

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة المسيلة



كلية/معهد: العلوم

قسم: الكيمياء

الرقم التسلسلي:

الرقم التسجيل:

مذكرة مكملة لنيل شهادة: الماجستير

فرع: كيمياء عضوية

تخصص: كيمياء

العنوان

تحضير ودراسة خصائص مادة مركبة ذات مصفوفة من

البولي استر غير المشبع مقواة بألياف نبات الديس

إعداد الطالبة

قوادري زينات

تاريخ المناقشة: 2014/03/13

أمام لجنة المناقشة المكونة من :

- | | | | |
|-------------------|----------------------|---------------|---------------|
| - والي الدهيمي | أستاذ التعليم العالي | جامعة المسيلة | رئيسا. |
| - مروش عبد الله | أستاذ التعليم العالي | جامعة المسيلة | مشرفا ومقررا. |
| - لياشة مسعود | أستاذ التعليم العالي | جامعة عنابة | ممتحنا. |
| - هوام عبد الكريم | أستاذ التعليم العالي | جامعة قسنطينة | ممتحنا. |
| - بن يحي عز الدين | أستاذ مساعد (أ) | جامعة المسيلة | مدعو. |
| - رفاص عبد الباقي | أستاذ محاضر (ب) | جامعة المسيلة | مدعو. |

السنة الجامعية 2013/ 2014

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة المسيلة



كلية/معهد: العلوم

قسم: الكيمياء

الرقم التسلسلي:

الرقم التسجيل:

مذكرة مكملة لنيل شهادة: الماجستير

فرع: كيمياء عضوية

تخصص: كيمياء

العنوان

تحضير ودراسة خصائص مادة مركبة ذات مصفوفة من

البولي استر غير المشبع مقواة بألياف نبات الديس

إعداد الطالبة

قوادري زينات

تاريخ المناقشة: 2014/03/13

أمام لجنة المناقشة المكونة من :

- | | | | |
|-------------------|----------------------|---------------|---------------|
| - والي الدهيمي | أستاذ التعليم العالي | جامعة المسيلة | رئيسا. |
| - مروش عبد الله | أستاذ التعليم العالي | جامعة المسيلة | مشرفا ومقررا. |
| - لياشة مسعود | أستاذ التعليم العالي | جامعة عنابة | ممتحنا. |
| - هوام عبد الكريم | أستاذ التعليم العالي | جامعة قسنطينة | ممتحنا. |
| - بن يحي عز الدين | أستاذ مساعد (أ) | جامعة المسيلة | مدعو. |
| - رفاص عبد الباقي | أستاذ محاضر (ب) | جامعة المسيلة | مدعو. |

السنة الجامعية 2013/ 2014



تشكرات

يسرني و يشرفني أن أتقدم بخالص الشكر ووافر الامتنان إلى أساتذتي على ما بذلوه من جهد وتحملهم من مشقة جعلها الله في موازين حسناتهم.
وأخص بالتقدير والشكر:

🌹 الأستاذ المشرف: مروش عبد الله مع خالص الاحترام والتقدير على ما قدم من جهد وتوجيهات جزاك الله عنا كل خير.

🌹 الأستاذ: بن يحي عز الدين منبع العون من وجهني دون وهن ،من زودني بكل شحن أشكرك جزيل الشكر.

🌹 الأستاذ دغفل النذير: الذي قدم لنا العون ومد لنا يد المساعدة في تذليل ما واجهتنا من صعوبات .

كما يشرفني أن أتقدم بالشكر الجزيل والثناء الخالص والتقدير إلى :
🌹 الأستاذ: والي الذهبي لقبوله رئاسة لجنة المناقشة .

🌹 الأستاذ: لياشة مسعود لتشريفه لنا وقبوله الدعوة لمناقشة الرسالة.

🌹 الأستاذ: هوام عبد الكريم لقبوله مناقشة الرسالة.

🌹 الأستاذ: رفاص عبد الباقي على حضوره المناقشة.

وفي الأخير نشكر كل من ساعد من قريب أو من بعيد على إتمام هذا البحث.





الإهداء

الحمد لله الذي أعاننا بالعلم وزيننا بالحلم وأكرمنا بالتقوى وأجملنا بالعافية.

أتقدم بإهداء عملي المتواضع إلى:

🌹 من كلكه الله بالهبة والوقار إلى من احمل أسمه بكل افتخار أرجو من الله أن
يمد في عمرك لترى ثمارا قد حان قطافها بعد طول انتظار..... والذي العزيز أطال
الله عمرك.

🌹 من كان دعاؤها سر نجاحي، رمز العطاء وصدق الإباء إلى ذروة العطف
والوفاء لك يا أجمل حواء..... أنت أُمي الغالية أطال الله عمرك.

🌹 من به أكبر وعليه اعتمد، إلى من بوجوده اكتسب قوة ومحبة أريد أن أشكرك
على مواقفك النبيلة.....زوجي إلياس.

🌹 القلوب الطاهرة الرقيقة والنفوس البريئة إلى رياحين حياتي إلى سندي ومصدر
قوتي..... أخواي راجح و كريم.

🌹 إلى الشموع المتقدة التي تنير حياتي إلى من آثروني على أنفسهم.....لأخواتي
فضيلة، آسيا، دليلة، فاطمة و زينب.

🌹 توأم روحي ورفيقة دربي، صاحبة القلب الطيب والنوايا الصادقة.....سهام.

🌹 رمز الصداقة وحسن العلاقة زميلاتي وصديقاتي.



الفهرس

أ	قائمة الاختصارات
ب	قائمة الأشكال
د	قائمة الجداول
1	مقدمة

الجانب النظري

الفصل الأول: دراسة نظرية للألياف النباتية

3	تمهيد
3	I. الألياف
3	1.I. أنواع الألياف وتصنيفها
4	1.1.I. الألياف الإصطناعية
5	1.2.I. الألياف الطبيعية
5	1.2.1.I. ألياف طبيعية ذات أصل حيواني
5	2.2.1.I. ألياف طبيعية من مصدر معدني
5	3.2.1.I. الألياف النباتية
5	أ/ألياف الثمار
6	ب/ألياف الأوراق
6	ج/ألياف السيقان
6	2.I. مميزات الألياف النباتية
6	3.I. الإيجابيات والسلبيات للألياف النباتية كمقويات للمواد المركبة
7	4.I. إنتاج الألياف النباتية
8	5.I. خصائص الألياف النباتية الميكانيكية والفيزيائية
9	6.I. بنية الألياف النباتية
9	6.I.1. بنية ومورفولوجية الألياف
10	7.I. المكونات الأساسية للألياف النباتية
10	1.7.I. السليلوز (cellulose)
11	2.7.I. الهيميسليلوز (hémicellulose)
12	3.7.I. البكتين (pectine)
13	4.7.I. الليجنين (lignine)
14	5.7.I. المستخلصات البسيطة: (Extractibles simples)
14	6.7.I. التانين (tanins)
16	8.I. مكونات بعض الألياف النباتية
17	9.I. الريس Ampelodesma mauritanica

الفصل الثاني: إستخلاص الألياف ومعالجتها كيميائياً

وتحضير المواد المركبة

19 تمهيد
19 1. II. استخلاص الألياف
19 1.1. II. استخلاص السيليلوز
20 2.1. II. استخلاص الهيميسيليلوز
21 3.1. II. استخلاص البكتينات
21 4.1. II. استخلاص الليجنين
22 5.1. II. استخلاص المستخلصات البسيطة
22 2. II. أهم المعاجات الكيميائية للألياف النباتية
22 1. 2. II. المعالجة بالصدود
23 2. 2. II. معالجة الألياف بالسيلان
23 3. 2. II. المعالجة بالبرمنغنات
24 4. 2. II. المعالجة بعملية الأسيلة
24 3. II. تحضير المواد المركبة
24 1.3. II. تعريف المواد المركبة
25 2. 3. III. تصنيف المواد المركبة
25 1.2.3. II. تصنيف المواد المركبة حسب نوع المصفوفة
27 2. 3. II. تصنيف المواد المركبة حسب الشكل
28 3. 3. II. اشكال الدعم
29 4. 3. II. طريقة تحضير المواد المركبة
30 5. 3. II. المصفوفات
30 1.5. 3. II. أنواع المصفوفات
30 1. 1.5. 3. II. المصفوفة العضوية
32 2. 1.5. 3. II. المصفوفات المعدنية Matrices Métalliques
32 3. 1.5. 3. II. المصفوفات الخزفية Matrices céramiques
32 6. 3. II. الصماغات المستعملة
32 1. 6. 3. II. متعدد الاستر غير المشبع
32 1. 1. 6. 3. II. تعريف ومفاهيم أساسية
33 2. 1. 6. 3. II. الخصائص الفيزيائية
33 3. 1. 6. 3. II. الخصائص الكيميائية
33 4. 1. 6. 3. II. الخصائص الميكانيكية

الجانب التطبيقي

الفصل الثالث: الطرائق والأجهزة المستعملة

36	تمهيد
36	1.III.1. الاستخلاص
36	1.III.1.1. المعالجة الأولية
37	1.III.2.1. استخلاص الليجنين Lignine
38	1.III.3.1. استخلاص الدهون Graisse Et Cires
38	1.III.4.1. استخلاص الهولوسيليلوز Hollocellulose
40	1.III.5.1. استخلاص السيليلوز Cellulose
40	1.III.6.1. استخلاص الهيميسيليلوز Hémicellulose
41	2.III.2. تحضير الألياف للمواد المركبة
41	2.III.1.1. المعالجة الميكانيكية
41	2.III.3.2. المعالجة الكيميائية للألياف
42	3.III.3. تحضير المواد المركبة
43	4.III.4. الأجهزة المستعملة
43	أ/ جهاز الأشعة تحت الحمراء FTIR
43	ب/ جهاز الأشعة السينية DRX
43	ج/ جهاز المجهر البصري: Microscope Optique
44	د/ جهاز الشد traction
45	هـ/ جهاز الثني ذو ثلاث نقاط flexion

الفصل الرابع: مناقشة النتائج

48	تمهيد
48	1.IV.1. مكونات الألياف النباتية (الديس)
49	1.IV.1.1. إختبار جهاز طيف الأشعة تحت الحمراء (FTIR) للمكونات
49	1.IV.1.1.1. طيف الأشعة تحت الحمراء للسيليلوز
51	1.IV.1.1.2. طيف الأشعة تحت الحمراء للهيميسيليلوز
52	1.IV.1.1.3. طيف الأشعة تحت الحمراء للجلينين
53	2.IV.2. اختبارات التشخيص للألياف المعالجة كيميائيا والاليف غير المعالجة
53	1.IV.2.1. إختبار جهاز المجهر الضوئي (Microscope Optique)
56	2.IV.2.2. إختبار جهاز طيف الأشعة تحت الحمراء (FTIR) للاليف المعالجة
60	3.IV.2.3. إختبار جهاز الأشعة السينية (DRX)
64	4.IV.2.4. إختبار الشد للمركبات (traction)

67إختبار الثني للمركبات (flexion) 5.2.IV
71خاتمة

قائمة المراجع

الإختصارات:

<i>FTIR</i>	جهاز طيف الأشعة تحت الحمراء
<i>DRX</i>	جهاز الأشعة السينية
<i>E(GPa)</i>	معامل يونغ
<i>A %</i>	استطالة القطع
<i>σ (MPa)</i>	إجهاد القطع
<i>pH</i>	الأس الهيدروجيني
<i>¹H RMN</i>	الرنين النووي المغناطيسي ¹ H
<i>¹³C RMN</i>	الرنين النووي المغناطيسي ¹³ C
<i>UV-VISIBLE</i>	الأشعة فوق البنفسجية والمرئية
<i>NR</i>	المطاط الطبيعي
<i>CMO</i>	مواد مركبة ذات مصفوفة عضوية
<i>CMC</i>	مواد مركبة ذات مصفوفة خزفية
<i>CMM</i>	مواد مركبة ذات مصفوفة معدنية
<i>TP</i>	الراتنج المرن حراريا
<i>TD</i>	الراتنج المتصلب حراريا
<i>PVC</i>	راتنج بولي فينيل كلوريد
<i>UP</i>	راتنج بولي إستر غير مشبع
<i>D</i>	الديس
<i>D 0</i>	الديس غير المعالج
<i>Dxy</i>	X : يرمز للتركيز ، Y : يرمز للزمن بالساعات
<i>MO</i>	: ميكرو أوند
<i>CrI(%)</i>	معامل التبلور
<i>I002</i>	يُميز المستوى 002
<i>IAM</i>	يُميز المناطق غير البلورية
<i>Fmax</i>	القوة المطبقة
<i>S</i>	مساحة مقطع عينة المادة المركبة
<i>Wt</i>	الوزن الكتلي

قائمة الأشكال

الصفحة	الشكل
3	الشكل (1.I): تصنيف الألياف.....
5	الشكل (2.I): تصنيف الالياف النباتية حسب مصدرها.....
7	الشكل (3.I): الانتاج العالمي للألياف النباتية (عدا القطن والخشب) 2001-2008.....
9	الشكل (4.I): البنية العامة للمادة النباتية.....
10	الشكل (5.I): البنية المورفولوجية لنبات الحلفاء.....
10	الشكل (6.I): بنية جزيء السيليلوز.....
11	الشكل (7. I): بنية اللييفات الدقيقة المكونة لليف السيليلوز.....
11	الشكل (8. I): بنية جزيء الهيميسيليلوز.....
12	الشكل (9. I): الغلوسيدات الاساسية المكونة للهيميسيليلوز.....
12	الشكل (10. I): الوحدات الغلوسيدية الأساسية المكونة للمركبات البكتينية.....
13	الشكل (11. I): جزيء الليجنين المكون لمختلف الوحدات.....
13	الشكل (12. I): المونوميرات (الفينيل بروبان) المكونة للينين.....
14	الشكل (13. I): أنواع الروابط الأكثر تواجد في الليجنين.....
15	الشكل (14. I): الوحدة الأساسية للثنائين القابل للانحلال.....
15	الشكل (15. I): الوحدة الأساسية للثنائين المكثف.....
17	الشكل (16. I): صورة لنبته الديس منطقة المسيلة <i>Ampelodesma mauritanica</i>
19	الشكل (1.II): طريقة الحصول على السيليلوز.....
20	الشكل (2.II): بروتوكول الحصول على الهيميسيليلوز.....
21	الشكل (3.II): طريقة مونتني <i>Montiès</i> لاستخلاص الليجنين من الخشب.....
22	الشكل (4.II): معالجة الألياف بمحلول الصود.....
23	الشكل (5.II): المعالجة الالياف بالسيلان.....
24	الشكل (6.II): أسيلة الألياف السيليلوزية.....
24	الشكل (7.II): رسم توضيحي لبنية المادة المركبة.....
27	الشكل (8.II): تصنيف المواد المركبة.....
28	الشكل (9.II): تصنيف المواد المركبة حسب الشكل.....
28	الشكل (10.II): أشكال الدعم للمواد المركبة.....
29	الشكل (11.II): مراحل القولية.....
32	الشكل (12.II): الصيغة الكيميائية -البولي أستر غير المشبع.....
36	الشكل (1.III): مطحون الديس المحضر.....
37	الشكل (2.III): بروتوكول إستخلاص السيليلوز ,الهيميسيليلوز والليجنين.....
37	الشكل (3. III): التقطير الانعكاسي.....
38	الشكل (4. III): ترشيح عينة الليجنين وتحفيها.....
38	الشكل (5. III): إستخلاص الدهون باستعمال جهاز التبخير الدوار <i>rotavapeur</i>
39	الشكل (6. III): الالياف بعد الاستخلاص بالماء والترشيح.....

39 الشكل (7.III): الالياف بعد الاستخلاص بالصود
39 الشكل (8.III): مستخلص الهولوسيليلوز
40 الشكل (9.III): مستخلص السيليلوز المحصل عليه
40 الشكل (10.III): مستخلص الهيميسيليلوز المحصل عليه
41 الشكل (11.III): ورق الالياف المحضرة أحادية التوجه
44 الشكل (12.III): اختبار الشد لعينات المادة المركبة المحضرة
45 الشكل (13.III): مبدأ اختبار الشد ذو ثلاث نقاط
46 الشكل (14.III): جهاز اختبار الشد ذو ثلاث نقاط
50 الشكل (1.IV): طيف الامتصاص FTIR للسيليلوز
51 الشكل (2.IV): طيف الامتصاص FTIR للهيميسيليلوز
52 الشكل (3.IV): طيف الامتصاص FTIR للملح
53 الشكل (4.IV): صور بالمجهر الضوئي توضح اثر تركيز الصود
54 الشكل (5.IV): صور بالمجهر الضوئي توضح اثر زمن المعالجة $C=3wt\%$
55 الشكل (6.IV): صور بالمجهر الضوئي توضح اثر زمن المعالجة $C=6wt\%$
55 الشكل (7.IV): صورة بالمجهر الضوئي للمعالج بالميكرواوند
56 الشكل (8.IV): طيف الامتصاص FTIR يوضح اثر تركيز الصودا على الالياف
57 الشكل (9.IV): أثر تركيز الصود على شدة النبض لبعض مكونات الالياف
57 الشكل (10.IV): طيف الامتصاص FTIR يوضح أثر زمن المعالجة $C=3wt\%$
58 الشكل (11.IV): أثر زمن المعالجة على شدة النبض لبعض مكونات الالياف
58 الشكل (12.IV): طيف الامتصاص FTIR يوضح أثر زمن المعالجة $C=6wt\%$
59 الشكل (13.IV): طيف الامتصاص FTIR يوضح أثر درجة الحرارة
59 الشكل (14.IV): أثر الحرارة على شدة النبض لبعض مكونات الالياف
60 الشكل (15.IV): طيف الاشعة السينية للألياف غير المعالجة
61 الشكل (16.IV): طيف الاشعة السينية للألياف D 15
61 الشكل (17.IV): طيف الاشعة السينية للألياف D 35
61 الشكل (18.IV): طيف الاشعة السينية للألياف D 65
62 الشكل (19.IV): طيف الاشعة السينية للألياف D MO1
63 الشكل (20.IV): طيف الاشعة السينية للألياف D MO3
63 الشكل (21.IV): طيف الاشعة السينية للألياف D MO6
66 الشكل (22.IV): منحني اختبار الشد للمركب D0
66 الشكل (23.IV): منحني اختبار الشد للمركب D65
67 الشكل (24.IV): اجهاد الشد للمركبات D0 و D65
67 الشكل (25.IV): معامل الشد للمركبات D0 و D65
69 الشكل (26.IV): منحني اختبار الشد للمركب D0
69 الشكل (27.IV): منحني اختبار الشد للمركب D65
70 الشكل (28.IV): اجهاد الشد للمركبات D0 و D65
70 الشكل (29.IV): معامل الشد للمركبات D0 و D65

قائمة الجداول

الصفحة	الجدول
4	الجدول (1.I): أنواع الألياف الإصطناعية.....
7	الجدول (2. I): الإيجابية والسلبية للألياف النباتية.....
8	الجدول (3. I): الخصائص الميكانيكية لبعض الألياف.....
16	الجدول (4. I): المركبات الكيميائية لبعض الألياف النباتية.....
26	الجدول (1.II): تصنيف المواد المركبة على حسب المصنوفة.....
31	الجدول (2.II): خصائص المصنوفات المتصلبة حراريا.....
33	الجدول (3.II): الخصائص الميكانيكية لمختلف أنواع البولي أستر والمواد المغموسة فيه.....
48	الجدول (1.IV): نسب مكونات ألياف (الديس) عن طريق الاستخلاص وبعض الألياف الأخرى.....
49	الجدول (2. IV): مقارنة مكونات الياف الديس مع الياف اخرى.....
50	الجدول (3.IV): تفسير شدة النبض والاهتزازات للسيليلوز.....
51	الجدول (4.IV): تفسير شدة النبض والاهتزازات للهيميسيليلوز.....
52	الجدول (5.IV): تفسير شدة النبض والاهتزازات لللينين.....
54	الجدول (6.IV): أثر تركيز الصود على قطر الألياف.....
62	الجدول (7.IV): معامل التبلور للألياف غير المعالجة والمعالجة.....
64	الجدول (8. IV): معامل التبلور للألياف غير المعالجة والمعالجة تحت تأثير الحرارة.....
64	الجدول (9. IV): بعض الخصائص الميكانيكية للمواد المركبة من الياف الديس غير المعالجة والمعالجة (اختبار الشد).....
65	الجدول (10. IV): مقارنة الخصائص الميكانيكية (اختبار الشد) للمركبات المحضرة بالياف الديس واخرى محضرة بالياف الحلفاء.....
68	الجدول (11. IV): بعض الخصائص الميكانيكية للمواد المركبة من الياف الديس غير المعالجة والمعالجة (اختبار الثني).....
68	الجدول (12. IV): مقارنة الخصائص الميكانيكية (اختبار الثني) للمركبات المحضرة بالياف الديس واخرى محضرة بالياف الحلفاء.....

مقدمة

لقد عُرفت الألياف النباتية منذ آلاف السنين من طرف الإنسان واستُعملت كثيرا في عدة مجالات تقليدية وصناعية وطبية وغيرها، وفي السنوات الأخيرة انصب اهتمام الباحثين حول هاته الألياف لتطويرها واستعمالها خاصة في المجال الصناعي من بينها تحضير المواد المركبة، نظرا لما تتمتع به من خصائص فيزيائية وميكانيكية عالية ، صلابة ، خفة في الوزن، قلة التكلفة، صديقة للبيئة، قابليتها للتآكل الحيوي وكبديل للمشتقات البترولية التي هي آيلة للزوال. ورغم هذه الإيجابيات فإن هناك عقبات تعترض الباحثين لتحديد من استعملاتها وخاصة في مجال تحضير المواد المركبة، أهمها هو الخاصية الهيدروفيلية للألياف والتي تجعلها لا تتوافق مع البوليميرات الإصطناعية التي تستعمل في التحضير المذكور سابقا.

هاته المذكرة تهدف لاستغلال بعض أنواع الألياف المتواجدة في منطقة المسيلة (الحوامد) وهي الديس (*Ampelodesma mauritanica*) ودراسة تأثير المعالجة الكيميائية لها على خصائص هاته الألياف وخاصة تأثير الصود. وقد تم تقسيم المذكرة إلى أربعة فصول.

الفصل الأول تناولنا دراسة نظرية حول النباتات بصفة عامة، ثم التطرق إلى الديس مع التطرق إلى البنية المورفولوجية ومكونات هاته الألياف ثم الفصل الثاني تناولنا إستخلاص ودراسة المعالجات الكيميائية للألياف النباتية مثل الصود وكيفية تحضير المواد المركبة أما الفصل الثالث فتناولنا الدراسة التجريبية وقد تم تحضير ألياف الديس تم استخلاص بعض مكوناتها الأساسية كسيليلوز والهيميسيليلوز والليجنين. بعد ذلك تم معالجة الألياف بالصود ومن ثم تحضير المواد المركبة باستعمال البولي استر غير المشبع.

واخيرا الفصل الرابع تناولنا فيه النتائج المحصل عليها ومناقشتها ومن بين الإختبارات المستعملة قصد التعرف على مدى

تأثير المعالجة الكيميائية في مكونات هاته الألياف التي تستعمل في تقوية البوليميرات الإصطناعية، نذكر اختبار FTIR ، DRX ، الميكروسكوب المجهرى و إختبار الشد.

الجانب النظري

الفصل الأول:

دراسة نظرية للألياف النباتية

تمهيد:

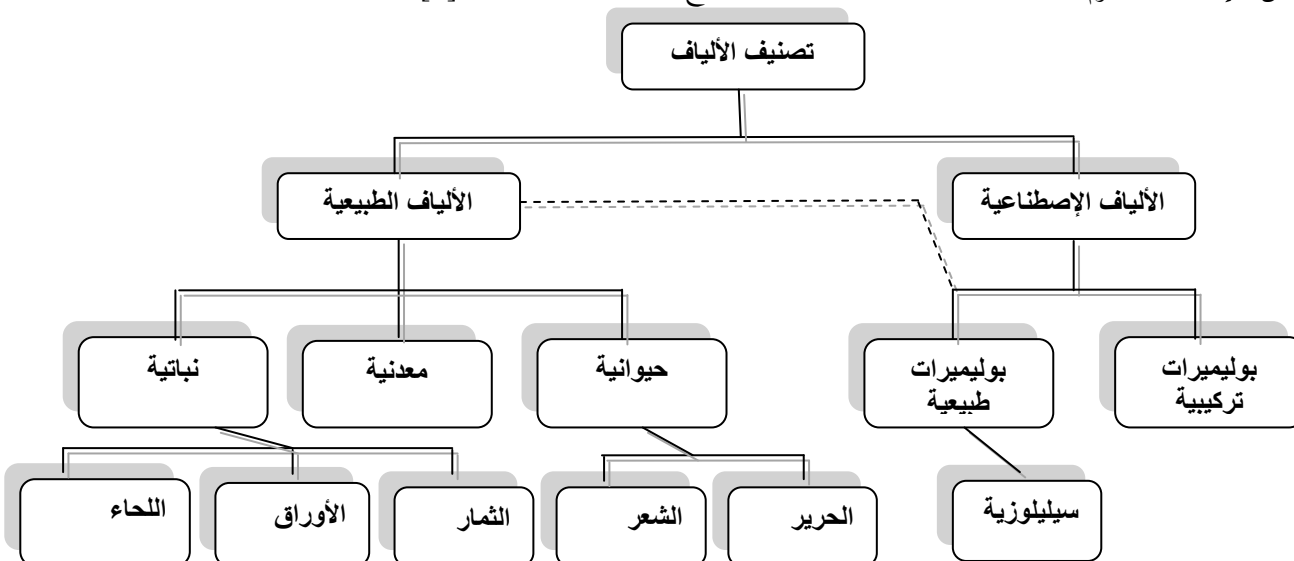
الألياف النباتية عبارة عن بني بيولوجية ذات استعمال واسع في المجالات الصناعية نظرا لما تتمتع به من خصائص فيزيائية وميكانيكية عالية من صلابة ، خفة في الوزن، قلة التكلفة، صديقة للبيئة وغيرها. كما أن تركيبها الكيميائية (السليلوز ،الهيميسليلوز ، الليجنين وغيرها)، لها دور كبير في تحديد خصائصها ومميزاتها، وخلال هذا الفصل تم التطرق إلى أنواع الألياف ومكوناتها وخصائصها الفيزيائية والميكانيكية.

I. الألياف:

الألياف هو مصطلح يطلق على المواد التي تكون على شكل حبال أوخيوط طويلة ذات أقطار صغيرة جدا تتراوح من (3µm -10µm) [1]، وهي تستعمل في تقوية المركبات البوليميرية ، ومن أهمها نجد الألياف النباتية ،الألياف المعدنية ،الألياف الحيوانية ، والألياف الاصطناعية، و لها خواص ميكانيكية متميزة مثل مقاومة الإجهادات ،الصلابة وخصائص العزل ضد الصوت والحرارة.

1.I. أنواع الألياف وتصنيفها:

تنقسم الألياف بشكل أساسي إلى ألياف طبيعية، وألياف اصطناعية كما هو موضح في الشكل 1.I، تتميز الألياف الطبيعية بشكل عام بخواص معينة، فهي تنفك بيولوجيا ، ويمكن الحصول عليها من مصادر متعددة ، بينما تتميز الألياف الاصطناعية بقوتها، متانتها، قلة تكلفتها، وإمكانية أكبر لتعديل خواصها وتركيبها الكيميائي. إن بنية الألياف الطبيعية والاصطناعية مختلفة تماما، لكن بالإمكان أن نقوم بمهندسة الألياف الاصطناعية بحيث تصبح تشبه الألياف الطبيعية [2].



الشكل 1.I: تصنيف الألياف [2].

1.1.I. الألياف الاصطناعية:

وهي تعتمد على مصادر بتروكيميائية وذلك بتشكيل البوليمرات على شكل خيوط تمتاز بمقاومة شديدة للتشوه قوة شد عالية، ضعف إمتصاصها للرطوبة ولها درجة تبلور عالية، من أمثلة هذه الألياف البولي أستر مع العلم أنه توجد عدة أصناف من الألياف الاصطناعية [3]، ومن بينها الأصناف الموضحة في الجدول 1. I.

الجدول 1.I: أنواع الألياف الاصطناعية

الألياف الاصطناعية	
ألياف تركيبية طبيعية: synthétique naturels	ألياف تركيبية: synthétique
<p>ألياف سيليلوزية :</p> <ul style="list-style-type: none"> • ألياف الفيسكوز • ألياف الحرير الصناعي • ألياف أكسيد النحاس النشادري 	<ul style="list-style-type: none"> • بولي أميد • بولي إستر • بولي فينيل • بولي أوليفين Polyolefin
<p>ألياف بروتينية تركيبية :</p> <ul style="list-style-type: none"> • ألياف الكازين • ألياف الفول السوداني • ألياف الصويا 	
<p>ألياف بروتينية أخرى :</p> <ul style="list-style-type: none"> • ألياف المطاط الطبيعي • ألياف السيليكات • ألياف السيليكا 	

تدخل الألياف الاصطناعية في تكوين معظم البوليميرات المستعملة في الصناعات الحديثة ولذلك يجب الحرص على أنها تتمتع بصفات فيزيائية وكيميائية معينة [3] مثل:

- وجود قوى جزيئية عالية بين سلاسل البوليميرات .
- درجة الانصهار والتلين عالية نسبيا.
- يجب أن تكون الألياف مقاومة للاشتعال ،غير سامة وغير مسبقة للحساسية.

I. 1. 2. الألياف الطبيعية:

هي أقدم الألياف استعمالاً وأوسعها انتشاراً، تعتبر المصدر الثابت والمتجدد للألياف و تتوفر من مصادر طبيعية ، ويمكن تصنيفها إلى ألياف حيوانية ، معدنية ونباتية.

I. 1. 2. 1. ألياف طبيعية ذات أصل حيواني: (ألياف بروتينية):

هي الألياف التي يكون مصدرها حيواني وأساس هذه الألياف عبارة عن بروتينات وأهم هذه الألياف الحيوانية الصوف شعر الجمل ، شعر المعزة الفارسية ، ألياف الغرو ، الحرير ، البكة ، أنغورا ، حرير العنكبوت.

I. 2. 1. 2 ألياف طبيعية من مصدر معدني :

وهذه المجموعة محدودة الأهمية ويعتبر الأسيستوس (Asbestos) أهم هذه الألياف والذي يؤخذ من صخور طبيعية.

