

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE**  
**SCIENTIFIQUE**

**UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA**

FACULTE : Des sciences  
DEPARTEMENT : De chimie  
N°:...../2022



DOMAINE : Sciences de la matière  
FILIERE : Chimie  
OPTION: Chimie Organique

Mémoire présenté pour l'obtention  
Du diplôme de Master Académique

Par

**Zerrou Ahlam**

**Berroubi Nour Elhouda**

**Etude de l'effet des traitements  
chimiques par  $\text{KMnO}_4$  sur les fibres  
végétales**

Devant le jury composé de:

Pr. Ben yahia Azzedine	Université de M'Sila	Président
Dr. Laib Nouri	Université de M'Sila	Rapporteur
Dr. Noufel Kamel	Université de M'Sila	Examinateur

2021/2022

## REMERCIEMENTS

Tout d'abord : nous remercions dieu pour tout ce qui nous a procréé et procuré depuis notre naissance et de nous avoir aidé à conclure ce travail. En préambule à ce mémoire nous souhaitons adresser nos remerciements les plus sincères aux personnes qui nous ont apporté leur aide et qui ont contribué à l'élaboration de ce mémoire. Pour cela nous exprimons tout d'abord nos gratitude et nos plus vifs remerciements à notre encadreur Dr. **LAIB NOURI** pour son soutien sa patience sa présence ses conseils judicieux et pertinents. De remercier les membres de jury pour l'honneur qu'ils nous avons fait d'avoir assisté à notre soutenance.

## **DÉDICACE:**

**A l'ame qui a fait mon ambition et qui voit aujourd'hui un moment de ma grandeur et de ma réussite. A celui dont je porte le nom, A celui qui m'a tenu la main depuis mon enfance, mon cher père "LAKHDAR".**

**Je dédie le fruit de mes efforts et de ma diligence à la plus grand tu m'as donné de cette existence à celle qui m'a donné la vie et qui à été les secret de mon existence et de ma joie. Ma mère bien-aimée "MALIKA" que dieu ait pitié d'elle.**

**A ma chère sœur "SIHAM".**

**Et mon fiancé "AYMAN".**

**Mes chers frère: AMMAR, SELIM, HISHAM, ISSAM et ABDELALI.**

**A mes amis mes compagnons qui nous avons vécu ensemble la douceur de notre parcours scolaire.**

**Sans oublier ma camarade AHLAM pour son soutien morale, sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet.**

**NOUR ELHOUDA.**

## ***Dédicaces***

**J'aimerais dédier ce modeste travail à ceux qui ont beaucoup sacrifié de leur temps pour mon bonheur et ma réussite mes très chers parents (Djamal, Massouda) qui m'ont encouragé durent mes études**

**Ames frères "Aziz, Abdo"**

**A ma sœur "Iman" et son fils bien-aimé "Adam"**

**Et mon fiancé "Walid"**

**A toute ma famille "Zerrou"**

**A toute mes collègues et mes amies que je les souhaite tout le bonheur.**

**Sans oublier mon binôme "NOUR ELHOUDA" pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet.**

**AHLAM.**

# Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale

## CHAPITRE I :les fibres végétales

I.1.Les fibres naturelles.....	14
I.1.1.Classification des fibres naturelle.....	14
I.2.Les fibres végétales.....	15
I.2.1. Définition de la fibre végétale.....	15
I.2.2. Classification des fibres végétales .....	15
I.2.3. Morphologie de la fibre végétale.....	15
I.2.4. Structure d'une fibre végétale.....	16
I.2.5. la Composition chimique des charges végétales.....	18
A) _ la Cellulose.....	19
B) _ La lignine.....	21
C) _ Les hémicelluloses.....	22
D) _ Les pectines.....	22
E) _ Les cires .....	24
I.3.Les extractibles.....	24
I.4.Les Utilisations des fibres végétales.....	24
I.5. caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales.....	25

I.6.conclusion .....	26
----------------------	----

## **CHAPITRE II :les traitements chimiques des fibres végétales**

II.1 .Méthode de Modification Chimique de la surface des fibres végétales.....	33
II.1.1. le traitement des fibres.....	33
II.2.traitement chimique.....	33
II.2.1.LE TRAITEMENTS ALCALIN (NaOH) (mercerisage).....	33
II.2.2.Traitement par le permanganate .....	34
II.2.3. Traitement de Silane .....	35
II.2.4.Acétylation...../.....	35
II.2.5.Traitement de peroxyde.....	36
II.2.6.Benzylation.....	36
II.3.Traitement thermique.....	37
II.4.les Méthodes physiques de modification de la surface.....	37
II.4.1.Le Traitement au Plasma.....	37
II.4.2.Les Agents de couplage.....	37
II.4.3 .La Copolymérisation par Grffage.....	38
II.5. L'oxydation.....	38
Introduction.....	38
II.5.1. Définition .....	38
II.5.2.oxydation des alcools.....	39

II.5.2.1. Oxydation des alcools primaires.....	40
II.5.2.2. Oxydation des alcools secondaires.....	40
II.5.3. oxydation des dérivés carbonylés .....	42
II.5.3.1. Oxydation des aldéhydes.....	43
II.5.3.2. Oxydation des cétones.....	43
II.5.4. Le nombre D'oxydation .....	45
II.5.5. Etat d'oxydation.....	46
II.5.5.1. Calcul de l'état d'oxydation.....	46
II.6. Conclusion.....	47

## **CHAPITRE III: Les Méthodes et les Matériels**

III.1. Introduction.....	53
III.2. Matériaux utilisées.....	53
III.2.1. Fibre de cynodon.....	53
III.2. 2. Les produits chimiques utilisés.....	54
III.2.3. Mesure de la teneur en cendre des fibres.....	54
III.2.4. teneur en Eau et les matières volatiles.....	55
III.2.5. teneur en matières minérales et organiques.....	57
III.3. Méthodes expérimentales.....	57
III.3.1. oxydation .....	57
III.3.2. Traitement chimiques.....	58
III.4. L'oxydation.....	61
III.4.1. permanganate de potassium( $KMnO_4$ ).....	61

III.4.2. Préparer deux solution de $\text{KMnO}_4$ : 0.025N ; 0.01N.....	61
III.4.3. L'oxydation des fibres végétales par $\text{KMnO}_4$ .....	62
III.5:L'appareille.....	63
III.5.1.La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier(FTIR)...	63
III.5.2.L'analyse thermogravimétrique (ATG).....	65
III.5.3.Analyseurs d'humidité.....	66

## **CHAPITRE IV: Les résultats et discussions**

IV.1. Caractérisations des fibres végétales de cynodon.....	58
IV. 1. 1. Composition chimique de la fibre de cynodon.....	58
IV.2. Caractérisations micro structurale.....	60
IV.2.1. Etudier des effets des traitements NaOH.....	62
IV.2.2. Etudier des effets des traitements de fibre de cynodon par $\text{KMnO}_4$ (0.01N).....	63
IV.2.3. . Etudier des effets des traitements de fibre de cynodon par $\text{KMnO}_4$ (0.025N).....	63
IV.3.étude thermique par thermogravimetrie (ATG).....	64

## Liste des figures

<b>Figure. I.1.</b> classification des fibres naturelles .....	4
<b>Figure.I.2.</b> Variation du diamètre le long de la fibre de lin.....	6
<b>Figure.I.3.</b> Schema de principe de la structure d'une fibre végétale .....	7
<b>Figure.I.4.</b> représente la modèle de la description de structure d'une fibre végétale....	8
<b>Figure.I.5.</b> Représentation schématique d'une fibre de bois.....	9
<b>Figure.I.6.</b> Fibre de cellulose.....	10
<b>Figure.I.7.</b> Structure élémentaire de la cellulose .....	10
<b>Figure.I.8.</b> Exemple de structure de la lignine Grâce à son réseau phénolique.....	11
<b>Figure .I.9.</b> Structure des hémicelluloses.....	12
<b>Figure.I.10.</b> Structure du polymère linéaire d'homogalacturonane composé de 1,4 $\alpha$ -Dgalactopyranosyluronique.....	13
<b>FigureII.1.</b> Les différents types d'ampoule à décante.....	42
<b>Figure.III.1.</b> Les fibres de cynodon.....	43
<b>Figure.III.2.</b> Traitement thermique.....	44
<b>Figure.III.3.</b> Étuve.....	45
<b>Figure.III.4.</b> cynodon.....	47
<b>Figure.III.5.</b> représentation la préparation de la solution NaOH.....	48
<b>Figure.III.6</b> Traitement chimique par NaOH sur les fibres végétales de cynodon.....	49
<b>Figure.III.7.</b> plan de travail.....	50
<b>Figure.III.8.</b> la solution $KMnO_4$ .....	51
<b>Figure.III.9.</b> oxydation par $KMnO_4$ .....	52

<b>Figure.III.10.</b> Spectromètre IR à TF (ATR) (8300).....	54
<b>Figure .III.11.</b> thermogravimétrique (ATG).....	55
<b>Figure.III.12.</b> Analyseur d'humidité .....	56
<b>Figure. IV.1.</b> courbe FTIR de cynodon à différents concentration(NaOH) pendant 4h.....	62
<b>Figure. IV.2.</b> Courbe FTIR de cynodon à différents concentration(traité et non traité)par NaOH et oxydée par KMnO <sub>4</sub> (0.01N).....	64
<b>Figure. IV.3.</b> Courbe FTIR de cynodon à différents concentration(traité et non traité) par NaOH et oxydée par KMnO <sub>4</sub> (0.025N).....	65
<b>Figure. IV.4.</b> courbe ATG de cynodon à différents concentration(traité et non traité) par NaOH pendant 4h.....	66

## Liste des tableaux

<b>Tableau.I.1:</b> Composition chimiques des fibres végétales.....	8
<b>Tableau.I.2.</b> Composition chimique de quelques fibres naturelles.....	13
<b>Tableau.I.3.</b> Composition chimique de quelques plantes à fibre.....	14
<b>Tableau.I.4.</b> Avantage et inconvénient des fibres naturelles.....	15
<b>Tableau.I.5.</b> Les caractéristiques mécaniques de quelques fibres Végétales.....	16
<b>Tableau.II.1.</b> représente comment les états d'oxydation sont calculés.....	36
<b>Tableau.IV.1.</b> Composition chimique de la fibre de cynodon.....	59
<b>Tableau.IV.2.</b> Les pourcentages des constituants des matières organiques de la fibre de cynodon.....	60
<b>Tableau.IV.3.</b> Composants chimiques de certaines fibres végétales.....	60
<b>Tableau.IV.4.</b> Vibration des groupes fonctionnels caractéristiques des fibres brutes étudiées.....	62

<b>Tableau.IV.5.</b> Table comparative des températures de décomposition des fibres.....	66
--	----

## Liste d'abréviations

**H** : alcool p-coumarylique

**G** :alcool coniférylique

**S** : alcool sinapylique

**C00**: fibre de cynodon non traitée

**C24**: fibre de cynodon traitée par 2% de NaOH à 4h

**C44** : fibre de cynodon traitée par 4% de NaOH à 4h

**C64** : fibre de cynodon traitée par 6% de NaOH à 4h

**C84**: fibre de cynodon traitée par 8% de NaOH à 4h

**Ck<sub>1</sub>24**: fibre de cynodon traitée par 2% de NaOH à 4h et oxydé par KMno<sub>4</sub> (0.01N)

**Ck<sub>1</sub>44**: fibre de cynodon traitée par 4% de NaOH à 4h et oxydé par KMno<sub>4</sub> (0.01N)

**Ck<sub>1</sub>64**: fibre de cynodon traitée par 6% de NaOH à 4h et oxydé par KMno<sub>4</sub> (0.01N)

**Ck<sub>1</sub>84**: fibre de cynodon traitée par 8% de NaOH à 4h et oxydé par KMno<sub>4</sub> (0.01N)

**Ck<sub>2</sub>24**: fibre de cynodon traitée par 2% de NaOH à 4h et oxydé par KMno<sub>4</sub> (0.025N)

**CK<sub>2</sub>44**: fibre de cynodon traitée par 4% de NaOH à 4h et oxydé par KMno<sub>4</sub> (0.025N)

**Ck<sub>2</sub>64**: fibre de cynodon traitée par 6% de NaOH à 4h et oxydé par KMno<sub>4</sub> (0.025N)

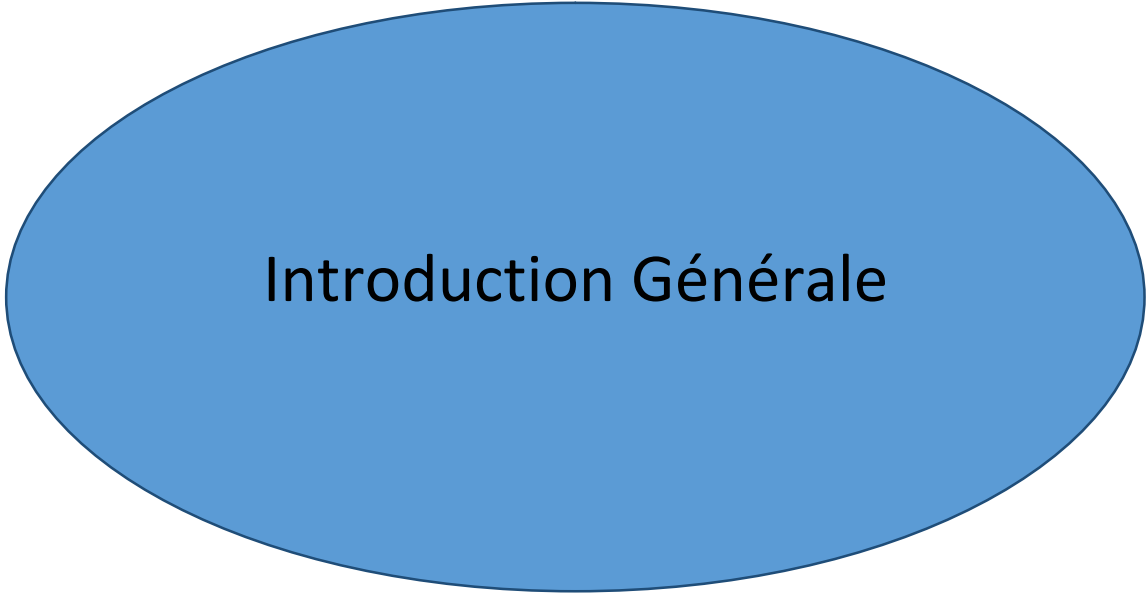
**CK<sub>2</sub>84**: fibre de cynodon traitée par 8% de NaOH à 4h et oxydé par KMno<sub>4</sub> (0.025N)

**NaOH**: hydroxyde de sodium

**NaCl**: chlorure de sodium.

**FTIR**:La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier

**ATG**:L'analyse thermogravimétrique



Introduction Générale

### Introduction Générale

Des études ont montré que les composites à base des fibres naturelles sont bien plus respectueux de l'environnement que ceux à fibres synthétiques. Les composites à fibres naturelles utilisent, au cours de leur cycle de vie, 45% de moins d'énergie que les composites à fibre de verre, et conduisent à moins d'émissions atmosphériques. La production des fibres naturelles a un impact environnemental plus faible que celles des fibres de verre : le taux de renfort en fibres naturelles plus élevé que pour les fibres de verre conduit à l'utilisation de moins de matériau polluant (polymère). Leur légèreté permet, notamment dans le secteur automobile, des économies de carburant et des émissions polluantes moindres, et enfin leur incinération permet de récupérer de l'énergie. Un autre point important est le potentiel de recyclage et de biodégradabilité des composites à fibres naturelles ainsi que le caractère renouvelable des fibres. [1].

L'utilisation de fibres naturelles, et en particulier de fibres végétales comme renfort de matériaux composites, présente deux principaux avantages. Tout d'abord, ces fibres sont largement disponibles à faible coût et leur utilisation en construction constitue de nouveaux débouchés pour les matières agricoles. D'autre part, la valorisation des fibres végétales permet la réduction des impacts environnementaux par rapport aux composites conventionnels puisque ce sont des matières premières renouvelables, biodégradables, neutres vis-à-vis des émissions du dioxyde de carbone CO<sub>2</sub> et demandant peu d'énergie pour être produites [2].

Aujourd'hui, la transition vers une économie durable et plus respectueuse de l'environnement s'effectue tout d'abord par un changement dans les cultures des plantes, la consommation alimentaire, la production d'énergie, la quête de ressources renouvelables, ainsi que l'incitation aux cultures non vivrières, afin de réduire la production pétrochimique et l'émission des gaz à effet de serre. C'est dans cette perspective que l'intérêt pour les fibres ligno-cellulosiques provenant de tissus végétaux s'est accru, tenant compte du fait qu'elles constituent des ressources renouvelables. Ces dernières se voient ainsi très prometteuses pour la transition vers une économie durable [3].

## Introduction générale

---

Le travail qui nous a été réalisé sera présenté dans ce mémoire de fin d'étude en quatre chapitres présentée comme suite :

La première chapitre étudie en général les fibres et Nous avons mentionné le fibre de cynodon, car elles sont les plus importantes dans notre travail, et donnée le classification, morphologie, Les bienfaits et les utilisations dans la domaine des médicaments....

