

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CMIMIE

N°:...../2022



DOMAINE : SCINCES DE LA MATIERE

FILIERE : CHIMIE

OPTION : CHIMIE ORGANIQUE

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

Par :

DJAIDJA Ferial

SADDOUK Asma

Intitulé:

Etude et caractérisation de l'effet des traitements chimiques par
NaOH sur la morphologie structurelle des fibres végétales

Soutenu le :

devant le jury composé de :

Pr. Ben yahia Azzedine

Université Mohamed Boudiaf M'sila

Président

Dr. LAIB Nouri

Université Mohamed Boudiaf M'sila

Rapporteur

Dr. Deghfel Nadir

Université Mohamed Boudiaf M'sila

Examineur

Année universitaire : 2021/2022

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

« قَالُوا سُبْحَانَكَ لَا عِلْمَ لَنَا إِلَّا مَا عَلَّمْتَنَا إِنَّكَ أَنْتَ الْعَلِيمُ الْحَكِيمُ »

(صدق الله العظيم)

البقرة. الآية (32)

Remerciements

*Avant tout, nous remercions **Dieu** pour tout le courage et la force qu'il nous a donné pour faire ce travail.*

*Nous tenons à adresser nos sincères remerciements à notre encadreur **le Docteur LAIB Nouri** maître de conférences à l'université Mohamed-Boudiaf de M'sila, pour son encadrement, sa disponibilité, sa compétence, son dévouement et de ses conseils judicieux qui nous ont été d'un grand soutien moral et qui nous ont amené à réaliser ce travail.*

Nous remercions vivement les membres du jury pour avoir accepté d'évaluer notre travail.

*On tient à remercier **le Pr. Ben yahia.A**, Professeur à l'université Mohamed-Boudiaf, M'sila d'avoir accepté de présider le jury de cette soutenance.*

On remercie, également le Docteur

***Deghfel.N**, maître de conférences à l'université Mohamed-Boudiaf, M'sila d'avoir accepté d'examiner ce travail et faire partie de ce jury.*

A tous les responsables du département de chimie, enseignants et administrateurs, on leur exprime notre profonde gratitude, et leur grande générosité.

Et enfin on remercie nos familles pour leur soutien moral et leur aide, ainsi que tous ceux qui nous ont soutenu et aidé tout au long de cette étude et toutes les personnes qui ont contribué directement ou indirectement à ce travail.

Merci à vous tous

Dédicace

الى من علمتني حروف الكتابة ووقفت بجانبى وهيات لي السبل وعانت الصعاب نبع الحنان "أمي" حفظها
الله

الى من احمل اسمه بكل فخر و علمني معنى الصبر والاعتماد على النفس نبع العطاء "أبي" حفظه الله
وشفاه

الى سندي و ملهمي "أخي فادي" الذي علمني معنى الإرادة و أخواتي "فرح و فاطمة" رعاهم الله و
حفظهم

الى من سأكمل معه خطوات الحياة رفيق دربي "أيوب" وكل اهله حفظهم الله ورعاهم

الى دكتورتي ومن وقفت بجانبى وكانت نبراسا لي "الرقط كريمة"

الى صديقتاي وأختاي "بلقليل فتيحة وبلقاضي صبرينة" اطال الله عمر صداقتنا

الى رفيقات دربي في مشواري الدراسي "امباركة. اسماء.بركاهم.هدى.امينة.احلام.اكرام.رانيا

شروق...."

الى كل من علمني حرفا ودعا الي بظاهر الغيب بالنجاح

الى كل من ذكره القلب ونسيه القلم

الى كل أقاربي و الكتاكيت "محمد.تهامي.الاء.ابرار.جوري.اسيناتغيث اسراء.بدرو... "حفظهم الله .

اهدي ثمرة تعبى وجهدي المتواضع لهم و أتمنى ان يجعله الله سراجا لكل طالب.

جميع فريال

Dédicace

الحمد لله فائق الانوار وجاعل الليل والنهار ، ثم الصلاة على سيدنا محمد المختار

الحمد لله الذي وفقنا ولم نكن لنصل اليه لولا فضل الله علينا اما بعد

من دواعي الفخر و الاعتزاز ان أهدي ثمرة جهد هذا العمل المتواضع

إلى النفس التي صنعت طموحي واليوم ير لحظة كبري و ناجحي ، الى من احمل اسمه الى من امسك

بيدي منذ صغري "أبي الغالي " اطل الله في عمركما و حفظكم الله لي

الى اعظم مخلوقة في هذا الوجود وكانت سر وجودي و فرحي "أمي الحبيبة"

الى اختي واخوتي حفظهم الله ورعاهم

الى نبع العطاء الأستاذة كريمة حفظها الله وبارك الله فيها

الى كل صديقاتي ورفيقات دربي التي طالما عشنا معا حلوة مشوارنا الدراسي

الى كل هؤلاء اهدي خلاصة عملي و ثمرة جهدي المتواضع

صندوق أسماء

Sommaire

Liste des figures.

Liste des tableaux.

Introduction générale.

CHAPITRE I :les fibres végétales

I.1.Les fibres naturelles.....	5
I.1.1.Classification des fibres naturelle.....	5
I.2.Les fibres végétales.....	6
I.2.1.Définition des fibres végétales.....	6
I.2.2.Classification des fibres végétales.....	6
I.2.3.Structure des fibres végétales.....	7
I.2.4. Morphologie de la fibre végétale.....	8
I.2.5.Composition des fibres végétales.....	9
I.2.5.1.Cellulose.....	9
I.2.5.2.Hémicellulose.....	10
I.2.5.3. Lignine.....	11
I.2.5.5. Cires.....	12
I.2.6.Les propriétés des fibres végétales.....	14
I.2.6.1.Les avantages et inconvénients.....	15
I.2.6.2. Les utilisation des fibres végétales dans la construction.....	15
I.2.6.3.présentation des fibres végétales.....	16
I.3.Cynodon.....	22
I.3.1.Description morphologique.....	22
I.3.2.Les nommes communs	23
I.3.3.Les bienfaite et les utilisation dans la domaine des médicaments.....	24
I.3.4.Origine biogéographique.....	24

CHAPITRE II :les traitement chimiques des fibres végétales

II. Le traitement chimique de fibre végétales.....	26
II.1. .Méthode de Modification Chimique de la surface des fibres végétales	26
II .1.1.le traitement chimique.....	26
II .1.1.1.Les traitement alcalin (NaOH)	27
II .1.1.2.Traitement de Silane.....	28
II .1.1.3.Traitement par le permanganate.....	29
II .1.1.4.Acétylation.....	30
II .1.1.5.Traitement de peroxyde.....	31
II .1.1.6.Benzylatio.....	31
II .1.2.Traitement thermique.....	32
II .1.3.Méthodes physiques de modification de la surface.....	32
II .1.3.1.Le Traitement au Plasma.....	32
II .1.3.2.Les Agents de couplage.....	33
II .1.3.3 .La Copolymérisation par Griffage.....	33
II .1.4.L'extraction.....	34
II 1.4.1.Définition.....	34
II 1.4.2.Intérêt del'extraction.....	35
II 1.4.3.Types d'extraction.....	35
II 1.4.3.1.Extraction liquide-liquide.....	35
II 1.4.3.1.A . Principe.....	35
II. 1.4.3.1.B. Types d'extraction liquide-liquide.....	36
II 1.4.3.2.Extraction solide-liquide.....	36
II .5. Méthode d'extraction	37
II .2.1.L'extraction chimique.....	37

II.2.1.1. Procédé Kraft.....	37
II.2.1.2.. Procédé au bisulfite.....	37
II.2.1.3.. Procédé acide.....	37
II.2.1.4.. Procédé Soude-Anthraquinone.....	38
II.2.1.5.. Procédé à la soude.....	38
II .2.2.l'extraction mécanique.....	38
II .2.3.L'extraction biologique.....	38
II.2.3.1.Le rouissage à terre.....	38
II.2.3.2.Le rouissage à l'eau.....	38
II2.3.3.Par action microbienne.....	39
II.2.4. L'extraction combinée.....	39

CHAPITRE III : Les Méthodes et les Matériels

III.1.Introduction.....	41
III.2. Matériaux utilisées.....	41
III.2.1.Fibre de cynodon.....	41
III.2. 2.Les produits chimiques utilisés.....	41
III.3.Mesure de la teneur en cendre des fibres.....	42
III.3.1.Eau et les matières volatiles.....	43
III.3.2.Quantité de matière organique.....	44
III.4. Méthodes expérimentales.....	44
III.4.1.1.extraction.....	44
III.4.1.1.Prétraitement des fibres.....	46
III.4.1.2.Extraction de Holocellulose.....	47
III.4.1.2.Extraction par NaOH.....	47
III.4.1.2.2.Blanchiment.....	47

III.4.1.3.Extraction de cellulose.....	48
III.4.1.4Extraction de Hémicellulose.....	49
III.4.1.5.Extraction de lignine.....	49
III.4.1.6. Extraction des graisses.....	50
III.4.2.Traitement chimiques.....	51
II.5L'appareilles utilisées.....	53
III.5.1.La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier(FTIR).....	53
II.5.2. Diffraction des rayons X	55
II.5.3.L'analyse thermogravimétrique	56
III.5.4.Analyseurs d'humidité.....	57

CHAPITRE IV : Résultats et discussions

IV.1. Caractérisations des fibres végétales de cynodon	60
IV. 1. 1. Composition chimique de la fibre de cynodon	60
IV.1.1.1.Test FTIR sur le constituant.....	61
IV.1.2.caractérisation micro structurale.....	61
IV.1.2.1.Spectroscopie infrarouge.....	62
IV.2.1.2.Test(FTIR) de fibre cynodon avant traitement.....	62
IV.2.2.2 Test (FTIR) de fibre cynodon après traitement.....	62
IV .2.2.3 Etudier des effets du traitements NaOH.....	63
IV.2.2.4Etude thermique par thermogravimétrie(ATG)	67

Liste des tableaux:

Tableau.I.1: présente la composition chimique de quelque plantes à fibres.....	13
Tableau.I.2: Présente les propriétés physiques des fibres naturelles les plus courantes.....	14
Tableau.I.3: Domaines d'application des fibres végétales.....	23
Tableau.I.4: Classification systématique de cynodon.....	23
Tableau.III.1. les caractérisés des produits chimiques utilisée.....	49
Tableau IV. 1. caractérisée de Composition chimique de la fibre de cynodon.....	68
Tableau IV.2. Les pourcentages des constituants des matières organique de la fibre de cynodon.	69
TableauIV.3. .composants chimiques de certaines fibres végétales.....	70
Tableau. IV.4. Vibration des groupes fonctionnels caractéristiques des fibres brutes étudiées.....	70

Liste de abréviations :

FVCNT: fibre de cynodon non traitée

FVC24 : fibre de cynodon traitée par 2% de NaOH à 4h

FVC44 : fibre de cynodon traitée par 4% de NaOH à 4h

NaOH : hydroxyde de sodium

NaCl : dichlorure de sodium

FTIR : La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier

DRX : Diffraction des rayons X

ATG : L'analyse thermogravimétrique

liste des figures

Fig. I.1:classification des fibres naturelles.....	5
Fig.I.2 : Fibre à paroi primaire et secondaire .les molecules de cellulose sont unies pour former des microfibrilles, qui à leur tout composent les méso-fibrilles.....	7
Fig .I.3.structure du bois (observation multi échelles).....	8
Fig.I.4 .structure d'un fibre libérienne.....	8
Fig.I.5.structure de cellulose.....	10
Fig.I.6: structure chimique des hémicellulose.....	11
Fig.I.7.Représentation schématiqued'un structure de lignine typique.....	12
Fig.I.8.structure d'un chaine d'acide polygalacturonique et formation d'un coude par la présence de rhmnose.....	12
Fig.I.9.Représentation schématique de l'agencement des différents composants des fibre à l'échelle micrométrique.....	13
Fig. .I.10.fibre de coton.....	16
Fig.I.11.fibre de lin.....	17
Fig.I.12.fibre de alfa.....	18
Fig.13.fibre de ramie.....	19
Fig.I.14.fibre de sisal.....	19
Fig.I.15.fibre de diss.....	20
Fig.I.16..fibre de lanoix de coco.....	20
Fig.I.17.fibre de palmier dattier.....	21
Fig.I.18.fibre le chanvre.....	22
Fig.I.19.cynodon en étai naturelle et après couper des racines.....	22
FigII.1: Structure typique d'une fibre cellulosique non traitée (a) et mercerisée (b)l'utilisation d'hydroxyde de sodium pour le traitement alcalin entrainera un gonflement plus important	31
Fig. II .2.schéma .Activation du greffage polymère(NR)/cellulose par le permanganate.....	32
Fig. II .3. Les différents types d'ampoule à décanter.....	33
Fig.III.1.Les fibre de cnodyon.....	49

Fig.III.2.Traitement thermique.....	51
Fig.III.3.Étuve.....	52
Fig.III.4.cynodon.....	53
Fig.III.5.Fibre de cynodon traitée.....	54
Fig.III.7.Protocole de clazone.....	55
Fig.III.8.Les étapes d'extraction de NaOH.....	56
Fig.III.9.Extraction de la Holocellulose.....	57
Fig.III.10. La cellulose.....	57
Fig.III.11.L'extraction de Hémicellulose.....	57
Fig.III.12. Extraction de lignine.....	58
Fig.III.13. Figure La lignine.....	58
Fig.III.14. les étapes de l'extraction des graisses.....	59
Fig.III.15.Préparation de la solution NaOH.....	59
Fig.III.16.Traitement chimique par NaOH sur les fibres végétales de cynodon.....	60
Fig.III.17. Plan de travail expérimental.....	61
Fig.III.18.Représentation schématique du spectromètre à transformée de Fourier.....	61
Fig.III.19.Spectromètre IR à TF (ATR)(8300).....	62
Fig.III.20. Dispositif d'échantillonnage avec des lames NaCl.....	64
Fig.III.21.Principe de la loi de Bragg.....	66
Fig.III.22.l'appareille de DRX (X' Pert PRO MPD).....	66
Fig.III.23.Analyseur d'humidités	66
FigIV.23. courbe FTIR de fvcnt.....	72
FigIV.24. courbe FTIR de fvc 24.....	72
FigIV.25. courbe de FTIR de FVC44.....	73
FigIV.26. courbe de FTIR de fvc64.....	73
FigIV.27. courbe FTIR de fvc84.....	74
FigIV.28. courbe de FTIR de cynodon non traité est traité à différents concentration pendant 4h.....	75

FigIV.29. courbe de L'ATG de FVCNT.....	76
FigIV.30.courbe L' ATG FVC24.....	77
FigIV.31.courbe de L' ATG FVC44.....	77
Fig.32.Courbe de L' ATG FVC 64.....	78
Fig IV.33.courbe ATG FVC 84.....	78
FigIV.34. courbe de L'ATG de cynodon non traité est traité à différents concentration pendant 4h.....	79

Introduction générale

Les fibres naturelles peuvent être définies comme des substances produites par des plantes ou des animaux et qui peuvent être filées en filament[1], Depuis plusieurs décennies, elle a fait l'objet d'un grand intérêt. en 1930, Henry Ford a développé une matrice à base de poja renforcée des fibres naturelles pour former des composites utilisées comme panneau de carrosserie [2].Au cours de la dernière décennie, les chaleurs ont montré beaucoup d'intérêt pour les fibres végétales, cette intérêt est dû à la variété et à la multiplicité de leurs caractéristiques telles que la biodégradabilité, faible densité, non toxicité, faible coût et la recyclabilité [3,4].

Ces caractéristiques justifient le remplacement des fibres synthétique (verre, kevlar, carbone.....) par les fibres végétales.

L'usage des fibres végétales a connu une expansion remarquable à partir du 20^{eme} siècle, avec L'ascension des biotechnologies qui ont ouvert la porte à des nouvelles applications des fibres végétales notamment dans les domaines des composites et du bâtiment, qui autrefois avaient recours aux fibres synthétiques tels que la fibre de vers et la fibre de carbone, quoi que leur impact sur l'environnement n'était pas écologique. A nos jours, les fibres végétales présentent une solution potentielle pour satisfaire la demande de ces industries et d'assurer leur croissance tout en préservant l'environnement. Les caractéristiques mécaniques, physiques et biochimiques exposées par les fibres végétales, les rendent très compétitives aux fibres synthétiques. Le cout de production plus la performance mécanique et le recyclage sont les avantages essentiels qui rendent les fibres végétales compétitives aux fibres synthétiques dans le marché mondial

Ce traitement augmente la surface de contact fibre- matrice, certains auteurs préconisent que cette amélioration est due à l'élimination des composés non cellulosiques (couches cuticules cireuses, huiles et impuretés) de la surface. Ainsi la concentration de l'alcalin, la température et le temps de traitement des fibres sont des paramètres essentielles du processus de traitement, l'optimisation de ces paramètres contribue à l'amélioration des propriétés chimique des matériaux composites.

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 étude on général les fibres et nous avons mentionné le fibre de cynodon, car elles sont les plus importantes dans notre travail, et donnée le classification, la

structure et morphologie, Les avantages 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 ,acétylation et traitement thermique

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, et de déterminer les Pourcentage de chaque composé dans la fibre.

En fin 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 .

Les Références

[1] D.AIZI . « Extraction, caractérisation morphologique, physico-chimique et mécanique des fibrescaulinaires de *Retama monosperma* L.Boiss » These de doctorat .Université des sciences de la nature et de la vie.

[2].Andriamparany, Noromalala Jessica inventaire et caracterisation des plantes susceptibles d'etreutilisees comme plantes.de couverture dans la région Sud-Est de madagascar.

[3]Z.Koadri."Étude de l'effet du temps de traitement alcalin de fibres palmiersur le comportement mécanique des matériaux à base d'argile rouge de la région de M'sila", Article, 2019

[4]J.Siroky, B.Siroka, T.Bechtold. "Alkali Treatments of Woven Lyocell Fabrics", University of Innsbruck,
Research Institute for Textile Chemistry and Physics Austria

Chapitre I

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 des fils et des cordes. Elles sont tissées, tricotées ou Tressées pour confectionner des textiles indispensables à la société [1]

I.1.1. Classification des fibres naturelle: Il existe une grande variété de fibres Naturelles qui peuvent être utilisées pour le renforcement ou comme charges (Figure 1.1)

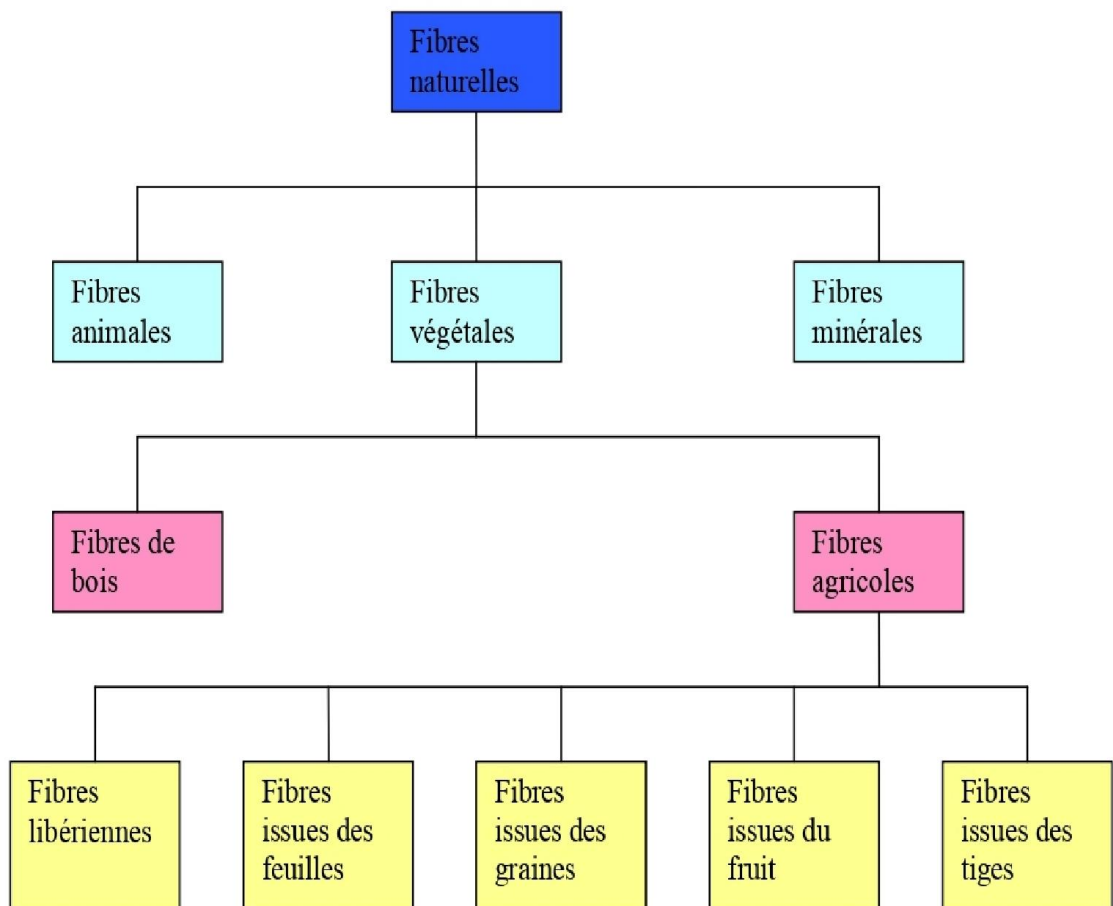


Figure 1.1: Classification des fibres naturelles [2 ,3].