I. 3. 2. 1. الألياف النباتية :

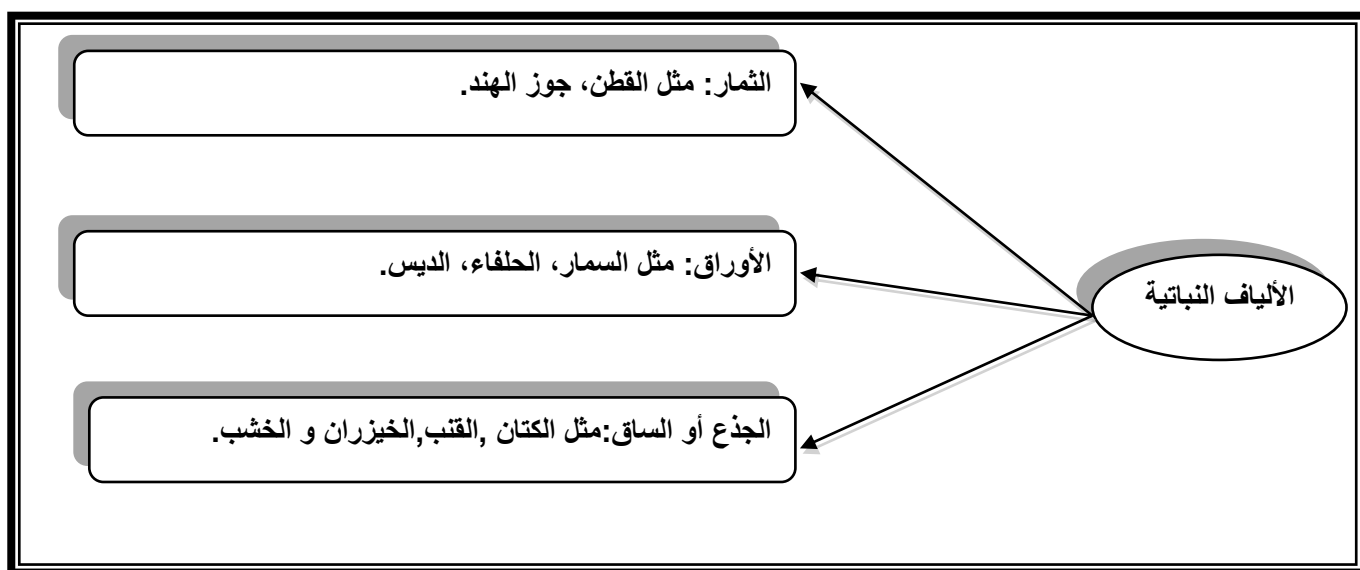
يمكن للألياف النباتية أن تدرج من أقسام مختلفة من النباتات: الثمار، الأوراق، الساق أو من الجذور والشكل I. 2. يوضح ذلك.

/ألياف الثمار أو الفواكه (Les fibres de graines ou de fruits)

تعتمد أساساً على الثمار أو الحب ، قصيرة ورقيقة مثل ألياف جوز الهند (fibre de Coir) وألياف القطن الذي يعتبر

من الألياف الطبيعية الأكثر تواجداً في العالم. وقد تجاوز حديثاً إنتاجه، إنتاج الألياف التركيبية تريفتالات بولي إيثيلين (PET

(polyéthylène téréphtalate



الشكل I. 2. تصنيف الألياف النباتية حسب مصدرها [4].

ب/ألياف الأوراق: (Les fibres de feuilles)

هي عادة أكثر طولاً بسبب كبر حجم الأوراق، وتستعمل في النسيج (الخيوط) كما تستعمل كمواد أولية لصناعة الحبال والخيوط المفتولة ومثال على ذلك السمار والحلفاء.

ج/ألياف السيقان: (Les fibres libériennes)

وهي على شكل حزم من الألياف، منها التي تنقل الماء من الجذور إلى الأوراق وأخرى مسئولة عن ربط نهايات الألياف ومن بينها ألياف الكتان و القنب.

2.I. مميزات الألياف النباتية:

تمتلك الألياف النباتية العديد من المميزات منها:

- القدرة على التجديد (recyclable)
- القدرة على التخزين
- كثافتها الضعيفة تعتبر ورقة رابحة في خفة وزن المواد المقواة بها خصوصاً في مجالات النقل (السيارات، السفن، الطائرات...).
- قابلية التحلل تجعلها مفيدة للبيئة [4].

3.I. الإيجابيات والسلبيات للألياف النباتية كمقويات للمواد المركبة:

هناك دراسات أثبتت أن المواد المركبة المقواة بالألياف الطبيعية أكثر توافق مع البيئة منها بالنسبة المقواة بالألياف التركيبية كما أنها تستهلك طاقة أقل، بالإضافة إلى خفة وزن الألياف مما يسمح باستهلاك أقل للوقود وبالتالي أقل تلوث وهو ما يميز هذا النوع من الألياف النباتية. يوضح الجدول I. 2 أهم الإيجابيات والسلبيات للألياف النباتية.

الجدول I. 2: الإيجابيات والسلبيات للألياف النباتية [5 - 8].

الاييجابيات	السلبيات
✓ تكلفة ضعيفة.	✓ امتصاص الماء.
✓ تحلل حيوي.	✓ ألياف غير ثابتة الأبعاد.
✓ لا إثارة جلدية أثناء التعامل مع الألياف.	✓ تغير النوعية والخواص بناء على بيئة النشأة والمناخ.
✓ لا يشكل رماد عند الحرق.	✓ ألياف متباينة الخواص.
✓ مصادر قابلة للتجديد.	✓ طريقة التخزين (بعيدا عن الحرارة وأشعة الشمس وطريقة توضعها)
✓ مقاومة وصلابة.	
✓ العزل الجيد للحرارة والصوت.	

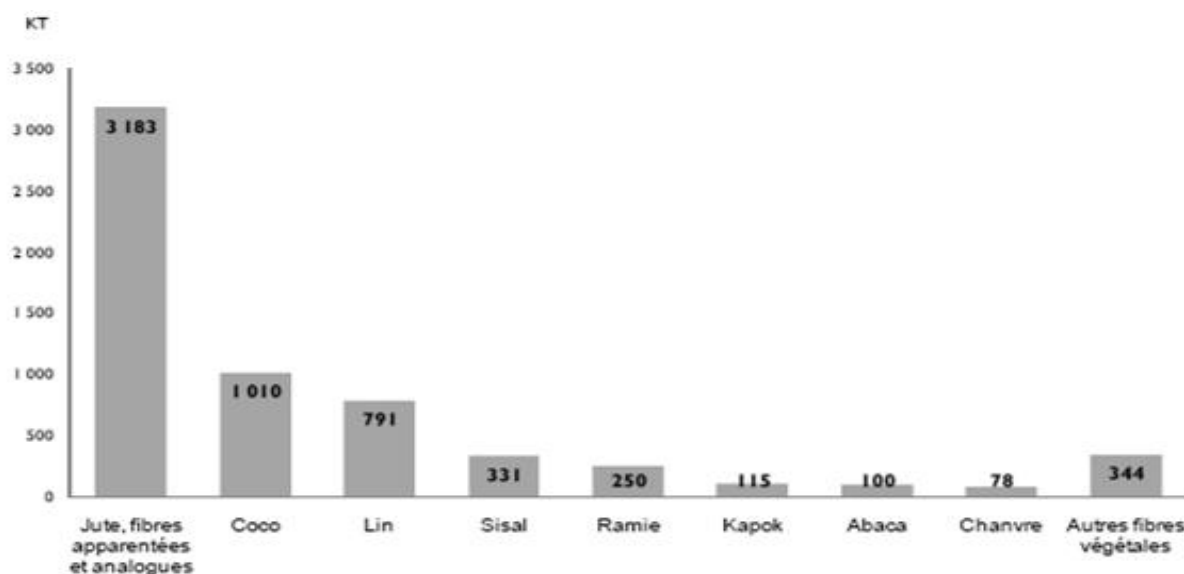
I. 4. إنتاج الاليف النباتية:

قدر الانتاج العالمي السنوي للألياف النباتية حوالي 6200 kT (عدا القطن 2600 kT والخشب) وذلك خلال السنوات

2001-2008 [4]. يمثل الجوت (jute) نصف الإنتاج العالمي من الألياف النباتية، مصانع هذه الأخيرة توظف بصفة مباشرة وغير

مباشرة حوالي 11 مليون شخص عبر العالم، بعدها يأتي تصنيف جوز الهند و ألياف الكتان في المستوى الثاني والثالث على

الترتيب (13، 16%) من الإنتاج العالمي كما هو موضح في الشكل البياني I. 3.



الشكل I. 3: الإنتاج العالمي للألياف النباتية (عدا القطن والخشب) 2001-2008 [4].

I.5. خصائص الألياف النباتية الميكانيكية والفيزيائية:

يوضح الجدول I.3 أهم الخصائص الميكانيكية لبعض الألياف والتي تستعمل كتقوية للمواد المركبة، من الملاحظ أن القيم مختلفة حتى بالنسبة لنفس النوع من الألياف وذلك يعود إلى اختلاف المصدر ، التوزيع ، شروط النمو وجني الألياف كما أن خصائص الألياف مثل هندسة وبنية الألياف ، الحرارة ، الرطوبة وغيرها لها دور مهم في اختلاف الخصائص الميكانيكية.

الجدول I.3: الخصائص الميكانيكية لبعض الألياف [9].

الألياف	معامل يونغ E(GPa)	استطالة القطع % A allongement à la rupture	إجهاد القطع σ (MPa) contrainte à la rupture	الكتلة الحجمية (Kg /m ³)
الاياف التركيبية				
الزجاج E الخيوط الصناعية	73-72	3	2400-2000	2,54
الكربون				
توراي T300	230	1,5	3530	1,9-1,7
ثورنيل P-120S	825	0,3	2350	2-1,87
أراميد كفلار 49	120	2,9	3620	1,44
الاياف النباتية				
الكتان	85-12	4-1	2000-600	1,54
رامي	128-61,4	3,8-1,2	938-400	1,56
قنب	35	1,6	389	1,07
جوز الهند	6-4	40-15	175-131	1,15
القطن	12,6-5,5	8-7	597-287	1,6-1,5
الاياف الحيوانية				
دودة القز	16	15	650	
سرطان بحري	7	30	600	

I. 6. بنية الألياف النباتية:

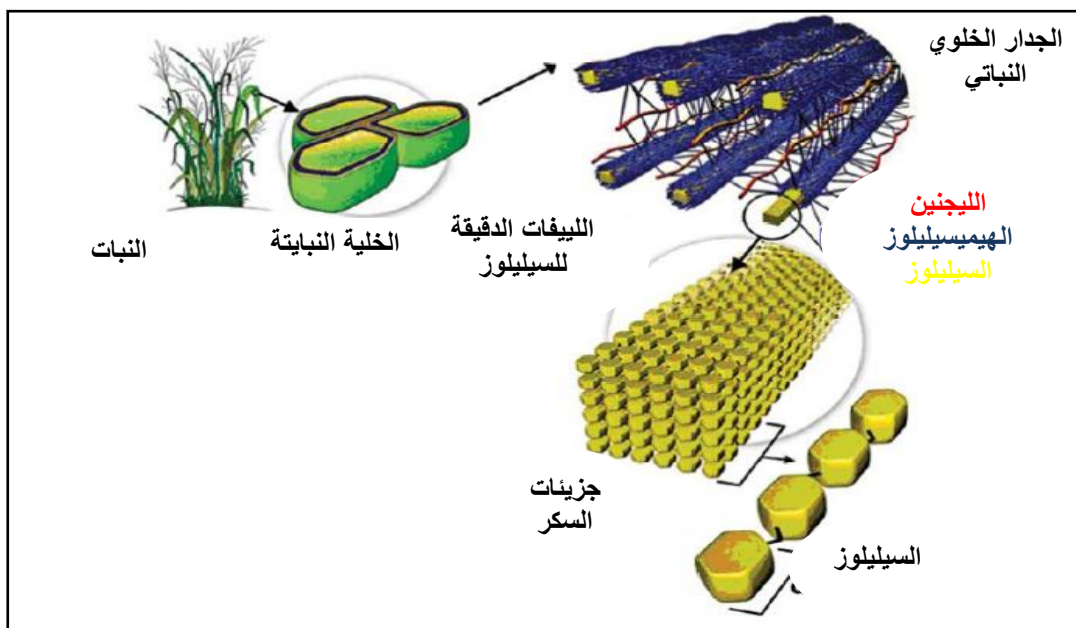
يتكون الجدار الخلوي النباتي من ليفيات دقيقة حيث أن كل ليف على شكل مركب متعدد الطبقات، حيث يلعب الليجنين

والهيميسيليلوز دور المصفوفة التي تحيط بعنصر بنيوي صلب جدا وهو السيليلوز كما هو مبين في الشكل I.4 [10] تتكون البنية

البيولوجية للألياف أساسا من الهولوسيليلوز (holocellulose) وهو عبارة عن السيليلوز و الهيميسيليلوز والخشبين (الليجنين) والدباغ

(البكتين) [11] وبنسبة أقل تحتوي الألياف مواد قابلة لاستخلاص (extractible) بروتينات وبعض المركبات غير العضوية [12].

كما أن نسبة الهولوسيليلوز و الليجنين تختلف وفق طبيعة الألياف النباتية (الخشب، القنب، قصب السكر...).

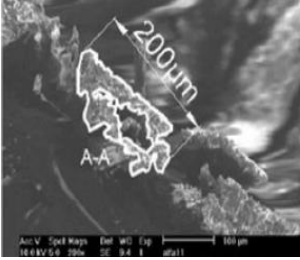
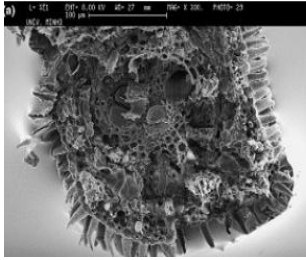
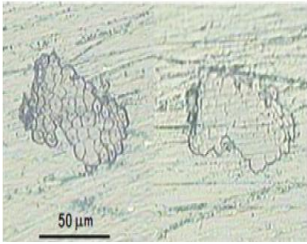
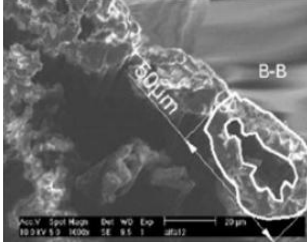


الشكل I.4: البنية العامة للمادة النباتية [11].

I. 6. 1 بنية ومورفولوجية الألياف: (Structure et morphologie des fibres)

بصفة عامة، فإن بنية الألياف غير متجانسة الأجزاء والصغيرة منها عبارة عن خيوط سيليلوزية أو ليفيات طولها

2-5mm وقطرها من 5-10 μm ، هذه الأخيرة مرتبطة فيما بينها بالهيميسيليلوز لتكون الليف (الشكل I.5) [13].

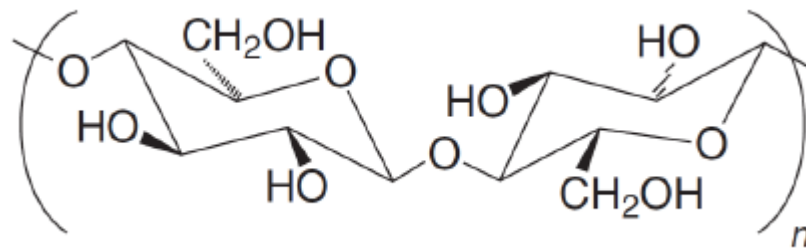
	
<p>ب): مقطع عرضي لحزمة الألياف [13].</p>	<p>أ): مقطع عرضي للساق [13].</p>
	
<p>د): مقطع عرضي لخيوط سيليلوزية [13].</p>	<p>ج): مقطع عرضي للألياف [14].</p>

الشكل 5.I: البنية المورفولوجية لنبات الحلفاء.

7.I المكونات الأساسية للألياف النباتية:

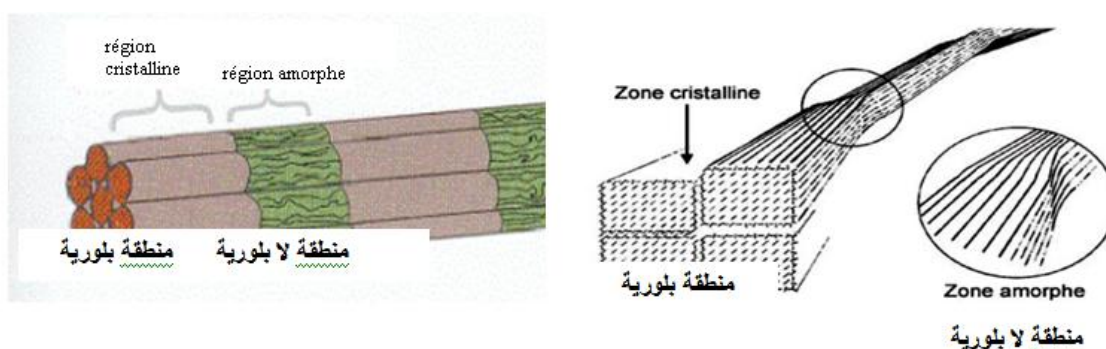
1.7.I السيليلوز (cellulose)

يعتبر السيليلوز المكون الرئيسي للجدار الخلوي للنباتات ، هذا البوليمير الغلوسيدي يشكل البنية الأساسية للعديد من النباتات، نسبته تتغير حسب نوع النبات حيث يوجد بنسبة 40 % في الخشب ومن 80 إلى 85% في القطن [11،15،16]. السيليلوز هو جزيء مجهري ذو سلسلة طويلة من حلقات غلوكوبيرانوز (glucopyranose) مع رابطة غليكوزيدية من 1-4 β. الوحدة الأساسية المتكررة تتكون من ارتباط غليكوزين وتسمى السيلوبوز (cellobiose) كما هو موضح في الشكل 6.I.



الشكل 6.I: بنية جزيء السيليلوز [17].

إن مجموعات الهيدروكسيل المتعددة هي المسؤولة عن السلوك والصفات الفيزيوكيميائية للسيليلوز، ولها القدرة على تشكيل نوعين من الروابط الهيدروجينية وذلك حسب موقعها في وحدة الغليكوز، هذه الروابط الهيدروجينية يمكن أن تتواجد بين وظيفتي هيدروكسيل متجاورتين في نفس السلسلة السيليلوزية بين الروابط التي توجد داخل الجزيئات (liaisons intramoléculaires) أو بين سلسلتين متجاورتين للروابط بين الجزيئات (liaisons intermoléculaires)، هذه الأخيرة هي المسؤولة عن تكوين اللييفات الدقيقة [18]، و هناك روابط هيدروجينية أخرى يمكن أن تربط جزيئات الماء بالسيليلوز بروابط قوية، يعتبر السيليلوز جزيئة مجهرية لييفية، تتكون من منطقة بلورية مرتبة ومنظمة ومنطقة لابلورية غير منظمة (الشكل I.4).

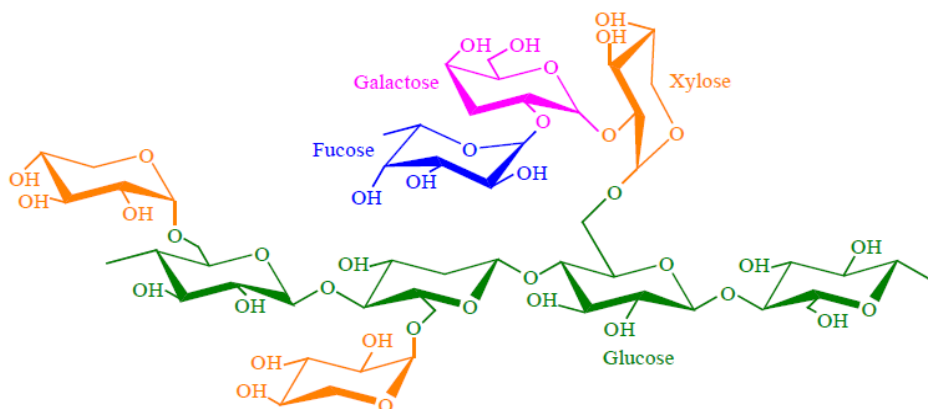


الشكل I.7: بنية اللييفات الدقيقة المكونة لليف السيليلوز [19].

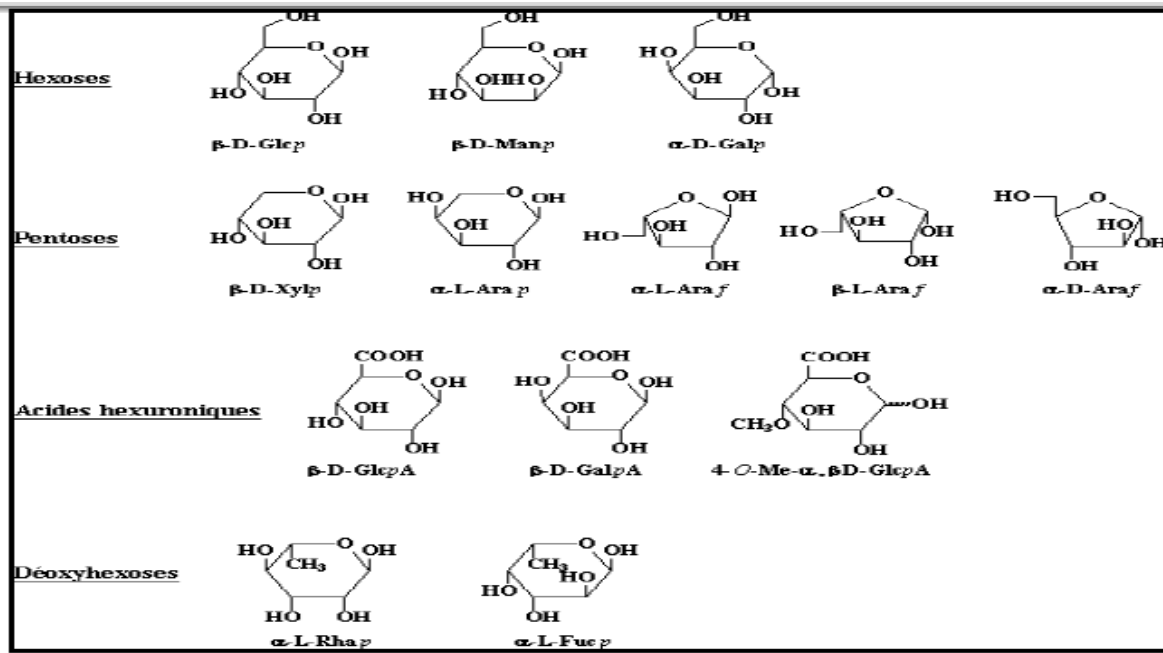
حسب الباحث هاتشي (D.HATSCH) [20]، فإن السيليلوز يتكون من 1000 إلى 10000 ناتج من D (D-glucose) - غليكوز، كما أن ألياف السيليلوز تتكون من 500 000 جزيئة سيليلوز تقريبا، هذه البنية تحوي حوالي 2.5 مليار هيدروجين وهي تفسر مدى قوة السيليلوز على الرغم من أن الرابطة الهيدروجينية أقل 10 مرات من الرابطة التكافئية.

I. 2.7. الهيميسيليلوز (hémicellulose)

الهيميسيليلوز عبارة عن جزيئات مجهرية متعددة السكريد (polyosides) غير سيليلوزية متواجدة في الجدار الخلوي للنبات (الشكل I.8) وهو ينحل في الماء، ويشكل 15-30% من المادة الجافة [21].



الشكل I.8: بنية جزيء الهيميسيليلوز [22].



الشكل 9: الغلوسيدات الأساسية المكونة للهيميسيليلوز [23].

3.7.1. البكتين (pectine)

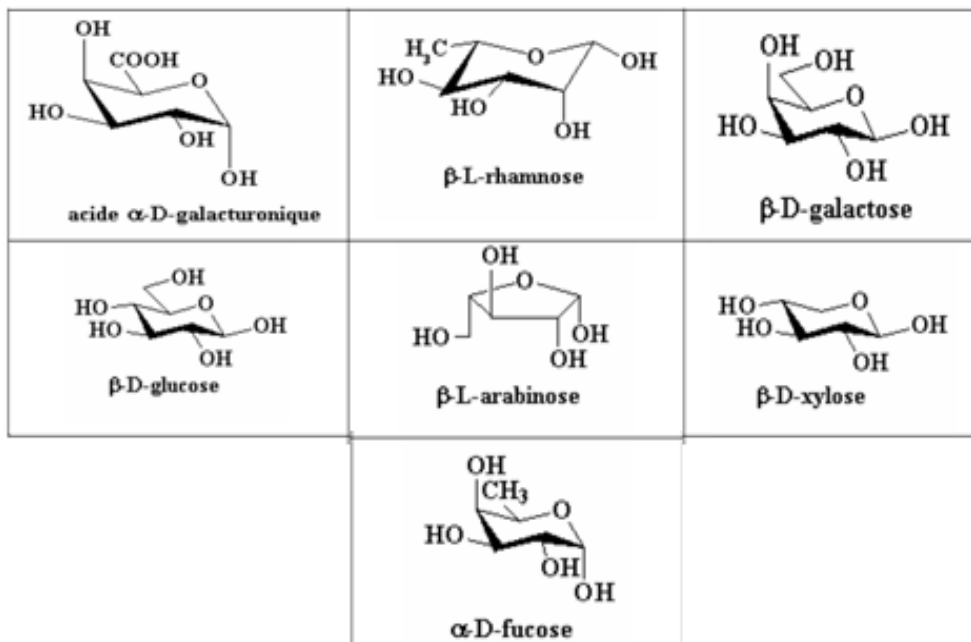
تتواجد المركبات البكتينية (الهلامية) بنسب مختلفة في أغلب النباتات (حوالي 1% في الخشب) وهي تلعب دور الملائم

داخل الخلية (intracellulaire) وتساهم في التحام النسيج النباتي.

أما على المستوى البنوي فإن البكتينات هي متعددة السكريات/الغليكوز الذي يكون هيكله خطي ويتكون أساساً من تسلسل

وحدات حمض α -D-جلالكترونيك (α -D-galacturonique) تترابط فيما بينها بروابط تتقاطع بوجود وحدات من

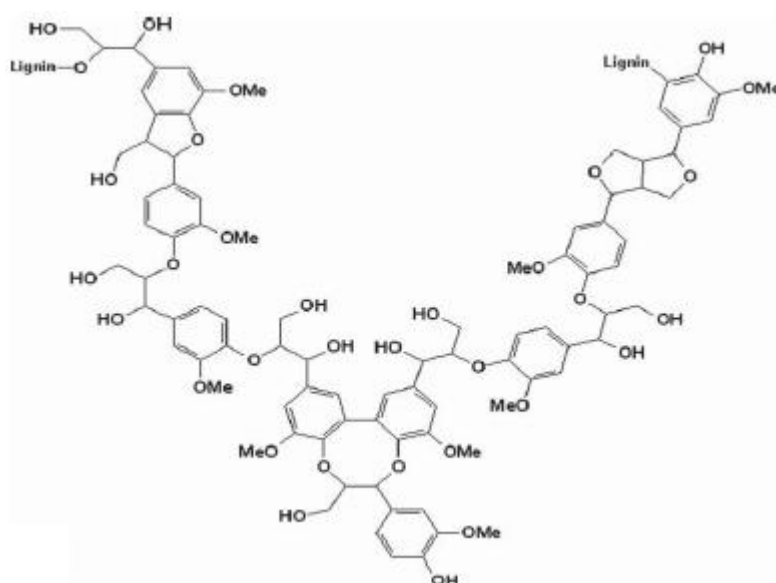
L-رامنو بيرانونوز (L-rhamnopyranose)، (الشكل 10.I) [24].



الشكل 10.I: الوحدات الغلوسيدية الأساسية المكونة للمركبات البكتينية [19].

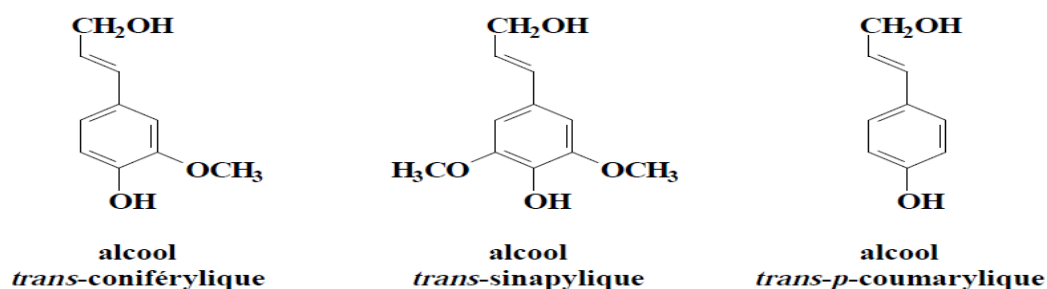
I. 7. 4. الليجنين: (lignine)

يعتبر الليجنين (الشكل I.11) مادة عضوية قابلة للتجدد متواجدة بكثرة على سطح الأرض كما ان الليجنين الأولي (protolignine) هو الجزء غير السكري الأكثر أهمية في الألياف النباتية [17، 19]. ويتكون من بوليميرات فينولية لا بلورية تملك ثلاث وحدات مختلفة (الشكل I.12) ، إن بنية الليجنينات هي جد معقدة بسبب وجود العديد من أنواع الروابط بين مختلف الوحدات أكثرها تواجد مدرجة في الشكل (I. 13) ، وبالعكس بالنسبة لبعض البوليميرات النباتية الأخرى مثل السيليلوز أو المطاط الطبيعي ، والتي لها صيغة بنوية عامة. الليجنين الأولي يكون مرتبط بروابط تكافئية مع مختلف مركبات متعددة السكريات/الجليكوز في خلايا الخشب [25].

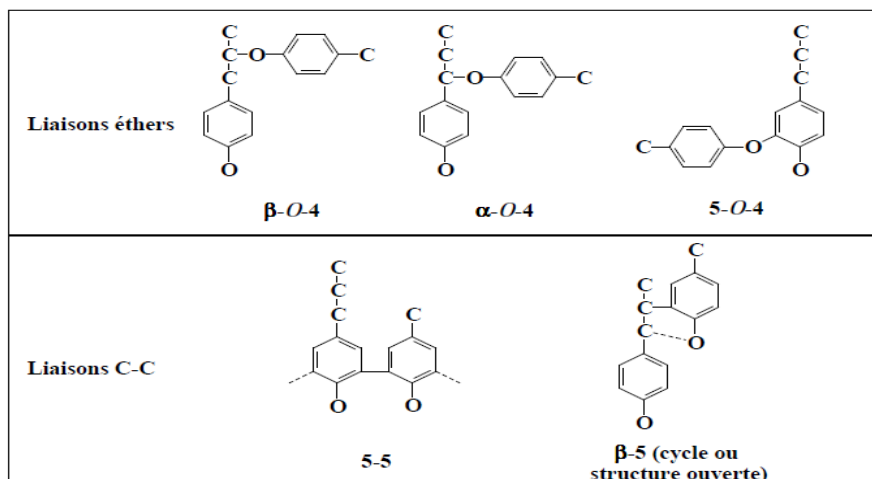


الشكل I. 11: جزيء الليجنين المكون لمختلف الوحدات [17، 19].

دور الليجنين في يتركز في سد الفراغات بين اللييفات الدقيقة ويلعب دور الملاط ليمنح النبات (الخشب) مقاومته وتماسكه وتراصه، هذا البوليمير ذو وحدة (فيني بروبان) لا ينحل في الماء والاحماض والمذيبات العضوية الشائعة لكن تنحل جزئيا في المحاليل القلوية [26].



الشكل I. 12: المونوميرات (الفينيل بروبان) المكونة للينين [17، 19].



الشكل I. 13: أنواع الروابط الأكثر تواجد في الليجنين [27].

I. 5.7 المستخلصات البسيطة: (Extractibles simples)

هذه المستخلصات عبارة عن مركبات قابلة للإذابة في المذيبات العضوية (إيثر البترول، ميثانول، ثنائي كلوروميثان...) أو

في الماء، وهي تحتوي تشكيلة واسعة من المواد الكيميائية (الآلاف منها)، أغلبها ذات وزن جزيئي ضعيف، منها المحبة للرطوبة أو

الكارهة للرطوبة، هذه الأخيرة ليست مكون أساسي حيث تتواجد بنسبة 2 إلى 8% من المادة الجافة .

