA) est défini comme l'angle formé par les microfibrilles de cellulose de la couche S2 par rapport à l'axe longitudinal de la cellule. C'est le paramètre structural le plus influent sur la rigidité de la fibre :

- **MFA faible (proche de 0°)** : microfibrilles quasi parallèles à l'axe de la fibre → module de Young élevé, grande rigidité, faible extensibilité.

- **MFA élevé** : microfibrilles fortement inclinées → extensibilité accrue, mais rigidité et résistance à la traction réduites.

Cette relation inverse est bien documentée dans la littérature : le module de Young de fibres naturelles peut varier de quelques GPa à plus de 80 GPa en fonction du MFA seul. Compte tenu du fait que la couche S2 constitue environ 80 % de l'épaisseur totale de la paroi cellulaire, c'est son MFA qui gouverne le comportement élastique global de la fibre.

II. 3. PRINCIPALES FIBRES VEGETALES TERRESTRES UTILISEES COMME RENFORTS

II. 3. 1. Fibres de tige (lin, chanvre, jute, kéraf)

Les fibres de tige, également appelées fibres libériennes, sont extraites de la tige des plantes dicotylédones par des procédés mécaniques et/ou biologiques (rouissage, teillage). Elles sont constituées de faisceaux de fibres élémentaires liées entre elles par des pectines. Leur rôle naturel est d'assurer la rigidité de la tige face aux sollicitations mécaniques (vent, charge).

- **Lin** (*Linum usitatissimum*) : l'une des fibres les plus étudiées pour les composites structuraux. Teneur en cellulose élevée (71–75 %), module de Young de 27 à 80 GPa, résistance à la traction de 345 à 1 035 MPa.

- **Chanvre** (*Cannabis sativa*) : propriétés proches du lin, légèrement moins régulières. Très résistant aux agressions biologiques.

- **Jute** (*Corchorus spp.*) : fibre à faible coût, teneur en lignine relativement élevée (12–15 %), ce qui limite ses performances mécaniques comparées au lin.

- **Kénaf** (*Hibiscus cannabinus*) : croissance très rapide, bonne performance en termes de productivité par hectare. Module de Young de 20 à 53 GPa.

Ces fibres sont commercialisées sous différentes formes (filaments, mèches, non-tissés, tissus) et s'intègrent dans des procédés variés (thermoc compression, infusion, enroulement filamentaire).

II. 3. 2. Fibres de feuilles (sisal, abaca, alfa)

Les fibres de feuilles sont extraites des feuilles des plantes monocotylédones par décorticage mécanique. Elles sont généralement plus courtes, plus grossières et plus rigides que les fibres de tige, ce qui les rend mieux adaptées à des applications en renforcement de mortiers et bétons.

- **Sisal** (*Agave sisalana*) : densité de 1,33–1,5 g/cm³, résistance à la traction de 100 à 800 MPa. Très utilisé en construction, géotextiles et composites de panneaux.

- **Abaca** (*Musa textilis*) : fibres longues (jusqu'à 3 m), excellente résistance à l'humidité et à l'eau de mer. Historiquement utilisées pour la corderie maritime.

- **Alfa** (*Stipa tenacissima*) : est une plante semi-aride largement répandue en Algérie et dans les pays du Maghreb. Grâce à sa richesse en cellulose, sa faible densité et ses bonnes propriétés mécaniques, elle constitue un renfort prometteur pour le développement de composites biosourcés destinés aux applications locales.[15]

II. 3. 3. Fibres de fruits et déchets agricoles (palmier dattier, coco, bagasse)

Les fibres issues des fruits et des déchets agricoles représentent une source renouvelable et économique de renforts pour les composites biosourcés. Les fibres du palmier dattier (*Phoenix dactylifera*), abondantes dans les régions sahariennes, présentent une faible densité et de bonnes propriétés d'isolation thermique. Les fibres de coco (*Cocos nucifera*) se distinguent par leur excellente résistance aux chocs et à l'humidité grâce à leur forte teneur en lignine. Quant à la bagasse de canne à sucre, sous-produit de l'industrie sucrière, elle est riche en cellulose et constitue un renfort intéressant pour la fabrication de panneaux composites et de matériaux de construction durables.

II. 3. 4. Autres fibres (bambou, luffa, agave)

D'autres fibres naturelles présentent également un fort potentiel dans le domaine des composites biosourcés. Les fibres de bambou possèdent un excellent rapport résistance/masse et une croissance rapide, ce qui en fait une ressource durable. Les fibres de Luffa, issues du fruit de *Luffa cylindrica*, présentent une structure poreuse adaptée aux applications nécessitant une faible densité et une bonne absorption des vibrations. Les fibres d'agave, notamment *Agave sisalana*, offrent une résistance mécanique élevée et sont largement utilisées dans les composites destinés aux secteurs automobile et de la construction.

Matériau	Masse volumique en (g/cm ³)	Module de Young E (GPa)	Résistance à la rupture R _m en (MPa)	Module Spécifique (E/ρ)	Résistance Spécifique (R _m /ρ)
Diamant		1000			
Acier	7,9	210	340-2100	26,9	43-270
Aluminium		70			
Fibre de verre	2,35	72	700-2100	28,5	1380
Fibre de carbone	1,9	300			
Polystyrène recyclé	0,77	0,800	4,439	1,039	5,76
PS+coques de cotonnier	0,662	1,771	18	2,9	29,50
PS+Chanvre					
Polystyrène choc	1,03	1,6-2,500	16-36	4-6	17,47

Tableau II. 3 : Propriétés mécaniques comparatives des principales fibres végétales et de la fibre de verre E.

Source : Adapté de Faruk O., Bledzki A.K., Fink H.P., Sain M., Progress in Polymer Science, 2012.

II. 4. LIMITES DES FIBRES VEGETALES COMME RENFORTS STRUCTURAUX

II. 4. 1. Hydrophilie et absorption d'eau

Les fibres végétales sont intrinsèquement hydrophiles en raison de la présence de nombreux groupements hydroxyle (–OH) dans leurs constituants celluloseux et

hémicellulosiques. Ce caractère hydrophile entraîne plusieurs conséquences préjudiciables en service :

- **Gonflement dimensionnel** : l'absorption d'eau provoque une augmentation de volume de la fibre, générant des contraintes internes à l'interface fibre/matrice et favorisant l'initiation de fissures.

- **Plastification** : l'eau agit comme plastifiant, réduisant la rigidité et la résistance des fibres ainsi que de la matrice (en particulier pour les matrices à base de PLA ou de TPS).

- **Dégradation chimique et biologique** : une humidité prolongée favorise l'hydrolyse des chaînes polysaccharidiques et la prolifération de micro-organismes (moisissures, bactéries), conduisant à une dégradation irréversible des propriétés.

- **Détérioration de l'interface** : la variation dimensionnelle cyclique des fibres en milieu humide fragilise progressivement les liaisons interfaciales fibre/matrice.

Ces phénomènes sont gouvernés par quatre mécanismes physico-chimiques : les liaisons hydrogènes entre l'eau et les groupes –OH, la capillarité dans les pores, la pression osmotique et la diffusion moléculaire à travers la paroi cellulaire.

II. 4. 2. Variabilité naturelle des propriétés

Les propriétés mécaniques des fibres végétales présentent une dispersion importante, nettement supérieure à celle des fibres synthétiques. Cette variabilité est due à de nombreux facteurs :

- **Conditions culturales** : variété, type de sol, fertilisation, traitements phytosanitaires.
- **Conditions climatiques** : saison, pluviométrie, températures lors de la croissance.
- **Stade de maturité** de la plante à la récolte.
- **Étapes de transformation** : rouissage, séchage, teillage, filature, conditions de stockage.

- **Géométrie de la fibre** : Le module de Young tend à diminuer lorsque le diamètre moyen de la fibre augmente, en raison de l'augmentation des défauts structuraux et de l'hétérogénéité de la section des fibres naturelles. La longueur de la fibre testée influence également les résultats obtenus.

Ces sources de variabilité rendent la standardisation des propriétés difficile et nécessitent une caractérisation statistique rigoureuse pour chaque lot de fibres utilisé en fabrication.

II. 4. 3. Faible adhésion à la matrice polymère

L'interface entre la fibre naturelle (hydrophile) et la matrice polymère (généralement hydrophobe) constitue le principal verrou technologique des composites à fibres végétales. Une incompatibilité chimique entre ces deux phases entraîne :

- Une mauvaise mouillabilité de la fibre par la résine lors de la mise en œuvre.
- La formation de vides ou de lacunes à l'interface, agissant comme des amorce de fissures.
- Un mécanisme de rupture prématuré par *pull-out* (décollement et extraction des fibres) plutôt que par rupture de la fibre elle-même.

La résistance au cisaillement interfacial (*IFSS — Interfacial Shear Strength*) est donc significativement plus faible pour les fibres naturelles que pour les fibres de verre ou de carbone, ce qui limite le transfert de charge de la matrice vers le renfort.

II. 4. 4. Sensibilité thermique lors de la mise en forme

Les fibres lignocellulosiques commencent à se dégrader à des températures relativement basses : la décomposition de la cellulose peut être amorcée dès 200–230 °C, et la dégradation complète est observée au-delà de 400 °C. Cette fenêtre thermique étroite contraint le choix des matrices polymères et des procédés de mise en forme :

- Les matrices thermoplastiques à haute température de transformation (PA6, PA66, PEEK) sont difficiles à combiner avec des fibres végétales sans dégradation.
- Des additifs stabilisants thermiques peuvent être incorporés, mais ils augmentent le coût et peuvent nuire à la biodégradabilité.
- La dégradation thermique génère des volatils qui créent des porosités dans le composite, réduisant les propriétés mécaniques.

L'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG) est l'outil de référence pour caractériser la stabilité thermique des fibres avant sélection d'un procédé.[16]

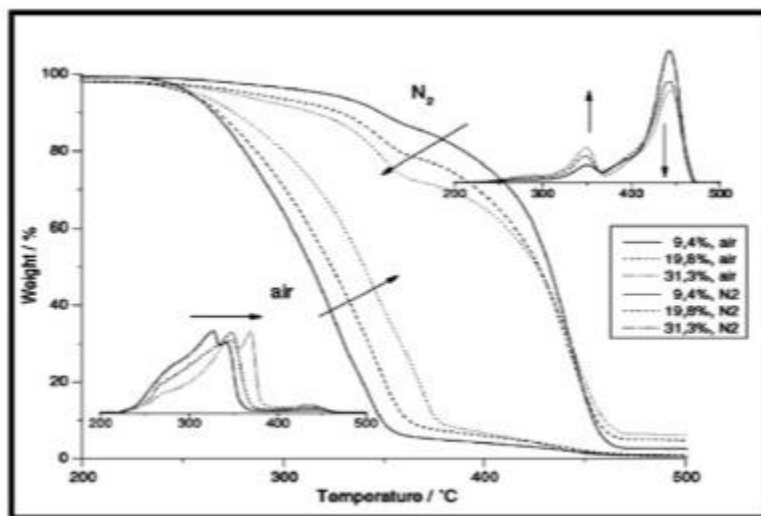


Figure II. 8 : Analyse de la dégradation thermique des fibres sous atmosphères air et N₂ [17].

II. 5. TRAITEMENTS DES FIBRES POUR AMELIORER L'INTERFACE FIBRE/MATRICE

II. 5. 1. Traitements physiques

Les traitements physiques agissent principalement sur la morphologie de surface de la fibre et sur son énergie de surface, sans modifier de manière significative sa composition chimique. Ils améliorent l'adhésion par ancrage mécanique plutôt que par liaison chimique.

- **Traitement thermique** : exposition à une température modérée (120–200 °C), permettant de réduire l'humidité, d'éliminer les extractibles volatils et de partiellement stabiliser la cellulose amorphe.

- **Traitement corona** : application d'une décharge électrique à haute fréquence à pression atmosphérique. Augmente l'énergie de surface de la fibre, améliorant la mouillabilité par les résines.

- **Traitement plasma** : génération d'espèces réactives (ions, radicaux libres) qui oxydent la surface de la fibre, créent de nouveaux groupes fonctionnels polaires et augmentent la rugosité de surface. Particulièrement efficace pour les matrices époxy et polyuréthane.

II. 5. 2. Traitements chimiques

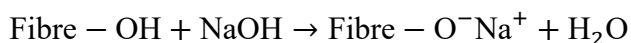
Les traitements chimiques modifient la composition chimique de la surface des fibres, réduisant leur caractère hydrophile et favorisant les liaisons chimiques avec la matrice.

a) Traitement alcalin (mercerisation)

La mercerisation consiste à immerger les fibres dans une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium (NaOH, 2–10 % en masse) pendant un temps déterminé. Ce traitement :

- Élimine les hémicelluloses, les pectines et une partie de la lignine, réduisant ainsi le caractère hydrophile de la fibre.
- Fragmente les faisceaux de fibres en filaments plus fins, augmentant la surface de contact avec la matrice.
- Diminue le taux de groupements –OH libres de la cellulose, substituant certains d'entre eux par des groupements O^-Na^+ qui se convertissent ensuite en groupements –OH plus réactifs après rinçage.
- Modifie l'état cristallin de la cellulose (augmentation de la fraction amorphe), rendant la surface plus accessible aux agents chimiques.

La réaction simplifiée s'écrit :

**b) Acétylation**

L'acétylation consiste à faire réagir les groupements hydroxyle de la cellulose avec de l'anhydride acétique ou de l'acide acétique, en substituant les –OH par des groupements acétyle (OCOCH_3) :



Ce traitement réduit l'hygroscopicité de la fibre, améliore la stabilité dimensionnelle et renforce la résistance aux attaques biologiques et aux UV. Il permet également une surface plus rugueuse et un meilleur ancrage mécanique. Des degrés d'acétylation trop élevés peuvent toutefois fragiliser la fibre en créant des micropores et des fissures.

c) Silanisation

Les silanes bifonctionnels (ex. : vinyltriméthoxysilane, aminopropyltriéthoxysilane) créent des ponts covalents entre la surface de la fibre et la matrice polymère. L'extrémité

organophile du silane se lie à la matrice, tandis que l'extrémité silanolique se condense avec les groupements $-OH$ de la cellulose après hydrolyse. Ce traitement est particulièrement efficace pour les matrices époxy et polyester.

d) Greffage de compatibilisants (MAPP, MAPE)

L'anhydride maléique greffé sur du polypropylène (MAPP) ou du polyéthylène (MAPE) est l'agent de compatibilisation le plus utilisé industriellement. Il est incorporé dans la matrice à des taux de 1 à 5 % en masse. L'anhydride maléique réagit avec les groupements $-OH$ de la cellulose par liaison covalente (ester), tandis que la chaîne polyoléfinique s'enchevêtre avec la matrice, assurant une liaison chimique et mécanique à l'interface. Des études ont démontré des améliorations significatives de la résistance à la traction, de la rigidité et de la résistance au cisaillement interfacial dans les composites PP/fibres naturelles traités au MAPP.