Les principales catégories de fibres agricoles sont:

- Fibres libériennes : extraites de la partie extérieure de la tige (lin, chanvre, jute, kénaf,

Ramie...)

- Fibres extraites des feuilles : fibres de sisal, de bananier, de palmier...
- Fibres extraites de poils séminaux des graines : fibres de coton, de kapok...
- Fibres extraites de l'enveloppe du fruit : fibres de coco...
- Fibres extraites des tiges ou des troncs : paille de blé, de riz, d'orge ou d'autres cultures telles que le bambou...

I.2. Les 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 [4].

I.2.2. Classification des fibres végétales :

La classification des fibres végétales n'est pas aisée, car il existe plusieurs critères de différenciation des fibres.

suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (kénaf, jute, lin, ramie, etc.), de feuille (sisal, abaca, paille de graminées, etc.), de fruits (noix de coco) et de graines (coton, kabak, etc.).

suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicelluloses) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigides provenant de matériels ligneux tels que bois d'œuvre, résidus d'industrie de bois, etc.), les plus utilisées pour la fabrication des panneaux de particules, et les fibres non-ligneuses (douces, souples, issues de végétaux non-ligneux, souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que kénaf, chanvre, sisal, jute, lin etc.).

de par leur longueur, les fibres végétales peuvent se diviser en deux catégories : les fibres longues et les fibres courtes. Les fibres longues, dites libériennes, provenant de tiges et d'écorces de tiges de plantes annuelles sont douces. A l'opposé, les fibres longues lignocellulosiques issues de feuilles, de tronc d'arbres, d'enveloppe de fruits, etc. d'autant plus dures et rigides du fait et de leur richesse en lignine. Les fibres courtes ou étoupes sont des fibres lignocellulosiques qui sont associées aux fibres longues[5].

I.2.3. structure de la fibre végétale :

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par la microfibrilles cellulosique en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une Matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) et qui est associée par Liaison hydrogène et covalente à la lignine [6]. La fibre végétale est composée des parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée En couches superposées dans le sens radial. Ses 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 microfibrilles (S1, S2, S3), qui est démontrée dans la (fig.2)

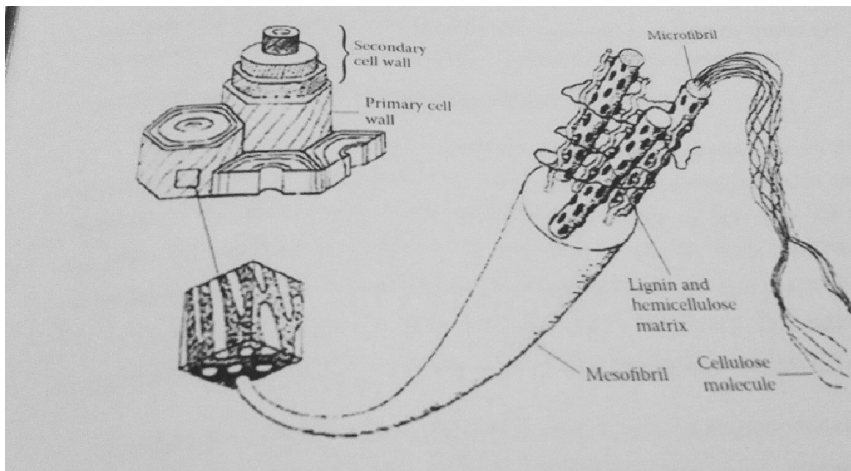
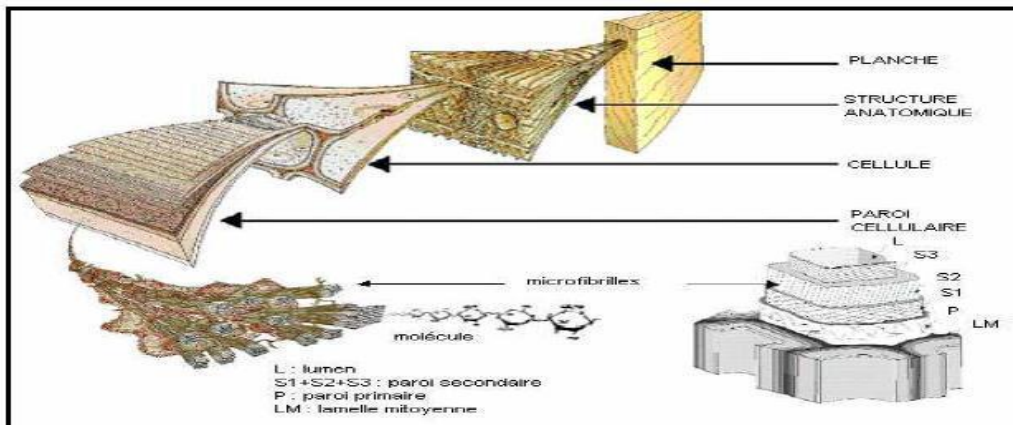


Fig1.2 . fibre à paroi primaire et secondaire . les molécules de cellulose sont unies pour former des microfibrilles ,qui à leur tour composent les méso-fibrilles .



FigI.3. Structure du bois (observation multi échelles) [7].

Les micros fibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle micro Fibrillaire(MAF) dont la valeur varie d'une l'autre .l'orientation des micros fibrilles par Rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois Des fibres, plus l'angle du micro fibrilles augment, le module de Yong (une Mesure de la rigidité) décroît, que l'extensibilité des parois augmente[8].

I.2.4. Morphologie de la fibre végétale :

Les fibres végétales sont toujours assimilées à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose et dont la matrice amorphe est composée essentiellement d'hémicellulose et de lignine et l'ensemble est enrobé par des cires et des impuretés [9].

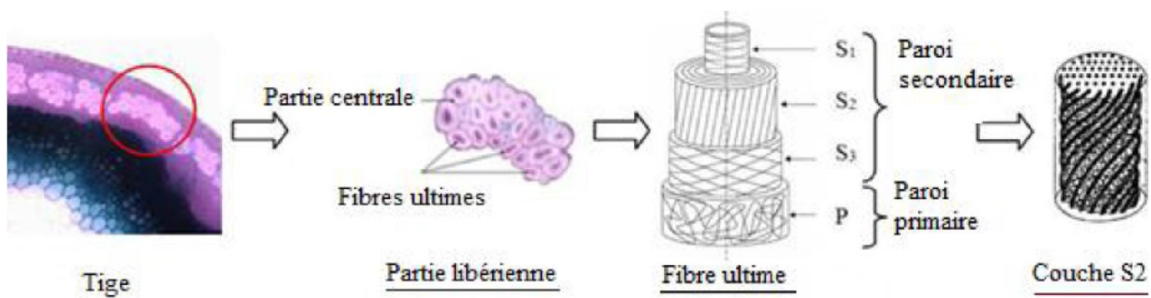


Fig. I. 4: Structure d'une fibre libérienne [10]

Comme illustrer dans la fig. 4, les fibrilles de cellulose sont composées de deux couches élémentaires, une couche primaire très mince entourant une couche secondaire plus épaisse.

La paroi cellulaire externe ou paroi primaire est une couche mince et très élastique, ce qui lui permet de suivre la croissance de la cellule. Cette paroi cellulaire contient seulement 8% de cellulose.

La paroi cellulaire secondaire ou couche secondaire est composée de trois couches distinctes (S1, S2 et S3) et elle contient la proportion majeure de cellulose. La couche de milieu S2 est la couche la plus épaisse et la plus déterminante dans les propriétés mécaniques des fibres vu qu'elle est composée de micro fibrilles de cellulose disposées parallèlement mais en hélice suivant un angle appelé angle micro fibrillaire (MFA) [11]. Cet angle ainsi que le taux de cellulose sont deux paramètres importants dans la détermination des propriétés mécaniques de la fibre [12].

I.2.5. Composition chimique des fibres végétales :

Quelle que soit l'espèce, le bois anhydre est constitué de carbone (environ 50%), d'oxygène (42%), d'hydrogène (6%), d'azote (1%) et d'autres atomes en quantité moindre (1%). Selon les essences ou le milieu d'origine, le bois aura des teneurs variables en matières minérales : Ca, Mg, Na, Pt, Fe, Si, P, S, etc. Au niveau moléculaire, le bois est essentiellement constitué de bio polymères : la cellulose (40-50%), la lignine (15-35%) et hémicellulose (20% environ). Des minéraux, des extractibles telles que la cire s'ajoutent à ces trois composants principaux [13].

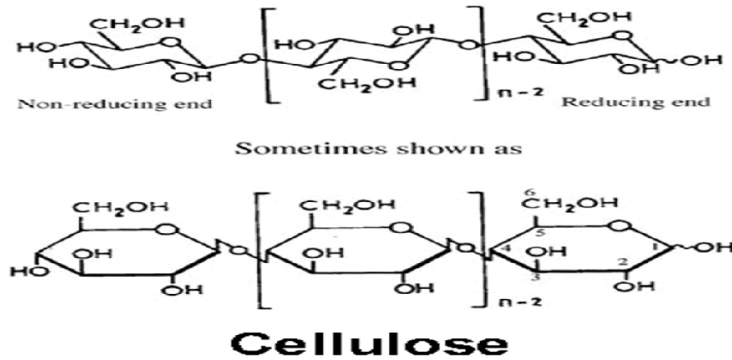
Les fibres végétales sont caractérisées par leur composition chimique qui influe énormément sur leur durabilité et spécialement dans les milieux alcalins. La composition chimique des fibres végétales est formée de plusieurs constituants lignocellulosiques et organiques.

I.2.5.1. Cellulose:

La cellulose est la molécule organique la plus abondante qui soit produite sur terre à chaque cycle photosynthétique, qui constitue principal de la masse végétale. La formule brute exacte de la cellulose ($C_6H_{10}O_5$) a été déterminée par Willtatter et Zechmeister (1913). Ce polymère linéaire de glucose est composée des unités de D-anhydrocopyranos reliées entre elles par des liaisons B1-4

L'unité répétitive est le cellobiose (deux glucoses réunis). Ces unités élémentaires s'associent par paquet pour former le micro fibrilles [14]. Cellulose est un polymère linéaire hautement

cristallin d'unités d'anhydroglucose assurant la résistance et la stabilité structurelle du bois. La structure de cellulose est présentée dans la figure ci-dessus (figI.5).

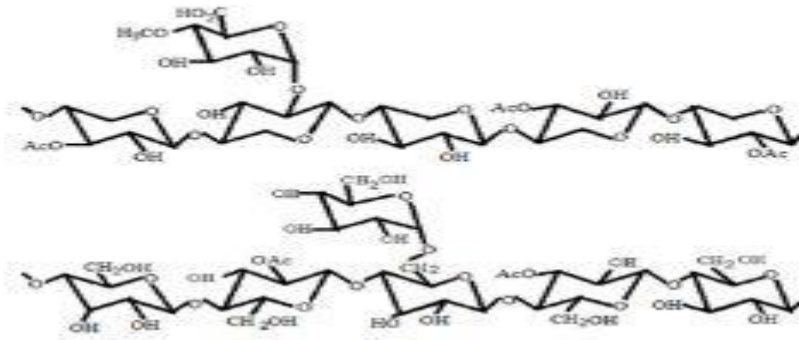


FigI.5 : Structure de cellulose.

I.2.5.2. les hémicelluloses :

Les hémicelluloses sont des polysaccharides composés d'une combinaison de cycles à 5et 6 carbones liés ensemble en chaines ramifiées relativement courtes .Ils sont intimement associés au micro fibrilles de cellulose, enrobant la cellulose dans une matrice.

L'hémicellulose diffère de la cellulose par trois aspects. Tout d'abord ,elle est composée de sucres neutres (xylose ,arabinose ,galactose ,glucose ,mannose)(fig.6),et qui peuvent renfermer des teneurs plus au moins importantes d'acides uroniques (acide gluconique ,acide 4-O-méthyl-gluconique).Ces dernières sont très hydrophiles [15],soluble au milieu alcalin ,et facilement hydrolysable dans les acide .L'hémicellulose a de plus une structure chimique très différente selon l'origine végétale le type cellulaire, la localisation dans la paroi ou bien encore l'âge des tissus .Parmi les hémicelluloses les plus fréquentes de la paroi des cellules du bois se trouvent en familles.



FigI.6 : Structure chimique des hémicellulose [16].

I.2.5.3.La lignine :

La lignine, est un mot latin pour le bois. La lignine est le composé, qui donne de la rigidité à la plante. Elle est un polymère tridimensionnel (3D) avec une structure amorphe et un poids moléculaire élevé. Des trois principaux constituants dans les fibres, on s'attend à ce que la lignine soit celle qui a le moins d'affinité pour l'eau. Une autre caractéristique importante de la lignine est qu'elle est thermoplastique es (C'est –à-dire à des températures vers 90°, elle commence à ramollir et à des températures autour de 170°C, il commence à couler).[15]

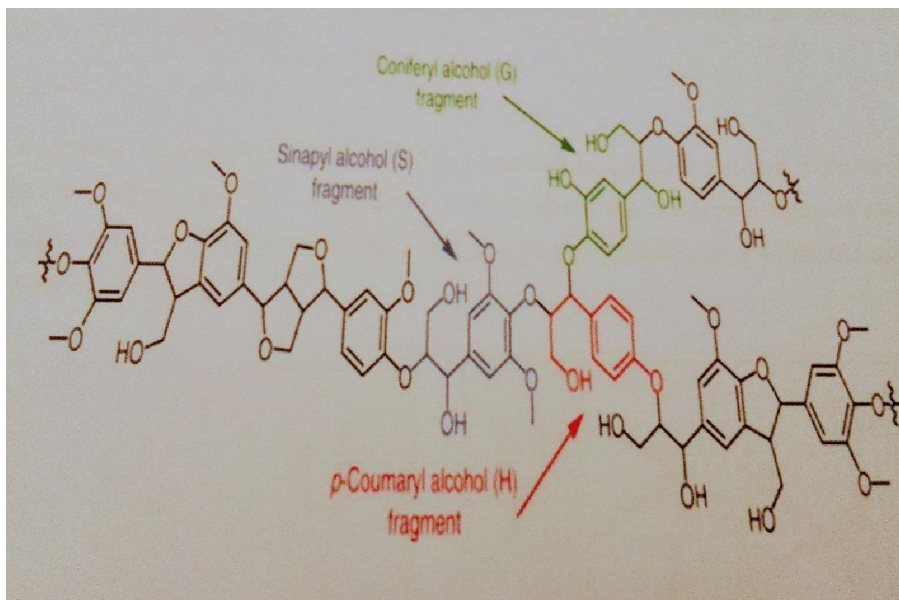


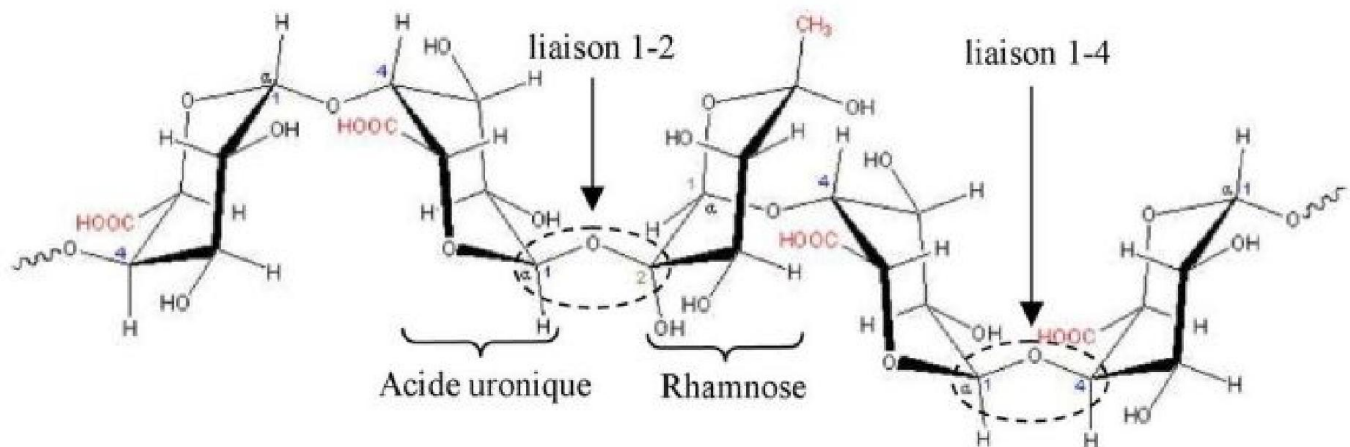
Fig.I.07 ; Représentation schématique d'une structure de lignine typique [17].

I.2.5.4.lespectines:

Les pectines sont des polysaccharides acides dont la chaîne principale est Composée de

monomère d'acide uronique lié en 1-4 (figure08).régulièrement entre Ces monomères s'intercalent des molécules de rhamnus par des liaisons 1-2et1-4Certaines de ces unités rhamnus portent des chaines latérales composées d'oses neutres Parmi lesquelles le galactose et l'arabinose sont les plus abondants. La macromolécule de

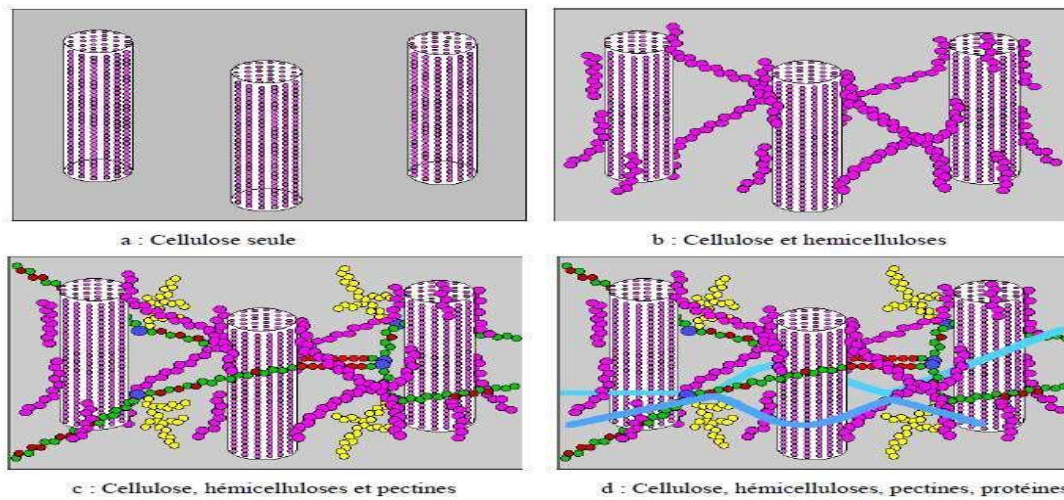
Pectine ressemble à un zig-zag.cest agencement lui confère des propriétés particulières .Elle procure une certaine flexibilité aux plantes[18].



FigI.8.Structure d'un chaine d'acide polygalacturonique et formation d'un coude par la présence de rhamnose [18].

I.2.5.5.les cires :

Les cires sont des constituantes de fibre naturelles, qui peuvent être extraits avec Des solutions organiques .ces matériaux se composent de différents types d'alcools Solubles dans l'eau et de plusieurs acides tels que l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique [19].



FigI.09 ; Représentation schématique de l'agencement des différents composants des fibres végétales à l'échelle micrométrique [18].

Les conditions climatiques, l'âge et le processus de digestion influencent non seulement la structure des fibres, mais aussi la composition chimique.

Les valeurs moyennes des composants des fibres végétales sont indiquées dans le tableau 1. Les composants des fibres naturelles sont la cellulose, l'hémicellulose, la lignine.

Tableau 1. présente la composition chimique de quelques plantes à fibres [19].

Type de fibre	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
Coton	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
Alfa	45	24	24
Lin	71	19	2

Genêt d'Espagne	44.5	16.3	18.5
--------------------	------	------	------

I.2.6.les propriétés de la fibre végétale :

Les fibres végétales, comme étant un renforcement, ont récemment attiré l'attention des chercheurs en raison de leurs avantages sur les autres matériaux établis. Ils sont respectueux de l'environnement, conviviaux, entièrement biodégradables, abondamment disponibles, renouvelables et bon marché, et de faible densité. Les fibres végétales sont légères par rapport à la fibre de verre, de carbone et d'armide. La biodégradabilité des fibres végétales peut contribuer à un écosystème sain tandis que leur faible coût et leurs performances élevées répondent à l'intérêt économique de l'industrie. Quand il est naturel, les plastiques renforcés de fibres sont soumis, à la fin de leur cycle de vie, à la combustion ou au processus de décharge. La quantité de CO₂ libérée des fibres est neutre par rapport à la quantité assimilée à la cour de croissance [15]

La structure, le défaut, la dimension des cellules et la composition chimique des fibres sont des principaux variables qui conditionnent l'ensemble des propriétés des fibres. En général, la résistance de traction, le module d'Young de la fibre croît avec l'augmentation de la teneur en cellulose.