I. 6.7 التانينات (tannins)

تصنف عادة ضمن عائلة المستخلصات، وهي تشكل من 2 إلى 5%، وفي الواقع هذه المركبات الملونة تستعمل في مصانع

دباغة الجلود. ينقسم التانين إلى مجموعتين: تانينات قابلة للتمييه (les tannins hydrolysables)، تانينات متكاثفة (les

tannins condensés) [28].

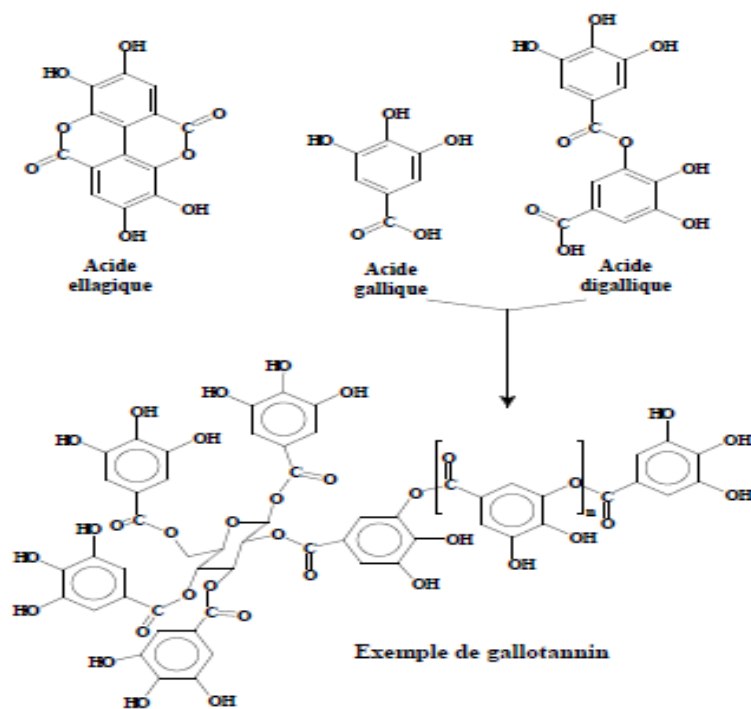
أ/ التانينات القابلة للذلل بالماء: (les tannins hydrolysables)

وهو خليط من المركبات الفينولية البسيطة مثل حمض إيلاجيك (acide ellagique)، واستر الغلوسيد وبصفة أكثر حمض

الغاليك (acide gallique) وحمض ثنائي الغاليك (acide digallique)، هاته الاسترات تحمل اسم غالوتانين

(gallotannins)، وتستعمل كأساس في صناعة راتنج فينول فورمالدهيد (résine phénole-formaldehyde)

(الشكل I.14).

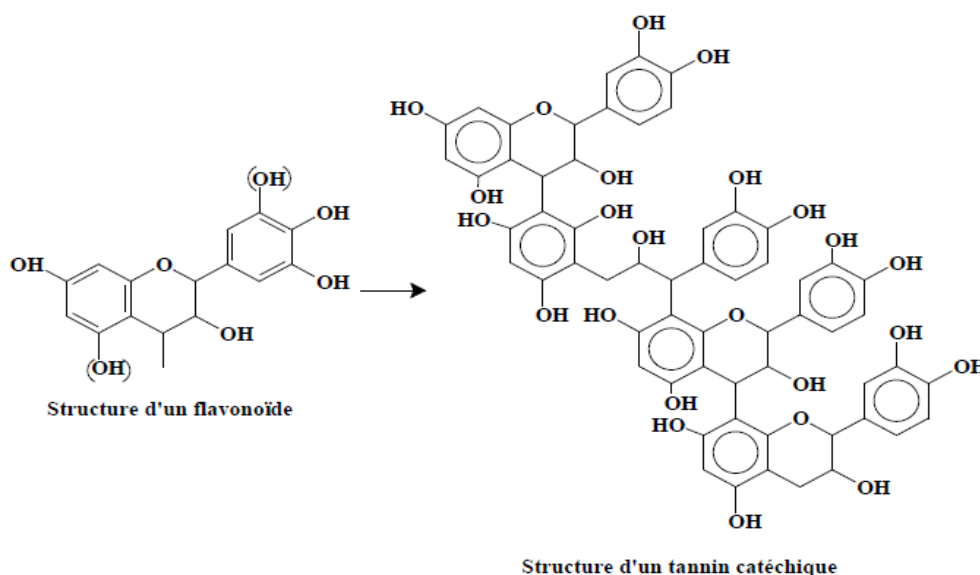


الشكل I. 14: الوحدة الأساسية للتانين القابل للانحلال [29].

ب/التانينات المتكاثفة: (les tannins condensés)

الوحدة الأساسية المكونة له هي الفلافونويد يمكن أن يتكرر من 2 إلى 30 مرة على حسب مصدره وهي أيضا تحمل إسم

تانين كاتيشيك (tannins catéchiqes) على مستوى التصنيع يستعمل كمادة لاحمة (دبق) (الشكل I. 15).



الشكل I. 15: الوحدة الأساسية للتانين المكثف [29].

8.I. مكونات بعض الألياف النباتية:

إن مكونات الألياف النباتية ونسبها تلعب دور مهم في تغيير خصائصها ، وتعتبر أهم مكونات ألياف السيليلوز الذي يعتبر المكون الغالب والرئيسي في جميع الألياف حيث تتراوح نسبته من 28 إلى 85% يأتي بعد ذلك الليجنين (2-45%) والهيميسيليلوز (0,15-38%) اللذان يلعبان دور الرابط بين ليفات السيليلوز ونظرا لأهمية هاته المكونات قام العديد من الباحثين بدراسة وتحديد المركبات الكيميائية للألياف النباتية المجموعة في الجدول 4.I.

الجدول 4.I: المركبات الكيميائية لبعض الألياف النباتية [12، 30-34].

نوع الليف	السيليلوز (%)	الليجنين (%)	الهيميسيليلوز (%)	البكتين (%)	رماد (%)	السيليس (%)
<i>fibres de pailles</i> ألياف التبن						
القمح	35-29	21-16	27(26-32)	-	9-4,5	7-3
الشعير	34-31	15-14	(29-24)	-	7-5	6-3
<i>periliberiennes</i> ألياف بيرليبيريان						
الحلفاء	38-33	19-17	32-27	-	8-6	-
ألياف القصب	44,75	22,8	20	-	3	2
<i>fibres de centrales</i> ألياف مركزية						
الكتان	47-43	23-21	16(26-24)	2,3	5	-
جوز الهند	43-36	45-41	0,25-0,15	1,9	-2,7 10,2	-
<i>fibres de feuilles</i> ألياف الورق						
الاناناس	82-70	12-5	18	-	0,9-0,7	-
الموز	65-60	10-5	8-6	-	4,7	-
<i>fibres de graines</i> ألياف الحب						
نسالة القطن	85-80	-	3-1	-	2-0,8	-

9.I. الديدس (*Ampelodesma mauritanica*)

إسمه اللاتيني (*Ampelodesma mauritanica*)، هذه النبتة ثنائية الفلقة، من عائلة العشيبيات دائمة تستوطن في المناطق

الاستوائية (بالأحرى الجافة).

مميزاته: هذا النبات له فوائد إيكولوجية ، إقتصادية وإجتماعية

- لا يحتاج لمبيدات حشرية أو سماد التي تضر بالبيئة

- يستهلك القليل من الماء

- جنيه واستعمالاته يمنح فرص عمل وينقص نسبة البطالة وبالتالي يحسن مستوى المعيشة.

9.I.1. البنية المورفولوجية للنبتة: (*La morphologie de la plante*)

نبات الديدس عبارة عن عشبة صلبة بدل أن تكون نبتة عادية بساق كبيرة مع تفرعات و أوراق هي عبارة عن عدة سيقان

تتشارك في نفس الجذر طولها يصل إلى 2 متر بين الجذور والساق (الشكل I. 16). جذورها متفرعة مما يجعلها مثبة في الأرض. تتواجد

هذه النبتة في حدود الصحراء أين تكون التربة غير صلبة كما يساعد هذا النوع على مكافحة التصحر وعوامل التعرية.



الشكل I. 16: صورة لنبتة الديدس من منطقة الحوامد (المسيلة)

(*Ampelodesma mauritanica*)

الفصل الثاني:

إستخلاص الألياف ومعالجتها كيميائيا

وتحضير المواد المركبة

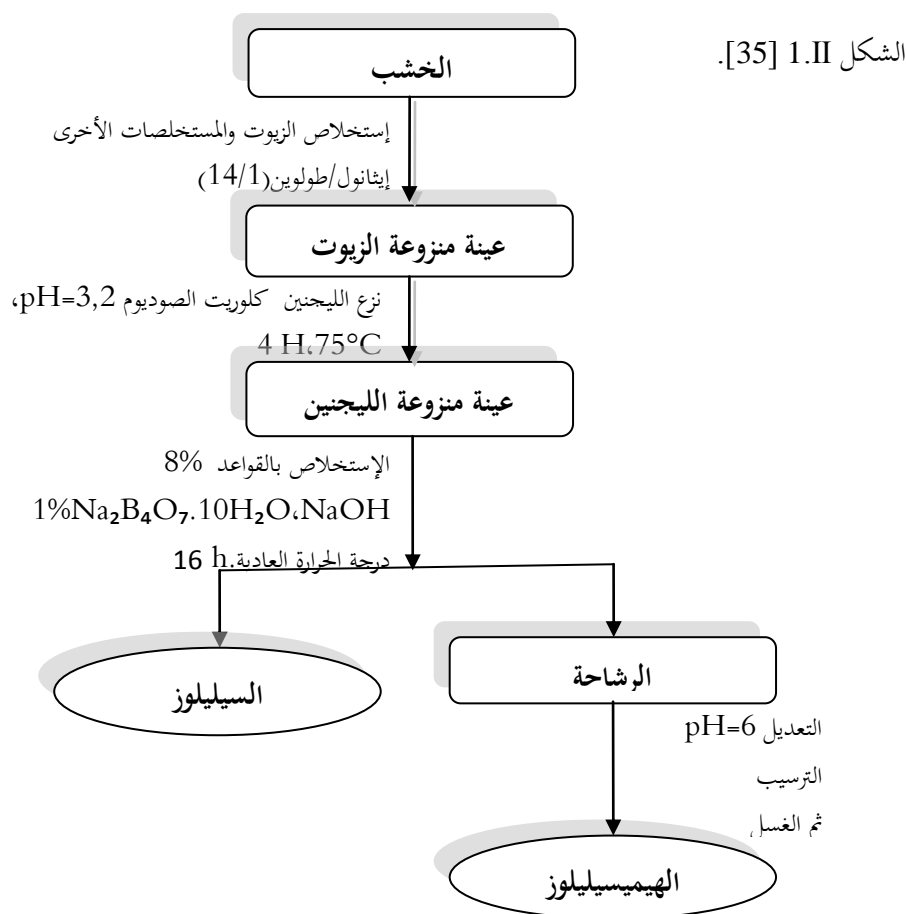
تمهيد:

إن بنية المواد مركبة تشبه الألياف النباتية حيث يمثل فيها السيليلوز المكون الأساسي (مواد التقوية) و الهيميسيليلوز والليجنين يمثلان دور المصفوفة، حيث تتحكم نسبة مواد التقوية في المواد المركبة في درجة الليونة والقطع وغيرها من الخصائص، كما أن هندسة الألياف النباتية، تركيبها الكيميائي والفيزيائي، بنيتها، نسبة السيليلوز، درجة البلمرة وغيرها تتحكم في خصائص الألياف الطبيعية، لذلك نقوم باستخلاص الألياف ودراسة مكوناتها وخصائصها ومختلف المعالجات الكيميائية لتحسين خصائصها ومردودها، ومن خلال هذا الفصل تم دراسة طرائق استخلاص الألياف كما تم التطرق لمختلف المعالجات الكيميائية لتحسين خصائص الألياف كمادة تقوية والتقليل من سلبياتها .

II. 1. استخلاص الألياف:

II. 1.1. استخلاص السيليلوز:

توجد عدة طرائق للحصول على السيليلوز، المعالجات الكيميائية للألياف تسمح بإلغاء كل المكونات النباتية غير السيليلوز. هذه الاستخلاصات تؤثر في البداية على مركبات الغلاف الخارجي ثم على مكونات الجدار الخلوي، كما هو موضح في



الشكل II.1: طريقة الحصول على السيليلوز [35].

الناتج النباتي الاجمالي أولاً ينزع منه الزيوت، الصماغات ومستخلصات تُكون الجزء الخارجي من الخلية تليها مرحلة تتركز

على الحصول على الهولوسيليلوز بسحق المركبات الأولى للحدار الخلوي للنبات: وهي الليجنين، هذه المرحلة يمكن تحقيقها

بالاستخلاص بواسطة كلوريت الصوديوم أو حامض الخل الثلجي أو الماء الأوكسجيني عند pH قاعدي (pH=11,5)

[36]. بعدها نحصل على السيليلوز باستخلاص الهيميسيليلوز.

II.1.2. استخلاص الهيميسيليلوز:

إن صيغة مختلف الأجزاء المكونة للهيميسيليلوز تشخص بالطرائق الكيميائية المعروفة في البداية يتم تحديد تركيب

أحادي السكر للعينة بعد فصله من متعدد السكريات بواسطة الحمض المميّه أو الانزيم ويتم التشخيص بواسطة كروماتوغرافيا

الغاز/HPLC، يجب تحديد موقع الاستبدال لكل غلوسيد، تتم عملية استبدال الهيدروكسيل الحر لمتعدد السكريات بالميثيل

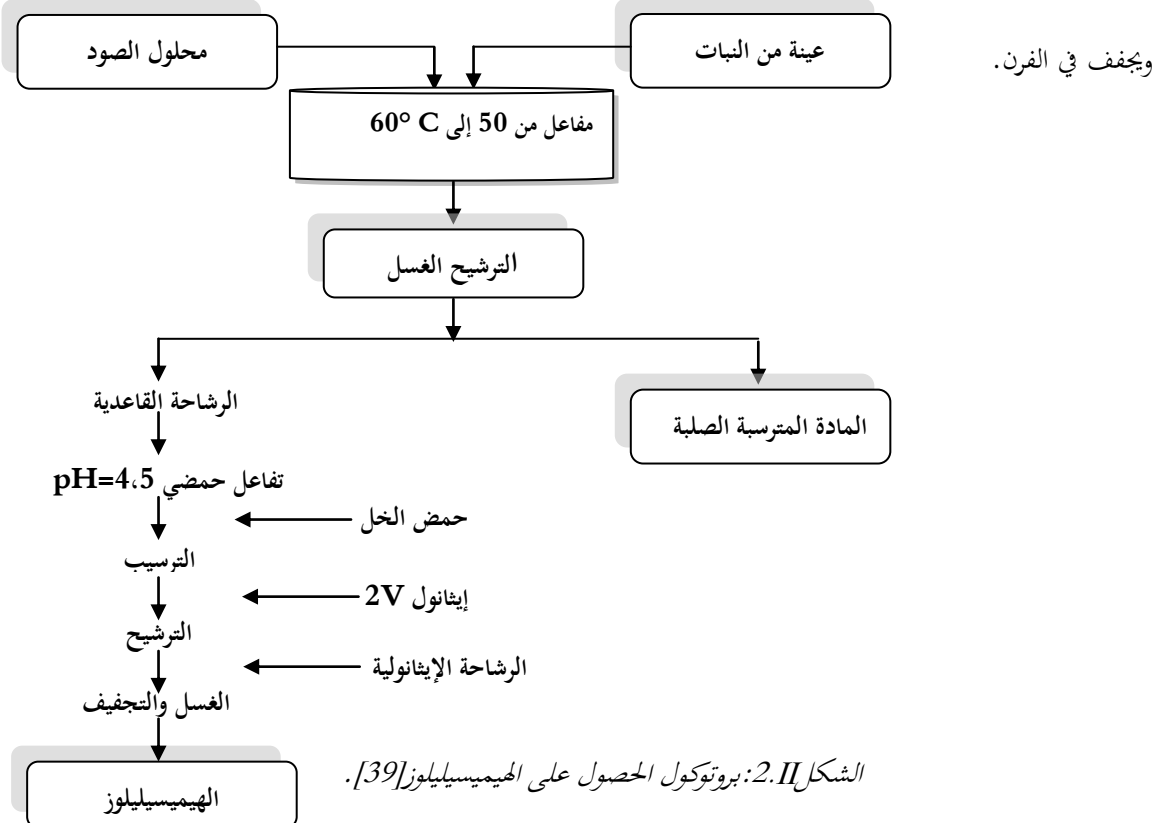
CH_3 ، يتم اشتقاق المركب واحلاله في الماء لتحرير احادي السكر الذي يحوي مجموعة الهيدروكسيل الحر في الموضع O

للبوليمير .. تحسب درجة البلمرة بتحديد الكتلة الجزيئية لمتعدد السكريات [37،38]، يمكن الحصول على الهيميسيليلوز انطلاقاً

من الهولوسيليلوز كما هو موضح في الشكل II.2، وذلك بتأثير محلول الصود في مفاعل مع التحريك [39]، كمية الصود تتغير من

3 إلى 5% وتجري عملية الإستخلاص ما بين $50^{\circ}C$ إلى $60^{\circ}C$ ، الحمض المميّه المتعدد السكر يد يُجزأ في مفاعل ثم يُتبع بترسيب

في الكحول بعد تعديله بحمض الخل، النسبة الوزنية للمادة النباتية/المذيب هي حوالي 1/14 (v/v) ثم يغسل الناتج الايثانولي



II. 1. 3. استخلاص البكتينات:

البكتينات يمكن الحصول عليها عموماً بالاستخلاص بواسطة الماء الساخن وتستعمل عادة كمادة مخثرة في التصنيع

الزراعي [19].

II. 1. 4. استخلاص الليجنين:

لتشخيص بُنية الليجنين هناك طرائق مختلفة تسمح بتجزئة المركب الى بروتولينين والطرائق الأربعة المستعملة لذلك هي [40]

* الحمض المميه: تسمح هذه الطريقة بتجزئة وظائف الايثر بواسطة كلوروهيدريك أو بوروهيدريك.

* حمض الكبريت المميه: تقود هذه الطريقة إلى كسر رابطة الايثر بواسطة حمض لويس غالباً في وجود نيكل راني.

* الأكسدة بالبرمنغنات: تسمح هذه الطريقة بالحصول على خليط حمض كربوكسيلبي بأكسدة السلسلة الجانبية (الطرفية) للوحدة

فينيل بروبان (phénylpropane).

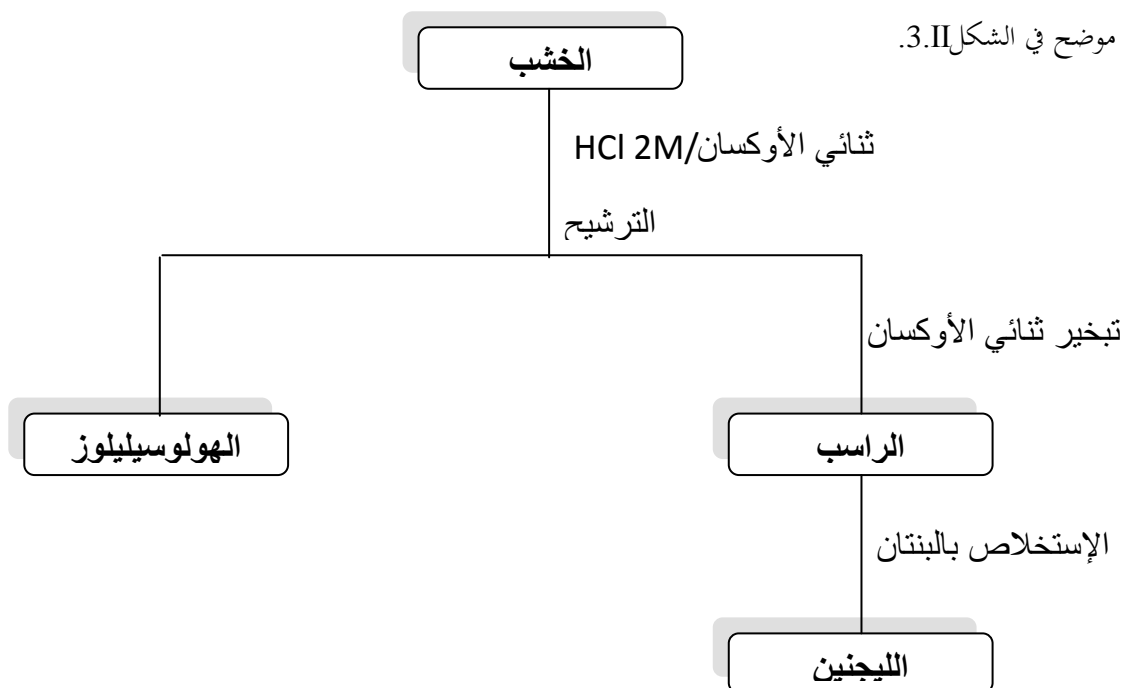
* الأوزون المميه: مبدأ هذه الطريقة يتركز على أكسدة الحلقات العطرية مع المحافظة على السلاسل الطرفية سليمة.

من الممكن تحليل الليجنين بتقنيات المطيافية مثل $H^1RMN/C^{13}RMN/UV-VISIBLE$ هذه التقنيات تسمح بتحليل كمي

للوظائف الحرة في الليجنين وتحليل لمختلف أنواع العناصر البنيوية (الحلقات الأروماتية والسلاسل الطرفية).

طريقة الاستخلاص الاقل تحطيماً للينين هي طريقة (Montiès) [41] بإستعمال كلوروهيدريك في ثنائي الأوكسان كما هو

موضح في الشكل II.3.



الشكل II.3: طريقة مونتيس (montiès) لاستخلاص الليجنين من الخشب [41].

II. 1. 4. استخلاص المستخلصات البسيطة:

يمكن فصل المستخلصات بطريقتين:

الاستخلاص بطريقة صوكسلي (Soxhlet): تسمح بمعالجة المواد الصلبة بكل الأحجام بإستعمال المذيبات.

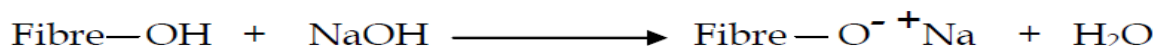
الاستخلاص بطريقة صوكستاك (Soxtec): وذلك بغمس العينة في المذيب مع الغليان.

II. 2. أهم المعالجات الكيميائية للألياف النباتية:

إن المعالجات الكيميائية للألياف النباتية تعتبر معالجات للسليولوز لأنه المكون الأساسي والغالب للألياف النباتية. تحطيم الروابط الهيدروجينية بين وداخل الجزيئات يسهل عملية المعالجة الكيميائية لأنها تحرر مجموعة الهيدروكسيل التي تصبح أكثر فعالية، و تهدف إلى تحسين الالتصاق مع الدعامات البوليميرية، هناك العديد من البحوث التي أجريت في هذا المجال و سنعرض بعض المعالجات الكيميائية للألياف النباتية الأكثر استعمالاً ، و التغيرات المهمة الناتجة عن هذه المعالجة.

II. 2. 1. المعالجة بالصود:

أكثر المعالجات المعروفة تُسبق بمعالجة أولية في محلول قاعدي (الشكل II.4)، حيث الألياف تعالج بمحلول من NaOH (10%) لمدة ساعة، ثم تتبع العملية بالغسل بالماء لتخلص من NaOH الزائد، عملية الغسل الأخيرة تتم بالماء المقطر مع القليل من حمض الخل، ثم تجفف في الهواء. هاته المعالجة تحسن من خصائص الالتصاق لسطح الألياف بإزالة كل الشوائب الطبيعية والصناعية [42].



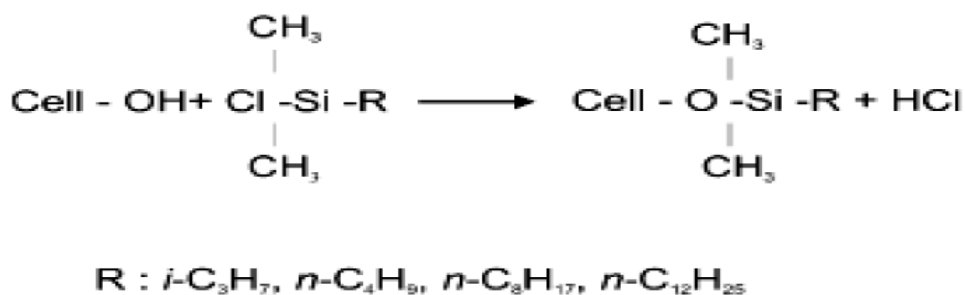
الشكل II.4: معالجة الألياف بمحلول الصود [42].

قام بعض الباحثين [43] بمعالجة ألياف النخيل بمحلول من الصود (5%-2%) في درجة 23°C لمدة 2، 4، 6 و 24 ساعة لالتحامها مع البوليميرات في المواد المركبة. هاته العملية تسمح بغسل الشوائب السطحية للألياف وجزء من الهيميسيليلوز الذي يؤثر على خصائص الامتصاص وخصوصاً الرطوبة. لتحسين وتوسيع المساحة المشتركة ألياف الكتان / بولي استر غير مشبع في المواد المركبة ، قام الباحث بالنوا (Balnois) و آخرون [44] بمعالجة ألياف الكتان بمعالجات متتابعة بمحلول الصود (10g/l) أهدريد استيك، حمض الفورميك، هذه العملية تقود إلى زيادة خصائص الالتحام والالتصاق بين الألياف والمصفوفة البوليميرية

فضلا على أن معالجة ألياف الكتان بهذه الطريقة تجعل من المساحة السطحية أكثر ملاسة وتنقص من خشونتها[44]. كما قام الباحث جوشي (Joshy) وآخرون [45] بمعالجة ألياف الإيزورا بـ 1% من محلول قاعدي في درجة 30 °C لمدة 4 ساعات لاستعمالها كمقويات في المصفوفة البوليميرية للبولي إستر، الخصائص الميكانيكية للمواد المركبة من ألياف معالجة أفضل من التي تستعمل بها ألياف غير معالجة، معالجة ألياف إيزورا بالقلويات تعطي مركبات جديدة بمعامل يونغ مرتفعا .

II. 2. 2. معالجة الألياف بالسيلان :

المعالجة بالسيلان واحدة من المعالجات المستعملة والمدروسة سواء المعالجة المباشرة على الألياف أو على السيليلوز ، نظرا لأن فاعلية السيلان يمكن أن يرتبط كيميائيا مع مجموعات المصفوفة البوليميرية . المعالجة الكيميائية للألياف بالسيلان تتم بارتباط السيلان مع مجموعات الهيدروكسيل للسيليلوز في وسط مائي قاعدي أو حامضي ، فمثلا قام الباحث (Goussé) بمعالجة السيليلوز بسلسلة من ألكيل ثنائي ميثيل كلوروسيلان في وسط حامضي (الشكل II.5) [46].



الشكل II.5: معالجة الألياف بالسيلان [46].

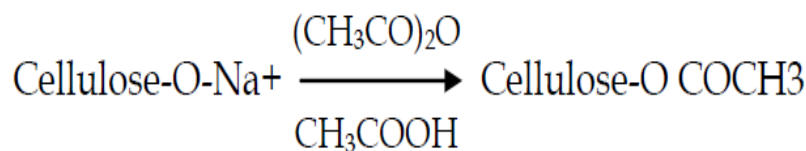
II. 2. 3. المعالجة بالبرمنغنات :

لتحسين التصاق ألياف السمار وجوز الهند في المطاط الطبيعي (NR) قامت الباحثة حسينة وآخرون [47] ، بغمس الألياف في محلول (1%) برمنغنات البوتاسيوم KMnO_4 في الأستون لمدة دقيقتين متبوعة بعملية تخفيف في الهواء ، مبدأ هاته المعالجة هو خلق مواقع جذرية في السيليلوز [48] الذي يزيد من فاعليتها مع المصفوفة البوليميرية [47]. الفاعلية العالية لأيونات البرمنغنات Mn^{7+} تسهل من عملية تطعيم المصفوفة البوليميرية للسيليلوز [47].

II. 2. 4. المعالجة بعملية الأسيلة:

وجود مجموعة الأستيل تجعل الهيدروجينات في C_6 أكثر فعالية، ينتج عن ذلك روابط كيميائية ترتبط مع المواقع الفعالة

للمطاط الطبيعي (NR)، وتحسن من الالتحام (الشكل II.6) [47].



الشكل II.6: أسيلة الألياف السيليلوزية [47].

II. 3. تحضير المواد المركبة:

نظراً لأهمية وانتشار المواد المركبة في مختلف الصناعات الحديثة (السيارات، السفن، الطيران، الفضاء وغيرها)، قمنا خلال

هذا الفصل بإلقاء الضوء على المواد المركبة مكوناتها وطرائق تحضيرها باستعمال الألياف النباتية كمواد تقوية.

II. 3. 1. تعريف المواد المركبة:

المواد المركبة مواد غير متجانسة تتكون من مادتين مختلفتين غير قابلتين للامتزاج أو ربما أكثر [58,59]، والغاية منها هو

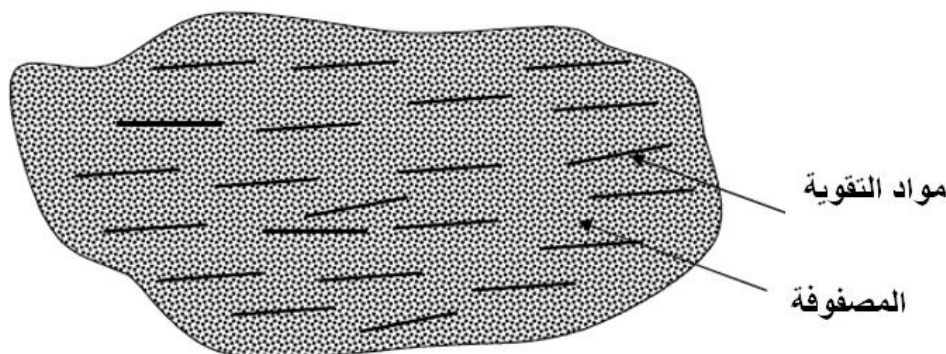
الحصول على خصائص عالية لا يمكن الحصول عليها باستخدام المواد التقليدية، تملك المواد المركبة العديد من المميزات: خفة

الوزن، المقاومة الميكانيكية والكيميائية، العزل الحراري والكهربائي، مرونة التصميم وغيرها [60]. تتكون المواد المركبة من مواد

التقوية (الألياف) التي تتحكم في الخصائص الميكانيكية ومن المواد الرابطة (المصفوفات) التي يتمثل دورها في ضمان الالتصاق بين

مكونات مواد التقوية الاندماج والالتصاق الجيد بين المصفوفة وألياف التقوية يتطلب وجود مواد إضافة كما تسمح هذه الأخيرة

أيضاً بتغيير مظهر وخصائص المواد المركبة (اللون، العزل الحراري أو الصوتي) [61].



الشكل II.7: رسم توضيحي لبنية المادة المركبة [62].

II. 3. 2. تصنيف المواد المركبة :

يمكن تصنيف المواد المركبة على حسب مواد التقوية أو على حسب الغاية من استعمالها إلى مركبات ذات الانتشار العالي إذا كان الهدف هو التكلفة و مركبات ذات كفاءة عالية إذا كان الهدف هو تحسين الخصائص الميكانيكية والحرارية [63].