La deuxième chapitre représente les différents méthode du traitements des fibres de cynodon par divers traitements chimiques représentés par la soude, permanganate , silane...

Nous sommes concentrés sur l'utilisation du traitement à la soude en raison de ses effets positifs sur la surface des fibres végétales et en provoquant des lacunes et des fissures.

Dans la troisième Chapitre est représenté les essais d'extraction des composés organiques de fibre de cynodon, afin de déterminer les Pourcentage de chaque composé dans la fibre.

En dernière partie Nous avons conclue et exposé les résultats expérimentaux obtenus par les essais de le traitement et l'extraction, et nous avons effectué plusieurs analyses IR et ATG, Afin de détecter les propriétés de ces fibres, et on n'oublie pas le Pourcentage de matières sèches, matières minérales et organiques.

# Chapitre 01

## Les fibres végétales

### I.1. Les fibres naturelles :

Les fibres naturelles sont des substances filamenteuses issues de végétaux et d'animaux, susceptibles d'être filées pour fabriquer de fils et des cordes [4]. Les fibres naturelles sont les matériaux de construction les plus populaires, car elles répondent aux conditions souhaitées[5].

#### I.1.1. Classification des fibres naturelles:

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

- Végétale: extraite de plantes, de fruit et d'arbres comme le coton, le lin, l'agave, le jute, le chanvre, etc.
- Animale: extraites de poil d'animaux comme le mouton, la chèvre, le lama, etc.
- Minérale: on trouve dans la nature des minéraux dont la texture fibreuse. il s'agit d'une matière toxique, comme l'amiante [6].

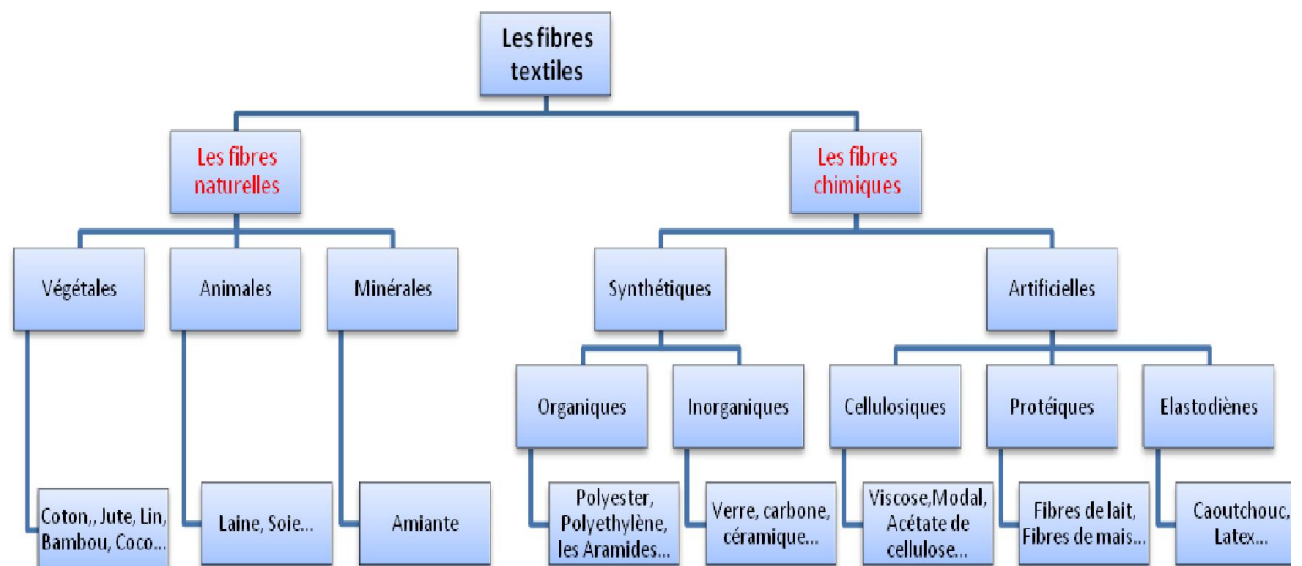


Fig.I.1: classification des fibres naturelles.

## **I.2. Fibres végétales :**

### **I.2.1. Définition de la fibre végétale :**

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. En proportion relativement faible d'extractibles non-azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales. Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [7].

### **I.2.2. Classification des fibres végétales :**

Les fibres végétales sont classées en quatre groupes suivant leur provenance à savoir : les fibres de feuille, de tiges, de bois et de surface [7].

#### **A. Les fibres de feuilles :**

Ces fibres sont obtenues grâce au rejet des plantes monocotylédones. Les fibres sont fabriquées par chevauchement de paquet qui entoure le long des feuilles pour les renforcer ces fibres sont dures et rigides les types de fibres de feuilles les plus cultivées sont la fibre de sisal, d'abaca [8,9].

#### **B. Les fibres de tiges :**

Les fibres de tige sont obtenues dans les tiges des plantes dicotylédones. Elles ont pour rôle de donner une bonne rigidité aux tiges de plantes. Les fibres de tige sont commercialisées sous forme de paquet de cor et en toute longueur. Les fibres de tige les plus utilisées sont les fibres de jute, de lin, de ramie, de kenaf, et de chanvre. [8].

#### **C. Les fibres de bois :**

Les fibres de bois proviennent du broyage des arbres tels que les bambous ou les roseaux. Elles sont généralement courtes[8].

#### **D. Les fibres de surface:**

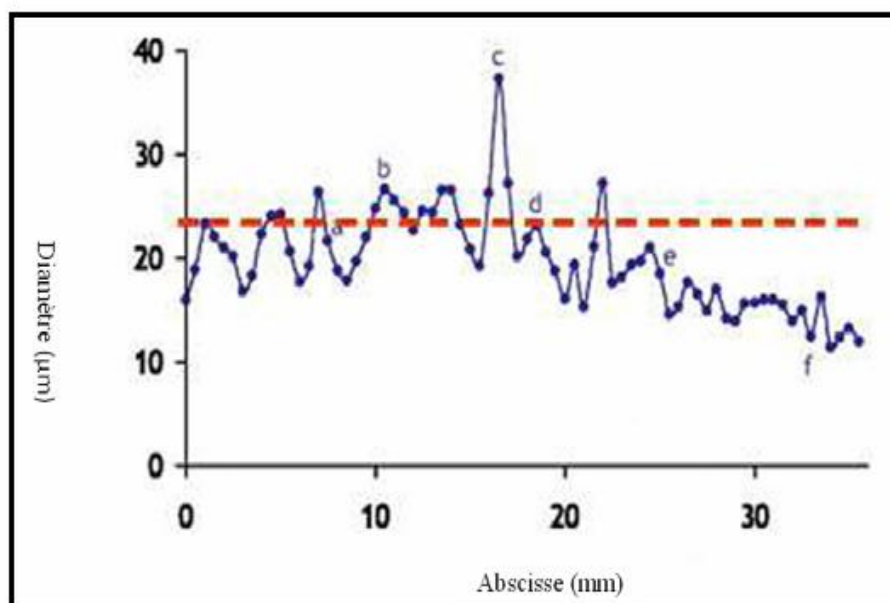
Les fibres de surface entourent en général la surface de la tige, de fruits ou de grains. Les fibres de surface des grains constituent le groupe le plus important dans cette famille de fibres. Nous citons entre autre le coton et la noix de coco [10].

### **I.2.3. Morphologie de la fibre végétale :**

Sur le plan morphologique, la fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de son origine. En effet, les dimensions des fibres végétales

dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale (**Fig. I.2**)[11].

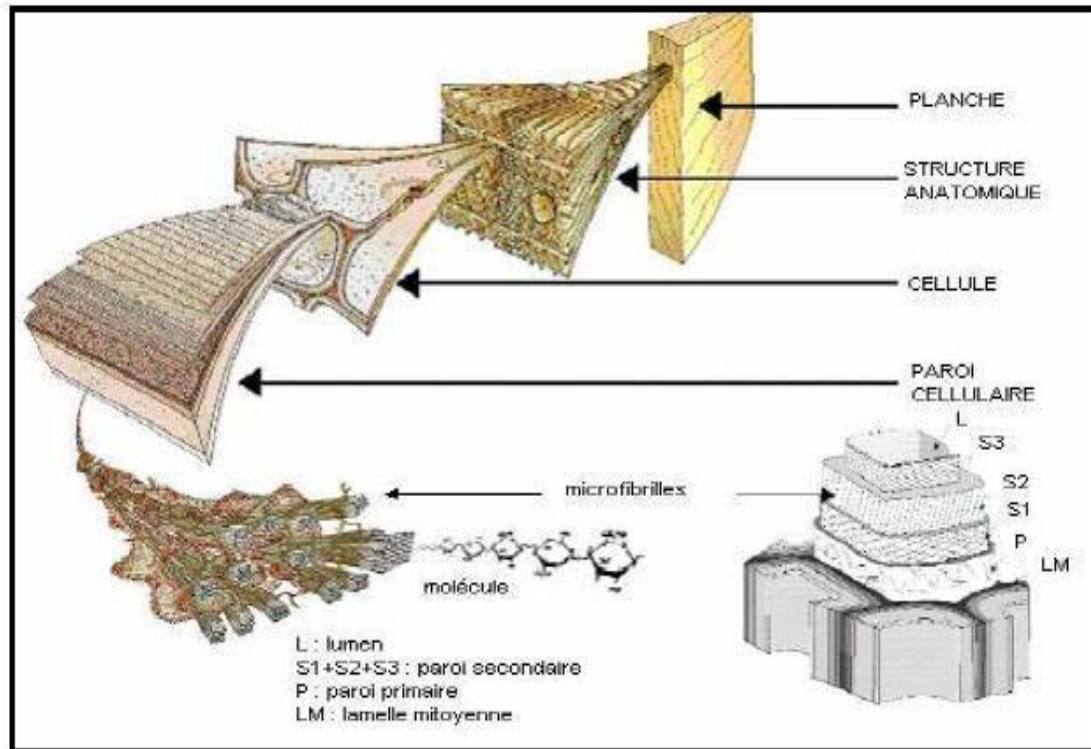
La fibre végétale se caractérise aussi par la variabilité de l'épaisseur de sa paroi cellulaire qui découle de celle de la porosité des fibrilles.



**Fig. I.2** : Variation du diamètre le long de la fibre de lin [11].

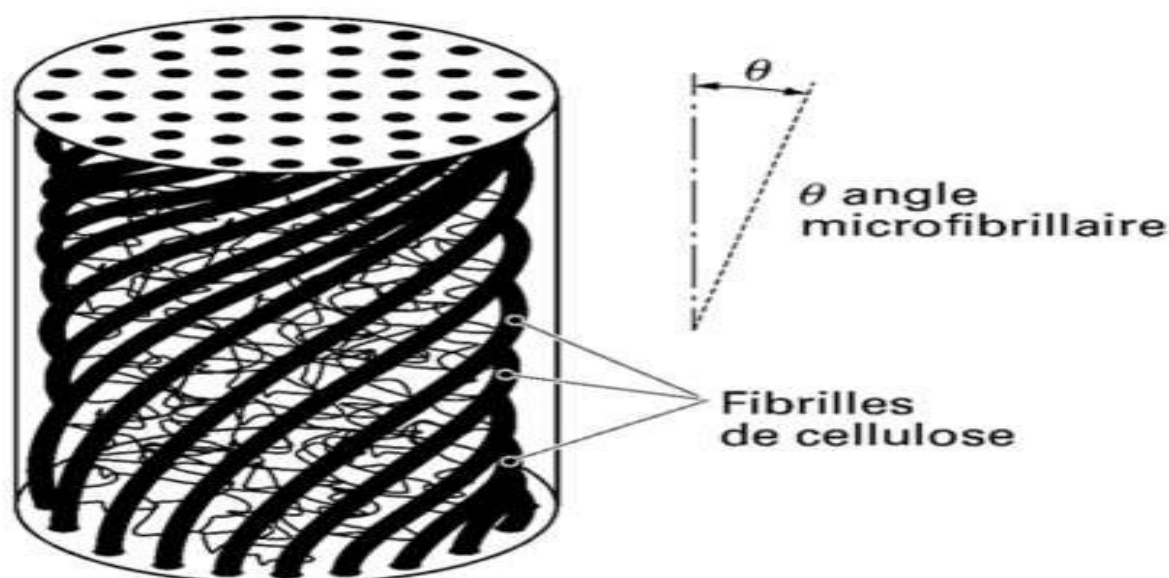
#### **I.2.4. Structure de la fibre végétale :**

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de micro fibrille cellulosiques en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine. La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de micro fibrilles(S1, S2, S3) (**Fig. I.3**).



**Fig.I.3.** Schéma de principe de la structure d'une fibre végétale.

Les micros-fibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle micro fibrillaire dont la valeur varie d'une espèce à l'autre. L'orientation du micro fibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres, plus que l'angle des micros fibrilles augmente, le module de Young (une mesure de la rigidité) décroît, tandis que l'extensibilité des parois augmente [12].



**Figure I.4:**représente la modèle de la description de structure d'une fibre végétale.

### I.2.5. La composition chimique des charges végétales:

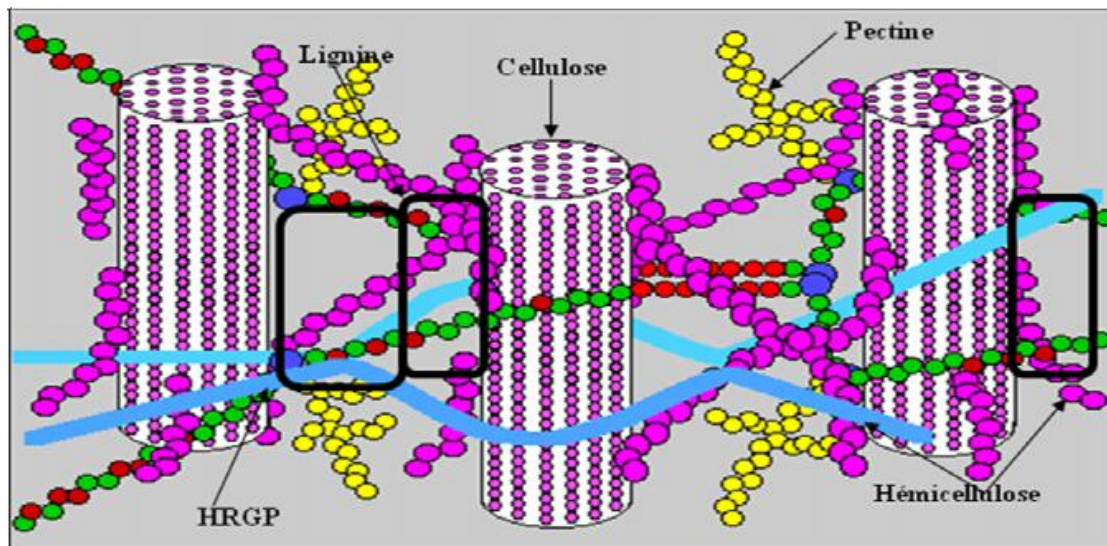
Les fibres naturelles se composent principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Elles contiennent aussi des quantités faibles en protéines, extractibles et quelques composés inorganiques. Il existe différentes classifications de ces fibres. Les fibres dures, tel que le bois, forment un groupe à part entière qui représente environ 90% de la production mondiale [13].

La proportion de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine varie d'une espèce à une autre. À l'intérieur de chaque fibre, la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant la cellulose, qui est une structure très rigide [13].

**Tableau I-1:** Composition chimiques des fibres végétales[14].

Fibres	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicellulose(%)	Pectine (%)	Cendre (%)
Kénaf	37-49	15-21	18-24	-	2-4
Jute	41-48	21-24	18-22	-	0,8
Chanvre	57-77	3,7-13	14-22,4	0,9	0,8
Ramie	68,6-91	0,6-0,7	5-16,7	1,9	-

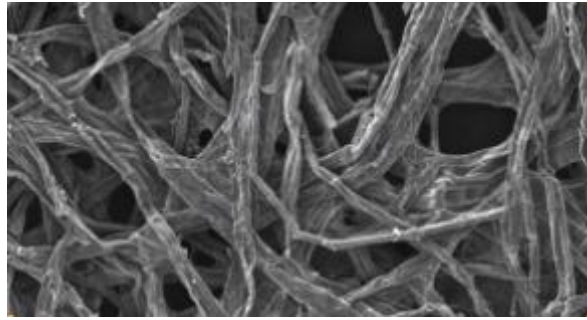
Abaca	56-63	7-9	15-17	6	3
Sisal	47-78	7-11	70-24	10	0,6-1
Lin	71	2,2	18,6-20,6	2,3	-
Coton	94	-	-	1,2	1,2
Noix de Coco	36-46	31-45	10	3-4	-



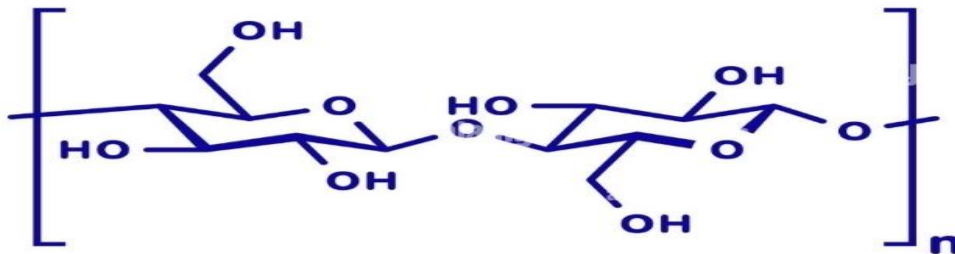
**Fig.I.5.** Représentation schématique d'une fibre de bois [15].