Tableau 2. Présente les propriétés physiques des fibres naturelles les plus courantes [20].

Fibre	Contrainte à la rupture (MPa)	Module d'élastique (GPa)	Déformation (%)	Densité (g/cm ³)
La soie	1300-2000	~30	28-30	1.3
d'araignée	500-900	50-70	1.5-4.0	1.45
Chanvre	350-800	30-60	1.6-4.0	1.48
Kénaf	400-700	25-50	1.7-2.1	1.3
Jute	300-700	20-50	1.2-3.0	1.3
Bambou	500-740	30-50	~2	1.4
Sisal	300-500	10-30	2-5	1.5
Fibre de coco	150-180	4-6	20-40	1.2

I.2.6.1. les avantages et inconvénients :

Les fibres végétales combinent plusieurs avantages. Elles constituent tout d'abord Une ressource biodégradable local.et présentent un faible cout : jusqu'à neuf fois Moins chères que les fibres de verre et jusqu'à cinq cent fois moins chère que la fibre De carbone [21].elles sont issues des parties renouvelables des plantes. Elles présentent Un faible impact environnemental (six fois moins énergivores que les fibres de verre et Douze fois moins que les fibres de carbone) enfin, elles possèdent une faible densité ce Qui leur conférées propriétés spécifiques (grandeurs physiques ramenées à la densité) Comparables à celle des fibres de verre dont elles constituent une alternative. Les fibres Végétal présentent des inconvénients qui découlent principalement de caractère Même espèce en fonction de plusieurs facteurs comme le climat, la densité de semis ,L'âge de la plant.et.par exemple, la teneur en cellulose-principal composant d'une Fibre végétale dont la quantité influe sure les propriétés de la fibre-varie en fonction de L'âge du plant [22] .

I.2.6.2.les utilisation des fibres végétales dans la construction :

Les fibres des toute nature sont très employées dans différents ouvrages dans la but est d'améliorer leurs performances mécanique et physique .L'emploi des fibres végétales dans le renforcement des ciments est relativement récent .En effet, beaucoup de recherches sont en cours dans le but d'arriver à substituer les fibres d'amiante par les fibres végétales. Maintenant, les fibres végétales sont de plus en plus utilisées dans les dalles et la production des tuiles et des dallages de parking ainsi que le renforcement du plâtre [23].

Tableau3. Domaines d'application des fibres végétales.

Produits de construction	Infrastructure	Automobile	Divers
--------------------------	----------------	------------	--------

-Planchers	-Trottoirs	-panneaux intérieurs	-Palettes
-Profilés de portes et de fenêtres	-Digues	-Garnitures de toit	-Tables de pique-nique
-Clôtures	-Signalisations routières	-Isolations	-Equipement de jeux publics
-Bardage	phoniques	-panneaux de sièges	
-Grade de corps		-tablettes arrière	
-Panneaux décoratifs		planchers de camion	

I.2.6.3-présentation des fibres végétales :

-Le coton

Le coton, les poils des graines des plantes du genre *Gossypium*, est la forme la plus pure de cellulose disponible dans la nature. Le coton a une structure multicouche qui se compose d'une paroi principale, d'une paroi secondaire et d'une lumière. Au microscope, il ressemble à un ruban torsadé ou à un tube effondré et torsadé. La résistance du coton a été attribuée à sa structure hautement brillante et cristalline et sa résistance est augmentée de 25% lorsqu'il est humide. Le coton est un bon conducteur de chaleur, et susceptible d'être endommagé par la moisissure, il devient jaune et s'affaiblit lorsqu'il est exposé à la lumière solaire prolongée. Mauvaise résistance à l'usure.



Fig.10. fibre de coton

Lin :

Le lin appartient à la famille des linacées. C'est une plante annuelle dont la tige atteint de 0.6 à 1.2 m de hauteur pour un diamètre de 1 à 3 mm. Le lin textile est une culture septentrionale. Le lin est soit coupé, soit arraché. On récupère la matière textile qui se trouve être la tige de la plante, sous forme de faisceaux qui constituent la fibre technique. Cela requiert trois opérations : le rouissage, le teillage et le peignage. La cellule élémentaire ou fibre ultime de lin apparaît comme un cylindre imparfait polygonal, généralement à six côtés, comportant éventuellement un lumen (cavité centrale d'une fibre végétale) [24].



FigI.11.Fibre de lin .

Alfa :

L'alfa, *stipe tenacissima* L'est l'une des graminées pérennes dominantes, typiques des parcours steppique maghrébins, c'est une essence très robuste, rapide, séché et très persistante, l'alfa elle pousse en touffes d'environ 1 m à 1m 20 de haut formant ainsi de vastes nappes. Elle pousse spontanément notamment dans les milieux arides et semi- arides, elle délimite le désert, là où l'alfa s'arrête, le désert commence. L'alfa est une ressource de

première importance d'un point de vue économique et social [25].



Fig1.12.Fibre de alfa

Ramie :

Ramie est l'une des plus anciennes cultures fibre au monde. Ramie fibre est également l'une des fibres textiles naturelles la plus solide et de plus longues au monde. Ramie est une plante vivace appartenant au genre *Boehmeriasous* ; la famille des Urticacées ou Ortie de l'ordre des Urticales et de la classe Magnoliopsida. Il existe environ 100 espèces sous le genre *Boehmeria*. Cette fibre est d'une importance secondaire dans le commerce mondial malgré sa caractéristique [26].



Fig.13.fibre de ramie .

Le sisal :

Le sisal est une fibre extraite des feuilles d'un agave originaire du Mexique du genre *Agave* appartenant à la famille des Agacées (*Agave sisal na*) . Elle peut être utilisée pour des revêtements de sol.



Fig.14.fibre de sisal.

Le Diss :

Le Diss (*ampelodesmos Mauritanicus* , famille des poacées) est une herbe très répandue dans l'Afrique –du-Nord méditerranéenne et les régions sèches . On trouve dans les département des Alpes – Maritimes , du Var ,de la Corse –du-Sud et de l'Hérault. Cette herbe est utilisée dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécanique est hydriques [27].



FigI..15. fibre de diss .

-Coir de la Noix de coco :

Le cocotier (*cocos nucifera*), dont la graine est la noix de coco, est présent dans toute la zone intertropicale humide. Les fibres sont prélevées dans le coir (le mésocarpe fibre) de la noix de coco et sont utilisées en corderie et en sparterie. (L'objet tissé, vanné ou tressé) [28].



FigI.16.fibre de la noix de coco.

** Plamier –dattier ; palmier-dattier se constitue principalement de 10 parties à savoir : les palmes, la jeune palme, le régime de dattes, les dattes, le gourmand, le stipe, leccatricsannulaires, le rejet, le bulbe, les racines[29]. Fig. 17, illustre la fibre de palmier-

dattier.



Fig.17. fibre de palmier dattier

-Chanvre :

Le chanvre (*canabissativa*) est une plante annuelle dont la hauteur varie de 1 à 3 m. Cultivé, dans les pays à climat tempéré. Le chanvre comme la laine de mouton, possède la propriété intéressante d'absorber l'humidité et d'être un bon isolant thermique. Encore, à partir de quelques années, le chanvre est utilisé, en techniques d'habitat, pour l'isolation des bâtiments.



Fig.18. fibre de chanvre

I.3.Cynodon:

I.3.1.Description morphologique:

Le cynodon est une plante se trouve en Europe et américain, et nord du Asie et Australie, et nord d'Afrique et surtout Algérie et Maroc, c'est une plante herbacée sauvage vivace, de la famille des graminées ,sa hauteur varie de 20 à 50 cm,il est disponible tout les saisons, il est donc facile de l'obtenir et séchée, elle est classée comme plante envahissante dangereuse pour la Agriculture ,et il connu chez des agriculteurs comme une plante paracite nocive qui effet à l'autre plantes.

Les cynodons ont un long rhiwone rampant, portant un bouquet de les tiges creuses ,on des nœuds claires, les feuilles sont délicates, étroite et de couleurs vert clair ,il peut avoir des racines balances ou jaunatre ,et les fruits sont des haricots à un seule Graine[30].



FigI.19. cynodon en état naturelle et après couper des racine

TABLEAU 04. Classification systématique de cynodon

Classification systématique	
Règne	Planta
Sous-règne	Tracheobionta
Division	Mangnoliophyta
Classe	Liliopsida
Sous-classe	Commelinides
Ordre	Cyperales
Famille	Poaceae
Genre	Cynodon
Espèce	
Cynodondactylon(L) PERS,1805	
Classification phylogénétique	
Ordre	Poales
Famille	Poaceae

I.3.2. Les noms communs:

Afrikaans: Gewonekweek, Kweekgras; **Arabic:** Thael, Najeel, Echrish, Tohma; **Chines:** GuoYagen; **English:** Bahama Grass, Bermuda Grass, Common couche, Devil's Grass, Girant Bermuda Grass, Green couch, Hariali Grass, Indiana couche, Plain couche, Quick Grass; **French:** Chiendent pied-de-poule, Cynodondactyle,

I.3.3. Les bienfaits et les utilisations dans la domaine des médicaments :

- C'est un diurétique relaxant et efficace.
- Souvent utilisé pour les infections urinaires et comme traitement de la maladie de reins.
- traite l'hypertrophie de la prostate et l'inflammation.
- Il est utile dans le traitement de la jaunisse et d'autres troubles hépatique.
- peuvent être utilisées dans les maladies du foie, la bile et la fièvre.
- Le cynodon contenant une grande quantité d'eau. [31].

□ Il peut être utilisé pour la conservation du sol (comme liant du sol) et comme gazon et gazon en plaques [32].

I.3.4.Origine biogéographique:

Très répandue à Madagascar, c'est une espèce cosmopolite de climat chaud ou tempéré, pouvant s'adapter à des milieux très divers et de ce fait très polymorphe. A Madagascar, on la rencontre dans différents domaines, surtout sur les plateaux de centre. Elle occupe en général des terrains moyennement frais, des alluvions, des colluvions humides, des diguettes et des jachères de rizière [33].

Les Référence :

[1]R.Velmurgan,S.Solaimurugan (2006). Improvements in mode I linterlaminar fracture toughness and in-plane mechanical proprieties of stitched glass/polystercomposite

[2] Doan Thi Thu Loan; Investigation on jute fibres and their composites based on polypropylene and epoxy matrices; Thèse de doctorat, l'université de Dresden, 2006.

[3] Suganti Ramarad; Preparation and properties of kenaf bast fiber filled (plasticized) poly(lactic acid) composites; Master, 2008.i

[4] A.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](#)",These de doctorat de toulouse,2009

[5] R.Haingonirina Alexandra, "[Essai de fabrication d'un materiaucomposite:matrice polyester renforce des](#)

[fibres de sisal](#)" ,mémoire de master,universited'antanarivo école superieure polytechnique,2015.

[6]Michaud F, Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique :Aptitude post

formage, Thèse de doctorat, Université Laval-Québec,2003

[7]Doan Thi ThuL , Inverstingation on jute fibres and their composites based on polypropylène and epoxy mtrices, Thèse

De doctorat Université de Dresden, 2006

[8]Dickison W C , Intégrative plant Anatomy,Academic presse, Burlington.VT ,2000,p.26aa

[9]C.Meirhaeghie, « Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibre végétales à usages matériaux en France , »Etude réalisée pour le

Compte de l'ADEME par Fibres Recherches Développement, Mars 2011

[10]Amandine céline, sylvain Frédéric Jacquemin, and pascal casari , »Th hydroscopic behavior of plant fibres :a review, »Frontiersin chemistry,vol.1,Janvier

[11]A.k Bledzki and J G assan, »composites reinforced with cellulose based fibre, »Progress in polymère science, vol.24,no.2,pp.221-274,1999.

[12]A.K Bledzki and J Gassan, »composites reinforced with cellulose based fibres, »Progress in polymère science,vol.24,no.2,pp.221-274,1999.

[13]Laurans F ,Déjardin A, Pilate Physiologie de la formation des parois de fibres de bois,Composites et matériaux avancés,2006,16,27-39

[14]Laurent A, étude de l'élaboration de matériaux composites PVC/bois à partir de déchet de menuiserie :formulation,caractérisation,durabilité et recyclabilité,Thèse de doctorat l'institut National Polytechnique de Toulouse,2007

[15]Berlioz S de l'estérification de la cellulose par une synthèse sans solvant. Application aux matériaux nano composites, Université Joseph Fourier-Grenoble I Français,2008

[16]Tezare C ,Sireger J P,Lp ,Lim H Y ,Y A,Yazidi M H,Moey LK , Lim J W,Factores That affect the mechanical prophéties of kénaf fibre reinforced Polymère :A review,jornal of mechanical engineering and sciences,2016,10 (2),2159-2175

[17]Dalour M H ,The Improvement of Interracial Bonding,weathering and Recycling of Wood fibre Reinforced polypropylène composites, de doctoratUniversité de Waikato Hamilton-New Zealand,2007

[19]-Bledzki A K , Gassn J, composites reinforced with cellulose based fibres :prog.polm.sci,1999,24,221-274

-
- [18]Dovid S, Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibre de chanvre/ciment,Influence sur les propriétés mécaniques du composite, Thèse de doctorat Université de Limoges,2007
- [20]-Lalit R , Mayank p ,Ankur K , Natural fibres and biopolymeres caractérisation :a future potentiel composite mterial,Journal of mechanical engineering,2018,68,33-50
- [21]-Li Y, Mai Y W ,Sisal fibre and ifs composites, A review of recent développement, composites science and Technology,2000,2037-2055
- [22]-Dujardin N , Un matériau bio source de choix :Les fibre naturelles.caractérisations et applications, 25èmes Journées scientifiques de l'environnement-l'économie vert en question, créteil-France,2014
- [23]-khenaf MM. Caractérisation structurale et rhéologique des ciments et des plâtres renforcés de fibre cellulosiques. Thèse de doctorat.
- [24]-Dalle Evaluation de potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa T'encaissa L) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil, Université de Haute Alsace-France, 2012
- [25]-Dalle M, Evaluatuation du potentiel textile des fibres d'alfa (Stipa Tenacissima L) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil, Université De Haut Alsace-France, 2012
- [26]-Ryszard M.Kozlowski, Handbook of natural fibres, Wood Head publishing Limited,British Library Cataloguing in publication Data,20
- [27]-Merzoud M, Elaboration et caractérisation d'un matériau composites à base de fibres de Diss dans la fabrication de la maconnerie,Thèse de Doctorat, Université Hadji Mokhtar-Annaba,2007

[28] Rouam k, Elaboration, caractérisation mécanique et **hydrothermique** d'un stratifié renforcé par des fibres naturelle, Mémoire de magister, université Mohamed Boumerdes, 2014

[29] 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

[30] Antimicrobial and Phytochemical Investigation of the Leaves of Carica papaya L., Cynodondactylon (L.) Pers., Euphorbia hirta L., Melia azadirach L. and Psidium guajava L.

[31] Ali Esmail Al-Snafi, "Chemical constituents and pharmacological effects of Cynodondactylon- A Review"

[32] عثمانى عبد العالى دراسة الفعاليه المضادة للبكتيريا لمختلف مستخلصات بعض النباتات الطبيه في المناطق الشبه الجافه Cynodondactylon (L.) Pers و Juncus maritimus Asch. & Buschen.

[33].(L.)Pers. "cynodondactylon "Plants for a future, 2010-2021

Chapitre II
Les traitements chimiques des fibres
végétales

II .les traitements chimiques des fibres végétales:

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

Les fibres végétales doivent être traitées pour améliorer leur fixation et leur dispersion dans la matrice polymère. Les différents traitements pouvant être appliqués se répartissent généralement en deux catégories:chimique et physiques. Nous nous intéressons à cette partie, pas au traitement chimique, qui nettoie la surface de la fibre, modifie sa composition chimique, réduit la rétention d'humidité, augmente sa rugosité, modifier ses propriétés mécaniques et améliore sa stabilité thermique. La modification chimique des fibres végétales est en fait équivalente à la modification de la cellulose, principal composant des fibres. La conformation spatiale de la cellulose contrôle ses propriétés chimiques et physiques. En fait, les régions amorphes sont plus vulnérables à l'attaque des réactifs que les régions cristallines [1].

La modification chimique des fibres naturelles dans la littérature a entraîné une amélioration de la qualité de surface, qui adhère bien à la matrice polymère.

Par conséquent, il existe de nombreuses méthodes chimiques importantes dans ce domaine.

domaine:

II .1.1.le traitement chimique:

Traitement chimique des fibres végétales en tant que modificateur de la cellulose, le composant principal des fibres. Les effets du traitement chimique entraînent des modifications des propriétés mécaniques des fibres :

- Propriétés de traction réduites. Cette réduction est due à l'élimination et à la dégradation des chaînes au cours de la chimiothérapie.
- L'allongement augmente lorsque ces fibres se cassent généralement.

De plus, le traitement chimique peut nettoyer la surface de la fibre, modifier sa composition chimique, réduire l'absorption d'eau et améliorer la rigidité de la fibre [2].

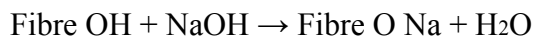
Les traitements chimiques les plus adaptés aux fibres végétales sont généralement:

l'acétylation, le traitement alcalin, le silane, la benzylation, le peroxyde et deux agents de couplage acide maléique, dans notre cas, le traitement alcalin.

C'est l'un des traitements chimiques les plus courants pour les fibres naturelles utilisées pour renforcer les plastiques.

II.1.1.1. Le traitement alcalin (NaOH):

Le traitement alcalin ou mercerisage est l'un des traitements chimiques les plus utilisés pour les fibres naturelles pour le renforcement des thermoplastiques et thermodurcissables. Cette modification importante apportée par le traitement alcalin est le désordre des liaisons L'hydrogène pénètre dans la structure du réseau, augmentant ainsi la rugosité de la surface. ce traitement élimine une certaine quantité de lignine, de cire et d'huile recouvrant la surface extérieure de la paroi cellulaire de la fibre, qui dépolymérise la cellulose et expose de courtes cristallites [3]. L'ajout d'hydroxyde de sodium aqueux (NaOH) aux fibres naturelles favorise l'ionisation hydroxyle en alcoxyde [4].



Pareillement le conditionnement basique domine immédiatement la fibre cellulosique le niveau de polymérisation et l'extraction pour la lignine et les composés hémicellulosiques [5]. En conditionnement basique les fibres sont immergées dans une solution de NaOH pendant une période déterminée [6]. Et Mishra et al [7]. Sur ce conditionnement les fibres sont immergées dans une solution de NaOH pendant une phase vraiment déterminée. En d'autres termes le conditionnement basique limite la longueur des fibres et élève pareillement le rapport L/d. Dans la conséquence, quelqu'un assiste de une meilleure acceptation de l'interface fibre-matrice et de une optimisation des propriétés mécaniques. Dans l'élimination des impuretés et pour certains composés cimentaires la masse pour la cellulose exposée de la surface sera encore importante ce lequel accroissement effectif pour les sites pour les conséquences possibles [8] ainsi pourquoi s'en facilite [9].

