



Département de Génie Mécanique

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de :

MASTER

En Génie Mécanique

Option : Génie des matériaux

Présenté par :

REGUIG Saida & SMAINI Oussama

Theme

EXTRACTION ET CARACTERISATION D'UNE FIBRE NATURELLE LOCALE

Devant le jury composé de :

NOM et Prénom	Grade	Qualité
MAKRI Hocine	MCB	Président
BENHAMADOUCHE Lamia	MCB	Encadreur
MOUSSAOUI Nafissa	MCB	Encadreur
DAOUDARI Ameer	MAA	Examineur

Année Universitaire : 2022 / 2023

N° d'ordre : GM//2022

Remerciements

Tout d'abord nous tenons à remercier Dieu, le tout puissant et miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

*Nous adressons tout notre reconnaissance à nos directrices de recherche Dr. **Benhamadouche Lamia** & Dr. **Moussaoui Nafissa** pour leur patience, leur disponibilité, leur encouragement et surtout leurs judicieux conseils, qui ont contribué à la réalisation de ce travail.*

Nous remercions nos familles de nous avoir soutenu tout au long de nos études universitaires. Nous remercions tous ceux et celles qui nous ont aidé et encouragé de près ou de loin dans la réalisation de ce travail.

Saida REGUIG
& Oussama SMAINI

Sommaire

Introduction général.....	01
---------------------------	----

Chapitre I Généralités sur les composites à renforts naturelles

I. 1. INTRODUCTION.....	03
I. 2. MATERIAUX COMPOSITES A RENFORTNATURELLES.....	03
I. 2. 1. Définition d'un matériau composite.....	03
I. 2. 2. Matériaux composite à renforts naturelles... ..	04
I. 2. 3. Les matrices... ..	04
a) Les polymères thermodurcissables.....,	05
b) Les polymères thermoplastiques.....	05
I. 2. 4. Les additifs.....	05
I. 2. 5. Les renforts naturelles... ..	05
I. 2. 5. 1. Classification des fibres naturelles.....	06
a) Les renforts d'origine animale.....	06
b) Les Renforts d'origine minérale... ..	07
c) Les Renforts d'origine végétale.....	07
I. 2. 5. 2. Répartition des fibres végétales dans le Monde.....	08
I. 2. 5. 3. Définition de la fibre végétale.....	08
I. 2. 5. 4. Classification des fibres végétales.....	09
I. 2. 5. 5. Morphologie des fibres végétales.....	09
I. 2. 5. 6. Composition chimique des fibres végétales... ..	11
a) Cellulose.....	12
b) Lignine.....	14
c) Hémicellulose.....	14
d) Pectines.....	15
e) Cires.....	15
I. 2. 5. 7. Propriétés mécaniques et physiques des fibres végétale.....	16
I. 2. 5. 8. Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales.	17
I.3. FILATURES DES FIBRES VEGETALES... ..	17
I. 3. 1. Préparation.....	18
I. 3. 2. Cadrage.....	18
I. 3. 3. Homogénéisation.....	18
I. 3. 4. L'affinage.....	19
I. 3. 5. Le filage.....	19
I. 4. ARCHITECTURE DES FIBRES VEGETALES... ..	20
I. 4. 1. Unidirectionnels (UD)... ..	20
I. 4. 2. Bidimensionnels... ..	20
a) Les tissés.....	20
b) Les tricotés.....	21

c) Les tressés.....	21
I. 4. 3. Les tridimensionnels.....	22
a) Les cousus.....	22
b) Les tissés.....	23
c) Les tricotés et les tressés.....	24

Chapitre II

Extraction des fibres végétales

II. 1. INTRODUCTION	26
II. 2. METHODES D'EXTRACTION	26
II. 2. 1. Extraction mécanique.....	27
II. 2. 1. 1. Teillage	27
II. 2. 1. 2. Par déflexion.....	29
II. 2. 1. 3. Par laminage	29
II. 2. 1. 4. Par explosion à la vapeur.....	29
Vapocraquage	31
Décompression explosive.....	31
2. 2. Extraction biologique.....	32
2. 2. 1. Rouissage a l'eau	32
2. 2. 2. Rouissage a terre.....	32
2. 2. 3. Par action microbienne	32
2. 3. Extraction chimique.....	33
2. 3.1. Procédé Kraft.....	33
2. 3.2. Procédé au bisulfite.....	33
II. 2. 3.3. Procédé acide.....	33
II. 2. 3. 4. Procédé Soude-Anthraquinone.....	34
II. 2. 3. 5. Procédé à la soude.....	34
II. 2. 3. 6. Procédé au sulfate neutre de sodium.....	34

Chapitre III

METHODES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALE

III. 1. INTRODUCTION.....	35
III. 2. PRESENTATION DES MATERIAUX UTILISES.....	36
III. 2. 1. Fibres de Genêt d'Espagne (GE).....	36
III. 2. 1. 1. Description botanique de la plante de Genêt d'Espagne.....	36
III. 2. 1. 2. Extraction par rouissage à l'eau.....	37
III. 2. 1. 3. Traitement chimique des fibres genet d'Espagne.....	38
III. 2. 2. Fil issu des fibres de Genêt d'Espagne.....	39

III. 2. 3. Élaboration d'un matériau composite unidirectionnelle Genêt d'Espagne/Polyester	41
III.3. ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES DES FIBRES D'GENET D'Espagne.....	41
III. 3. 1. Analyse physique.....	43
III. 3.2. Mesure de taux d'humidité des fibres.....	45
III. 3. 3. Analyse Thermogravimétrique (TGA).....	45
III. 3. 4. Analyse par Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	46
III. 3. 5. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)	47
III. 4. CARACTERISATION MECANIQUE	50

Chapitre IV

Résultats et discussions

IV. 1. INTRODUCTION.....	51
IV. 2. CARACTERISATION DE LA FIBRE DE GENET D'ESPAGNE	51
IV. 2. 1. Analyse physique	51
IV. 2. 2. Taux d'humidité.....	52
IV. 2. 3. Composition chimique	52
IV. 2. 4. Analyse thermogravimétrique (ATG).....	53
IV.2. 5. Analyse par Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF).....	54
IV.2. 6. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)	55
IV.2. 7. Caractérisation mécanique des fibres	56
IV. 3. CARACTERISATION DU COMPOSITE POLYESTER-GENET D'Espagne.....	58
Conclusion générale	61
Références bibliographiques.....	63
Résumé	

Liste des tableaux

Tableau I. 1. Composition chimique de quelques fibres végétales

Tableau I. 2 : Propriétés mécaniques et physique de différentes fibres végétales

Tableau I. 3. Avantages et inconvénients des fibres végétales

Tableau IV. 1. Composition chimique des GEF par analyse chimique-FX

Tableau IV. 2. Comparaison des propriétés mécaniques des fibres traitée et non traitée

Tableau IV. 3. Comparaison des propriétés mécaniques des différents types des éprouvettes

Liste des figures

Figure I. 1. Matériau composite

Figure I. 2. Exemples de matériaux composites à renforts naturels

Figure I. 3. Types de matrices

Figure I. 4. Fibres naturelles

Figure I. 5. Classification des fibres naturelles

Figure I. 6. Fibres animales

Figure I. 7. Exemples de fibres végétales

Figure I. 8. Répartition des fibres végétales dans le monde

Figure I. 9. Classification des fibres végétales

Figure I. 10. Morphologie des fibres végétales.

Figure I. 11. Organisation des fibres végétales

Figure I. 12. Schéma de la composition chimique des fibres végétales

Figure I. 13. Moléculaire de Cellulose

Figure I. 14. Organisation de la cellulose

Figure I.15. Moléculaire de La lignine

Figure I. 16. Moléculaire de L'hémicellulose

Figure I. 17. Moléculaire de pectine

Figure I. 19. Renforts unidirectionnels

Figure I. 20 : Architecture des tissés

Figure I. 21. Architectures des tricotés

Figure I. 22 : Architecture de tressés 2D

Figure I. 23. Architecture de cousu

Figure I. 24. Un exemple de motif du « tissage orthogonal »

Figure I. 25 : Tricoté 3D (a) et Tressé 3D (b)

Figure II. 1. Différentes méthodes d'extraction des fibres végétales

Figure II. 2. Rouissage traditionnel des fibres de chanvre : teillage (cadres a et b) et peignage (cadres c et d)

Figure II. 3. Traitement mécanique des fibres décortiqué automatisé par broyage à marteaux ; Décortiqué automatisé par laminage.

Figure II. 4. Ligne automatique d'extraction de fibres végétales et son système de grattage (en bas) développée par la société ATB

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

Figure II. 6. Rouissage à l'eau

Figure II. 7. Rouissage à terre

Figure III.1 : planète de Genêt d'Espagne

Figure III .2 : tiges de Genêt d'Espagne

Figure III.3 : rouissage des fibres Genêt d'Espagne à l'eau

Figure III.4 : fibres Genêt d'Espagne brutes

Figure III.5 : traitement chimique des fibres Genêt d'Espagne

Figure III.6 : appareil d'humidité.

Figure III.7 : Messure de la densité

Figure III.8 : opération de préparation des poudres

Figure III.9 : appareil d'Analyse Thermogravimétrique (Shimadzu TGA-51 TGA)

Figure III.10 : Schéma du fonctionnement de l'IRTF-ATR

Figure III.11 : appareil Spectroscopie infrarouge Agilent Cary 630 FTIR

Figure III.12 : appareil de diffraction des rayons

Figure III.13 : préparation des

Figure III.15 : les essais de traction des fibres Genêt d'Espagne brutes et

Figure III.15 : les étapes de Filature des fibres Genêt d'Espagne

Figure III.16 : les filles de Genêt d'Espagne brute et

Figure III.17 : élaboration des éprouvettes polyester et Fil de Genêt d'Espagne brute Et traitée. Et polyester bur

Figure III.17 : éprouvettes polyester / Genêt d'Espagne brute et traitée et polyester brut

Figure III.18 : caractérisation mécaniques des éprouvettes

Figure IV. 1. Images du diamètre au microscope optique

Figure IV. 2. Analyse thermogravimétrique des fibres de Genet d'Espagne

Figure IV.3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier des fibres genêt d'Espagne

Figure IV. 4 : Modèle DRX de NT-GEF, NaOH-GEF.

Figure IV. 5 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation de la fibre Genet d'Espagne non traite

Figure IV. 6 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation de la fibre Genet d'Espagne traite

Figure IV. 7 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation des Eprouvait brut

Figure IV. 8 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation des Eprouvait avec fil non traite

Figure IV. 9 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation des Eprouvait avec fil traite

INTRODUCTION GENERALE

Depuis quelques années, les composites polymères renforcés par des fibres naturelles suscitent de plus en plus d'intérêt, en particulier pour les applications industrielles. Leur faible coût, leurs propriétés mécaniques spécifiques élevées et leur biodégradabilité représentent les principaux avantages de leur utilisation comme alternatives renouvelables. à la place de la majorité des renforts synthétiques, tels que les fibres de verre. Les sources de matières premières utilisées dans les composites comme renforts ou charges sont principalement représentées par le lin, le coton, le chanvre, le jute, le kenaf, le sisal et la fibre de coco.

Dans ce contexte que le genêt d'Espagne a été choisi pour faire l'objet de notre travail car c'est une plante sauvage locale et abondante. Le **genêt d'Espagne** (*Spartium junceum L.*), membre de la famille des Leguminosae, a été considéré comme une source potentielle intéressante de fibres naturelles, durables et renouvelables pour des applications textiles et techniques. Ces fibres dérivées des ramifications de la plante présentent une résistance à la traction et une flexibilité extraordinaire et sont capables de produire des matériaux en combinaison avec des matrices biodégradables et plastiques. Le genêt d'Espagne (*Spartium junceum L.*) est un arbuste vivace qui pousse sous un climat chaud et sec dans toute la région méditerranéenne, où il est naturellement présent dans les sols vallonnés, contribuant ainsi à réduire l'érosion et les risques de lessivage des nutriments. Le nom *Spartium* vient du mot grec signifiant "cardage", en allusion à l'utilisation de la plante. Les fibres de la tige sont utilisées depuis l'Antiquité comme substitut du chanvre, principalement pour la fabrication de tissus grossiers et de cordages. Les fibres corticales du genêt d'Espagne sont constituées de multiples fibres élémentaires (ultimates) disposées en faisceaux. Les fibres élémentaires sont liées entre elles par la lignine.

Ce travail comprend quatre chapitres :

Le **premier chapitre** dans lequel nous traitons les matériaux composites à base de fibres naturelles, les fibres naturelles en général. Nous avons également abordé la filature des fibres.

Dans le **deuxième chapitre**, nous abordons les méthodes d'extraction des différentes fibres végétales, car des études récentes ont montré que la méthode d'extraction a un impact significatif sur les propriétés et l'efficacité des fibres extraites.

Puis le **troisième chapitre** illustre tous les moyens expérimentaux utilisés lors de notre travail en allant des matériaux utilisés jusqu'aux dispositifs de caractérisation et d'analyse des fibres cellulosesques extraites du genêt d'Espagne. Les fibres obtenues ont également été

caractérisées après avoir été traitées avec un traitement alcalin au NaOH. L'effet des traitements chimiques sur les propriétés mécaniques, physiques, chimiques et thermiques des fibres est étudié en utilisant la diffraction des rayons X, la thermogravimétrie, les tests de traction. Après ces fibres seront filées pour servir de renfort à une matrice polyester.

Le *quatrième chapitre* expose les résultats de cette recherche dont le but initial était de valoriser une fibre locale en réalisant un matériau innovant ayant des propriétés mécaniques remarquables et concurrentes.

Finalement, ce manuscrit se termine par une dernière partie dressant les principales conclusions à travers une synthèse générale qui ouvre également quelques perspectives.

Chapitre I

Généralités sur les composites à renforts naturelles

I. 1. INTRODUCTION

Au cours des dernières décennies, les efforts de recherche se sont concentrés sur l'incorporation de matériaux végétaux dans des matrices synthétiques. Comparées aux fibres de verre, d'aramide ou à d'autres renforts synthétiques, les fibres naturelles offrent de bonnes propriétés et peuvent être utilisées comme alternative dans ce domaine industriel. Le composite de fibres naturelles peut éventuellement être recyclé ou brûlé pour récupérer de la chaleur sans produire de sous-produits toxiques. En outre, ils présentent un bon ensemble de propriétés mécaniques, offrent de meilleures conditions de travail et sont beaucoup moins abrasifs que les fibres synthétiques courantes. Tous ces aspects rendent leur utilisation très intéressante pour la fabrication de composites à matrice polymère et en font un produit intéressant pour les pays à bas revenus. Ainsi, ce chapitre est consacré à une synthèse bibliographique sur les matériaux composite, en particulier à fibre naturelles.

I. 2. MATERIAUX COMPOSITES A RENFORTS NATURELLES

I. 2. 1. Définition d'un matériau composite

Un matériau composite est un assemblage d'au moins de deux matériaux non miscibles avec une forte capacité d'adhésion. Le nouveau matériau ainsi élaboré possède des performances supérieures à celles des éléments pris séparément. Un matériau composite se définit comme un matériau résistant qu'on appelle **renfort**, noyé dans une **matrice** dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible. A ces deux composants principaux peuvent s'ajouter des **additifs** qui permettent de modifier l'aspect, ou les caractéristiques du matériau [1].