أ. المركبات ذات الانتشار العالي: (*Grande diffusion*)

تمثل نسبة 95% من المركبات المستعملة، وهذه عموماً عبارة عن بلاستيك مسلح أو بلاستيك مقوى حيث يبلغ مقدار التقوية في البلاستيك المقوى حوالي 30% وفي 90% من الحالات ونجد أن المكونات الأساسية بصورة رئيسية هي الصماغات التي نذكر منها الألياف الزجاجية التي تمثل حوالي 99% من المقومات المستعملة وبعض المقومات الأخرى [64].

ب. المركبات ذات الكفاءة العالية: (*Haute performance*)

تتميز هذه المركبات بأنها باهظة الثمن، حيث تستعمل أساساً في صناعة الطائرات، وتكوين المقويات التي تتخللها عدة ألياف طويلة، حيث تصل نسبة المقوي فيها إلى 50% ومن بين الخصائص الميكانيكية التي تتميز بها المركبات نجد المقويات الميكانيكية والليونة والصلابة عكس المركبات ذات الانتشار العالي لكن ينبغي دائماً أن نأخذ بعين الاعتبار عملية الصناعة البيئية التي تكون مرتبطة بالمادة ويظهر ذلك عند صناعة المركبات ذات ألياف طويلة وأساس عضوي [64].

II. 3. 1. 2. تصنيف المواد المركبة حسب نوع المصفوفة:

توجد العديد من المواد المركبة التي يمكن أن تصنف على حسب العديد من المعايير من بين هذه المعايير نوع المصفوفة المستعملة في المادة المركبة التي تسمح بتقسيم المواد المركبة إلى ثلاثة أقسام كما يوضح (الجدول 1.II)

✚ المواد المركبة ذات المصفوفة العضوية: (CMO) تتمثل في البوليميرات العضوية (المتلدنة حرارياً و المتصلبة حرارياً).

✚ المواد المركبة ذات المصفوفة الخزفية: (CMC) تستعمل في التطبيقات ذات الحرارة العالية.

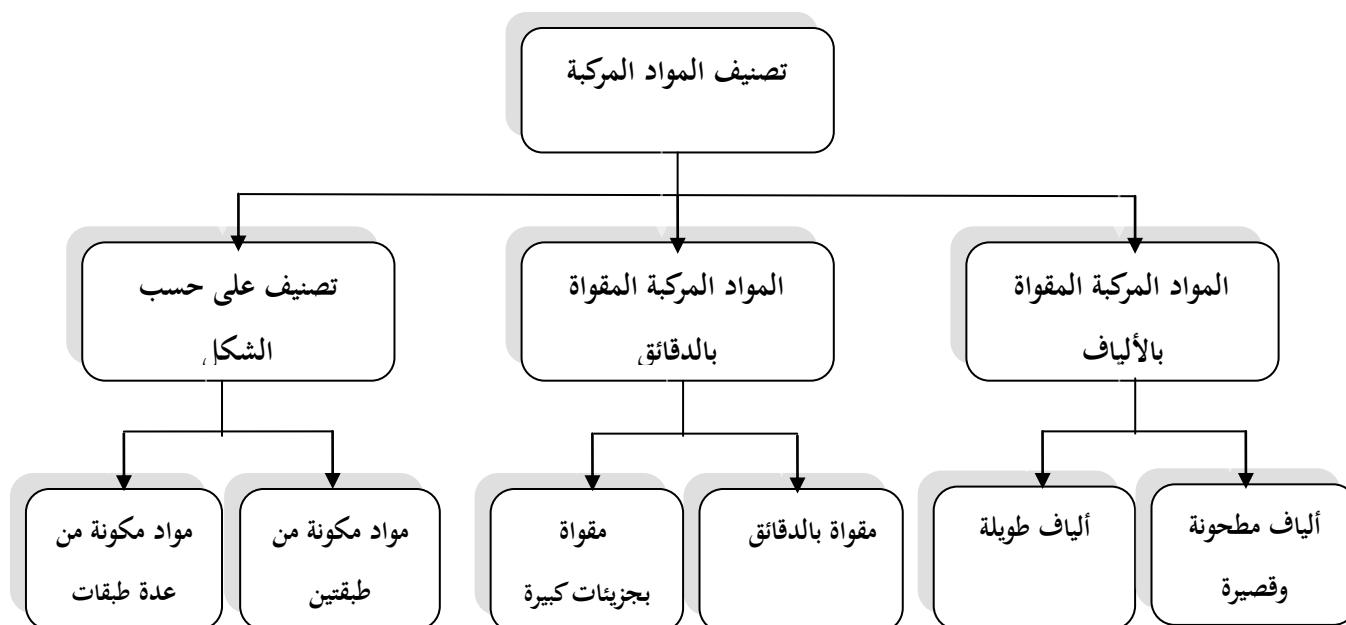
✚ المواد المركبة التي تعتمد على المصفوفات المعدنية: (CMM) [60].

الجدول II.1: تصنيف المواد المركبة حسب المصفوفة [61].

مجال الاستعمال	المكونات	نوع المادة المركبة
		المصفوفات العضوية:
		<ul style="list-style-type: none"> ▪ الورق, العلب ▪ لوحة من الدقائق ▪ لوحة من الألياف ▪ نسيج مطلي ▪ الدواليب
الطباعة , التعليب, إلخ	راتنج / ألياف سيليلوزية	
النجارة	راتنج / نجارة الخشب	
البنائات	راتنج / ألياف الخشب	
الرياضة , البنائات	راتنج ناعم / النسيج bitum	
مجالات متعددة	راتنج / ألياف الزجاج / الكربون	
		المصفوفات الخزفية
		<ul style="list-style-type: none"> ▪ الخرسانة ▪ مواد مركبة كربون-كربون ▪ مواد مركبة خزفية
هندسة مدنية	إسمنت / رمل / حبيبات	
الطيران , الفضاء , الرياضة, طب.. إلخ	كربون / ألياف كربون	
قطع ميكانيكية-حرارية	خزف / ألياف خزفية	
		المصفوفات المعدنية
الفضاء	ألنيوم/ألياف البور	
	ألنيوم/ألياف الكربون	

كما يمكن تصنيف المواد المركبة حسب طبيعة مكوناتها إلى مواد مقواة بالألياف وأخرى مقواة بالدقائق وحسب شكلها

إلى مواد مركبة من طبقتين وأخرى مركبة من عدة طبقات كما هو مبين في الشكل II.8.



الشكل II.8: تصنيف المواد المركبة [65].

II.3.2.2. تصنيف المواد المركبة حسب الشكل : وهذه بدورها تنقسم إلى قسمين:

أ. مواد مركبة من الألياف :

هي عبارة عن إضافة الألياف في تركيب البوليمير وتكون الألياف إما منسوجة أو مطحونة وذلك من أجل الزيادة في قوته وصلابته وللتقليل من التكلفة. كما أن توزيع وتوجيه الألياف يلعب دورهم في الخصائص الميكانيكية للمركب وذلك بالاعتماد على :

- طبيعة المكونات .
- نسبة المكونات .
- توجيه المكونات .

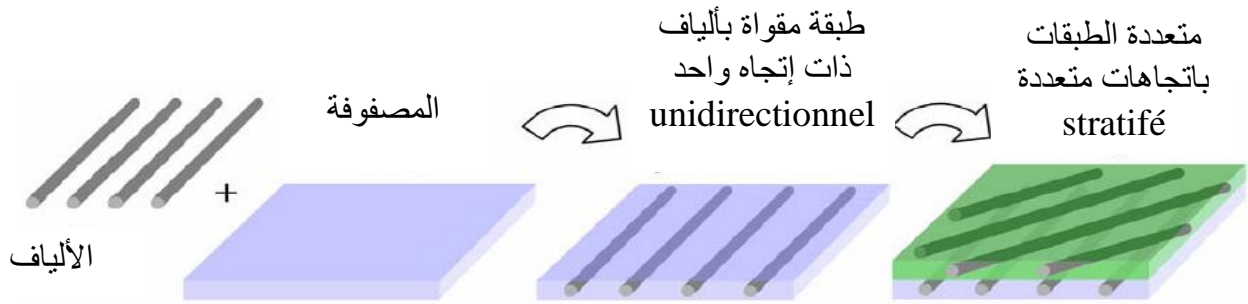
كما أن التدعيم بالألياف النباتية التي تكون من أصل نباتي وتشمل الحلفاء، النخيل

ب. مواد مركبة من الدقائق :

في هذه الحالة تكون الدعامة التي نقوم بإدخالها في المصفوفة على شكل دقائق، وتستعمل عموماً لتطوير بعض الخصائص للمواد المركبة. إن إدخال هاته الدقائق يختلف عن الألياف. التدعيم بألياف الدقائق تكون مصنوعة من الخيوط الزجاجية (السليسيوم) وأخرى من خيوط قطنية طبيعية (القطن) [65].

كما يمكن تصنيف الألياف حسب شكلها إلى ألياف ذات اتجاه واحد أو ألياف بإتجاهات متعددة حسب

الشكل II.9.



الشكل II.9 : تصنيف المواد المركبة حسب الشكل [65].

II.3.3. اشكال الدعم:

II.3.3.1. ألياف ذات اتجاه واحد: تقوضع الألياف في إتجاه واحد وتكون بشكل متوازي .

II.3.3.2. ألياف متعددة الإتجاه عشوائية:

يمكن تحضير مواد مركبة باستعمال الياف متوضعة في ثلاث إتجاهات, وتكون هذه المواد المركبة متباينة الخواص،صلابة

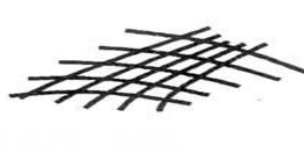
ومقاومة الألياف أكثر ب 50 إلى 100 مرة منها في الراتنج [64] وتكون على شكل ألياف مقطوعة ومطحونة بدون تنظيم أو

توزيع أو محشوة بجزم من الألياف متجمعة (ألياف قصيرة أقل من 50mm).

II.3.3.3. ألياف موجهة:

في هذا النوع النسيج يتكون من خيوط (ألياف ذات إتجاهين) لتشكل شبكة, تستعمل دعائم تقوية ثنائية أو ثلاثية

الأبعاد في مجالات الفضاء والدفاع, كما تستعمل الصفائح التي تملك صلابة ومقاومة تختلف باختلاف الاتجاهات [64].



هجين ألياف قصيرة

ألياف طويلة وفي اتجاه واحد

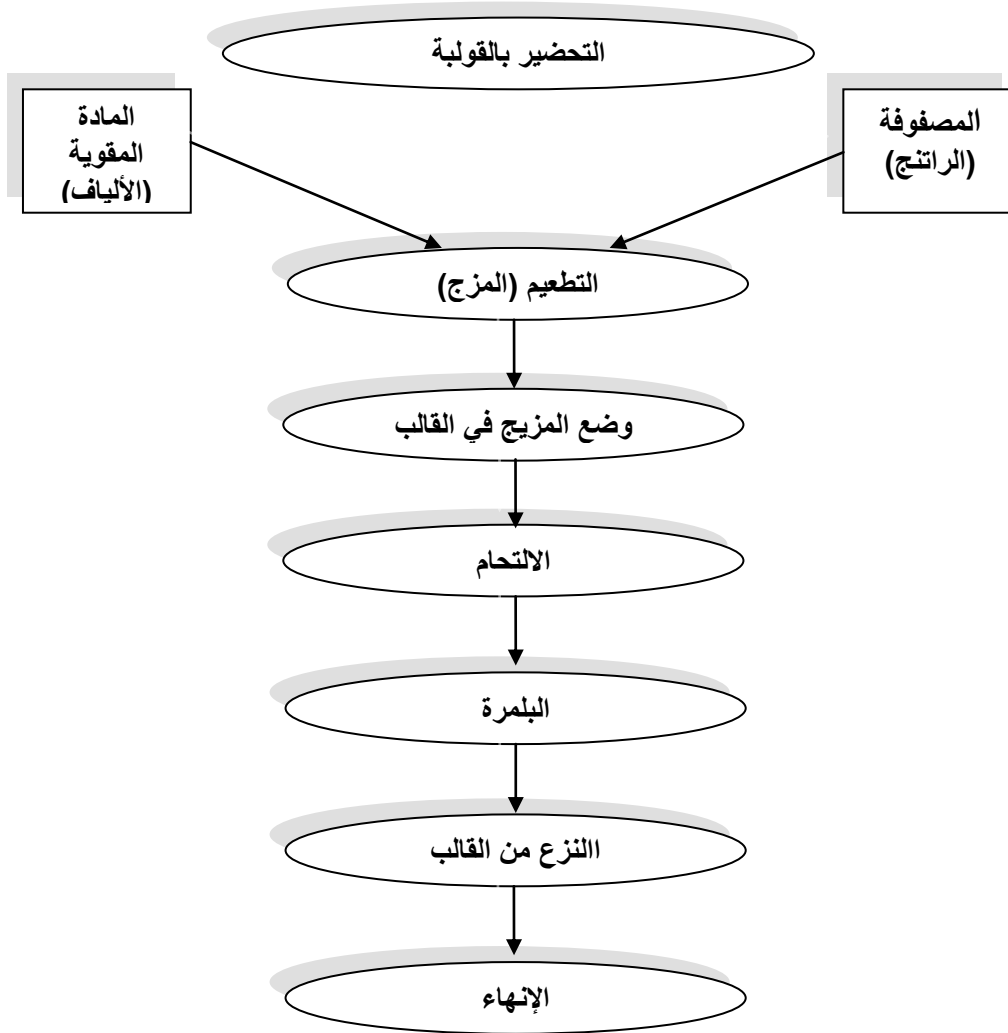
ألياف طويلة متداخلة

الشكل II.10: أشكال الدعم للمواد المركبة.

II.4.3. طريقة تحضير المواد المركبة:

بسبب ليونة وسلاسة استعمال الألياف يمكن أن توضع في اتجاهات متعددة , توجد العديد من الطرائق لتحضير المواد المركبة لكن

الطريقة الأكثر استعمالاً هي القولية مراحلها مبينة في الشكل II.11.



الشكل II.11: مراحل القولية [64].

نضع المزيج (المصفوفة - الألياف) في قالب ثم نقوم بعملية الضغط لإخراج الهواء المتبقي لزيادة التماس و التصاق المادتين

المزيج لا يمكن أن يشكل مادة مركبة إلا بعد مرحلة تجمد (تشابك) المصفوفة التي تمر من الطور السائل إلى الطور الصلب (السلوك

الحراري للمصفوفات المتلدنة حرارياً يضاها المعادن على العكس من المصفوفات المتصلبة حرارياً, عند درجة حرارة حقتها

(التطعيم) داخل القالب تصبح المصفوفة على شكل عجينة من ثم تخضع لتحول كيميائي داخلي غير عكوس الذي يسمح

بتصلب نهائي للمصفوفة [64].

شروط تحضير المركبات: لتحضير المركبات يجب مراعاة الشروط التالية:

✚ مقدار التقوية.

✚ طبيعة الصماغ والإضافات أو المواد المضافة.

✚ هندسة القطعة المراد تحقيقها.

✚ الطريقة المستعملة.

✚ توجيه المقويات بشكل أفضل.

II.5.3. المصفوفات:

المصفوفة هي الرابط الذي يسمح بتثبيت الألياف ويضمن الارتباط الميكانيكي بينها وتقسم إلى ثلاثة أقسام:

عضوية، خزفية ومعدنية. كما أن للمصفوفة وظائف متعددة حيث تضمن الارتباط بين الألياف، تحفظها بداخلها، كما أنها تضمن حماية للألياف ضد التأثيرات الخارجية للمركب (فيزيائية، كيميائية) [64].

II.5.3.1. أنواع المصفوفات:

هناك نوعين أساسيين من الراتنجات المستعملة حالياً وكل منها يحمل خصائص مختلفة تماماً عن الآخر: المرنة حرارياً والمتصلبة حرارياً [65].

II.5.3.1.1. المصفوفات العضوية: (*matrices organiques*)

أ/ المصفوفة المرنة حرارياً (*TP*):

هذا النوع من المصفوفات تتكون من جزئيات خطية كبيرة والتي يمكنها أن تتحرك فيما بينها عندما نرفع من درجة الحرارة في وجود طاقة حرارية تتحول المصفوفة من حالة صلبة إلى حالة مرنة، مثال على ذلك متعدد كلوريد الفينيل (PVC) ومتعدد الإثيلين. وهذا التحول عكوس [66].

ب/ المصفوفة المتصلبة حرارياً (*TD*):

تستعمل مع الراتنجات المتصلبة حرارياً (TD) عموماً الألياف الطويلة، يتصلب هذا النوع من الراتنجات مرة واحدة أثناء التسخين وفق الشكل المرغوب فيه، هذا التحول ليعكوس [67].

الراتنجات المتصلبة حرارياً الأكثر استعمالاً هي :

راتنج بولي أستر (UP) :

الراتنج المتعدد الاستر غير مشبعة وهو من بين الراتنجات الأكثر استعمالاً في المركبات ذات الانتشار العالي ، الذي يتصلب تحت تأثير المحفزات وفعل الحرارة إلا أن من سلبياته إنبعاث بخار الستيرين أثناء البلمرة وصعوبة التخزين [68].

راتنج إيبوكسيد :

يعتبر الأكثر استعمالاً في مجال الفضاء، وهو من أحسن المواد إتصاقاً مع غالبية الدعامات الليفية كما أن طريقة معالجته بسيطة ، إلا أن سلبيته الوحيدة هي ارتفاع ثمنه [69].

الراتنج الفينولي (فينول بلاست) :

تتحصل على الراتنجات الفينولية بواسطة التكاثف المتعدد للفينول والفورمول، وهي هشّة، تتأثر بالرطوبة و صعبة الاستعمال وهي جد اقتصادية [71,70].

راتنج فينيل استر: *Résine vinyloester*

الفينيل استر هي عبارة عن مشتقات عديد الاستر وحمض الأكريليك، وهي تتحمل التآكل لكنها قابلة للاحتراق [72].
الخصائص الميكانيكية لأهم المصفوفات العضوية ملخصة في الجدول 2.II .

الجدول 2.II: خصائص المصفوفات المتصلبة حرارياً [64].

الراتنج	الكتلة الحجمية (Kg /m ³)	معامل المرونة E(GPa)	معامل الشد (Mpa)	معامل الاستطالة القطع(%)
راتنج متعدد الاستر	1,1	3,1- 1,9	60-50	3-1
راتنج الإيبوكسيد	1,4-1,1	3	110-50	8-3
راتنج فينيل استر	1,1	3,5-3,4	85-70	5-1
راتنج متعدد الأميد	1,5-1,4	10-4	40-30	1>
راتنج فينولي	1,3	7-3,8	50	1,5-1

II.5.3.1.2. المصفوفات المعدنية: *Matrices Métalliques*

هذا النوع من المصفوفات أخذ حيز كبير في مرحلة ما قبل التصنيع، العديد من المواد المركبة مثل الألمنيوم وخلائطه، النيكل، التيتان تعطي ناقلية جيدة للكهرباء وللحرارة فضلاً عن ذلك فهي تملك خصائص ميكانيكية جيدة، لكن تكلفتها جد مرتفعة [64].

II.5.3.1.3. المصفوفات الخزفية: *Matrices céramiques*

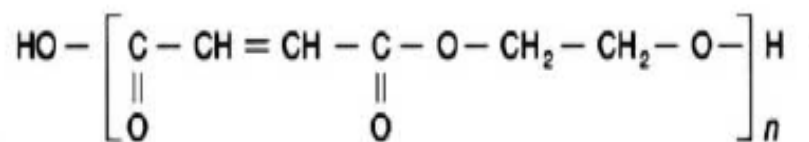
المواد المستعملة هي الكربون السيليسيوم، وتستعمل لصناعة قطع تتحمل الحرارة العالية [73].

II.6.3.1.6. الصماغات المستعملة:

II.6.3.1.1. متعدد الأستر غير المشبع:

II.6.3.1.1.1. تعريف ومفاهيم أساسية:

يتم الحصول على البولي أسترات غير المشبعة عن طريق التكاثر المتعدد لواحد أو عدة جليكولات مع واحد أو عدة ثنائيات الأحماض حيث واحد منها على الأقل يحتوي على رابطة مضاعفة إيثيلينية، وفي غالب الأحيان راتنج بولي أستر غير المشبع القياسي نحصل عليه بالتكاثر لانبيهدرات الماليك، انبيهدرات لبفتاليك وبروبيلين الجليكول الشكل II.12، والتكاثر المتعدد الذي نحصل عليه يذاب في السترين، هذا المحلول الناتج له قابلية التبلر (copolymèriser) تحت تأثير جذور حرة ولضمان حفظه من أجل التخزين فإنه يضاف إليه مثبطات (des inhibiteurs) كما أن البولي استر يضاف له عند الاستعمال مادة مصلقب (durcisseur) وهاته المادة هي التي تسمح ببدء التفاعل الكيميائي وتضاف بكمية قليلة [74].



الشكل II.12: الصيغة الكيميائية -البولي أستر غير المشبع [74].

II.6.3.1.2 . الخصائص الفيزيائية:

البولي أسترات غير المشبع وغير المقواة تكون شفافة وكتلتها الحجمية تتراوح ما بين 1,1 إلى 1,4 g/cm³.

II.6.3.1.3 . الخصائص الكيميائية:

تعتبر البولي أسترات غير المشبعة مقاومة جدا للأحماض غير المؤكسدة والمذيبات مثل: الكحولات، الهيدروكربونات الأليفاتية، ويمكن إن تهاجم من طرف المذيبات الكلورية، السيتونات، الأترات، القواعد، الأحماض المؤكسدة.

II.6.3.1.4 . الخصائص الميكانيكية:

نادرا ما يستعمل البولي أسترات غير المشبع لوحده وإنما دائما يضاف لها مواد تقوية من كربونات الكالسيوم، السيليس، الميكا أو بالألياف، إن الخصائص الميكانيكية والكهربائية تتعلق بطبيعة المادة المقوية والجدول II.3 يوضح خصائص مختلف أنواع البولي أسترات والمواد المغموسة فيه.

الجدول II.3: الخصائص الميكانيكية لمختلف أنواع البولي أسترات والمواد المغموسة فيه [74].

الخصائص	الوحدة	UP لدن قاس	UP مرن
إجهاد القطع	Mpa	61-50	187-5
استطالة القطع	%	3-1	14-18
معامل المرونة الشد	GPa	3450-1850	100-570
اجهاد الالتواء: القطع	MPa	115-100	لا يوجد كسر
معامل المرونة الالتواء	GPa	3100	-
مقاومة الانضغاط	MPa	100-90	-

الجانب التطبيقي

الفصل الثالث:

الطرائق والأجهزة المستعملة

تمهيد:

إن استعمال مواد التقوية (الألياف النباتية) لتشكيل المواد المركبة يقودنا إلى دراسة الخصائص الكيميائية والبنوية والمورفولوجية لهاته المواد لذلك تم التطرق في هذا الفصل إلى استخلاص مكونات الألياف ومعالجتها ثم تشخيصها باستعمال اختبارات التشخيص والمتمثلة في المجهر الضوئي (Microscope Optique)، جهاز طيف الأشعة تحت الحمراء (FTIR)، جهاز الأشعة السينية (DRX) وأخيرا جهاز الشد (Traction) .

1.III.1. الاستخلاص:

يتم استخلاص الألياف النباتية والمتمثلة في الديدس أولا عبر مرحلة الجني، الانتقاء، التنظيف ثم بعملية السحق متبوعة بروتوكول الاستخلاص المختار .

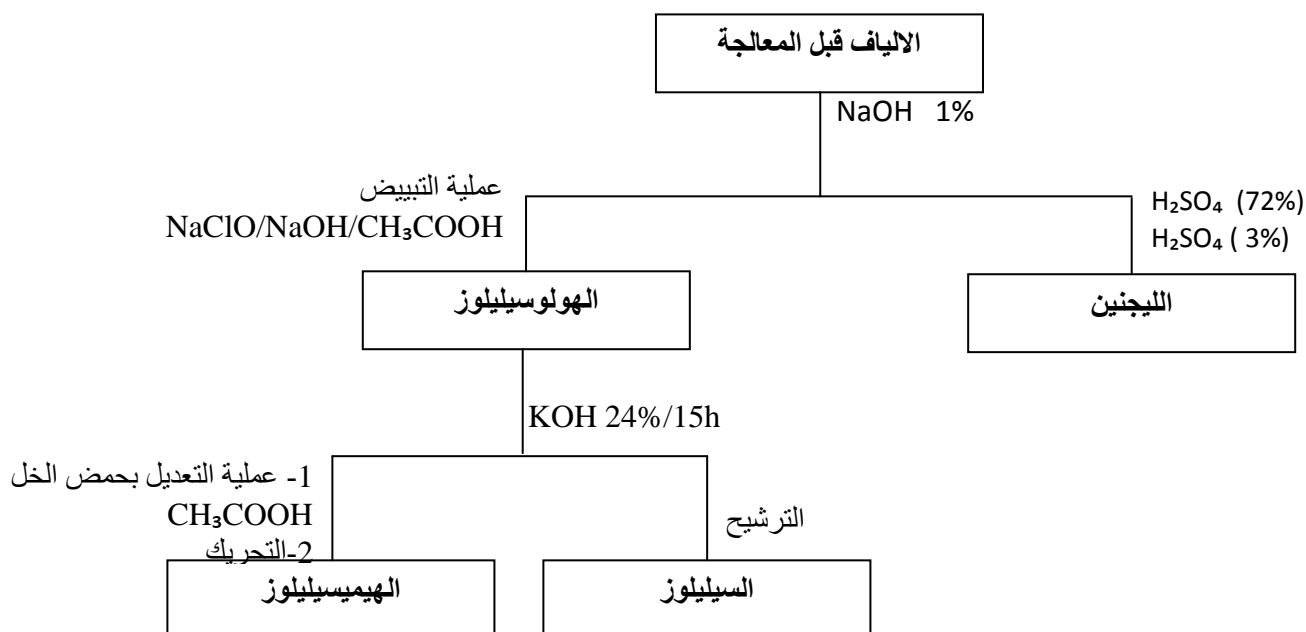
1.III.1.1. المعالجة الأولية:

تم جني ألياف الديدس موضوع الدراسة من ولاية المسيلة منطقة الحوامد جنوب شرق الولاية بـ60 كلم وذلك بتاريخ (01/01 - 2013/ 02/28)، يتم تنقية كل من ألياف الديدس بعد جنيها وذلك بالتخلص من الأطراف الصفراء والبنفسجية ثم نقوم بغسلها بالماء والجافيل (12°) بعد ذلك نقوم بطحنها .



الشكل 1.III.1 : مطحون الديدس المحضر.

يتم تحديد نسبة مكونات الألياف وفق البروتوكول [75] الموضح في الشكل 1.III.1 حيث يتم معالجة الألياف بالصود ثم بحمض الكبريت المركز للحصول على الليجنين ويتم الحصول على السيليلوز بعملية التبييض ثم المعالجة بميدروكسيد البوتاسيوم، الرشاحة المحصل عليها يتم تعديلها بواسطة حمض الخل للحصول على الهيميسيليلوز.



الشكل III.2: بروتوكول إستخلاص السيليلوز, الهيميسيليلوز والليجنين.

III.1.2. إستخلاص الليجنين (lignine):

تم استخلاص الليجنين باعتماد طريقة كلاسون باتباع الخطوات الموضحة في الشكل III.2 حيث نضع 10 g من العينة (الديس) في 225ml من حمض الكبريت (75wt%) لمدة ساعتين (درجة الحرارة العادية 25°C) ثم نقوم باضافة 225ml من حمض الكبريت (3 wt%)، يوضع مباشرة بعد الإضافة في جهاز التقطير الانعكاسي (distilateur à reflux) لمدة 6 ساعات تحت درجة حرارة 100°C (الشكل III.3).



الشكل III.3 : التقطير الانعكاسي (distilateur à reflux).

نترك المزيج المحصل عليه لليلة كاملة. نقوم بترشيح الناتج يترك ليحفف في الهواء، الناتج المحصل عليه يغسل بالماء الساخن لعدة مرات ثم نتركه في المجفف تحت درجة 105°C .



الشكل 4.III: ترشيح عينة الليجنين وتجهيفها.

III.1.3. استخراج الدهون (*graisse et cires*):

تم استخراج الدهون وفق الطريقة التالية [75] حيث نضع 10g من العينة الديس في محلول ثنائي كلور الميثان (*dichloromethane*) لمدة 24 ساعة ثم نرشح الناتج، نقوم بتبخير المذيب بواسطة جهاز التبخير الدوار (الشكل 5.III) بعد ذلك نزن المادة المترسبة المحصل عليها.



الشكل 5.III: إستخراج الدهون باستعمال جهاز التبخير الدوار (*Rotavapeur*).

III.1.4. استخراج الهولوسيليلوز (*hollocellulose*):

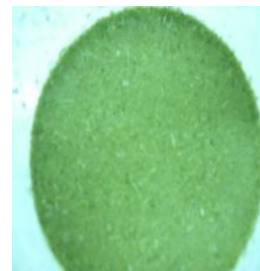
الهولوسيليلوز هو اسم مختصر لمكونين السيليلوز والهيميسيليلوز ويتم استخراجهما على مرحلتين أساسيتين الأولى باستعمال هيدروكسيد الصوديوم ثم عملية التبييض للحصول على الهولوسيليلوز وبعدها يتم استخراج المكونين باعتماد الفرق في الذوبانية.

• 1 الإستخلاص بواسطة هيدروكسيد الصوديوم $NaOH$:

- نضع 10g من العينة (الديس) في كمية كافية من الماء لغمس كل العينة لمدة تقدر بساعتين ثم تجفف بعد الترشيح .
نضع العينة في حوجلة تحوي 1 L من $NaOH$ (2wt %) ثم توضع في حمام مائي تحت درجة حرارة $80^{\circ}C$ لمدة ساعتين
نرشح الناتج نستمر في غسله باضافة الماء المقطر حتي يتم التعديل (الكشف بورق pH) نكرر العملية مرتين .



الشكل III.7: الالياف بعد الاستخلاص
بالصود.



الشكل III.6: الالياف بعد الاستخلاص
بالماء والترشيح .

• 2 عملية التبييض (blanchiment) :

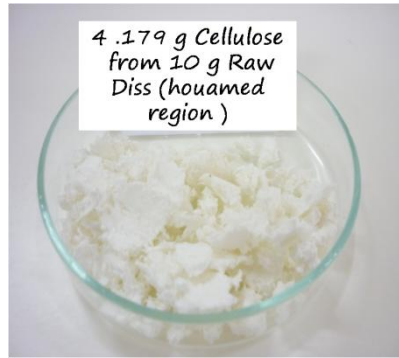
- نقوم بتبييض العجينة المحصل عليها من الاستخلاص بالصود (بنية اللون) , نستعمل لهذا الغرض كواشف كلورية مثل ماء الجافيل و محلول منظم حمضي من (27g من الصود في 50ml من الماء المقطر نضيف لها 75 ml من حمض الخل نكملها بالماء المقطر إلى 1l) ، نضع العجينة في محلول من (H_2O \ tampon acétique \ $NaClO$) (1:1:3) ، تتم المعالجة في حمام مائي تحت درجة حرارة $80^{\circ}C$ لمدة ساعتين ثم يمشح الناتج ويغسل بالماء حتى التعديل ، نكرر العملية مرتين حتى نحصل على عجينة بيضاء تسمى الهولوسيليلوز (الشكل III.8) .



الشكل III.8: مستخلص الهولوسيليلوز المحصل عليه .