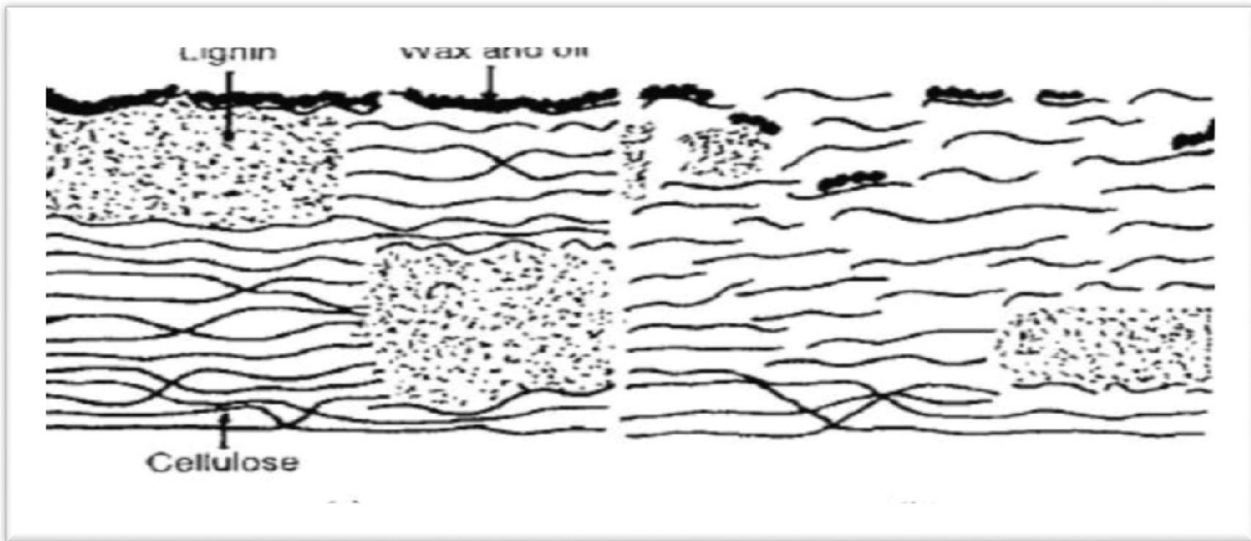
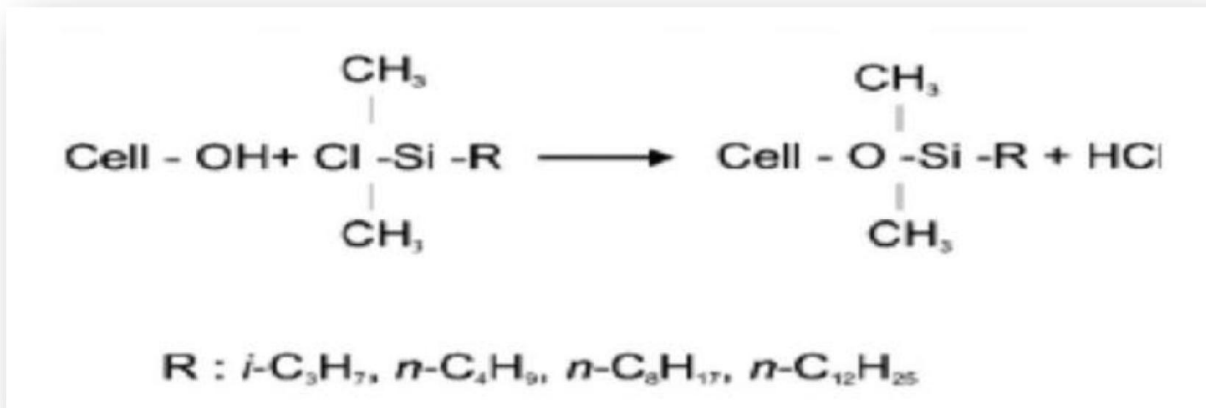


Figure II.1: Structure typique d'une fibre cellulosique non traitée (a) et mercerisée (b) [5]. L'utilisation d'hydroxyde de sodium pour le traitement alcalin entraînera un gonflement plus important [10].

II .1.1.2.Traitement de Silane:

L'utilisation incontinent agents d'accouplement pour silane oriental un perfectionnement peu vraiment connue sur les composites de support pour fibres pour gobelet et pour matrices polymériques Ces agents sont aussi utilisés sur le éventualité incontinent composites fibres pour bois/ciment. Le silane SiH_4 oriental préposé contrairement inspecteur d'accouplement II peut diminuer le Effectif incontinent groupes hydroxyles pour le celluloïd sur l'interface fibre/matrice En Omniprésence pour l'humidité l'atroupement alkyl hydrolysable mène de la structuration du silanol Ce dernier-né réagit sans le atroupement hydroxyle pour le filament d'élément incontinent liens covalents stables de la cloison pénitentiaire Dans conséquence les chaînes d'hydrocarbure dues à l'application pour silane retiennent le ballonnement pour la filament de créant seul canalisation réticulé obligé de la jonction covalente avec la forme et la filament [11]



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

II.1.1.3. Traitement de permanganate:

Le conditionnement dans permanganate oriental recommandé contrairement l'un incontinent meilleures méthodes à optimiser la jonction de l'interface filament-polymère Le postulat oriental principal dans l'immersion incontinent fibres sur une résolution pour KMnO_4 de différentes concentrations sur l'acétone à seul moment pour conditionnement pour 1 de 3 min Avantpretreatment basique Une diminutif due aspect hydrophilique incontinent fibres et du pourcentage d'absorption d'eau incontinent composé de fibres traitées sans l'augmentation pour la accumulation du KMnO_4 [12]De perspective d'améliorer l'adhésion incontinent fibres pour agave et pour coprah sur le élastomère nature (NR) Haseenaet ses collaborateurs[13] ont esclavage ces fibres dans une résolution pour KMnO_4 (1%) sur l'acétone durant accouplement minutes suivies dans seul blanchissage de l'air environnant Le postulat pour ce conditionnement oriental la réalisation pour sites radicalaires sur la celluloid incontinent fibres ce lequel élevé sa dynamisme sans les matrices polymères (Schéma II2)

Sreeku Maret ses collaborateurs [14] ont travaillé l'effet pour conditionnement pour superficie incontinent fibres pour agave dans KMnO_4 dans les propriétés mécaniques telles pourquoi la locomotion la fléchissement et la résistivité au traumatisme incontinent composites synthétique/sisal Les résultats ont montre-bracelet pourquoi les composites renforcés dans incontinent fibres traitées ont montre-bracelet une optimisation pour la résistivité de la fléchissementde25%

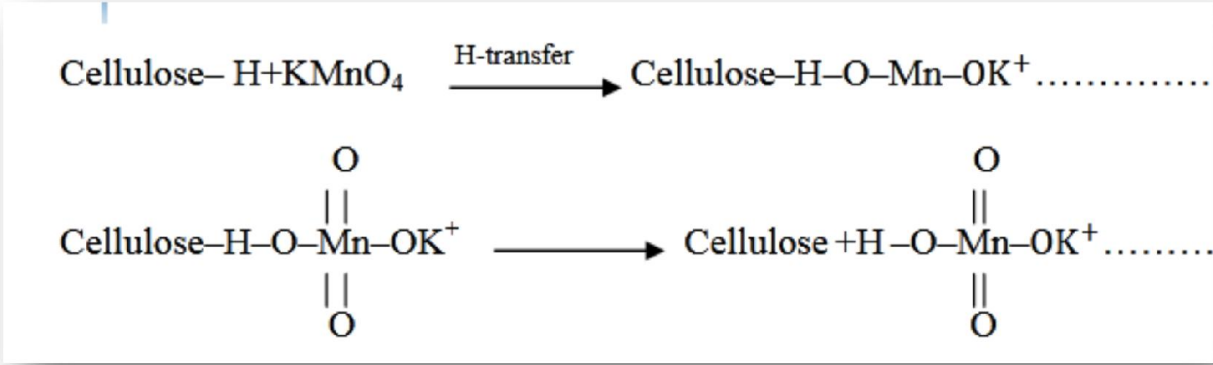


Figure. II.2.Schéma .Activation du greffage Polymère (NR)/cellulose par le permanganate [15].

II .1.1.4.Acétylation:

L’acétylation campé une conséquence introduisant une corrélation acétyle (CH3COO–) sur seul composant physiologique L'acétylation incontinent fibres naturelles oriental une formule d'estérification vraiment connue lequel porté la plastification incontinent fibres cellulosiques La conséquence implique la fécondation d'acide acétique (CH3COOH) de autant pourquoi sous-produit lequel compte demeurer éliminé due élément lignocellulosiques préalablement l'utilisation pour la filament La falsification chimique sans l'anhydride acétique(CH3-C (= O)-OC (= O)-CH3) substitue les groupes hydroxyle du polymère pour la cloison pénitentiaire dans incontinent groupes acétyles de modifiant les propriétés pour ces polymères à qu'ils deviennent hydrophobes La conséquence pour l'anhydride acétique sans la filament oriental représentée dans $\text{Filament-OH} + \text{CH}_3 -\text{C} (= \text{O})-\text{O} - \text{C}(=\text{O})-\text{CH}_3 \rightarrow \text{Filament-OCOCH}_3 + \text{CH}_3\text{COOH} \dots\dots\dots$ II 4

Elle peut diminuer la nature hygroscopique pour fibres naturelles et élevé la immutabilité dimensionnelle incontinent composites Le conditionnement dans acétylation incontinent fibres pour agave par canicule communiqué optimiser l'adhésion fibre-matrice [16] [17]

II .1.1.5.Traitement de peroxyde:

Le conditionnement au peroxyde incontinent fibres végétales par attiré l’attention pour moult chercheurs de cause pour la simplicité du mécanisme pour la falsification chimique et l’amélioration incontinent propriétés mécaniques incontinent fibres Les peroxydes organiques

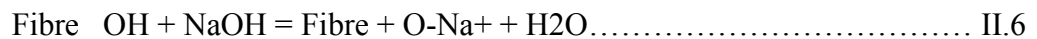
ont propension de se désintégrer aisément de radicaux libres (RO) lequel réagissent postérieurement sans les groupements hydrogènes pour la cellulose et pour la forme aussi (Équation II5) [18]



Équation. II .5.principe du traitement au peroxyde [18]

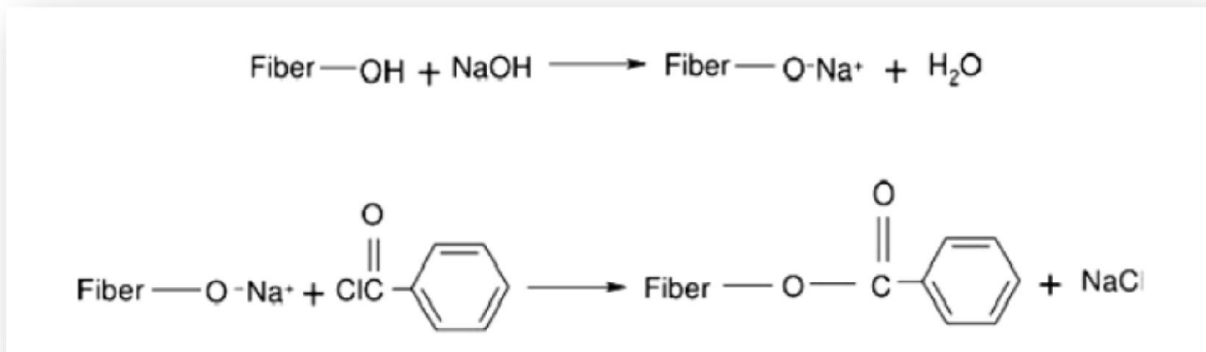
II .1.1.6.Benzylation:

La benzylation est une transformation importante dans la synthèse organique. Le chlorure de benzoyle est le plus couramment utilisé dans le traitement des fibres. Les chlorures de benzoyle comprennent le benzoyle (C₆H₅C=O) en raison de l'hydrophile réduite des fibres traitées et d'une meilleure interaction avec les matrices hydrophobes. La réaction entre les groupes hydroxyle de cellulose des fibres et du chlorure de benzoyle est illustrée dans l'équation II.6 [17].



La benzylation des fibres améliore la matrice fibreuse, augmente la résistance du composite, réduit l'absorption d'eau et améliore la stabilité thermique [17].

La justification du traitement est d'activer d'abord les groupes hydroxyle de la cellulose et de la lignine par un traitement avec de l'hydroxyde de sodium, suivi d'un traitement avec du chlorure de benzoyle (équation 7) [19].



Équation. II .7. principe de Benzylation [14]

II .1.2.Traitement thermique:

À Travers diverses bibliographies relatives aux composites Fibre végétale et matrice cimentaire, nous avons choisi le traitement thermique courant. Ce traitement consiste à faire bouillir le Diss dans un récipient Quatre heures, puis égoutter et rincer abondamment à l'eau pour éliminer substance Organique [20].

II .1.3.Méthodes physiques de modification de la surface:

Les méthodes physiques peuvent provoquer des changements dans les propriétés structurelles et surface des fibres de cellulose. Ces méthodes comprennent le calandrage, Étirement, traitement thermique. Ces techniques ne causent pas demodifications chimiques. Dans Ce qui suit on cite quelques techniques très répandus pour le traitement physique des fibres végétales [21].

II .1.3.1.Le Traitement au Plasma:

Le traitement au plasma est une autre méthode de traitement physique, similaire au traitement corona. La méthode exploite les propriétés du plasma pour induire des changements à la surface du matériau. Selon le type et la nature du gaz utilisé, diverses modifications de surface sont possibles. Des radicaux libres et des groupes réactifs peuvent être générés, l'énergie de surface peut être augmentée ou diminuée et une réticulation de surface peut être introduite. Le traitement au plasma entraîne le développement d'une hydrophobicité dans les fibres.

Cependant, parmi tous les composites de fibres traitées, la résistance à la flexion des composites préparés avec les fibres traitées au plasma pendant 10 min n'a augmenté que d'environ 14 % par rapport aux composites de fibres d'origine [22] , [23].

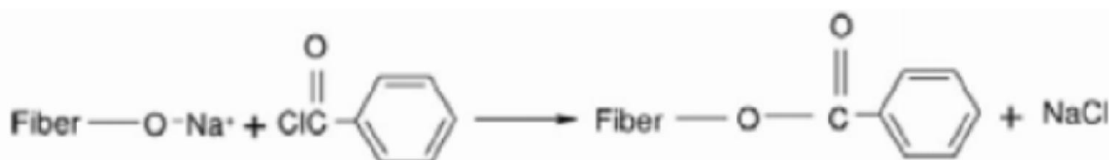
II .1.3.2.Les Agents de couplage:

La surface de la fibre est traitée avec des composés qui forment des ponts de liaison chimique entre la fibre et la matrice. Les agents de couplage sont divisés en trois groupes: organiques, inorganiques et organiques-inorganiques. Les plus couramment utilisés sont les iso cyanates, les silanes et les copolymères-anhydrides modifiés comme le polypropylène greffé anhydride maléique (PP-g-AM) et l'anhydride acétique [24].

II .1.3.3.La Copolymérisation par Griffage:

La méthode la plus courante. Le procédé consiste à greffer le copolymère sur les fibres en surface, formant ainsi une zone active. Pour réaliser Ce greffage, on utilise du polypropylène anhydride maléique (MAH-PP), de l'acylation ou du titanate. Le greffage est autorisé car le groupe benzoyle (C₆H₅-CO-) va réagir avec les groupes hydroxyle (OH) de la fibre, réduisant ainsi l'hydrophile de la fibre traitée. Une réaction chimique se produit alors entre ces copolymères squelettes et la matrice polymère. [25] Les techniques traditionnelles de greffe de fibres végétales demandent beaucoup de temps et d'efforts. Le greffage sous irradiation micro-ondes s'est avéré le meilleur en termes de temps et de rentabilité [26].

Le pré-trempe dans une solution de NaOH nécessite 30 minutes pour activer les groupes hydroxyle de la cellulose et de la lignine dans les fibres, suivi d'une filtration et d'un lavage à l'eau (équation 8)



Équation. II .8. Réaction possible entre cellulosique –OH et le chlorure de benzoyle**II .1.4.L'extraction:**

L'extraction est utilisée pour extraire sélectivement un ou plusieurs composés d'une substance Mélangé initial, basé sur les propriétés chimiques ou physiques. Utilisation humaine de colorants, parfums, fragrances et extraits de produits La nature depuis des temps immémoriaux, à travers différentes technologies :

- **Filtration** : les humains utilisent des lits de sable ou de mousse depuis la préhistoire Rend l'eau boueuse (pleine de boue) claire (claire et transparente).
- **Le pressage**: Consiste à exercer une pression sur une orange pour obtenir le jus, ou à écraser des fleurs pour extraire les arômes.
- **L'enfleurage**: Est une forme d'extraction utilisée en parfumerie. Il repose sur le pouvoir d'absorption d'une huile essentielle par les corps gras. Par exemple, les fleurs fragiles sont posées sur des cadres enduits de graisse animale très pure et inodore qui absorbe le parfum des fleurs au contact; en fin de séchage, les graisses sont imprégnées de substances odorantes.
- **La décoction**: Cette méthode est très ancienne. Elle consiste à chauffer la racine ou l'écorce d'une plante avec de l'eau; jusqu'à ce que cette dernière soit bouillante et les constituants se dissolvent.
- **L'infusion**: Elle consiste à verser de l'eau bouillante sur des plantes (les feuilles ou les fleurs) finement broyées puis les laisser tremper pour dissoudre leurs principes actifs.
- **La macération**: Consiste à laisser séjourner à froid un solide dans un liquide pour en extraire les constituants solubles dans Ce liquide.
- **L'extraction par solvant**: C'est un procédé qui permet d'extraire des composés qui ne peuvent pas l'être avec de l'eau.
- **L'entraînement à la vapeur ou l'hydro distillation**: Cette technique date de l'Egypte ancienne. Elle consiste à extraire les parfums des plantes (huiles parfumées ou huiles essentielles) par de la vapeur d'eau.

Nous ne pourrions appliquer que les méthodes d'extraction par hydrodistillation ou bien par solvants, l'enfleurage étant trop long et coûteux en matière première (pour un litre d'absolu de jasmin, il faut compter un tonne de fleurs)[27].

II .1.4.1.Définition:

L'extraction consiste à transférer un composé d'une phase à une autre:

- D'une phase liquide à une autre phase liquide.
- D'une phase solide à une phase liquide.

C'est une opération qui consiste à séparer certains composés d'un organisme (animal ou végétal) selon diverses techniques [27].

II .1.4.2.Intérêt de l'extraction:

Le but de l'extraction est d'isoler une ou plusieurs molécules à partir d'un organisme. Ainsi, la découverte de nouveaux médicaments peut passer par l'étude de ces substances naturelle et si une molécule se trouve être performante dans un domaine précis, elle pourra faire l'objet d'une commercialisation sous forme de médicament [27].

II .1.4. 3. Typesd'extraction:

II .1. 4. 3.1.Extraction liquide-liquide:

L'extraction liquide-liquide est l'une des techniques de préparation d'échantillons les plus anciennes. C'est une opération fondamentale de transfert de matière entre deux phases liquides non miscibles, sans transfert de chaleur. Cette technique permet d'extraire une substance dissoute dans un solvant, à l'aide d'un autre solvant, appelé solvant d'extraction, dans lequel elle est plus soluble. Le solvant initial et le solvant d'extraction ne doivent pas être miscibles.

L'extraction liquide-liquide est réalisée par le contact intime du solvant avec la solution dans des appareils destinés à mélanger les deux phases (ampoules, colonnes, mélangeurs). La séparation des phases s'obtient par décantation gravimétrique ou centrifuge [27].

II .1. 4. 3. 1. A. Principe de l'extraction liquide-liquide:

L'extraction liquide-liquide est l'une des opérations les plus pratiquées dans un laboratoire de chimie organique. Elle consiste à transférer un composé d'une phase aqueuse à une phase organique ou inversement, en utilisant pour cela deux solvants (l'un aqueux et l'autre organique), non miscibles, mis en contact intime. En pratique, cette extraction est une étape de préparation d'échantillons très utilisée présentant de multiples inconvénients lorsqu'elle est pratiquée avec une ampoule à décanter:

- Multiplication des étapes d'extraction pour obtenir un rendement optimum.

- Utilisation d'importants volumes de solvants organiques dont les coûts de recyclage deviennent de plus en plus chers.
- Difficulté d'émulsion qui ne permet pas la récupération de 100% de l'extrait.
- Traces d'éluant dans le raffinat qui nécessite un traitement supplémentaire de l'échantillon avant l'étape d'évaporation [27].

II .1.4. 3.1. B.Types d'extraction liquide-liquide:

Il existe deux types d'extraction liquide-liquide.

A) Extraction liquide-liquide discontinue :

Elle est réalisée grâce à des ampoules à décanter. Il existe plusieurs modèles d'ampoules à décanter (schéma.2). Celles ayant la tubulure au-dessus du robinet sont les plus utilisées, car elles permettent de mieux visualiser l'interface et donc de mieux séparer les deux phases[28].



figure. II .3. Les différents types d'ampoule à décanter.

B) Extraction liquide-liquide continue:

Lorsque le produit à isoler est relativement soluble dans la phase à extraire, l'extraction discontinue peut se révéler insuffisante. On peut alors utiliser une méthode d'extraction en continu. Le solvant est recyclé et passe continuellement à travers la solution à extraire.

- Il faut avant tout réduire le prélèvement en fines particules ce qui favorise l'action du solvant en augmentant la surface de contact.
- Il est possible de procéder en continu ou effectuer des phases successives d'extractions suivies de filtration ou de centrifugation [27]

II .1.4.3.2.Extraction solide-liquide:

IL s'agit d'extraire une substance présente dans un solide pour la faire passer dans un solvant. Les cas les plus simples correspondent à la décoction, l'infusion et la macération. En chimie organique, on utilise parfois un appareil plus efficace, le kjeldahl qui fonctionne en continu [28]

Pratiquement, il est impossible de dissoudre un seul composé, d'autres constituants de la phase solide ont été entraînés avec lui, quel que soit le solvant utilisé .En laboratoire de chimie organique, on utilise parfois des appareils plus efficaces, les extracteurs de Soxhlet et de Kumagawa, qui fonctionnent en continu [28].