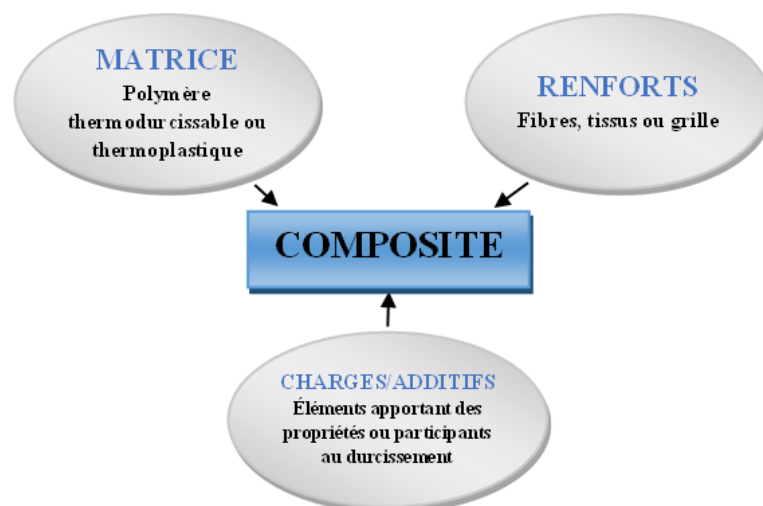


Figure I. 1. Matériau composite.

I. 2. 2. Matériaux composites à renforts naturelles

Les matériaux composites à renforts naturelles sont des matériaux constitués de renforts avec une source animale ou végétale (naturelle) afin que nous puissions exploiter les fibres naturelles présentes dans la nature et les utiliser dans le domaine industriel, car elles sont de haute qualité, de hautes propriétés mécaniques et physiques et d'un coût très faible. Surtout à notre époque actuelle, avec la rareté des matériaux et les prix élevés, on peut dire que l'avenir de l'industrie est lié aux matériaux composites à fibres naturelles.



(a)

(b)

Figure I. 2. Exemples de matériaux composites à renforts naturelles.

(a) Composite à fibre de Lin ; (b) Composite à fibre de laine.

I. 2. 3. Les matrices

Les matrices ont pour principal but d'assurer la cohésion des renforts au sein de la structure et de faciliter la transmission des efforts mécaniques aux renforts. Elles permettent de protéger le renfort vis-à-vis des conditions environnementales et de donner la forme souhaitée au produit réalisé. Parmi les matrices actuellement utilisées, les matrices organiques sont les plus répandues à l'échelle industrielle. Les autres matrices, telles que les matrices céramiques et les matrices métalliques, sont utilisées pour des applications spécifiques quand les contraintes de température ou d'hygrométrie sont sévères. Les matrices organiques peuvent être divisées en deux catégories différentes : *les polymères thermodurcissables* et *les polymères thermoplastiques* (figure I. 3) [1]

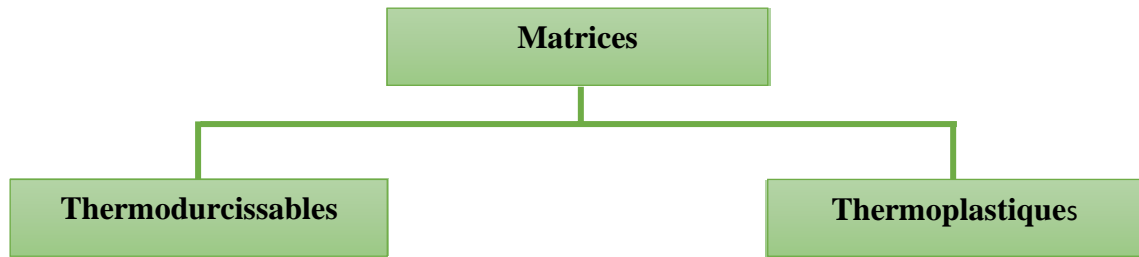


Figure I. 3. Types de matrices.

a) *Les polymères thermodurcissables* : ils ont des propriétés mécaniques élevées. Ces résines ne mises en forme qu'une seule fois. Elles sont en solution sous forme de polymère non réticulé en suspension dans des solvants. Les résines polyesters insaturées, les résines de condensation (phénoliques, aminoplastes, furaniques) et les résines époxy sont des résines thermodurcissables. Les exemples de résines thermodurcissables classiquement rencontrées sont 914, 5208, 70, LY556. Les matériaux les plus performants ont des caractéristiques mécaniques élevées et une masse volumique faible [1].

b) *Les polymères thermoplastiques* : ils ont des propriétés mécaniques faibles. Ces résines sont solides et nécessitent une transformation à très haute température. Les polychlorures de vinyle (PVC), les polyéthylènes, polypropylène, polystyrène, polycarbonate polyamide sont quelques exemples de ces résines thermoplastiques. Les résines thermoplastiques classiquement rencontrées sont PEEK, K3B. De même que pour les résines thermodurcissables, les matériaux les plus performants ont des caractéristiques mécaniques élevées et une masse volumique faible.[1].

I. 2. 4. Additifs

Il est nécessaire dans les matériaux composites d'assurer une parfaite adhérence entre le renfort fibreux et la matrice et de modifier l'aspect et les propriétés du matériau auquel il est ajouté. Les additifs se trouvent en petites quantités dans les matériaux composites, ils peuvent être des :

- Métronome
- Lubrifiants
- Colorants
- Résistances de retrait
- Divertissement anti-UV.

I. 2. 5. Renforts naturelles

Les renforts naturels peuvent être à la fois de nature organique et inorganique. Les couches de silicates (argile) et les nanoparticules minérales (talc) sont les charges inorganiques les plus couramment utilisées dans les matériaux composites [5]. En général, il a été montré que les charges nanométriques (c'est-à-dire dont au moins une de leurs dimensions est inférieure à 100 nm) provoquent des changements significatifs dans les propriétés des composites même à de très faibles concentrations [6]. Bien que ces charges ne soient ni biodégradables ni renouvelables, ce sont généralement des charges naturelles qui doivent généralement être respectueuses de l'environnement lorsqu'elles sont incorporées dans un composite. Cependant, leur toxicité est encore à l'étude [7]. Les fibres organiques, quant à elles, sont généralement des matières lignocellulosiques issues de tissus végétaux et sont donc entièrement biodégradables et renouvelables annuellement. Ils sont constitués de trois composants principaux : la cellulose, la lignine et l'hémicellulose. La cellulose est le composé le plus abondant dans les fibres et est responsable de leur résistance et de leur stabilité intrinsèque, tandis que l'hémicellulose aide à maintenir la structure de la fibre et que la lignine protège la matrice des attaques d'agents pathogènes. Les fibres végétales naturelles sont une alternative moins chère et plus respectueuse de l'environnement aux fibres synthétiques : ce sont des matières organiques renouvelables à faible consommation d'énergie de processus et sont donc sans émission lorsqu'elles sont compostées. De plus, ils peuvent être obtenus à partir de déchets agricoles ou de bois, contribuant ainsi à une production de matériaux plus durable [8]. De plus, ils sont moins abrasifs pour les équipements de traitement, sont généralement moins chers et ont des densités plus faibles. Les scientifiques [8, 9, 10] ont analysé en profondeur la composition et les propriétés mécaniques des fibres naturelles industrielles les plus couramment utilisées. La densité des fibres organiques naturelles spécifiées est comprise entre 0,7 et 1,5 g/cm³, ce qui est bien inférieur à la densité des fibres de verre (2,5 g/cm³). En général, l'efficacité du renforcement en fibres végétales dépend du type et de la cristallinité de la cellulose et de sa disposition dans les parois cellulaires : une forte teneur en cellulose et un faible angle des microfibrilles (MFA, défini comme l'angle que font les microfibrilles avec l'axe des fibres) sont souhaitables [11].



Figure I. 4. Fibres naturelles

II. 2. 5. 1. Classification des fibres naturelles

Les fibres naturelles sont classées selon l'organigramme suivant :

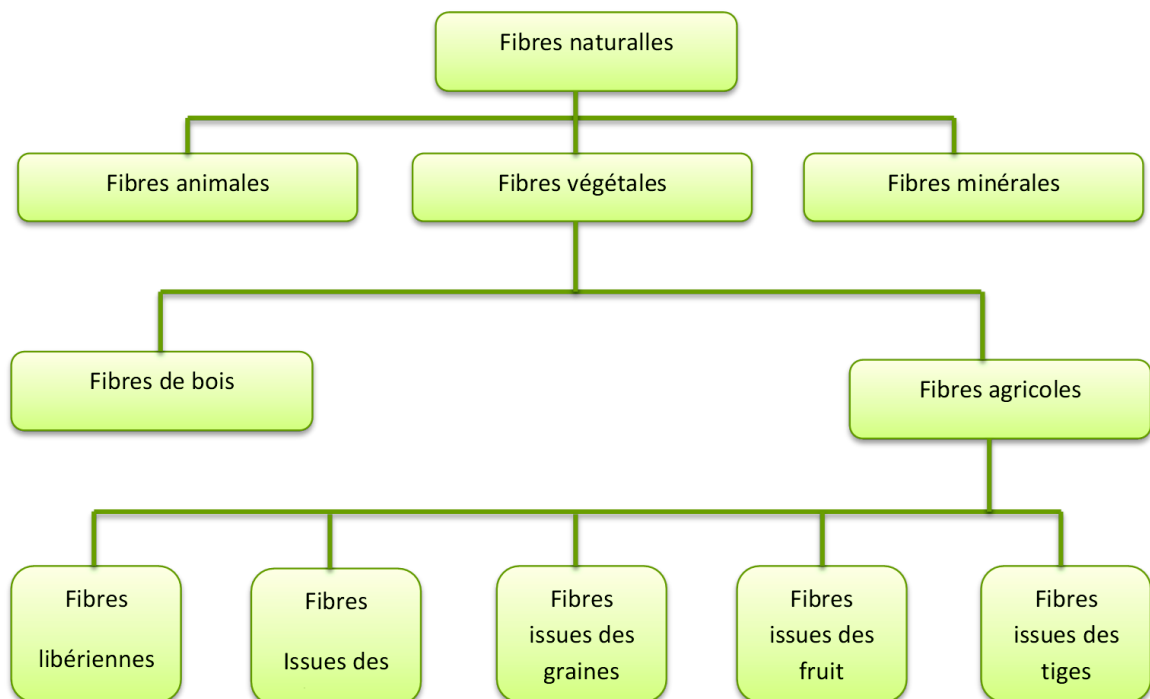


Figure I. 5. Classification des fibres naturelles

a) Les renforts d'origine animale

Les fibres animales sont composées de protéines (kératine s'il s'agit de laine, fibroïne s'il s'agit de soie). Figure 3 illustre les fibres animales les plus utilisés. La fibre animale la plus utilisée Est la fibre de laine grâce à ses propriétés d'isolation thermique, son bon pouvoir absorbant (16% à 18%) et son importante élasticité (45%). Les fibres protéiniques peuvent être classées Selon leur provenance en deux familles : des poils issus de la toison des différents

mammifères (poils de mouton, chèvre, Chameau, alpaga, lapin). Des sécrétions comme la soie issue de la bave du ver à soie (*bombyx mori*), les fils d'araignée, etc...[12]



(a)

(b).

(c)

Figure I. 6. Fibres animales (a) laine (b) cachemire (c) soie.

b) Les renforts d'origine minérale

Ces fibres sont naturelles, inorganiques ou entièrement naturelles telles que l'amiante, ou proviennent de sources minérales telles que la roche ou le verre. Beaucoup considèrent l'amiante comme la seule fibre minérale naturelle qui a attiré l'attention pour sa résistance à la chaleur, au feu, aux attaques électriques et chimiques, et sa capacité à absorber l'eau. Cependant, l'utilisation de cette fibre a été interdite en raison du risque cancérigène qu'elle représente [13].

c) Les renforts d'origine végétale

Fibre végétale ou lignocellulosique et une expansion cellulaire morte qui est principalement composée par la cellulose d'hémicellulose, la lignine et la pectine. Elle est soit isolée soit regroupée avec d'autres [14]. Chaque fibre unitaire correspond à une cellule élémentaire fibreuse qui est regroupée avec d'autres pour former un faisceau de fibres ; Le lien interstitiel entre les fibres unitaires étant composé principalement de pectine et d'hémicellulose. Ce sont généralement ces faisceaux de fibres qui sont appelés fibres végétales.



(a)



(b).



(c)

Figure I. 7. Exemples de fibres végétales (a) lin ; (b) sisal ; (c) bambou.

II. 2. 5. 2. Répartition des fibres végétales dans le monde

La répartition et la présence des fibres végétales varient d'un endroit à l'autre en raison de plusieurs facteurs tels que le climat, la qualité des sols et la disponibilité de l'eau. La figure ci-dessous représente la répartition des fibres végétales dans le monde. Par exemple, nous avons trouvé du sisal dans Amérique du Sud, jute en Inde, taurine en Chine, lin et chanvre en Europe. La France est le principal producteur de lin. Il représente plus de 80% de la production Pays européens, suivis de la Belgique et des Pays-Bas. Le climat tempéré de la Normandie est propice à la croissance du lin, et constitue la principale zone de production de cette plante [15].



Figure I. 8. Répartition des fibres végétales dans le monde

II. 2. 5. 3. Définition de la fibre végétale

Les fibres végétales sont des structures biologiques constituées principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Il contient également, dans une proportion beaucoup plus faible, des extraits, des protéines et certains composés inorganiques. Chaque fibre se présente sous la forme d'un complexe multicouche dans lequel la lignine joue le rôle d'enrobage de la matrice et est un composant structurel très rigide qui est la cellulose [16]. Les fibres végétales sont des structures biologiques fibreuses. Les proportions de ces composants dépendent largement des espèces, âge et organes végétaux [17].

II. 2. 5. 4. Classification des fibres végétales

Les fibres végétales sont divisées en fibres de tige (canne, jute, lin et ramie) et en feuilles (sisal, abaca, paille d'herbe). Cette division est due à l'organe dont elle est extraite. La teneur en cellulose, hémicellulose et lignine différencie les fibres et permet de les différencier et de les diviser en fibres ligneuses (dures) et solides (bois, résidus de l'industrie du bois) et fibres non ligneuses (végétation molle, tendre, non ligneuse). Plantes annuelles relativement peu riches en lignine comme le chanvre, le sisal, le jute et le lin) [18]. La longueur des fibres permet également de les répartir en deux catégories : Les fibres longues, dites fibres de phloème, provenant de l'écorce de la tige des plantes annuelles. Ils sont mous, tandis que les fibres longues des feuilles ou des troncs d'arbres sont plus raides et plus rigides en raison de leur teneur plus élevée en lignine et des fibres courtes ou cordons attachés aux fibres longues [19].