III.1.5. إستخلاص السيليلوز *Cellulose*:

هذه الطريقة تعتمد على الفرق في الذوبانية بين الهيميسيليلوز والسيليلوز في وسط قاعدي نأخذ الكمية المحصل عليها اثر العملية السابقة من الهولوسيليلوز ونذوبه في 70ml من هيدروكسيد البوتاسيوم (24 wt %)، نبقى المزيج تحت التحريك لمدة 15 ساعة ثم ترشح العجينة وتتبع بالغسل إلى غاية الازالة الكلية للفائض من NaOH والمستدل عيه بورق pH وتتبع بعملية غسل ثانية بمحلول مخفف من حمض الخل ثم بالإيثانول ،نحصل على السيليلوز (الشكل III.9) يجفف ثم يوزن .



الشكل III.9: مستخلص السيليلوز المحصل عليه.

III.1.6. إستخلاص الهيميسيليلوز *Hemicellulose* :

الرشاحة المحصل عليها من استخلاص السيليلوز تعدل بحمض الخل (50wt%) ،المستحلب يمزج لمدة 30 دقيقة. ثم يعالج المحلول بكمية قليلة من الإيثانول ثم نحركه جيدا، نرشح الناتج ونغسله بالإيثانول، فنحصل على الهيميسيليلوز. يجفف ثم يوزن.



الشكل III.10: مستخلص الهيميسيليلوز المحصل عليه.

III.2. تحضير الألياف للمواد المركبة:

III.2.1. المعالجة الميكانيكية:

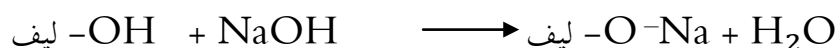
تتم هاته العملية باتباع المراحل التالية: نزع ألياف الديدس بعناية حيث يتم إنتقاء الأوراق الطويلة والمناسبة. ثم تقص الأطراف والنهايات الصفراء والبنفسجية. تغسل الألياف بعناية بالماء والجافيل ثم بالماء الساخن 50°C لمدة ساعة . يتم فصل الألياف أو معالجتها ميكانيكيا بواسطة المشط المعدني (brosse métallique) حتى نتحصل على لليافات دقيقة مع المحافظة على الطول المناسب (الشكل III. 11).



الشكل III. 11: ورق الألياف المحضرة أحادية التوجه.

III.2.3. المعالجة الكيميائية للألياف :

تعتبر مرحلة المعالجة الكيميائية أهم مرحلة في تهيئة الألياف لصناعة المركبات، وتتم المعالجة كيميائيا كمايلي :
 نأخذ les mats (البساط) ونغمسها في محلول من NaOH وبعد انتهاء المدة نتخلص من الفائض من الصود الممتصة بواسطة ماء مقطر لعدة مرات مع تجديد الماء، ثم نغمس في حمض الخل (2%) لمدة 3 دقائق ثم تغسل بالماء المقطر حتى التعديل.
 إن الهدف من العالجة بالصود هو تأين الزمرة الهيدروكسيلية (OH^-) كمايلي :



ملاحظة:

تفاعل الصود تصاحبه حرارة عالية لذلك يجب الحذر في التعامل معها أثناء المعالجة .

بالنسبة لدراسة أثر المعالجة الكيميائية إتبعنا المنهجية التالية :

(1) التراكيز المختارة لهاته الدراسة هي : 1,3,6 wt % من الصود.

(2) نظرا لتأثير عامل الزمن في معالجة الألياف قمنا في مرحلة ثانية بثبيت التركيز حيث كانت قيمته (3,6wt%) وتعريض

الاياف للمعالجة الكيميائية في أزمنة مختلفة (t=1,3,5 et 7 h).

(3) قمنا في مرحلة ثالثة بمعالجة الاياف تحت تأثير درجة الحرارة (جهاز الميكروأوند) حيث قدرنا درجة الحرارة داخل الجهاز ب

90°C (بوضع الماء داخل الجهاز بعد تشغيله يتم قياس درجة الحرارة) حيث تمت الدراسة باستعمال ثلاث تراكيز من الصود

(1,3, 6wt %).

ومن أجل توضيح عمليات المعالجة قمنا باعتماد الترميز التالي :

D: الديس ، D 0:الديس غير المعالج.

Dxy (x :يرمز للتركيز ، y :يرمز للزمن بالساعات).

DMO (MO:ميكرو أوند).

III.3. تحضير الهواد المركبة :

تتم عملية تحضير المركبات على عدة مراحل هي كالتالي:

-تحضير القالب: القالب المستعمل في تحضير عينات الألياف المدروسة مربع الشكل (30x30x1cm³) حيث يتم تغليف

قاعدته بمادة غير لاصقة ونسد الثغرات الجانبية إن وجدت ، ثم يتم تغليفه لتفادي التصاق الراتنج مع القالب

-تحضير الصماغ: تسكب كمية من الراتنج قدرها 600 ml بعد مزجه مع 2,5 ml من المادة المصلبة (تستعمل لتسريع

التصلب للراتنج) لمدة 10 دقائق ثم تصب على سطح الألياف الموضوعة في القالب مع تعميم المادة على طول السطح نقوم

بعدها بوضع ورق غير لاصق ونضغطها ضغطا خفيفا للتخلص من الهواء والفقايع العالقة داخل المركب المحضر

ملاحظة: -يجب مراقبة السطح جيدا لتجنب ظهور أي ليف على السطح، ونترك القالب يتصلب في درجة حرارة عادية لمدة

كافية ولا ينزع المركب حتى نتأكد من تصلبه جيدا.

- الزمن المستغرق لعملية تحضير المركبات يختلف باختلاف نوع الألياف، نوع الراتنج.

III.4. الأجهزة المستعملة:

أ/جهاز الأشعة تحت الحمراء (FTIR):

مطيافية الأشعة تحت الحمراء أو علم الأطياف ما تحت الحمراء: هو أحد فروع علم الأطياف الذي يتعامل مع المنطقة تحت الحمراء من الطيف الكهرومغناطيسي. ويشمل مجموعة من التقنيات، وأشهرها مطيافية الامتصاص. وتستعمل هذه المطيافية في تحديد المجاميع الفعالة في المركبات قيد الدراسة، تستخدم الموجات الكهرومغناطيسية ذات شدة النبض بين الحدود المرئية للضوء وهي بحدود 800 نانومتر حتى أقصر الموجات الدقيقة حوالي 1 ميليمتر. (التذبذبات في السنتيمتر، تقراً بمقلوب السنتيمتر). وقد تم استعمال جهاز الأشعة تحت الحمراء في هذا العمل من نوع FTIR 8300 fourier transformed SHIMADZY.

ب/جهاز الأشعة السينية (DRX):

الأشعة السينية هي أشعة كهرومغناطيسية ذات طاقات فوتونية في مجال 100eV إلى 100keV. وفي تطبيقات الحيود، تستخدم فقط الأشعة السينية ذات شدة النبض القصيرة (الأشعة السينية القاسية) في مجال بضعة أنغسترومات إلى 0,1 أنغستروم (1 keV إلى 120keV). الأشعة السينية القوية يمكنها احتراق المواد عميقاً وتزويدنا بمعلومات عن بنية المادة. تتفاعل الأشعة السينية بالدرجة الأولى مع الإلكترونات في الذرة. فعندما تصطدم الفوتونات في الأشعة السينية بالإلكترونات، تحيد بعض فوتونات الحزمة الساقطة عن اتجاهها الأصلي. إذا لم يتغير طول نبض الأشعة السينية الساقطة (أي أن فوتونات الأشعة السينية لم تفقد أي طاقة). فيكون للأشعة السينية المحادة طول نبض مختلف عن طول نبض الأشعة السينية الساقطة، وقد استعمل خلال هذا العمل جهاز من نوع Bruker D8.

ج/جهاز المجهر البصري: (Microscope Optique)

وهو عبارة عن مجهر بصري قدرة تكبير 1800 مرة.

وهو مرتبط بجهاز كمبيوتر خاص وقد تم استعمال في هذا العمل جهاز المجهر البصري microscope optique مرتبط

بالحاسوب وقد تم استخدام برنامج من نوع: microscop Motic images 2000 version 1.3

د/جهاز الشد : (Traction)

الكفاءة الميكانيكية هي من بين أهم الاختبارات على المواد المركبة. وذلك لمعرفة مدى التصاق ألياف الديدس مع مصفوفة البولي أستر، وفي هذا الصدد قمنا بإجراء اختبار الشد على نوعين من المادة المركبة الأولى استعملت فيها ألياف الديدس غير المعالجة والثانية فيها ألياف الديدس المعالجة بمحلول من الصودا تركيزها 6% عند درجة الحرارة 25°C. هذه الاختبارات أجريت باستعمال جهاز من نوع universelle ZWICK/ROELL القوة المطبقة قدرها 5 kN ويتم تشغيله ببرنامج expert test الذي يسمح بتسجيل تطورات الإجهاد المطبق على العينة بدلالة التشوه. حيث قمنا بتثبيت العينة على فكين سرعتها : 2 mm/ min ، القوة الابتدائية كانت 10N.

أبعاد العينة أخذت وفقا للمعيار ASTM D3039 حيث أبعادها 250x25x10 mm³.

من أجل اختبارات الشد فإننا نستعمل قانون هوك "Hooke" لحساب معامل يونغ

$$\sigma = E \varepsilon$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_i}$$

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

حيث ε معامل التشوه ، σ الإجهاد (N / mm³) ، A مساحة المقطع (mm²) ، F القوة المطبقة، Eمعامل المرونة .

طريقة العمل: نقوم بقص العينات المراد اختبارها باستعمال مقص دوار وذلك بأبعاد 250x25x10 mm³

(الشكل 12.III)، تثبت بعد ذلك على الفكين وتحت الشروط المذكورة سابقا.

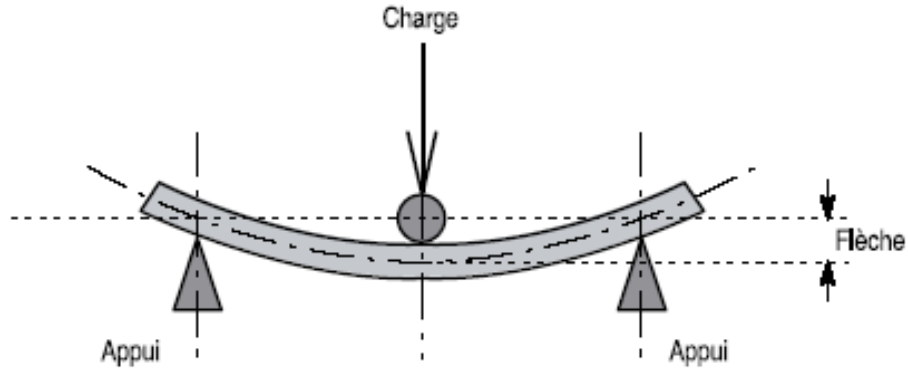


الشكل 12.III : اختبار الشد لعينات المادة المركبة المحضرة .

ه/جهاز الشني ذو ثلاث نقاط (flexion):

إن اختبار الشني يحدد قدرة المادة على التشوه عند وضعها على نقطتي ارتكاز مع تطبيق قوة في الوسط كما هو مبين في

الشكل III. 13.



الشكل III. 13: مبدأ اختبار الشني ذو ثلاث نقاط .

قمنا بإجراء اختبار الشني ذو ثلاث نقاط على نوعين من المادة المركبة الأولى استعملت فيها ألياف الديدس غير المعالجة والثانية فيها ألياف الديدس المعالجة بمحلول من الصودا تركيزها 6% عند درجة الحرارة 25°C. هذه الاختبارات أجريت باستعمال نفس الجهاز المستعمل في اختبار الشد (الشكل III. 14). حيث قمنا بوضع العينة على نقطتي ارتكاز وعلى مسافة ثابتة وكانت سرعة القوة المطبقة على العينة : 2 mm/ min ، القوة الابتدائية كانت 10N .

أبعاد العينة أخذت وفقاً للمعيار ASTM D790 حيث أبعادها 200x15x10 mm³.

يحسب الإجهاد المطبق على العينة من العلاقة التالية:

$$\sigma = 3.F.L / b.h^2 \quad (2)$$

حيث σ الإجهاد المطبق على العينة (MPa) ، F القوة القصوى (N) ، L المسافة بين نقطتي الارتكاز (mm)

b عرض العينة (mm) ، h سلك العينة (mm)

ومعامل يونغ يحسب من العلاقة التالية:

$$E = L^3.m / 4.b.h^3 \quad (3)$$

حيث m ميل المنحني



الشكل III.14 : جهاز اختبار الشني ذو ثلاث نقاط .

الفصل الرابع:

مناقشة النتائج

تمهيد:

تؤثر المعالجات الكيميائية للألياف النباتية على العديد من الخصائص المورفولوجية والبنوية لها ،لقد أكد العديد من الباحثين أن المعالجة الكيميائية للألياف تحسن من خصائصها حيث يتم التخلص من المركبات السطحية غير السيليلوزية (طبقة الدهون ، الزيوت والشمع) والتي بدوها تمتن وتقوي الروابط السطحية بين الألياف والمصفوفات [76]، بالمقابل يمكن أن تعطي المعالجة القلوية نتائج سلبية وغير مرغوبة للألياف وبالتالي ضعف في خصائص الألياف والمركبات المحضرة بها. النتائج التجريبية المحصل عليها في مختلف المراحل مدرجة في الفصل التالي والذي يتم فيه دراسة مختلف خصائص الألياف وتطورها .

1.IV. مكونات الألياف النباتية (الديس):

من خلال عملية الاستخلاص المتبعة بطريقة (klason) نستنتج أن المكونات الأساسية والغالبة للألياف النباتية على التوالي هي: الليجنين ، السيليلوز و الهيميسيليلوز كما هو موضح في الجدول 1.IV. عمليا السيليلوز (41,8wt%) هو المكون المهم والرئيسي للألياف ،أما بالنسبة للهيميسيليلوز والليجنين فهي تلعب دور المواد الرابطة والتي تضمن التصاق اللييفات السيليلوزية مع بعضها والتي يتم التخلص منها بمختلف المعالجات الكيميائية لتحسين خصائص الألياف .

الجدول 1.IV: نسب مكونات الألياف النباتية(الديس) عن طريق الاستخلاص .

النسبة الكتلية كل مكون/wt%	الديس (منطقة المسيلة) طريقة كلاسون
41.8	السيليلوز
22	الهيميسيليلوز
27.2	الليجنين
1,3	الدهون

- بالنسبة للالياف النباتية كمية السيليلوز مهمة في تحديد الخصائص الميكانيكية(الصلابة) العينة المدروسة أعطت نسبة 41,8 wt% وهي أكبر من نظيرتها في الياف الحلفاء والمقدرة ب 38wt% [77] (الجدول 2.IV).
- أما بالنسبة للهيميسيليلوز فقد اعطت الياف الديدس نسبة 22 wt% وهي اقل مقارنة باليااف الحلفاء(27-32wt%)
- كما أن الليجنين يعتبر من اهم المكونات في الالياف النباتية حيث تصل نسبته في الياف الديدس 27,2 wt%.
- بصفة عامة نسب مكونات الالياف النباتية تتعلق بالمادة المراد دراستها ، نوعها ، المنطقة الجغرافية وزمن الجني.
- كخلاصة إنطلاقا من بنية الياف الديدس كونها تحوي كمية من السيليلوز كبيرة نسبيا فإن ذلك يرشح الديدس أن يكون منافسا لالياف الحلفاء في الاستعمالات المختلفة.

الجدول 2.IV: مقارنة مكونات نبات الديدس مع الياف اخرى

الديس wt%	الحلفاء* wt%	
41,8	33-38	السيليلوز
22	27-32	الهيميسيليلوز
27,2	17-19	الليجنين

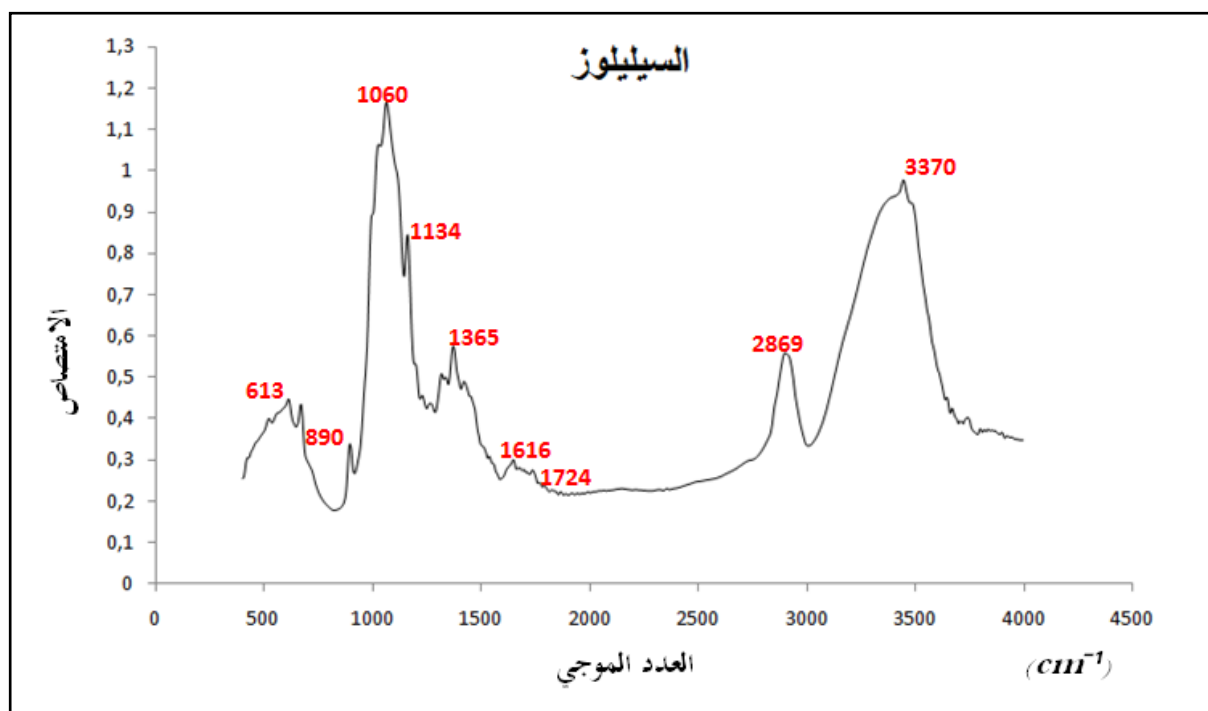
*الجدول I 4.

1.1.IV. إختبار جهاز طيف الأشعة تحت الحمراء (FTIR) للمكونات

تم تشخيص مكونات الألياف النباتية باستعمال طيف الاشعة تحت الحمراء وذلك لمعرفة بنية كل مكون لمعرفة خصائصه التي تساعدنا في تحديد طريقة معالجة الألياف لاستعماله كمواد تقوية للبوليميرات

1.1.1.IV. طيف الأشعة تحت الحمراء للسيليلوز:

يعتبر السيليلوز المكون الغالب للالياف النباتية وتعود أهمية هذا المكون إلى الخاصية الهيدروفيلية وبنيته البلورية. أما الهيميسيليلوز والليجنين فهي مواد تساعد على التصاق ليفات السيليلوز ويبين الشكل 1.IV طيف الامتصاص باستعمال FTIR للسيليلوز. والجدول 1.IV يضم أهم شدات الامتصاص للسيليلوز

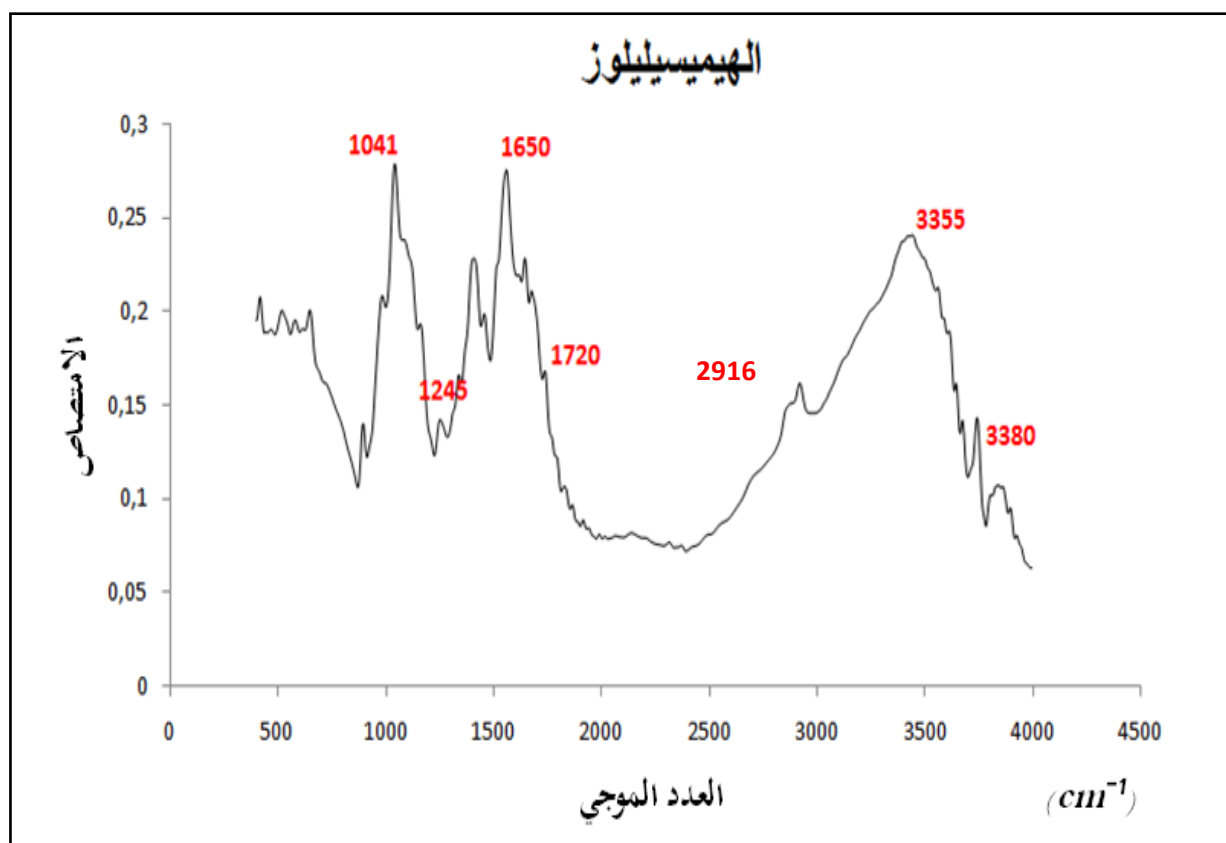


الشكل 1.IV: طيف الامتصاص FTIR للسيليولوز.

الجدول IV. 3: تفسير شدة النبض والاهتزازات للسيليولوز

المجموعة الوظيفية	شدة النبض (cm⁻¹)
مجموعة الهيدروكسيل OH	3370
مجموعات CH و CH ₂	2869
O-H الماء الممتز	1616
CH و CH ₂	1365
C-O-C	1134
C-C و C-OH و CH حلقي	1060
الروابط الغليكوزيدية	890
C-OH	613

IV.1.1. طيف الأشعة تحت الحمراء للهيميسيليلوز:

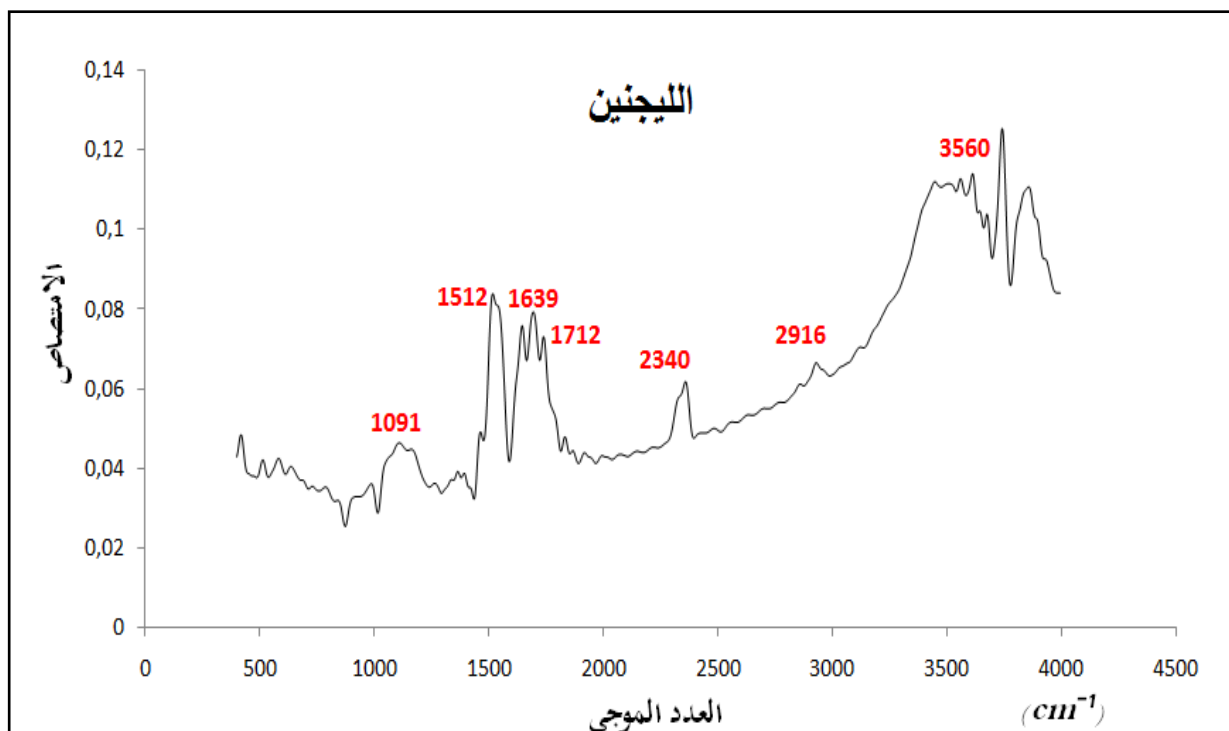


الشكل 2.IV: طيف الامتصاص FTIR للهيميسيليلوز.

الجدول IV.4: تفسير شدة النبض والاهتزازات للهيميسيليلوز

المجموعة الوظيفية	شدة النبض (cm^{-1})
OH	3355, 3380
CH الألكانات (CH_3 , CH_2 , CH) والحلقية	2916
C=O	1720
C-O-C المرتبط بالحلقة الأروماتية	1245
C-O الإيثر، ميثوكسي، كحول أليفاتي	1041

3.1.1.IV. طيف الأشعة تحت الحمراء لليجنين:



الشكل 3.IV: طيف الامتصاص FTIR لليجنين.

الجدول 5.IV: تفسير شدة النبض والاهتزازات لليجنين.

المجموعة الوظيفية	شدة النبض (cm⁻¹)
OH	3560
CH الألكانات (CH ₃ ، CH ₂ ، وCH) والحلقية	2916
OH الكحول والحمض الكربوكسيلي	2340
C=O للحمض الكربوكسيلي ، الايثر والالدهيد	1712
O-H الماء الممتز	1639
C=C للحلقة الأروماتية	1512
C-O الإيثر ، ميثوكسي ، كحول أليفاتي	1091

نلاحظ من خلال النتائج المحصل عليها لاطياف الامتصاص لكل من السيليلوز والهيميسيليلوز والليجنين أنها

متوافقة مع الاعمال المنشورة سابقا [78].

2.IV. اختبارات التشخيص للألياف المعالجة كيميائيا والالياف غير المعالجة :

بعد اجراء مختلف المعالجات الكيميائية للألياف بتراكيز مختلفة في ازمة مختلفة قمنا بعد اختبارات تشخيصية للألياف

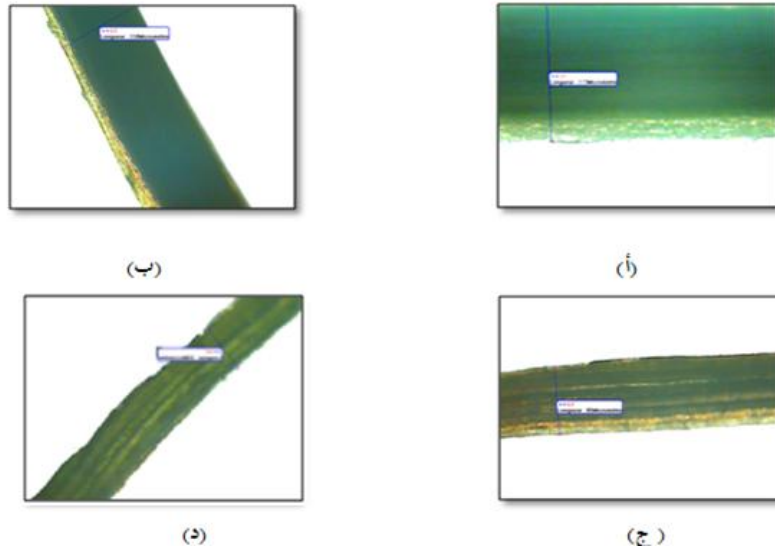
لتوضيح التأثير المهم للمعالجة و اختبارات اخرى لبعض المواد المركبة المحضرة ، من بين الاختبارات المستخدمة إختبار جهاز المجهر الضوئي .

1.2.IV. إختبار جهاز المجهر الضوئي: (Microscope Optique)

إن المعالجة الكيميائية للألياف تحدث تغييرا مورفولوجي ملحوظ ويوضح جهاز المجهر الضوئي (بقدره تكبير 10×18).

أثر هاته المعالجة الكيميائية على الألياف النباتية وخصوصا السطح الخارجي بحيث يظهر جليا وجود بعض الزيت والدهون على سطح الياف الديدس قبل المعالجة (الشكل IV.4. أ) التي تجعل من خصائص المواد المركبة ضعيفة لكن عملية المعالج الكيميائية تجعل من السطح الخارجي خشن وتبدأ لبيفات من السيليلوز بالظهور (الشكل IV.4. ج)، (الشكل IV.4. د). أي أن المعالجة تسمح بتحسين الخصائص الفيزيائية والميكانيكية للمواد المركبة وقد اثبت العديد من الباحثين [79] أن المعالجة القلوية تسبب نقصان في الكتلة وذلك يعود إلى التخلص الجزئي من الدهون ، الشوائب والمواد التي تربط الليفات السيليلوزية مع بعضها .