### A\_ La cellulose :

La cellulose est le principal composé de la totalité des fibres végétales et c'est la matière la plus abondante sur la Terre (plus de 50% de la biomasse). La cellulose, comme présentée dans la figure 6, est un glucide de formule moléculaire  $(C_6H_{10}O_5)_n$  où  $n$  est le degré de polymérisation et il varie énormément selon l'origine de la cellulose [16]. La photosynthèse des plantes assure la production de 50 à 200 Gt par an [17]. C'est l'élément principal des parois des cellules végétales.



**Fig.I.6.**Fibre de cellulose.



**Figure I.7 :** Structure élémentaire de la cellulose [16].

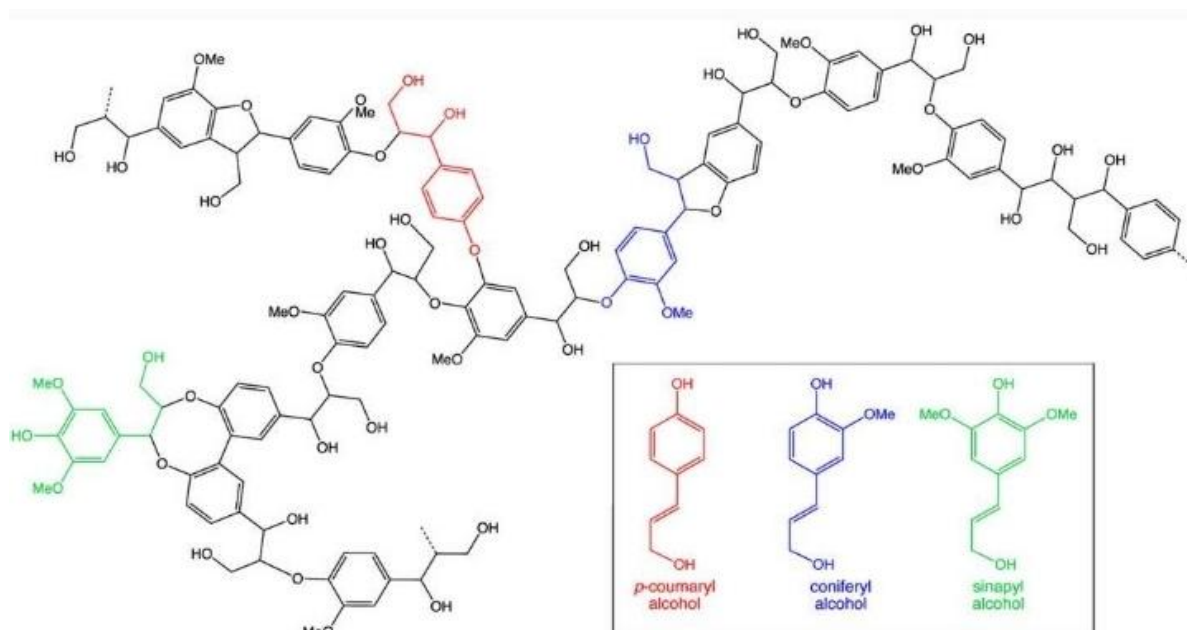
La cellulose est un glucide constitué de chaînes linéaires de molécules de D-glucose liées entre elles pour former des polymères linéaires, mais transversalement ils peuvent développer des liaisons inter ou intramoléculaires de type liaison hydrogène. Ces interactions confèrent une structure fibrillaire à la cellulose, dont le degré de polymérisation varie fortement selon l'origine (fourrage, plante, bois...) de 20 000 à 100 000 [18]. La structure cristalline de la cellulose est un facteur très déterminant dans les propriétés mécaniques des fibres. Des travaux ont montré que la cellulose est constituée de chaînes macromoléculaires parallèles avec une très grande cohésion. Les groupes hydroxyles(OH) sont susceptibles d'être impliqués dans la formation de liaisons intra et inter chaînes de cellulose et confèrent à celle-ci ses propriétés mécaniques à savoir la rigidité et la résistance. Les zones cristallines sont caractérisées par une forte densité en liaison hydrogène contrairement aux zones amorphes ce qui rend ces dernières fragiles et facilement

accessibles [19]. Selon son origine, la cellulose présente une cristallinité qui peut atteindre 80% [20].

La cellulose est résistante aux solutions basiques même à pH très élevé et elle est résistante aux agents oxydants mais elle très sensible aux acides qui causent son hydrolyse [21].

### B\_ Lignine :

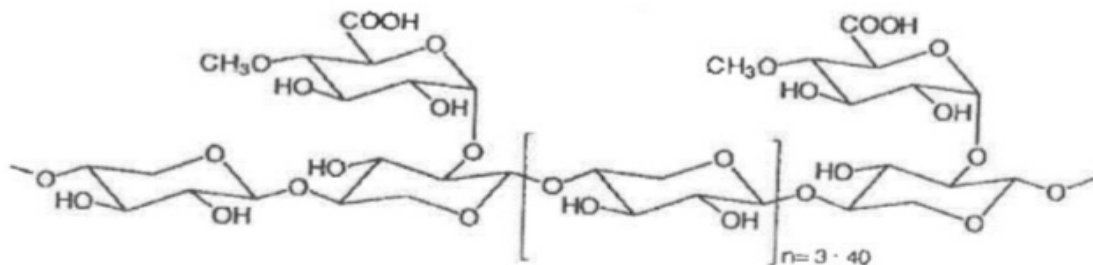
La lignine est un copolymère tridimensionnel, composé de 3 monomères phénoliques s'assemblant en structure complexe (**Figure.I.8**). Les proportions ainsi que l'organisation des différents monomères ne sont pas bien définies car ces données sont difficiles à obtenir sans endommager la structure Figure.I.8: Constituants de la lignine: alcool synapyle, alcool coniférylique et alcool coumarylique[22].



**Figure.I.8** : Exemple de structure de la lignine Grâce à son réseau phénolique ramifié, la lignine apporte un caractère hydrophobe et donne à la plante [23].

### C\_ Hémicellulose :

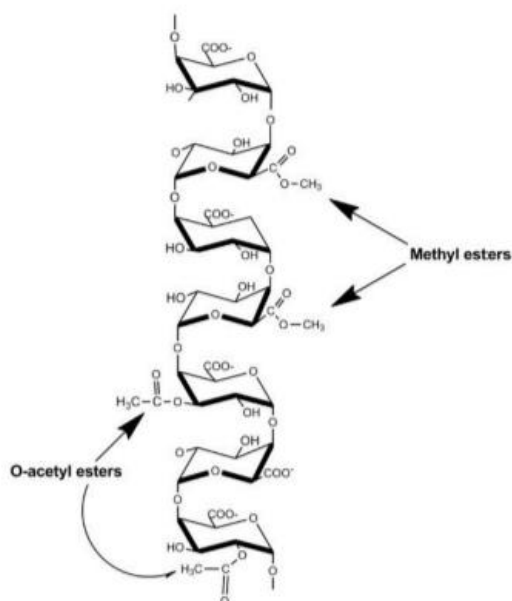
Les hémicelluloses représentent le 3ème composant principal juste après la cellulose et la lignine, avec une proportion en poids à peu près 25% de la biomasse [24]. L'hémicellulose présente dans toutes les parois de ces fibres. C'est le constituant responsable de l'élasticité des fibres [25].



**Figure.I.9** : Structure des hémicelluloses [26].

### D\_ Pectines :

Les pectines jouent un rôle capital dans l'architecture de la paroi végétale. Ces substances pectiques sont présentes avec des proportions variées dans la plupart des végétaux (environ 1% dans le bois) [27].



**Figure.I.10** : Structure du polymère linéaire d’homogalacturonane composé de 1,4  $\alpha$ -Dgalactopyranosyluronique [28].

**Tableau I.2** : composition chimique de quelques fibres naturelles [29].

Type de fibres	Cellulose (%)	Hemicelluloses (%)	Lignine (%)	Autres (%)
Fibres de pailles				
Riz	28-36	-	12-16	-
Blé	29-35	27	16-21	11-23
Fibres de cannes à sucre	32-44	22	19-24	26-8
Bambou	26-43	15	21-31	9-35
Fibres d’herbe				
Alfa (Esparto)	33-38	--	17-19	--
Sabai	22		23,9	
Fibres périlibériennes				
Lin	43-47	16	21-23	13-20
Kénaf	31-39	19	15-19	23-35
Jute	45-53	15	21-26	5-11
Fibres de feuilles	35	28	27	10

Palmier (PLD)	60,8	20	8,8	10
Abaca (Marula)	43-56	12	7-9	23-38
Sisal (Agrave)				

### E\_ Les cires:

Les cires sont des constituants des fibres naturelles, que l'on extrait avec des solutions organiques. Ces matériaux se composent de différents types d'alcools insolubles dans l'eau et de plusieurs acides tels que l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique [30].

### I.3. Extractibles :

Ce sont des molécules de faible masse molaire qui remplissent la lumière des cellules. Ils représentent 2 à 5 % de la masse sèche. La plupart de ces extractibles sont solubles dans l'eau ou des solvants organiques, d'où leur dénomination. La composition en extractibles varie en fonction de l'essence considérée et influe sur la couleur et l'odeur. Il s'agit de tanins, de pectines, de sucre et d'autres composés [31].

**Tableau. I.3 :** Composition chimique de quelques plantes à fibre (32,33 et34)

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

### I.4. Les Utilisations des fibres végétales :

Outre l'avantage direct de réduire l'impact négatif sur l'environnement au stade de la fabrication, un composite renforcé par des fibres naturelles peut également contribuer au respect de l'environnement durant la phase de production en plus de son Culture renouvelable. En revanche, certains inconvénients peuvent être .poids réduit un frein au niveau du développement industriel.

Les principaux avantages et inconvénients sont rassemblés dans le Tableau ci-dessous:

AVANTAGES	INCONVENIENTS
Faible coût.	Absorption d'eau
Biodégradabilité.	Faible stabilité dimensionnelle.
Neutre pour l'émission de CO <sub>2</sub> .	Mauvaise tenue en vieillissement.
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres.	Faible tenue thermique (200 à 230 °C max).
Pas de résidus après incinération.	Fibres anisotropes.
Ressource renouvelable	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo...
Demande peu d'énergie pour être Produite	,Pour des applications industrielles demande la gestion d'un stock.
Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité)	Renfort discontinu.
Bonne isolation thermique et acoustique	
Non abrasif pour les outillages	

**Tableau.I.4** : Avantage et inconvénients des fibres naturels [35].

### **I.5. Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales :**

Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre sa densité et son teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau. Et elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, son élongation à la rupture et son module d'élasticité [36].

**Tableau.I.5.**Les caractéristiques mécaniques de quelques fibres Végétales.

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

## **I. 6. Conclusion**

L'essentiel de ce chapitre est la présentation des fibres végétales et leur utilisation dans les composites. Différents domaines industriels font appel à ces sources naturelles renouvelables, moins coûteuses, souvent abondantes et surtout respectueuses de l'environnement. Cependant leur utilisation nécessite l'étude de leurs propriétés. Plusieurs facteurs peuvent améliorer ou dégrader ces propriétés. La littérature était assez étendue sur ce sujet.

En effet, les fibres végétales sont variées et se caractérisent par une grande richesse d'usage. Pour certaines applications spécifiques, elles représentent des matériaux dotés de performances techniques parfois supérieures à celles des matériaux traditionnels. Nous avons résumé les différents travaux réalisés sur les fibres de cynodon.

## Référence:

[1] Khetout Karima, Barka Houda «l'effet des traitements chimique sur la structure morphologique de fibre de luffa utilisée dans matrieux composite». Mémoire master, unuversitie du m'sila ,2018.

[2] C. Baley. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. Technique de l'ingéniere, traité génie des procédés, Vol. AM5, 2004, pp. 130.

[3] A. Mahfoudh, «Étude de la production et de la caractérisation de composites bois plastiques», Mémoire de Maître ès sciences, Département de Génie Chimique, Université Laval, Québec, 2013, 101p.[En ligne], disponible sur : [https://www.google.dz/search?q=A.+Mahfoudh&oq=A.+Mahfoudh&aqs=chrome..69i57j69i60.809j0j1&sourceid=chrome&es\\_sm=93&ie=UTF-8#q=%C3%89tude+de+la+production+et+de+la+caract%C3%A9risation+de+composites+bois-plastiques](https://www.google.dz/search?q=A.+Mahfoudh&oq=A.+Mahfoudh&aqs=chrome..69i57j69i60.809j0j1&sourceid=chrome&es_sm=93&ie=UTF-8#q=%C3%89tude+de+la+production+et+de+la+caract%C3%A9risation+de+composites+bois-plastiques)

[4] Regiani, A.M.,Frollini ,E. ,Marson G,A .,El Seoud , O.A .Second International Symosium on Natural Polymers and composites,1998,p :235\_239

[5] K.E. Borchani, « Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa », Thèse de doctorat, Université de Sfax École Nationale d'Ingénieurs de Sfax, 2016, p137

[6] omiri imen Yamina, « l'effet du traitement des fibres naturelles sur l'endommagement d'un béton polymère », mémoire master, unuversitie du m'sila , 2014/2015

[7] K.Charle, C.morvan, J.Bréard, JP.Jernot, M.Gomina, ''Etude morphologique d'un composite naturel la fibre de lin'' revue des composites et des matériaux avancées, Vol16, pp11-24,2006.

[8]CARMA, « Glossaire des matériaux composites renforces des fibres d'origine renouvelable », centre d'animation régional en matériaux avances, Décembre2006.

[9]P.V. Joseph, G. Mathew, K. Joseph, G. Groeninckx, S. Thomas – Dynamic mechanical properties of short sisal fibre reinforced polypropylene composites. Composites part A : Applied science and manufacturing, 2003, 275-290.

- [10] Fali Allaoua & Merzoug A/aziz "Etude de l'effet du traitement sur le comportement physicochimique et mécanique d'une fibre végétale "En vue de l'obtention du diplôme de: MASTER En Génie Mécanique 2018 / 2019.
- [11] Y.Lamia,"Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss)", mémoire de magister, 2011.
- [12].Betriebsanleitung Seviceteile EMCOF1-CNC, catalogue de la machine
- [13] D. Sedan. « Etude des Interactions Physico-Chimiques aux Interfaces Fibres de Chanvre/Ciment. Influence sur les Propriétés Mécaniques du Composite ». Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges, France, 2007, 129 p. [En ligne], disponible sur <http://epublications.unilim.fr/theses/2007/sedan-david/sedan-david.pdf>
- [14] P. J. Herrera-franco et A.valadez-gonzalez. «A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites. », Composites Part B: Engineering, Vol.68, 2005, pp. 597-608.
- [15]" C Couhert. Pyrolyse flash à haute température de la biomasse ligno-cellulosique et de ses composés - production de gaz de synthèse", Thèse de pour obtenir le de Doctorat de l'Ecole des Mines de Paris Energétique.2007.
- [16] A. Maghchiche, "Use of polymers and biopolymers for water retention and soil Stabilisation at Algerian arid and semi-arid soils," Université de Mentouri, Constantine, thèse de doctorat 2009.
- [17] D. Klemm, B. Philipp, and T. Heinze, Methods, Comprehensive Cellulose Chemistry: Fundamentals and Analytical.: Wiley-VCH, 1998
- [18] Bledzki A.K. and Gassan J., "Composites reinforced with cellulose based fibers,"
- [19] Walker J.C.F., Wood chemistry and cell wall ultrastructure, reactions, Chapman and Hall, Ed London: Primary Wood Processing, 1993..
- [20] R.M. Rowell, J.S. Han, and J.S. Rowell, Characterization and factors effecting fibre properties, in Natural Polymers and Agrofibrils Composites, E. Frollini, A.L. Leao, and L.H.C. Mattoso, Eds. Sao Carlos, Brazil: Natural polymers and agrofibrils composites, 2000.
- [21] Thomas S., Paul S. A., Pothan L. A., and Deepa B., "Natural Fibres: Structure, Properties and applications," in Cellulose Fibers: Bio- and Nano-Polymer Composites,