II .2.Méthode extraction:

Le processus d'extraction consiste à extraire des faisceaux de fibres de la tige récoltée. Selon la littérature, l'extraction des fibres végétales peut être effectuée par un procédé mécanique, biologique, chimique ou par Combinaison entre les trois méthodes [29].

II .2 .1.L'extraction chimique:

Plusieurs méthodes basées sur la séparation chimique de la cellulose des autres composants non cellulosiques. Elles permettent d'éviter les inconvénients de l'extraction mécanique, et surtout un gain de temps et d'énergie considérables. Dans cette section, nous présentons les principales méthodes d'extraction chimique des fibres végétales [30].

II.2.1.1. Procédé Kraft:

Ce procédé alcalin visant à éliminer la lignine, les pectines et les hémicelluloses sous l'action d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) et de sulfure de sodium (Na₂S), ce dernier est un réducteur, il protège la cellulose et évite son oxydation [31].

II.2.1.2. Procédé au bisulfite :

Le procédé au bisulfite permet de séparer la lignine des fibres de cellulose en utilisant divers sels de l'acide sulfureux, les sels utilisés dans le processus de réduction sont en fonction du pH: des sulfites (SO₃²⁻) ou bisulfites (HSO₃⁻) [31].

II.2.1.3. Procédé acide:

Les composants non cellulosiques sont éliminés par l'action d'un acide de préférence fort tel que l'acide sulfurique qui transforme la lignine en acide lignosulfonique soluble, ou l'acide Chlorhydrique qui grâce à ses ions chlorates, forme des chlorolignines solubles dans l'hydroxyde de sodium [32].

II.2.1.4. Procédé Soude-Anthraquinone:

Le procédé Soude-Anthraquinone ou Kraft-Anthraquinone utilise un catalyseur tel que les composés quiconque dont fait partie l'anthraquinone, de ce fait le temps de cuisson peut être réduit et le rendement en pâte augmenté, les propriétés de ces pâtes sont comparables à celles des pâtes kraft [32].

II.2.1.5. Procédé à la soude:

Ce procédé n'utilise que la soude NaOH pour dissoudre les substances non cellulosiques telles que la lignine, la pectine et l'hémicellulose ainsi que les différents constituants formant la réserve et la paroi extérieure de la tige de plante [32].

II .2.2.l'extraction mécanique:

Ce procédé peut être effectué manuellement ou à l'aide d'une machine, dans le cas du Bambou les méthodes utilisées sont les suivantes:

a) La méthode manuelle

Généralement les fibres sont séparées par l'utilisation d'un couteau, et d'un peigne après d'être battus [33].

b) Méthode par laminage ou pressage

Par l'écrasement sous presse ou par laminage ou encore par combinaison des deux traitements, les fibres sont détachées les unes des autres. Ceci est répété plusieurs fois de suite jusqu'à ce que les fibres soient le plus possible séparées [34].

II .2.3.L'extraction biologique:

II. 2. 3. 1. Le rouissage à terre:

Il consiste à étaler les tiges (de lin par exemple) dans un champ après sa récolte, à fin de bénéficier de l'action combinée du soleil et de la pluie ce qui va favoriser le développement de microorganismes capables de dissocier les éléments non cellulosiques de la partie fibreuse de la plante par élimination des liaisons qui les relient ensemble [32].

II. 2. 3. 2. Le rouissage à l'eau :

Ce type de rouissage basé sur que les tiges est plongé dans l'eau pendant plusieurs jours. pour les soumettre à l'action de bactéries anaérobies [32].

II. 2. 3. 3. Par action microbienne :

Le principe repose sur l'utilisation des microbiens (les bactéries, les protozoaires et les champignons) capables de dégrader les composants non celluloses présents dans les tiges ou les feuilles des plantes pour libérer les fibres [35].

II.2.4.L'extraction combine

Ce procédé d'extraction consiste à la combinaison de plusieurs procédés d'extraction des procédés cités auparavant, pour avoir des fibres de meilleures qualités. Les types d'extractions choisis dépendent de plusieurs facteurs, entre autre le type de plante et les qualités voulues [36].

Les Référence :

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

[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] Mohanty, A., M. Misra, and L.T. Drzal, *Surface modifications of natural fibers and performance of the resulting biocomposites: an overview*. *Composite interfaces*, 2001. **8**(5): p. 313-343.

[4] Agrawal, R., et al., *Activation energy and crystallization kinetics of untreated and treated oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites*. *Materials Science and Engineering: A*, 2000. **277**(1-2): p. 77-82.

[5] Jähn, A., et al., *Characterization of alkali treated flax fibres by means of FT Raman spectroscopy and environmental scanning electron microscopy*. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 2002. **58**(10): p. 2271-2279.

[6] Ray, D., et al., *Effect of alkali treated jute fibres on composite properties*. *Bulletin of Materials Science*, 2001. **24**(2): p. 129-135.

[7] Mishra, S., et al., *Graft copolymerization of acrylonitrile on chemically modified sisal fibers*. *Macromolecular materials and engineering*, 2001. **286**(2): p. 107-113.

[8] Bogoeva-Gaceva G; Avella M; Malinconico M; Buzarovska A; Grozdanov A, Gentile G. [Natural Fiber Eco-composites](#), *Polymer Composites*, 2007, 28, 98-107.

[9]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.

[10]fengel,D. ; Wegener, G. Wood : « [Chemistry, Ultrastructure, Reactions ; Walter de Gruyter et Co](#) ». : Berlin,Germany,1983 .

[11] G.H.D. Tonoli, U.P. Rodriguez Filho b, H. Savastano Jr. c, J. Bras d, M.N. Belgacem d, F.A. Rocco Lahr

“Cellulose modified fibres in cement based composites”, Composites: Part A 40 2046–2053.2009.

[12].M.S. Sreekala. « **Oil palm fiber reinforced Phenol Formaldehyde Composites: Influence of fiber Surface modifications on the Mechanical Performance** ». Applied Composite Materials., Vol.7, 2000, pp.295-329.

[13].A. P. Haseena, G. Unnikrishnan et G. Kalaprasad« **Dielectric properties of short sisal/coir hybrid fiber reinforced natural rubber composites**». Composite Interfaces., Vol.14, n07-9, 2007,pp.763-786.19.

[14].P. A. Sreekumar« **Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding** ».Composites: Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 40,2009, pp. 1777-1784.

[15]Formation Matériaux - Essais mécaniques : Dimensions des éprouvettes pour essais de traction selon les normes : Thermoplastiques et thermodurcis Dimensions of specimens for tensiletestingaccording to standards: Thermoplastiques and thermosets.

[16]Kumar,K.A,Sudhanan,S.M. ,Kumar.,G.R.(2017).A STUDY ON PROPERTIES OF NATURAL FIBRES-A Review,1343

[17]Li,X.,Tabil,L.G. ,&Panigrahi,S(2007).chemical traitements of natural fibre for use in natural fibre reinforced composittes :A review.Journal of Polymers and the Environment,15(1),25-33Doi,10.1007/s10924-006-0042-3

[18]SusheelKalia, B.S. Kaith, Inderjeetkaur,« [Pretreatments of natural fibers and their application asreinforcing 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 AngewandteMakromolekulareChemie](#) »,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] Y.Lamia, "[Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales \(Diss\)](#)", mémoire de magister, 2011.

[22] Faruk, A., Fink, H.p., & Sain. (2012). Bio composites reinforced with naturel fibres : 2000-2010. *Progresse in polymère science*, 37(11) 1552-1596.

[23] Faruk, A., Fink, H.p., & Sain. (2012). Bio composites reinforced with naturel fibres : 2000-2010. *Progresse in polymère science*, 37(11) 1552-1596.

[24] Formation Matériaux - Essais mécaniques : Dimensions des éprukoruvettes pour essais de traction selon les normes : Thermoplastiques et thermodurcis Dimensions of specimens for tensile testing according to standard co :

Thermoplastiques and thermosets.

[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 microwve radiation induced graft copolymers and their applications as reinforcing material in phenolic composites](#) ». *Polymer Composites*, 29(7) : 791_797 .

[27] <http://www.biolineaires.com/articles/dossier/975-conservation-par-sechage.html>

[28] D . BENABDALLAH Hassiba ; « [techniques d'extraction , de purification et de conservation](#) », Univ-ferhat

Abbas de sétif , 2015-2016 p : 14_19

[29] Kalia S. [Lignocellulosic Composite Materials](#): Springer; 2017.

[30] Hafida, B., *étude de l'effet du traitement chimique des fibres de palmier dattier sur le comportement mécanique du béton polymère*, 2014, université de M'sila.

- [31] Meirhaeghe, C. and H. Bewa, *Évaluation de la disponibilité et de l'accessibilité des fibres végétales à usages matériaux en France*. Étude FRD subventionnée par l'ADEME, 2011.
- [32] Dallel, M., *Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil*, 2012, Université de Haute Alsace-Mulhouse.
- [33] Murali Mohan Rao K., Mohana Rao K., 2007. Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo. *Compo. Struc.* 77: 288-295.
- [34] Tokoro R., Minh Vu D., Okubo K., Tanaka T., Fujii T., Fujiura T., 2008. How to improve mechanical properties of polylactic acid with bamboo fibers. *J. Mater Sci.* 43: 775-787.
- [35] Msahli, S., *Etude du potentiel textile des fibres d'agave americana L*, 2002, Mulhouse.
- [36] D. Gay. *Matériaux composites*, 5^{ième} édition ed, 2005

- [31] Meirhaeghe, C. and H. Bewa, *Évaluation de la disponibilité et de l'accessibilité des fibres végétales à usages matériaux en France*. Étude FRD subventionnée par l'ADEME, 2011.
- [32] Dallel, M., *Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil*, 2012, Université de Haute Alsace-Mulhouse.
- [33] Murali Mohan Rao K., Mohana Rao K., 2007. Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo. *Compo. Struc.* 77: 288-295.
- [34] Tokoro R., Minh Vu D., Okubo K., Tanaka T., Fujii T., Fujiura T., 2008. How to improve mechanical properties of polylactic acid with bamboo fibers. *J. Mater Sci.* 43: 775-787.
- [35] Msahli, S., *Etude du potentiel textile des fibres d'agave americana L*, 2002, Mulhouse.
- [36] D. Gay. *Matériaux composites*, 5^{ième} édition, 2005

Chapitre III

Matériaux et méthodes expérimentales

III.1.Introduction :

L'utilisation des fibres végétales nécessite de bons et excellents matériaux composites pour connaître les propriétés physiques et chimiques de ces matériaux.

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

III.2. Matériaux utilisées:

III.2.1.Fibre de cynodon:

Le cynodon est une plante très existé, le fibre de cynodon contient des constituants organique, le traitement de ces fibres permet de découvrir des utilisations nouvelles et avancées dans plusieurs domaines, notamment le domaine industriel, qui est une nouvelle porte d'entrée vers plusieurs tâches.

Pour ce qui suit, la plante est extraite de l'état de M'sila, la commune de Tar Moun



FigIII.1.Les fibre de cynodon.

III.2. 2.Les produits chimiques utilisés :les care stérique essentielle

des produits **tableau .III.1.** les caractérisés des produits chimiques utilisée s chimiques utilisés dans le traitement et présentées dans le tableau.III.1.

	Formule	Point d'ébullition	Masse molaire	Point de fusion	Densité

Solution : phénolphtaléine L'eau distillée Ethanol	C ₂₀ H ₁₄ O ₄ C ₂ H ₅ OH	557.8°C 78.37°C	318.32g/mol 46.07g/mol	260°C -114.1°C	1.28g/cm ³ 789kg/m ³
Acides : Acides acétique Acide sulfurique	C ₂ H ₄ O ₂ H ₂ SO ₄	118°C 337°C	60.052g/mol 98.079g/mol	16.6°C 10°C	1.05g/cm ³ 1.83g/cm ³
L'hydroxyde de sodium L'hydroxyde de potassium	NaOH KOH	— 1.357°C	39.99g/mol-1 56.105g/mol	318°C 360°C	2.13g/cm ³ 2.12g/cm ³
Sels : Chlorite sodium	NaClO ₂	101°C	74.44g/mol	18°C	1.11g/cm ³
Les oxydant : Permanganate de potassium	K ₂ MnO ₄	270°C	118.94 g.mol-1	100°C	2.703g/cm ³

III.3. Mesure de la teneur en cendre des fibres:

La teneur en cendre des fibres végétales est le pourcentage des matières minérales contenues dans le matériau. 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.

Après la calcination, 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 :

$$MM = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0) \times 100 \dots (1)$$

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 cyno don après Calcification.

four l'échantillon dans le four



Fig.III.2.Traitement thermique

III.3.1. Eau et les matières volatiles:

La quantité d'eau et de substances volatiles est déterminée selon une norme française, qui représente la masse perdue qui résultant du séchage de l'échantillon dans une étuve à 105°C jusqu'à ce que son poids soit stable. Nous le désignons par le symbole H, il exprime la quantité d'eau et de substance volatiles en poids et il peut être calculé par la relation :

$$H = (m_1 - m_2) / (m_1 - m_0) \times 100 \dots (2)$$

m_0 : la masse de crossé vide

m_1 : la masse de crossé avec la masse de cynodon avant de séchage

m_2 : la masse de crossé avec la masse de cynodon après de séchage

et exprime aussi le pourcentage du poids de la quantité du matière

$$MS = 100 - H = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0) \times 100 \dots (3)$$

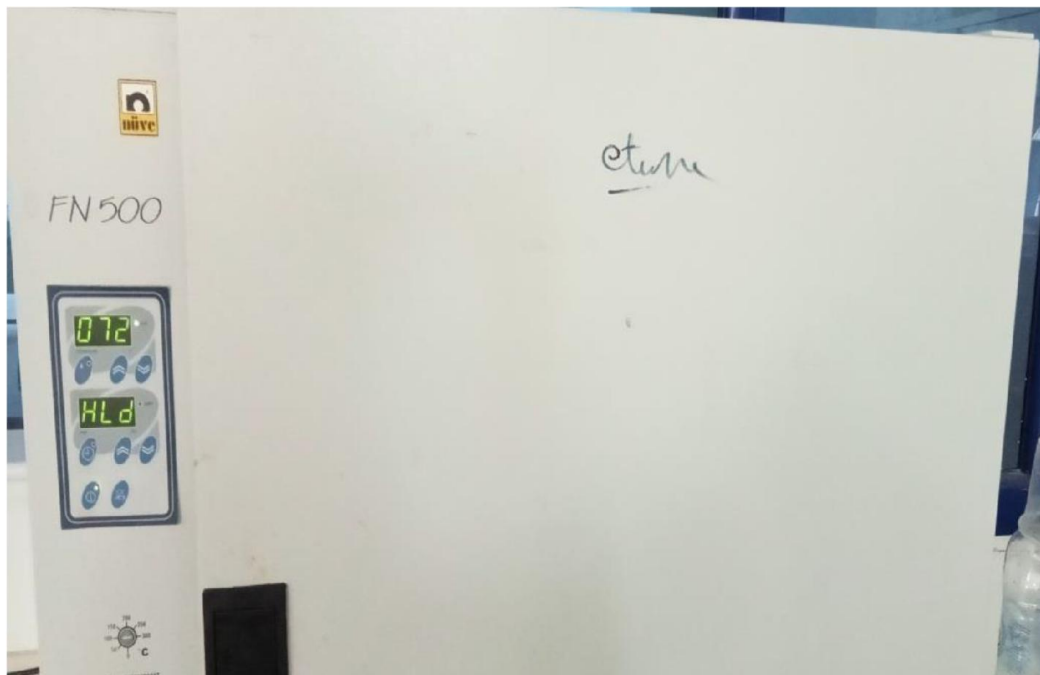


Fig.III.3.Étuve

III.3.2. Quantité de matière organique:

La différence entre la masse des matières sèches et la masse des matières minérales, équivaut à la masse des matières organique que l'on définit par le symbole (MO) et exprimée en pourcentage en poids, exprimé par la relation suivante :

$$MO=MS-MM.....(4)$$

III.4. Méthodes expérimentales:

II.4.1.l'extraction :

On préparer les fibres végétales du fibre de cynodon premièrement par génie puis purification, puis la nettoyage suivie. Ensuite, nous faisons le processus de concassage par un protocole d'extraction.



Fig.III.4.cynodon

III.4.1.1. Prétraitement des fibres:

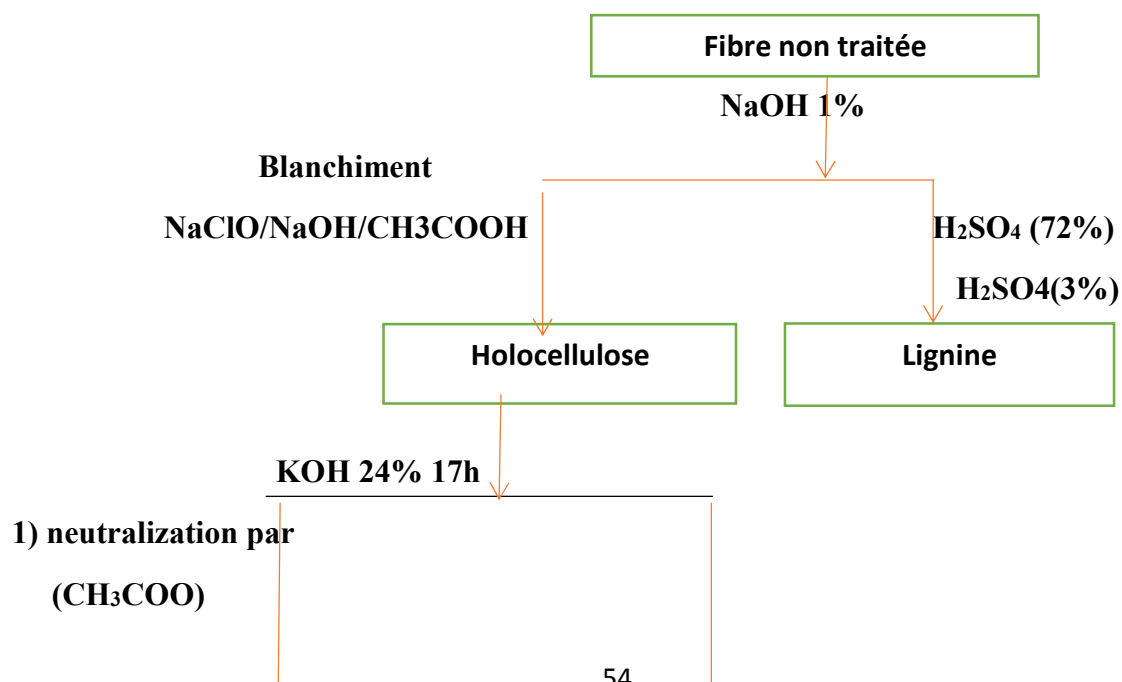
Le but de ce traitement est l'élimination des graisses qui se trouvent sur les surfaces des fibres, on pose 5g de cynodon dans un bécher de 500ml contenant 1l de NaOH durée 2h.



Fig.III.5. Fibre de cynodon traitée

C12: cynodon traitée de concentration 1 en 2 heures.

La proportion de composants fibreux est déterminée selon le protocole Clazone indiqué sur la figure



2) En remuant

Fig.III.7.Protocole de clazone.

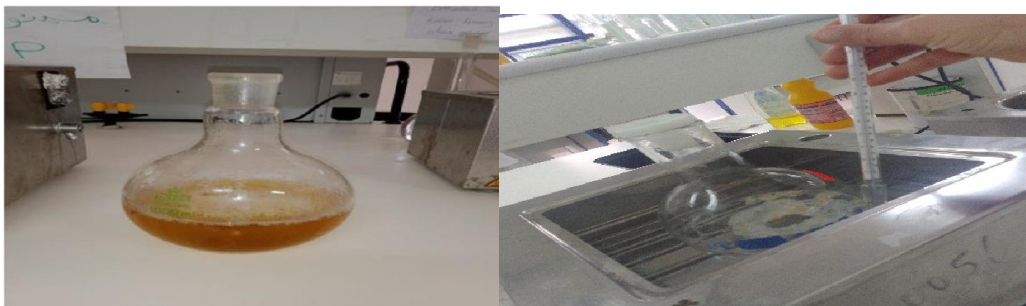
III.4.1.2.Extraction de Holocellulose:

Holocellulose est surnom de deux substitutions cellulose et hémicellulose qui sont extraies par deux étapes essentielles, la première étape est par NaOH puis par Blanchiment pour obtenir Holocellulose, et après on fait l'extraction des substitutions par la différence de la solubilité.

III.4.1.2.1.Extraction par NaOH:

en pose 10g d'échantillon (cynodon) en l'eau durée 2h puis on séchons après on faire une filtration.

On pose l'échantillon en fiole contient 1L de NaOH après on pose en bain marré sous degré 80°C Durée 2h, on filtrer le produit et on lavées par l'eau distillé jusque neutralisation (on répéter 2 fois)



la filtration

Solution en bain marie

Fig.III.8.Les étapes d'extraction de NaOH.