1.1.2.IV. دراسة أثر تركيز الصود: عند $T=25^{\circ}C$ و $t=5h$



الشكل 4.IV: صور بالمجهر الضوئي توضح أثر تركيز الصود

الديدس غير المعالج: (أ) $D0$ الديدس المعالج: (ب) $D1\%$ ، (ج) $D3\%$ ، (د) $D6\%$

من أهم مايميز المعالجة الكيميائية للألياف النباتية بتراكيز مختلفة هو قطر هاته الالياف حيث ينقص بزيادة التركيز كما

هو مبين في الجدول التالي

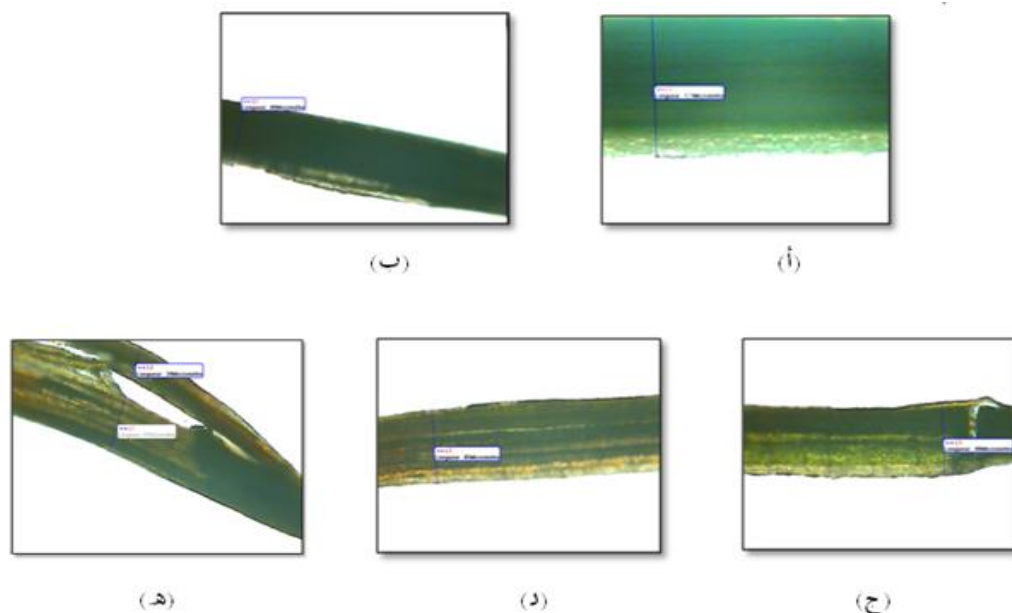
الجدول 6.IV: أثر تركيز الصود على قطر الألياف

التركيز (wt%)	0	1	3	6
قطر الألياف (μm)	173	110	85	64

IV.2.1.2. دراسة أثر زمن المعالجة:

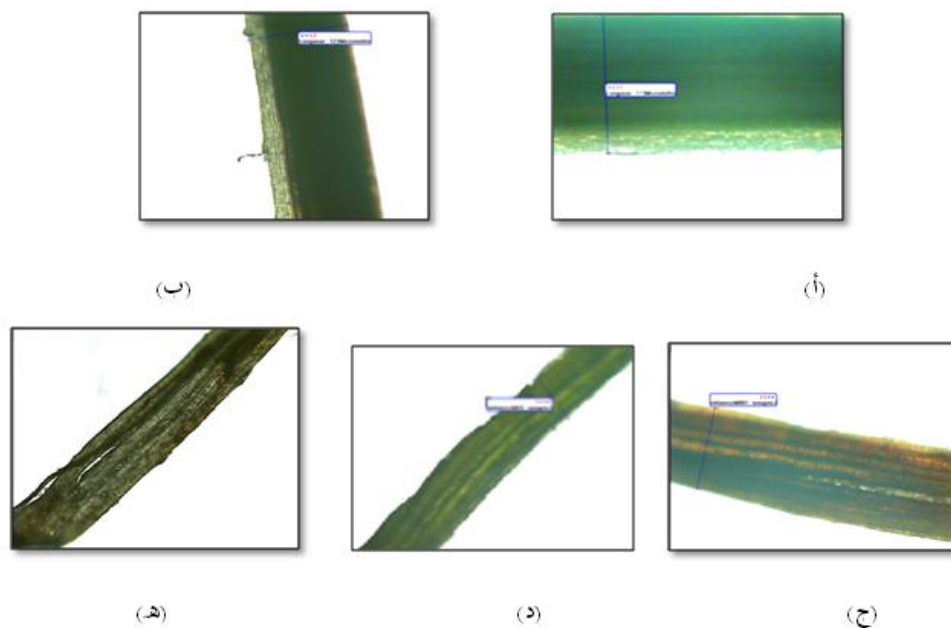
في خطوة ثانية قمنا بدراسة تأثير عامل زمن المعالجة القلوية على خصائص الألياف مع تثبيت التركيز عند 3wt% نلاحظ أن زمن معالجة الألياف له تأثير كبير حيث مع زيادة الزمن (1,3,5,7 h) حيث يتم التخلص جزئياً من الطبقة غير السيليلوزية السطحية، إثر ذلك يصبح سطح العينات على شكل خيوط متوازية تمثل اللييفات السيليلوزية والفراغات بينها تؤكد انحلال المواد الرابطة، وعليه يكون أحسن زمن للمعالجة هو الذي يؤدي إلى نزع أكبر كمية من المواد الرابطة التي تحيط بالسيليلوز فحسب الدراسة المورفولوجية يتبين أن الزمن $t = 5h$ حيث تظهر اللييفات بشكل واضح (الشكل 5.IV.د) يمكن اعتباره الزمن الأمثل للمعالجة الكيميائية عند تركيز 3wt%.

قمنا كذلك بدراسة تأثير زمن المعالجة بتثبيت التركيز الحدي عند 6 wt% مع تغيير الزمن (1,3,5,7 h) بالنسبة للتركيز العالي نسبياً، لاحظنا أنه مدة 5 ساعات من المعالجة كافية كما هو مبين في الشكل بينما بعد 7 ساعات من المعالجة ظهر إتلاف في الألياف إذن مع زيادة زمن المعالجة يكون هذا الأثر أكبر وذلك يظهر بوضوح في الشكل (5.IV.هـ) و (6.IV.هـ).



الشكل 5.IV: صور بالمجهر الضوئي توضح أثر زمن المعالجة 3wt% C =

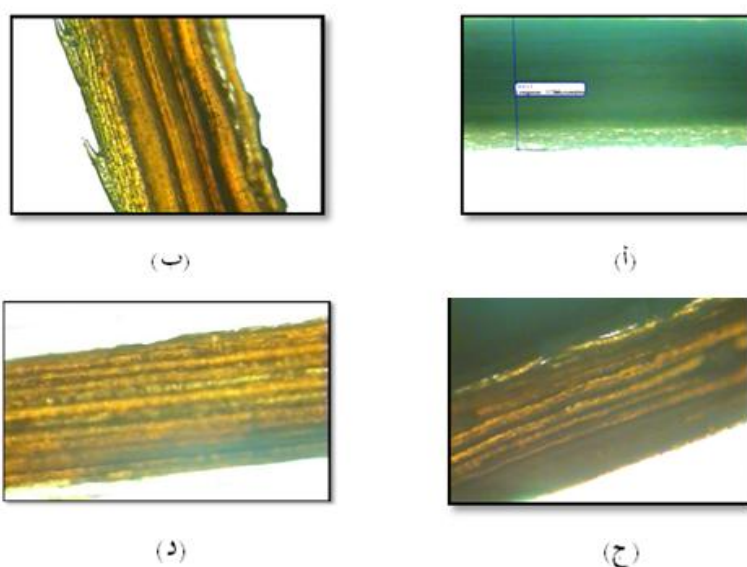
(أ): D0، (ب): 1 h، (ج): 3h، (د): 5h، (هـ): 7 h.



الشكل 6.IV: صور بالمجهر الضوئي توضح أثر زمن المعالجة $6 \text{ wt}\% \text{ C}$
 (أ): D0، (ب): 1 h، (ج): 3 h، (د): 5 h، (هـ): 7 h.

IV.1.2.3 دراسة أثر درجة الحرارة باستعمال الميكرواوند:

قمنا بدراسة اثر الحرارة بالنسبة لثلاث عينات بتراكيز من الصود (1، 3، 6wt %) باستعمال جهاز الميكرواوند (درجة حرارته قدرت ب 90°C). تبين من خلال هذه الدراسة ان للحرارة اثر كبير حيث أن بزمن معالجة قدره 30 دقيقة كانت كافية لظهور اللييفات على شكل خيوط حتى بالنسبة لتراكيز 1wt % مع ملاحظة بقاء القليل من الطبقة الدهنية (الشكل 7.IV.ب). أما بالنسبة للتراكيز الاكبر (3، 6wt%) يمكن أن نقول أن المعالجة كانت جد ناجعة دون أثر لأي اتلاف لللياف



(الشكل 7.IV ج، د).

الشكل 7.IV: صورة بالمجهر الضوئي للمعالج بالميكرواوند
 (أ): غير معالج، (ب): DMO1، (ج): DMO3، (د): DMO6

2.2.IV. اختبار جهاز طيف الأشعة تحت الحمراء: FTIR

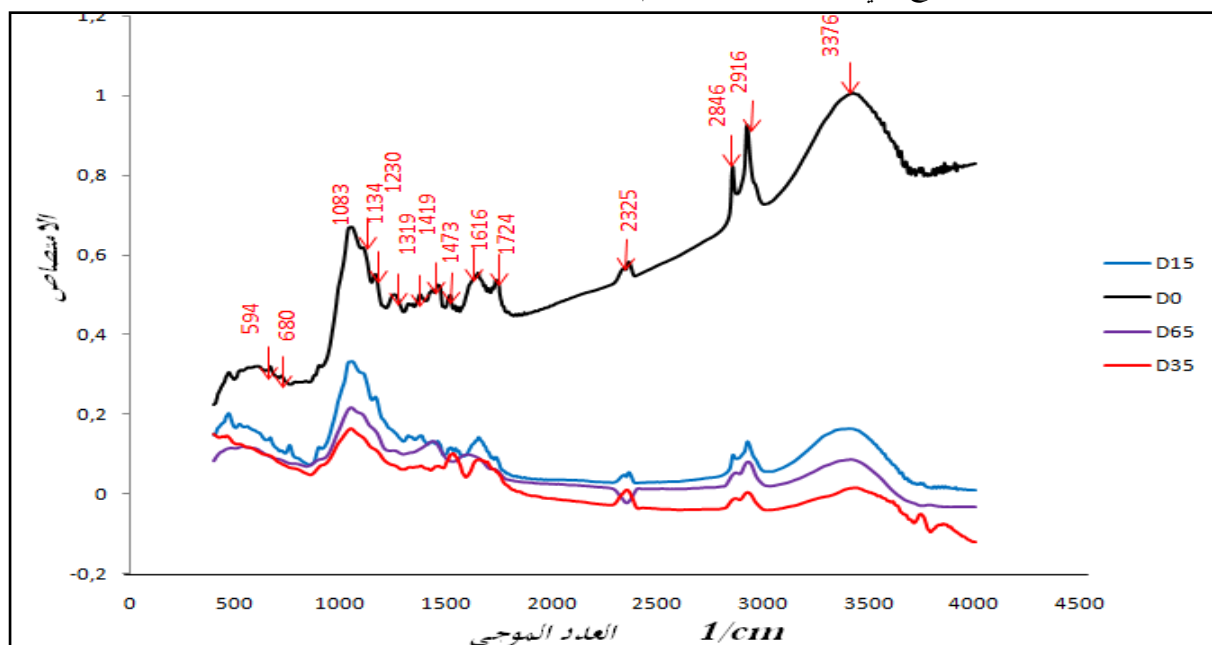
استعملت هذه الطريقة الطيفية لتأكيد اثر مختلف المعالجات القلوية (التركيز، الزمن، الحرارة) على بنية الالياف .

2.2.IV.1. اختبار جهاز طيف الأشعة تحت الحمراء لألياف الديدس قبل المعالجة:

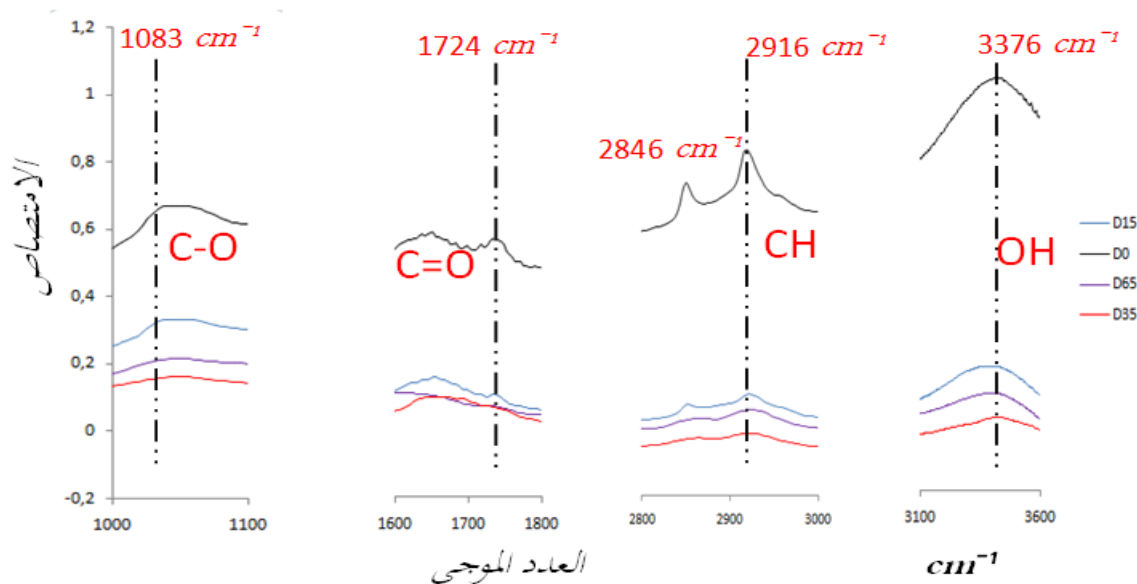
تم تشخيص بنية ألياف نبات الديدس باستعمال جهاز طيف الأشعة تحت الحمراء (الشكل 8.IV) نلاحظ وجود نبض عريض في حدود 3376 cm^{-1} هذا النبض يعود إلى المجموعة الهيدروكسيلية التي تميز متعدد السكريات، أما النبض في حدود 2846 cm^{-1} و 2916 cm^{-1} فهي تتوافق بالترتيب مع الدهون ومتعدد السكريات، بالنسبة لمجموعة الكربونيل $\text{C}=\text{O}$ في حدود 1616 cm^{-1} إلى 1724 cm^{-1} فهي تدل على وجود الهيميسيليلوز أما بالنسبة للنبض في حدود 1400 cm^{-1} إلى 1500 cm^{-1} فهي تمثل كل من البكتينات الليجنين والهيميسيليلوز، هذا الطيف يوافق ما تم نشره في اعمال سابقة [80].

2.2.IV.1.1. دراسة أثر تركيز الصود:

من خلال طيف الأشعة تحت الحمراء (الشكل 9.IV) نلاحظ انخفاض شدة النبض 2846 cm^{-1} والتي تعود إلى انخفاض نسبة الدهون . كذلك بالنسبة للهيميسيليلوز نلاحظ اختفاء النبض في حدود 1230 cm^{-1} والذي يعود إلى تحطم الرابطة $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ والنبض في 1616 cm^{-1} التي تمثل $\text{C}=\text{O}$ ، أما بالنسبة للبكتينات والليجنينات والهيميسيليلوز فالنبض يختفي جزئياً بالمعالجة يظهر في حدود 1473 cm^{-1} والنبض 1083 cm^{-1} فهو يمثل $\text{C}-\text{O}$. وبالاتتماد على المنحني السابق تبين أن المعالجة القلوية تحسن من الالياف حيث أن افضل معالجة هي عند التركيز % 6wt ثم % 3 wt وذلك باختفاء او نقصان المواد الرابطة.



الشكل 8.IV: طيف الامتصاص FTIR يوضح أثر تركيز الصود على الألياف.



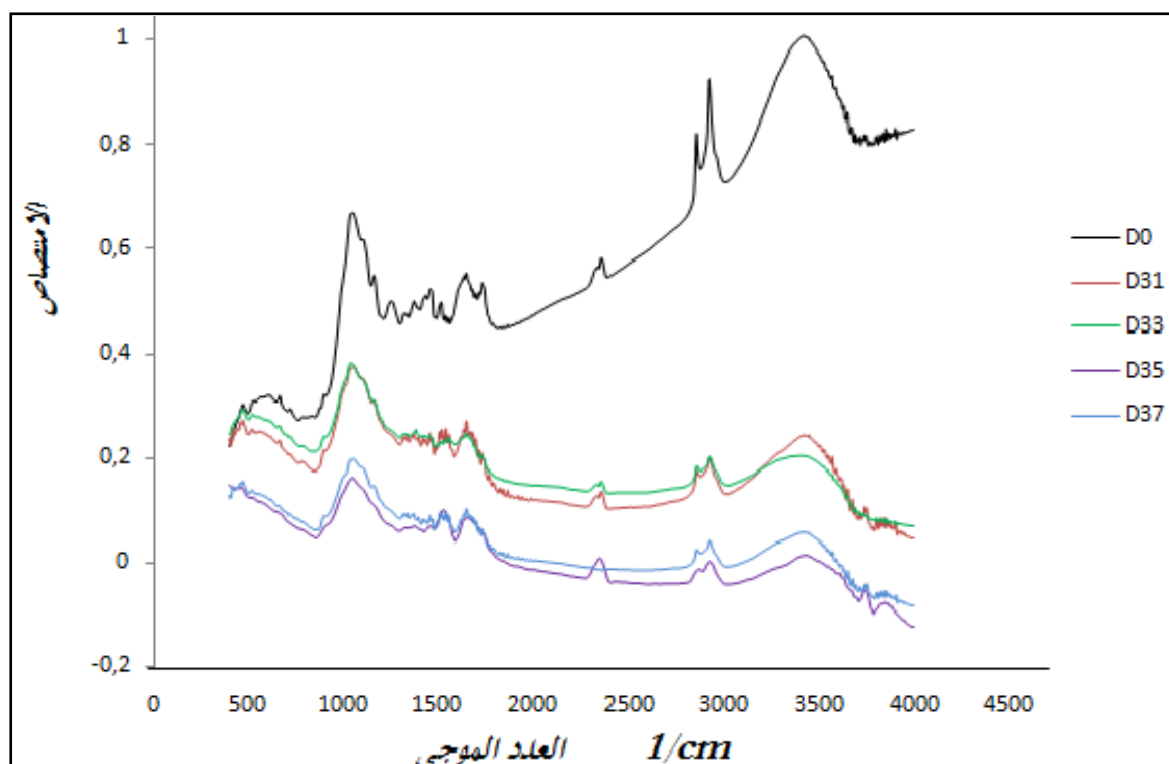
الشكل IV. 9: أثر تركيز الصودا على شدة النبض لبعض مكونات الألياف.

IV.2.2.1. 2. دراسة أثر زمن المعالجة: 3 wt %

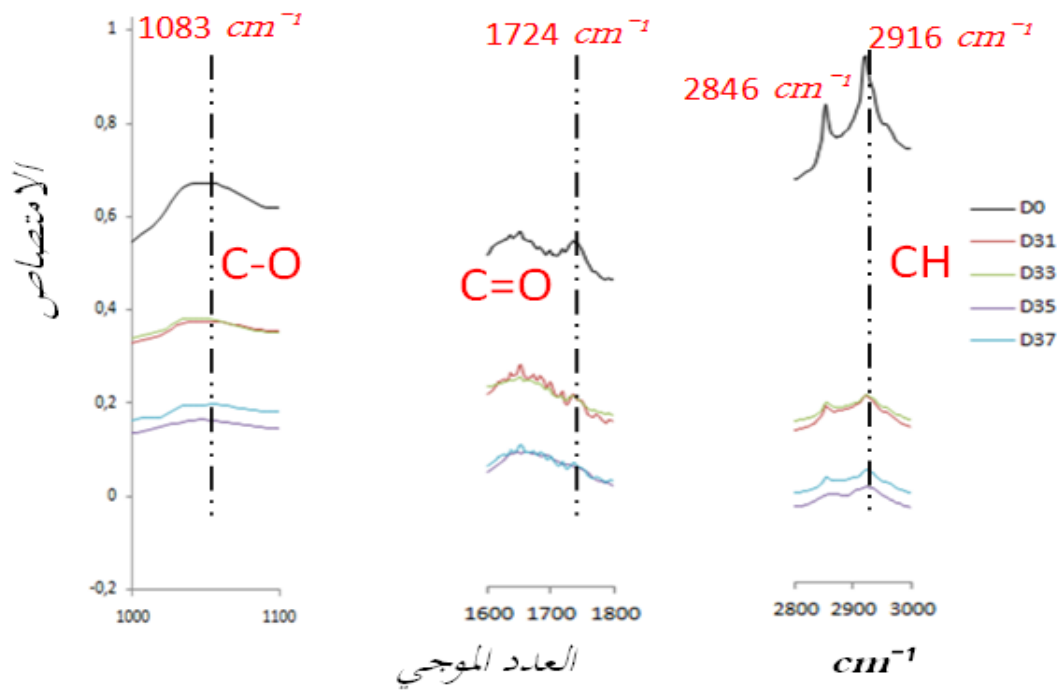
من خلال المنحني (10.IV) يلاحظ بزيادة زمن المعالجة يزيد التأثير حيث أحسن نتيجة للمعالجة للتركيز 3 wt % تكون

في 5 ساعات حيث يظهر تأثير المعالجة خلال المجال من 1083 cm^{-1} إلى 1724 cm^{-1} أي انخفاض جزئي للهميسيليلوز و

الليجنين فضلا على انخفاض شدة النبض 2846 cm^{-1} والتي تعود إلى انخفاض نسبة الدهون الشكل (11.IV).



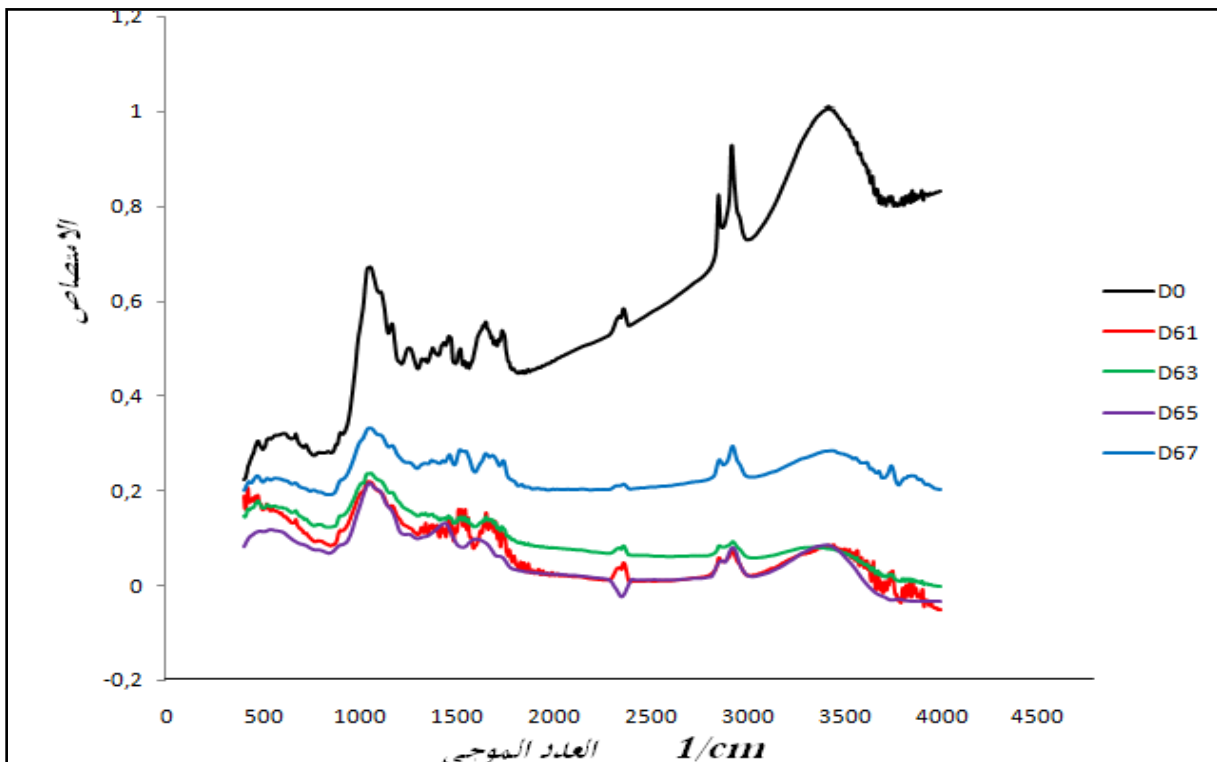
الشكل 10.IV: طيف الامتصاص FTIR يوضح أثر زمن المعالجة (3wt%) على الألياف.



الشكل IV. 11: أثر زمن المعالجة على شدة النبض لبعض مكونات الألياف (3wt%).

IV. 2.2. 1. 3. دراسة أثر زمن المعالجة: 6 wt%

أهم المعالجات بالنسبة للتركيز 6 wt% في حدود 3 ساعات و 5 ساعات لكن بعد ذلك يظهر أن المعالجة كان لها أثر سلبي على الألياف وتفقد خصائصها وذلك يظهر عند D67. (الشكل IV. 12).

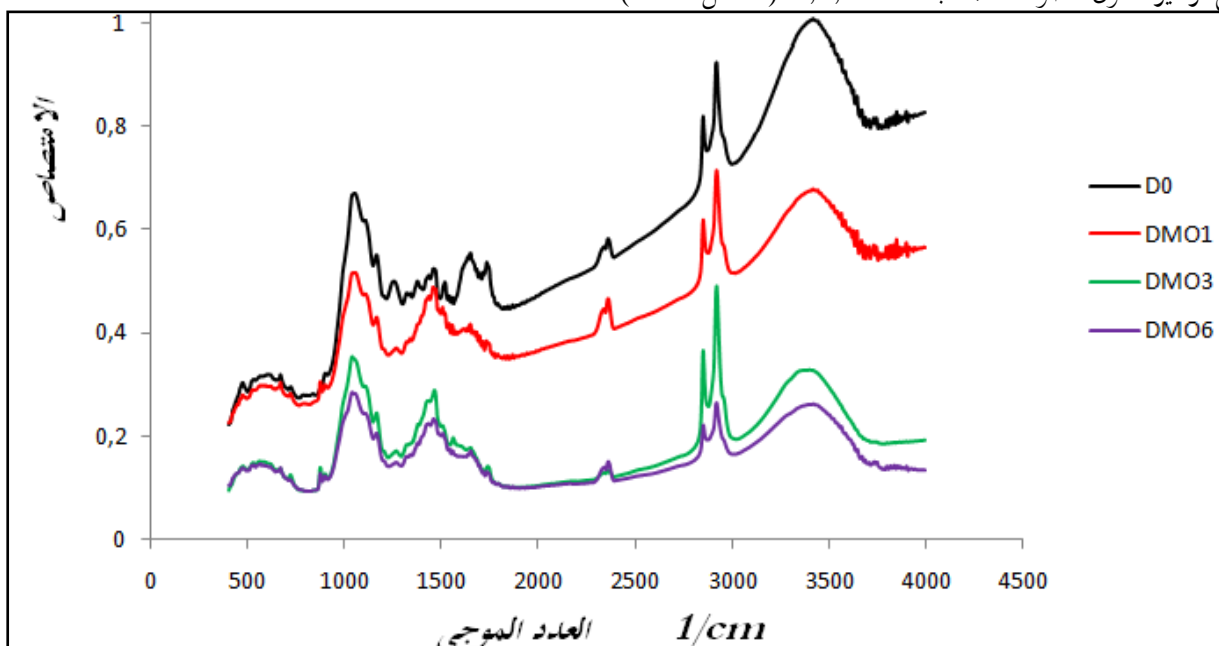


الشكل IV. 12: طيف الامتصاص FTIR يوضح أثر زمن المعالجة (6wt%) على الألياف.

IV.2.2.1.4. دراسة أثر درجة الحرارة باستعمال الميكرواوند:

في خطوة أخرى قمنا بمعالجة الألياف بمحلول من الصود ولكن في هذه المرة استعملنا التسخين بالميكرواوند

مع تراكيز محلول الصود المعالجة بـ 1,3,6 wt % (الشكل IV.13).



الشكل IV.13: طيف الامتصاص FTIR يوضح أثر الحرارة أثناء المعالجة على الألياف.

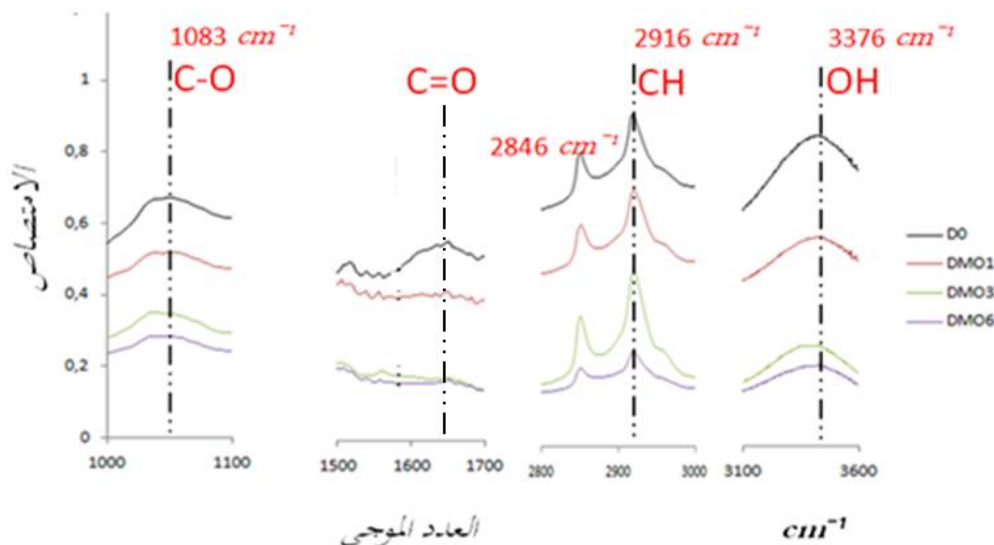
إن المعالجة الكيميائية باستعمال الحرارة تحسن من خصائص الألياف بشكل ملحوظ حيث تزيد من خصائص الألياف

بزيادة التركيز وذلك بالتخلص من الدهون والمواد غير السيليلوزية، حيث يلاحظ من الشكل IV.13 أن طيف الامتصاص الذي

يقابل مجموعة OH في حدود 3376 cm^{-1} يتناقص في حالة الألياف DM06 مما يؤدي إلى انخفاض في الطبيعة الهيدروفيلية

للألياف كذلك ينقص طيف الامتصاص بشكل ملحوظ لهاته العينة المذكورة عند حدود $1600-1700 \text{ cm}^{-1}$ و 1230 cm^{-1}

والتي تمثل نقصان في نسبة الليجنينات والهيميسيليلوز (الشكل IV.14).



الشكل IV.14: أثر الحرارة على شدة النبض لبعض مكونات الألياف.

3.2.IV. إختبار جهاز الأشعة السينية: DRX

تسمح الأشعة السينية (DRX) بدراسة البنية البلورية للألياف النباتية، من المفروض أن نتيجة المعالجة القلوية تحسن من

نسبة تبلور السيليلوز في الألياف [81] ومن أجل التأكد من ذلك قمنا باختبار العينات المدروسة وحساب معامل التبلور $CrI(\%)$ بطريقة سيقال بالنسبة لكل العينات المدروسة .

$$(4) \dots\dots\dots CrI = \frac{I_{002} - I_{AM}}{I_{002}} * 100$$

I_{002} : يميز المستوى 002 الطور البلوري وغير البلوري .