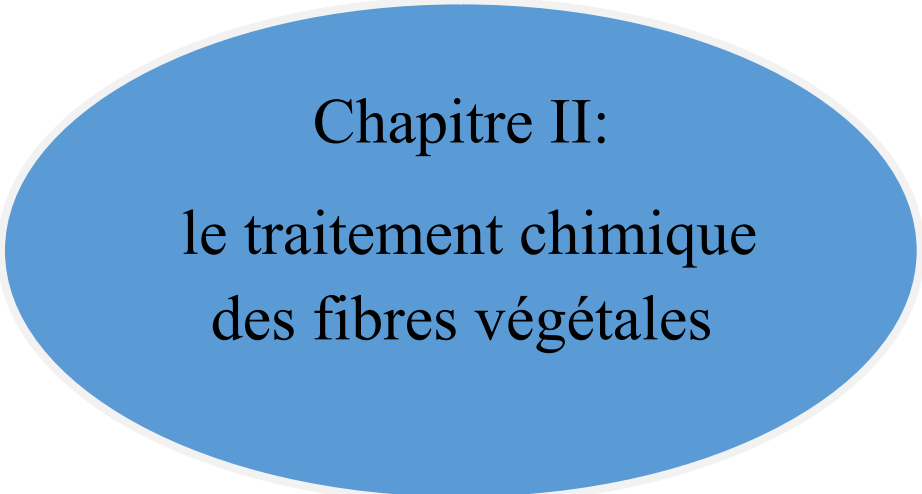
springer, Ed. Berlin;Heidelberg; New York: Springer: Springer Berlin Heidelberg,  
2011, pp. 3-4

- [22] Müssig J., *Industrial Applications of Natural Fibres : Structure, Properties and Technical Applications*, (Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd) (2010)
- [23] Iiyama K., Lam T., Stone B.A., *Covalent Cross-Links in the Cell Wall*, *Plant Physiol.* (1994) Vol.104 Issue 2, 315–320
- [24] C.Baley- *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites (AM 5130)*. Techniques de l'Ingénieur, 2005
- [25] Mustapha Malha, « Mise en oeuvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites : polymère thermoplastique renforcé par des fibres de Doum », Université Mohammed V –AGDAL, Mars 2013
- [26] Jafarpour Moghaddam G., *Dynamique macromoléculaire dans la paroi végétale et ses polymères pariétaux*, Thèse de l'Université de Toulouse III - Paul Sabatier, (2007)
- [27]. *Betriebsanleitung Seviceteile EMCOF1-CNC*, catalogue de la machine
- [28] Ridley B.L., O'Neill M.A., Mohnen D., *Pectins: structure, biosynthesis, and oligogalacturonide-related signaling*, *Phytochemistry* (2001) Vol.57 Issue 6, 929–967
- [29] Gandini A, Belgacem M.N; «La chimie des substances renouvelables»; *L'actualité chimique*, 6-14 (2002)
- [30] Bledzki A K, Gassan J; « Composites reinforced with cellulose based fibres»; *Prog. Polym. Sci.* 24 : 221-274 (1999).
- [31] P, Boustingorry, "Élaboration d'un matériau composite à matrice gypse renforcé par bois fragmenté -amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqués en gypse," thèse de doctorat de l'école Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, Génie des procédés, 2002.
- [32] P.Davies, C.Morvan, O.Sire, C.Baley, " propriétés de fibres extraites de phanérogames marines (*ZOSTERA marina*)", *revue des composites et des matériaux avancés*, Vol 16, pp41-48, 2006.
- [33]: A. Y. Nenonene, "Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage", thèse de doctorat de l'université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agro ressources, 2009.

[34]: A.K. Bledzki, J. Gassan, "Composites reinforced with cellulose based fibres", Prog. Polym. Sci. 24 221–274, 1999.

[35]R. Kamila, " Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles"mémoire de magister, université M'hamed Bouguera Boumerdes, 2013/2014.

[36] Mostar Abdessamed, « influence des ajouts de fins minérales sur les performances mécaniques des bétons renforcé de fibre végétales de palmier dattier », université de KasdiMerbah Ouargla option génie civil, novembre 2006



Chapitre II:  
le traitement chimique  
des fibres végétales

## **II.1. Méthode de Modification Chimique de la surface des fibres végétales:**

### **II.1.1. le Traitement des fibres :**

Il existe de nombreuses techniques afin de rendre compatible les fibres et les polymères, permettant ainsi la mise en place de liaisons chimiques au niveau de l'interface.

Ces diverses techniques peuvent être divisées en deux catégories : les méthodes de modification physique et les méthodes chimiques. Le but de ces modifications est l'amélioration de l'adhésion par la création de la liaison. La surface est donc élément important de l'adhésion et subit la modification.

Ces modifications ont pour objectif de :

- Créer des liaisons fortes entre la fibre et la matrice
- Abaisser le caractère hydrophile des fibres végétales[1] .

### **II.2.le traitement chimique :**

Les modifications chimiques engendrent des réactions à la surface des fibres comprennent des traitements avec de la soude, du silane ... Etc [2].

La méthode la plus fréquemment utilisée dans la littérature est le traitement à la soude, nous utiliserons donc cette méthode pour traiter les fibres de chêne zéen.

#### **II.2.1.Le traitement alcalin(NaOH) (mercerisage):**

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

Ce traitement permet d'éliminer les constituants indésirables de la fibre, telles que la lignine, l'hémicellulose et la pectine. Ce qui entraîne des changements dimensionnels,

morphologiques et mécaniques des fibres. La texturation de surface par apparition des micro fibrilles donne une rugosité de surface. Ceci peut faciliter l'adhérence mécanique en plus d'une meilleure imprégnation de la résine. Cependant, l'hydroxyde de sodium sous certaines proportions a tendance à faire diminuer la cristallinité des fibres. L'amélioration de leurs propriétés mécaniques dépend étroitement de la conservation de leur cristallinité [4].

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



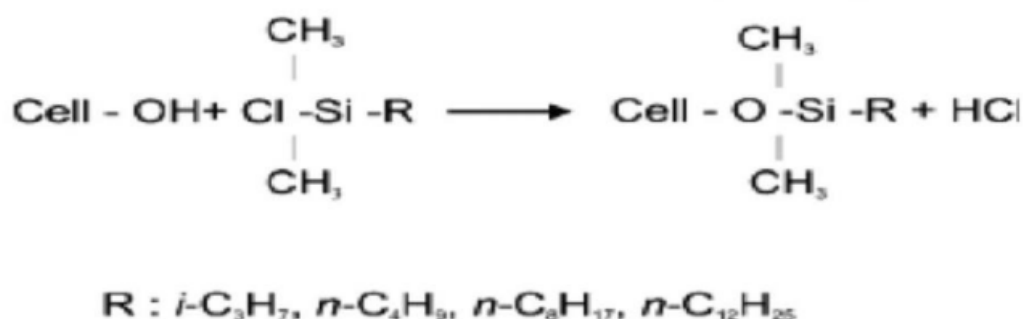
**Équation.II.1.** traitement Alcalin sur les fibres végétales[5].

### II .2.2.Traitement au Permanganate de potassium:

Le traitement au Permanganate est indiqué comme l'une des meilleures méthodes pour améliorer la liaison à l'interface fibre-polymère, il améliore la résistance à la traction en augmentant la cohésion avec la matrice [6-10]. Des études antérieures ont montré que la concentration maximale à ne pas dépasser pour une amélioration des performances mécaniques, au delà de laquelle les performances mécaniques chuteraient suite à une détérioration de la structure de la fibre est 0.2 % Dans le présent travail, les fibres à cane sont immergées dans une solution 0.1 % poids KMnO<sub>4</sub>/Acétone, représentant des conditions extrêmes pendant 3 min, à température ordinaire (25°C), puis lavée à l'eau distillée 4 à 5 fois puis séchée dans un four à 50 °C pendant 8h. En outre des fibres de banane traitées au permanganate ont donné la preuve pour être responsables de la haute stabilité thermique à cause du complexe cellulose-Mn<sup>+7</sup> [11].

### II.2.3. Traitement de Silane:

Les Silanes sont actuellement utilisés dans l'industrie afin d'optimiser l'interface des composites renforcés par des fibres de verre [12]. De précédentes études ont montré que leur utilisation avec des fibres naturelles améliorerait le comportement en traction des composites, etc, pour une concentration en silanes de l'ordre de quelques pourcents [13]. Les fonctions silane vont réagir par polycondensation sur les groupements hydroxyle présents en surface de la fibre, mais également sur les fonctions silane proches.

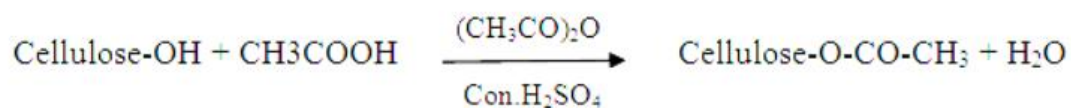


Équation II.2 : traitement de silane sur les fibres végétales

### II.2.4. Traitement par l'acide acétique ou acetylation:

L'acétylation, est la réaction chimique qui a été la plus étudiée des matériaux lignocellulosiques, pour modifier la surface des fibres naturelles et la rendre plus hydrophobe. A l'origine, elle a été utilisée pour réduire le gonflement du bois dans l'eau. Le principe de la méthode, est de faire réagir les groupes hydroxyles (-OH) de la fibre avec les groupements acétyles (CH<sub>3</sub>CO-), et c'est ainsi que la surface de la fibre devient plus hydrophobe. Les groupes hydroxyles entrant dans la réaction sont ceux de la lignine, des hémicelluloses et de la cellulose amorphe (les constituants mineurs de la fibre). Les autres groupes hydroxyles appartenant aux régions cristallines de la fibre, ne sont pas accessibles aux réactifs chimiques, car ils sont étroitement compactés à l'aide de fortes liaisons intermoléculaires Cette réaction dite d'acétylation du groupe -OH, est schématisée ci-dessous [14-16].

**Acétylation avec un catalyseur acide:**



**Acétylation sans catalyseur acide:**



**Équation.II.3.** traitement acétylation sur les fibres végétales [17].

**II.2.5.Traitement de peroxyde:**

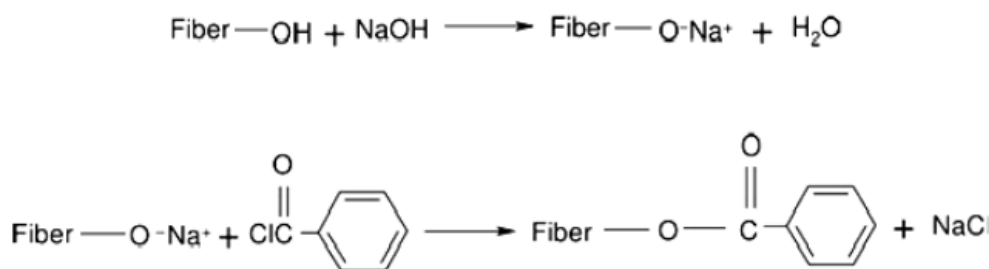
Le traitement au peroxyde des fibres végétales a attiré l'attention de plusieurs chercheurs en raison de la facilité du processus de la modification chimique et l'amélioration des propriétés mécaniques des fibres. Les peroxydes organiques ont tendance à se décomposer aisément en radicaux libres (RO.) qui réagissent ultérieurement avec les groupements hydrogènes de la cellulose et de la matrice aussi (Équation II.4) [18].



**Equation II.4:** principe du traitement au peroxyde [18]

**II.2.6.Benzoylation :**

Le chlorure de benzoyle est souvent utilisé pour la Benzoylation des fibres. L'insertion du groupement benzoyle (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>CO) dans la structure des fibres permet de réduire le caractère hydrophile des fibres traitées. Le principe du traitement repose sur un traitement initial avec la soude afin d'activer les groupements hydroxyyles de la cellulose et de la lignine suivi d'un traitement au chlorure de benzoyle (équation.II.5)[19].



Équation.II.5. principe de Benzylation [19].

### II.3. Traitement thermique:

A Travers les différentes références bibliographiques relatives aux composites à base de fibres végétales et à matrice cimentaire, nous avons opté pour le traitement thermique courant. Ce traitement consiste à la mise en ébullition du Diss dans un récipient pendant quatre heures, puis égoutté et rincé à l' eau abondante afin d'enlever les substances organiques [20].

### II.4. Les méthodes physiques de modification de la surface:

Les méthodes physiques, telles que l'étirage, le traitement thermique, le laser, les rayons gamma, les UV... modifient les propriétés structurelles et de surface de la fibre et influencent ainsi les liaisons avec les polymères [21].

#### II.4.1.Le Traitement au Plasma :

Le traitement au plasma par décharge électrique (effet Corona ou plasma froid) consiste à envoyer un gaz ionisé dont le nombre de charges (positives ou négatives) est équivalent à celui de la surface à traiter. Le type de gaz ionisé et la durée de l'exposition ont pour effet de modifier la surface de la fibre et du polymère [22].

#### II.4.2.Les Agents de couplage:

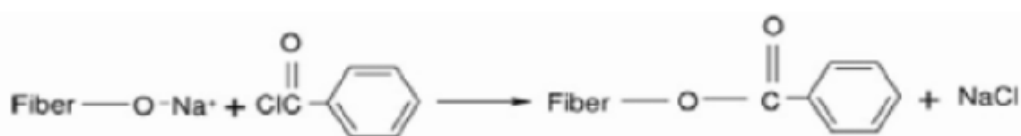
Les agents de couplage Silanes améliorent habituellement le degré de réticulation dans la zone d'interface et offrent une adhérence parfaite [23]. Alcoxy ou éthoxy sont les groupes terminaux réactifs qui ont une extrémité capable de réagir avec le type de la matrice et à l'autre extrémité réagit avec les groupes hydroxyles. En présence d'humidité, un groupe Alcoxy hydrolysable conduit à la formation de silanol. Le silanol réagit ensuite avec les groupes hydroxyle de la fibre en formant des liaisons covalentes stables sur la paroi cellulaire [24].

### II.4.3. La Copolymérisation par Greffage :

C'est l'une des méthodes les plus communes. Ce procédé consiste, à greffer des copolymères à la surface des fibres, créant ainsi une zone active. Pour réaliser ce greffage, on utilise de l'anhydride maléique polypropylène (MAH-PP), l'acrylation ou le titanate. Le greffage est permis car le benzoyle ( $C_6H_5-CO^+$ ) réagit avec le groupe hydroxyle (OH) de la fibre, diminuant ainsi la nature hydrophile de la fibre traitée. Une réaction chimique s'opère ensuite entre ces copolymères épine dorsale et la matrice polymérique. [25].

Les techniques classiques de greffage des fibres végétales exigent beaucoup de temps et d'énergie. Il a été constaté que le greffage sous radiations micro-ondes est le meilleur en termes de consommation de temps et de rentabilité [26].

Le pré-trempage dans une solution de NaOH nécessite une durée de 30 min pour pouvoir activer les groupes hydroxyle de cellulose et de lignine dans la fibre, suivie d'une filtration et d'un lavage avec de l'eau (équation.8)



**Équation.II.6** Réaction possible entre cellulosique -OH et le chlorure de benzoyle.

## II.5. L'oxydation:

### Introduction:

En chimie, l'oxydation est définie comme une perte d'électrons et la réduction comme un gain d'électrons. Il s'ensuit que l'oxydation d'une molécule (le donneur d'électrons) s'accompagne toujours de la réduction d'une seconde molécule (l'accepteur d'électrons). Ce principe de l'oxydoréduction s'applique également aux systèmes biochimiques et c'est un concept fondamental pour la compréhension de la nature de l'oxydation biologique [27].

Tous les livres de Chimie organique vous le diront: les alcools sont oxydés par les oxydants usuels, permanganate ou dichromate de potassium en milieu acide par exemple. Dans ces conditions:

\_ Les alcools primaires sont oxydés en acides, avec formation intermédiaire d'aldéhydes. Pour isoler ces derniers, il faut:

\_ ou que l'aldéhyde soit le composé le plus volatil et il est alors distillé au fur et à mesure de sa formation.

\_ ou employer des dérivés du Cr (VI) en milieu anhydre, par exemple le réactif de Collins = complexe trioxyde de chrome-pyridine ( $C_6H_5N$ )  $2CrO_3$  dans le dichlorométhane comme solvant.

– Les alcools secondaires sont oxydés en cétones,

– Les alcools tertiaires ne sont pas oxydés.

D'une façon générale, les dérivés du Cr (VI) sont des oxydants plus doux que le permanganate de potassium.

Les réactions avec le dichromate de potassium sont très bien décrites dans les différents ouvrages du secondaire. Cependant, à l'état solide, les chromates et dichromates alcalins sont toxiques pour l'homme (ulcérations cutanées, dermatoses allergiques, et surtout cancer broncho-pulmonaire [28,29]) et les sels du Cr (VI) sont des polluants du milieu aquatique [30].

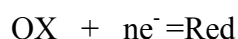
Par contre, aucune toxicité n'est signalée pour le permanganate et les dérivés du manganèse (II). C'est pourquoi cet article présente quelques réactions d'oxydation des alcools par le permanganate de potassium, en milieu acide, réalisables dans une classe de Première. La solution oxydante est une solution de permanganate de potassium à  $0,01 \text{ mol.L}^{-1}$  en milieu acide sulfurique à  $0,5 \text{ mol.L}^{-1}$  (dissoudre  $1,58 \text{ g}$  de cristaux de permanganate de potassium dans environ  $800 \text{ mL}$  d'eau, ajouter  $28 \text{ mL}$  d'acide sulfurique à  $95 \%$ , puis compléter à  $1 \text{ L}$ ).