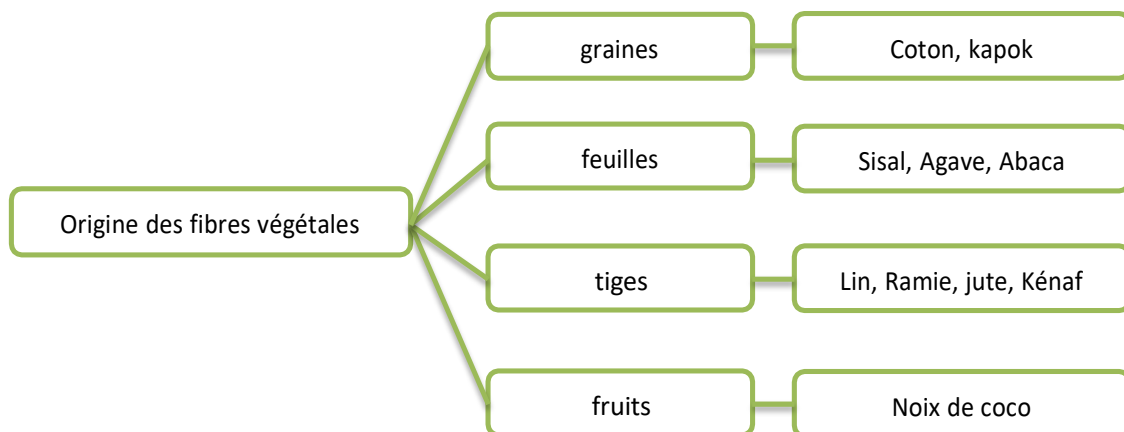


Figure I. 9. Classification des fibres végétales

II. 2. 5. 5. Morphologie des fibres végétales

En microscopie électronique, les fibres végétales sont comme des tubes microscopiques, des parois cellulaires entourant une cavité appelée lumière centrale qui aide les fibres végétales à absorber l'eau. Une représentation schématique de la structure fine des fibres lignocellulosiques est présentée à la figure (I. 10). La fibre est constituée de nombreuses parois cellulaires composées de microfibrilles de cellulose semi-cristallines orientées renforçantes noyées dans une matrice hémicellulose-lignine de composition variable. Les parois cellulaires sont divisées en deux sections : une paroi cellulaire primaire mince (désignée par la lettre P, généralement entre 0,1 μm et 0,5 μm d'épaisseur) et une paroi cellulaire secondaire épaisse, ayant généralement une section fibreuse de 80 nm. La paroi cellulaire primaire contient un réseau régulier de microfibrilles de cellulose dense. La paroi secondaire est constituée de trois couches distinctes et espacées S1 (couche externe d'une épaisseur de 0,5 μm à 2 μm), S2 (couche médiane d'une épaisseur de 5 μm à 10 μm) et S3 (couche interne d'une épaisseur de 0,5 μm jusqu'à 1 μm). La couche S2 est la couche la plus épaisse et la plus importante qui

détermine ses propriétés mécaniques. En fait, il est composé d'une série de microfibrilles cellulaires enroulées en spirale à partir de molécules de cellulose à longue chaîne. Ils sont constitués de 30 à 100 particules de cellulose d'un diamètre de 10 à 30 nm [19].

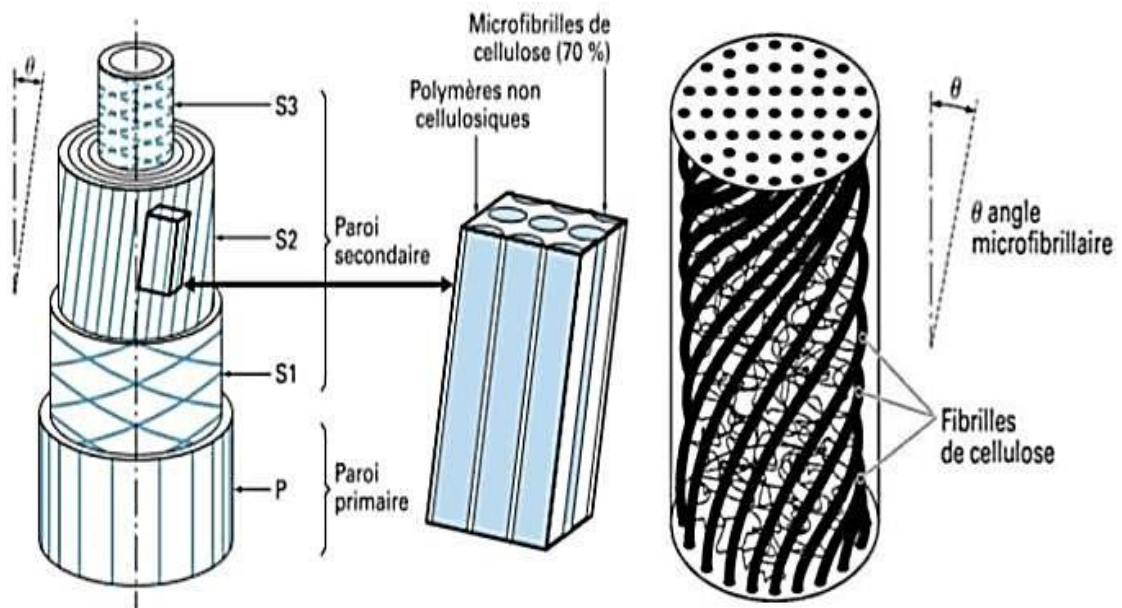


Figure I. 10. Morphologie des fibres végétales.

Les microfibrilles de cellulose forment un angle avec l'axe des fibres appelé angle des microfibrilles. La figure I. 10 montre la répartition des fibrilles, des microfibrilles et de la cellulose dans les parois cellulaires des fibres végétales. Les microfibrilles sont disposées en spirale le long de l'axe de la fibre et finissent par former des couches annulaires dans la section transversale de la fibre [20]. Les molécules d'hémicellulose dans la paroi cellulaire sont liées par des liaisons hydrogène à la cellulose et servent de matrice de cimentation entre les microfibrilles de cellulose. Cela crée un réseau cellulose-hémicellulose, qui est considéré comme le principal composant structurel des cellules fibreuses. D'autre part, les lignines hydrophobes jouent le rôle de liants et augmentent la rigidité du composite cellulose/hémicellulose. Les propriétés mécaniques de la fibre dépendent de la teneur en cellulose, de l'angle d'inclinaison des microfibrilles et du degré de polymérisation. L'angle de la spirale ou de la microfibrille varie selon le type de fibre végétale. Le degré de polymérisation du dépend également de la partie de la plante à partir de laquelle la fibre est obtenue [21].

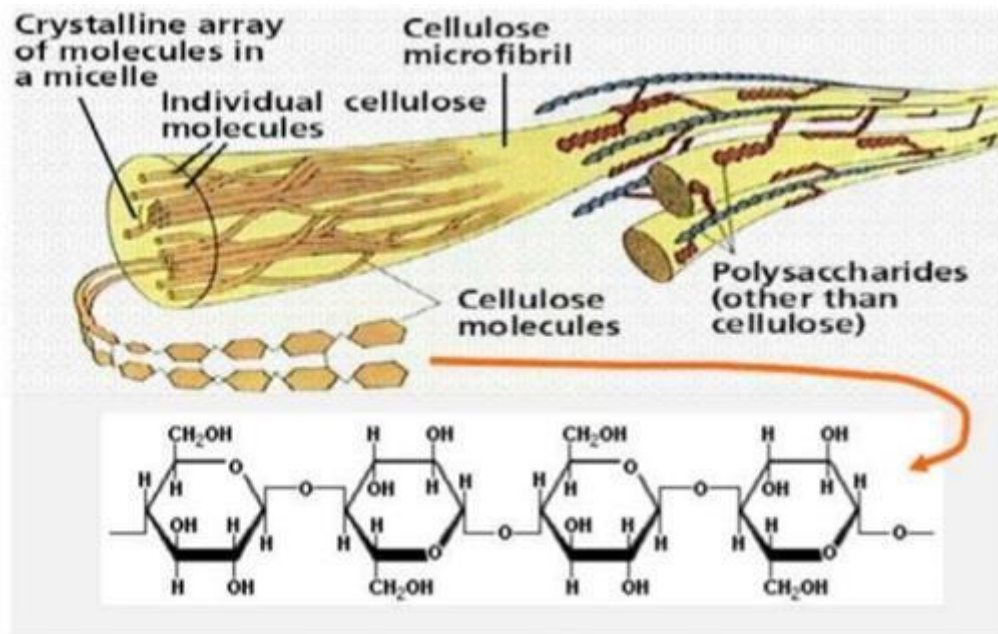


Figure I. 11. Organisation des fibres végétales

II. 2. 5. 6. Composition chimique des fibres végétales

Les principaux composants des fibres naturelles sont la cellulose et de la lignine d'hémicellulose ajoutée à la présence de pectine et de cire La composition des fibres contient également des protéines et des substances inorganiques. La composition des fibres varie selon les conditions de croissance, l'âge de la plante, le climat et l'origine des fibres (feuilles, tige, fruit,...) [22].

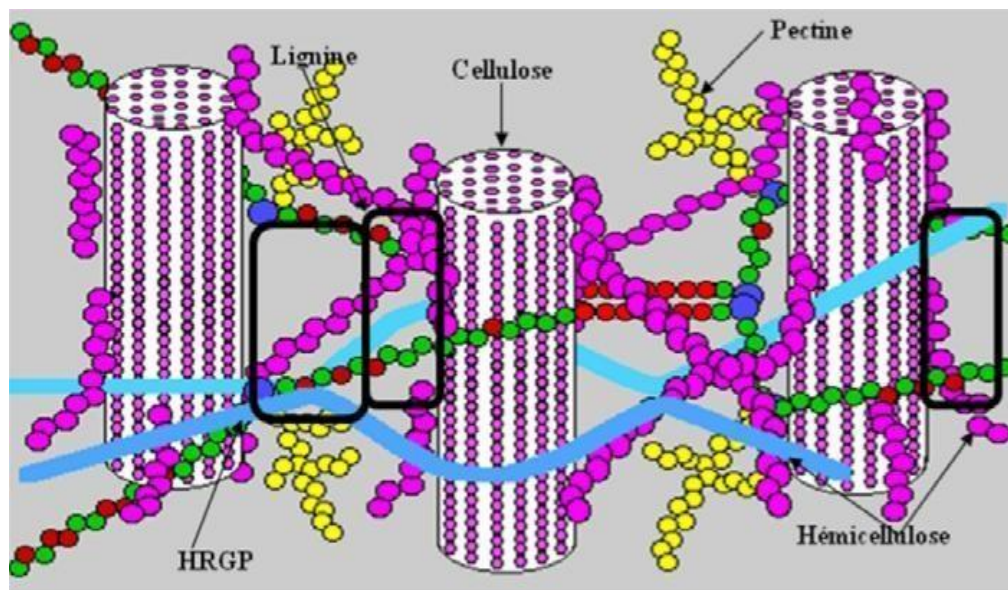


Figure I. 12. Schéma de la composition chimique des fibres végétales

Le tableau (II. 1) présente la composition chimique de quelques fibres végétales

Fibres	Cellulose %	Lignine %	Hemicellulose %	Pectine %
Jute	70	18	14	2
Coton	93	1	3	3
Lin	71	2	19	1
Ramie	75	1	15	2
Sisal	73	7	13	1
Alfa	45	24	24	-

Tableau II. 1. Composition chimique de quelques fibres végétales [23, 24].

a) La cellulose

La cellulose est le composant principal de toutes les fibres végétales et le matériau le plus abondant sur terre (plus de 50 % de la biomasse). Comme le montre la figure (II. 13), la cellulose est un glucide de formule brute $(C_6H_{10}O_5)_n$, où n est le degré de polymérisation et varie considérablement selon l'origine de la cellulose [25]. La photobiomasse des végétaux garantit une production de 50 à 200 Gt par an [26]. C'est le composant principal des parois cellulaires végétales. La cellulose est un glucide constitué de chaînes linéaires de molécules de D-glucose liées entre elles pour former des polymères linéaires, mais transversalement elles peuvent former des liaisons intermoléculaires ou intramoléculaires, des liaisons hydrogène. Ces interactions confèrent à la cellulose une structure fibreuse dont le degré de polymérisation varie fortement selon son origine (alimentaire, végétal, bois...) et se situe entre 20 000 et 100 000 [27]. La structure cristalline de la cellulose est un facteur crucial pour les propriétés mécaniques des fibres. Les travaux ont montré que la cellulose est constituée de chaînes macromoléculaires parallèles à très forte cohésion. Les groupes hydroxyle (OH) sont probablement impliqués dans la formation de liaisons intra- et inter-chaînes dans la cellulose et confèrent des propriétés mécaniques, i. H rigidité et solidité. Contrairement aux zones amorphes, les zones cristallines sont caractérisées par une forte densité de liaisons hydrogène, ce qui rend ces dernières fragiles et facilement accessibles [28]. Selon son origine, la cellulose a une cristallinité allant jusqu'à 80 % [29]. La cellulose, même à pH très élevé, résiste aux solutions alcalines et aux agents oxydants, mais est très sensible aux acides qui provoquent son hydrolyse [30]

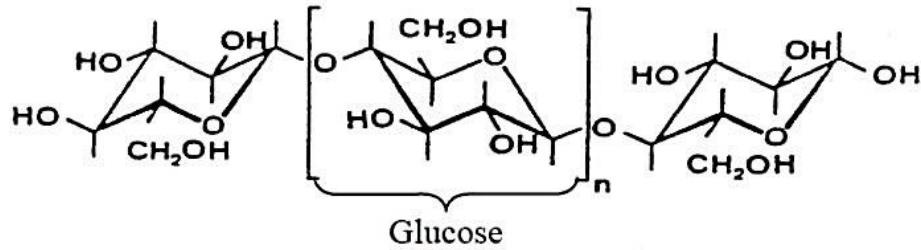


Figure I. 13. Moléculaire de Cellulose

Organisation de la cellulose

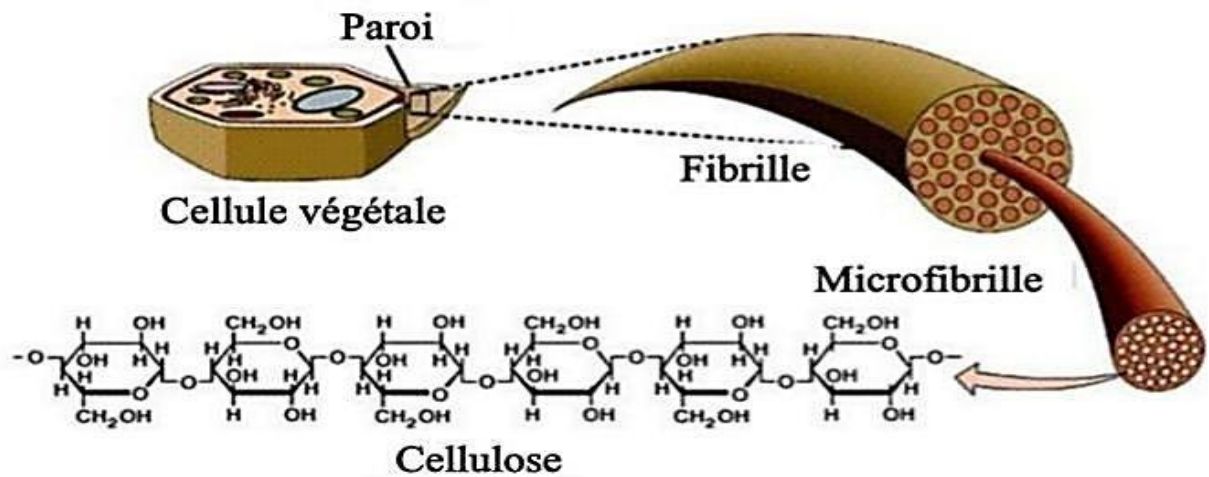


Figure I. 14. Organisation de la cellulose

b) La lignine

La lignine est le deuxième composant principal des fibres végétales. La lignine est un polymère hydrocarboné à structure tridimensionnelle aléatoire et très complexe qui permet la formation d'une matrice lui conférant rigidité et résistance mécanique. La lignine est produite lors de la formation de la paroi secondaire et se dépose sous forme de coque autour des polysaccharides et des composants protéiques de la paroi secondaire [31], la rendant plus hydrophobe et résistante aux attaques d'agents pathogènes et de parasites, et créant une barrière de sécurité biologique [32].