III.4.1.2.2.Blanchiment:

On blanchiment l'échantillon qui est obtenir à partir l'extraction par NaOH(couleur marron).

On utilise réactifs au chlore comme l'eau de javel et solution tampon acide de (27g de soude dans 50ml d'eau distillé ajouter en solution de (H₂O/Tampon acétique/Naclo) (1:1:3), on faire le traitement sous degré 80°C durée 2h puis le produit se filtrer et laver par l'eau jusqu'éditer. On répéter ça 2 fois juste obtenir une pâte Ballanche nommée Holocellulose.



La solution en bain marrée Holocellulose

Fig.III.9.Extraction de la Holocellulose.

III.4.1.3.Extraction de cellulose:

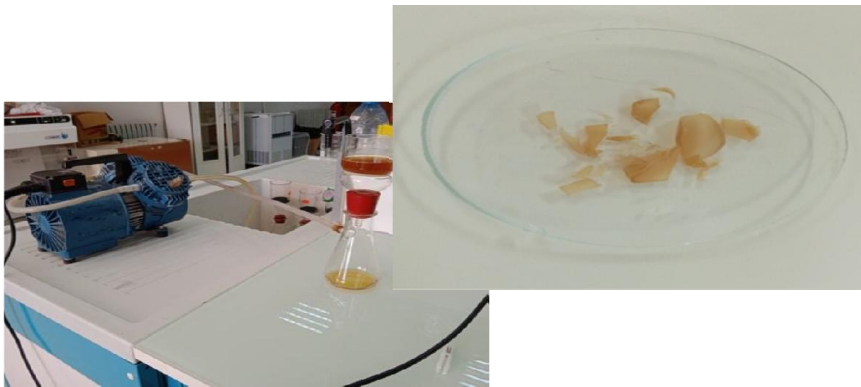
Cette manière basée sur la différence de solubilité entre hémicellulose et cellulose en milieu basic, on prendre la quantité qui est obtenue par la Holocellulose et on dissoudre en KOH (24 wt%),la mélange reste sous l'agitation durée 17h puis on filtrer la pâte et suivre lavée jusqu'à élimination totale de surplus NaOH ,par neutralisation de PH, puis lavée Par acide acétique diluée puis par l'éthanol, on obtient Cellulose.



Fig.III.10. La cellulose**III.4.1.4. Extraction de Hémicellulose:**

Le filtrat obtenue à partir d'extraction de cellulose se neutraliser par acide acétique (50wt%)Émulsifiant agite durée 30 minute.

La solution traitée avec une petite quantité d'acide acétique 50 puis on agitions, filtrons et lavée par l'éthanol, on obtient Hémicellulose, séché et pesé.



filtration de Hémicellulose par la pompe

Hémicellulose

Fig.III.11.L'extraction de Hémicellulose**III.4.1.5.Extraction de lignine:**

La lignine est extraite en utilisant la méthode Clason, en suivant les étapes indiquées dans la figure nous plaçons 10 g de l'échantillon de cynodon (dans 113ml d'acide sulfurique) 75wt pendant deux heures (température normale 25 ° C) puis on ajoute 113ml de Pulsation de soufre (% poids 3), appliquée immédiatement après l'ajout d'un reflux à distillateur pendant 6 heures sous la température de 100 ° C (Fig. III.12.)

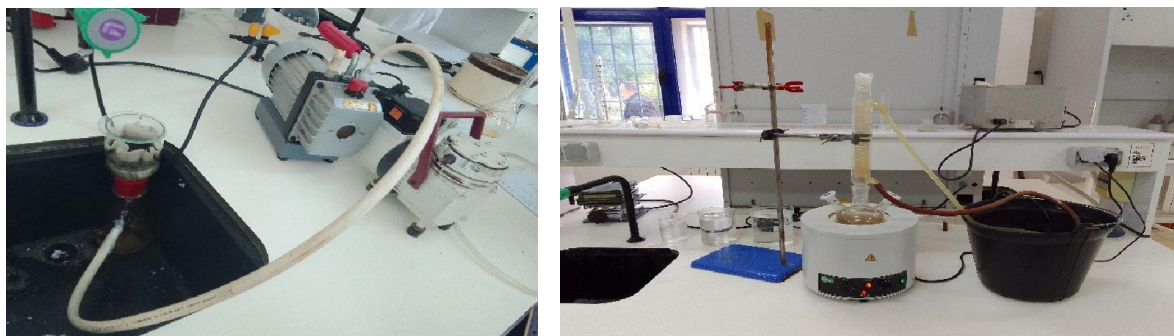


Fig.III.12. Extraction de lignine

Nous laissons le mélange obtenu pendant une nuit. On filtre le produit, on le laisse sécher à l'air, le produit obtenu est lavé à l'eau Chaud plusieurs fois, puis laissez-le dans l'étuve à 105 ° C.

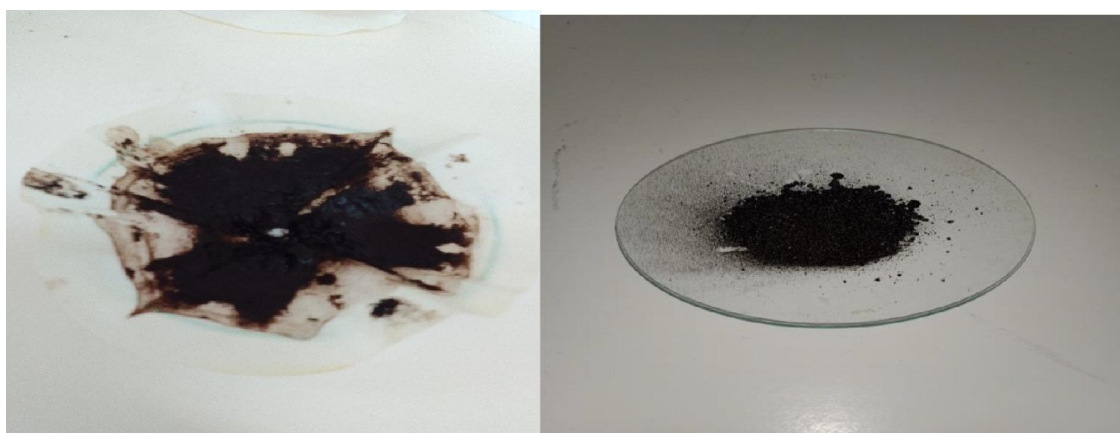


Fig.III.13. La lignine

III.4.1.6. Extraction des graisses:

On pose 5g de cynodon dans dichlorométhane durée 24h, puis on faire la filtration,

Puis la vaporisation par rota vapeur, après Peser le sédiment obtenu.

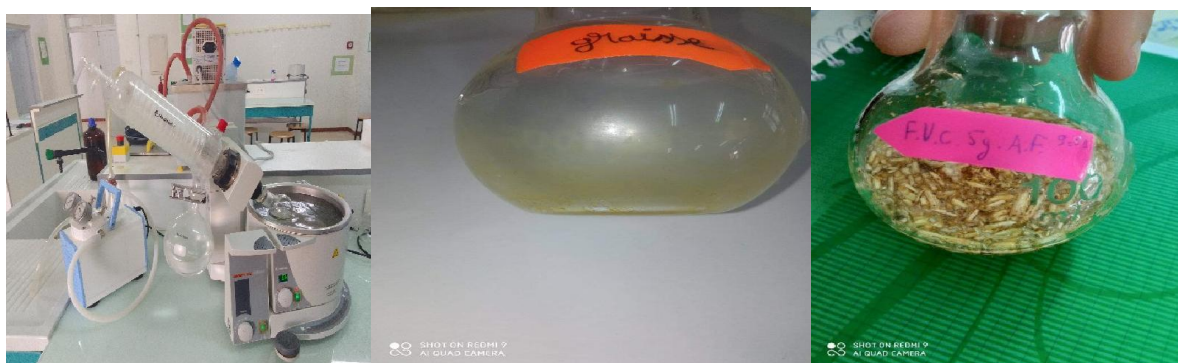


Fig.III.14. les étapes de l'extraction des graisses.

III.4.2. Traitement chimique:

Préparation de la solution NaOH

Nous dissolvant de l'hydroxyde de sodium dans de l'eau distillée à l'aide d'un agitateur, les fibres des cynodon sont traitées avec une solution de NaOH à concentration de 2%, 4%, 6%, 8% durant une 4h.



Fig.III.15. Préparation de la solution NaOH

Les fibres sont traitées avec des solutions de NaOH à différentes concentrations (2, 4, 6, et 8%). Après traitement, les fibres sont rincées et lavées à l'eau distillée, les traces de NaOH sont neutralisées 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.

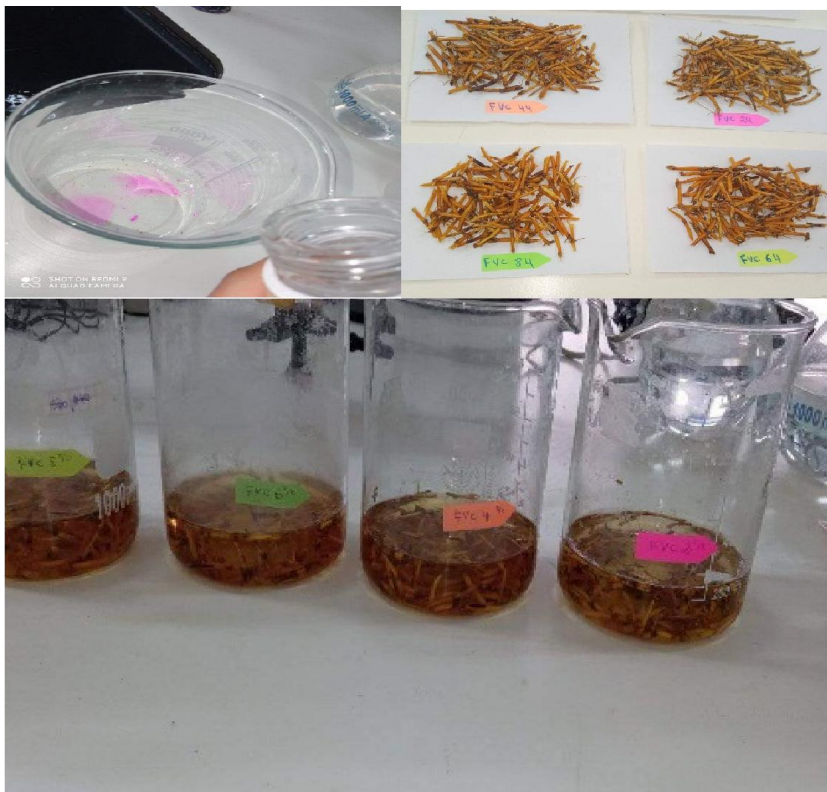
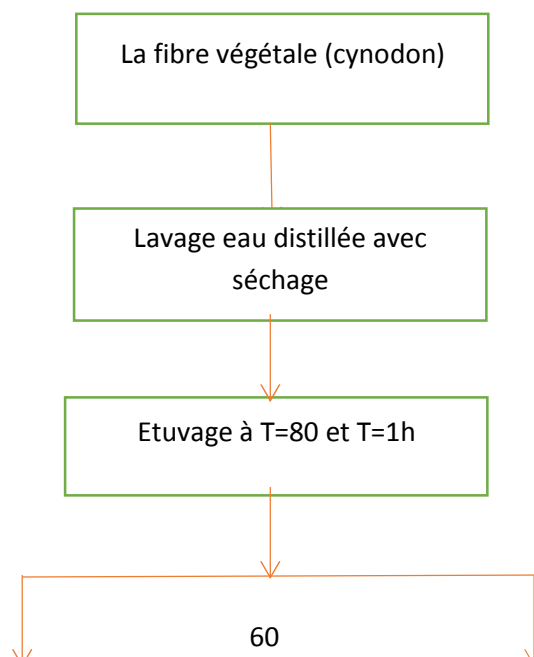


Fig.III.16.Traitement chimique par NaOH sur les fibres végétales de cynodon.

• **Organigramme:**



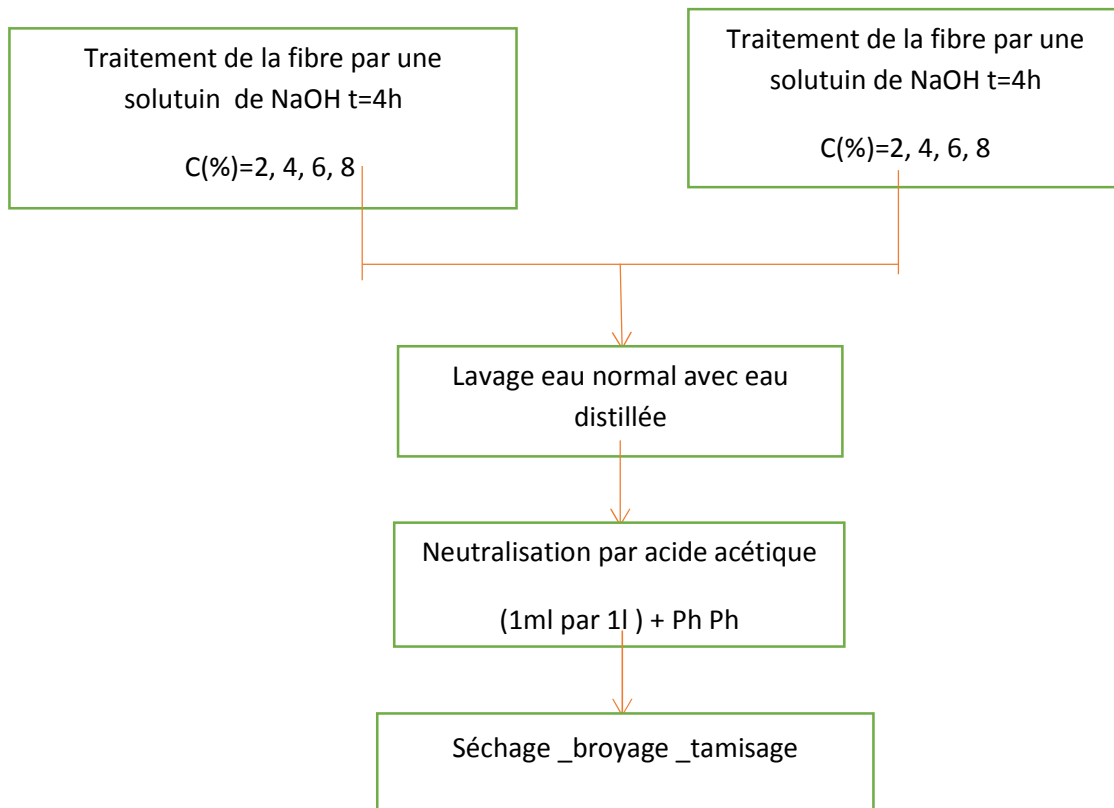


Fig.III.17. Plan de travail expérimental

III .5: Les appareils utilisées:

III.5.1.La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR):

La source de rayonnement Infra Rouge provient d'un corps solide incandescent qui émet un spectre continu de radiations IR (2,5 à 25 μm \rightarrow 4000 –400 cm^{-1}). Le rayonnement IR transmis par l'échantillon est reçu par le détecteur après avoir été codé par un interféromètre de Michelson (substitut du monochromateur des spectromètres dispersifs) [1].Le principe de base d'un spectromètre IR à Transformée de Fourier peut être représenté schématiquement par un

Interféromètre de Michelson (Figure.III.18.):

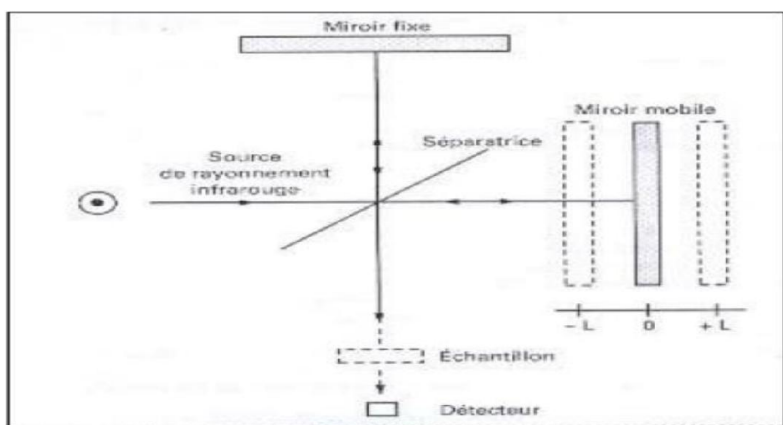


Fig.III.18. Représentation schématique du spectromètre à transformée de Fourier

Le spectre enregistré par le spectromètre IR à TF, est fonction de la fréquence du rayonnement incident (exprimé en nombre d'ondes cm^{-1}). On peut enregistrer des spectres en transmission ou en réflexion. Un échantillon sous forme solide, liquide visqueux ou film peut être analysé directement.



Fig.III.19. Spectromètre IR à TF (ATR)(8300)

Pour suivre une cinétique de réaction de photo-polymérisation, il est judicieux d'utiliser des plaques de NaCl entre lesquelles on place une petite quantité de la solution réactive, dans ce cas on doit enlever le dispositif d'échantillonnage ATR pour placer directement le porte échantillon contenant les lamelles NaCl (Figure.III.20).

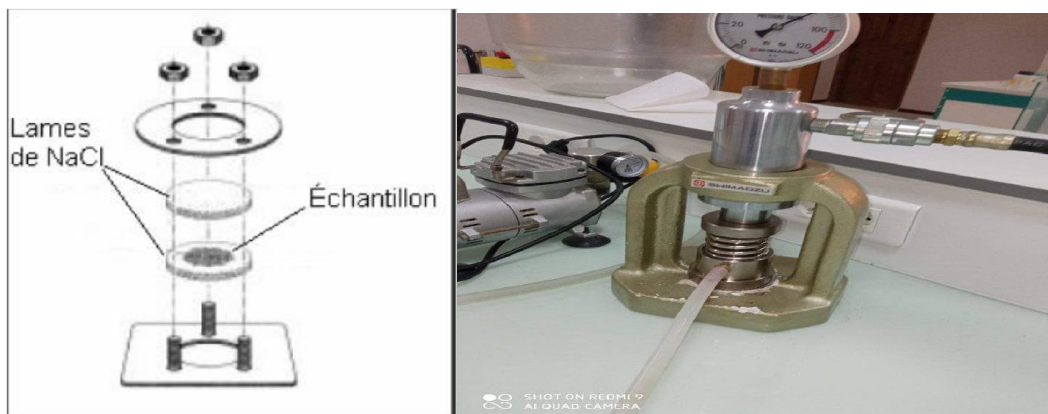


Fig.III.20. Dispositif d'échantillonnage avec des lames NaCl

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. Diffraction des rayons X :

La diffraction de rayon X (DRX) est une technique essentielle pour la détermination de la structure atomique est l'étude du cristallinité des phases solides. Cette méthode reste jusqu'à présent la plus utilisée et la plus précise, il est basé sur le fait que chaque structure cristalline est caractérisée par son propre spectre de diffraction. Le principe de cette méthode (DRX) est basé sur la loi de Bragg.

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

θ : est la moitié de la déviation

n : est un nombre entier appelé «ordre de diffraction».

D_{hkl} : distance entre 2 plans d'indice de Miller hkl en A

Il consiste à l'enregistrement en intensité des raies (rayons) diffractées par un échantillon selon l'angle entre les raies (rayons) incidents et l'échantillon sur le support. Selon cette loi, on peut ainsi associer chaque sommet avec un plan atomique imaginaire. Ces plans peuvent être indiqués par les indices de Miller (hkl). On peut ainsi de la même façon associer ces indices (hkl) avec les sommets de diffraction. C'est l'indexation des sommets.

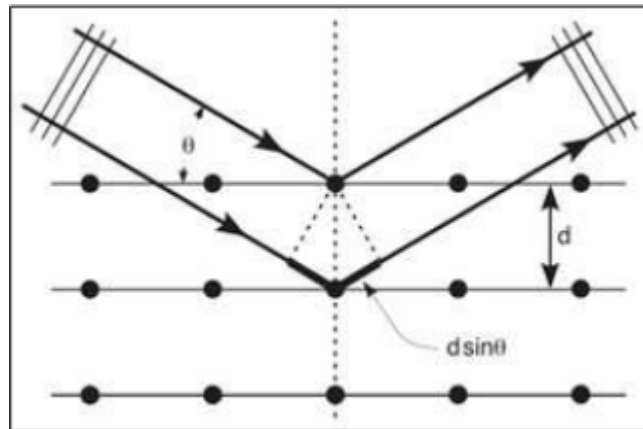


Fig.III.21.Principe de la loi de Bragg

Et afin de vérifier que nous avons testé les échantillons étudiés et calculé le coefficient de cristallisation (%CrI) d'une manière qui sera dite pour tous les échantillons présentés pour une étude

$$CrI = \frac{1002 \cdot IAM}{1002}$$

1002 : Le niveau 002 distingue la phase cristalline et non cristalline

IAM : Distingue les régions amorphes



Fig.III.22.l'appareille de DRX (X' Pert PRO MPD)

III.5.3. L'analyse thermogravimétrique :

L'analyse thermogravimétrique(ATG)est une technique qui consiste en la mesure de la variation de masse d'un échantillon en fonction du temps .pour une température ou un profil de donnée Une telle analyse suppose une bonne précision pour les trois mesures masse ,temps et température comme les courbes de variations de masse sont souvent similaires ,il faut les souvent réaliser des traitements de ces courbes afin de promouvoir les interpréter la dérivée de ces courbes montre à quels points ces variation sont les plus

importantes LATG est souvent employée dans la recherche et les essais pour déterminer les caractéristiques de matériaux tels que les polymères pour estimer la cinétique de corrosion à une température donnée pour déterminer les températures de dégradation, l'humidité absorbée par le matériau, la quantité de composés organiques et inorganiques d'un matériau, le point de décomposition d'un explosif et des résidus de solvants.