### II.5.1. Définition :

**L'Oxydation:** C'est le nom qu'on a donné une opération de l'art ou à un phénomène de la nature, par lesquels un corps combustible quelconque brûle rapidement ou lentement, se comb

ine à l'oxygène de manière à former un oxyde, soit qu'il doive rester à cet état d'oxyde soit qu'il puisse, en allant au-delà par l'addition d'une nouvelle proportion d'oxygène, arriver à l'état d'acide. Dans le premier cas, c'est en quelque sorte un effet absolu, quoique l'oxydation puisse souvent elle-même être poussée plus loin, & présenter plusieurs degrés ou graduations; dans le second cas, c'est une oxydation provisoire, une oxydation transitoire en la comparant l'état définitif qui va jusqu'à l'acidification [31].

Un **oxydant** est un espace chimique (molécule ou ion) capable de capter un ou plusieurs électrons lors d'une réaction chimique.



## II.5.2.OXYDATION DES ALCOOLS:

### II.5.2.1. Oxydation des alcools primaires:

#### • Oxydation de l'éthanol par un défaut de solution oxydante:

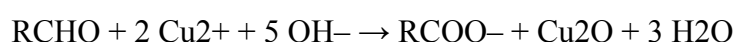
**Expérience** : Dans un ballon de 100 mL, verser 5 mL d'éthanol, puis 15 mL de la solution de permanganate de potassium (figure 1). Flamme douce ou chauffe-ballon La coloration du permanganate commence à évoluer. Pour accélérer la réaction, porter à l'ébullition très douce, en recueillant le produit qui distille (refroidir le tube récepteur). Au bout de deux minutes environ, la solution se décolore : les ions permanganate ont été réduits en ions manganèse (II)  $\text{Mn}^{2+}$

#### .Caractérisation du produit formé :

- il donne un précipité jaune en présence de 2,4-DNPH (quelques gouttes de distillat dans un mL de réactif) : c'est un dérivé carbonylé. On peut, bien entendu faire barboter directement le produit qui distille dans une solution de 2,4-DNPH pour cette caractérisation. Remarque sur la solution de 2,4-DNPH : elle est obtenue par dissolution, sous agitation, de 2 g de 2,4-dinitrophénylhydrazine dans un litre d'acide chlorhydrique de concentration égale à  $2 \text{ mol.L}^{-1}$  (cela peut prendre plus d'une demi-heure). Bannir les solutions réalisées à l'aide d'alcools, qui sont d'excellents solvants... pour les précipités de 2,4-dinitrophénylhydrazones aussi
- il donne un «miroir d'argent» en présence de réactif de Tollens (dans un tube très propre, verser quelques mL de réactif puis quelques gouttes de distillat, agiter pour

homogénéiser le mélange, puis porter au bain-marie à 75-80°C pendant cinq minutes) : c'est un aldéhyde. Remarque sur le Réactif de Tollens (contenant les ions  $[Ag(NH_3)_2]^+$ ) : pour le préparer, prendre une solution de nitrate d'argent, par exemple à la concentration  $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$  ; y ajouter une solution d'hydroxyde de sodium pour faire précipiter  $Ag_2O$  ( $AgOH$ , blanc est instable et personnellement, j'ai toujours vu directement la couleur gris brunâtre de  $Ag_2O$ ). Ajouter alors une solution aqueuse d'ammoniac pour dissoudre le précipité. Attention : il faut opérer à la goutte près ! (Si on a ajouté un léger excès d'ammoniac, revenir en arrière en rajoutant un peu de nitrate d'argent).

c) il donne un précipité rouge brique d'oxyde de Cuivre (I) avec la liqueur de Fehling : dans un tube à essais, porter à l'ébullition 3 ml de solution de liqueur de Fehling : il ne se passe rien, le réactif est stable. Verser 1 ml de distillat : le précipité de  $Cu_2O$  se développe lorsque l'on reporte à l'ébullition. Remarque sur la liqueur de Fehling : elle est vendue sous forme de kit de deux solutions que l'on mélange volume à volume au moment de l'emploi (solution de sulfate de cuivre (II) d'une part, solution de tartrate double de sodium et de potassium en milieu basique ( $pH > 13$ ) d'autre part) ; elle contient des ions cuprates  $[Cu(OH)_4]^{2-}$  en équilibre avec des ions  $[CuT_2(OH)_4]^{6-}$ , où T représente l'ion tartrate  $[OCO-CHOH-CHOH-COO]^{2-}$ . Les élèves ne connaissant pas les ions complexes, on peut tout aussi bien faire intervenir la demi-équation électronique mettant en jeu le couple  $Cu^{2+}/Cu_2O$ , d'où l'équation-bilan :



• **Généralisation** : Les réactions sont réalisables, dans les mêmes conditions, avec le propan-1-ol ou le butan-1-ol. Seul, le test à la liqueur de Fehling est plus délicat (les aldéhydes obtenus sont peu solubles dans l'eau : un précipité apparaît cependant à la surface de séparation des deux liquides).

### II.5.2.2. Oxydation des alcools secondaires:

#### Oxydation du propan-2-ol par un défaut de solution oxydante:

**Expérience** : Le protocole est le même que pour l'éthanol. La décoloration du permanganate est immédiate à froid. Caractérisation du produit formé : Distiller quelques mL du produit formé (il n'y a pas besoin de refroidir autant le tube récepteur)

a) il donne un précipité jaune en présence de 2,4-DNPH (quelques gouttes de distillat dans un mL de réactif) : c'est un dérivé carbonylé. b) le test avec le réactif de Tollens est négatif : il n'y a pas formation de «miroir d'argent», quel que soit le temps de séjour au bain-marie. Le produit formé est une cétone.

• **Généralisation** : La réaction est réalisable, dans les mêmes conditions, avec le butan-2-ol. 1.3. Essai d'oxydation des alcools tertiaires • Essai d'oxydation du 2-méthylpropan-2-ol par un défaut de solution oxydante  
Expérience : Le protocole est toujours le même : dans un ballon de 100 mL, verser 5 mL de 2-méthylpropan-2-ol, puis 15 mL de la solution de permanganate de potassium.

Aucune réaction ne se manifeste, même après avoir porté le mélange à douce ébullition (figure 2). Figure 2 (On ne distille pas, puisque le permanganate ne se décolore pas).

• **Généralisation** : L'observation précédente est réalisable avec tous les alcools tertiaires.

**Essai d'oxydation des alcools tertiaires.**

**Essai d'oxydation du 2-méthylpropan-2-ol par un défaut de solution oxydante.**

Expérience : Le protocole est toujours le même : dans un ballon de 100 mL, verser 5 ml de 2-méthylpropan-2-ol, puis 15 ml de la solution de permanganate de potassium

Aucune réaction ne se manifeste, même après avoir porté le mélange à douce ébullition (On ne distille pas, puisque le permanganate ne se décolore pas).

• **Généralisation** : L'observation précédente est réalisable avec tous les alcools tertiaires

## **.II.5.3.OXYDATION DES DÉRIVÉS CARBONYLÉS**

### **II.5.3.1.Oxydation des aldéhydes :**

• **Oxydation de l'éthanal par un défaut de solution oxydante :**

**Expérience** : Dans un ballon de 50 ml, verser 1 ml d'éthanal en solution aqueuse à 50 %, puis 5 mL de la solution de permanganate de potassium.

La coloration du permanganate évolue instantanément. Tiédir légèrement si besoin pour accélérer la réaction : la décoloration du permanganate est presque immédiate.

Pas de possibilité de mise en évidence de l'acide formé, puisque le milieu réactionnel renferme de l'acide sulfurique.

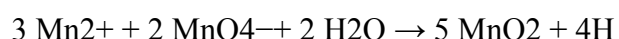
• **Généralisation** : La réaction précédente est réalisable avec tous les aldéhydes, par exemple avec le propanal et le butanal [32].

### **.II.5.3.2.Oxydation des cétones:**

#### **Essai d'oxydation de la propanone**

**Expérience** : Dans un ballon de 50 mL, placer 1 mL de propanone et 5 mL de solution de permanganate. Aucune réaction ne se produit, même après ébullition du mélange (même montage que pour les alcools tertiaires).

• **Généralisation** : La même observation peut être faite avec la butanone, par exemple. Remarque 1) Aucune manipulation avec une quantité stœchiométrique ou un excès d'oxydant n'est ici proposée. En effet, comme il a déjà été signalé, l'amphotérisation



Intervient alors, et les concentrations sont telles que le ballon réactionnel se recouvre d'un dépôt brun brillant qu'il serait difficile à interpréter avec les élèves.

Dans les ouvrages d'expériences, les oxydations d'alcools primaires en acides par le permanganate de potassium sont décrites en milieu basique (généralement obtenu à l'aide de carbonate de sodium), avec formation de  $\text{MnO}_2$ , qui doit être filtré avant concentration du milieu réactionnel et extraction en milieu acide. Une oxydation d'aldéhyde par le permanganate de potassium en milieu acide est également décrite : elle conduit également à la formation de  $\text{MnO}_2$ , qui est ultérieurement réduit en ions  $\text{Mn}^{2+}$  par un barbotage de dioxyde de soufre, avant extraction de l'acide [33]

2) Ne sont décrites ici que les oxydations réalisées avec le permanganate de potassium. Celles faisant intervenir le dichromate de potassium sont plus faciles à maîtriser. Mais ne pas oublier le pouvoir cancérigène du dichromate solide (les solutions diluées de chromates et de dichromates ne sont pas dangereuses ; il faut évidemment se laver soigneusement en cas de contact avec la peau). Enfin, une excellente méthode d'oxydation spécifique par l'eau de Javel des alcools secondaires en solution dans l'acide acétique est déjà décrite dans ce journal [34].

**II.5.4. Le nombre D'oxydation :**

Le degré d'oxydation ou le nombre d'oxydation, désigne le nombre d'électrons de valence acquis ou cédés par un élément lorsqu'il forme une ou plusieurs liaisons (s) avec un ou plusieurs autres (s) élément (s), sachant que les électrons sont attribués aux partenaires les plus électronégatifs. Par exemple, en chimie minérale, le fer à l'état métallique a un degré d'oxydation de 0, mais aussitôt qu'il forme des liaisons avec des halogènes, plus électronégatifs que lui, il peut prendre les degrés d'oxydation +2. Dans Fe (II) Cl<sub>2</sub>, chlorure ferreux, ou +3 dans Fe (III) Cl<sub>3</sub>, chlorure ferrique. En chimie organique, l'approche est plus délicate car il s'agit en majorité de liaisons covalentes. Dans ce cas, les électrons de liaison sont «affectés» au partenaire le plus électronégatif (celui qui prend une charge partielle induite (-δ)). Par exemple, dans une liaison CH, le carbone est le partenaire le plus électronégatif et «gagne» un électron, une charge partielle négative lui est affectée, tandis que l'hydrogène est affecté d'une charge partielle positive. L'hydrogène ayant un degré d'oxydation de +1 en chimie organique, de 0 dans H<sub>2</sub> et de -1 dans les hydrures métalliques, le carbone dans le méthane, CH<sub>4</sub>, aura donc un degré d'oxydation de -4. Par contre, dans le radical CH<sub>3</sub> [35].

**II.5.5. Etat d'oxydation:**

Définition : L'état d'oxydation est une mesure du degré d'oxydation d'un atome dans un composé. IL est défini comme la *charge théorique* d'un atome, si tous les électrons de liaison étaient transférés à l'atome ayant l'électronégativité la plus élevée [36].

**En règle générale:**

L'état d'oxydation d'un atome à l'état élémentaire (ex. Fe, Cu, S, O<sub>2</sub>) est de zéro.

L'état d'oxydation d'un ion monoatomique est égal à la charge nette de l'ion.

Ion monoatomique	Na <sup>+</sup>	Ca <sup>2+</sup>	Fe <sup>3+</sup>	Cl
Etat d'oxydation	+ 1	+ 2	+ 3	-1

La somme algébrique des états d'oxydation dans un composé polyatomique (ex. CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NaCl, etc.) neutre est de zéro.

La somme algébrique des états d'oxydation dans un ion polyatomique (ex. NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>) est égale à la charge nette de l'ion.

**II.5.5.1. Calcul de l'état d'oxydation:**

E.O= nombre d'électron de valence – nombre d'électron après transfert d'électron [36].

**Tableau.II.1.**représente comment les états d'oxydationsont calculés.

Ex. HCl					
Elément	$\chi$	Conf. Elec.	Nbre d'e- de valence	Nbre d'e- après transfert	E.O
H	2.2	ns1	1	0	+1
Cl	3.2	ns2np5	7	8	-1
Ex. H2O					
H	2.2	ns1	1	0	+1
O	3.4	ns2np4	6	8	-2

## II.6. Conclusion:

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

## Référence

- [1] J. Laine et J. Troussier, « **Les fibres naturelles utilisées en plasturgie.**», Cours Science des Polymères, Institut Supérieur De Plasturgie D'Alençon, 2006
- [2] K.E. Borchani, « **Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa** », Thèse de doctorat, Université de Sfax École Nationale d'Ingénieurs de Sfax, 2016, p137
- [3] Jérémie AUCHER, « **Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable i** », Thèse de doctorat. Institut National des sciences Appliquées de Rouen, 2009
- [4] Formation Matériaux - Essais mécaniques : Dimensions des éprouvettes pour essais de traction selon les normes : Thermoplastiques et thermodurcis Dimensions of specimens for tensile testing according to standards: Thermoplastiques and thermosets.
- [5] M.Chatain – Matériaux composites : Présentation générale (AM 5000). Techniques de l'Ingénieur, 2005
- [6] Paul A, Joseph K, Thomas S; « **Effect of surface treatments on the electrical properties of low-density polyethylene composites reinforced with short sisal fibers** »; Compos Sci. Technol , 57 : 67-79 (1997).
- [7] Sreekala M S, Thomas S; « **Effect of fibre surface modification on water-sorption characteristics of oil palm fibres** »; Composites Science and Technology, 63: 861–869(2003).
- [8] Kalia S, Kaith B S, Kaur I; « Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites »; A review. Polym Engg Sci, 49 (2009).
- [9] Song JH, Kim Y; « **Mechanical Properties of Sisal Fiber Reinforced Composites on Surface Treatment and Temperature** »; J Kor Inst Met Mater, 46: 471-476 (2008).
- [10] George J, Bhagawan S, Thomas S; « **Fiber stress analysis in short fiber reinforced composites by means of laser Raman spectroscopy** »; Compos. Interface, 5: 201-223(1998).
- [11] Paul A, Oommen C, Joseph K, Thomas S; « **The role of interface modification on thermal degradation and crystallization behavior of composites from commingled polypropylene fiber and banana fiber** » ; Polym Compos, 31: 1113–

1123 (2010)

[12]Ishida H., A review of recent progress in the studies of molecular and microstructure of coupling agents and their functions in composites, coatings and adhesive joints,

**Polym. Compos.** (1984) Vol.5 Issue 2, 101–123

[13] Kokta B. V., Maldas D., Daneault C., Béland P., Composites of polyvinyl chloridewood fibers. III: Effect of silane as coupling agent, **J. Vinyl Technol.** (1990) Vol.12 Issue 3, 146–153

[14]Mwaikambo LY and Ansell MP; «**Mechanical properties of alkali treated plant fibres and their potential as reinforcement materials Sisal fibres**»; Mater Sci, 41: 2497–2508 (2006).

[15] Li X, Tabil L G, Panigrahi S; «**Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural FiberReinforced**»;Composites: A, Review, J Polym Environ, 15-25 (2007).

[16] Sreekala M S, Kumaran M G, Thomas S; «**Oil Palm Fibers: Morphology, Chemical Composition, Surface Modification, and Mechanical Properties**»; Journal of Applied Polymer Science, Vol.66: 821-835 (1997).

[17]Mwaikambo L.Y; Ansell M.P. «**The effect of chemical treatment on the properties of hemp, sisal, jute and kapok for composite reinforcement, Die Angewandte Makromolekulare Chimie**», 1999, 272, 108-116.

[18] **Susheel** Kalia, B.S. Kaith, Inderjeet kaur, «**Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in Polymer composites**»-A Review, 2009, 49(7), 1253-1272

[19]Mwaikambo L.Y; Ansell M.P. «**The effect of chemical treatment on the properties of hemp, sisal, jute and kapok for composite reinforcement, Die Angewandte Makromolekulare Chemie**», 1999,272, 108-116.