Figure I. 15. Moléculaire de lignine

c) L'hémicellulose

C'est le troisième plus grand composant de la biomasse, représentant 20 à 30 %. Il est constitué de polymères polysaccharidiques de pentosanes et d'hexanes avec un degré de polymérisation inférieur à celui de la cellulose [33]. L'hémicellulose interagit avec la cellulose et la lignine via des liaisons hydrogène, renforçant la paroi cellulaire et donnant à la plante force et élasticité. L'hémicellulose est constituée de chaînes macromoléculaires linéaires ou ramifiées. La similitude structurelle entre la cellulose et l'hémicellulose favorise une forte liaison non covalente (liaison hydrogène) entre les microfibrilles de cellulose et les hémicelluloses, ainsi que des liaisons covalentes avec les composants de la pectine qui assurent la cohésion des parois [34]. L'hémicellulose est insoluble dans l'eau mais soluble dans les milieux alcalins [28] et est utilisée dans les additifs alimentaires, les plastiques (feuilles et revêtements) et les produits pharmaceutiques [35].

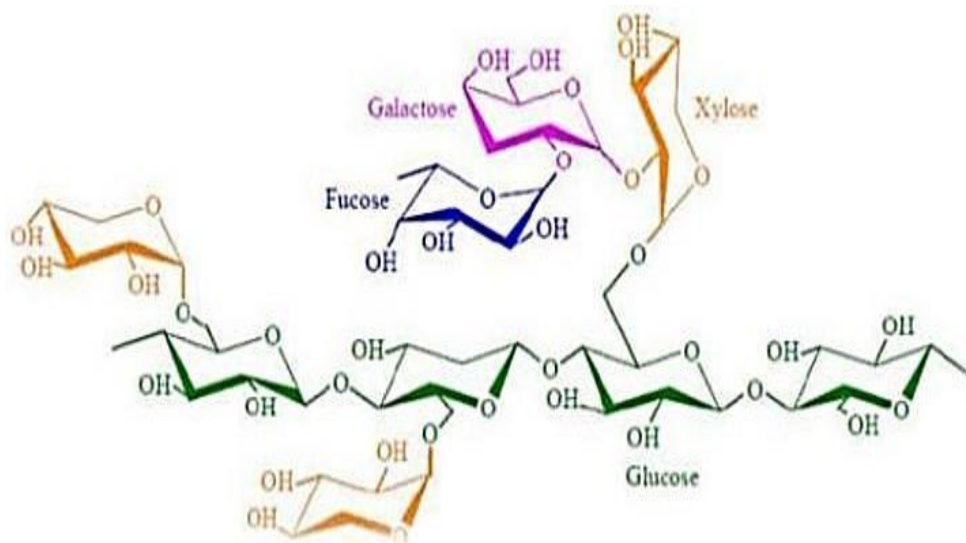


Figure I. 16. Moléculaire de L'hémicellulose

d) Pectines

Les pectines sont un groupe d'hétéropolysacchari des généralement présents dans les parois cellulaires primaires des fibres végétales autres que le bois. La structure des pectines dépend des espèces végétales et les proportions des différents types varient en fonction de leur localisation dans les parois cellulaires. Les pectines sont les composés les plus hydrophiles des fibres végétales en raison de la présence de groupes carboxyle. La figure (I. 17) montre un exemple de la structure de la pectine [36].

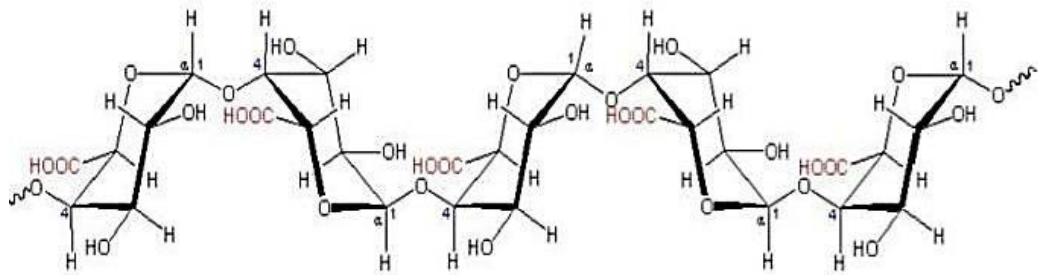


Figure I. 17. Moléculaire de pectine

e) Cires

La cire est un composant essentiel des fibres naturelles qui peut être extraite à l'aide de solutions organiques. Ces substances sont constituées de différents types d'alcools qui ne se décomposent pas en présence d'eau et de nombreux acides [37].

II. 2. 5. 7. Les Propriétés mécaniques et physiques des fibres végétales

Les propriétés mécaniques et physiques des fibres végétales sont dues à plusieurs facteurs dont les plus importants sont la composition chimique des fibres, leurs dimensions, ainsi que leurs défauts. Par exemple la cellulose est celle qui contrôle l'augmentation de la résistance à la traction et du module d'Young des fibres. Plus sa présence est élevée, plus la résistance des fibres est élevée

Fibres	Contrainte a rupture (MPa)	Module d'élastique (GPa)	Déformation plastique (%)	Densité (g/cm ³)
Lin	500-900	50-70	1.4-4	1.3
Chanvre	350-800	30-60	1.6-4	1.45
Kénaf	300-700	25-60	1.7-2.1	1.48
Jute	500-700	20-50	1.2-3	1.3
Bambou	500-700	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

Tableau I. 2 : Propriétés mécaniques et physique de différentes fibres végétales

II. 2. 5. 8. Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres naturelles sont des fibres qui proviennent de sources naturelles, telles que les plantes, les fruits, les légumes et les céréales complètes. Elles sont souvent utilisées dans diverses industries, notamment l'industrie textile, l'industrie du papier et l'industrie alimentaire. Voici quelques-uns des principaux avantages et inconvénients des fibres naturelles. Des avantages notables par rapport aux fibres traditionnellement utilisées dans les composites (ex : fibre de verre) Parce que les fibres végétales présentent de nombreux avantages, elles en font un bon renfort pour les matériaux composites. Cependant, comme d'autres fibres, les fibres végétales présentent des inconvénients qui peuvent entraver leur utilisation industrielle [39, 40].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Faible coût ➤ Biodégradable (pour l'environnement) ➤ Ressource renouvelable ➤ Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité) ➤ Demande peu d'énergie pour la production ➤ Non abrasif pour les outillages ➤ Bon isolant thermique et acoustique neutre pour l'émission de CO2 ➤ Pas de résidus après incinération 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Absorption d'eau ➤ Biodégradabilité (pour le matériau) ➤ Fibres anisotropes ➤ Pour des applications industrielles, nécessite de gestion d'un stock ➤ Faibles stabilités dimensionnelles ➤ Faible tenue thermique (200 à 300°C max) ➤ Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, des conditions météorologiques ➤ Renfort discontinu

Tableau I. 3. Avantages et inconvénients des fibres végétales

I. 3. FILATURES DES FIBRES VÉGÉTALES

En filature, le but est toujours de convertir une masse désordonnée de fibres en un ensemble de grandes longueurs et de petites sections appelée filé ou filé. L'ensemble des opérations qui conduisent à ce résultat s'appelle : filage. Le flux de travail sous-jacent à la transformation des fibres en fil s'applique quel que soit le type de matière première. Il s'agit toujours de démêler et de purifier la matière, de la démêler pour obtenir un voile de fibres qui se condense en un ruban. Celui-ci est affiné, étiré et tordu jusqu'à ce qu'un fil soit finalement formé. Comme le montre la figure (I. 18), on distingue alors les procédés de filature conventionnels, dits fibres courtes (coton et mélanges) ou fibres longues (laine et mélanges), et les procédés de filature non conventionnels. Le choix du procédé de filature dépend essentiellement des propriétés des fibres utilisées et des propriétés du fil produit. Les procédés de filature de base, quelles que soient la fibre utilisée et la technique de filature utilisée, sont le pré-conditionnement, la consolidation, le raffinage et la filature.[41]

I. 3. 1. La préparation

C'est une étape essentielle du filage et permet d'ouvrir, de nettoyer, de mélanger et d'homogénéiser les fibres. Diverses machines peuvent être utilisées à ce stade, dont le nombre et le type dépendent du type de fibre et de ses propriétés, ainsi que du niveau d'impuretés dans le matériau. Une excellente préparation est obtenue grâce à une combinaison d'action mécanique et aérodynamique. L'effet aérodynamique permet l'élimination de polluants avec un poids spécifique plus élevé que les flocons de fibres. Tandis que l'action mécanique permet l'ouverture et le dépoussiérage du matériau.[42]

I. 3. 2. Le cardage

Le cardage garantit que les fibres sont peignées et identifiées, et permet également de terminer le processus de nettoyage. A l'entrée du papier, la matière se présente sous forme de flocons fibreux, à la sortie se crée un très léger voile de papier qui se condense sous forme de ruban. Le papier est constitué d'une série de cylindres dont la géométrie d'installation, la position, les joints et les vitesses dépendent de la matière première utilisée. [41]

I. 3. 3. L'homogénéisation

Pour améliorer la qualité des chutes de cartes, nous avons utilisé une banque de dessin pour améliorer l'uniformité et la texture des bandes de cartes. Cette opération permet également la réalisation de joints sur des nappes de fibres de nature différente. En fait, la planche à dessin est alimentée par plusieurs bandes les unes à côté des autres (cartes ou de la piste devant la planche à dessin). Ces courroies passent entre deux ou plusieurs paires de rouleaux à des vitesses différentes (les rouleaux de sortie ont la vitesse la plus élevée). Sous l'influence du

gradient de vitesse, les fibres s'écoulent individuellement, ce qui améliore la répartition des fibres dans la nappe (parallélisme des fibres) et l'affinement du matériau.[41]

I. 3. 4. L'affinage

Ce procédé permet d'affiner la matière et d'augmenter sa cohésion. Le banc à broches permet d'étirer davantage le ruban et d'améliorer sa cohésion par une première torsion pour obtenir un roving de fibres prêtes pour le filage proprement dit.

I. 3. 5. Le filage

C'est la dernière étape avant d'obtenir le fil. Le matériau est rendu cohésif et fini avant d'être enroulé sur une base. La délicatesse est obtenue en réduisant le nombre de fibres par section, tandis que la cohésion est obtenue par friction.

I. 4. ARCHITECTURE DES FIBRES VEGETALES

I. 4. 1. Unidirectionnels (UD)

Dans un réseau UD, les fibres sont regroupées parallèlement les unes aux autres de sorte que la distance entre les deux fibres est constante. Les fibres sont jointes par la Très fin en gardant la distance entre les fibres [43]

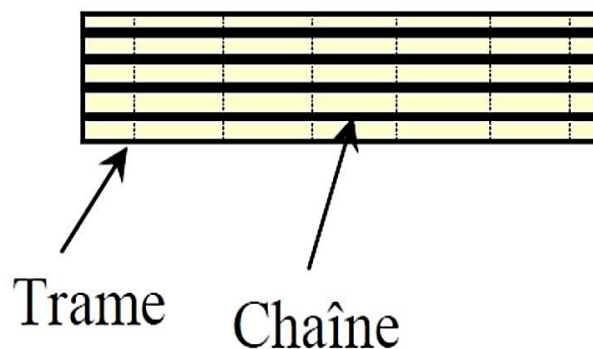


Figure I. 19. Renforts unidirectionnels

I. 4. 2. Bidimensionnels

Dans les textiles bidimensionnels, les mèches sont continues, enchevêtrées, orientées selon deux directions et étendues dans le plan, leur donnant ainsi une épaisseur très petite. La majorité des textiles 2D sont les tissés, les tricotés et les tressés dont les modes de tissage sont :[44]

a) Les tissés

Les tissés 2D sont obtenus par entrecroisement de deux réseaux de mèches perpendiculaires selon deux directions chaîne et trame. Chaîne dans la longueur du tissu et Trame pour le fil transverse afin de former le motif de tissage constituant un seul pli. Il existe trois grandes familles de tissés 2D selon le mode d'entrecroisement des fils.

➤ Le taffetas dont le fil de trame passe alternativement dessus puis dessous chaque mèche de chaîne. Le produit obtenu est plat, relativement rigide et peu déformable dû aux nombreux entrecroisements successifs des mèches.

➤ Le sergé $n \times m$ dont le fil de trame passe au-dessus de m fils de chaîne, chacun passant à son tour sur n fils de trame. Les points de liage successifs forment une diagonale. Cette armure¹³ est à la fois souple et dense.