III.5.4. Analyseurs d'humidité:

- Fonction :
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.

Matériel :

- 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.

Utilisations de l'analyseur d'humidité :

- Mise en marche et arrêt (veille).
- Réglage de la langue.
- Système de commande.
- Menu.
- Saisie de chiffres sur le bloc numérique.
- Saisie de textes et de caractères.
- Défilement de l'affichage.

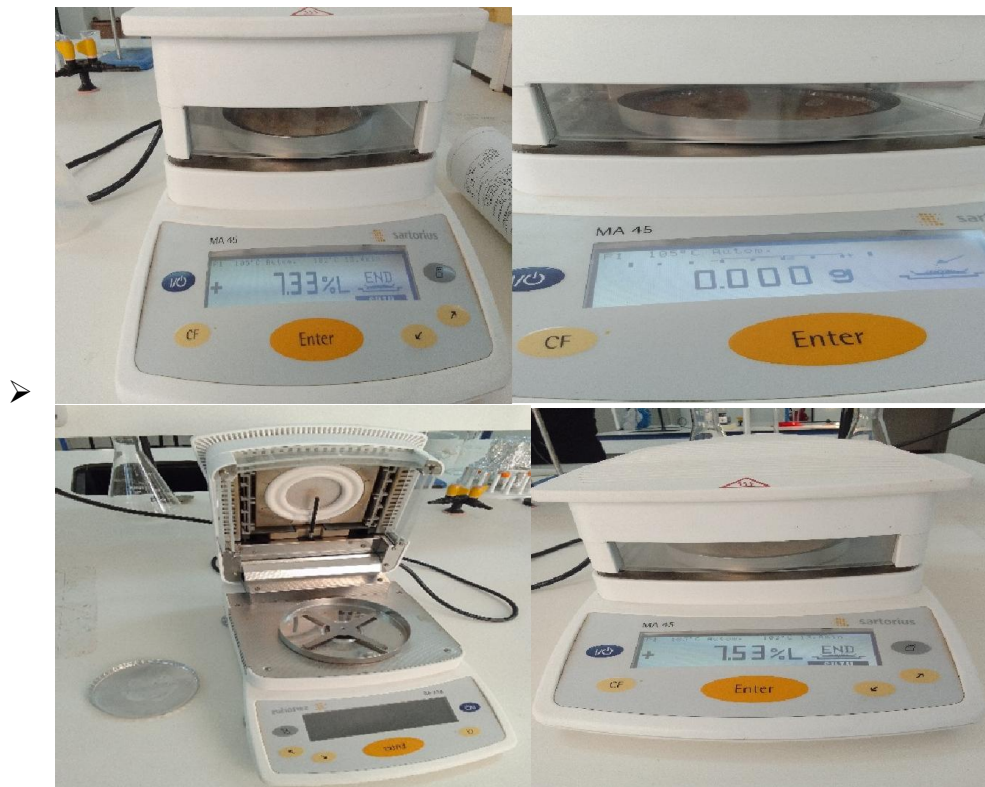


Fig.III.23. Analyseur d'humidité

Les Référence :

[1] N. Chand , M.Fahim , « Tribology of natural fiber polymer Composites », India, 2008, p213

Chapitre IV

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 rassembles les résultats des analyses pour la détermination de la composition chimique de la fibre de cynodon (traitée et non traitée), avec mesuré le taux de la humidité de Chaque fibre

Fibre végétale	Constituant de la fibre de cynodon				
	Matières		Matières minérales (%)	Matières organiques (%)	Humidité (%)
	Masse(g)	sèches (%)			
FVCNT	4.769	82.083	17.916	64.16	/
FVC24	4.982	80.156	19.843	60.31	/
FVC44	5.292	76.787	23.22	53.57	/
FVC64	5.006	73.587	26.412	47.17	/
FVC84	5.441	79.141	20.852	58.29	/

Tab.IV.1. caractérisée de Composition chimique de la fibre de cynodon

On remarque que la quantité de matière organique de fibre non traitée (FVCNT=64.16%) et diminue par rapport à autre fibre traitée par exemple (C84 =58.29%), par ce que il y'a une élimination de lignine et hémicellulose dans les fibres traitées

Et dans Le tableau 2 représente les pourcentages des constituants des matières organiques de la fibre de cynodon :

Les constituants des matières organiques	%
--	---

Cellulose	40
Hémicellulose	9.12
Lignine	70.66
Les graisses	0.4

Tab.IV.2. les pourcentages des constituants des matières organiques de la fibre de cynodon.

Dans le tableau 3 Comprend composants chimiques de certaines fibres végétales :

	cellulose	Hémicellulose	Lignine
Fibre de diss	44.10	15.15	16.80
Fibre de lufa	62	20	11.2
Fibre de Agave	56-43	24-21	9-7
Fibre de sisal	60-65	8-6	5-10

Tab.IV.3.composants chimiques de certaines fibres végétales

Dans toutes fibres végétales contiennent les mêmes composants chimiques (cellulose_ Hémicellulose_ lignine) ; ce dernier a ses propres pourcentages pour chaque fibre.

IV. 1. 1.1. Test FTIR sur les constituants:

La caractérisation des constituants des fibres végétales par FTIR permet de savoir la structure de chaque constituant pour savoir leurs propriétés qui aident à déterminer une manière de traitement pour l'utilisation comme composite polymère.

IV. 1.2. 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. 1. 2. 1. Spectroscopie infrarouge

IV.2.1.2. Test (FTIR) de fibre cynodon avant traitement:

En analysé structure de fibre de cynodon où l'on remarque une large bande dans les limites de 3384,8 cette bande remonte à groupe carboxylique caractérisé par polysaccharide, et une Bande dans les limites 2854 cm et 2923 cm elles correspondent à cellulose+ Hémicellulose, et le groupe c-o élongation est en 1733,9 cm est indiqué l'existence de pectine+ cellulose, on note aussi la présence d'une bande à 1637,5cm, cette dernière correspond à l'eau absorbée. la bande 1245,9 cm indique groupe c-o est signe de l'existence de Hémicellulose. Les groupements carbonyle et carboxylique 1024,1 traduisent l'existence des celluloses.

IV2.2.2. Test (FTIR) de fibre cynodon après traitement

D'après la courbe On observe une large bande ente 3000 cm et 3075 cm, cette bande est due principalement aux groupements OH caractérisation des polysaccharides. Les bandes 2900 cm et 2875 cm correspondents successivement aux polysaccharides et des graisses, des groupements carbonyles C=O 1730 cm traduisent l'existence des hémicellulose et pectines.

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

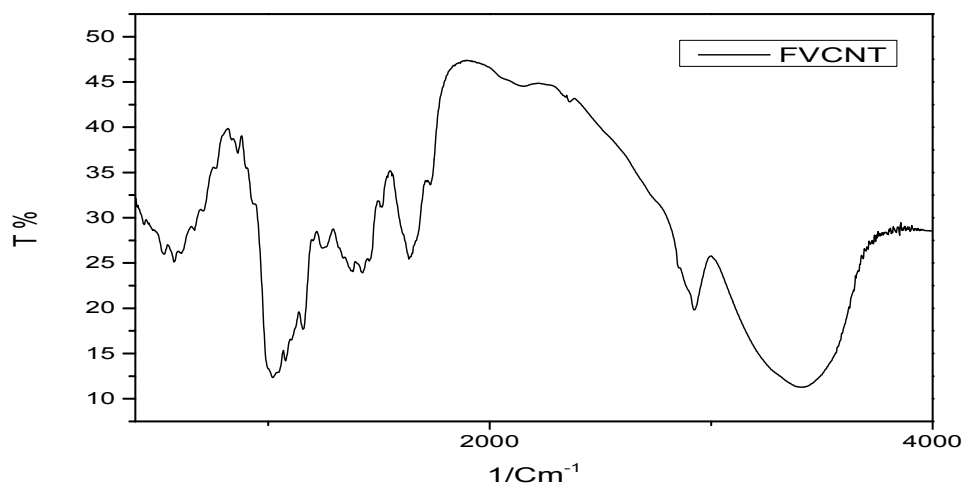
~1422	-CH ₂	Cellulose	De Rosa et al, 2010
~1367	-CH, CO aromatique	polysaccharides	De Rosa et al, 2010
~1318	-CH, CO aromatique	polysaccharides	De Rosa et al, 2010
	-OH déformation dans le plan	Cellulose	Terpáková et al, 2012
~1240	-C-O élongation	Hémicellulose	De Rosa et al, 2010
		Lignine	Sgriccia 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 β - glucosidique des anneaux de glucose	Polysaccharides	Gañãñ and Mondragon
~660	-COOH déformation	Polysaccharides	Terpáková et al, 2012
~830	-CH aromatique : déformation hors plan	Lignine	Ouajai and Shanks, 2005

Tab.IV.4. Vibration des groupes fonctionnels caractéristiques des fibres brutes étudiées.

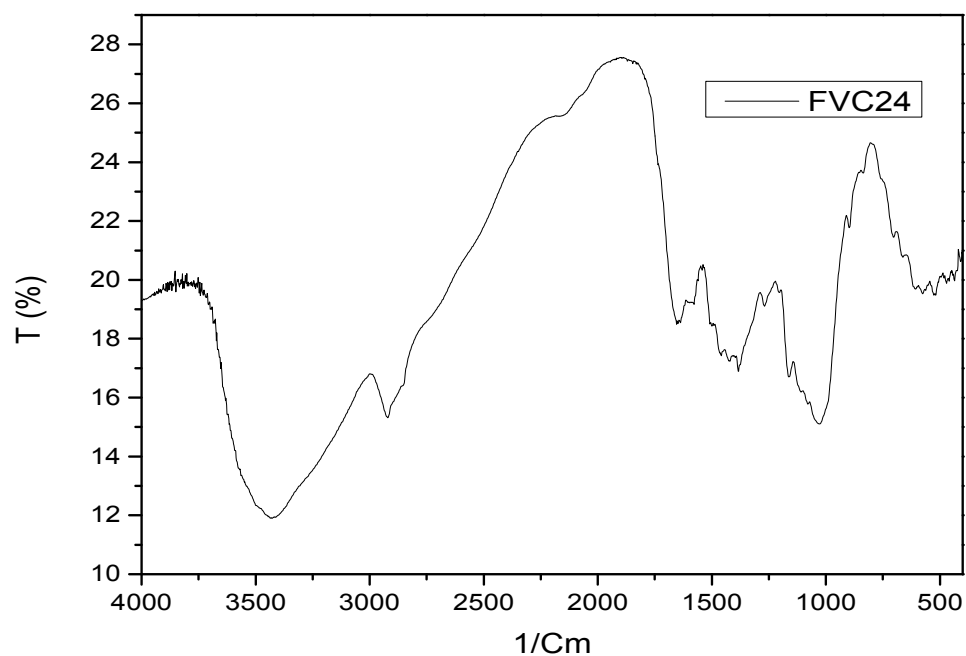
IV.2.2.3 Etudier des effets du traitement NaOH:

Dans La Fig. (27) rassemblele spectre FTIR de la fibre nom traité et desquatre 12 1/cm composites traités par NaOH à différents concentrations (FVC24, FVC44, FVC64, FVC84). L'identification de certains pics les plus importants et fait selon le tableaux (IV) on observée un groupes hydroxyde (OH) est observée autour du nombre d'onde 3425.341/cm. la bande d'intersites moyenne centrée vers 29 traduit les vibrations d'élongation symétrique et asymétrique des liaisons (C-H) du groupe (CH₂) des segments de la cellulose et de la lignine

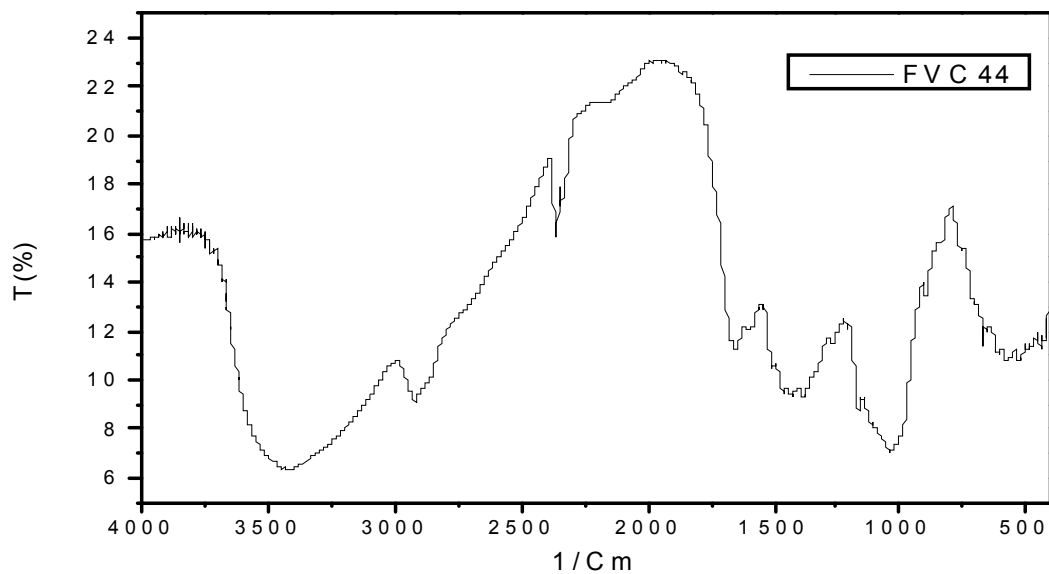
On remarque aussi une bande à 2332, 99cm qui peut être attribuée aux vibrations, des groupements formation la structure du dioxyde de carbone(CO₂) se trouvant dans l'aire de chambre d'analyse



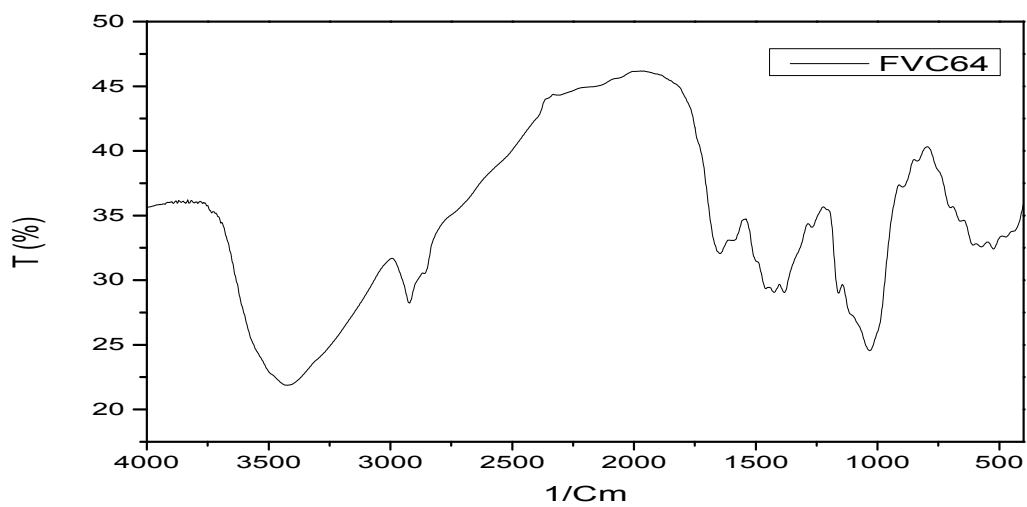
FigIV.23. courbe FTIR de fvcnt



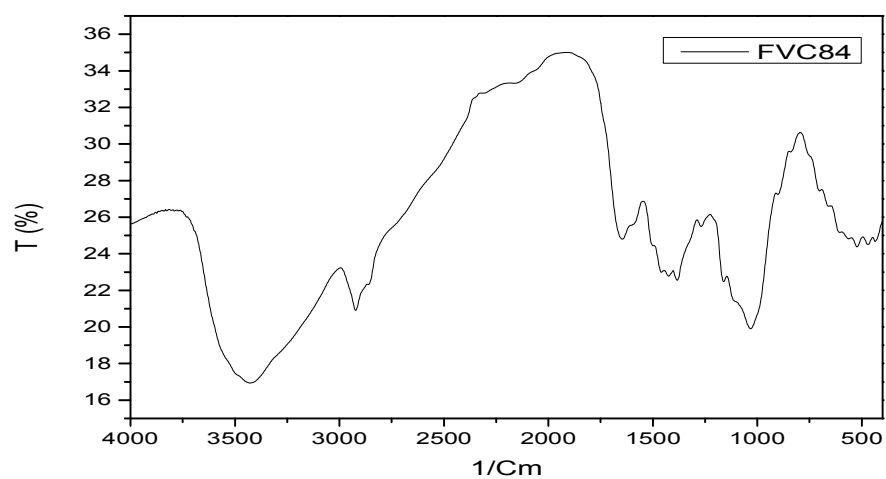
FigIV.24. courbe FTIR de fvc 24



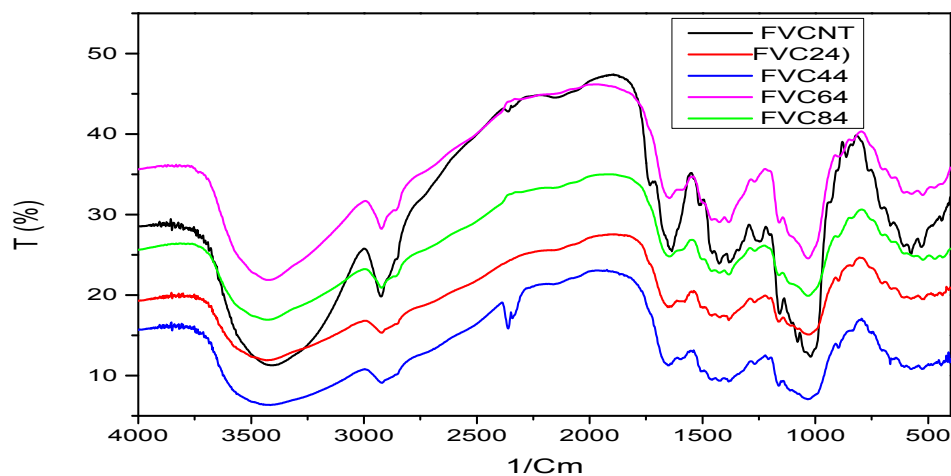
FigIV.25. courbe de FTIR de FVC44



FigIV.26. courbe de FTIR de fvc64



FigIV.27. courbe FTIR de fvc84



FigIV.28. courbe de FTIR de cynodon non traité est traité à différents concentration pendant 4h

IV.2.2.4. Etude thermique par thermogravimétrie (ATG) :

Les thermogrammes résultant de la décomposition thermique se caractérisent par l'évolution de la perte de masse en fonction de la température. La stabilité thermique des fibres végétales dépend des constituants chimiques cellulose, hémicellulose et lignine.

On distingue alors trois phases majeures :

A) Entre 25 et 200°C, cette phase correspond à la perte de masse de l'eau absorbée (ref.) qui se fait dans la plage de température allant de 25 à 100°C.

Nous pouvons remarquer que pour les différents échantillons étudiés FVCNT, FVC24, FVC44, FVC64, FVC84.

la perte de masse présente un pic à environ 100°C (Fig29,30,31,32,33)

B) La deuxième phase se caractérise par une perte de masse remarquable. Ces limites diffèrent selon la nature des fibres d'échantillons (FVCNT, FVC24, FVC44, FVC64, FVC84.). En se référant aux dérivés des thermogrammes, on remarque que cette zone de température correspond à des faits exothermiques liés à la décomposition du matériel végétal anhydre.