[20] : M. Merzoud, M.F. Habita, A. Gouasmia,’’ Influence d’un traitement Hygrothermique sur les caractéristiques Physico-mécaniques de composites cimentaire à base de Diss’’, 1st International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries ENSET Oran (Algeria) - October 12-14, 2009

- [21] **A.K. Bledzki, J. Gassan, 1999**; Composites reinforced with cellulose based fibres; Prog. Polym. Sci. 24, 221-274.
- [22] Goring, D, et Bolam, F. (1976) « **plasma-induced adhesion in cellulose and synthetic polymers** ». The Fundamental Properties of Paper Related to its uses
- [23] Coutinho, F., Costa, T. H., et Carvalho, D. L. (1997). **Polypropylene\_wood fiber composites: effet of treatment and mixing conditions on mechanical properties.** Journal of Applied Polymer Science, 65(6): 1227\_1235.
- [24] Agrawal, R., Saxena, N., Sharma, K., Thomas, S., et Sreekala, M. (2000). **Activation energy and crystallization kinetics of untreated and treated oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites.** Materials Science and Engineering : A, 277(1) :77–82.
- [25] Joseph, K., Mattoso, L., Toledo, R., Thomas, S., De Carvalho, L., Pothen, L., Kala, S., et James, B. (2000) . « **Natural fiber reinforced thermoplastic composites** ». Natural polymers and agrofibers composites, 159
- [26] Kaith, B, et Kalia, S. (2008). « **Preparation of microwave radiation induced graft copolymers and their applications as reinforcing material in phenolic composites** ». Polymer Composites, 29(7): 791\_797.
- [27] "**Oxydation biologiques**", Kathleen M Botham, Peter A Mayes, Biochimie de Harper, 2017, p119.
- [28] INRS – Fiche toxicologique n° 180 ; INRS – Tableau des maladies professionnelles, tableaux 10, 10INRS – bis, 10 ter.
- [29] A. PICOT et M. CASTEGNARO - L'actualité chimique, 1989, n° 1, p. 12. A. PICOT, J.-C. ZERBIB et M. CASTEGNARO - L'actualité chimique, 1993, n° 4, p. 44.
- [30] A. PICOT et P. GRENOUILLET - La Sécurité en laboratoire de chimie et biochimie, Technique et Documentation, Lavoisier, 1989.
- [31] Lavoisier A.L., Traité élémentaire de chimie, 1789, Cuchet Libraire, Paris, reproduction de l'édition originale, Culture et Civilisation, Bruxelles, 1965, Paris,

Librairie Blanchard, (Gallica et œuvres complètes de Lavoisier sur  
www.lavoisier.cnrs.fr).

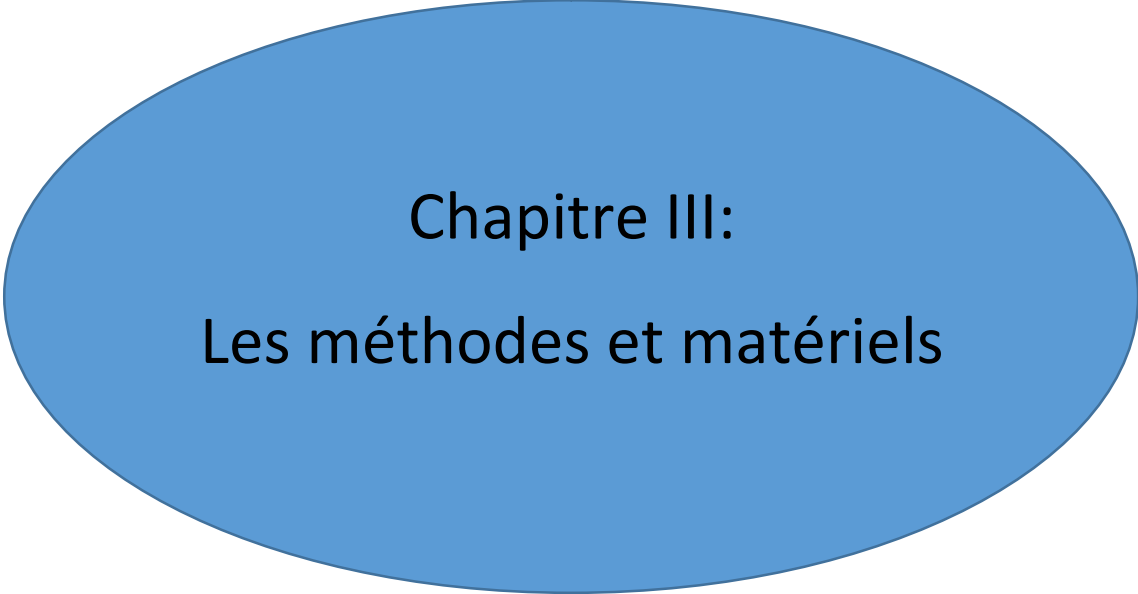
[32]Oxydation des alcools par le permanganate de potassium par Renée DANION-BOUGOT Université de Rennes I - 35000 RenneN° 764

[33] A.-I. VOGEL - A text-book of practical organic chemistry , Longmans, 3ème édition revue et corrigée, 1967, p. 355 et suivantes.

[34] Y. BLANZAT et J.-P. FOULON - B.U.P. n° 678, 1985, p. 239.BULLETTIN DE L'UNION DES PHYSICIENS893Vol. 88 - Mai 1994

[35]RENE MILCENT " Chimie organique", 645-688, 2021.

[36]LALAYMIA Youcef"INTRODUCTION EN CHIMIE MINERALE PHARMACEUTIQUE ET CLASSIFICATION DES ELEMENTS DU TABLEAU PERIODIQUE".[.lalaymiayoucef@hotmail.com](mailto:lalaymiayoucef@hotmail.com). UNIVERSITE MOSTFA BEN BOULAIID – BATNA.**2019 - 2020.**



**Chapitre III:**  
**Les méthodes et matériels**

### III.1.Introduction:

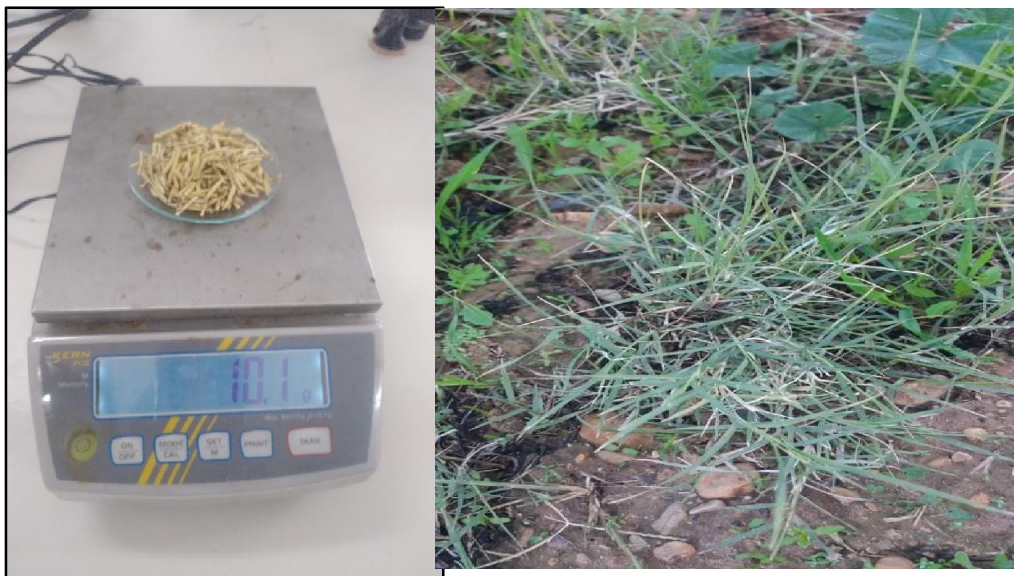
Une fibre végétale est une expansion cellulaire filiforme et morte, principalement composée de cellulose, d'hémicellulose, de lignine et de pectines. Elle est isolée ou compose avec d'autres un faisceau.

Ce chapitre présente l'ensemble des techniques et méthodes des traitements chimiques mise en œuvre pour la caractérisation des fibres et les composites élaborés.

### III.2. Matériaux utilisés :

#### III.2.1.Fibre de cynodon :

Le cynodon est une plante très existé, la fibre de cynodon contient des constituants organique, le traitement de ce fibre permet de découvrir des nouvelles utilisations dans le domaine Industriel et préserver les ressources non renouvelables et de ouvrir de nouveaux marchés.



**Figure.III.1.**Les fibres de cynodon

## III.2. 2. Les produits chimiques utilisés:

	Formule	Masse molaire	Point d'ébullition	Densité
Solution : phénolphtaléine	$C_{20}H_{14}O_4$	318.32g/mol	260°C	1.28g/cm <sup>3</sup>
L'eau distillée				
Ethanol	$C_2H_5OH$	46.07g/mol	-114.1°C	789kg/m <sup>3</sup>
Acides :				
Acides acétique	$C_2H_4O_2$	60.052g/mol	16.6°C	1.05g/cm <sup>3</sup>
Acide sulfurique	$H_2SO_4$	98.079g/mol	10°C	1.83g/cm <sup>3</sup>
Bases :				
L'hydroxyde de sodium	NaOH	39.99g/mol <sup>-1</sup>	318°C	2.13g/cm <sup>3</sup>
Permanganate de potassium	$KMnO_4$	158.034g/mol	240°C	2.7g/cm <sup>3</sup>

tableau.III.1. les caractéristiques des produits chimiques utilisées

## III.2.3. Mesure de la teneur en cendre des fibres :

La teneur en cendre des est le pourcentage des matières minérales contenues dans les fibres végétales. La mesure de la teneur en cendre se fait par calcination des fibres dans un four à 500°C pendant 1 heure, et de vitesse 10m/min.

Puis, les fibres sont refroidies jusqu'à température ambiante. Le résidu est pesé pour déterminer la variation du poids des fibres. Le taux de cendre est calculé d'après la formule suivante :

$$MM = \frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0)} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

$M_0$  = la masse de crossé vide.

$M_1$  = la masse de crossé et la masse de cynodon avant séchage.

$M_2$ =la masse de crossé et cynodon après Calcification.



Les échantillon dans le four

four

**Figure.III.2.** Traitement thermique.

#### **III.2.4. Teneur en eau et matières volatiles:**

La teneur en eau et en matières volatiles est déterminée selon la norme française NFV03903. Elle correspond à la perte de masse subie par l'échantillon après séchage dans une étuve à 120 C(**Fig.III.3**) jusqu'à poids constant (pendant 3 heures).

La teneur en eau et en matières volatiles (notée H) est exprimée par:

$$H = \frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0)} \times 100 \dots (2)$$

$m_0$  (g): tare du creuset.

$m_1$  (g): masse du creuset et de la prise d'essai avant chauffage.

$m_2$  (g): masse (creuset+résidu) après chauffage jusqu'à poids constants.

La teneur en matières sèches est exprimée aussi en pourcentage en masse, de l'échantillon. Elle est notée MS et se déduit de l'expression de la teneur en eau:

$$MS = 100 - H = \frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0)} \times 100 \dots (3)$$



**Figure.III.3.**Étuve

### III.2.5. Teneur en matières minérales et organiques.

La teneur en matières minérales (cendres minérales y compris) est déterminée

selon la norme NF V 03-322. L'échantillon sec subit une calcination à 500°C jusqu'à un poids constant. Le résidu calciné obtenu est pesé. La teneur en matières minérales (Mm) s'exprime par:

$$MM = (M_2 - M_0) / (M_1 - M_0) * 100 \dots \dots (3)$$

$M_0$  = la masse de crossé vide

$M_1$  = la masse de crossé et la masse de cynodon avant séchage

$M_2$  = la masse de crossé et cynodon après Calcification

La différence pondérale entre la masse de matières sèches et la masse minérales correspond à la masse de matières organiques. Notée MO et exprimée elle aussi en pourcentage en masse, la teneur en matières organiques de l'échantillon peut donc être donnée par la différence:

$$MO = MS - MM \dots \dots (4)$$

### III.3. Méthodes expérimentales :

#### III.3.1. OXYDATION:

On préparer fibre de cynodon premièrement par génie puis purification, puis la nettoyage suivie. Ensuite, le processus de concassage



**Figure.III.4.cynodon**

### **III.3.2.Traitement chimiques:**

#### **Préparation de la solution NaOH:**

Nous dissolvant bien l'hydroxyde de sodium dans de l'eau distillée en agitant, les fibres des cynodon sont traitées avec une solution de NaOH à concentration de 2%,4%,6%,8% durant une 4h(**fig. III.5**).

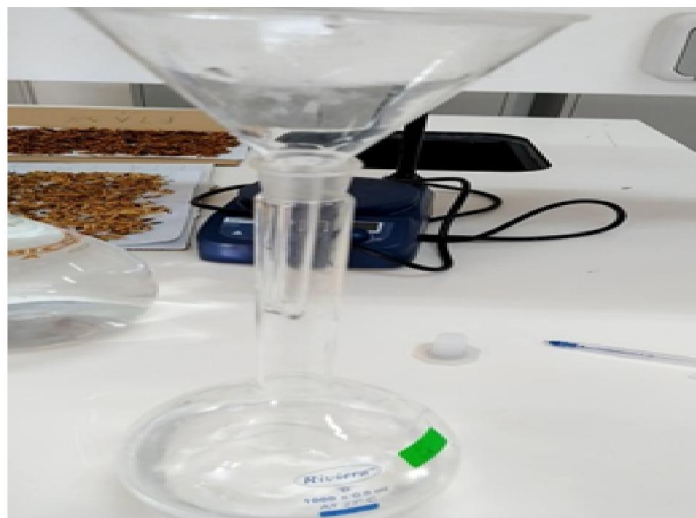


figure.III.5.représente la préparation de NaOH.

#### Le procédé du traitement:

Les fibres sont traitées avec des solutions de NaOH à différentes concentrations( 2,4,6,et 8%) et durant des périodes d'immersion de 4 h. après traitement, les fibres sont rincées et lavées à l'eau distillée ,nous éliminons les traces de NaOH par une solution d'eau distillée à acide sulfurique durant 10 min, par la suite les fibres sont séchées.

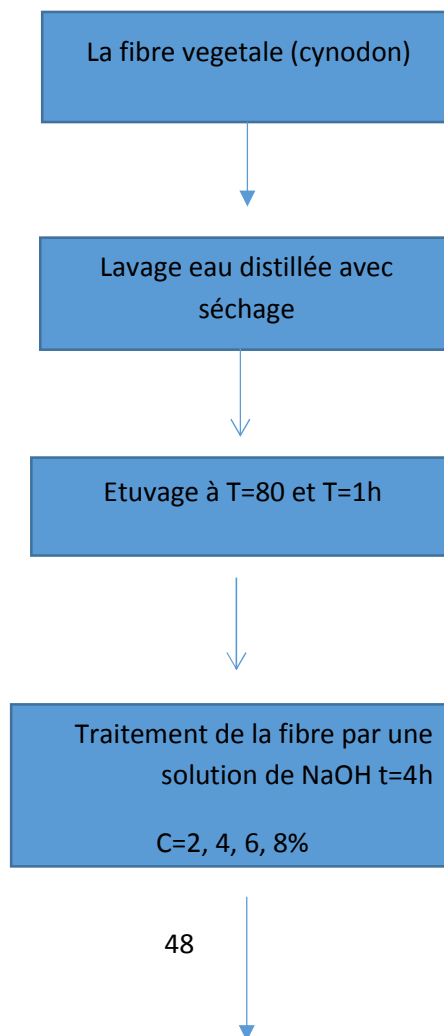
La vérification de NaOH si reste ou pas se fait par phénolphtaléine. (Fig. III.6)

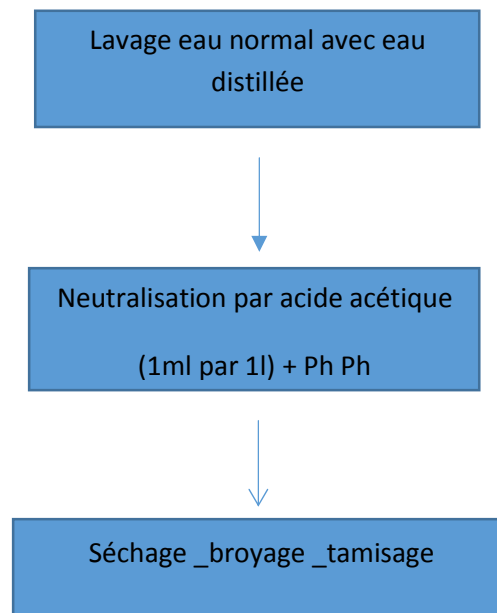




**Figure.III.6.**Traitement chimique par NaOH sur les fibres végétales de cynodon

**Organigramme:**





**Figure.III.7.** Plan de travail expérimental.

### III.4.L'oxydation:

#### III.4.1.permanganate de potassium(KMno<sub>4</sub>):

Le permanganate de potassium est un oxydant particulièrement puissant. Il se présente sous la forme de cristaux violets composée d'ions potassium, K<sup>+</sup>, et d'ions permanganate (Mno<sub>4</sub>)<sup>-</sup>. Il est inodore et son gout est amer.