➤ Le satin de n dont chaque fil de trame flotte au-dessus de $(n-1)$ fils de chaîne. Les points de liage ne sont pas consécutifs. Ces tissus sont très souples, plats et déformables. Ils présentent une bonne mouillabilité [45, 46]

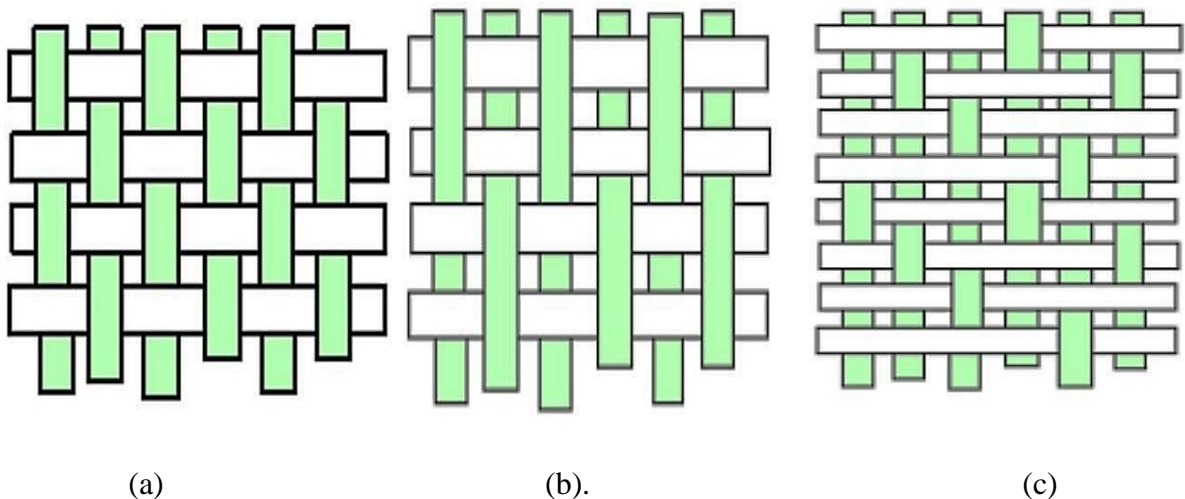


Figure I. 20 : Architecture des tissés (a) taffetas (b) Serge (c) satiné

b) Les tricotés

Contrairement à un tissu tricoté, où les fils sont droits et parallèles, un fil tricoté suit un chemin tortueux, formant des boucles symétriques appelées œillets. Ces mailles incurvées peuvent être facilement étirées dans différentes directions, ce qui rend les tissus tricotés beaucoup plus flexibles que les tissus tissés [47]. La très grande déformabilité de la maille, en plus d'une excellente mouillabilité, permet au d'avoir une résistance à la traction 5 élevée et une excellente perméabilité, permettant une injection plus facile de la résine. Le tricot consiste

en un fil simple tricoté par tissage dans le sens de la chaîne ou de la trame préféré pour créer un tricot simple (b) ou double [48]

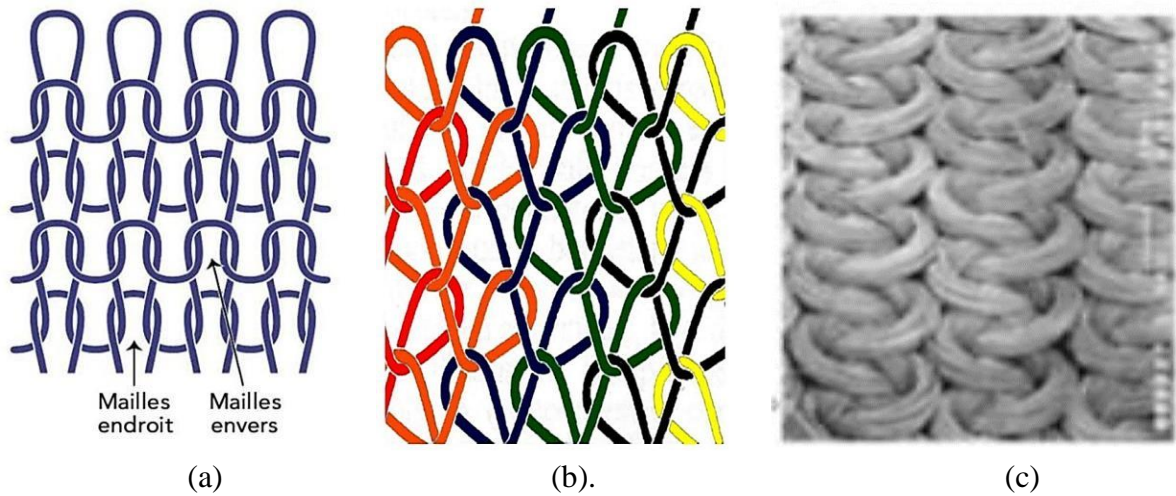


Figure I. 21. Architectures des tricotés. (a) Tricotés sens trame ; (b) Tricotés sens Chaîne ; (c) Double tricotés sens chaîne.

c) Les tressés

Les tressés sont fabriqués à partir d'au moins deux types de mèches qui n'ont pas une Trajectoire forcément droite mais dont la direction est privilégiée en renfort [49.]

Il existe deux grandes familles de tressés :

- Les biaxiaux dont le tressage permet en général de rassembler des unidirectionnelles à travers des mèches tressées en diagonale à la direction des unidirectionnelles [50]
- Les triaxiaux constitués de trois directions de mèches dont une unidirectionnelle dirigée en sens chaîne ou en sens trame et les deux autres s'entrelacent sur les unidirectionnelles selon deux directions symétriques inclinées par rapport aux directions principales du plan. Les trois mèches forment une architecture hexagonale Les triaxiaux ont la particularité d'être fortement Isotropes avec une distribution uniforme du chargement en traction et en cisaillement [51]

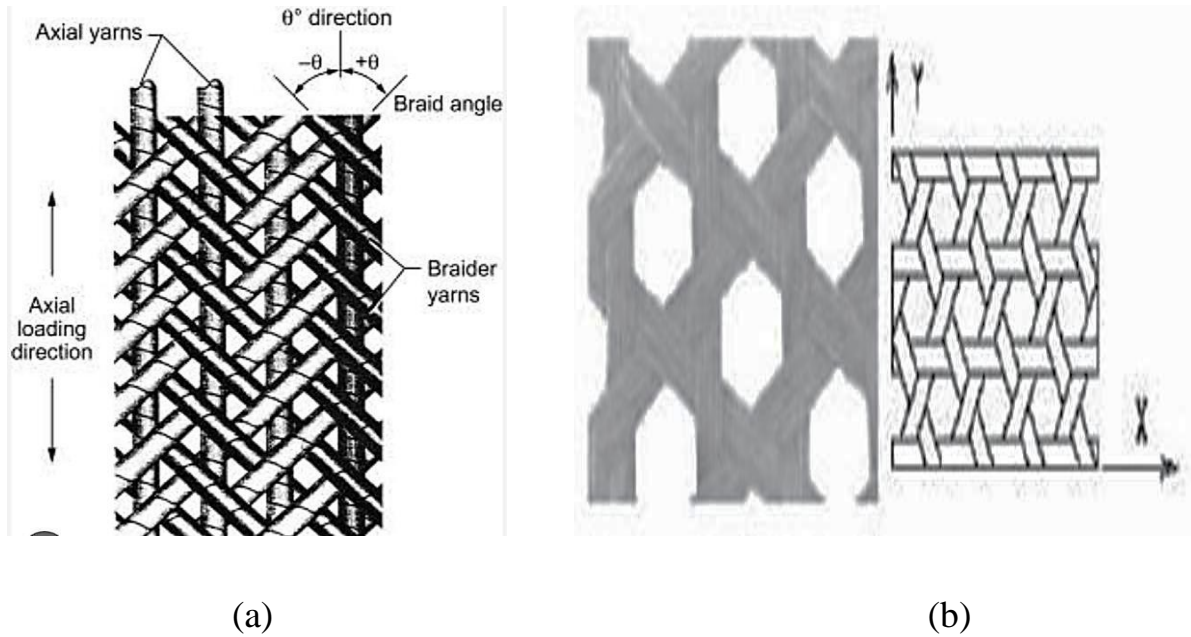


Figure I. 22. Architecture de tressés 2D (a) : tressés triaxiaux ; (b) : tressés triaxial à espace hexagonale

d) Les tridimensionnels

Les textiles tridimensionnels possèdent des fils dans plusieurs directions non coplanaires : les mèches dans des plans verticaux assurent avec les autres mèches dans le plan horizontal une résistance dans les trois directions cartésiennes x , y et z . Les renforts 3D ont donc des couches d'épaisseurs plus importantes car elles sont constituées de plis superposés et liés entre eux par des fils hors axe. La majorité des textiles 3D sont les cousus, les tissés, les tricotés et les tressés [41].

✓ Les cousus

Les cousus sont constitués d'un empilement de couches pouvant être unidirectionnelles, bidirectionnelles (tissés, tricotés, tressés) ou un mélange des deux renforcés dans l'épaisseur par une mèche « couture » qui peut être verticale ou inclinée, avec ou sans entrecroisement [49, 50, 51]

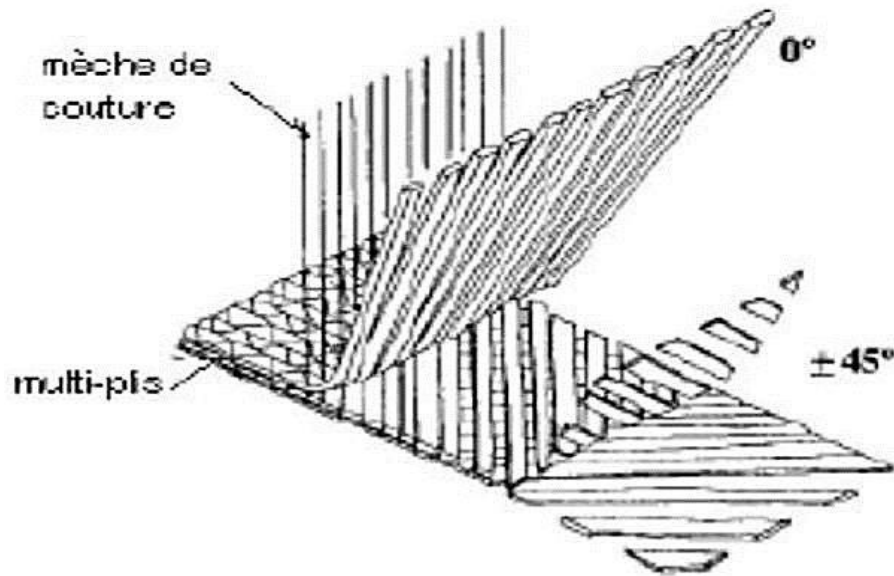


Figure I. 23. Architecture de couture.

✓ Les tissés

Les tissés tridimensionnels sont constitués de plusieurs plans formés de mèches droites en sens chaîne et en sens trame qui peuvent être reliés entre eux par des mèches qui ondulent :

- A travers toute l'épaisseur et la traverse de surface en surface
- A travers un nombre de couches d'empilement de mèches sens trame, inférieur au nombre de couches totales
- Entre deux couches successives d'empilement de mèches sens trame

Ce type de tissage est appelé « tissage angle Interlock ». Le « tissage orthogonal » se différencie du « tissage angle Interlock » de par l'orientation verticale de la mèche assurant le renfort de la direction de l'épaisseur [52].

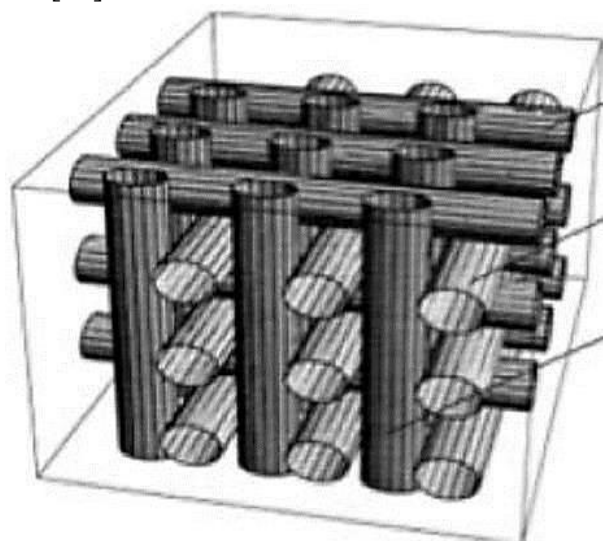
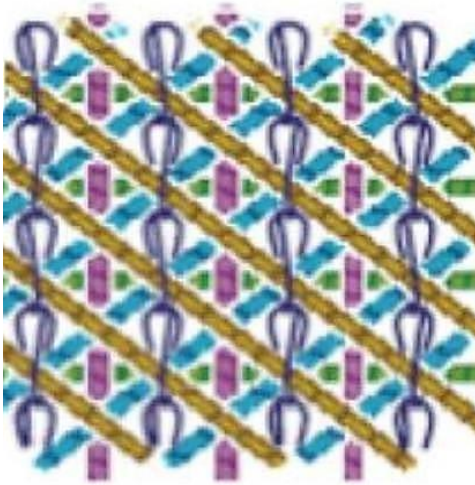


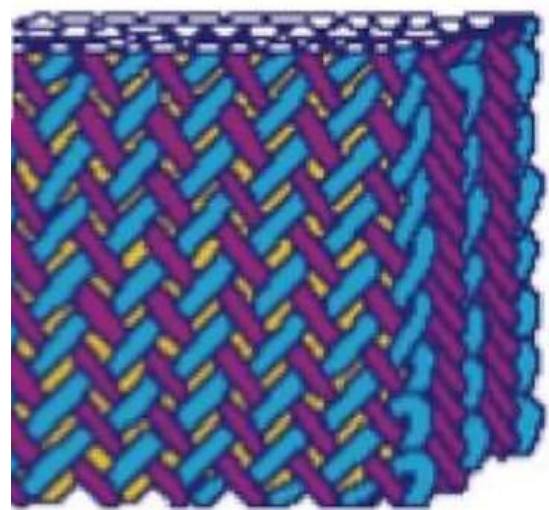
Figure I. 24. Un exemple de motif du « tissage orthogonal »

✓ Les tricotés et les tressés

A l'opposé des tricotés et tressés 2D, les tricotés et tressés 3D permettent d'obtenir des formes géométriques architecturales plus complexes, les mèches étant orientées dans les trois directions de l'espace, certaines correspondant à la direction « hors plan » du textile bidimensionnel.



(a)



(b)

Figure I. 25. Tricoté 3D (a) et Tressé 3D (b)

Chapitre II

Extraction des fibres végétales

II. 1. INTRODUCTION

Après que les chercheurs se sont tournés vers l'utilisation des fibres végétales comme alternative aux fibres synthétiques en raison de l'abondance de ces fibres, de leurs faibles risques environnementaux et de leur faible coût, de nombreuses méthodes ont été essayées pour extraire les fibres, y compris celles utilisées par l'homme dans le passé, et quelques autres méthodes nouvelles. Nous citerons dans ce chapitre quelques-unes de ces méthodes et expliquerons le principe de leur mise en œuvre.

II. 2. METHODES D'EXTRACTION

On désigne par le mot rouissage tout technique visant à séparer les faisceaux de fibres du restées constituants des plantes (pectine, lignine...). Ceci représentant la première étape du processus naturel de leur biodégradation. Après récolte, les fibres peuvent être extraites des parties végétales (tiges, feuilles...) et purifiées des impuretés et des matières collantes qui les rassemblent, et ce de différentes manières. Le plus ancien étant le rouissage microbiologique.

D'autres types ont également été mis au point dont on peut citer : le rouissage mécanique, le rouissage chimique ou encore le rouissage enzymatique. Ce dernier représente une approche très prometteuse mais assez limitée. [1, 2] Le schéma ci-dessous regroupe ces différents types.