II. 5. 3. Effets des traitements sur la morphologie et les propriétés mécaniques

Les traitements physico-chimiques entraînent plusieurs modifications mesurables :

- **Morphologie de surface** : augmentation de la rugosité, élimination des impuretés et des constituants non cellulodiques (cires, pectines, lignine de surface), mise à nu de microfibrilles cellulodiques.
- **Interface fibre/matrice** : meilleure mouillabilité de la fibre par la résine, réduction des vides interfaciaux, augmentation de la résistance au cisaillement interfacial.
- **Propriétés mécaniques des fibres naturelles** : amélioration de la résistance à la traction, de la rigidité (module de Young) et de la résistance à la flexion. La réduction des défauts interfaciaux diminue également les amorces de rupture prématurée.[18]

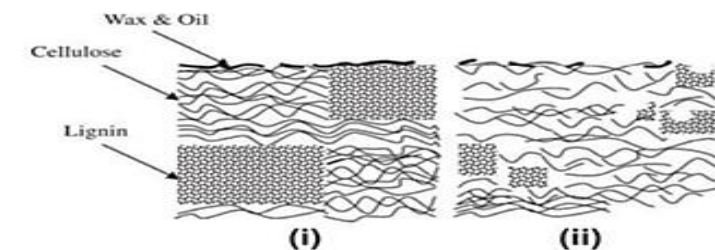


Figure II. 10 : Structure d'une fibre avant et après traitement alcalin.

II. 5. 4. Synthèse : choix du traitement selon la matrice et l'application

Le choix d'un traitement de surface résulte d'un compromis technico-économique. Le tableau suivant guide ce choix en fonction du système matrice/renfort et de l'application visée :

Type de traitement	Matrice compatible	Amélioration principale	Coût relatif
Alcalin (NaOH)	PP, PE, PLA, époxy	Séparation des faisceaux, ↓ hygroscopicité	Faible
Acétylation	PP, PE, PLA	↓ Absorption eau, ↑ stabilité dimensionnelle	Modéré
Silanisation	Époxy, polyester, PA	Liaison chimique covalente fibre/matrice	Modéré à élevé
MAPP / MAPE	PP, PE	↑ Résistance interfaciale, ↑ propriétés mécaniques	Modéré
Plasma / Corona	Tous	↑ Énergie de surface, ↑ mouillabilité	Élevé
Thermique	Tous	↓ Humidité initiale, ↑ stabilité thermique	Faible

Tableau II .4 : Choix des traitements de surface en fonction du système matrice/renfort et l'application visée.[19]

II. 6. LES PLANTES MARINES COMME SOURCE DE FIBRES POUR COMPOSITES

II. 6. 1. Biodiversité marine exploitable

Les ressources marines exploitables pour l'extraction de fibres destinées aux composites se répartissent en trois grandes catégories :

a) Macro-algues

Les macro-algues (Phaeophyceae — algues brunes, Rhodophyta — algues rouges, Chlorophyta — algues vertes) sont des organismes riches en polysaccharides spécifiques (alginate, carraghénanes, agar, fucoïdane) aux propriétés fonctionnelles intéressantes. Elles sont disponibles en grande quantité et leur prolifération peut provoquer des nuisances côtières importantes (sargasses, ulves), ce qui rend leur valorisation doublement avantageuse.

b) Phanérogames marines (herbiers)

Contrairement aux algues, les phanérogames marines sont de véritables plantes à fleurs adaptées au milieu marin. Elles possèdent des feuilles, des tiges, des racines et des systèmes vasculaires, et sont donc pourvues de fibres lignocellulosiques structurellement proches des fibres végétales terrestres.

c) Déchets marins

Les débris côtiers (échouages de feuilles mortes de posidonies, banquettes de zostères) constituent une ressource potentiellement exploitable comme fibres pour composites, sans prélèvement direct sur des populations vivantes protégées.

II. 6. 2. La Posidonie (*Posidonia oceanica*)

La Posidonie est une angiosperme marine endémique de la mer Méditerranée. Elle n'est pas une algue, contrairement à une idée répandue, mais une plante vasculaire à fleurs.

Caractéristiques biologiques

Elle présente des racines, des tiges rhizomateuses (rampantes ou dressées) et des feuilles rubanées pouvant atteindre 1 m de long. Elle se développe sur les fonds meubles ou rocheux entre la surface et 40 m de profondeur, nécessitant une eau claire et transparente. Elle forme des structures compactes appelées **mattes**, enchevêtrements de rhizomes, de racines et de sédiments piégés, pouvant s'élever de plusieurs mètres au-dessus du fond originel.

Rôle écologique

Un mètre carré de posidonie peut dégager jusqu'à 14 litres d'oxygène par jour, ce qui lui vaut le titre de « poumon de la Méditerranée ». Elle séquestre d'importantes quantités de carbone et abrite plus de 400 espèces végétales et des milliers d'espèces animales. Elle est actuellement en régression significative sous l'effet des activités anthropiques (ancrage, pollution, aménagements côtiers) et fait l'objet de protections nationales et internationales.

Composition et fibres

Les feuilles mortes échouées forment des **banquettes** sur les plages, et les débris fibreux s'agglomèrent en **pelotes de mer** (égagropiles). Ces déchets naturels constituent une ressource fibreuse disponible sans prélèvement sur les herbiers vivants. Les fibres de Posidonie sont composées de carbone, d'hydrogène et d'azote, avec une structure cellulosique qui en fait un candidat intéressant pour le renforcement de composites.[20]



Figure II. 11 : Prairie sous-marine de *Posidonia oceanica*.

II. 6. 3. Autres plantes marines étudiées

a) Zostère marine (*Zostera marina*)

Phanérogame marine des zones côtières tempérées de l'Atlantique et de la Méditerranée. Ses fibres sont étudiées comme renforts pour composites polymères et comme matériaux d'isolation. Un composé extrait de la zostère, l'**acide zostérique**, est également étudié pour ses propriétés anti-fouling non toxiques, permettant de limiter la fixation d'organismes marins sur les coques de bateaux.

b) Algues brunes (*Laminaires*, *Sargasses*, *Cystoseira*)

Les laminaires et les sargasses constituent des biomasses importantes dont les résidus après extraction des composés fonctionnels (alginates) peuvent être valorisés comme fibres. Les sargasses, en raison de leur prolifération massive dans les Caraïbes et en Méditerranée, font l'objet de projets de valorisation en matériaux de construction et en biocomposites.

c) Algues vertes (*Ulva spp.*)

La laitue de mer est utilisée pour la fabrication de films biodégradables et de composites légers, en combinaison avec des matrices biopolymères.

II. 6. 4. Spécificités physico-chimiques des fibres marines

Les fibres marines présentent des particularités distinctes par rapport aux fibres végétales terrestres :

a) Teneur en sels minéraux

En raison de leur environnement naturel, les fibres marines accumulent des sels de sodium, de chlore, de magnésium et de potassium. Les feuilles de *Posidonia oceanica* présentent des concentrations de sodium de l'ordre de 5 250 mg/kg. Cette minéralisation peut interférer avec les réactions chimiques lors des traitements de surface et doit être éliminée par des étapes de lavage et de désalinisation préalables.

b) Teneur en iode et en minéraux spécifiques

Les algues marines accumulent l'iode de l'eau de mer. Les teneurs varient fortement selon l'espèce (de quelques mg/kg à plus de 2 500 mg/kg pour les kombus). Les fibres marines sont également riches en calcium, en fer et en magnésium, représentant 8 à 40 % du poids sec selon l'espèce.

c) Composition cellulosique et comparaison avec les fibres terrestres

La composition cellulosique des fibres marines est généralement plus faible et plus variable que celle des fibres terrestres. À titre d'exemple, la fibre de Diss (*Ampelodesmos mauritanica*), proche des fibres marines par son habitat semi-aride côtier, présente environ 44 % de cellulose, 27 % d'hémicellulose et 17 % de lignine. Sa densité est très faible (0,825 g/cm³), inférieure à celle du lin (1,33 g/cm³) ou du sisal (1,53 g/cm³), ce qui constitue un avantage pour l'allègement des composites.

II. 6. 5. Défis de l'interface fibre marine / matrice polymère

Les fibres marines présentent des défis spécifiques en termes d'interface avec les matrices polymères :

1. **Hydrophilie accrue** : en plus des groupements –OH de la cellulose, la présence de sels hygroscopiques renforce le caractère hydrophile des fibres marines, aggravant les problèmes d'absorption d'eau et de dégradation de l'interface.

2. **Morphologie de surface complexe** : les fibres marines présentent une surface irrégulière (épines, reliefs ondulés, impuretés) qui complique l'uniformité de l'adhésion avec la matrice et introduit des concentrations de contraintes locales.

3. **Variabilité du diamètre** : le diamètre varie de manière significative le long d'une même fibre, ce qui complique la modélisation mécanique et l'estimation des performances du composite.

4. **Sensibilité thermique** : comme les fibres terrestres, les fibres marines sont sensibles à la dégradation thermique lors de la mise en œuvre à haute température.

5. **Contamination résiduelle par les sels** : si les étapes de désalinisation sont insuffisantes, des résidus salins peuvent provoquer des réactions parasites avec les résines ou accélérer la corrosion d'éventuelles pièces métalliques associées.

II. 6. 6. Travaux antérieurs sur les ressources marines dans les composites

La valorisation de ressources marines dans les composites est un domaine de recherche en développement rapide, s'articulant autour de plusieurs axes :

- **Chitine et chitosane** : extraits des exosquelettes de crustacés (crevettes, crabes) et des calmars, la chitine est le deuxième biopolymère naturel le plus abondant. Sous forme de nanofibres ou de nanocristaux, elle est utilisée comme renfort dans des nanocomposites thermoplastiques, améliorant les propriétés mécaniques et barrières.

- **Coquilles et écailles** : les coquilles de mollusques, riches en carbonate de calcium (CaCO_3), sont utilisées comme charges inorganiques dans les matrices PLA, améliorant la cristallinité et le module de stockage. Les écailles de poisson, composées de collagène et d'hydroxyapatite, sont étudiées comme renforts pour résines époxy biosourcées.

- **Biomasse algale** : les alginates extraits des algues brunes servent de liant ou de matrice pour des composites hybrides renforcés de fibres naturelles. Des projets de valorisation de sargasses pour des matériaux d'isolation thermique sont en cours.

- **Construction navale biosourcée** : le remplacement progressif des fibres de verre par des fibres de lin ou de chanvre dans des résines époxy biosourcées pour la fabrication de coques de voiliers de plaisance, de kayaks et de ponts de bateaux fait l'objet d'études expérimentales prometteuses.

II. 6. 7. Lacunes identifiées et positionnement du présent travail

L'analyse de la littérature existante révèle plusieurs lacunes importantes :

- **Manque de données sur la durabilité à long terme** des composites renforcés par des fibres marines, notamment en conditions de vieillissement hygrothermique accéléré ou d'immersion prolongée en eau de mer.

- **Variabilité non maîtrisée** des propriétés des fibres marines selon l'origine géographique, la saison de récolte et les conditions de stockage, qui rend difficile leur standardisation pour une utilisation industrielle.

- **Problèmes de compatibilité** entre les fibres marines (fortement hydrophiles et minéralisées) et les matrices polymères courantes, qui restent insuffisamment documentés.

- **Absence de protocoles normalisés** de désalinisation, de séchage et de traitement de surface spécifiques aux fibres marines.

Le présent travail s'inscrit dans ce contexte en proposant une étude expérimentale de l'élaboration et de la caractérisation de composites structuraux biosourcés renforcés par des fibres de plantes marines locales, en s'attachant particulièrement à l'optimisation de l'interface fibre/matrice et à l'évaluation des performances mécaniques obtenues.[21]

II. 7. PROPRIETES DES BIOCOMPOSITES EN CONDITIONS STRUCTURALES

II. 7. 1. Propriétés mécaniques visées

Pour prétendre à des applications structurales, les biocomposites doivent atteindre des niveaux de performance comparables à ceux des composites à fibres de verre, notamment en traction, flexion et résistance au choc.

Traction

Les fibres naturelles à haute teneur en cellulose (lin, chanvre) offrent un module de traction spécifique (rapport module/densité) parfois supérieur à celui de la fibre de verre E. Après traitement de surface (alcalinisation, silanisation), la résistance à la traction des composites peut être améliorée de 15 à 25 % par rapport au composite non traité. Des biocomposites à haute fraction volumique de fibres (40 % en volume) peuvent dépasser des résistances à la traction de 100 MPa.

Flexion

La résistance en flexion dépend fortement de la rigidité des fibres et de la qualité de l'interface. L'optimisation de la fraction volumique (généralement 30–50 %) et l'utilisation d'agents de couplage permettent d'atteindre des modules de flexion supérieurs à 5 GPa pour des systèmes lin/époxy ou chanvre/PP.

Résistance au choc

La résistance au choc est souvent le point faible des biocomposites, les fibres végétales absorbant moins d'énergie que les fibres de verre. Pour pallier cette limitation, l'**hybridation** — combinaison de fibres naturelles avec une fraction minoritaire de fibres synthétiques (carbone, verre) — ou l'utilisation de matrices plus ductiles (PBAT, bio-PE) est recommandée.

II. 7. 2. Durabilité : vieillissement hygrothermique, UV et variations dimensionnelles

Les biocomposites sont sensibles à plusieurs formes de vieillissement :

- **Vieillissement hygrothermique** : la combinaison de l'humidité et de la température accélère l'hydrolyse de la matrice (PLA, polyester) et la dégradation des interfaces fibre/matrice. Des cycles humidification/séchage répétés entraînent un gonflement différentiel entre la fibre (hygroscopique) et la matrice (hydrophobe), générant des contraintes résiduelles et des microfissures.

- **Vieillissement UV** : la photo-oxydation de la lignine et de la matrice polymère provoque un jaunissement de surface, une dépolymérisation superficielle et une perte progressive des propriétés mécaniques en surface.