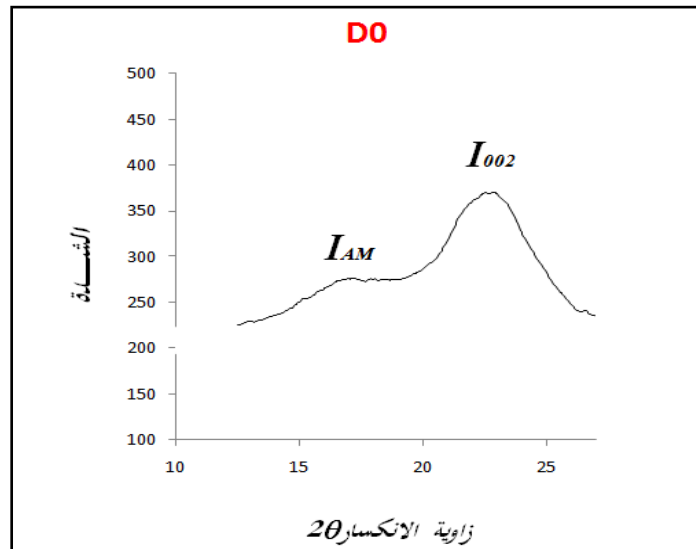
I_{AM} : يميز المناطق غير البلورية.

من خلال المنحنيات المحصل عليها فالطيف الخاص بجيود الأشعة السينية في المجال المدروس (10-30) كل الاطيفات

تحتوي نبضين احدهما $2\theta = 22,7^\circ$ تمثل الشدة القصوى تنسب الى السيليلوز (الطور البلوري وغير البلوري)، والنبض

$2\theta = 15,2^\circ$ تمثل الشدة الدنيا وتنسب إلى الهيميسيليلوز والليجنين (الطور اللابلوري) [82].

فالمعالجة القلوية إذن تؤدي إلى نقص كمية المادة غير البلورية في الألياف (انحلال الهيميسيليلوز ، الدهون والشموع) هذا النقص يزيد من درجة التبلور.

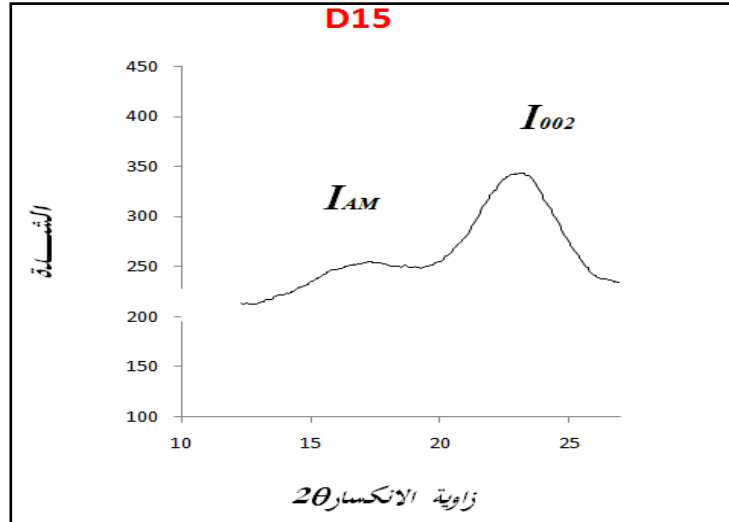


الشكل 15.IV: طيف الأشعة السينية للألياف غير المعالجة

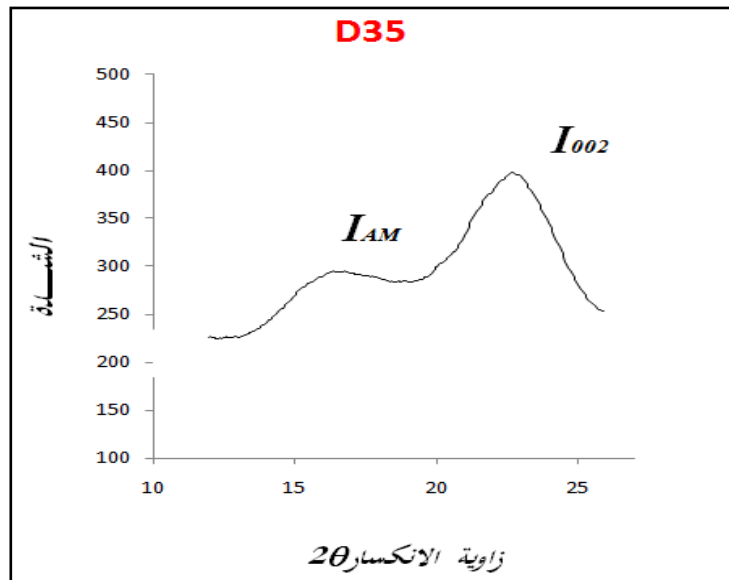
من خلال المنحني الموضح في الشكل IV. 15 نستطيع حساب معامل التبلور الخاص بالألياف غير المعالجة منه وحسب العلاقة

(4) فإن معامل التبلور الخاص بـ D0 فيساوي % 34.27 .

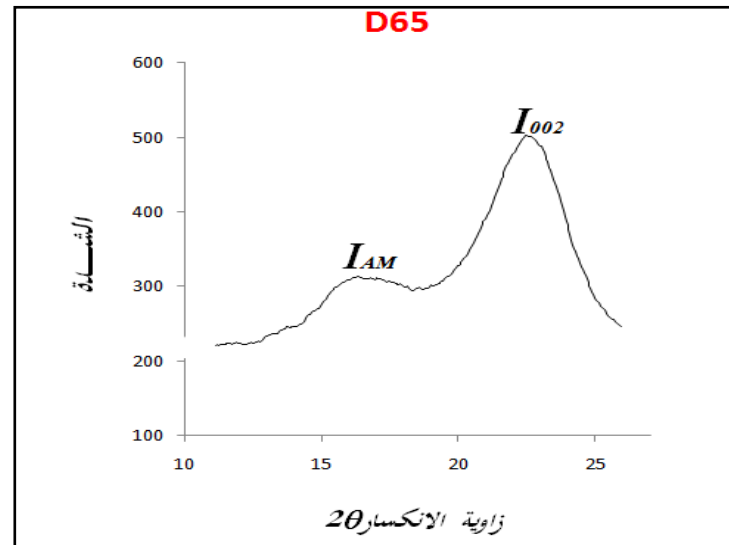
1.3.2.IV. دراسة اثر تركيز الصود:



الشكل IV.16: طيف الاشعة السينية للألياف D 15.



الشكل IV.17: طيف الاشعة السينية للألياف D 35.



الشكل IV.18: طيف الاشعة السينية للألياف D 65.

من خلال منحنيات الاشعة السينية لمختلف التراكيز وبعتماد طريق سيقال تم التحصل على النتائج التالية المدرجة في الجدول

IV 7. والتي توضح الفرق في معامل التبلور

الجدول IV 7: معامل التبلور للالياف غير المعالجة والمعالجة

	<i>IAM</i>	<i>I002</i>	<i>CrI(%)</i>
<i>D0</i>	303	461	34,27
<i>D15</i>	266	376	29,25
<i>D35</i>	281	428	34,34
<i>D65</i>	323	530	39,05

من خلال المنحنيات الخاصة بالأشعة السينية للالياف المعالجة بتراكيز مختلفة (1,3,6 wt%) تحت درجة حرارة ثابتة

(25°C) وخلال زمن ثابت (t=5 h) ومقارنتها بالالياف غير المعالجة وإنطلاقا من حساب معامل التبلور لكل منها والموضح في

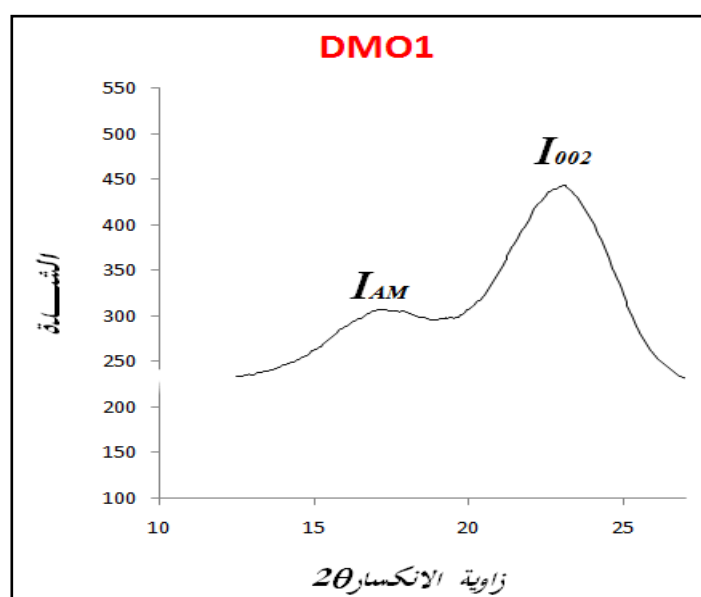
الجدول التالي (الجدول IV 5). يتبين بأن أفضل المعالجات كانت D65 والتي فيها معامل التبلور يساوي % 39,05، يمكن أن

يعزى هذا الأمر إلى إزالة الهيميسيلولوز والليجنين غير المتبلور من الديس وكذلك إعادة ترتيب المناطق البلورية مما ييحسن من درجة

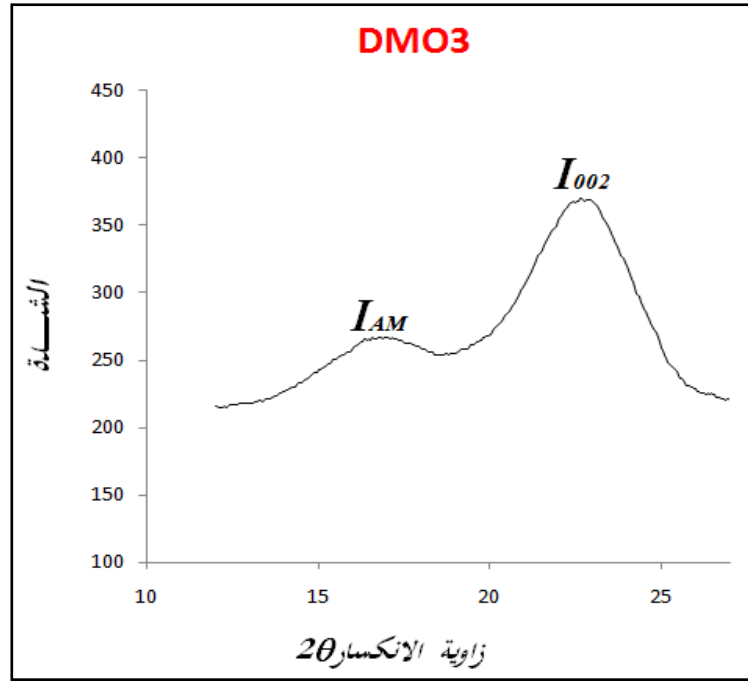
تبلور الالياف وهذا يتوافق مع الاعمال المنشورة حول معالجة الالياف النباتية المختلفة والمستعملة في تحسين الخصائص الميكانيكية

للمواد المركبة [83].

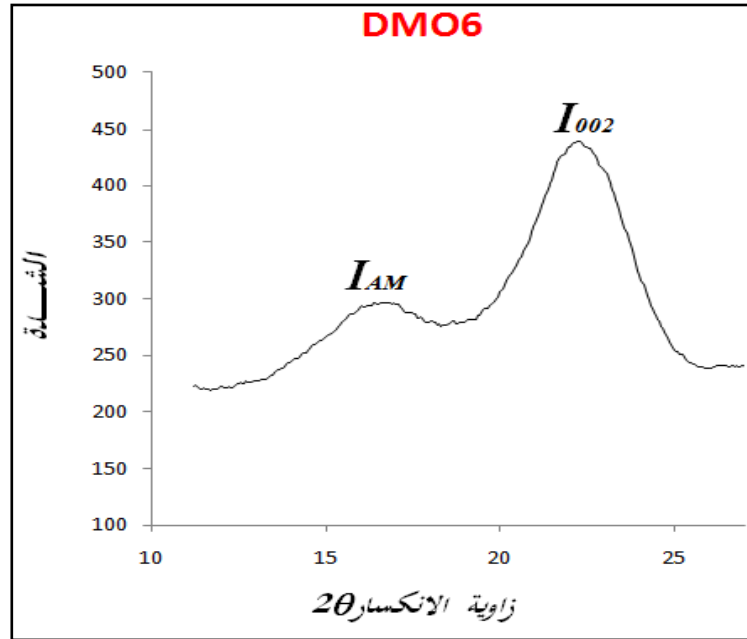
IV.3.2.2. دراسة اثر درجة الحرارة:



الشكل IV.19: طيف الاشعة السينية للالياف DMO1



الشكل IV.20: طيف الأشعة السينية للألياف DMO3.



الشكل IV.21: طيف الأشعة السينية للألياف DMO6.

من خلال المنحنيات الخاصة بالأشعة السينية للألياف المعالجة بتراكيز مختلفة (1,3,6 wt%) وتحت درجة الحرارة 90°C ومقارنتها بمنحنيات الألياف غير المعالجة وبحساب معامل التبلور بالإعتماد على علاقة سيقال (4) لكل منها والموضح في الجدول التالي (الجدول IV.6) يتبين بأن أفضل المعالجات كانت DMO6 والتي بلغ فيها معامل التبلور % 38,16. يبدو أن درجة التبلور تزداد بزيادة تركيز الصود في حدود التراكيز المدروسة.

الجدول IV. 8: معامل التبلور للالياف غير المعالجة والمعالجة تحت تأثير الحرارة.

	IAM	I002	Cr I (%)
D0	303	461	34,27
DMO1	343	503	31,80
DMO3	251	369	31,97
DMO6	290	469	38,16

IV.4.2. إختبار الشد للمركبات :

عملية معالجة الالياف لها الاثر الاكبر في الخصائص الميكانيكية للمواد المركبة هذه الخصائص يتم تحديدها من خلال

إختبار الشد . منحني (القوة - انزياح) يسمح بتقدير الخواص الميكانيكية للمواد المركبة مثل حد القطع (مقاومة الألياف)، ومعامل يونغ، والإستطالة القصوى .

انطلاقاً من النتائج المحصل عليها بعد اجراء اختبارات FTIR, DRX, M.O خلصنا إلى أن العينة D65 تمثل أحسن المواصفات مما جعلنا نرشحها كمادة مقوية لتشكيل المركب ومقارنة الخصائص الميكانيكية لهذا المركب مع خصائص المركب المشكل انطلاقاً من الالياف الغير المعالجة.

تم تحضير المواد المركبة انطلاقاً من الراتنج بولي استر غير المشبع والمواد المقوية والتي تتمثل في الياف الديدس المعالجة وغير المعالجة (للمقارنة) واجراء اختبارات الشد (الشكل IV. 22- الشكل IV. 23). النتائج المحصل عليها والمدروجة في الجدول (IV. 9) تبين أن قوة الشد القصوى (Fmax) قد زادت بفعل المعالجة بالصود حيث بلغت قيمة قدرها 3650 N (العينة D65)، مقارنة بالعينة (D0) والتي قوة الشد فيها بلغت 3170 N و بالتالي فإن إجهاد الشد المطبق على العينة σ قد زاد بنسبة % 13, 15 (الشكل IV. 24).

الجدول IV. 9: بعض الخصائص الميكانيكية للمواد المركبة من الالياف غير المعالجة والمعالجة (إختبار الشد) .

	معامل المرونة E (GPa)	القوة القصوى Fmax (N)	مساحة المقطع S (mm ²)	الاجهاد $\sigma = F/S$ (N/mm ²)
D0	0,928	3170	250	12,68
D65	1,39	3650	250	14,6

بالنسبة لمعامل يونغ (الشد) فإن المركبات المحضرة بألياف الديدس غير المعالجة يساوي 0,928 GPa هذه القيمة المحصل عليها ، احسن بكثير من معامل المركبات المحضرة في نفس الشروط باستعمال الياف الخلفاء .

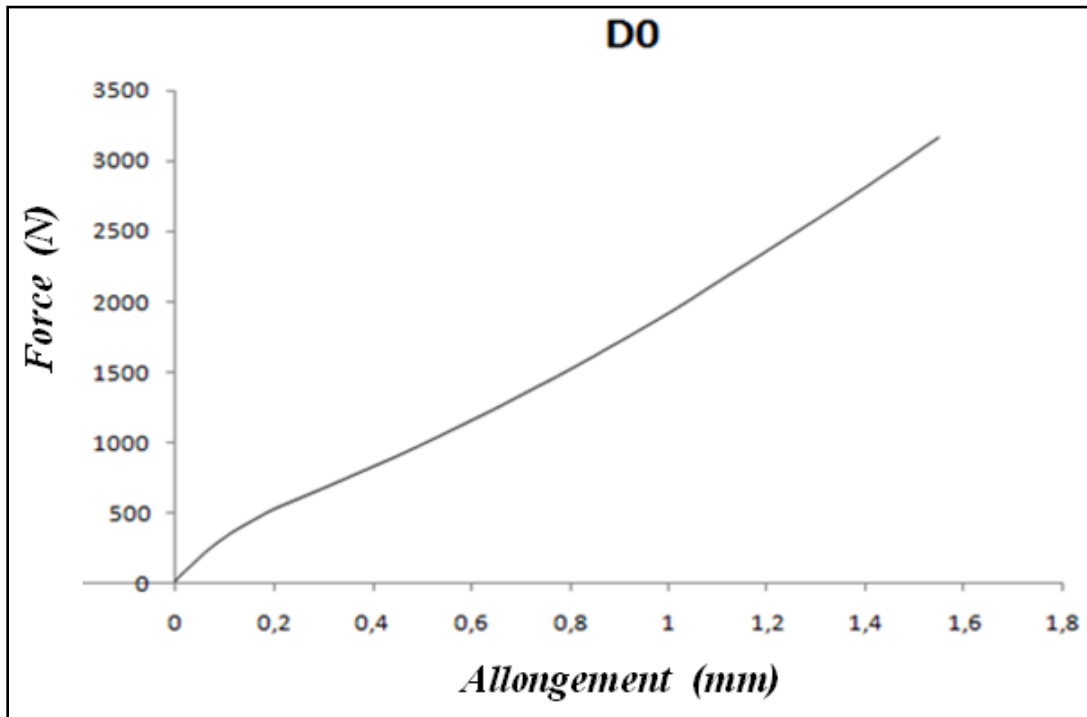
فعلا ، ع .بن يحي ورفقاؤه [83] قاموا بتحضير مركبات من البولي أستر غير المشبع ذات أساس من ألياف الخلفاء فوجدوا أن معامل يونغ لهاته المركبات ذات أساس من ألياف الخلفاء غير المعالجة يقدر ب 0,515 GPa. فبالمقارنة مع المركب ذو أساس من ألياف الديدس هناك زيادة معتبرة في معامل يونغ بالنسبة لهذا الأخير بنسبة 44.5%. مما يرشحه ان يكون بديلا عن الياف الخلفاء كمادة مقوية في تحضير المركبات.

بالنسبة للمركب المقوى بألياف الديدس المعالجة بمحلول من الصود تركيزه 6% فإن معامل يونغ يساوي 1,39 GPa أي أنه قد زاد بنسبة % 33,24 مقارنة بالمركب المقوى بألياف الديدس غير المعالجة (الشكل IV. 25). الجدول IV. 10 يلخص المقارنة بين المركبات ذات أساس من ألياف الديدس المعالجة وغير المعالجة والمركبات ذات أساس من الخلفاء المعالجة وغير المعالجة، لشرح الاثر الايجابي للمعالجة الكيميائية على الخصائص الميكانيكية للمركبات أرجع العديد من الباحثين [83-85] السبب في ذلك إلى المعالجة القلوية التي تخفض من نسبة الليجنين والهيميسيليلوز من الألياف النباتية. عندما تنقص كمية الهيميسيليلوز الموجودة اصلا كرابط بين اللييفات، فإنه من المرجح أنها تترك فراغات بين اللييفات فتصبح أقل كثافة وأقل صلابة مما يترتب عنها إعادة ترتيب اللييفات وفق ترتيب جديد يحوي نسبة أكبر من السيليلوز ينتج عنه خصائص ميكانيكية احسن لذلك عندما تجذب الألياف عن طريق الشد، فإن إعادة الترتيب بين اللييفات يؤدي إلى توزيع أفضل للحمولة. زيادة على الاثر الناجم على بنية الاليف يمكن أن تتحسن الخصائص الميكانيكية بخفض الخاصية الهيدروفيلية لهاته المواد المقوية حيث أن المعالجات الكيميائية تنقص من مجموعات الهيدروكسيل التي تصفي على الألياف الطبيعية الهيدروفيلية، مما يزيد من قوة الالتصاق بين الاليف والمصفوفة البوليميرية اثناء تشكيل المركب.

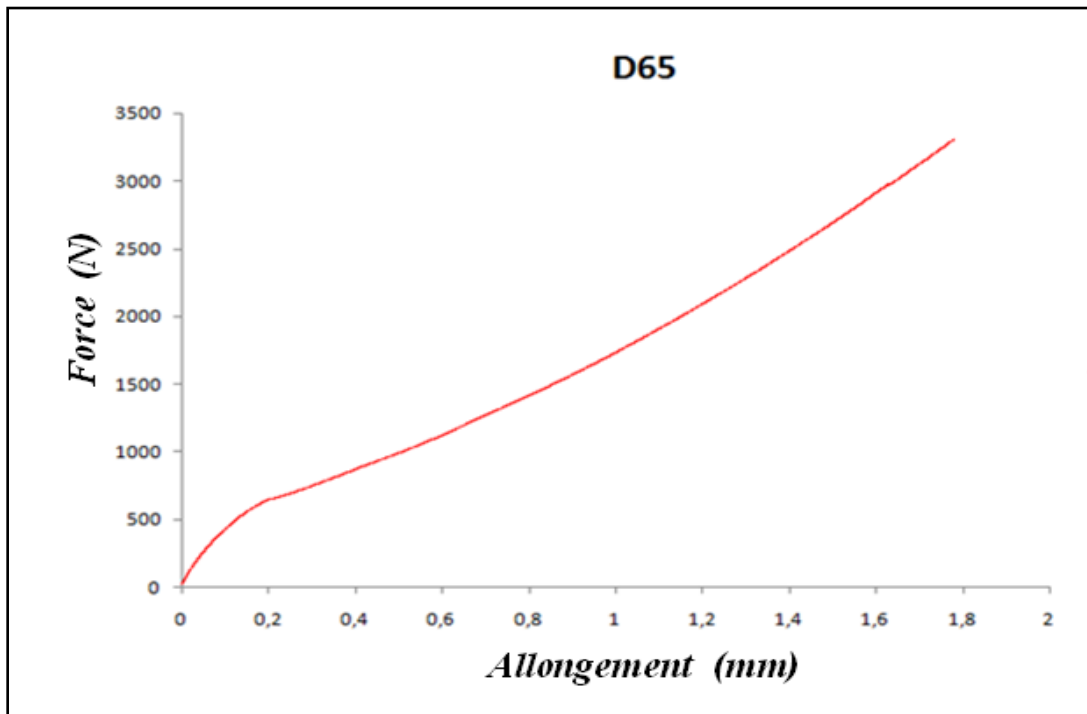
الجدول IV. 10: مقارنة الخصائص الميكانيكية (اختبار الشد) لمركبات الديدس و الخلفاء.

* σ (%)	σ	* E (%)	E	المركبات	
				غير معالجة	معالجة
13.15	12.68	33.24	0.93	غير معالجة	الديدس
	14.6		1.39	معالجة	
30.38	17.48	58.18	0.414	غير معالجة	الخلفاء [85]
	25.11		0.99	معالجة	

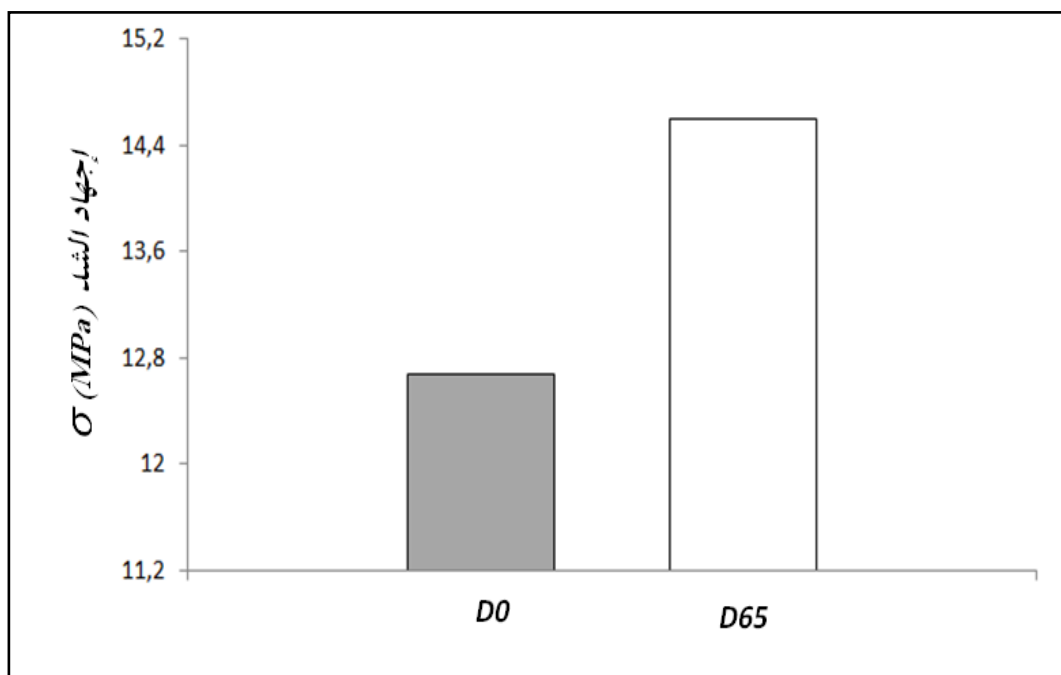
$$* E(\%) = [E(D65) - E(D0)] / E(D65) \quad ** \sigma(\%) = [\sigma(D65) - \sigma(D0)] / \sigma(D65)$$



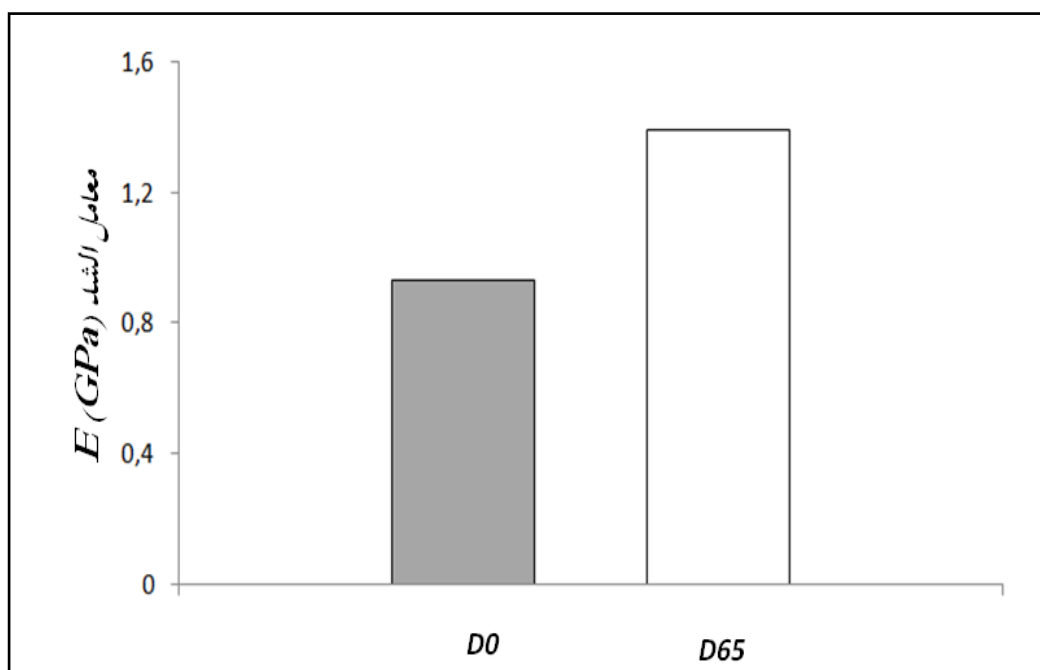
الشكل IV.22: منحنى اختبار الشد للمركب D0 .



الشكل IV.23: منحنى اختبار الشد للمركب D65 .



الشكل 24.IV: إجهاد الشد للمركبات D0 و D65..



الشكل 25.IV: معامل الشد للمركبات D0 و D65.

2.IV. 5. إختبار الشني ذو ثلاث نقاط للمركبات :

من بين الاختبارات التي تحدد قيمة الخواص الميكانيكية للمواد المركبة المحضرة بالألياف إختبار الشني ذو ثلاث نقاط.

منحنى (الاجهاد - التشوه) يسمح بتقدير بعض الخواص الميكانيكية للمركبات المقواة بالالياف النباتية مثل قوة الشني (مقاومة

الألياف)، ومعامل يونغ.

بعد تحضير المواد المركبة انطلاقاً من الراتنج بولي استر غير المشبع والمواد المقوية والتي تتمثل في الياق الديدس وإجراء اختبارات الثني (الشكل IV. 26- الشكل IV. 27)، ومن خلال النتائج المحصل عليها والمدرجة في الجدول (IV. 11) لاحظنا أن الإجهاد المطبق على العينة (σ) يزيد بنسبة % 26,35 (الشكل IV. 28) كما أن قيمة معامل يونغ للمركبات المحضرة بألياف الديدس غير المعالجة 0,69 GPa، بينما في حالة المركب المقوى بألياف الديدس المعالجة بمحلول من الصود تركيزه 6% فإن معامل يونغ يساوي 2,37 GPa أي أنه زاد بنسبة % 70,88 (الشكل IV. 29).

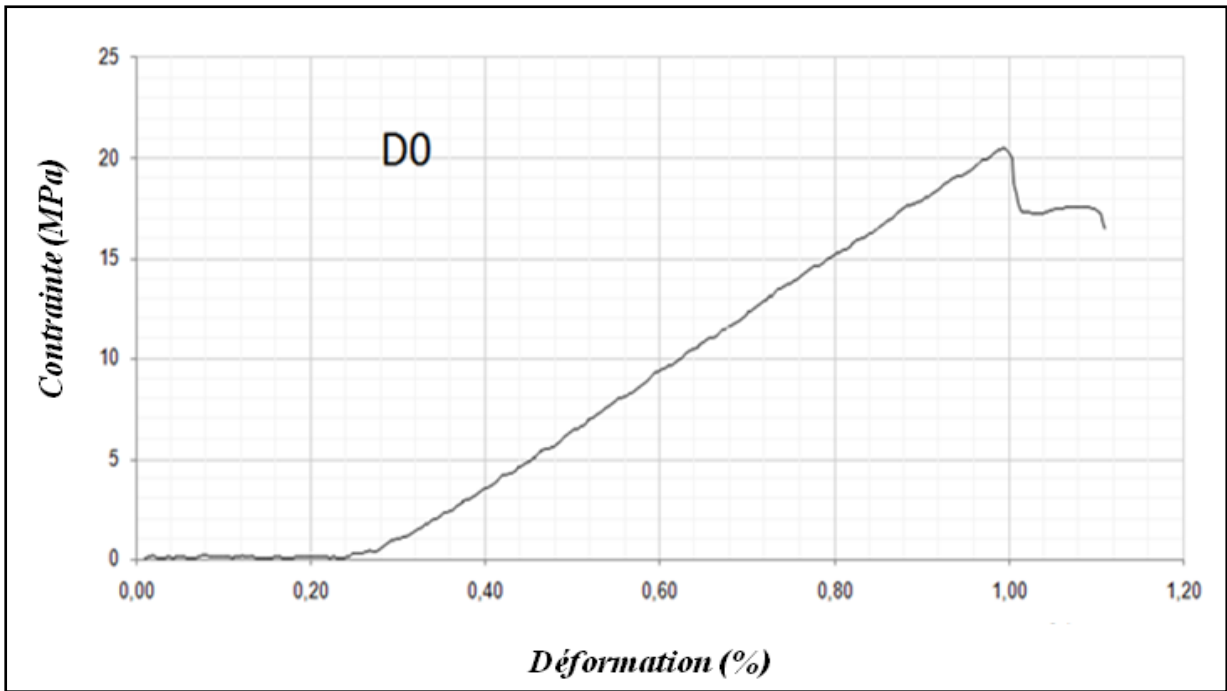
الجدول IV. 11: بعض الخصائص الميكانيكية للمواد المركبة من ألياف الديدس غير المعالجة والمعالجة (اختبار الثني).