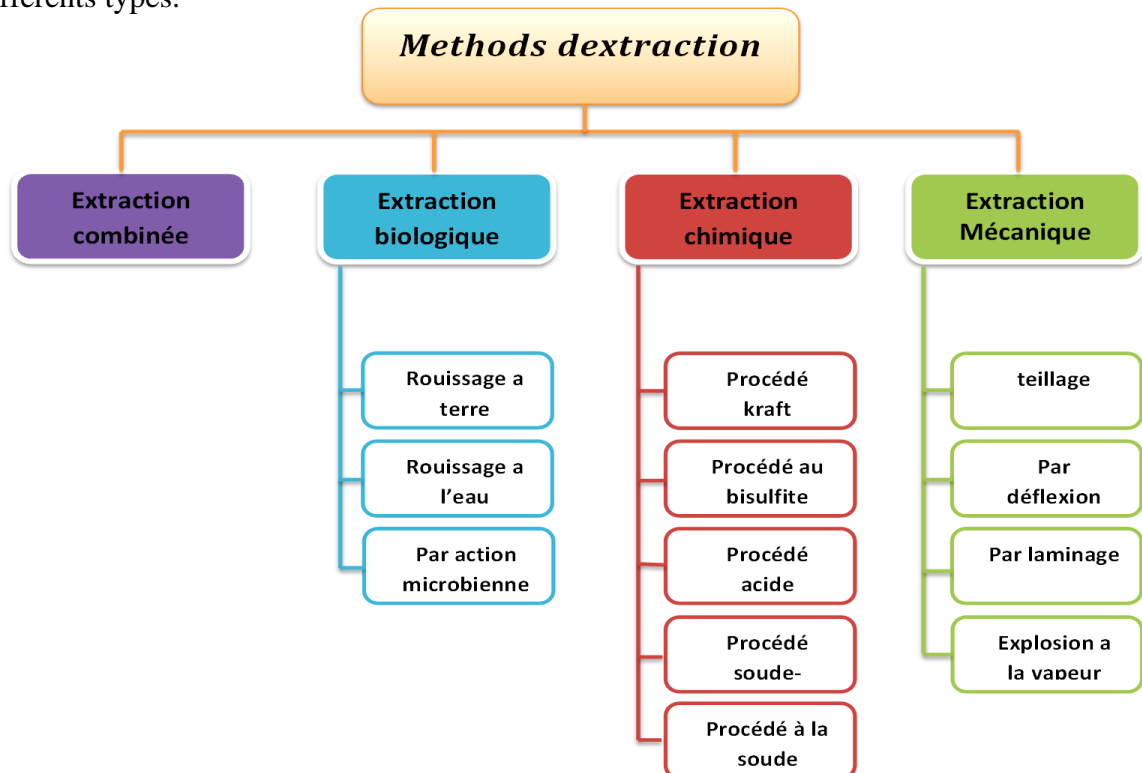


Figure II. 1. Différentes méthodes d'extraction des fibres végétales.

II. 2. 1. Extraction mécanique

Dans cette technique, nous séparons les fibres mécaniquement manuellement ou par des machines. Il y a généralement deux problèmes principaux avec l'extraction mécanique. Le premier est le risque élevé d'obtenir des propriétés mécaniques faibles en raison de contraintes mécaniques potentiellement agressives, et le second est que, quelle que soit la méthode de séparation utilisée, altère les propriétés intrinsèques des fibres.

Cette technique est très simple, mais les déchets ont une forte proportion de fibres courtes et la difficulté de nettoyer et de séparer le bois des fibres résultantes.

II. 2. 1. 1. Teillage

Cette méthode consiste à séparer le bois (le casser) des tiges par action mécanique : broyage et battage. Cette technique est plutôt utilisée pour extraire les fibres de lin ou de chanvre, les tiges sont prises par leurs extrémités et insérées dans le tilleul ou l'écang (instrument manuel à levier) si l'opération est manuelle. Les tiges sont battues pour enlever le bois, et cette opération est répétée jusqu'à ce que les fibres soient le plus souples possible. Les morceaux de bois récupérés sont appelés les «anas». Cette méthode ancestrale a été toujours effectuée manuellement, avant de laisser la place aux machines, nous retrouvons aujourd'hui des systèmes complètement automatisés qui engagent, maintiennent et dégagent automatiquement les tiges sans aucune intervention humaine grâce à des systèmes de roues cannelées à grosses dentures au début puis à plus fines denture Par la suite, elles passent sous la cannelure des rouleaux avec un angle proche de 90° pour rendre le broyage plus efficace. L'opération est effectuée successivement côté pied et côté tête. Les fibres courtes appelées aussi étoupes, moins résistantes, et les anas sont récupérées par aspiration et séparées. [3, 4]



Figure II. 2. Rouissage traditionnel des fibres de chanvre : teillage (cadres a et b) et peignage (cadres c et d) [10]

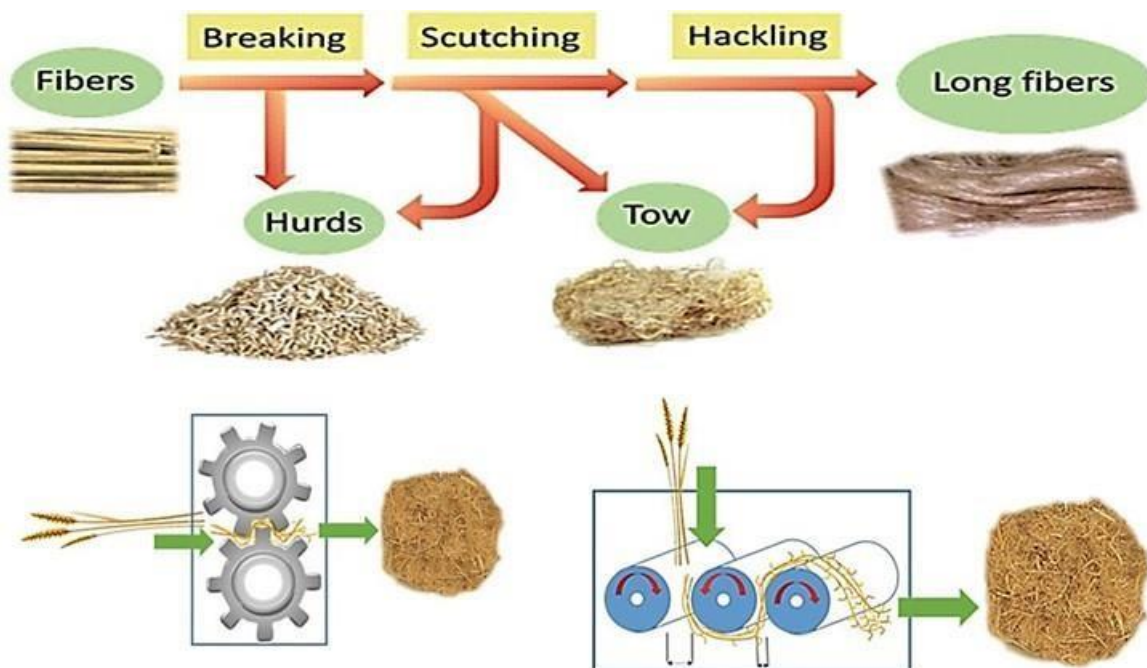


Figure II. 3. Traitement mécanique des fibres [10]

Décorticage automatisé par broyage à marteaux ; Décorticage automatisé par laminage.

II. 2. 1. 2. Par déflexion

Les fibres sont extraites par l'action combinée du grattage et du compactage. Les machines sont appelées « raspadors » (en espagnol : grattoirs), elles broient les tiges de la plante et libèrent les fibres. Ces machines sont essentiellement constituées d'un axe rotatif motorisé sur lequel sont montées des massues à manche en acier. Les barres insérées devant la machine sont posées entre ces fouets et la table à ciseaux, frottées et dirigées vers le côté opposé. La poussière et le bois passent à travers les tamis. La distance entre les couteaux est réglable en fonction du lot [5, 6].

II. 2. 1. 2. Par laminage

Les tiges sont coupées en morceaux qui sont ensuite broyées sous une presse ou par roulage ou encore une combinaison de deux traitements. Cela se produit plusieurs fois de suite jusqu'à ce que les fibres soient aussi éloignées que possible [7].

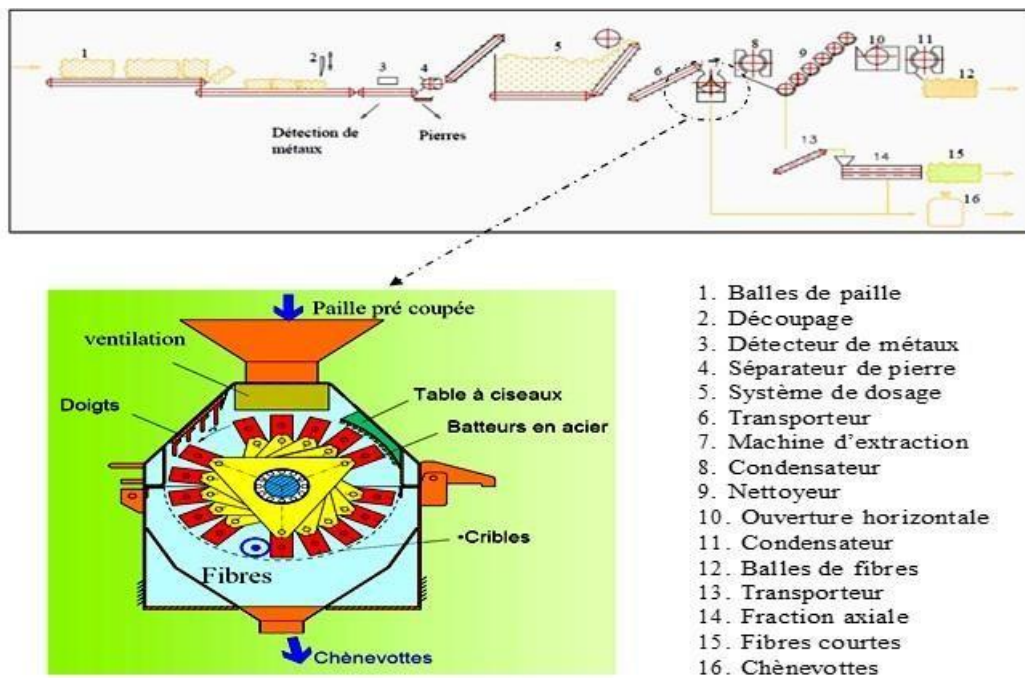


Figure II. 4. Ligne automatique d'extraction de fibres végétales et son système de grattage (en bas) développée par la société ATB [08 ,09]

II. 2. 1. 2. Par explosion à la vapeur

L'explosion à la vapeur est un processus d'auto-hydrolyse impliquant l'utilisation de vapeur saturée à haute pression suivie d'une décompression soudaine, ce qui provoque la décomposition substantielle de la structure lignocellulosique, l'hydrolyse de la fraction hémicellulose, la dépolymérisation des composants de la lignine et la défibrillation. Des taux de décompression élevés permettent d'améliorer la finesse des fibres, mais d'en réduire la

longueur. La lignine partiellement dépolymérisée devient plus ou moins soluble dans divers solvants organiques, tels que les alcools, l'acétone et les solutions alcalines, tandis que la cellulose, beaucoup plus résistante à l'hydrolyse que les polysaccharides pectiniques et hémicellulosiques, conserve sa structure. Le traitement par explosion de vapeur est un processus rapide et bien contrôlé, avec un faible coût et des paramètres de traitement très flexibles. Il est bien adapté au traitement de diverses fibres, y compris celles qui n'ont pas été rouies auparavant. Il est appliqué avec succès aux fibres de banane, aux fibres de chanvre semi-retardées, aux fibres de coco, au lin et à la paille de blé. L'explosion à la vapeur peut être considérée comme un prétraitement qui facilite les processus de rouissage suivants. Elle peut être effectuée en aval, après les traitements alcalins, le blanchiment et parfois l'hydrolyse acide afin de dégrader complètement les fractions d'hémicellulose et de lignine. En général, l'explosion à la vapeur est combinée à un pré-trempage alcalin pour favoriser le clivage des liaisons lignine-hémicellulose. La réaction entraîne une solubilité accrue du solvant alcalin de la lignine et une meilleure solubilisation dans l'eau de l'hémicellulose [10, 11].

Un autre traitement physique intéressant pour extraire les fibres est basé sur la méthode hydrothermique : les lignines et l'hémicellulose sont dégradées en utilisant de l'eau à pression et température élevées. Cette approche a été appliquée aux fibres de chanvre par Thomsen et aux fibres de lin par Stamboulis, qui a effectué le traitement dit de la duraline, une sorte de processus de durcissement à différents moments et températures, qui permet de séparer facilement les fibres de la tige par une simple opération de cassage et de teillage. Les fibres obtenues par ces procédures sont des faisceaux de fibres plutôt que des fibres individuelles et elles présentent une meilleure résistance à l'humidité ainsi qu'une résistance légèrement plus élevée et plus uniforme.

Récemment, un groupe polonais a mis au point un nouveau procédé de démucilagination osmotique des fibres de lin. Le mécanisme de dégomme est basé sur la pénétration diffuse de l'eau à l'intérieur de la tige, où les longs faisceaux de fibres celluloses sont regroupés en lamelles avec des polysaccharides, principalement des pectines. La tension périphérique de la tige est plus forte que celle de l'épiderme. Comme la tension périphérique est plus forte que la tension longitudinale, des fissures de l'épiderme se produisent dans le sens de la longueur, sans rompre ni raccourcir les fibres. Étant donné que les pectines se diluent et se dissolvent (avec d'autres substances bâtarde) dans l'eau, le liquide technologique est soumis à une filtration appropriée, qui permet également de récupérer les pectines en vue d'une utilisation ultérieure dans l'industrie cosmétique. Cette méthode osmotique produit des fibres caractérisées par une bonne ténacité, une bonne divisibilité et un toucher doux. Elle est tout aussi efficace que le rouissage à l'eau chaude et peut être appliquée à d'autres fibres libériennes en modifiant

simplement les paramètres de démulcination (température, vitesse d'écoulement et durée du processus).

Selon le matériau à traiter, le flux de plasma peut provoquer une ablation, une réticulation ou une activation de surface. L'ablation consiste à éliminer les résidus organiques ainsi que les couches superficielles au niveau moléculaire. La réticulation résulte de l'interaction entre deux ou plusieurs radicaux conduisant à la formation de liens covalents, tandis que l'activation de la surface augmente l'énergie de surface en raison de la génération de groupes polaires sur la surface du renforcement. Les temps d'exposition, les pressions et la puissance de décharge sont des variables qui doivent être soigneusement prises en compte pour obtenir les meilleurs résultats en termes de modification de la surface. Ce type de traitement est largement utilisé pour les fibres naturelles courantes comme le lin, la canne, le coco et le bambou car, contrairement aux traitements chimiques, il s'agit d'un processus simple et non polluant qui peut être considéré comme sec et propre. Les traitements physiques ne sont certainement pas encore complètement développés et seuls quelques articles décrivent leur utilisation. Les traitements physiques ne sont certainement pas encore tout à fait au point et seuls quelques articles décrivent leur utilisation. Cependant, ils sont caractérisés par une grande rapidité, une évolutivité facile et une flexibilité du processus, ce qui rend ce type de rouissage digne d'être étudié plus en détail [10].

Vapocraquage : Dans cette première étape, la vapeur à haute pression pénètre dans la structure du matériau par diffusion. De cette façon, la vapeur se condense et, à haute température, déclenche l'hydrolyse des groupements acétyl et méthyl glucuronide contenus dans les xyloanes et dans certaines fractions de galactomannane. Les acides organiques libérés augmentent l'acidité du milieu et catalysent la dépolymérisation de la lignine.[3]

Décompression explosive : Cette seconde phase consiste en une chute de pression brutale, qui entraîne l'évaporation d'une partie de l'eau présente dans le matériau. Cette expansion soudaine de la vapeur d'eau crée des forces de cisaillement suffisamment importantes pour provoquer une perturbation mécanique de la structure du matériau. Ces actions combinées modifient, selon les conditions, les propriétés physiques du matériau (surface spécifique, rétention d'eau, couleur, degré de cristallinité de la fraction cellulosique...), améliorent l'hydrolyse des fractions hémicellulosiques et induisent des modifications de la structure de la lignine qui facilite son extraction. Le schéma de base de la ligne de choc vapeur consiste en un générateur de vapeur alimentant le réacteur, qui subit une dépressurisation soudaine. Lors de la décompression, la matière est éjectée du réacteur et récupérée à l'éclateur [12].