- **Variations dimensionnelles** : la dilatation thermique et le gonflement hygroscopique, combinés à l'anisotropie des fibres, peuvent créer des incompatibilités de déformation entre la fibre et la matrice, conduisant à des microfissures internes.[22]

II. 7. 3. Critères de sélection pour des applications structurales

Le choix d'un renfort naturel pour une application structurale repose sur un ensemble de critères hiérarchisés :

Critère	Paramètre clé	Indicateur
Résistance mécanique	Résistance à la traction, flexion, cisaillement	σ_r , E, K_{IC}
Légèreté	Résistance spécifique (σ/ρ)	$\geq 100 \text{ MPa} \cdot \text{cm}^3/\text{g}$
Durabilité	Absorption d'eau, résistance UV, tenue thermique	$\leq 2 \%$ absorption, $T_g >$ service
Compatibilité matrice	Énergie de surface, groupements réactifs	Angle de contact
Disponibilité / coût	Source locale, reproductibilité	Variabilité $< 20 \%$
Fin de vie	Biodégradabilité, recyclabilité	Certification

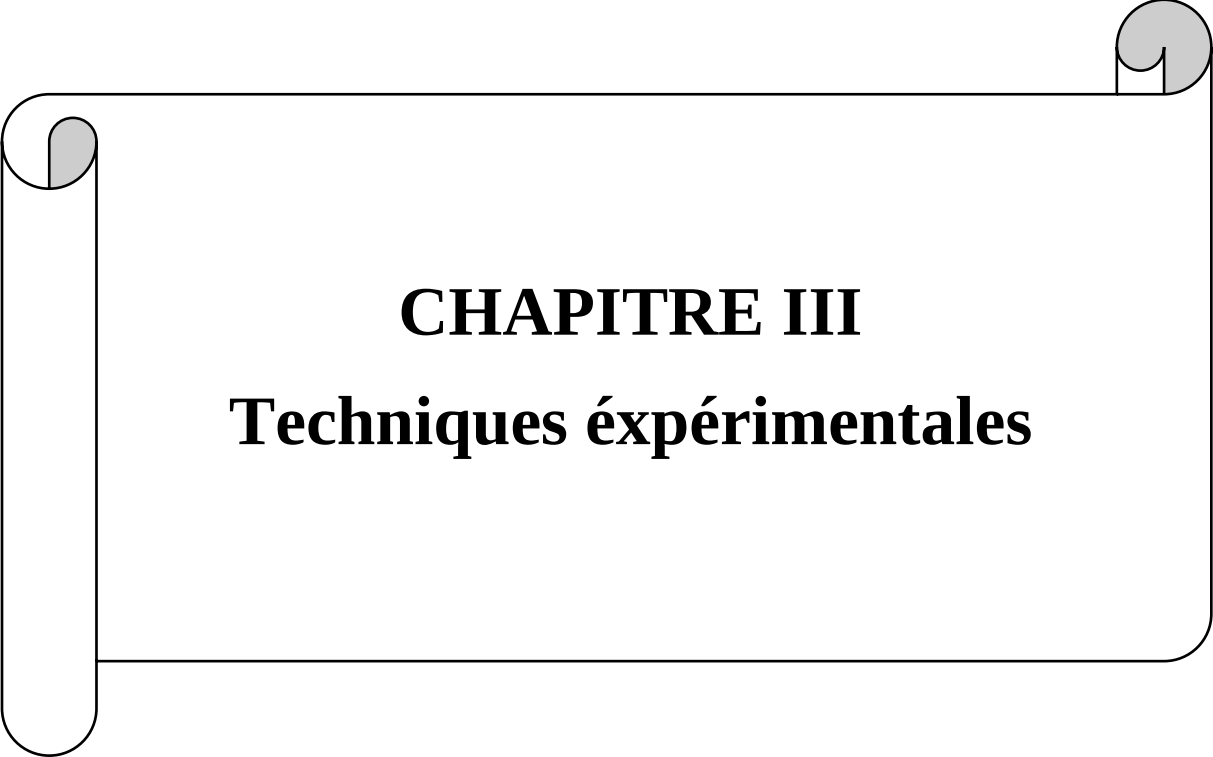
Tableau II.5 : Principaux critères de sélection des matériaux composites biosourcés.[23]

II. 8. CONCLUSION

Ce chapitre a permis de dresser un état de l'art approfondi sur les fibres naturelles végétales et marines comme renforts pour matériaux composites biosourcés. La structure hiérarchique des fibres lignocellulosiques, dominée par la cellulose cristalline et régie par l'angle microfibrillaire, explique leurs propriétés mécaniques spécifiques compétitives. Toutefois, leur hydrophilie, leur variabilité naturelle et leur faible compatibilité chimique avec les matrices polymères constituent des freins persistants à leur utilisation structurale.

Les traitements de surface — alcalin, acétylation, silanisation, MAPP représentent des leviers efficaces pour améliorer l'interface fibre/matrice et rehausser les performances mécaniques des composites. Le choix du traitement doit être adapté au système matrice/renfort et à l'application visée, selon un équilibre entre efficacité, coût et impact environnemental.

Les fibres de plantes marines, et notamment celles de *Posidonia oceanica* et de la zostère, représentent une ressource prometteuse encore insuffisamment exploitée. Leurs spécificités salinité, composition cellulosique, faible densité — les distinguent des fibres terrestres et nécessitent des protocoles de traitement adaptés. Les lacunes identifiées dans la littérature manquent de données sur la durabilité, sur la compatibilité interfaciale et sur la standardisation justifient l'orientation expérimentale du présent travail, qui sera détaillée dans le chapitre suivant.[24]



CHAPITRE III

Techniques expérimentales

III. 1. INTRODUCTION

L'objectif principal de ce chapitre est de présenter les matériaux, les traitements et les méthodes expérimentales utilisés pour élaborer et caractériser les composites à matrice polyester renforcés par des particules d'algues marines. Il décrit successivement la nature de la matrice polymère, les biomasses algales sélectionnées (*Laminaria*, *Sargassum* et *Ulva*), les protocoles de préparation des particules et les procédés de mise en forme des composites. Enfin, les techniques de caractérisation physico-chimique des algues et de caractérisation mécanique des composites sont détaillées, afin de fournir la base méthodologique des résultats présentés au chapitre suivant.

III. 2. DESCRIPTION DES MATERIAUX UTILISES

III. 2. 1. Matrice

La matrice utilisée dans cette étude est une résine polyester thermodurcissable commerciale, sélectionnée pour sa bonne aptitude au moulage, sa rigidité et sa compatibilité avec l'incorporation de charges naturelles. Elle présente une bonne résistance à l'humidité et aux agents chimiques, ainsi qu'une stabilité thermique suffisante pour les conditions expérimentales de mise en forme et de caractérisation des composites. Le durcissement de la résine est assuré par l'ajout du système catalytique approprié selon les recommandations du fournisseur.



Figure. III. 1 : Résine Polyester insaturée et durcisseur.

III. 2. 2. Renforts algaux

Les renforts utilisés sont des particules issues de trois espèces d'algues marines : *Laminaria* et *Sargassum* (algues brunes) et *Ulva* (algue verte). Ces biomasses représentent une

ressource naturelle abondante, renouvelable et à faible coût, présentant un intérêt particulier pour la formulation de composites biosourcés. Les algues ont été collectées sur le littoral de Tigzirt, la Wilaya de Tizi-ouzou (Algérie), puis préparées et traitées avant leur incorporation dans la matrice polyester.



a)



b)



c)

Figure III. 2 : Algues utilisées
a) Sargassum ; b) Ulva ; c) Laminaria

III. 3. PREPARATION ET TRAITEMENT DES ALGUES

III. 3. 1. Collecte, lavage et séchage

Les biomasses d'algues marines utilisées dans cette étude correspondent à trois espèces : Laminaria sp., Sargassum sp. et Ulva sp. Elles ont été collectées sur le littoral, puis transportées au laboratoire pour être préparées et traitées avant leur incorporation dans la matrice polymère.

Après récolte, les algues ont été triées manuellement afin d'éliminer les débris, les organismes épiphytes, le sable et les autres contaminants macroscopiques. Elles ont ensuite été abondamment rincées à l'eau du robinet (3 à 5 passages) de façon à retirer le sel marin et les particules minérales adhérentes, puis soumises à un dernier rinçage à l'eau distillée pour réduire la teneur en résidus minéraux. Les algues ont finalement été égouttées sur une grille propre avant séchage.

Le séchage primaire a été réalisé dans une étuve, à une température comprise entre 35 et 60 °C, jusqu'à obtention d'une masse constante, ce qui correspond à une durée de l'ordre de 24 à 72 h selon l'épaisseur de la biomasse. Cette étape permet d'éliminer l'humidité intrinsèque des algues et facilite les opérations de fragmentation ultérieures. Les échantillons séchés ont ensuite

été découpés ou broyés grossièrement afin d'obtenir des fragments/poudres de taille suffisante pour le traitement chimique.



Figure III. 3 : Récolte et séchage des Algues.



Figure III. 4 : Les Algues séchées.

III.3.2. Traitement alcalin à l'hydroxyde de sodium

Un traitement alcalin à l'hydroxyde de sodium (NaOH) a été appliqué aux biomasses de *Laminaria*, *Sargassum* et *Ulva* afin de modifier leur surface et d'améliorer leur compatibilité avec la matrice polymère. Ce traitement de type mercerisation favorise la rupture partielle des liaisons hydrogène au sein de la paroi, contribue à l'élimination d'une partie des fractions amorphes (hémicelluloses, pectines, cires, huiles) et augmente la rugosité et la mouillabilité des particules.

Une solution de NaOH à 5% (m/v) a été préparée dans de l'eau distillée, en cohérence avec les conditions usuellement décrites comme un compromis entre efficacité et préservation de la structure polysaccharidique des algues. La biomasse séchée et grossièrement broyée a été

immergée dans cette solution en maintenant un rapport liquide/solide de 15:1, puis le mélange a été maintenu sous agitation à température ambiante pendant 60 min.

À l'issue du traitement, les suspensions ont été filtrées sur papier filtre et les résidus solides abondamment lavés à l'eau distillée jusqu'à obtenir un pH voisin de 7, vérifié à l'aide d'un pH-mètre. En cas de besoin, une neutralisation complémentaire par une solution diluée d'acide acétique (1%) a été réalisée, suivie d'un rinçage supplémentaire à l'eau distillée. Les algues traitées ont ensuite été séchées dans une étuve entre 80 et 105 °C pendant 24 à 48 h jusqu'à masse constante.



Figure III. 5 : Traitement des algues au NaOH.

III. 3. 3. Blanchiment au peroxyde d'hydrogène

Après le traitement alcalin, les particules de *Laminaria*, *Sargassum* et *Ulva* ont été soumises à un blanchiment au peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) afin d'éliminer une partie des pigments résiduels, de désodoriser la biomasse et de parfaire la purification. Sous milieu alcalin, H_2O_2 génère des espèces oxydantes (ions perhydroxyle) capables d'oxyder les chromophores organiques et certaines fractions organiques résiduelles non extraites au cours de l'étape alcaline. Le peroxyde d'hydrogène commercial (30–35%) a été dilué dans de l'eau distillée pour obtenir une concentration comprise entre 4 et 15% (v/v), puis le pH de la solution a été ajusté à 12 par addition de NaOH. La poudre d'algues préalablement traitée au NaOH a été immergée dans cette solution, puis le mélange a été porté entre 75 et 93 °C sous agitation pendant 1 h. Après cette étape, les échantillons ont été filtrés puis rincés à l'eau distillée jusqu'à retour à un pH neutre. Lorsque cela était nécessaire, le cycle de blanchiment a été répété trois à quatre fois afin d'obtenir un niveau de purification satisfaisant. Les biomasses blanchies ont ensuite été séchées à 80–105 °C jusqu'à stabilisation de la masse.



Figure III. 6 Blanchiment des algues au peroxyde d'hydrogène.

III. 3. 4. Broyage fin et tamisage

La biomasse d'algues (*Laminaria*, *Sargassum*, *Ulva*) ayant subi les traitements chimiques et le séchage final a été soumise à un broyage fin afin d'obtenir des particules de granulométrie contrôlée. Ce contrôle de taille est essentiel pour garantir une dispersion homogène des particules dans la matrice polyester et assurer la reproductibilité des propriétés mécaniques des composites.

Selon la granulométrie recherchée, le broyage a été effectué dans un broyeur à billes planétaire (pour des particules très fines) ou dans un broyeur à couteaux/mixeur industriel (pour des particules micrométriques). La poudre obtenue a ensuite été tamisée à travers des mailles adaptées (par exemple autour de 210 μm ou dans une plage de 125–500 μm) afin de sélectionner la fraction granulométrique cible. Les fractions retenues ont été stockées dans des boîtes en verre hermétiques, à température ambiante et à l'abri de l'humidité, jusqu'à leur utilisation pour l'élaboration des composites polyester/algues. Figure III 10: Échantillon après tamisage granulométrique



Figure III. 7 : Algues broyées et tamisées

III. 4. ÉLABORATION DES COMPOSITES POLYESTER/ALGUES

III. 4. 1. Formulation

Les composites ont été formulés en mélangeant la résine polyester avec des particules d'algues *Laminaria*, *Sargassum* ou *Ulva* pour quatre fractions massiques de renfort : 5%, 10%, 15% et 20%. Pour chaque type d'algue, une série de formulations a ainsi été préparée, permettant d'étudier l'influence du taux de charge sur le comportement mécanique des composites.

III. 4. 2. Procédé de mise en forme

Après la préparation des quantités nécessaires de résine et de particules, la résine polyester est d'abord mélangée avec le catalyseur/durcisseur selon le ratio préconisé par le fournisseur. Les particules d'algues sont ensuite incorporées progressivement sous agitation afin d'obtenir une dispersion aussi homogène que possible du renfort dans la matrice.

Le mélange est ensuite versé dans des moules préalablement enduits d'un agent de démoulage pour éviter l'adhérence. Les moules sont remplis et légèrement vibrés si nécessaire pour limiter la formation de bulles d'air et de porosités dans les composites.

Les composites sont laissés au repos à température ambiante pendant une durée de durcissement initial (de l'ordre de 24 h), puis, si nécessaire, un post-traitement thermique peut être appliqué en étuve pour compléter le durcissement et stabiliser les propriétés mécaniques. Après démoulage, les pièces sont ébarbées, puis découpées et mises aux dimensions requises pour les essais, en particulier pour les essais de traction.



Figure III. 11 : Moulage des composites.