#### III.4.2.Préparer deux solution de KMno<sub>4</sub>: 0.025N ; 0.01N

##### \_Calculer la masse:

$$L=250\text{ml} ; Z=5\text{é}$$

$$M=N/Z = n/e = m/M * l$$

$$M=N/Z = n/e = n/Z$$

$$m/M * l = N/Z$$

$$m_1 = N_1 * M * l / Z \quad m_1 = 0.025 * 158.03 * 0.025 / 5. \quad m_1 = 0.20\text{g}$$

$$m_2 = N_2 * M * l / Z \quad m_2 = 0.01 * 158.03 * 0.025 / 5. \quad m_2 = 0.08g$$

**\_Préparer la solution:**

Dans une fiole d'une contenance de 250 ml on pose 0.20g de  $KMnO_4$  à une concentration 0.025N et on complète avec de l'eau distillée.

La même chose pour la deuxième concentration (0.01N). (**Fig.III.8**)



**Figure III.8.**solution  $KMnO_4$

**III.4.3.L'oxydation des fibres végétales par  $KMnO_4$  :**

On prend 2g de chaque échantillon traité avec NaOH (2%, 4%, 6% ,8%) et on pose dans un bécher contenant 30ml de la solution préparé à (0.01N) pendant 3 min puis on filtrer et on laisse sécher (**Fig.III.9**).

On répéter le même processus pour la deuxième concentration.



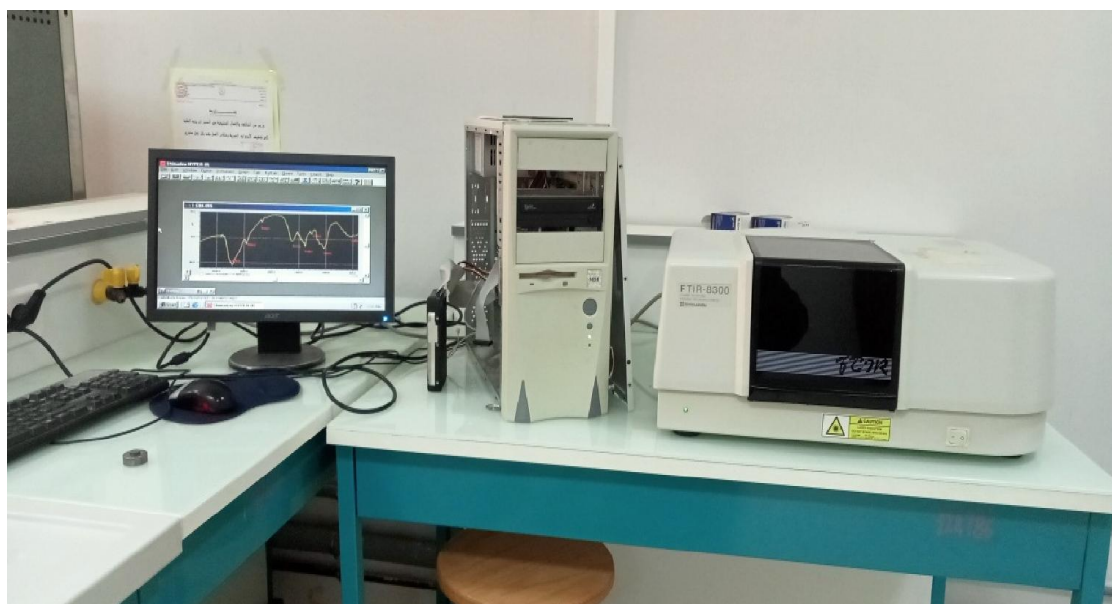
Figure III.9. oxydation par  $\text{KMnO}_4$ .

### III.5:L'appareille :

#### III.5.1. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR):

L'appareil utilisé est un spectromètre de marque (**Perkin Elmer**). Nombre de scan

40 et résolution =  $4\text{cm}^{-1}$ . Pour appliquer cette technique dans le cas d'échantillons solides, il est nécessaire, au préalable, de mélanger une petite quantité de farine finement broyée à un composé transparent dans le domaine spectral étudié ( $4000 - 400\text{cm}^{-1}$ ). A cette fin, nous employons le bromure de potassium (KBr). Les échantillons à analyser sont préparés sous forme de pastilles en mélangeant 2,5 % en masse de farines préalablement broyées (traitées ou non) avec 97,5 % en masse de KBr. La spectroscopie IR est une des méthodes les plus efficaces pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. En effet, le rayonnement IR, excite des modes de vibration (déformation, elongation) spécifiques de liaisons chimiques [1]. Les différents spectres montrant la transmittance (pourcentage) en fonction du nombre d'onde ( $\text{cm}^{-1}$ ) ont été obtenus pour la farine brute, non traitée et traitée (Fig. III.10).





**Figure.III.10.** Spectromètre IR à TF (ATR) (8300)

La spectroscopie IR-TF est une technique de spectroscopie moléculaire et une méthode d'analyse de produits chimiques aux nombreuses applications, l'application de cette technique est pratiquement sans limite et permet une analyse qualitative et quantitative d'une large gamme d'échantillons organiques et inorganiques

Parmi les importantes applications du FTIR :

- ✓ Quantifier l'énergie de vibration moléculaire absorbée par une molécule.
- ✓ Déterminer les bandes caractéristiques d'un polymère.
- ✓ Mesurer le degré d'avancement d'une polymérisation.
- ✓ Déterminer les modifications chimiques des systèmes polymères

### III.5.2 L'analyse thermogravimétrique (ATG):

La technique de la thermogravimétrie repose sur les variations de masse d'un matériau soumis soit à une loi de chauffe définie par des paliers de température en fonction du temps (mode isotherme) soit à une loi déterminée par élévation constante de la vitesse de chauffe [2,3].

Le dispositif constitué d'une microbalance et d'un système de chauffage mesure les

gains ou pertes enregistrées, ensuite, par un système d'acquisition. La thermogravimétrie permet, ainsi, d'obtenir une quantification de la perte d'éléments constituant les matériaux (polymères, huiles, plastifiants...) et de surveiller leurs stabilités thermiques.

L'analyse thermogravimétrique a été réalisée dans le but de voir la stabilité thermique des fibres de cynodon.



**Figure III.11.**thermogravimétrie (ATG):

### III.5.3. Analyseurs d'humidité :

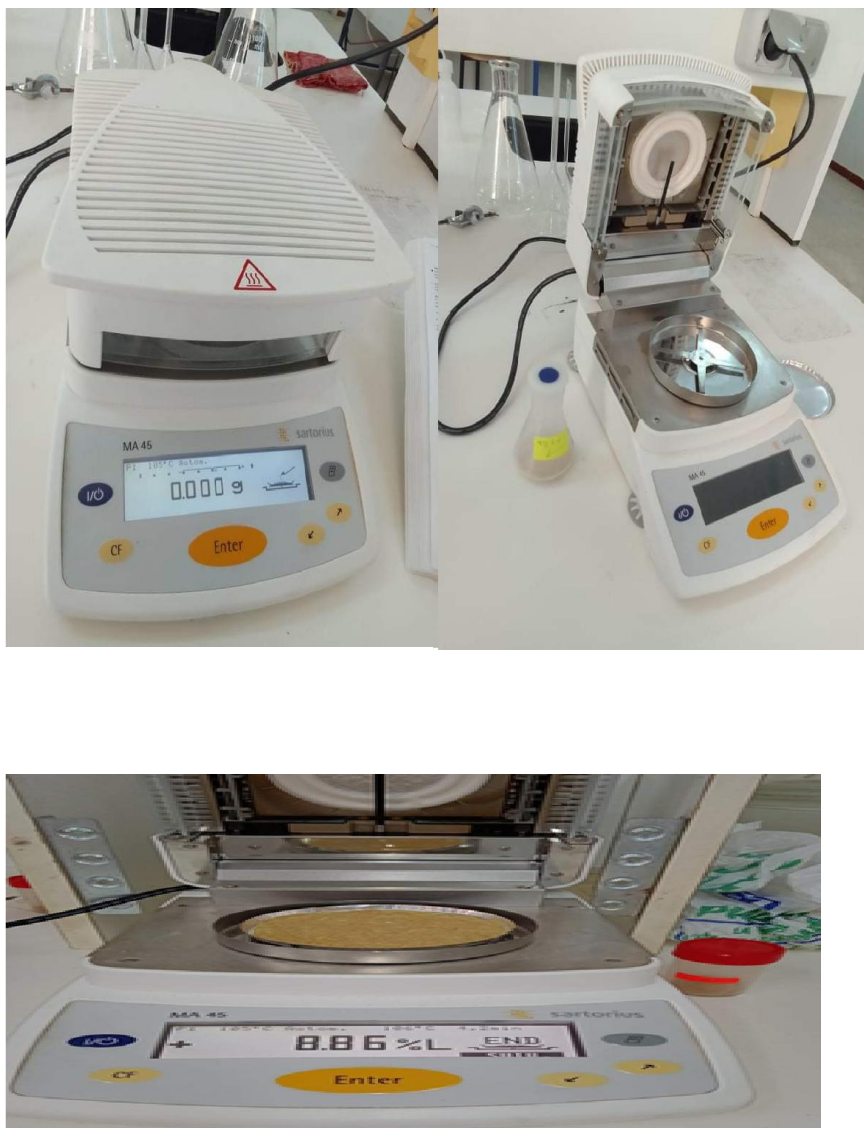
L'analyseur d'humidité est destiné à déterminer de manière rapide et fiable le taux d'humidité de substances liquides, pâteuses et solides selon le Principe de la thermogravimétrie (Fig. III.12)

#### Matériels :

La teneur en eau d'un échantillon n'est pas la seule source d'humidité. L'humidité d'une matière provient en fait de toutes les substances volatiles qui se dégagent par réchauffement et provoquent une perte de poids de la matière. Il s'agit par exemple des substances suivantes :

- ✚ Eau.
- ✚ matières grasses.
- ✚ Huiles.

- ✚ Alcool.
- ✚ solvants organiques.
- ✚ composants volatiles, produits de décomposition (lors d'un réchauffement trop important).
- ✚ matière aromatique.



**Figure.III.12.** Analyseur d'humidité

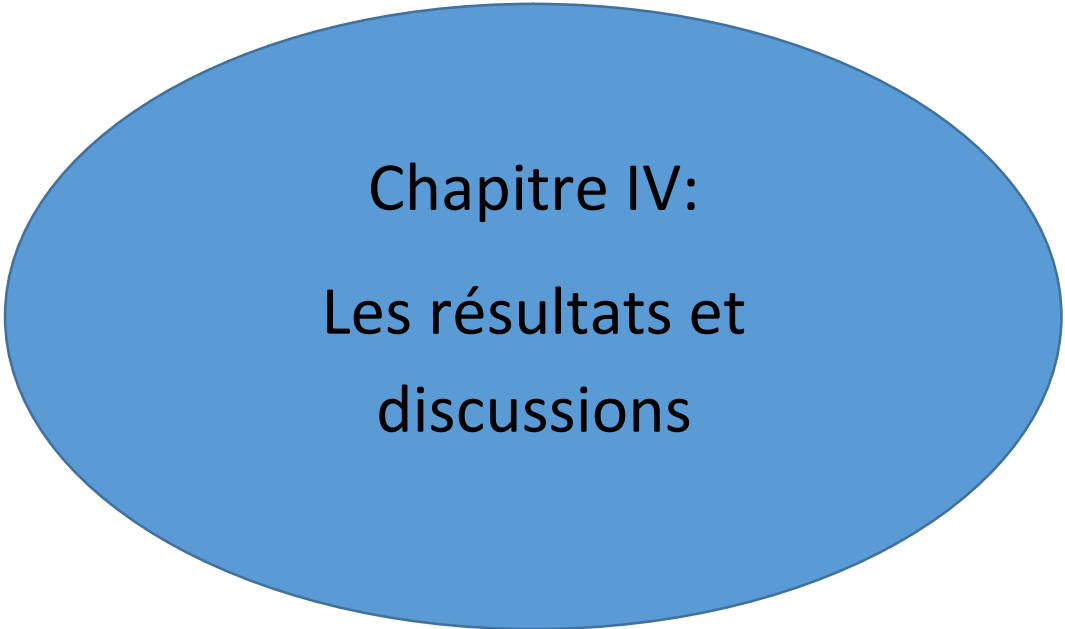
## Référence:

[1] D. Sedan. « **Etude des Interactions Physico-Chimiques aux Interfaces Fibres de Chanvre/Ciment. Influence sur les Propriétés Mécaniques du Composite** ».

Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges, France, 2007, 129 p.[En ligne], disponible sur

[2] A. H. Delgado, P.Mukhopadhyaya, N. Normandin, R.M. Paroli, Caractéristiques des membranes d'étanchéité et des matériaux isolants utilisés dans les toitures à faibles pentes, *CNRC-NRC 48180f*. (septembre 2005).

[3] S. Gutierrez, Introduction aux méthodes d'analyses thermiques, [http// www.imsi.usherb.ca/fr/services/ccm/LCG/pdf/analyse\\_thermique.pdf](http://www.imsi.usherb.ca/fr/services/ccm/LCG/pdf/analyse_thermique.pdf) (2007).



Chapitre IV:  
Les résultats et  
discussions

#### IV.1. Caractérisations des fibres végétales de cynodon:

##### IV. 1. 1. Composition chimique de la fibre de cynodon :

Le tableau 1 est rassemblés les résultats des analyses pour la détermination de la composition chimique de la fibre de cynodon (traitée et non traitée), avec mesuré la humidité de la fibre de cynodon non traitée.

**Tableau.IV.1.** caractérisée de Composition chimique de la fibre de cynodon.

Fibres végétales	Constituant de la fibre de cynodon		
	Matières sèches (%)	Matières minérales (%)	Matières organiques (%)
C00	82.0837	17.9163	64.1674
C24	80.1562	19.8438	60.3124
C44	76.7871	23.2129	53.5742
C64	73.5878	26.4122	47.1756
C84	79.1471	20.8529	58.2942
Ck <sub>1</sub> 24	11.5153	88.4847	76.9694
Ck <sub>1</sub> 44	83.9844	16.0156	67.9688
Ck <sub>1</sub> 64	86.4786	13.5214	72.9572
Ck <sub>1</sub> 84	91.4689	8.5311	82.9378
Ck <sub>2</sub> 24	78.28	21.72	56.56
CK <sub>2</sub> 44	78.71	21.29	57.42

Ck <sub>2</sub> 64	73.89	26.11	47.78
Ck <sub>2</sub> 84	27.06	27.06	45.88

**Remarque :**

On remarque que la quantité de matière organique de fibre non traitée (C00=64.1674) et diminue par rapport à autre fibres traitée (C24=60.3124, C44=53.5742et C64 =47.1756...etc.).

\_La diminution des matières organiques des fibres traitées était due à élimination de la lignine et cellulose de fibre.

**Le tableau IV.2.** Représente les pourcentages des constituants des matières organiques de fibre de cynodon.

Les constituants des matières organiques	%
Cellulose	40
Hémicellulose	9.12
Lignine	70.66
Les graisses	0.5

**Tableau.IV.3.** composants chimiques de certaines fibres végétales [1].

	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
Fibre de Alfa (Esparto)	38-33	32-27	19-17
Fibre de baca (Manila)	60,8	(17-15)20	8,8

Fibre deKenaf	39-31	(23-22)19	19-15
Fibre deRiz	36-28	28-23	16-12

Toutes les fibres végétales contiennent les mêmes composés chimiques (cellulose\_ Hémicellulose\_ lignine).

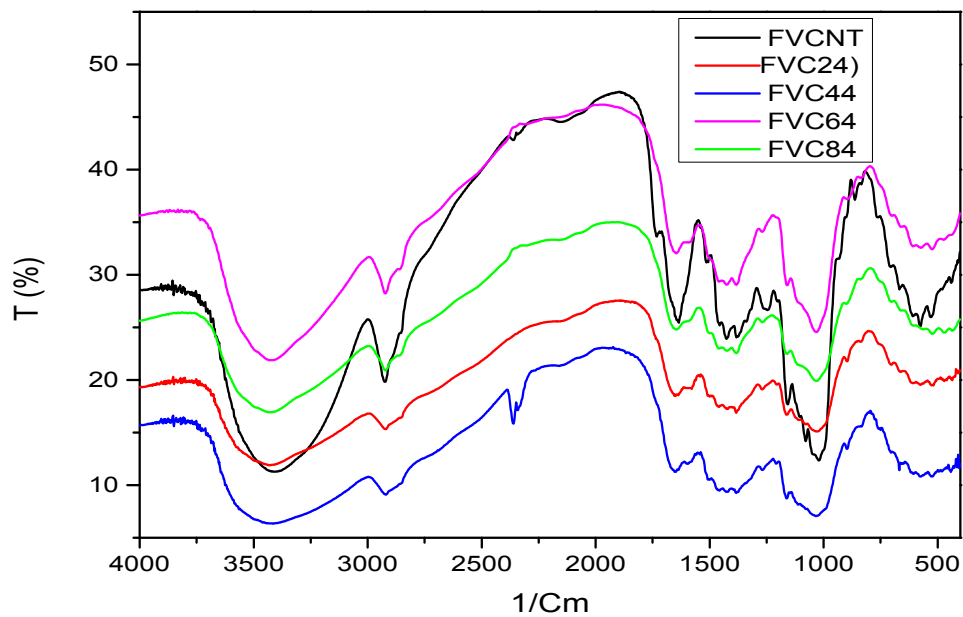
#### IV. 2. Caractérisation micro structurale:

L'intérêt dans l'utilisation de l'infrarouge est de mesurer le degré de changement dans la composition de la surface des fibres après traitement

##### IV.2.1. Etudier des effets des traitements NaOH:

Des essais de spectroscopie infrarouge sont réalisés pour étudier l'influence du traitement alcalin sur la microstructure des fibres de Cynodone. Le spectre infra rouge de fibres de Cynodone traitées et non traitées donné en figure(IV.1)

On observe une large bande à 3035-3656  $\text{cm}^{-1}$ , qui est due principalement aux groupements OH caractéristiques des hémicellulose et de la lignine et un pic 2929  $\text{cm}^{-1}$  correspond aux polysaccharides. Des groupements carbonyle C=O de longueur d'onde de 1658  $\text{cm}^{-1}$  traduit l'existence de l'acétyle et acides carboxyliques et/ou des esters des xyloxygénols présents dans les lignines et hémicelluloses. On observe également la présence d'un pic à 1636  $\text{cm}^{-1}$  correspond à des cétones conjuguées, la bande 1447-1407  $\text{cm}^{-1}$  est signe de l'existence d'hémicellulose, et la bande 1320-1265  $\text{cm}^{-1}$  est attribuée à la vibration (C-O) des groupements méthoxy de la lignine. Une dernière bande de 1149-1062  $\text{cm}^{-1}$  correspond aux vibrations de valence des liaisons C-O et C-O-C, 896  $\text{cm}^{-1}$  est attribuée au groupement C-H de noyau aromatique de la lignine, tandis que le pic de longueur d'onde de 668  $\text{cm}^{-1}$  correspond à la cellulose.