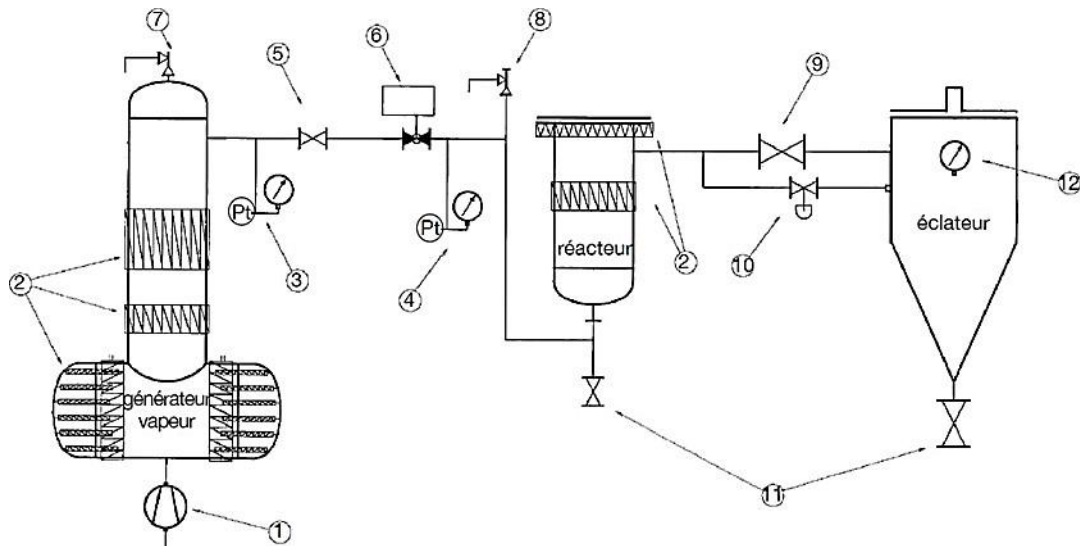


Figure II. 5. Schéma général d'une installation de Steam explosion [16]

- | | |
|--|---|
| 01. Pompe haute pression | 07. Soupape de sécurité du générateur |
| 02. Colliers chauffants | 08. Soupape de sécurité du réacteur |
| 03. Mesure de pression et de température du générateur | 09. Vanne d'éclatement |
| 04. Mesure de pression et de température du réacteur | 10. Vanne de purge lente |
| 05. Vanne d'isolement | 11. Vannes de récupération des produits |
| 06. Vanne de mise en charge | 12. Manomètre éclateur |

II. 2. 2. Extraction biologique

Le rouissage microbiologique est une méthode de rouissage traditionnelle et très répandue. Deux types de rouissage microbiologique sont principalement adoptés : le rouissage à la rosée et le rouissage à l'eau.

Tous deux sont réalisés par des enzymes de pectine sécrétées par la microflore indigène

II. 2. 2. 1. Rouissage a l'eau

Le rouissage à l'eau était déjà utilisé au temps de l'Egypte ancienne. Il était effectué dans des marres d'eau stagnantes. Les tiges y était mis en botte et alourdi afin de rester sous la surface de l'eau. Ce type de rouissage en rivière a été utilisé en Europe depuis le moyen âge jusqu'au milieu du 20e siècle, puis abandonné à la suite de son interdiction pour des problématiques de pollution des eaux par les produits de fermentation de la paille. Le rouissage à l'eau tiède a par la suite été utilisé. Pour ce dernier, les tiges de plant étaient placées dans des cuves remplies d'eau chauffée à une température de 30-40°C pour une durée pouvant varier de 3 à 7 jours. Il y avait souvent un premier lavage au bout d'une journée afin de retirer les premiers extractibles, puis la cuve était remplie à nouveau pour la suite du rouissage. Lors du rouissage à l'eau tiède, des bactéries anaérobies, telles que le genre Clostridium provenant du sol et de la tige des

plantes, se développaient. Elles étaient considérées comme la première source d'activités enzymatiques. Les enzymes produites sont des poly-galacturonases, des pectates-lyase et des pectines-estérases.

Une fois le rouissage terminé les pailles étaient séchées à l'air libre, ce qui nécessitait un espace important. Ce type de rouissage avait l'avantage d'être relativement rapide et homogène et permettait de produire des fibres de haute qualité. Cependant, des acides organiques et autres produits de fermentation polluaient l'eau et lui donnaient une odeur nauséabonde, obligeant son retraitement avant rejet dans les cours d'eau. Malgré la qualité des fibres produites, le rouissage à l'eau chaude a été progressivement abandonné à partir des années 1970 à cause de la pollution des eaux et les coûts engendrés par les grandes quantités d'eau chaudes utilisées. Le rouissage au champ est réapparu par la suite et est aujourd'hui le mode de rouissage le plus employé en Europe [13].



Figure II. 6. Rouissage à l'eau

II. 2. 2. 2. Rouissage a terre

Dans le cas du rouissage à la rosée, également appelé rouissage au champ, les plantes récoltées sont étalées finement pendant 2 à 10 semaines dans les champs (Fig II. 7). Pendant cette période, les micro-organismes, principalement des champignons filamenteux ou des bactéries aérobies présentes dans le sol et sur les plantes, attaquent les types de cellules non cellulosiques, en éliminant les pectines et les hémicelluloses des cellules du parenchyme et des lamelles moyennes, sans attaquer les fibres de cellulose. Dans ce processus, les champignons colonisateurs possèdent un niveau élevé d'activité pectinase et la capacité de pénétrer la surface cuticulaire de la tige : ainsi, les faisceaux de fibres sortent séparés en faisceaux plus petits et en fibres individuelles. Plusieurs espèces de champignons et de bactéries ont été isolées à partir de plantes rouies par la rosée : *Cladosporium* sp., *Penicillium* sp., *Aspergillus* et *Rhodotorula* sp.

Pendant le rouissage du lin, d'autres champignons ont été isolés, tels que *Cladosporium herbarum*, *Epicoccum nigrum*, *Alternaria alternate*, *Fusarium sp...*, *Aureobasidium pullulans*, *Phoma sp.*, *Mucor sp.*, *Rhizomucor pusillus* et *Rhizopus oryzae* [14].

Pour les fibres plus lignifiées, d'autres enzymes sont nécessaires et une étape mécanique est souvent ajoutée pour séparer les fibres.

Actuellement, le rouissage à la rosée est le processus le plus utilisé pour la production industrielle de fibres libériennes, principalement le lin et le jute, en raison de son faible coût. Malheureusement, la méthode est limitée aux régions géographiques où les conditions météorologiques sont propices à la prolifération des champignons. En outre, la qualité des fibres produites est souvent faible et irrégulière par rapport à d'autres méthodes, telles que le rouissage à l'eau. Les risques d'un rouissage insuffisant ou excessif sont également signalés : ils peuvent entraîner des difficultés de séparation ou affaiblir la fibre. Par exemple, les enzymes cellulotoxiques sécrétées par le microbiote peuvent endommager les fibres si l'exposition dure trop longtemps.

Il est donc nécessaire de surveiller le processus de rouissage pour garantir la qualité des fibres. L'occupation des terres pendant plusieurs semaines pendant le rouissage et la présence d'un produit contaminé par de la terre et des champignons sont d'autres inconvénients de ce traitement.

En ce qui concerne le rouissage artificiel, on étudie depuis quelques années l'utilisation de champignons dans un environnement plus contrôlé pour l'extraction de fibres naturelles. Les paramètres contrôlés comprennent le type de champignon, la température et la durée du traitement, afin de proposer des traitements de rouissage moins coûteux, plus efficaces et respectueux de l'environnement.

Parmi les champignons, le champignon de la pourriture blanche (basidiomycètes) s'est avéré être le seul capable de dégrader les composés non cellulotiques des fibres naturelles, améliorant ainsi les propriétés mécaniques des composites renforcés de fibres naturelles qui en résultent.

Une autre étude récente fait état d'un enrichissement enzymatique du processus de rouissage de la rosée par l'utilisation de mélanges enzymatiques personnalisés (Texazym® SER). Ces

Ces enzymes, développées par INOTEX, sont pulvérisées sur le champ avant l'arrachage ou dans les 3 premiers jours du rouissage. Il a été constaté que cette méthode peut augmenter les rendements en fibres longues de lin de plus de 40 %. Dans ce cas, les enzymes combinées à des traitements mécaniques doux peuvent remplacer un traitement agressif et énergivore comme la cotonnisation Laroche [10]



Figure II. 7. Rouissage a terre

II. 2. 2. 3. Par action microbienne

Trois groupes d'agents microbiens sont capables de dégrader les composants non cellulosiques présents dans les tiges ou les feuilles des plantes : les bactéries, les protozoaires et les champignons. Dans la première catégorie de bactéries, il existe trois espèces, une qui possède une activité dépolymérase et une autre glycosidasique capables d'hydrolyser la chaîne principale et de couper les chaînes latérales en utilisant les oligosaccharides et les oses libérés. La deuxième possède uniquement une activité dépolymérase mais incapable d'utiliser les produits d'hydrolyse des hémicelluloses. Enfin la troisième, qui possède des activités glycosidasiques mais dépourvue d'activité dépolymérase. Plusieurs espèces des protozoaires sont capables de dépolymériser les hémicelluloses, ainsi que pour les substances pectiques, mais elles n'ont qu'une capacité limitée à utiliser les produits d'hydrolyse comme source d'énergie. Concernant les champignons, ils sont capables de dépolymériser les hémicelluloses et d'utiliser les oligosaccharides et les oses libérés, et de solubiliser partiellement la lignine. Cependant, elles ne peuvent pas dépolymériser les pectines [15, 3].

II. 2. 2. 3. Extraction chimique

En ce qui concerne le rouissage à l'eau ou le rouissage à la rosée, les procédés chimiques sont parfois préférables car ils produisent des fibres caractérisées par une qualité constante, quelles que soient les conditions climatiques, généralement dans des délais plus courts. De nombreux traitements chimiques peuvent être effectués sur les fibres en fonction de leur type, du processus de rouissage à appliquer et de leurs applications finales.

Le processus chimique le plus utilisé est l'alcalinisation, un traitement visant à éliminer les hémicelluloses : il est généralement effectué avec de l'hydroxyde de sodium, ajouté sous

forme de solution aqueuse à une concentration variable de l'ordre de 1-25% en poids. L'effet du NaOH est parfois ambigu et les résultats rapportés sont controversés : en effet, si le traitement alcalin semble augmenter l'élongation à la rupture et la rugosité de surface tout en améliorant la résistance ultime à la traction, le module initial, les propriétés électriques et la stabilité thermique, il diminue en même temps la résistance à la traction de la fibre avec l'augmentation de la concentration de NaOH, démontrant que l'alcalinisation pourrait induire des dommages sur la fibre. Afin de minimiser la détérioration des fibres, une combinaison d'hydroxyde de sodium, de carbonate de sodium et de sulfure de sodium et des traitements de trempage courts (seulement 2 h) ont été utilisés avec succès sur les fibres brutes permettant une réduction du diamètre, de la densité linéaire et de la rigidité en flexion des fibres [10].

II. 2. 2. 4. Procédé Kraft

Ce procédé alcalin a pour but d'éliminer la lignine, les pectines et l'hémicellulose sous l'action d'une solution de soude (NaOH) et de sulfure de sodium (Na₂S), ce dernier étant un réducteur qui protège la cellulose et l'empêche de s'oxyder. La température de cuisson est comprise entre 170° et 175°C pendant 2 à 4 heures.

Lors de la cuisson, le sulfure de sodium est hydrolysé en soude, NaHS et H₂S. Les différents composés soufrés présents réagissent avec la lignine pour former des thiolignines plus solubles. La soude a également une fonction délignifiante, similaire au sulfure et ses dérivés. Le liquide appliqué sur le matériau est appelé liqueur blanche. Le liquide sorti du réacteur, qui contient les composés retirés de la paroi, est appelé liqueur noire [3, 17].

II. 2. 2. 5. Procédé au bisulfite

Le procédé au bisulfite sépare la lignine des fibres cellulosiques à l'aide de divers sels d'acide sulfureux. Les sels utilisés dans le processus de réduction sont, selon le pH : des sulfites ou des bisulfites. Il consiste en la réaction de bisulfite de calcium, de sodium, d'ammonium ou de magnésium contenant du dioxyde de soufre libre avec de la lignine. Le dioxyde de soufre est produit en brûlant l'excès de soufre dans l'air. Le bisulfite est obtenu directement à partir de la réaction du dioxyde de soufre. Le pH est compris entre 1,5 et 5 (sulfites ou bisulfite), la durée est comprise entre 4 et 14 heures et la température est comprise entre 130 et 160°C, qui dépend également de la base utilisée [3, 10].

II. 2. 2. 6. Procédé acide

Les composants non cellulosiques sont éliminés par traitement avec 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 [3, 10].

II. 2. 2. 7. Procédé Soude-Anthraquinone

Le procédé Soude-Anthraquinone ou Kraft-Anthraquinone utilise un catalyseur tel que les composés quinoniques dont fait partie l'anthraquinone. De ce fait, le temps de cuisson peut être réduit et le rendement en pâte augmenté. Les propriétés de ces pâtes sont comparables à celles des pâtes kraft. L'indice kappa est comparable à celui des pâtes kraft. L'effet de l'anthraquinone est plus marqué sur le procédé à la soude (procédé n'utilisant que la soude comme agent de délignification) [3, 18].

II. 2. 2. 8. Procédé à la soude

Ce procédé utilise exclusivement de la soude NaOH pour dissoudre des substances non cellulosiques telles que la lignine, la pectine et l'hémicellulose, ainsi que divers composants qui composent la réserve et la paroi externe de la tige de la plante. La température, la pression, la concentration et la durée du traitement doivent être déterminées en fonction du lot, de l'âge et de l'espèce végétale de manière à ne pas dégrader les fibres de cellulose. Il est recommandé de contrôler le pH de la solution à une valeur de 7 environ. Des agents réducteurs peuvent être ajoutés pour empêcher l'oxydation de la cellulose [3, 19].

II. 2. 2. 9. Procédé au sulfate neutre de sodium

Les fibres sont extraites à l'aide d'une solution de sulfate de sodium avec de carbonate de sodium à une température de 170° à 180°C sous pression (en autoclave). Les substances ligneuses sont ainsi délignifiées, sulfonées et dépolymérisées et les hémicelluloses sont dissoutes, les fibres cellulosiques sont alors libérées [3]

Chapitre III

Matériaux et techniques expérimentales

III. 1. INTRODUCTION

Les fibres naturelles locales étant une ressource renouvelable abondante et possédant des propriétés mécaniques relativement élevées, elles fascinent de plus en plus de chercheurs et de scientifiques, ainsi que divers industriels qui cherchent à remplacer les fibres de verre et autres fibres synthétiques par des fibres naturelles dans diverses applications. À cela s'ajoutent leur faible densité, leur faible poids spécifique, leur résistance spécifique élevée et leur rigidité.