III. 5. METHODES DE CARACTERISATION

III. 5. 1. Caractérisation physico-chimique des algues

La caractérisation des biomasses *Laminaria*, *Sargassum* et *Ulva* a été réalisée par trois techniques complémentaires : FTIR, ATG/DTG et DRX.

- La **spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)** permet d'identifier les principaux groupements fonctionnels (O–H, C–H, C=O, COO⁻, C–O–C) et d'inférer la composition polysaccharidique et protéique des algues.

- L'**analyse Thermogravimétrique (ATG/DTG)** permet de suivre la perte de masse en fonction de la température, de distinguer les différentes étapes de dégradation (eau, matière organique, résidus minéraux) et de comparer la stabilité thermique et la teneur en cendres des trois biomasses.

- La **Diffraction des Rayons X (DRX)** permet de mettre en évidence la présence de domaines amorphes et cristallins, d'identifier la signature de la cellulose et d'estimer qualitativement les différences de cristallinité entre *Laminaria*, *Sargassum* et *Ulva*.

Ces analyses sont détaillées et discutées au chapitre IV, où les spectres et courbes obtenus sont présentés.

III. 5. 2. Caractérisation mécanique des composites

La caractérisation mécanique des composites polyester/algues a été réalisée par essai de traction uniaxiale. Les éprouvettes de composite sont préparées selon une géométrie compatible avec les normes de traction pour matériaux polymères ASTM D638 – 14, en respectant les dimensions minimales de longueur, de largeur et d'épaisseur (Figure III. 5).

Les essais ont été effectués sur une machine de traction équipée d'une cellule de charge appropriée et d'un dispositif de mesure de déplacement, à vitesse de déformation contrôlée. Pour chaque formulation (type d'algue et pourcentage de charge), plusieurs éprouvettes ont été testées afin de garantir la reproductibilité et de permettre une analyse statistique des résultats.

Les courbes contrainte-déformation obtenues ont permis d'extraire les grandeurs mécaniques suivantes :

- Le **module d'Young**, déterminé à partir de la pente initiale de la courbe dans le domaine supposé linéaire ;
- La **contrainte maximale** (ou résistance à la traction) ;
- La **déformation à la rupture**, qui renseigne sur la ductilité globale du composite.

Ces paramètres sont ensuite analysés au chapitre IV en fonction du type d'algue et de la fraction massique de renfort.

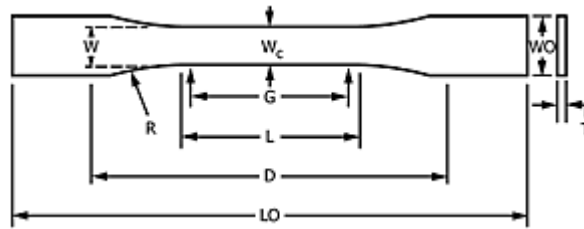


Figure III. 12 : Éprouvette de traction.

$W = 3.18 \text{ mm}$: Largeur de la section la plus étroite

$L = 9.53 \text{ mm}$: Longueur de la section la plus étroite

$W_0 = 9.53 \text{ mm}$: Largeur

$L_0 = 63.5 \text{ mm}$: Longueur

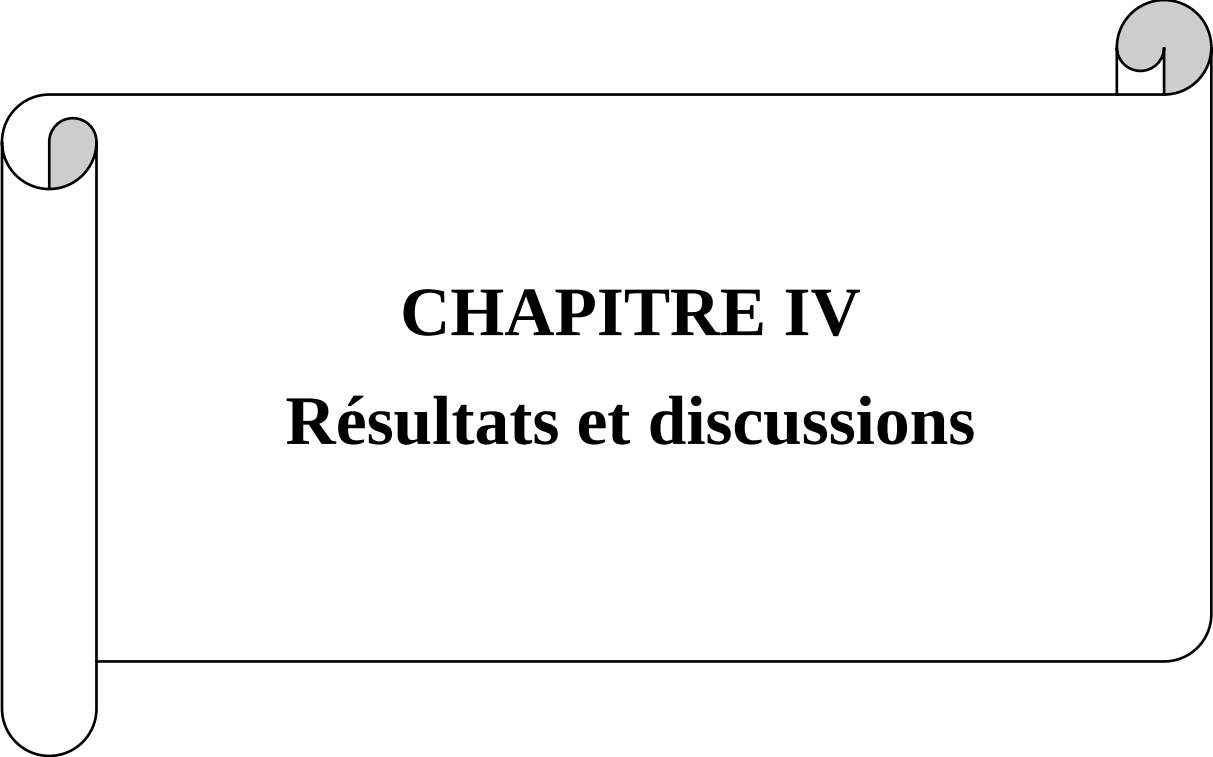
$G = 7.62 \text{ mm}$: Longueur de référence

$D = 25.4 \text{ mm}$: Distance entre les mâchoires

$R = 12.7 \text{ mm}$: Rayon de congépro

III. 6. CONCLUSION

Ce chapitre a présenté de manière synthétique les matériaux (résine polyester et algues *Laminaria*, *Sargassum*, *Ulva*), les traitements appliqués aux biomasses, les conditions de formulation et de mise en forme des composites, ainsi que les principales méthodes de caractérisation physico chimique et mécanique mises en œuvre. Cette description méthodologique constitue le support nécessaire à l'interprétation des résultats expérimentaux exposés dans le chapitre suivant, consacré à l'analyse détaillée de la structure des algues et du comportement en traction des composites polyester/algues.



CHAPITRE IV

Résultats et discussions

IV. 1. INTRODUCTION

Ce chapitre fait l'objet de synthèse des résultats des travaux effectués sur les Algues et le composite renforcé par ces algues. Nous allons présenter en premier lieu, une analyse physico-chimique des algues étudiées. Ensuite les résultats de la caractérisation mécanique en traction des composites seront discutés. Tout cela sera analysé en étudiant l'effet de la fraction du renfort ainsi que le type des algues.

IV. 2. CARACTERISATION DES ALGUES

IV. 2. 1. Analyse par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

Les spectres FTIR (**Figure IV. 1**) des extraits de *Laminaria*, *Sargassum* et *Ulva* révèlent une série de bandes caractéristiques attestant de la composition polysaccharidique et protéique des matrices algales. Une large bande centrée aux environs de 3355 cm^{-1} est identifiée pour les trois espèces et est assignée aux vibrations d'élongation des liaisons O–H et, dans une moindre mesure, N–H, caractéristiques des groupes hydroxyles des polysaccharides ainsi que des groupes amides des protéines. La bande localisée aux alentours de 2915 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation C–H des groupements aliphatiques CH_2/CH_3 , indiquant la présence de chaînes carbonées provenant des lipides membranaires ainsi que des squelettes glucidiques [25].

Dans la région intermédiaire, une bande distincte se manifeste aux alentours de 1600 cm^{-1} pour les trois échantillons. Elle est habituellement liée à la vibration d'élongation de la liaison C=O de l'amide I des protéines, avec une éventuelle contribution des groupes carboxylates COO^- présents dans les polysaccharides acides. Une deuxième bande, située aux alentours de 1416 cm^{-1} , est assignée à l'élongation symétrique des groupements COO^- ainsi qu'aux vibrations de déformation de l'O–H, corroborant la présence d'acides uroniques dans les polysaccharides de la paroi. La bande détectée autour de 1316 cm^{-1} peut être attribuée aux vibrations C–N de l'amide III ainsi qu'aux vibrations C–O des polysaccharides sulfatés ou carboxylés, couramment observées dans les macroalgues marines. Enfin, une bande intense localisée aux alentours de 1039 cm^{-1} prédomine dans la région des empreintes digitales ($1200\text{--}900\text{ cm}^{-1}$) et est assignée aux vibrations d'élongation des liaisons C–O et C–O–C glycosidiques, constituant une signature caractéristique des polysaccharides structuraux tels que les alginates, fucoïdanes, *laminarine* ou encore *ulvane* [26-28].

Outre ces caractéristiques partagées, l'intensité relative des bandes offre la possibilité de différencier les trois genres analysés. Chez *Laminaria*, une algue brune, les bandes centrées

autour de 1600, 1416 et 1039 cm^{-1} présentent une intensité marquée, ce qui témoigne d'une proportion élevée de polysaccharides acides de type alginate ainsi que de polysaccharides neutres ou faiblement sulfatés, conformément aux données bibliographiques relatives à ce genre. Le spectre de *Sargassum*, également catégorisé parmi les algues brunes, exhibe un profil comparable, mais avec des intensités accrues dans la plage 1200–1000 cm^{-1} , typiquement attribuées à la présence de fucoïdanes sulfatés en sus des alginates. Ces résultats corroborent que la paroi cellulaire de *Sargassum* présente une concentration élevée en polysaccharides sulfatés, conformément aux analyses antérieures par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) réalisées sur ce taxon [25, 30, 31].

L'algue verte *Ulva* se distingue par un spectre marqué par une large bande O–H similaire à celle des algues brunes ainsi qu'une bande très intense à 1039 cm^{-1} ; toutefois, la région comprise entre 1200 et 900 cm^{-1} est principalement attribuée à l'ulvane, un polysaccharide sulfaté spécifique aux Chlorophytes. La bande située aux environs de 1600 cm^{-1} , bien qu'identifiable, apparaît généralement moins intense que chez les algues brunes, ce qui indique une proportion distincte de protéines et de polysaccharides acides. L'ensemble de ces données met en évidence que, bien que les trois espèces présentent les principales classes de fonctions chimiques (O–H, C–H, C=O, COO^- , C–O–C), la répartition ainsi que l'intensité des bandes FTIR témoignent de compositions polysaccharidiques différenciées : des parois riches en alginate et fucoïdanes pour les algues brunes *Laminaria* et *Sargassum*, et une paroi majoritairement constituée d'ulvane sulfatée pour l'algue verte *Ulva* [29, 32, 33].

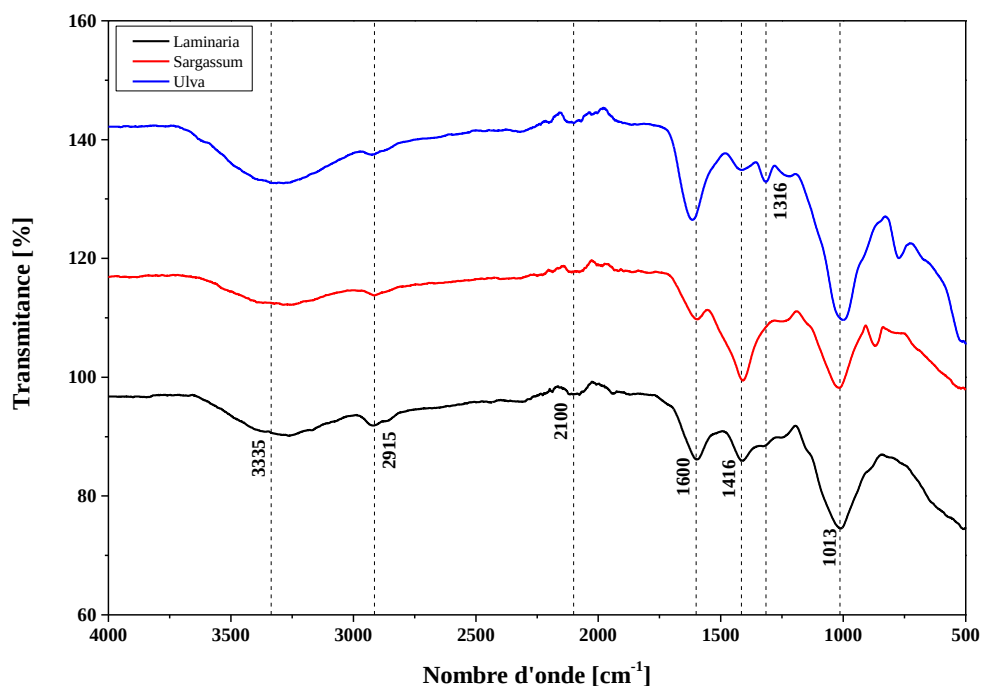


Figure IV. 1 : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) des trois types d'algues (*Laminaria*, *Sargassum* et *Ulva*).

IV. 2. 2. Analyse Thermogravimétrique (ATG)

Les courbes ATG/DTG (**Figure IV. 2**) révèlent que les trois algues présentent un profil commun de dégradation thermique (eau → matière organique volatile → résidus minéraux), mais se distinguent par des températures de décomposition et des taux de perte de masse variables, reflétant ainsi des compositions chimiques et une stabilité thermique différenciées [34, 35].

Les courbes **ATG** des biomasses de *Laminaria*, *Sargassum* et *Ulva*, mesurées entre 25 et 600 °C, révèlent trois principales phases de déperdition de masse, généralement constatées dans les biomasses algales [33].

- La phase initiale, localisée approximativement entre 25 et 150 °C, correspond à l'élimination de l'eau libre ainsi que de l'humidité faiblement adsorbée, ce qui se manifeste par une diminution modérée de la masse pour les trois espèces.