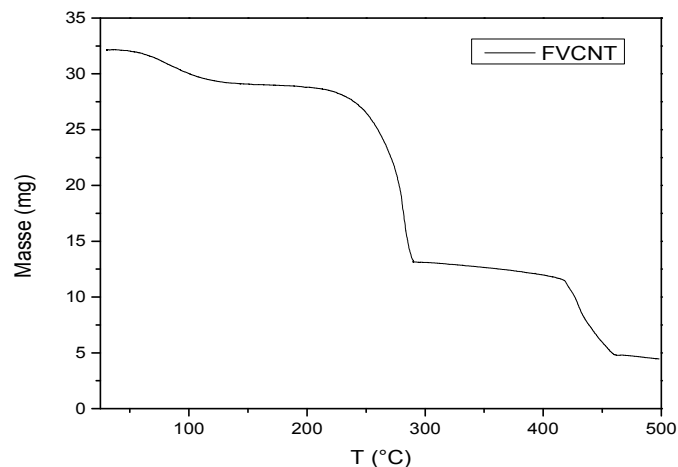
Ils sont présentés par des pics et des épaulements. Selon **Oujai and Shanks (2005)**, la décomposition des hémicelluloses ou des pectines a lieu entre 250 et 320°C, alors que la

décomposition de la cellulose se produit entre 390 et 400°C. la lignine se décompose entre 280 et 500°C. (ref2ou3)

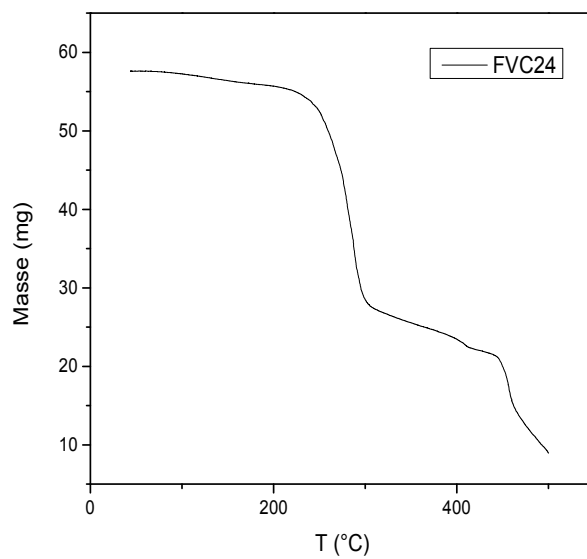
Nous pouvons remarquer (fig34) que pour les différents échantillons étudiés sont:

- ✓ décomposition de la cellulose se produit entre 209 et 301.41 °C
- ✓ décomposition des hémicelluloses se produit entre 328 et 429.41 °C
- ✓ décomposition des lignine se produit entre 200 et 500 °C

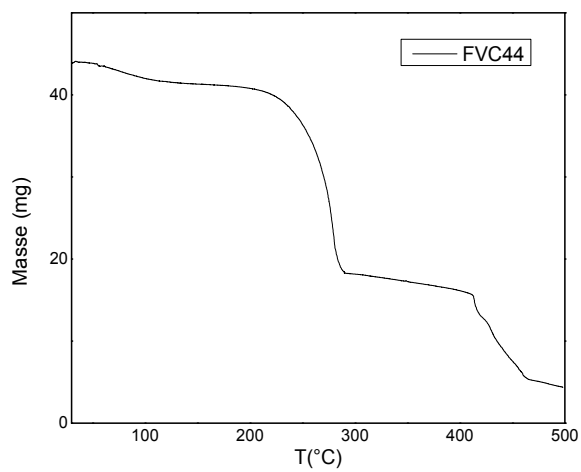
C) La troisième phase est caractérisée par la diminution de la vitesse de perte de masse et correspond à la dégradation thermique du résidu résultant de la décomposition des composants principaux au cours de la deuxième phase.



FigIV.29. courbe de L'ATG de FVCNT



FigIV.30.courbeL' ATGde FVC24



FigIV.31.courbe de L' ATGde FVC44

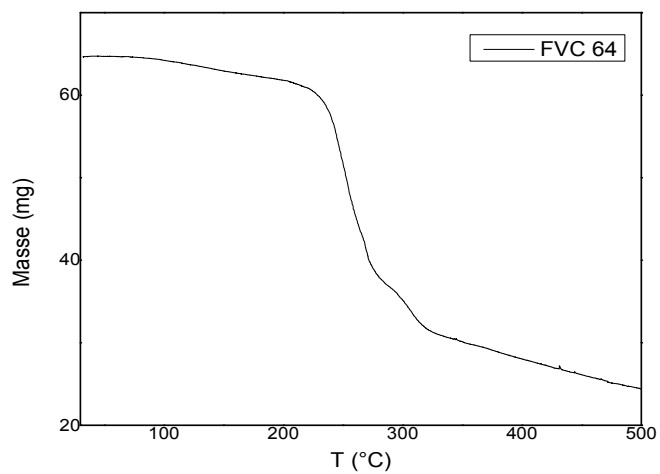


Fig.32.Courbe de L' ATGde FVC 64

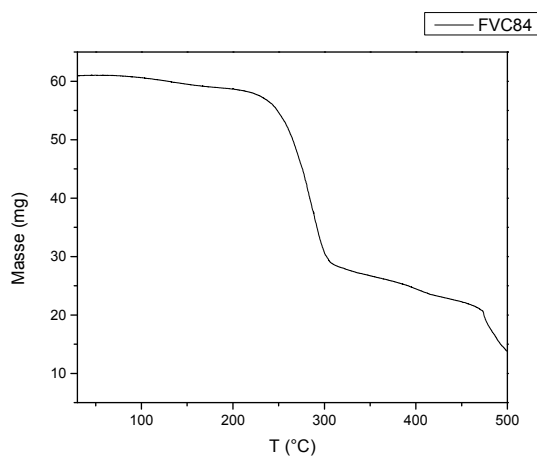
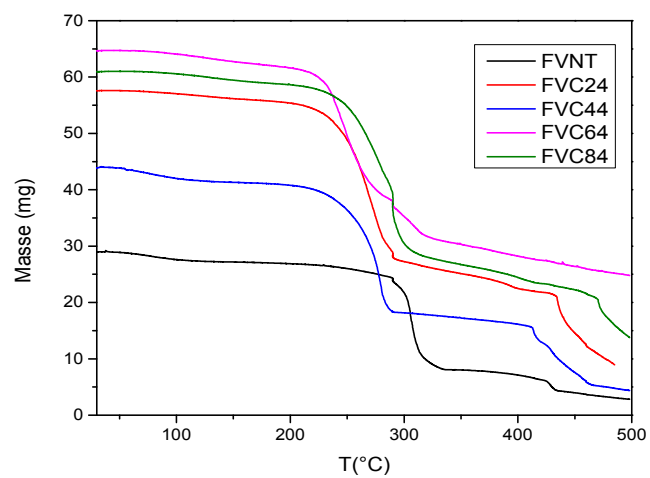


Fig IV.33.courbe ATG FVC 84



FigIV.34. courbe de L'ATG de cynodon non traité est traité à différents concentration pendant 4h

Conclusion:

Les travaux présentés dans cette étude s'inscrivent dans l'objectif générale de préparation et caractérisation des fibres végétales ,et aussi l'étudier de l'effet du traitement sur les fibres.

Les fibres de cynodon sont caractérisées chimiquement par plusieurs composant qui dans quelles on a trouver qu'elle renferment une quantité de cellulose, hémicellulose,lignine et des petites quantité des graisses.

L'objectif 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:

- Prétraitement thermique des fibres en four provoque une diminution des propriétés mécanique.
- L'essai d'absorption d'eau a montré que la masse se diminuer.
- L'essai de IR représente les différents propriétés des composés chimiques.

L'extraction des fibres et connaitre les pourcentages de cellulose et hémicellulose et lignine, guide nous de choisir le traitement chimique et physico chimique sur les fibres et le temps nécessaire pour faire ca.

Les Références

Introduction

- [1] D.AIZI . « Extraction, caractérisation morphologique,physico-chimique et mécanique des fibrescaulinaires de *Retamamonosperma*L.Boiss » These de doctorat .Université des sciences de la nature et de la vie.
- [2].Andriamparany,Noromalala Jessica inventaire et caracterisation des plantes susceptibles d'etreutilisees comme plantes.de couverture dans la région Sud-Est de madagascar.
- [3]Z.Koadri."Étude de l'effet du temps de traitement alcalin de fibres palmiersur le comportement mécanique des matériaux à base d'argile rouge de la région de M'sila",Article,2019
- [4]J.Siroky, B.Siroka, T.Bechtold. "Alkali Treatments of Woven LyocellFabrics",University of Innsbruck, Research Institute for Textile Chemistry and Physics Austria

Chapitre I

- [1]R.Velmurgan,S.Solaimurugan (2006). Improvements in mode I linterlaminar facture toughness and in-plane mechanical proprieties of stitched glass/polystercomposite
- [2] Doan Thi Thu Loan; Investigation on jute fibres and their composites based on polypropylene and epoxy matrices; Thèse de doctorat, l'université de Dresden, 2006.
- [3] SugantiRamarad; Preparation and properties of kenafbast fiber filled (plasticized) poly(lactic acid) composites; Master, 2008.i
- [4]A.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",These de doctorat de toulouse,2009
- [5]R.HaingonirinaAlexandra,"Essai de fabrication d'un materiaucomposite:matrice polyester renforce des fibres de sisal" ,mémoire de master,universited'antananarivo école superieure polytechnique,2015.
- [6]Michaud F, Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique :Aptitude post formage, Thèse de doctorat, Université Laval-Québec,2003
- [7]Doan Thi ThuL , Inverstingation on jute fibres and their composites based on polypropylène and epoxy mtrices, Thèse

De doctorat Université de Dresden, 2006

[8] Dickison W C ,Intégrative plant Anatomy,Academic presse, Burlington.VT ,2000,p.26aa

[9]C.Meirhaeghie, « Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibre végétales à usages matériaux en France , »Etude réalisée pour le

Compte de l'ADEME par Fibres Recherches Développement, Mars 2011

[10]Amandine céline, sylvainFrédéricJacquemin, and pascalcasari , »Th hydroscopic behavior of plant fibres :a review, »Frontiersin chemistry,vol.1,Janvier

[11]A.k Bledzki and J G assan, »composites reinforced with cellulose based fibre, »Progress in polymère science, vol.24,no.2,pp.221-274,1999.

[12]A.K Bledzki and J Gassan, »composites reinforced with cellulose based fibres, »Progress in polymère science,vol.24,no.2,pp.221-274,1999.

[13]LauransF ,Déjardin A, Pilate Physiologie de la formation des parois de fibres de bois,Composites et matériaux avancés,2006,16,27-39

[14]Laurent A, étude de l'élaboration de matériaux composites PVC/bois à partir de déchet de menuiserie :formulation,caractérisation,durabilité et

recyclabilité,Thèse de doctorat l'institut National Polytechnique de Toulouse,2007

[15]Berlioz S de l'estérification de la cellulose par une synthèse sans solvant. Application aux matériaux nano composites, Université Joseph Fourier-

Grenoble I Français,2008

[16]Tezare C ,Sireger J P,Lp ,Lim H Y ,Y A,Yazidi M H,Moey LK , Lim J W,Factores That affect the mechanical prophéties of kénaf fibre reinforced

Polymère :A review,jornal of mechanical engineering and sciences,2016,10 (2),2159-2175

[17] Dalour M H, The Improvement of Interracial Bonding, weathering and Recycling of Wood fibre Reinforced polypropylène composites, de doctorat Université de Waikato Hamilton-New Zealand, 2007

[19] Bledzki A K, Gassn J, composites reinforced with cellulose based fibres :prog.polym.sci, 1999, 24, 221-274

[18] Dovid S, Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibre de chanvre/ciment, Influence sur les propriétés mécaniques du composite, Thèse de doctorat Université de Limoges, 2007

[20] Lalit R, Mayank p, Ankur K, Natural fibres and biopolymeres caractérisation : a future potentiel composite mterial, Journal of mechanical engineering, 2018, 68, 33-50

[21] Li Y, Mai Y W, Sisal fibre and ifs composites, A review of recent développement, composites science and Technology, 2000, 2037-2055

[22] Dujardin N, Un matériau bio source de choix : Les fibre naturelles. caractérisations et applications, 25èmes Journées scientifiques de l'environnement-l'économie vert en question, créteil-France, 2014

[23] khenaf MM. Caractérisation structurale et rhéologique des ciments et des plâtres renforcés de fibre cellulosiques. Thèse de doctorat.

[24] Dalle Evaluation de potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa T'encaissa L) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil, Université de Haute Alsace-France, 2012

[25] Dalle M, Evaluatuation du potentiel textile des fibres d'alfa (Stipa Tenacissima L) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil, Université De Haut Alsace-France, 2012

[26] Ryszard M. Kozlowski, Handbook of natural fibres, Wood Head publishing Limited, British Library Cataloguing in publication Data, 20

[27]-Merzoud M, Elaboration et caractérisation d'un matériau composites à base de fibres de Diss dans la fabrication de la maçonnerie, Thèse de

Doctorat, Université Hadji Mokhtar-Annaba, 2007

[28] Rouamk, Elaboration, caractérisation mécanique et **hydrothermique** d'un stratifié renforcé par des fibres naturelle, Mémoire de magister, université Mohamed Boumerdes, 2014

[29] 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

[30] Antimicrobial and Phytochemical Investigation of the Leaves of Caricapapaya L., Cynodondactylon (L.) Pers., Euphorbia hirta L., Melia azedarach L. and Psidium guajava L.

[31] Ali Esmail Al-Snafi, "Chemical constituents and pharmacological effects of Cynodondactylon- A Review"

[32] عثمان يعبد العاليدر اسة الفعال بها المضادة للبكتير بالمختلأف مستأخصات بعض النباتات الطبية في [32] الجافة الشبه المناطق وCynodondactylon (L.) Pers. الجافة الشبه المناطق
Asch. & Buschen.

[33].(L.) Pers. "cynodondactylon "Plants for a future, 2010-2021

Chapitre II

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

[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] Mohanty, A., M. Misra, and L.T. Drzal, *Surface modifications of natural fibers and performance of the resulting biocomposites: an overview*. *Composite interfaces*, 2001. **8**(5): p. 313-343.

[4] Agrawal, R., et al., *Activation energy and crystallization kinetics of untreated and treated oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites*. *Materials Science and Engineering: A*, 2000. **277**(1-2): p. 77-82.

-
- [5] Jähn, A., et al., *Characterization of alkali treated flax fibres by means of FT Raman spectroscopy and environmental scanning electron microscopy*. SpectrochimicaActa Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2002. **58**(10): p. 2271-2279.
- [6] Ray, D., et al., *Effect of alkali treated jute fibres on composite properties*. Bulletin of Materials Science, 2001. **24**(2): p. 129-135.
- [7] Mishra, S., et al., *Graft copolymerization of acrylonitrile on chemically modified sisal fibers*. Macromolecular materials and engineering, 2001. **286**(2): p. 107-113.
- [8]** Bogoeva-Gaceva G; Avella M; Malinconico M; Buzarovska A; Grozdanov A, Gentile G. [Natural Fiber Eco Composites](#), *Polymer Composites*, 2007, 28, 98-107.
- [9]**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.
- [10]**fengel,D. ; Wegener, G. Wood : « [Chemistry, Ultrastructure, Reactions ; Walter de Gruyter et Co](#) ». : Berlin,Germany,1983 .
- [11]G.H.D. Tonoli, U.P. Rodriguez Filho b, H. Savastano Jr. c, J. Bras d, M.N. Belgacem d, F.A. Rocco Lahr
"Cellulose modified fibres in cement based composites", *Composites: Part A* 40 2046–2053.2009.
- [12].M.S. Sreekala. « Oil palm fiber reinforced Phenol Formaldehyde Composites: Influence of fiber Surface modifications on the Mechanical Performance ». Applied Composite Materials., Vol.7, 2000, pp.295-329.**
- [13].A. P. Haseena, G. Unnikrishnan et G. Kalaprasad« Dielectric properties of short sisal/coir hybrid fiber reinforced natural rubber composites». Composite Interfaces., Vol.14, n07-9, 2007,pp.763-786.19.**
- [14].P. A. Sreekumar« Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding ».Composites: Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 40,2009, pp. 1777-1784.**
- [15]**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.

[16]Kumar,K.A,Sudhanan,S.M. ,Kumar.,G.R.(2017).A STUDY ON PROPERTIES OF NATURAL FIBRES-A Review,1343

[17]Li,X.,Tabil,L.G. ,&Panigrahi,S(2007).chemical traitements of natural fibre for use in natural fibre reinforced composittes :A review.Journal of Polymers and the Environment,15(1),25-33Doi,10.1007/s10924-006-0042-3

[18]SusheelKalia, B.S. Kaith, Inderjeetkaur,«[Pretreaments of natural fibers and their application asreinforcing material in Polymer composites](#) »-A Review, 2009,49(7), 1253-1272

[19]MwaikamboL.Y ; Ansell M.P . « [The effect of chemical treatment on the properties of hemp , sisal , jute and kapok for composite reinforcement, Die AngewandteMakromolekulareChemie](#) »,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 SustainableBuilt Environment Infrastructures in DevelopingCountries ENSET Oran (Algeria) October 12-14, 2009

[21]Y.Lamia,"[Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales \(Diss\)](#)",mémoire de magister,2011.

[22]Faruk, A., Fink,H.p.,&Sain.(2012).Bio composites reinforced with naturel fibres :2000-2010.Progresse in polymère science,37(11) 1552-1596.

[23] Faruk, A., Fink,H.p.,&Sain.(2012).Bio composites reinforced with naturel fibres :2000-2010.Progresse in polymère science,37(11) 1552-1596.

[24] Formation Matériaux - Essais mécaniques : Dimensions des éprukoruvettes pour essais de traction selon les normes : Thermoplastiques et thermodurcis Dimensions of specimens for tensiletestingaccording to standardco:

Thermoplastiques and thermosets.

[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] <http://www.biolineaires.com/articles/dossier/975-conservation-par-sechage.html>

[28] D . BENABDALLAH Hassiba ; « techniques d'extraction , de purification et de conservation », Univ-ferhat

Abbas de sétif ,2015-2016 p :14_19

[29] Kalia S. *Lignocellulosic Composite Materials*: Springer; 2017.

[30] Hafida, B., *étude de l'effet du traitement chimique des fibres de palmier dattier sur le comportement mécanique du béton polymère*, 2014, université de M'sila.

[31] Meirhaeghe, C. and H. Bewa, *Évaluation de la disponibilité et de l'accessibilité des fibres végétales à usages matériaux en France*. Étude FRD subventionnée par l'ADEME, 2011.

[32] Dallel, M., *Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil*, 2012, Université de Haute Alsace-Mulhouse.

[33] Murali Mohan Rao K., Mohana Rao K., 2007. Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo. *Compo. Struc.* 77: 288-295.

[34] Tokoro R., Minh Vu D., Okubo K., Tanaka T., Fujii T., Fujiura T., 2008. How to improve mechanical properties of polylactic acid with bamboo fibers. *J. Mater Sci.* 43: 775-787.

[35] Msahli, S., *Etude du potentiel textile des fibre d'agave americana L*, 2002, Mulhouse.

[36] D.Gay. *Matériaux composites*, 5^{ième} édition ed, 2005

Chapitre III

[1] N. Chand , M.Fahim , « Tribology of natural fiber polymer Composites », India, 2008, p213

الملخص

الفائدة من هذه المذكرة هو استغلال الألياف الطبيعية المتواجدة في منطقة المسيلة نظرا لما تتمتع بهاته الألياف من خصائص كيميائية عالية مما يجعلها منافسة للألياف المستعملة في تحضير المواد المركبة .

الهدف من هذه الدراسة هو معالجة واستخلاص الألياف النباتية لنبات النجم، من اجل معرفة الخصائص المكونة لهذه الالياف واستغلالها في المجال الصناعي، حيث تم القيام بعملية الاستخلاص لتحديد مكونات الالياف بتركيز مختلفة NaOH كذلك دراسة تأثير المعالجة على هذه الألياف بمحلول الليجنين والدهون، الهيميسيلولوز، (السيليلوز خلال أربع ساعات 8%، 6%، 4%، 2%، %).

الاختبارات التشخيصية التي استعملت لاجل هذه الدراسة : تحليل فورييه للأشعة تحت الحمراء (FTIR)، اختبار التحليل الوزني الحراري (ATG).

Résumé :

L'avantage de cette note est l'exploitation des fibres naturelles trouvées dans la région de M'sila en raison des propriétés chimiques élevées de ces fibres ,ce qui les rend compétitives avec les fibres utilisées dans la préparation des matériaux composites .

L'objectif de cette étude est traitement et extraction des fibres végétales de cynodon,pour connaitre les propriétés de ces fibres, et leur utilisation dans le domaine industriel, où faire la méthode d'extraction pour déterminer les composants des fibres(cellulose, hémicellulose, lignine et graisses),et aussi étude l'effet du traitement par la solution NaOH en concentrations 2% ,4%6%, 8% .durant 4 heures

Les tests utilisés pour cette étude : analyse infrarouge à transformé de Fourier (FTIR),test de L'analyse thermogravimétrique (ATG)