	معامل يونغ $E(GPa)$	الإجهاد (MPa)	التشوه (%)	الميل
D0	0,69	20.4	1	0.1
D65	2,37	27,7	0,93	0.13

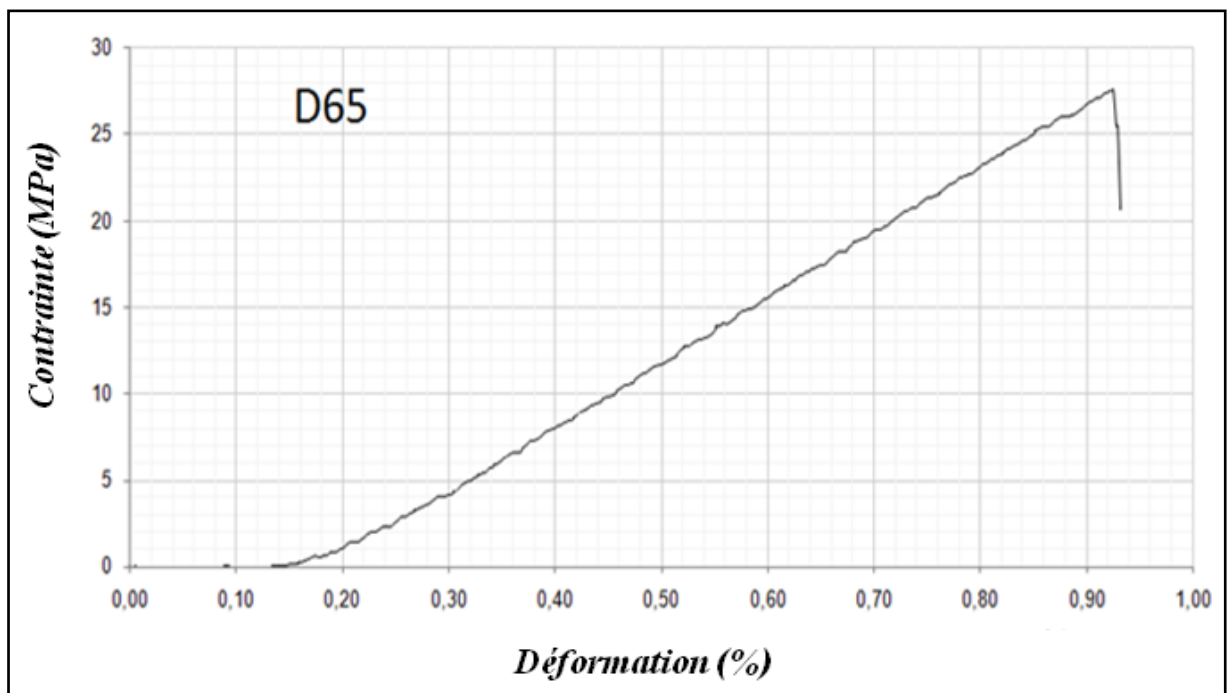
وهذه الخصائص الميكانيكية تعتبر عالية جداً (مقارنة بالمركبات ذات الأساس من ألياف الحلفاء)، وهي تؤكد النتائج المحصل عليها في اختبار الشد، والجدول IV. 12 يلخص الخصائص الميكانيكية لكل من المركبات ذات الأساس من الياق الحلفاء والمركبات ذات الأساس من الياق الديدس.

الجدول IV. 12: مقارنة الخصائص الميكانيكية (اختبار الثني) لمركبات الديدس و الحلفاء.

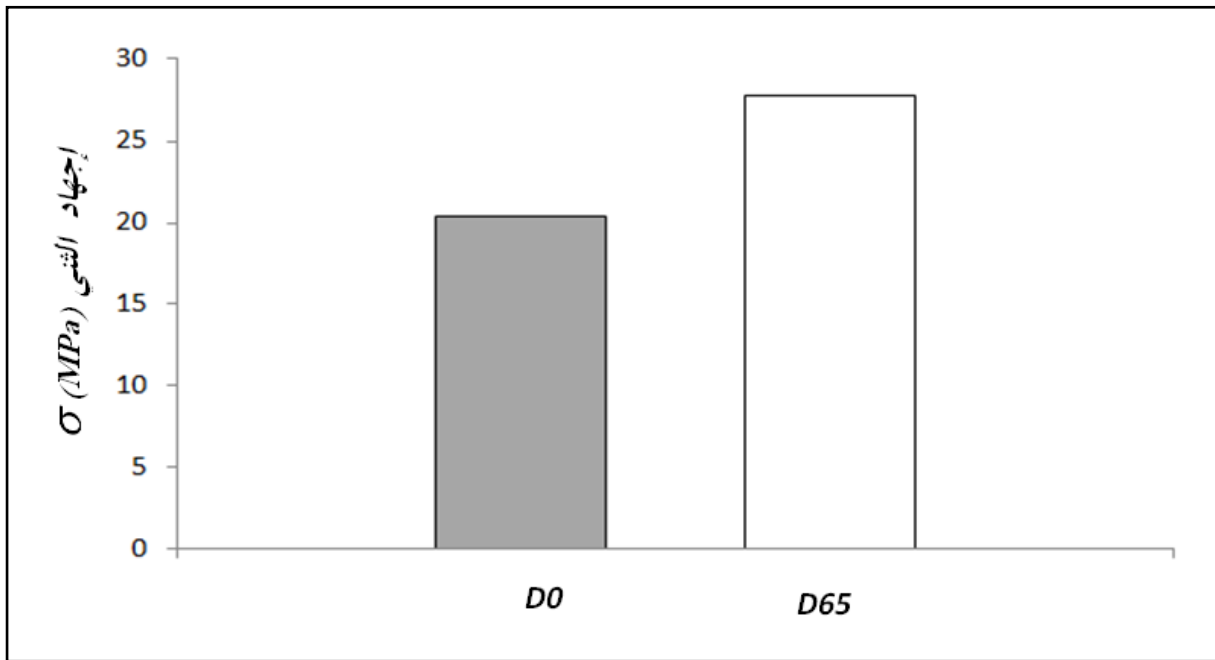
$\sigma\%$	σ	$E\%$	E	المركبات	
				غير معالجة	الديدس
26.35	20.4	70.88	0.69	غير معالجة	الديدس
	27.7		2.37	معالجة	
49.72	16.65	44.44	1.05	غير معالجة	الحلفاء [85]
	33.12		1.89	معالجة	



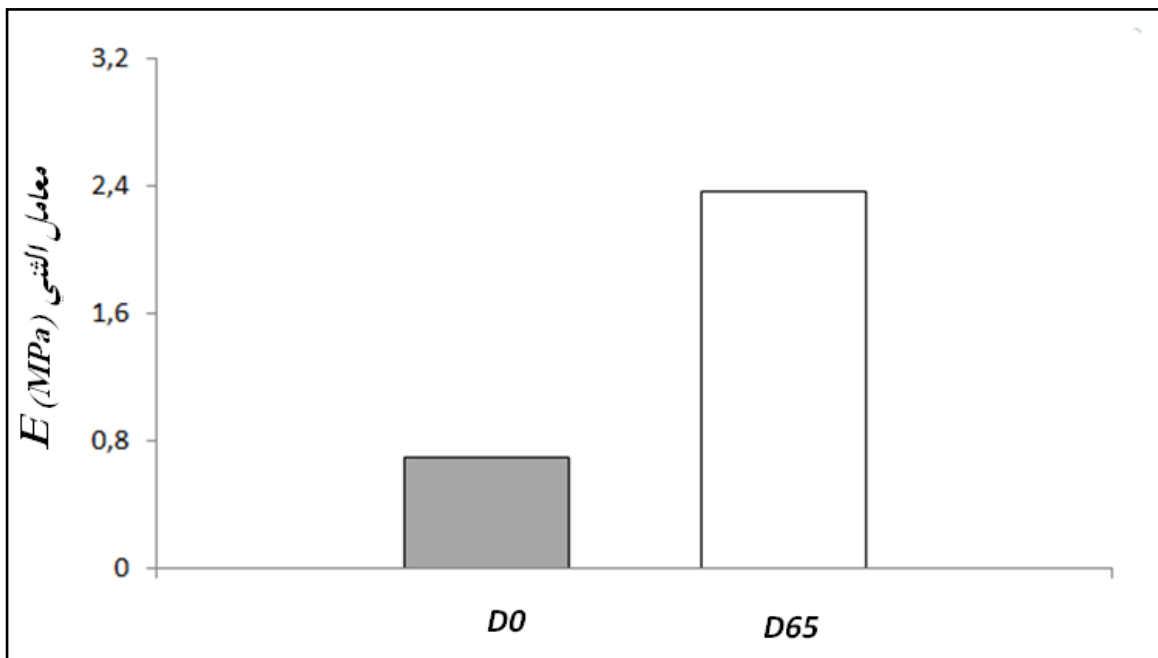
الشكل IV.26: منحنى اختبار الشني للمركب D0.



الشكل IV.27: منحنى اختبار الشني للمركب D65.



الشكل 28.IV: إجهاد الشبي للمركبات D0 و D65.



الشكل 29.IV: معامل الشبي للمركبات D0 و D65.

الخلاصة

إن المعالجة الكيميائية للألياف النباتية لها دور إيجابي في زيادة عملي الالتصاق بين الألياف المستعملة كدعامة في تقوية المصفوفة البوليميرية المتصلبة حراريا والمتمثلة في بولي استر غير مشبع وهذا لتحسين الكفاءة والخصائص الميكانيكية للمواد المركبة من خلال هذه الدراسة ، تم توضيح مدى تأثير المعالجة الكيميائية باستعمال الصود على الألياف النباتية الممثلة في الديدس.

بالنسبة لمكونات الألياف فقد تم استخلاصها و تشخيصها باستعمال طريقة أطياف الأشعة تحت الحمراء الذي يحدد بصفة خاصة مجموعة الهيدروكسيل و المكونات (السيليلوز،الهيميسيليلوز والليجنين) .

أثبتت اختبارات *FTIR* لمختلف العينات من ألياف الديدس أن المعالجات الكيميائية تنقص من مجموعات الهيدروكسيل التي تضاف على الألياف الطبيعية الهيدروفيلية، وهذا يدل على أن المعالجة القلوية تقلل من الخاصية الهيدروفيلية لألياف الديدس مما يزيد من عملية الالتصاق بينها وبين المصفوفة ،عند تشكيل المركبات،بسبب خشونة سطح الألياف وذوبان البكتينات والليجنين والشموع.

وفي خطوة ثانية قمنا باستعمال جهاز حيود الاشعة السينية لحساب معامل التبلور ودراسة مدى تأثير المعالجة القلوية على نسبة التبلور في الألياف النباتية حيث تبين أن درجة التبلور زادت بزيادة تركيز الصود حيث بلغت %39.05 عند المعالجة بتركيز %6wt من الصود خلال زمن قدره 5 ساعات مقارنة بالألياف غير المعالجة حيث معامل التبلور لها يقدر ب %34.27 أفضت هذه الدراسة أن الشروط الامثل لمعالجة الياف الديدس هي تركيز %6wt من الصود خلال زمن قدره 5 ساعات .

الاختبارات الميكانيكية للمركب المحضر بألياف الديدس بينت مدى تحسين المعالجة القلوية للخصائص الميكانيكية للمواد المركبة المحضرة بهذه الالياف. حيث كانت أقصى قوة للشدة بالنسبة للمركب المشكل من العينة المعالجة بتركيز %6wt من محلول الصود،حيث وصل مقدار معامل الشد إلى 0,928 GPa مقارنة بالألياف غير المعالجة والتي يساوي 1,39 GPa أي بنسبة %33,24.وبزيادة قدرها %13,15 بالنسبة للإجهاد المطبق σ أما اختبار الشني فان قوة الشني زادت بنسبة تقدر ب %26,35 ومعامل يونغ بمقدار %70,88 . إن هذه النتائج تشرح الياف نبات الديدس في تشكيل المركبات ذات الاساس النباتي واستعمالها

في المجال الصناعي مثلا . مع القابلية لتطويرها مستقبلا بالتغلب على بعض الصعوبات وخاصة في طريقة تحضير هذه المركبات واختيار الطريقة الأمثل لمعالجة ألياف الديدس وتوزيعها بشكل متجانس في المصفوفة واختيار العامل الأمثل من العوامل المستعملة في المعالجة (التركيز، الحرارة، الزمن، طول الألياف، كتلة التعزيز) للحصول على مركب ذو خصائص ميكانيكية أفضل.

المراجع

- [1] C.Oudet ;*Polymères:structure et propriétés introduction* ; Ed. elsevier masson,France(1983)249 .
- [2] J. Široky, B. Široka and T. Bechtold; *Alkali Treatments of Woven Lyocell Fabrics*; University of Innsbruck, Research Institute for Textile Chemistry and Physics ,Austria (2012) 179-203 .
- [3] M. Bourgeois ;*technique de l'ingénieur :fibre agrosourcées* ;France(2011)11.
- [4] C. Meirhaeghe ;*Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France* ;(2011)84 .
- [5] H. Demir, U. Atikler, D. Balköse, F. Tihminlioglu; *The effect of fiber surface treatments on the tensile and water sorption properties of polypropylene–luffa fiber composites*; *Composite:applied science and manufacturing*, A37 (2006) 447-456.
- [6] M. Abdelmouleh, S. Boufi, M.N. Belgacem, A. Dufresne; *Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading*; *Compos. Sci. Technol.*67(2007) 1627-1639.
- [7] D. Sedan; *Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite*; Thèse doctorat, Université de Limoges,France(2007) 129.
- [8] T. T.Loan Doan, S.L. Gao;*Jute/polypropylene composites I.Effect of matrix modification*; *Compos. Sci. Technol.* 66(2006) 952-963.
- [9] C. BALEY ;*Technique de l'ingénieur :fibres naturelles de renfort pour matériaux composites* ;France (2013)17.
- [10] F. Michaud ;*Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique: Aptitude au postformage* ; thèse, univ Bordeaux I,France(2003).
- [11] P. Jodin ;*Le Bois, Matériau d'Ingénierie. Association pour la recherche sur le bois en Lorraine* ; thèse doctorat Nancy, France (1994)433.
- [12] R. M. Rowell, R.A. Young, J. K. Rowel; *Paper and composite from agro-based resources*;CRC Lewis publishers (1996)446.
- [13] M.C. Paiva, I. Ammar, A.R. Campos, R.B. Cheikh, A.M. Cunha; *Alfa fibres : Mechanical, morphological and interfacial characterization*; *Compos. Sci. Technol.* 67(2007) 1132-1138.

- [14] S. B. Brahim, R. B. Cheikh; *Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite*; *Compos. Sci. Technol.* 67(2007) 140-147.
- [15] S. Bouzouita ;*optimisation des interfaces fibres/ matrice de composites à renfort naturel* ; thèse doctorat lyon ,France (2011)179 .
- [16] A.Gandini, M. N.Belgacem ; *La chimie des substances renouvelables. L'actualité chimique* ;11-12 (2002) 6-14.
- [17] S.Thiébaud ;*Valorisation chimique de compose lignocellulosiques : Obtention de nouveau matériaux* ; thèse doctorat INP Toulouse, France (1995)194.
- [18] R. H. Marchessault, P. R. Sundararajan;*Cellulose*;Ed.G.Aspinall ,Academic Press, New York (1983)11-95.
- [19] N. Joly ; *Synthèse et caractérisation de nouveaux films plastiques obtenus par acylation et réticulation de la cellulose* ;thèse de doctorat univ Limoges,France(2003)301.
- [20] D. Hatsch ;*Interaction hôte pathogène : étude du modèle Humulus lupulus Fusarium graminearum. Identification, génomique et transcriptomique du pathogène* ; thèse doctorat univ Louis Pasteur, Strasbourg I ,France (2004)190.
- [21] J.P. Joseleau ;*Les hémicelluloses : Les Polymères Végétaux* ; Ed.Monties,Paris (1980) 87-121.
- [22] T. Collins, C. Gerday, G. Feller; *Xylanases, xylanase families and extremophilic xylanases*;FEMS Microbiol. Rev. (2005)3-23 .
- [23] R Alén; *Structure and chemical composition of wood forest products chemistry I*;Ed. P.Stenius (2000) 11-57.
- [24] A. Bazus ; *Raffinage des agro ressourcés :extraction et caractérisation de glucuronoxylanes de coque de tournesol* ; Thèse Doctorat Université Toulouse,France (1991)200.
- [25] D. Fengel, G. Wegener ;*Wood: Chemistry, Ultrastructure, Reactions* ;Ed.Walter de Gruyter, Berlin-N.Y. (1984) 613.
- [26] B. Montiès ; *Les polymères végétaux - Polymères pariétaux et alimentaires non azotés* ;Ed.Gauthier Villars , Paris (1980)122-155.
- [27] M. Lawoko, G. Henriksson, G. Gellerstedt; *new method for quantitative preparation of lignin-carbohydrat*; *Holzforschung* 57(2003) 69-74.
- [28] E.Chanliaud ; *Extraction, caractérisation et propriétés fonctionnelles des hétéroxylanes de son de maïs* ;Thèse de doctorat Université Paris XI,France (1995)129.

- [29] G. Brunow, K. Limdqvist, G. Gellerstedt; *Analytical methods in wood chemistry, Pulping and papermaking*; Ed. Sjöström, R. Alèn, Springer Ser. in Wood Sciences, Lignin (1999)77-124.
- [30] R. A. Young; *Utilization of Natural Fibers: Characterization, Modification and Applications, in Lignocellulosic-Plastics-Composites*; Sao Paulo 1, Brazil (1997)213-221.
- [31] A. Gandini, M.N. Belgacem; *Polymeric Materials Encyclopedia*; CRC Press Inc, Boca Rota 11(1996) 8518.
- [32] G. W. McGraw, T. G. Rials, J. P. Steynberg, R. W. Hemingway; *Plant Polyphenols*; Ed. Plenum Press, New York (1992).
- [33] R. M. Rowell; *Composite Materials from Agricultural Resources, Research in industrial application of non food crops, I: plant fibres*; Denmark (1995) 27-41.
- [34] G. M. Ganjyal et al; *Biodegradable packaging foams of starch acetate blended with corn stalk fibers*; J. Appl. Polym. Sci. 93(2004) 2627–2633.
- [35] N. Reddy, Y. Yang; *Properties of Natural Cellulose Fibers from Hop Stems. Polymer Preprints*; American Chemical Society, Division of Polymer Chemistry 45 .2(2004) 411.
- [36] P. Majumdar, S. Chanda; *J.chemical profile of some lignocellulosic crop residues*; Indian j. Agric. Biochem. 14 .1/ 2. (2001) 29–33.
- [37] P. K. Banerjee et al; *investigations into homogeneity of coir fibers*; Indian J. Fibre. Text. 27(2002) 111–116.
- [38] R. C. Sun, J. M. Fang, J Tomkinson, C. A. S. Hill; *esterfication of hemicelluloses from poplar chips in homogeneous solution of N,N- dimethylformamide/lithium chloride*; J. Wood Chem. Technol. 19(1999) 287-306.
- [39] R. L. Whistler, M. S. Feather; *Methods in Carbohydrate chemistry*; Ed. R. L. Whistler, Academic press, new York, 5(1965) 144-145.
- [40] L. Lagunez Rivera; *Etude de l'extraction de métabolites secondaires de différentes matière végétales en réacteur chauffé par induction thermomagnétique directe*; thèse de doctorat, INP- Toulouse (2006).
- [41] E. Chanliaud; *Extraction, caractérisation et propriétés fonctionnelles des hétéroxylanes de son de maïs*; Thèse doctorat ENSIA, Université Paris XI, Université Paris VII (1995).
- [42] H. Hamada, N. Ikuta, N. Nishida, Z. Maekawa; *Effect of interfacial silane network structure on interfacial strength in glass fibre composites*; Composites, 25(1994)512.
- [43] I. Taha, L. Steuernagel, G. Ziegmann; *Optimization of the alkali treatment process of date palm fibres for polymeric composites*, Compos. Interfaces, 14 .7 (2007)669-684.

- [44] E. Balnois, F. Busnel, C. Baley, Y. Grohens; *An AFM study of the effect of chemical treatments on the surface microstructure and adhesion properties of flax fibres*; *Compos. Interfaces*, 14.7 (2007) 715-731.
- [45] M. K. Joshy, L. Mathew, R. Joseph; *Studies on interfacial adhesion in unidirectional isora fibre reinforced polyester composites*; *Compos. Interfaces*, 14.7 (2007) 631-646.
- [46] C. Goussé, H. Chanzy, G. Excoffier, L. Soubeyrand, E. Fleury; *Stable suspensions of partially silylated cellulose whiskers dispersed in organic solvents*; *Polymer*, 43(2002) 2645-2651.
- [47] A. P. Haseena, G. Unnikrishnan, G. Kalaprasad; *Dielectric properties of short sisal/coir hybrid fibre reinforced natural rubber composites*; *Compos. Interfaces*, 14.7 (2007) 763-786.
- [48] S. Kalia, B. S. Kaith, I. Kaur; *Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composite*; *Polym. Eng. sci* 49, 7(2009) 1253-1272.
- [49] K. Joseph, R. D. Toledo, S. Thomas, L. H. De Carvalho, L. Pothen, S. Kala, and B. James; *Natural Fiber Reinforced Thermoplastic Composites, In Natural Polymers and Agrofibers Composites*; Ed. Mattoso, San Carlos, Brazil (2000) 159.
- [50] G. Sèbe, P. Tingaut, R. Safou-Tchiana, M. Pétraud, S. Grelier, B. De Jéso; *Chemical reaction of maritime pine sapwood (Pinus Pinaster) with alcoxysilane molecules : A study of chemical pathways*; *Holzforschung*, 58 (2004) 511-518.
- [51] P. Tingaut, O. Weigenand, H. Militiz, B. De Jéso, G. Sèbe; *Functionalization of wood by reaction with 3-isocyanatopropyltriethoxysilane : Grafting and hydrolysis of the triethoxysilane end groups*; *Holzforschung*, 59 .4 (2005) 397-404.
- [52] G. Sèbe, B. De Jéso; *The dimensional stabilisation of maritime pine sapwood (Pinus Pinaster) by chemical reaction with organosilicon compounds*; *Holzforschung*, 54.5 (2000) 474-480.
- [53] A. Mechraoui, B. Riedl, D. Rodrigue; *The effect of fiber and coupling agent content on the mechanical properties of hemp/polypropylene composites*; *Compos. Interfaces*, 14.7(2007) 837-848.
- [54] F. P. La Mantia, M. Morreale; *Improving the properties of polypropylene-wood flour composites by utilization of maleated adhesion promoters*; *Compos. Interfaces*, 14.7 (2007) 685-698.
- [55] C. Jol, R. Gauthier, B. Chabert ; *physical-chemistry of the interface in polypropylene/cellulosic fibers composites*; *Compos. Sci. Technol.* 56(1996) 761-765.

- [56] V.Bounor-Legare, I.Rerreira, A.Verbois, P.Cassagnau, A.Michel ; *New trans esterification between ester and alkoxy silane groups : application to ethylene-co-vinyl acetate copolymer crosslinking* *Polymer* ;v43(2002)6085-6092.
- [57] A.Verbois, P.Cassagnau, A.Michel, A.Guillet, C.Raveyre; *New thermoplastic vulcanizate, composed of polypropylene and ethylene-vinyl acetate copolymer crosslinked by tetrapropoxysilane : evolution of the blend morphology with respect to the crosslinking reaction conversion*; *Polymer International* v.53(2004)523-535.
- [58] D.Gay ; *Matériaux composites* ; Ed. Hermes (1997) 672.
- [59] L. Gornet ; *Généralités sur les matériaux composites* ; Ecole Centrale de Nantes, France (2011) 44 .
- [60] G.Aliprandi ; *Matériaux réfractaires et céramiques techniques* ; Ed.Septima , France (1989) 489-519.
- [61] Y. Ledru ; *Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques* ; Institut National Polytechnique de Toulouse, France (2009) 5.
- [62] J.M. Berthelot , J. Razi ; *Caractériser des mécanismes de rupture dans les matériaux composites à l'aide de l'amplitude des signaux d'émission acoustique* ; Paris (1986) 519-534.
- [63] J.M. Berthelot ; *Mécanique des Matériaux et structures Composites* ; Le Mans France (2010) 4.
- [64] L.Merad ; *Etude par Spectroscopie Raman et modélisation d'une résine composite RTM* ; Laboratoire Matériaux Optiques, photonique et Systèmes Unité de recherche commune UPV-Metz – Supélec – CNRS (2010) 8-9.
- [65] G.Tripathi, D.Srivastava; *Effect of Carboxyl-Terminated Poly (Butadiene-co-crylonitrile)(CTBN) Concentration on Thermal and Mechanical Properties of Binary Blends of Diglycidyl Ether of Bisphenol-A (DGEBA) Epoxy Resin* ; *Mat. Sci. Eng. A*, 443(2007) 262-269.
- [67] N. Huy Gia ; *Approche micromécanique pour la modélisation du comportement élastoplastique des composites : application aux mortiers de résine* ; (2008) 115 .
- [66] I.R.Vijay, G.R.Palmese; *Influence of TetraHydrofuran on Epoxy–Amine Polymerization* ; *Macromolecules* , 38(2005) 6923-6930.
- [68] S.Narayanan, L.S.Schadler; *Mechanisms of Kink-band Formation in Graphite/Epoxy Composites : a Micromechanical Experimental Study* ; *Composite Materials and Technology* , 59(1999) 2201-2213.
- [69] P.I.Karkanis, I.K.Partridge, D.Attwood; *Modeling the Cure of a Commercial Epoxy Resin for Applications in Resin Transfer Moulding* ; *Polymer International* , 41(1996)183-191.

- [70] K.Potter; *Beyond the Pin Jointed Net : Maximising the Deformability of Aligned Continuous Fibre Reinforcements* ;Composites Part A ,33 (2002)677-683.
- [71] J.Wan g, J.R.Page,R.Patod; *Experimental Investigation of the Draping Properties of Reinforcement Fabrics* ;Composites Science and Technology ,58(1998) 229-231.
- [72] M.A.Escola , C.A.Moina, A.C.Nino Gomez, G.O.Ybarra; *The Determination of the Degree of Cure in Epoxy Paints by Infrared Spectroscopy* ; Polymer Testing,24(2005)572-575.
- [73] P.P.Proulx, G.Cormier, J.A.Capohianco, B.Champagnon, M.Bettinellis ; *Spectroscopie Raman et Raman à Basses Fréquences dans des Verres de Métaphosphate de Plomb, de Zinc et de Baryum Dopés avec l'Ion Eu³⁺* ; J.phys : Condens Matter 6(1994) 215-283.
- [74] M. CARREGA ,*matériaux polymeres*;Ed.dunod(2000) 374.
- [75] A.Sbiai; *Matériaux composites a matrice epoxyde chargee par des fibres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres* ; thèse de doctorat université de lyon(2011) .
- [76] J.M. Faulstich, E. Frollini;*Unmodified and Modified Surface Sisal Fibers as Reinforcement of Phenolic and Lignophenolic Matrices Composites: Thermal Analyses of Fibers and Composites Macromol*;Material and Engineering 291(2006)405-417.
- [77] S. Mouhoubie ;*Caractérisation de l'interface d'un composite fibre végétale/polypropylène* ;thèse Magister Université Farhat Abbas Algérie mécanique appliqué (2008).
- [78] M. Fan, D. Dai, B.Huang; *Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Natural Fibres*;(2012)55.
- [79] P.R. Blankenhorn, M.R. Silsbee, B.D. Blankenhorn ,M. Dicola;*Temperature and moisture effect on selected properties of wood fiber-cement composites*; Cem.Concr.Res., 29(1999) 737-741.
- [80] L.Yahiaoui ; *Caractérisation d'un composite a la rupture a base des fibres vegetales (diss)* ; memoire de magister, universite ferhat abbas-setif UFAS algerie(2011).
- [81] D.Thi ViVi;*matériaux composites fibres naturelles/polymere biodegradables ou non* ;thèse de doctorat ,France (2011)25.
- [82] P.Saha, S.Manna , S.R.Chowdhury , R.Sen ,D.Roy , B.Adhikari; *Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam Treatment* ;Bioresour.Technol., 101 (2010) 3182–3187.
- [83] A .Benyahia , A.Merrouche ;*effect of chemical surface modification on the properties of Alfa fiber polyester composit* ;polym.plast.technol. eng,53(2014)403-410.

[84] M.Ragoubi; *Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne* ; Université de Fribourg ,Allemagne (2010)186.

[85] A. Benyahia, A. Merrouche, M. Rokbi, Z. Kouadri; *Study the effect of alkali treatment of natural fibers on the mechanical behavior of the composite unsaturated Polyester-fiber Alfa* ;Congrès Français de Mécanique Bordeaux ,du 26 au 30 août (2013).

الملخص

تهدف هاته المذكرة لاستغلال بعض أنواع الألياف المتواجدة في منطقة المسيلة (الحوامد) وهي الديدس *Ampelodesma mauritanica* نظرا لما تتمتع به من خصائص فيزيائية وميكانيكية عالية . تم التطرق إلى عملية الاستخلاص التي تحدد مكونات الألياف (السليلولوز ، الهيميسيليلوز واللينين) إضافة إلى ذلك دراسة تأثير المعالجة الكيميائية على خصائص هاته الألياف وخاصة تأثير الصود . وتم تحضير المركبات إنطلاقا من الياف الديدس المعالجة وغير المعالجة كمواد تقوية والبوليمير المتصلب حراريا البولي استر غير المشبع كمادة التصاق .

من بين الإختبارات المستعملة قصد التعرف على مدى تأثير المعالجة الكيميائية في مكونات هاته الألياف الميكروسكوب المجهرية ، إختبار الشد DRX ، FTIR التي تستعمل في تقوية البوليميرات الإصطناعية، نذكر إختبار وإختبار الشد ذو ثلاث نقاط .

الكلمات المفتاحية: الديدس، السليلولوز، الاستخلاص ، معالجة قلووية، متعدد الاستر ، المواد المركبة.

Abstract:

The purpose and aim of this study is the exploitation of some types of fibers wich exist in southeast of m'sila which is diss fiber (**ampelodesma muritanica**) because it possesses and characterizes a high physical and mechanical properties

We performed the extraction which identifies the essential component of diss fiber(cellulose, hemicelluloses and lignine) ,in addition to this we studied the effect of chemical treatment on the properties of fiber (soud effect)

In the last, we prepared the composite by graft the polymeric matrix (unsaturated polyester: as adhesive) by treated and untreated fiber (diss: as strengthening and reinforcing material)

Among the tests used in order to identify the extent of the effect of chemical treatment , we recall test FTIR, DRX, microscopic, traction and flexion test.

Key word: Diss, Cellulose, extraction , alkali treatment ,polyester ,composite