- La deuxième phase, la plus significative, se déroule généralement entre environ 180–190 °C et 350–380 °C en fonction de l'espèce d'algue ; elle correspond à la dégradation des composants organiques volatils, notamment des polysaccharides structuraux (alginates, fucoïdanes, ulvanes) et, dans une moindre proportion, des protéines [36].

- Au-delà d'environ 350 à 400 °C, la perte de masse s'effectue de manière plus progressive et correspond à la dégradation secondaire des résidus carbonés ainsi qu'à l'oxydation de la matrice charbonneuse, aboutissant en fin d'analyse à un résidu minéral (cendres) variable selon l'espèce [34].

Sur la courbe ATG, il est constaté que *Laminaria* subit la perte de masse totale la plus importante sur l'intervalle analysé, conduisant au résidu le plus faible à 600 °C, tandis que *Sargassum* et particulièrement *Ulva* conservent une fraction massique résiduelle supérieure, indiquant une teneur accrue en matières minérales (sels, cendres) pour ces espèces [34].

Les courbes DTG (dérivée de la masse en fonction de la température) des trois algues attestent cette décomposition en plusieurs phases, caractérisée par des maxima de vitesse de dégradation nettement distincts [34, 36].

- *Laminaria*

- Présente un pic DTG principal très marqué autour de ~220–230 °C, avec une vitesse de perte de masse maximale nettement supérieure à celle de *Sargassum* et *Ulva*.

- Ce pic intense est typique de la dégradation rapide des polysaccharides structuraux de type alginate et laminarine, dont la décomposition principale chez les algues brunes est généralement rapportée entre 200 et 300 °C [9, 11].

- L'importance de ce pic et la forte perte de masse associée indiquent une forte teneur en polysaccharides et une structure moins fractionnée thermiquement (une grande étape de dégradation concentrée sur un intervalle de température relativement étroit).

- *Sargassum*

- Présente un premier pic DTG significatif dans une zone adjacente, toutefois légèrement plus étendue (environ 220–320 °C), ainsi qu'un second épaulement ou pic moins marqué à des températures supérieures (~320–350 °C).

- Ce phénomène traduit la dégradation progressive de l'alginate et des polysaccharides sulfatés (fucoïdanes), ainsi que de certaines fractions protéiques et potentiellement lipidiques [34, 38].

- La plus grande étendue de la zone de dégradation ainsi que la coexistence de deux contributions indiquent une distribution de constituants organiques présentant des stabilités thermiques variées.

- *Ulva*

- Montre également un pic principal dans la plage de 220 à 300 °C, avec une intensité située entre celles de *Laminaria* et de *Sargassum*, suivi d'une seconde dégradation plus étalée entre 320 et 380 °C.

- Ces pics sont généralement assignés à la dégradation de l'ulvane (polysaccharide sulfaté) ainsi qu'à celle des autres constituants organiques (protéines, pigments), dont la décomposition est observée chez les macroalgues vertes dans des plages comparables [34].

- La forme plus étendue du signal ainsi que la fraction résiduelle accrue à haute température témoignent d'une proportion plus élevée de matière minérale et de résidus carbonés thermiquement stables.

Comparaison de la stabilité thermique et de la composition

L'examen simultané des courbes ATG et DTG autorise la comparaison de la stabilité thermique relative ainsi que de la composition organique et minérale des trois espèces [34, 37].

- *Laminaria* se distingue par un pic DTG principal particulièrement intense et une perte de masse rapide dans la plage de 200 à 300 °C, reflétant une forte proportion de polysaccharides thermolysables ainsi qu'une fraction inorganique résiduelle réduite à 600 °C [34].

- *Sargassum* manifeste une dégradation en deux phases partiellement superposées entre 220 et 350 °C, suggérant une matrice organique plus hétérogène (alginates, fucoïdanes et autres composants), accompagnée d'une teneur en cendres supérieure à celle de *Laminaria* [34, 36].

- *Ulva* présente une dégradation plus progressive, caractérisée par des pics DTG moins marqués et un résidu final plus conséquent, ce qui concorde avec les données bibliographiques indiquant des concentrations élevées en sels minéraux et polysaccharides sulfatés pour ce genre [33, 34].

Ce comportement différencié présente des conséquences directes pour la valorisation thermique des biomasses : une dégradation localisée associée à une faible teneur en cendres (cas de *Laminaria*) est propice à des procédés de pyrolyse ou de combustion à rendement énergétique élevé, tandis qu'une teneur minérale élevée (cas de *Sargassum* et *Ulva*) peut restreindre le pouvoir calorifique et favoriser la formation de dépôts, mais constitue un intérêt potentiel pour la récupération des minéraux.

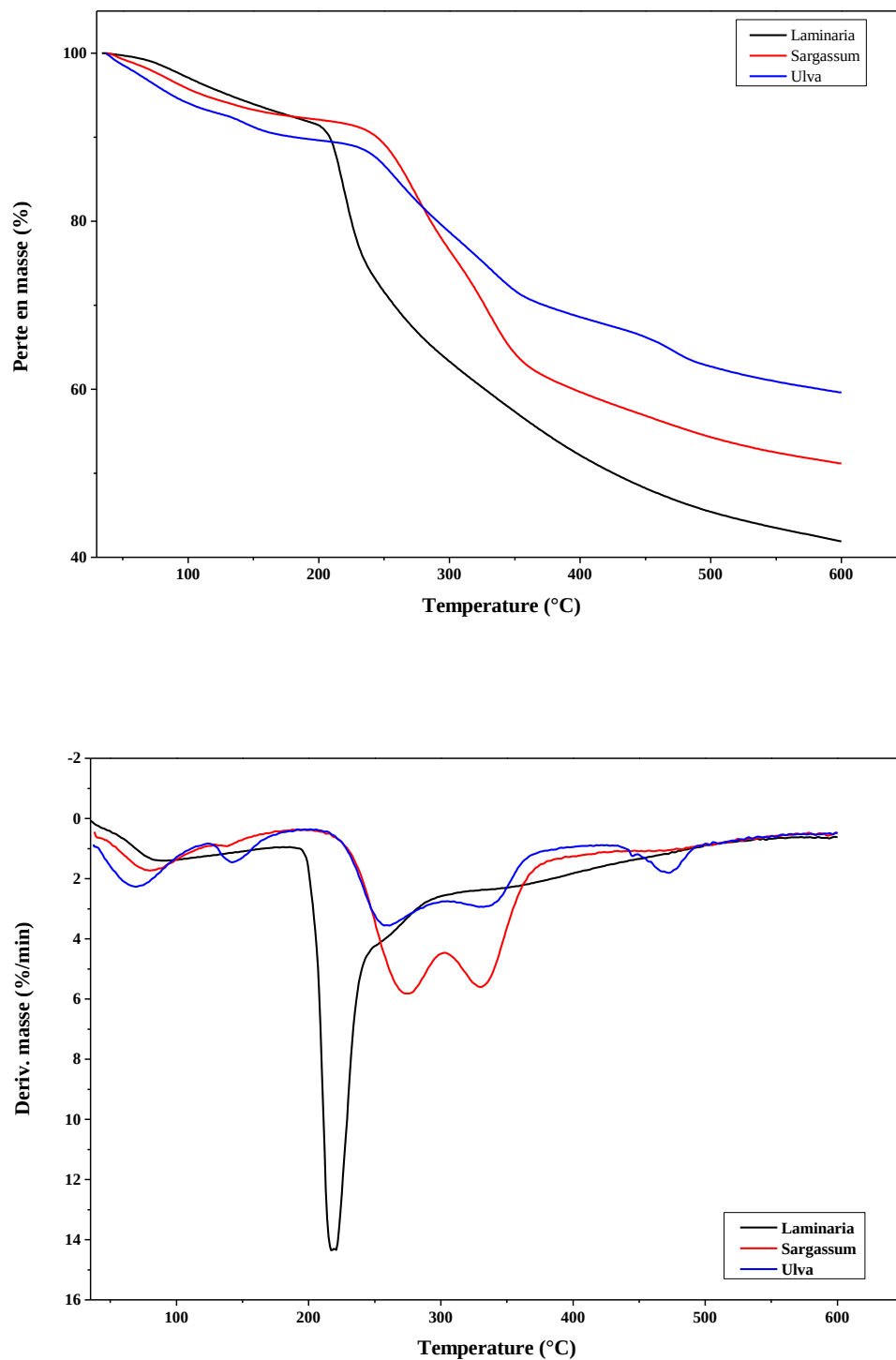


Figure IV. 2. Analyse thermogravimétrique (ATG et DTG) des trois types d'algues (Laminaria, Sargassum et Ulva).

IV. 2. 3. Analyse par Diffraction des Rayons X (DRX)

Les diffractogrammes de rayons X (**Figure IV. 3**) obtenus pour les biomasses sèches de *Laminaria*, *Sargassum* et *Ulva* montrent tous un large halo amorphe compris entre 10 et 25° (2 θ), témoignant d'une matrice principalement amorphe, riche en polysaccharides tels que l'alginate, l'ulvane et la cellulose amorphe. Sur ce fond diffus, plusieurs pics étroits de diffraction se superposent, témoignant de la présence de phases cristallines liées à la fraction cellulosique ainsi qu'aux minéraux (carbonates, sulfates...), généralement observés dans les biomasses algales. Une augmentation d'intensité du signal proche de 22° (2 θ) peut être assignée au plan (200) de la cellulose I, conformément aux études antérieures portant sur la cellulose extraite d'*Ulva* et d'autres macroalgues. La comparaison des trois profils révèle que l'échantillon d'*Ulva* exhibe les pics d'intensité les plus marqués, en particulier dans les plages angulaires de 27 à 30° ainsi qu'à des angles plus élevés (40–70°), ce qui indique une proportion accrue de domaines cristallins par rapport à *Laminaria* et *Sargassum*. Inversement, *Laminaria* se distingue par un halo amorphe plus prononcé ainsi que par des pics d'intensité réduite, ce qui suggère une structure globale davantage désorganisée ou des cristallites de dimensions plus restreintes. *Sargassum* manifeste un comportement intermédiaire, caractérisé par des pics nettement identifiés mais d'une intensité moindre comparativement à ceux d'*Ulva*. Sur le plan structure–propriétés, cette amélioration qualitative de la cristallinité chez *Ulva* est habituellement associée à une rigidité et une stabilité thermique accrues, au prix d'une diminution de la flexibilité, ce qui peut affecter les performances des matériaux dérivés (films, nanocelluloses, adsorbants) ainsi que la digestibilité enzymatique des substrats [39-40].

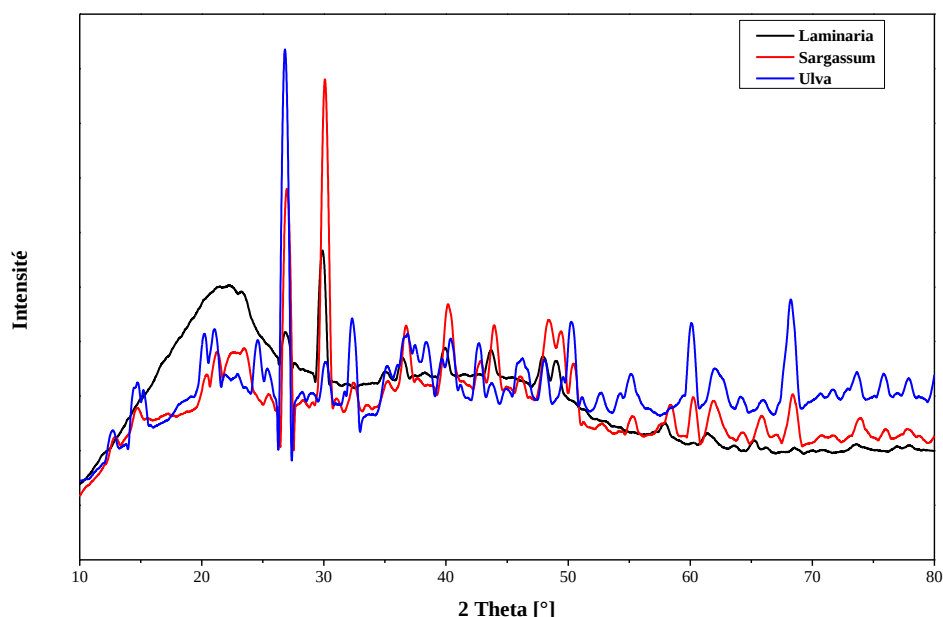


Figure IV. 3 : Analyse DRX des trois types d'algues (*Laminaria*, *Sargassum* et *Ulva*).

Source : Élaboré par l'auteure.

IV. 3. CARACTERISATION DU COMPOSITE POLYESTER-ALGUES

IV. 3. 1. Composite Polyester / *Laminaria*

Les courbes de traction contrainte–déformation (**Figure IV. 4**) du composite polyester renforcé par des particules de *Laminaria* révèlent une variation notable des propriétés mécaniques en fonction du pourcentage de charge (5, 10, 15 et 20 %). Toutes les formulations exhibent une phase initiale quasi linéaire allant de l'origine jusqu'à la rupture, ce qui traduit un comportement du matériau en traction essentiellement élastique, sans phase plastique manifeste. La rupture s'observe de manière soudaine par une diminution rapide de la contrainte, ce qui atteste le caractère relativement fragile de ces biocomposites à matrice polymère rigide, en dépit de la présence de renforts particuliers.

L'augmentation de la concentration en particules de *Laminaria* induit une augmentation significative de la rigidité du composite, ce qui se manifeste par une hausse de la pente initiale des courbes σ – ϵ lors du passage d'une charge de 5 % à 15 %. À une concentration faible (5 %), le composite affiche une rigidité modérée, restant comparable à celle de la matrice polyester isolée. Pour des concentrations intermédiaires (dix et surtout quinze pour cent), les courbes présentent

une pente plus prononcée, ce qui traduit une élévation du module d'Young attribuable à une contribution renforcée des particules de *Laminaria* dans le transfert de charge au sein de la matrice. Un taux de 15 % se révèle ainsi comme le plus efficace sur le plan mécanique, présentant une rigidité et une contrainte maximale en traction significativement supérieures à celles observées pour la formulation faiblement chargée.