**Figure. IV.1.** courbe FTIR de cynodon à différents concentration (traité et non traité) par NaOH pendant 4h.

**Tableau .IV.4.** Vibration des groupes fonctionnels caractéristiques des fibres brutes étudiées.

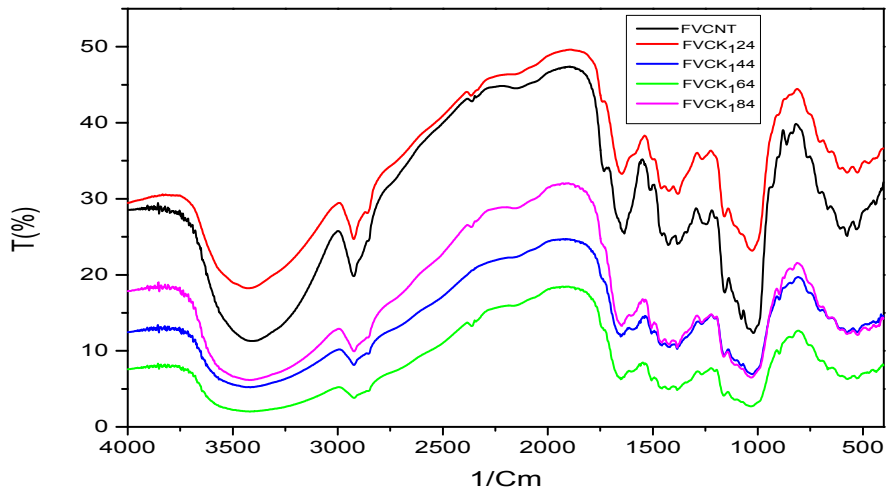
Longueur d'onde (Cm-1)	Type de vibration	Source	Références
~3330	-OH élongation	Polysaccharides	De Rosa et al, 2010
~2918	-CH élongation	Cellulose, hemicelluloses	Lopattananon et al, 2006 Terpáková et al, 2012
~2850	-CH élongation	Cellulose, hemicelluloses	De Rosa et al, 2010
~1730	-C=O élongation	Pectines, hemicelluloses	Oujai and Shanks, 2005
~1630	-OH	Eau	Gañãñ and Mondragon
~1513	-C=C aromatique, élongation symétrique	Lignine	Gañãñ and Mondragon
~1422	-CH <sub>2</sub>	Cellulose	De Rosa et al, 2010
~1367	-CH, CO aromatique	polysaccharides	De Rosa et al, 2010
~1318	-CH, CO aromatique	polysaccharides	De Rosa et al, 2010

	-OH déformation dans le plan	Cellulose	Terpáková et al, 2012
~1240	-C-O élongation	Hémicellulose	De Rosa et al, 2010
		Lignine	Sgriccia et al, 2008
~1160	Déformation anti symétrique de la liaison C-O-C	Cellulose	De Rosa et al, 2010
~1030	-CO, -OH élongation	Cellulose	De Rosa et al, 2010
~895	Elongation des liaisons $\beta$ - glucosidique des anneaux de glucose	Polysaccharides	Gañãñ and Mondragon
~660	-COOH déformation	Polysaccharides	Terpáková et al, 2012
~830	-CH aromatique : déformation hors plan	Lignine	Oujai and Shanks, 2005

#### IV.2.2. Etudier des effets des traitements de fibre de cynodon par $\text{KMnO}_4$ (0.01N):

Des essais de spectroscopie infrarouge sont réalisés pour étudier l'influence du traitement d'oxydation par  $\text{KMnO}_4$  à différentes concentrations (FVCNT, FVCK<sub>1</sub>24, FVCK<sub>1</sub>44, FVCK<sub>1</sub>64, FVCK<sub>1</sub>84) sur la microstructure des fibres de Cynodon. Le spectre infra rouge de fibres de Cynodon traitées et non traitées donné en figure(IV.2).

On observe une large bande à  $3004.88\text{-}3679.92\text{ cm}^{-1}$ , qui est due principalement aux groupements OH caractéristiques des hémicellulose et de la lignine. Les groupements carbonyle  $\text{C}=\text{O}$  de longueur d'onde de  $1656.73\text{ cm}^{-1}$  traduit l'existence de l'acétyle et acides carboxyliques et/ou des esters des xylanes présents dans les lignines et hémicelluloses.

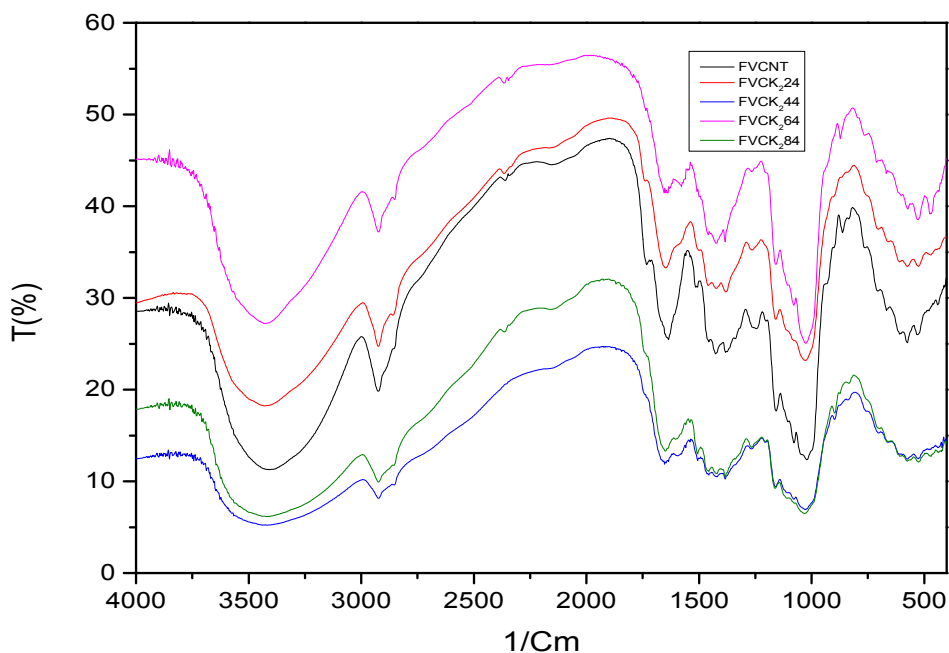


**Figure.IV.2.** courbe FTIR de cynodon à différents concentration (NaOH) oxydée par  $\text{KMnO}_4$  (0.01N).

#### IV.2.3. Etudier des effets des traitements de fibre de cynodon par $\text{KMnO}_4$ (0.025N):

Dans la spectroscopie infrarouge sont réalisés pour étudier l'influence du traitement d'oxydation par  $\text{KMnO}_4$  à différents concentration (FVCNT, FVCK<sub>2</sub>24, FVCK<sub>2</sub>44, FVCK<sub>2</sub>64, FVCK<sub>2</sub>84) sur la microstructure des fibres de Cynodon. Le spectre infra rouge de fibres de Cynodon traitées et non traitées donné en figure(IV.3).

On remarque une large bande à  $3735.86\text{-}3018.39\text{ cm}^{-1}$ , qui est due principalement aux groupements OH caractéristiques des hémicellulose et de la lignine. Les groupements carbonyle  $\text{C}=\text{O}$  de longueur d'onde de  $1652.88\text{ cm}^{-1}$  traduit l'existence de l'acétyle et acides carboxyliques et/ou des esters des xylanes présents dans les lignines et hémicelluloses.



**Figure.IV.3.** courbe FTIR de cynodon à différents concentration(NaOH) oxydée par  $\text{KMnO}_4$  (0.025N).

#### IV.3.étude thermique par thermogravimétrie (ATG):

La figure(IV.4)regroupe les thermogrammes donnant la variation de la perte de masse en fonction de la température, de la fibre de Cynodone traitée et non traitée avec différentes concentrations de hydroxyde de sodium.

Nous pouvons remarquer que pour les différents échantillons étudiés, les thermogrammes présentent deux stades de perte de masse. Le premier stade se trouve entre 200°C et 350°C, dû à la décomposition de la cellulose et hémicellulose qui sont les constituants principaux de la fibre de Cynodone, le deuxième stade se trouve entre 350°C et 550°C et est dû à la dégradation de la lignine [2, 5].

La dégradation thermique de la cellulose se produit essentiellement dans une zone de température comprise entre 310 et 350°C. Les hémicelluloses sont moins stables thermiquement que la cellulose. Généralement, elles se dégradent à des températures comprises entre 200 et 260°C. Bien qu'elles représentent une plus faible fraction dans la fibre que la cellulose, elles peuvent toutefois affecter significativement le comportement thermique de la fibre à cause de leur association structurale avec les autres constituants. Le deuxième stade (350°C à 550°C) est dû à la lignine qui est le responsable majeure de la formation de la fibre carbonisée à 550°C.

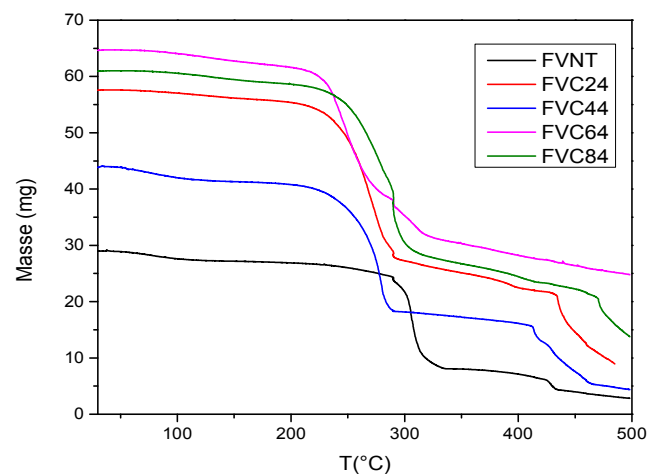
Les figures(IV.4)montres que la vitesse de décomposition de la fibre traitée et non

traitée avec différentes concentrations de hydroxyde de sodium(FVCNT, FVC24,FVC44,FVC64,FVC84) présente un pic à environ 100°C qui représente un début de vaporisation de l'eau (trace d'humidité) se trouvant dans la fibre.

On remarque que Les meilleures propriétés chimique et physique sont obtenues dans le cas de traitement de la fibre traitée et non traitée avec différentes concentrations de hydroxyde de sodium a une température ambiante(FVC64) dans le tableau **IV.5**.

**Tableau. IV.5** : Table comparative des températures de décomposition des fibres

Echantillon	T°	(T°NT- T°éch)
FVCNT	295.68	0
FVC24	232.39	63.29
FVC44	243.39	52.29
FVC64	227.73	67.95
FVC84	246.99	48.69



**Figure. IV.4.** courbe ATG de cynodon à différentes concentrations (traité et non traité) par NaOH pendant 4h.



## Référence

- [1] Mouhoubi, S, "Caractérisation de l'interface d'un composite fibre végétale/polypropylène", Mémoire de Magister, UFAS, (2008).
- [2] P.V. Joseph, K. Joseph, S. Thomas, C.K.S. Pillai, V.S. Prasad, G. Groeninckx et M. Sarkissova, *Composites Part A: Appl. Sci. Manuf.*, 34, 253, (2003).
- [3] J.G. Fatou, *Eur. Polym. J.*, Vol. 7, 1057, (1971).
- [4] G.H. Doh, S.Y. Lee, I.A. Kang et Y.T. Kong, *Compos. Structures*, Vol. 68, 103, (2005).
- [5] **N.Laib**, A.Benyahia, A.Redjem and D.Nadir, EFFECT OF CHEMICAL WITH OXIDANTS ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF TREATMENT LUFFA SPONGE/UNSATURATED POLYESTER COMPOSITES, Laboratoire Ville, Société, Environnement et Développement Durable, Université de M'sila, Algeria, *Cellulose Chem. Technol.*, 55(1-2), 159-167(2021).

## Conclusion Générale

L'objectif de ce travail était la préparation et la caractérisation de nouveaux matériaux composites à base des fibres végétales (cynodon)

Dans un premier temps nous avons étudié la fibre végétale de(cynodon). L'analyse chimique a révélé que les fibres de (cynodon) sont constituées principalement de cellulose, Hémicellulose pectine et de lignine. IL est important de noter que des études antérieures ont souligné que les paramètres tels que la nature, le lieu de culture et les conditions de récolte des fibres végétales influencent de manière importante sur la composition chimique.

L'objective générale ainssi que les objectives spécifique ont été atteints ainssi le grand nombre d'essais expérimentaux sur les fibres végétales nous a permis de tirer les conclusions suivant:

\_perte des propriétés mécaniques de les fibres végétales par traitement thermique dans un four.

\_ Augmentation de la masse de fibres par test d'absorption d'eau.

\_détection de différents propriétés de composés chimiques par test infrarouge.

\_Detection de la résistance des fibres à resister à la combustion par analyse ATG et voir la stabilité thermique des fibres de cynodon.

\_Les résultats obtenus en infrarouge ont montré que la structure de la fibre de cynodon a changé après le processus de traitement.

Le traitement alcalin et l'oxydation des fibres végétales permettent d'éliminer des constituants pariétaux.

Le traitement alcalin de la fibre végétale conduit à une diminution de la densité et la création de pores dans la structure de la fibre. Ce traitement contribue également à la diminution du taux d'absorption d'humidité. Le taux de cristallinité est maximal pour un traitement de 4H.

Et enfin bien entendu, dans des perspectives d'utilisation industrielle de ces matériaux, il serait souhaitable d'établir l'écobilan et le cycle de vie de ces composites

## Conclusion générale

---

afin d'évaluer leur impact sur l'environnement.

Donc bien d'études et de travaux restent à faire concernant fibre de cynodon, car elle n'est que nouvellement étudiée

## ملخص:

في هذا العمل قمنا بهذه الدراسة من أجل معالجة وأكسدة الألياف النباتية حيث شملت دراستنا ألياف النجم لمعرفة الخصائص المكونة لهذه الألياف وكيفية استغلالها صناعيا.

تم القيام بدراسة تأثير المعالجة على هذه الألياف بمحلول (NaOH) بتركيز (2%, 4%, 6%, 8%) لمدة 4 ساعات، وكذلك دراسة أكسدة هذه الألياف بواسطة محلول  $KMnO_4$  بتركيزين مختلفين (0.01N, 0.025N)

الاختبارات التشخيصية التي استعملت لأجل هذه الدراسات:

تحليل فورييه للأشعة تحت الحمراء (FTIR).

تحليل قياس الحرارة (ATG).

تحليل الرطوبة.

الكلمات المفتاحية: ليف، النجم، المعالجة، الأكسدة.

## Résumé

Nous avons fait cette étude pour le traitement et l'oxydation des fibres végétales, Alors que notre étude incluait des fibres de cynodon, pour connaitre les propriétés de ces fibres, et leur utilisation industriellement.

Aussi étude l'effet du traitement par la solution (NaOH) en concentrations (2%, 4%, 6%, 8%) durant 4 heures, en plus d'étudier l'oxydation de ces fibres par une solution  $KMnO_4$  de deux concentrations différentes (0.025N, 0.01N).

### Les tests utilisés pour cette étude :

Analyse infrarouge à transformé de Fourier (FTIR).

Analyse thermogravimétrique (ATG).

Analyseur d'humidité.

Les mots clés : Fibre, Cynodon, Traitement, oxydation.