Simultanément, la résistance et la ductilité du matériau varient de façon opposée en fonction de l'accroissement du taux de particules. La contrainte maximale augmente notablement entre 5 % et 15 %, ce qui témoigne d'un effet de renforcement efficace des particules de *Laminaria*, vraisemblablement attribuable à une dispersion suffisamment homogène ainsi qu'à une interface matrice/charge globalement satisfaisante. Néanmoins, cette élévation de la résistance s'accompagne d'une réduction graduelle de la déformation à la rupture, rendant le composite plus rigide mais moins ductile. À une teneur de 20 %, le composite conserve une rigidité élevée. Toutefois, la contrainte maximale n'augmente plus significativement par rapport à une teneur de 15 %, tandis que la rupture se produit pour des déformations plus faibles, traduisant un comportement plus fragile du matériau. Ce résultat indique la présence d'un taux de charge optimal proche de 15 %, au-delà duquel une concentration excessive de particules peut engendrer la formation d'agglomérats et de défauts (vides, zones à faible mouillabilité), servant de sites d'initiation de fissures et restreignant les performances mécaniques globales du composite.

Ainsi, l'examen des courbes contrainte-déformation révèle que l'incorporation de particules de *Laminaria* optimise significativement les caractéristiques en traction du polyester jusqu'à une concentration approximative de quinze pour cent, assurant un équilibre satisfaisant entre rigidité et résistance. Au-delà de ce seuil, les augmentations supplémentaires de raideur ne contrebalancent plus la diminution de ductilité ni la légère détérioration de la résistance, ce qui corrobore que l'optimisation de la fraction volumique de charge ainsi que de la qualité de la dispersion et de l'interphase matrice-particules constitue un facteur clé pour maximiser les performances mécaniques de ce type de biocomposites.

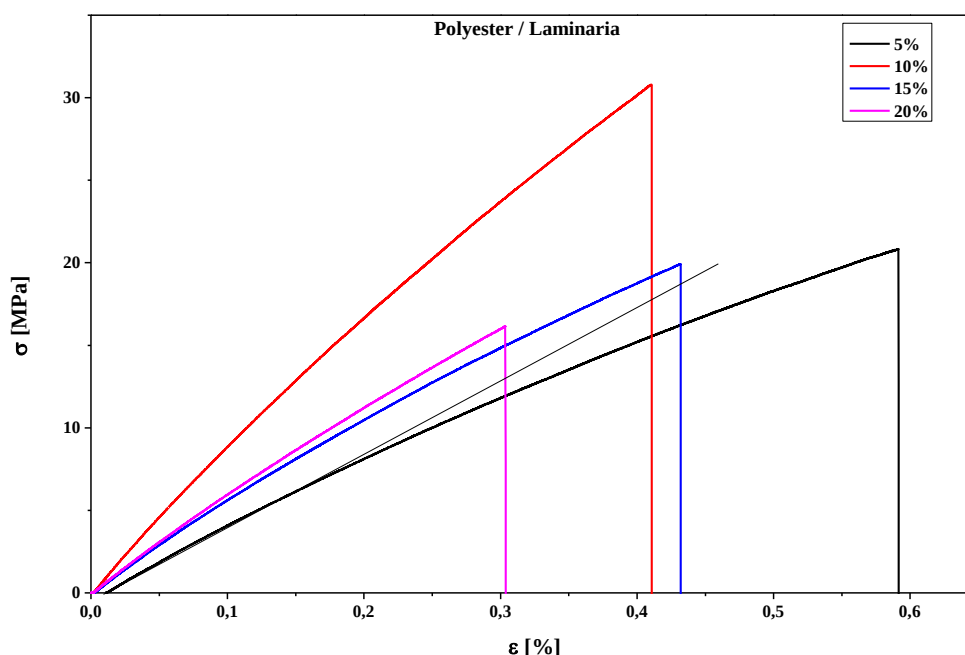


Figure IV. 4 : Courbe traction σ - ε du composite Polyester / Laminaria

Les données numériques synthétisées dans le tableau suivant (Tab. IV. 1) attestent de l'impact significatif de la concentration en particules de **Laminaria** sur les propriétés mécaniques en traction du composite polyester. Le module d'Young s'accroît généralement avec la proportion de renfort, évoluant d'une valeur relativement modérée à 5 % de particules vers une rigidité significativement supérieure pour les formulations plus fortement chargées. Il est particulièrement constaté que la formulation contenant 10 % de **Laminaria** affiche le module le plus élevé, ce qui reflète un durcissement significatif du matériau, tandis que les concentrations de 15 % et 20 % conservent une rigidité supérieure à celle de la formulation à 5 %, bien qu'une légère variabilité des valeurs soit attribuable à la microstructure du composite.

La contrainte maximale présente une évolution analogue, caractérisée par une hausse significative entre 5 % et 10 % de renfort, suivie d'une décroissance pour des concentrations supérieures, ce qui souligne l'existence d'un intervalle de teneur optimale en particules. Simultanément, la déformation à la rupture diminue avec l'accroissement de la teneur en **Laminaria**, ce qui témoigne d'une diminution de la ductilité du matériau ; la formulation à cinq pour cent exhibe les plus grands allongements avant rupture, tandis que les formulations plus chargées se rompent à des déformations moindres. Ces constatations corroborent que

l'incorporation de particules de *Laminaria* accroît la rigidité ainsi que la résistance à la traction du polyester jusqu'à un certain seuil, tout en induisant une fragilisation progressive du composite, ce qui nécessite de trouver un compromis entre l'amélioration des propriétés mécaniques et la préservation d'une déformabilité adéquate.

Tableau. IV. 1 : Propriétés mécanique du composite Polyester / *Laminaria*

<i>Taux des algues</i>	<i>E (GPa)</i>	<i>σ_{Max} (MPa)</i>	<i>$\epsilon_{Rupture}$</i>
5	4.54	20.83	0.59
10	9.16	30.80	0.41
15	5.85	19.92	0.43
20	6.25	16.15	0.30

IV. 3. 2. Composite Polyester / *Sargassum*

Les courbes contrainte-déformation (**Figure IV. 5**) issues des essais de traction sur le composite polyester renforcé par des particules de *Sargassum*, pour des concentrations respectives de 5, 10, 15 et 20 %, révèlent un comportement essentiellement non linéaire ainsi qu'une influence significative de la teneur en charge sur les propriétés mécaniques. Pour toutes les formulations, la contrainte augmente de façon monotone en fonction de la déformation jusqu'à la rupture, sans qu'un plateau plastique significatif ne soit observé, ce qui reflète un comportement élastique non linéaire caractéristique des biocomposites à matrice polymère rigide. La rupture se manifeste de manière abrupte, accompagnée d'une diminution presque verticale de la contrainte, ce qui atteste du caractère relativement fragile de ces matériaux soumis à la traction.

L'analyse comparative des différentes courbes révèle que la formulation contenant 5 % de *Sargassum* affiche la performance globale la plus élevée. Elle se caractérise par des contraintes plus élevées à une même déformation ainsi que par une contrainte maximale notable, d'environ 30 MPa, atteinte pour une déformation proche de 0.7, ce qui reflète un compromis optimal entre rigidité, résistance et ductilité. En revanche, lorsque la concentration en particules s'accroît à dix, quinze et vingt pour cent, les courbes se déplacent progressivement vers le bas et vers la droite : les contraintes maximales observées diminuent tandis que les déformations à la rupture se restreignent, les ruptures se produisant à des allongements nettement inférieurs ($\epsilon \approx 0.4-0.55$). Les formulations présentant la plus forte charge conservent une rigidité relativement élevée, mais

leur fragilité s'accroît, révélant une aptitude réduite à supporter des déformations importantes avant la rupture.

Ces résultats indiquent que, dans le système Polyester/Sargassum, l'incorporation d'une faible proportion de particules (5 %) optimise significativement les propriétés mécaniques en traction, vraisemblablement en raison d'une dispersion adéquate et d'une interface matrice/charge suffisamment homogène, facilitant un transfert de charge efficace sans engendrer un nombre excessif de défauts. Au-delà de cette concentration, l'accroissement de la proportion de *Sargassum* paraît associé à la formation d'agglomérats, de porosités et de zones de faible adhérence, qui constituent des sites d'initiation de fissures et entraînent une réduction de la résistance ainsi que de la ductilité, en dépit d'une quantité de renfort théoriquement supérieure. Il est donc possible de conclure que ce biocomposite présente un taux de charge optimal relativement faible (approximativement 5 %), au-delà duquel les effets microstructuraux défavorables surpassent le bénéfice escompté lié à l'augmentation de la teneur en particules de *Sargassum*.

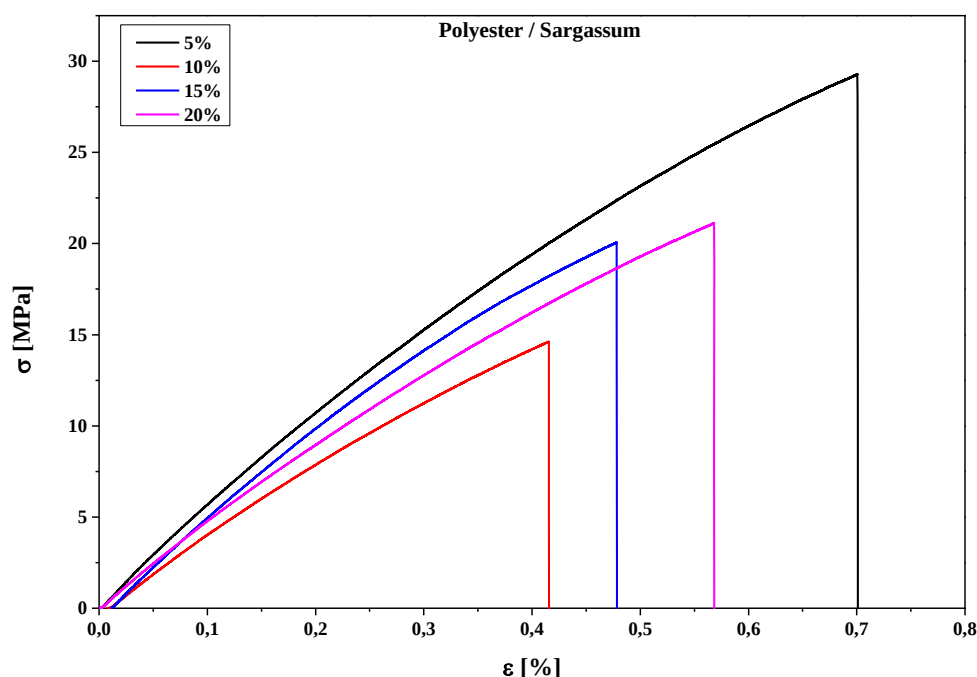


Figure IV. 5 : Courbe traction σ - ε du composite Polyester / Sargassum.

Tableau. IV. 2 : Propriétés mécanique du composite Polyester / Sargassum

Taux des algues	E (GPa)	σ_{Max} (MPa)	$\epsilon_{Rupture}$
5	5.62	29.30	0.70
10	4.54	14.62	0.42
15	5.59	20.06	0.48
20	4.84	21.11	0.57

Les résultats regroupés dans le tableau indiquent que le module d'Young du composite Polyester/Sargassum se situe globalement entre 4.5 et 5.6 GPa, avec des valeurs maximales observées pour des teneurs de 5 % (56.23 MPa) et 15 % (55.92 MPa), reflétant une rigidité accrue pour ces formulations. Pour des fractions de particules de 10 % et 20 %, le module présente une légère diminution (respectivement 4.54 et 4.84 GPa), ce qui corrobore que l'accroissement de la charge en **Sargassum** ne conduit pas à une amélioration continue de la rigidité et que la microstructure (dispersion des particules, porosités, qualité de l'interface) exerce une influence prépondérante. La contrainte à la rupture atteint un maximum à 5 % de renfort, avec une valeur de 29.30 MPa, puis diminue de manière significative à 14.62 MPa pour 10 %, avant d'augmenter partiellement pour 15 % et 20 % (20.06 et 21.11 MPa), ce qui révèle une zone de performance optimale autour des faibles concentrations en particules.

Simultanément, la déformation à la rupture décroît avec l'augmentation de la teneur en **Sargassum** de 5 % pour cent ($\epsilon_{max} = 0.70$) à 10 % (0.42), puis croît de nouveau pour 15 % et 20 % (0.48 et 0.57), ce qui témoigne d'une fragilisation marquée à dix pour cent ainsi que d'un compromis légèrement plus avantageux pour les teneurs supérieures, sans toutefois atteindre la ductilité du composite à cinq pour cent. Ces observations confirment que la formulation contenant 5 % de **Sargassum** présente l'optimale combinaison de rigidité, de résistance et de déformabilité, alors qu'une augmentation de la proportion de particules requiert un ajustement précis afin de minimiser les défauts microstructuraux susceptibles d'altérer les propriétés mécaniques.

IV. 3. 3. Composite Polyester / Ulva

Les courbes contrainte-déformation (**Figure IV. 6**) issues des essais de traction sur les composites polyester/Ulva indiquent que l'intégration des particules **d'Ulva** modifie de manière concomitante la rigidité, la résistance mécanique ainsi que le mécanisme de rupture du matériau.

Les données expérimentales du fichier présentent quatre formulations correspondant à des teneurs en particules de 5 %, 10 %, 15 % et 20 %, caractérisées par des réponses mécaniques significativement différentes en fonction de la concentration en charge végétale. La forme générale des courbes révèle une phase initiale presque linéaire, suivie d'une évolution non linéaire, puis d'une rupture brutale, traduisant ainsi un comportement de composite à matrice thermodurcissable soumis à des mécanismes d'endommagement progressifs.

Dans la phase initiale des courbes, la progression de la contrainte en fonction de la déformation s'effectue de manière relativement uniforme, ce qui correspond au domaine élastique apparent du matériau. Cette composante de la réponse mécanique reflète la capacité de la matrice polyester et des particules d'Ulva à transmettre la charge appliquée avant l'apparition de dommages significatifs au niveau microscopique. L'accroissement de la teneur en particules induit une augmentation de la pente initiale, ce qui indique une rigidification du composite, résultant directement de la restriction de la mobilité de la matrice due à la présence des charges.

Le composite chargé à 5 % montre une montée progressive de la contrainte jusqu'à la rupture, avec une déformation à la rupture plus élevée que pour les compositions plus chargées. Cette réponse montre que, pour une petite partie des particules, la matrice polyester reste prédominante dans le comportement global, permettant ainsi au matériau de supporter des déformations plus importantes avant de se rompre. En d'autres termes, la formulation à 5 % est plus tolérante à la déformation que certaines compositions intermédiaires malgré une contrainte maximale inférieure. Une formulation à 10 % d'Ulva semble idéale pour allier rigidité et résistance à la traction. La courbe atteint la contrainte maximale parmi les quatre formulations, avec une rupture à une déformation intermédiaire, entre le composite à 5 % et les formulations les plus chargées. Ce comportement peut résulter d'une dispersion acceptable des particules dans la matrice, favorisant un transfert de charge efficace sans dégrader la continuité du réseau polymère. À 15 % de particules, la courbe montre une contrainte maximale plus faible et une évolution moins favorable par la suite. L'augmentation de la charge diminue l'efficacité du renfort à cause de l'agglomération des particules et de la multiplication des zones de concentration de contraintes dans la matrice. La présence d'un comportement arrondi ou d'un quasi-palier avant la rupture indique l'activation de mécanismes d'endommagement progressifs, comme le décohésionnement à l'interface particule/matrice ou la nucléation de microfissures. Le composite avec 20 % d'Ulva se caractérise par une rupture précoce et une faible capacité de déformation malgré une pente

initiale élevée. Cela renforce le matériau au début mais le rend plus fragile dans l'ensemble. Une telle évolution est cohérente avec une surcharge en particules, pouvant causer des défauts de mouillage, des agglomérats, voire des microvides favorisant l'amorçage et la propagation de fissures sous traction.

L'analyse comparative des quatre formulations conduit ainsi à la conclusion que l'influence du taux de charge sur les propriétés mécaniques en traction n'est pas monotone. Une faible concentration en Ulva accroît modérément la rigidité tout en maintenant une certaine ductilité, tandis qu'une teneur intermédiaire, proche de 10 %, paraît maximiser la résistance mécanique en raison d'un équilibre optimal entre l'adhésion interfaciale, la dispersion des particules et la continuité de la matrice. Cependant, au-delà de cette concentration, un surplus de particules compromet l'intégrité interne du composite et favorise la fracture prématurée, entraînant ainsi une diminution de la contrainte ultime ainsi que de la déformation tolérée.

D'un point de vue physique, la réponse constatée s'explique par l'interaction concurrente de deux phénomènes. L'effet initial est avantageux : les particules d'Ulva assurent une fonction de renforcement et participent à la réduction de la déformation de la matrice, ce qui accroît la rigidité initiale du composite. Le second effet se révèle défavorable lorsque la teneur en charge atteint un niveau excessif : la qualité de l'interface matrice/particules se détériore, la dispersion perd de son homogénéité et les concentrations locales de contraintes induisent un endommagement prématuré, conduisant ainsi à une diminution de la résistance ultime du matériau.

Ainsi, l'analyse des courbes de traction révèle que la formulation contenant 10 % de particules d'Ulva constitue le meilleur compromis entre rigidité et résistance, tandis que celle à 5 % présente la plus grande déformabilité avant rupture. Les formulations à quinze et vingt pour cent illustrent les contraintes associées à un taux de charge excessif, qui confère une rigidité accrue au matériau tout en renforçant sa fragilité. Ces résultats attestent que l'ajustement du pourcentage de particules naturelles constitue un facteur clé pour optimiser les propriétés mécaniques des composites polyester biosourcés.

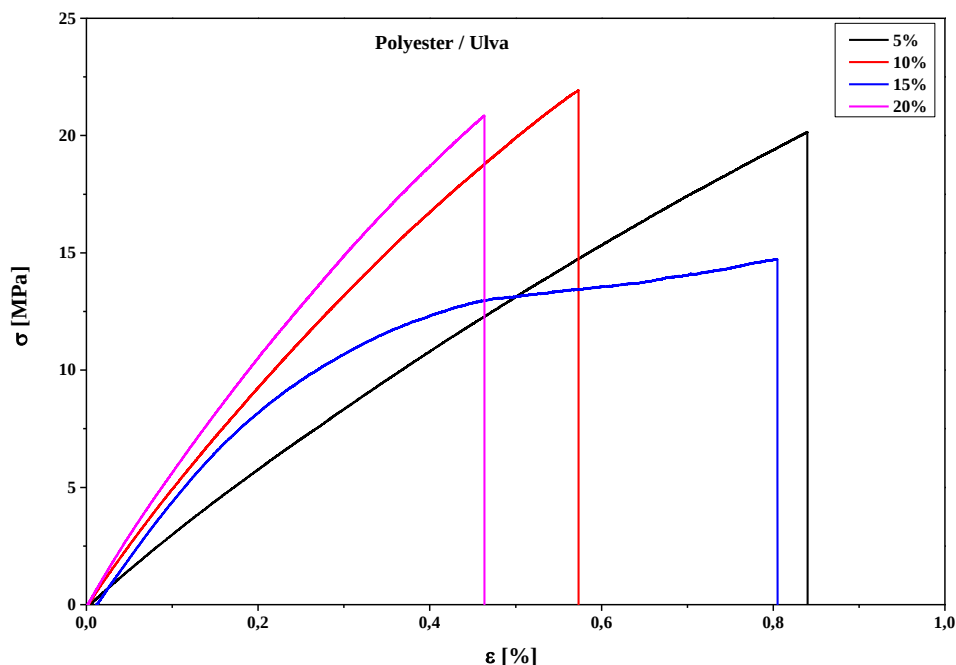


Figure IV. 6 : Courbe traction σ - ϵ du composite Polyester / Ulva

Tableau. IV. 3 : Propriétés mécanique du composite Polyester / Ulva

Taux des algues	E (GPa)	σ_{Max} (MPa)	$\epsilon_{Rupture}$
5	0.48	29.30	0.70
10	4.42	14.62	0.42
15	2.54	20.06	0.48
20	4.43	21.11	0.57

Les résultats montrent que l'augmentation de la teneur en particules d'Ulva entraîne une forte augmentation du module d'Young, notamment pour les composites à 10% et 20%, qui présentent des rigidités nettement plus élevées que la formulation à 5%. La contrainte maximale en traction est légèrement supérieure pour 10% ($\approx 21,9$ MPa) et 20% ($\approx 20,8$ MPa), tandis que le composite à 15% présente la résistance la plus faible ($\approx 14,7$ MPa), ce qui confirme l'existence d'un taux de charge optimal autour de 10% pour concilier rigidité et résistance.

L'analyse comparative exhaustive des trois biocomposites polyester renforcés respectivement par Laminaria, Sargassum et Ulva révèle distinctement que, malgré leur comportement fragile en traction typique des matrices thermodurcissables rigides, chacun se

caractérise par une plage spécifique de teneurs optimales en particules ainsi que par un compromis particulier entre rigidité, résistance et ductilité. Le composite Polyester/Laminaria se distingue par une augmentation significative du module d'Young et de la contrainte maximale pour des concentrations intermédiaires de renfort, comprises approximativement entre 10 % et 15 %, ce qui reflète un transfert de charge efficace ainsi qu'une interface matrice/particules globalement satisfaisante ; au-delà de cette plage, la formation d'agglomérats, de vides et de zones présentant une faible mouillabilité engendrent une fragilisation progressive, caractérisée par une diminution de la résistance et de la déformation à la rupture, malgré une rigidité maintenue à un niveau élevé. À l'inverse, le système Polyester/Sargassum atteint ses performances mécaniques optimales pour de faibles concentrations en particules (environ 5 %), où se constatent simultanément une contrainte maximale élevée et une déformabilité significative, indiquant une microstructure relativement homogène ainsi qu'une adhésion interfaciale satisfaisante ; l'augmentation de la fraction volumique de Sargassum (entre 10 % et 20 %) engendre une combinaison de porosités, d'agglomérats et de zones de cohésion matrice/renfort défailante, conduisant à une diminution de la résistance ainsi qu'à une réduction ou à une redistribution de la ductilité, ce qui restreint l'intérêt des chargements plus importants. Le composite Polyester/Ulva présente un comportement intermédiaire entre ces deux extrêmes : une faible charge (5 %) permet de maintenir une ductilité élevée au prix d'une résistance modérée, tandis qu'une teneur d'environ 10 % constitue le compromis optimal en maximisant simultanément la rigidité et la contrainte maximale, grâce à une dispersion jugée satisfaisante et à une interface suffisamment cohésive ; au-delà de ce seuil (15–20 %), l'augmentation du taux d'Ulva induit une rigidification supplémentaire, accompagnée d'une fragilisation notable, imputable à la dégradation de la continuité matricielle, à la prolifération des sites de concentration de contraintes ainsi qu'à la facilité d'initiation des fissures.

Ainsi, l'ensemble de ces résultats souligne que l'amélioration des propriétés mécaniques des composites polyester biosourcés analysés dépend non seulement de la sélection du type d'algues employé comme renfort, mais surtout de l'ajustement précis de la fraction volumique des particules ainsi que du contrôle de la microstructure (dispersion, mouillabilité, adhésion interfaciale), chaque système exhibant une plage optimale de teneurs spécifique. Cette analyse comparative représente un aspect fondamental dans la conception de biocomposites constitués de polyester et de charges lignocellulosiques, en ce qu'elle indique que la performance globale ne

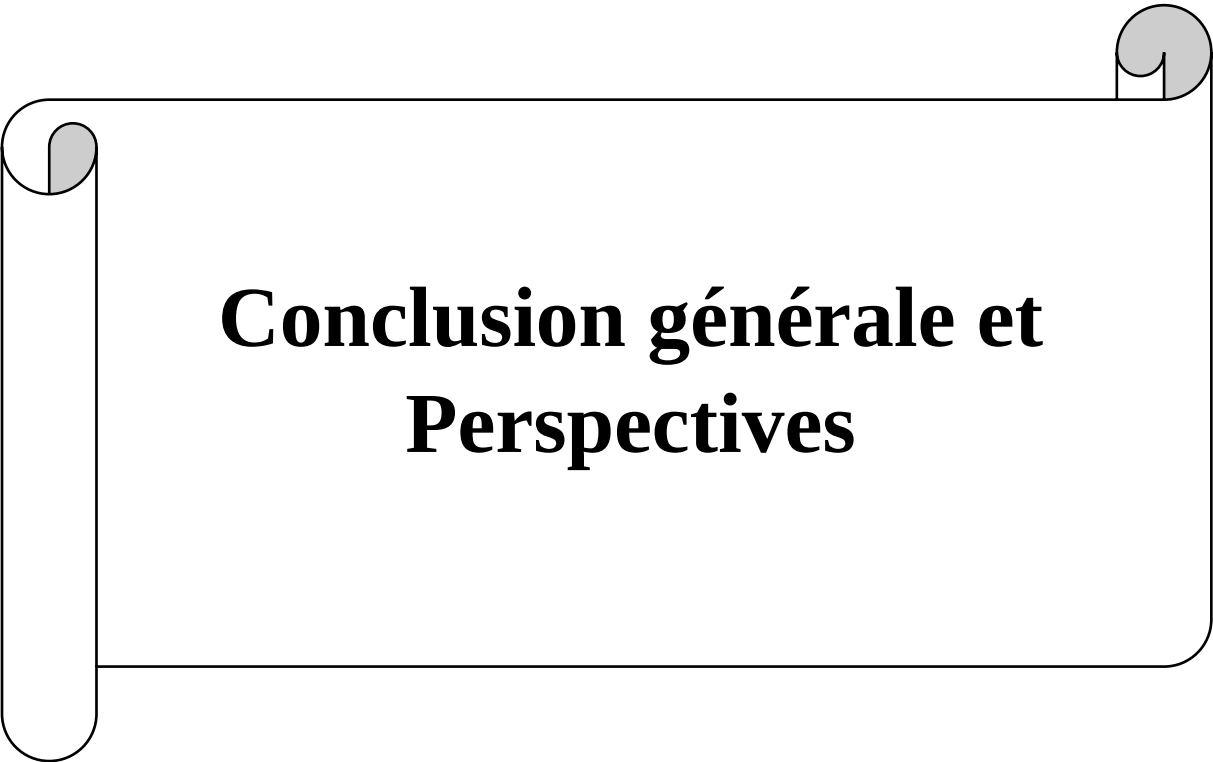
peut être optimisée qu'à travers un équilibre délicat entre renforcement et intégrité microstructurale ; ces résultats seront examinés et contextualisés dans la conclusion générale, en fonction des exigences applicatives ciblées ainsi que des opportunités d'amélioration des procédés de fabrication et de fonctionnalisation des renforts naturels.

IV. 4. CONCLUSION

Ce chapitre a exposé la caractérisation physicochimique et structurale de trois espèces d'algues marines (*Laminaria*, *Sargassum* et *Ulva*), ainsi que l'analyse de leur emploi en tant que renforts particuliers au sein d'une matrice polyester. Les analyses par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), thermogravimétrie (ATG) et diffraction des rayons X (DRX) ont révélé des variations au niveau de la composition, de la stabilité thermique et de la cristallinité, facteurs déterminants du comportement des biomasses et des biocomposites développés.

Les résultats mécaniques ont démontré que chaque système polyester–algues possède une teneur optimale en particules, correspondant à un compromis particulier entre rigidité, résistance et ductilité. Le composite Polyester–*Laminaria* est généralement privilégié pour des fractions intermédiaires, alors que le système Polyester–*Sargassum* se révèle plus efficace à faible taux de charge, tandis que le composite Polyester–*Ulva* présente un comportement intermédiaire avec un optimum à une teneur modérée.

Ces résultats corroborent que la performance des composites en polyester biosourcé est conditionnée simultanément par le type d'algue employé, le paramétrage rigoureux de la fraction volumique, ainsi que par la qualité de la microstructure, notamment la dispersion des particules et l'adhésion entre les particules et la matrice. Elles servent de fondement à la sélection des formulations les plus appropriées ainsi qu'à l'optimisation des procédés d'application.



Conclusion générale et Perspectives

CONCLSION GENERALE

Ce mémoire visait à étudier le potentiel des biocomposites à matrice polyester renforcée par des particules d'algues marines (*Laminaria*, *Sargassum* et *Ulva*), dans une perspective de valorisation des ressources biosourcées et de diminution de l'impact environnemental des composites conventionnels. Les analyses physicochimiques (FTIR, ATG, DRX) ont révélé que chaque espèce d'algue possède une composition chimique et une stabilité thermique distinctes, déterminant ainsi son potentiel en tant qu'agent de renforcement dans la matrice polymère.

Les tests mécaniques en traction ont révélé, pour chaque système polyester-algues, l'existence d'une concentration optimale en particules garantissant un équilibre entre rigidité, résistance et allongement à la rupture. Le composite polyester-*Laminaria* se caractérise par une augmentation significative du module d'Young et de la contrainte maximale pour des fractions massiques intermédiaires (environ dix à quinze pour cent), tandis que le système polyester-*Sargassum* atteint ses performances optimales pour une charge inférieure (de l'ordre de cinq pour cent), au-delà de laquelle se développent des agglomérats et des porosités. Le composite incorporant l'*Ulva* manifeste un comportement intermédiaire, ce qui confirme que la composition, la structure ainsi que la distribution de l'algue exercent une influence significative sur la réponse mécanique globale.

Ces résultats indiquent que les algues marines analysées peuvent être employées comme renforts particuliers dans un composite polyester, sous réserve d'un contrôle rigoureux de la préparation des particules, de leur dispersion ainsi que de la fraction volumique introduite. Les formulations optimales mises en évidence permettent le développement de biocomposites appropriés pour des applications structurales ou semi-structurales soumises à des sollicitations modérées, tout en favorisant la valorisation des biomasses marines locales.

PERSPECTIVES

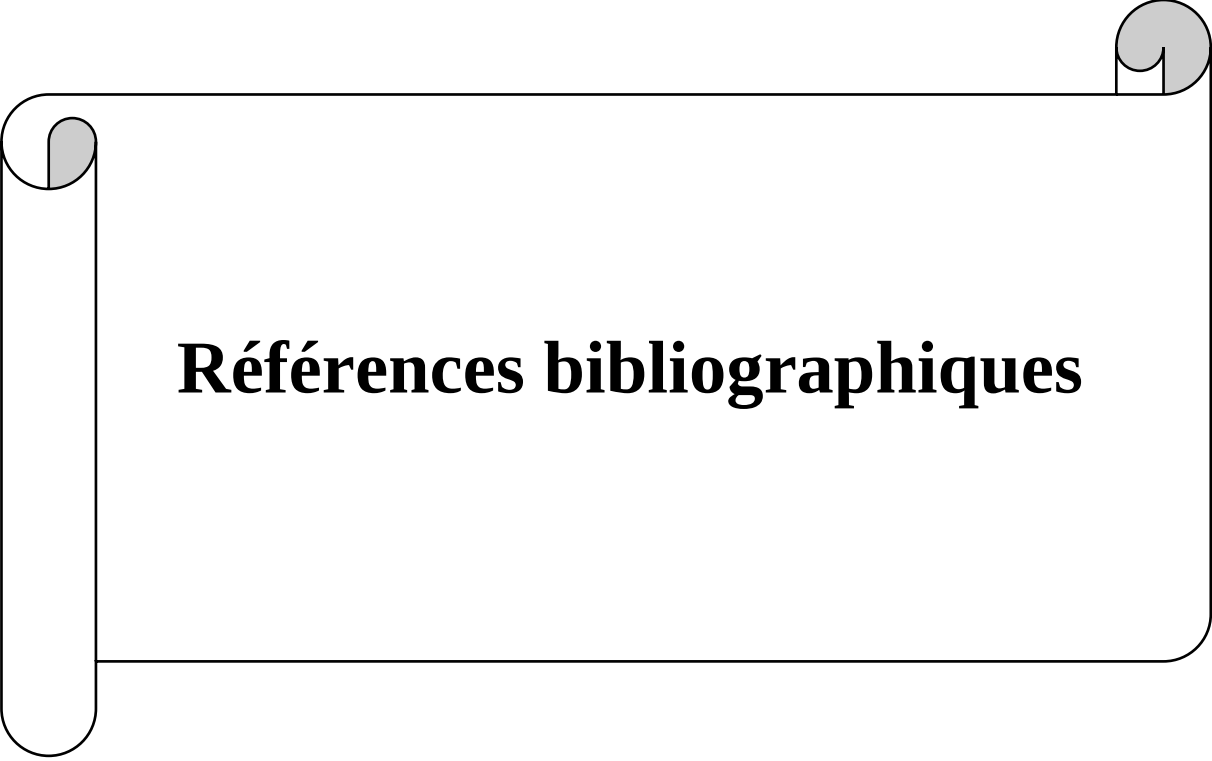
Dans la prolongation de ce travail de master, diverses perspectives peuvent être envisagées :

- Poursuivre l'optimisation des procédés physicochimiques appliqués aux algues (alcalinisation, blanchiment, broyage) dans le but d'améliorer l'adhérence interfaciale entre la matrice et les particules, de diminuer l'hydrophilie et de restreindre la formation d'agglomérats. Une analyse paramétrique plus détaillée pourrait établir un lien direct entre les conditions de préparation, la microstructure et les propriétés mécaniques des composites.

- Étendre la recherche à d'autres matrices polymères, en particulier des résines biosourcées ou des biopolymères thermoplastiques, afin de développer des systèmes davantage biosourcés et d'évaluer l'influence du choix de la matrice sur les propriétés ainsi que sur la durabilité.

- Approfondir la caractérisation mécanique au moyen d'essais de flexion, d'impact ou de fatigue, ainsi que par des tests de vieillissement (hygrothermique, UV), afin de situer avec davantage de précision ces biocomposites dans le cadre d'applications industrielles spécifiques.

- Entreprendre, à une échelle expérimentale, une étude relative à l'analyse du cycle de vie (ACV) ainsi qu'à la faisabilité technico-économique de la valorisation des algues marines en tant que matériaux de renforcement, en prévision d'une éventuelle transition vers une phase industrielle.



Références bibliographiques

Références bibliographiques

1. Ahmed, B., & Sultana, S. (2020). A critical review on PLA-algae composite: Chemistry, mechanical and thermal properties. *Journal of Textile Science and Engineering*.
2. Chichane, A., Boujmal, R., & El Barkany, A. (2023). Bio-composites and bio-hybrid composites reinforced with natural fibers: Review. *Materials Today: Proceedings*, 72, 3471–3479.
3. Berthelot, J. M. (2012). *Matériaux composite*. Lavoisier.
4. Gibson, R. F. (2016). *Principles of composite material mechanics* (4th ed.). CRC Press.
5. Roignant, P., Bono, P., & Tiers, L. (2021). *Matériaux biosourcés : Maturité des différentes filières et gisements. État des connaissances et avis d'experts*
6. El Bayoudi, M. A. (2020). Variation du pH pour la production du Polyhydroxyalcanoate (PHA) à partir des boues secondaires de l'industrie des pâtes et papiers, avec renouvellement périodique des boues (50 et 75% v/v) (Mémoire de maîtrise). Institut national de la recherche scientifique (INRS), Québec, Canada.
7. International Organization for Standardization. (2006). ISO 14040:2006 — Environmental management: Life cycle assessment: Principles and framework. ISO.
8. European Bioplastics. (2023). *Bioplastics market development update 2023*. European Bioplastics e.V
9. European Bioplastics. (2023). *Bioplastics facts and figures*. European Bioplastics e.V.
- Mohanty, A. K., Misra, M., & Drzal, L. T. (2005).
10. Natural fibers, biopolymers, and biocomposites: An introduction. In *Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites* (pp. 1–36). CRC Press
11. Belcadi, O. (2025). Mise en œuvre d'un composite biosourcé et caractérisation en fatigue vibratoire. Thèse de doctorat en mécanique des solides, génie mécanique, productique, transport et génie civil, Normandie Université & Université Ibn Zohr (Agadir, Maroc
12. Badji, C. (2017). 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. Thèse de doctorat en chimie des polymères, Université de Pau et des Pays de l'Adour, France.
13. [22/06/2026 14:24] youssra arbia: Leplanois, T. (2017). Étude par les éléments finis du module d'Young selon les caractéristiques des fibres élémentaires de chanvre et de coco. Mémoire de maîtrise en génie mécanique, École de technologie supérieure (ETS), Montréal, Canada

Références bibliographiques

14. [22/06/2026 14:24] youssra arbia: Placet, V., Cisse, O., & Boubakar, L. (2012). Influence of environmental relative humidity on the tensile and rotational behaviour of hemp fibres. *Journal of Materials Science*, 47, 3435–3446
15. Gogoli, K. (2022). Contribution à l'étude des faisceaux de fibres de lin : analyse des relations morphologie-comportement mécanique-ultrastructure. Thèse de doctorat en sciences des matériaux, Université de Bretagne Sud, France
16. Bruzzese, C. (2023). Composites et matériaux actifs : Utilisation des fibres lignocellulosiques pour l'élaboration de produits biosourcés [Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes].
17. Adapté de Bruzzese, C. (2023). Composites et matériaux actifs : Utilisation des fibres lignocellulosiques pour l'élaboration de produits biosourcés [Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes].
18. Faruk, O., Bledzki, A. K., Fink, H. P., & Sain, M. (2012). Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Progress in Polymer Science*, 37(11), 1552–1596
19. Adapté de Faruk et al. (2012) ; Kabir et al. (2012). Élaboré par l'auteure.
20. Bessadok, A., Marais, S., Gouanvé, F., Colasse, L., Zimmerlin, I., Roudesli, S., & Métayer, M. (2009). Effect of chemical treatments of Alfa (*Stipa tenacissima*) fibres on water-sorption properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(2), 193–203.
21. Achour, A. (2017). Étude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles : valorisation des plantes locales [Thèse de doctorat, Université de Tlemcen]. Université de Tlemcen
22. Bouras, F. (2021). Plasticité et endommagement [Polycopié de cours, Master 2 Structures]. Université 8 Mai 1945 de Guelma, Département de Génie Civil et Hydraulique
23. Mohanty, A. K., Misra, M., & Drzal, L. T. (2005). Natural fibers, biopolymers, and biocomposites. CRC Press.
24. Djebloun, Y. (2018). Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales [Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider de Biskra]. Université de Biskra. S.Kannan "FT-IR and EDS analysis of the seaweeds *Sargassum wightii* (brown

- algae) and *Gracilaria corticata* (red algae)", *Int.J.Curr.Microbiol.App.Sci* (2014) 3(4): 341-351
25. Derksen, G. C., Blommaert, L., Bastiaens, L., Haşşerbetçi, C., Fremouw, R., van Groenigen, J., ... & Timmermans, K. R. (2023). ATR-FTIR spectroscopy combined with multivariate analysis as a rapid tool to infer the biochemical composition of *Ulva laetevirens* (Chlorophyta). *Frontiers in Marine Science*, 10, 1154461.
26. Mayers, J. J., Flynn, K. J., & Shields, R. J. (2013). Rapid determination of bulk microalgal biochemical composition by Fourier-Transform Infrared spectroscopy. *Bioresource technology*, 148, 215-220.
27. Vandanjon, L., Burlot, A. S., Zamanileha, E. F., Douzenel, P., Ravelonandro, P. H., Bourgougnon, N., & Bedoux, G. (2023). The use of FTIR spectroscopy as a tool for the seasonal variation analysis and for the quality control of polysaccharides from seaweeds. *Marine drugs*, 21(9), 482.
28. Cuong, D. X. (2020). Laminarin (beta-glucan) of brown algae *Sargassum mcclurei*: Extraction, antioxidant activity, lipoxygenase inhibition activity, and physicochemistry properties. *World J. Food Sci. Technol*, 4, 31.
29. Oviya, K., & Jayanthi, M. Bioactive Metabolites of *Sargassum wightii* Interact with TIR1, GID1, and AHK4: Insights from GC–MS, FTIR, and Molecular Docking Analyses.
30. Căpriță, F. C. F., Ene, A., & Gosav, S. (2022). ATR-FTIR analysis of filter paper with mass addition of seaweed *Ulva Rigida* C. Agardh. *Analele Universității” Dunărea de Jos” din Galați. Fascicula II, Matematică, fizică, mecanică teoretică/Annals of the” Dunarea de Jos” University of Galati. Fascicle II, Mathematics, Physics, Theoretical Mechanics*, 45(1), 19-22.
31. Damle, Aarti & Mukadam, Madhura. (2026). Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopic Characterisation of Selected Marine Macroalgae from The Ratnagiri Coast, Maharashtra, India. *World Journal of Biology Pharmacy and Health Sciences*. 25. 093-100. 10.30574/wjbphs.2026.25.2.0085.
32. Khan, N., Sudhakar, K., & Mamat, R. (2022). Thermogravimetric Analysis of Marine Macroalgae Waste Biomass as Bio-Renewable Fuel. *Journal of Chemistry*, 2022(1), 6417326.

Références bibliographiques

33. Kumar, Y., Tarafdar, A., Kumar, D., Verma, K., Aggarwal, M., & Badgujar, P. C. (2021). Evaluation of chemical, functional, spectral, and thermal characteristics of *Sargassum wightii* and *Ulva rigida* from Indian coast. *Journal of Food Quality*, 2021(1), 9133464.
34. Mostafa, N. M., Ashour, N., Saleh, M. M., & El-Shoubaky, G. A. (2025). Extraction and Characterization of Alginate Biopolymer from Abundant Brown Seaweeds, Hurghada, Red Sea, Egypt. *J. Chem.*
35. Gerassimidou, S., Velis, C. A., Williams, P. T., & Komilis, D. (2020). Characterisation and composition identification of waste-derived fuels obtained from municipal solid waste using thermogravimetry: A review. *Waste Management & Research*, 38(9), 942-965.
36. El-Gendy, N. S., Hosny, M., Ismail, A. R., Radwan, A. A., Ali, B. A., Ali, H. R., ... & Mubarak, M. (2024). A Study on the Potential of Valorizing *Sargassum latifolium* into Biofuels and Sustainable Value-Added Products. *International Journal of Biomaterials*, 2024(1), 5184399.
37. Cebrián-Lloret, V., Metz, M., Martínez-Abad, A., Knutsen, S. H., Ballance, S., López-Rubio, A., & Martínez-Sanz, M. (2022). Valorization of alginate-extracted seaweed biomass for the development of cellulose-based packaging films. *Algal Research*, 61, 102576.
38. Lesco, K. C., Williams, S. K. R., & Laurens, L. M. (2025). Marine algae polysaccharides: An overview of characterization techniques for structural and molecular elucidation. *Marine Drugs*, 23(3), 105.
39. Wahlström, N., Edlund, U., Pavia, H., Toth, G., Jaworski, A., Pell, A. J., ... & Richter-Dahlfors, A. (2020). Cellulose from the green macroalgae *Ulva lactuca*: isolation, characterization, optotracing, and production of cellulose nanofibrils. *Cellulose*, 27(7), 3707-3725.
40. Wahlström, N., Edlund, U., Pavia, H., Toth, G., Jaworski, A., Pell, A. J., ... & Richter-Dahlfors, A. (2020). Cellulose from the green macroalgae *Ulva lactuca*: isolation, characterization, optotracing, and production of cellulose nanofibrils. *Cellulose*, 27(7), 3707-3725.