À cet effet, nous avons caractérisé une fibre végétale locale (*Genêt d'Espagne*) et de cette dernière développé un fil qu'on puisse l'utiliser comme renfort d'une matrice thermodurcissable qui est le Polyester. Ce composite sera caractérisé mécaniquement pour qu'on puisse voir ou nous pouvons l'utiliser.

III. 2. PRESENTATION DES MATERIAUX UTILISES

III. 2. 1. Fibres de Genêt d'Espagne (GE)

III. 2. 1. 1. Description botanique de la plante de Genêt d'Espagne

Spartium junceum L. (SJL), connu sous le nom de **genêt d'Espagne** (GE) ou de genêt des tisserands, est une plante appartenant à la famille des Fabaceae. C'est la seule espèce incluse dans le genre *Spartium*, mais elle est étroitement liée aux autres genêts des genres *Cytisus* et *Genista*. C'est une plante méditerranéenne utilisée comme matière première textile depuis l'Antiquité. Sa principale utilisation était la production de fibres, mais elle était également connue pour ses fleurs qui s'épanouissent entre mai et juillet. Il est intéressant de noter que la plante SJL a été principalement utilisée comme matière première pendant la période de pauvreté de l'entre-deux-guerres, mais qu'elle a ensuite été abandonnée.

Bien qu'elle soit originaire du sud de l'Europe et de la région méditerranéenne, y compris l'Afrique du Nord, la Turquie et le Moyen-Orient, elle devient un envahisseur agressif dans de nombreuses régions tropicales, subtropicales et tempérées du monde. Par exemple, aux États-Unis, aux îles Canaries, aux Açores, en Argentine, en Bolivie, au Pérou, en Uruguay, en Afrique du Sud et en République dominicaine, la SJL est considérée comme une mauvaise herbe envahissante et nuisible [65].



Figure III. 1. Plante de Genêt d'Espagne.

III. 2. 1. 2. Extraction par rouissage à l'eau

Les fibres étudiées sont extraites des tiges de la plante de Genet d'Espagne. Ces tiges ont été collectées dans la région de Sétif à l'Est de l'Algérie (figure III. 2). Ensuite, elles ont été trempées dans de l'eau (rouissage à l'eau) pendant un mois (période maximale). Une fois le processus de rouissage terminé, les fibres ont été retirées manuellement des tiges mouillées. Les fibres extraites ont été soigneusement nettoyées et séchées dans des conditions ambiantes avant d'être utilisées pour l'analyse (Figure III. 3).



Figure III. 2. Tiges de Genêt d'Espagne récoltées.



(c)



(d)

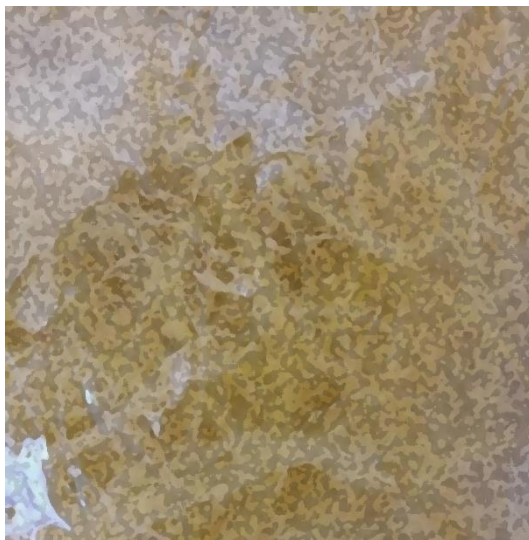


Figure III. 3. Rouissage des fibres Genêt d'Espagne à l'eau

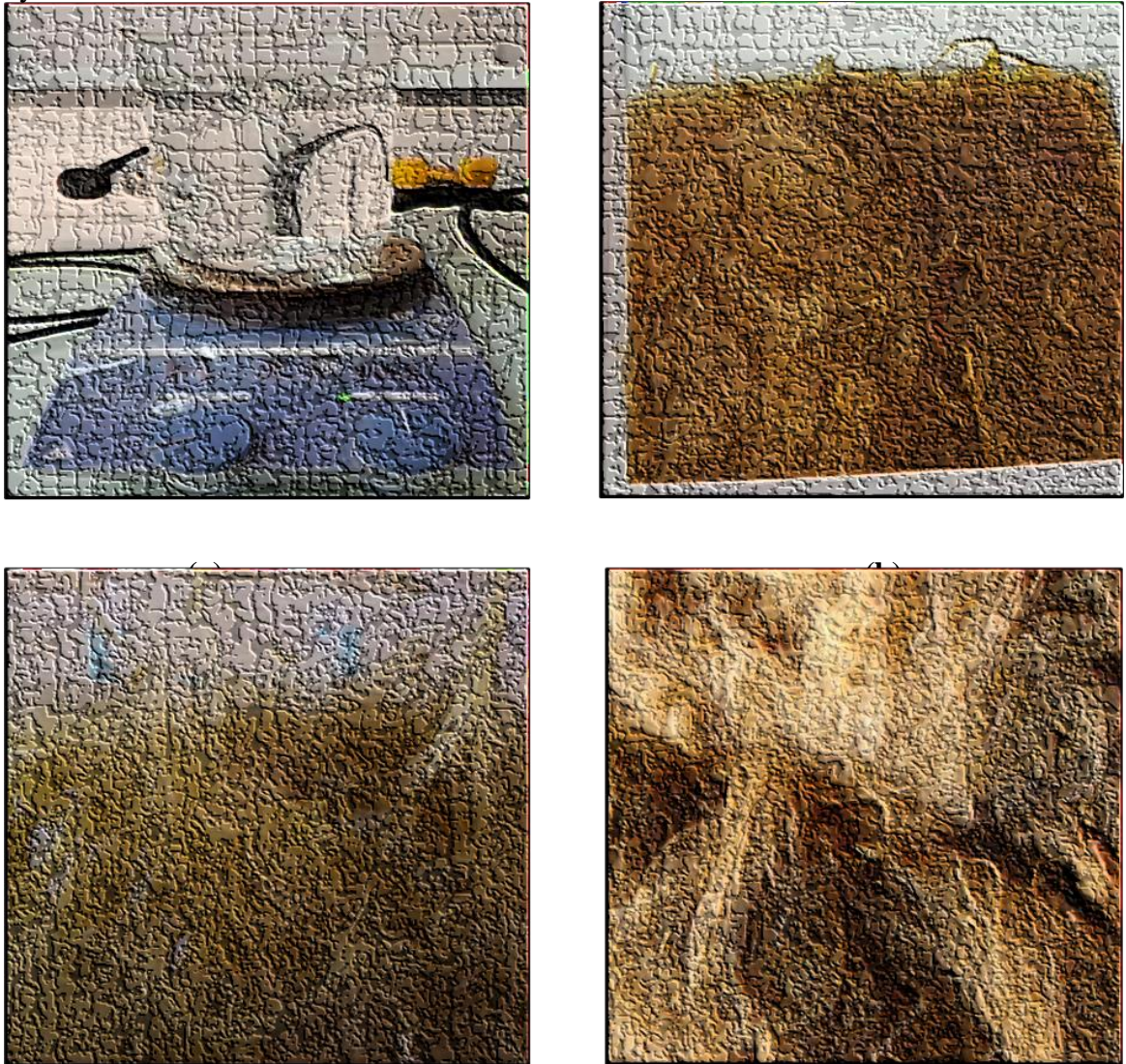
(a) Rouissage à l'eau (30 jours) ; (b) Extraction des fibres ; (c) Rinçage des fibres ; (d) Etuvage des fibres



Figure III. 4. Fibres brutes

III. 2. 1. 3. Traitement chimique des fibres

Les fibres obtenues de Genêt d'Espagne sont traitées avec une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) avec une concentration de 5%. Les fibres brutes sont immergées pendant 3 heures dans la solution. Après traitement, les fibres sont bien rincées à l'eau distillée jusqu'à ce que les fibres atteignent un pH neutre de 7 pour éliminer les effets de l'hydroxyde de sodium. Puis les fibres sont séchées dans une étuve à une température de 70° C (Figure III. 5). Le but du traitement chimique est d'éliminer les impuretés et la cire qui recouvrent la surface de l'hydroxyde de sodium (NaOH) car il améliore l'ionisation des fibres et le degré de polymérisation de la cellulose



(c)

(d)

Figure III. 5. Traitement chimique (alcalin) des fibres Genêt d'Espagne

(a) Préparations de la solution NaOH 5% ; (b) Traitement des fibres ; (c) Rinçages des fibres ; (d)Fibres traitées.

II. 2. 2. Fil issu des fibres de Genêt d'Espagne

La filature circulaire est la méthode de filature que nous avons utilisée pour transformer les fibres en fil. Le filage des fibres Genêt d'Espagne brutes et traitées a pour but de les transformer en fils pouvant servir comme renforts d'un matériau composite. Le processus de filature est divisé en trois étapes de base pour convertir les fibres tordues en fils, à savoir :

☞ La première étape consiste à étirer les fibres longitudinalement (Figure III. 6. a)

☞ La deuxième étape consiste à tordre les fibres tout en les pressant ensemble dans une direction, qui est l'axe du fil produit, ce qui lui confère une grande résistance. Plus le nombre de tours est élevé, plus le diamètre du filetage est petit et plus sa résistance est grande (Figure III. 6. b).

☞ La troisième étape d'enroulement du fil résultant sur un tube de bobinage (Figure III. 6. c).

Le filage est effectué pour les deux types de fibres à savoir non-traitées (Figure III. 7. a) et les fibres traitées par le NaOH (Figure III. 7. b)

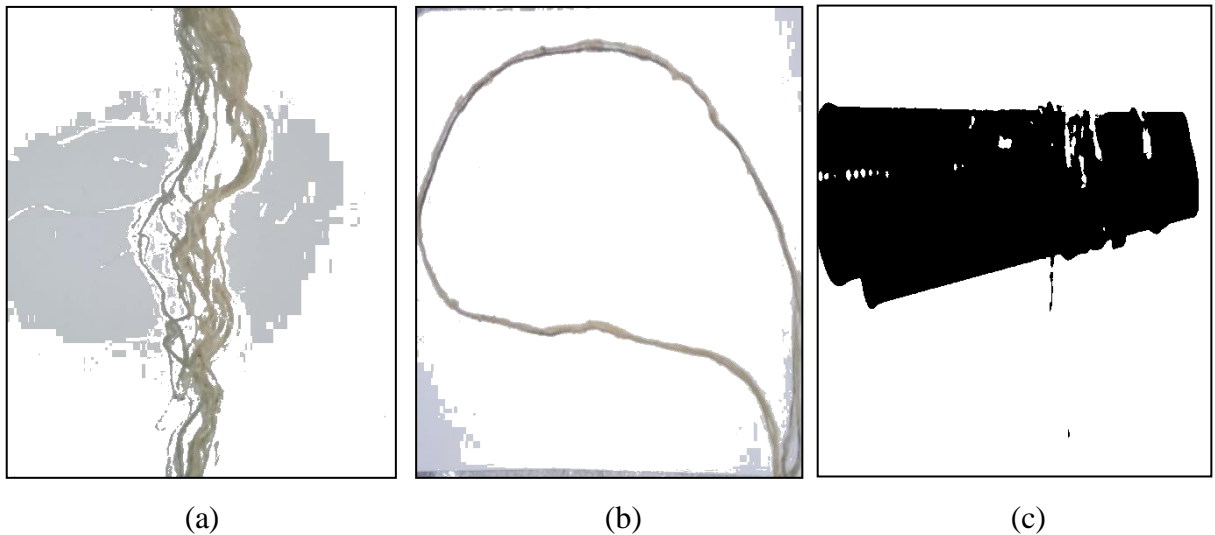
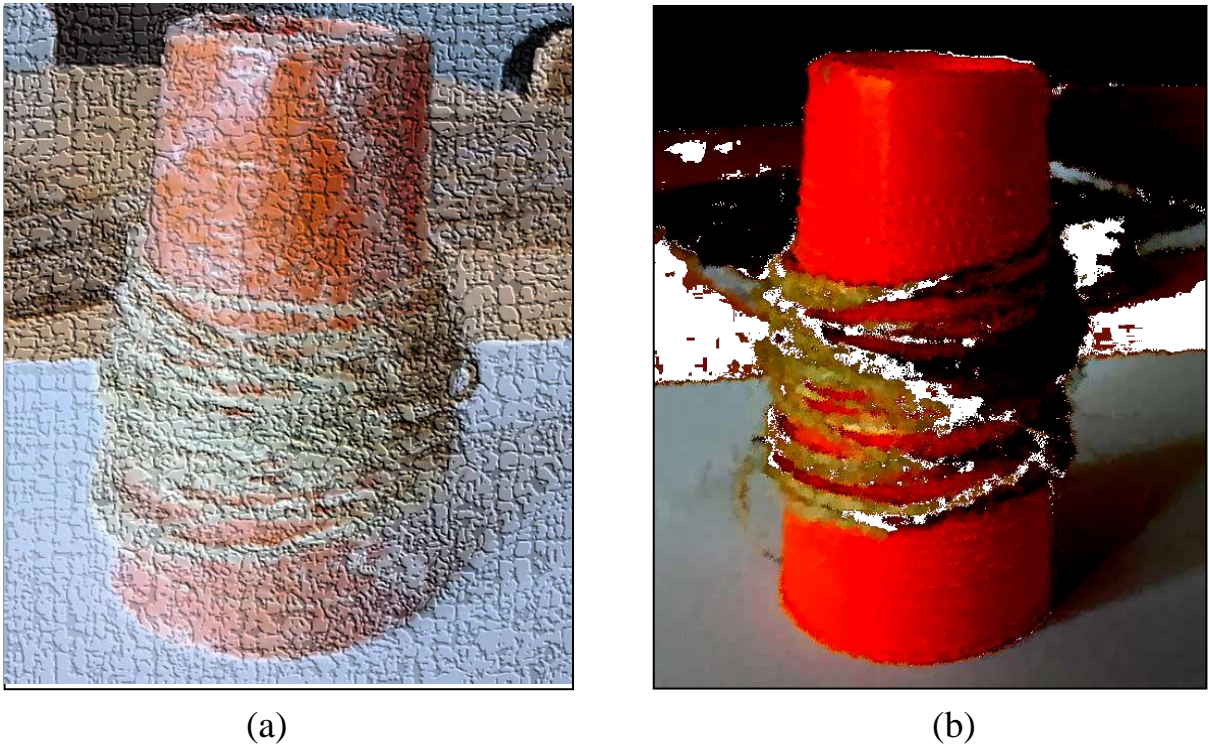


Figure III. 6 : Etapes de Filature des fibres Genêt d'Espagne.
(a) Etirage des fibres ; b) Tordage des fibres ; c) Bobinage du fils.



*Figure III. 7. Fils de Genêt d'Espagne.
a) Fil de Genêt d'Espagne non-traitée ; b) Fil de Genêt d'Espagne traitée*

II. 2. 3. Élaboration d'un matériau composite unidirectionnelle Genêt d'Espagne/Polyester

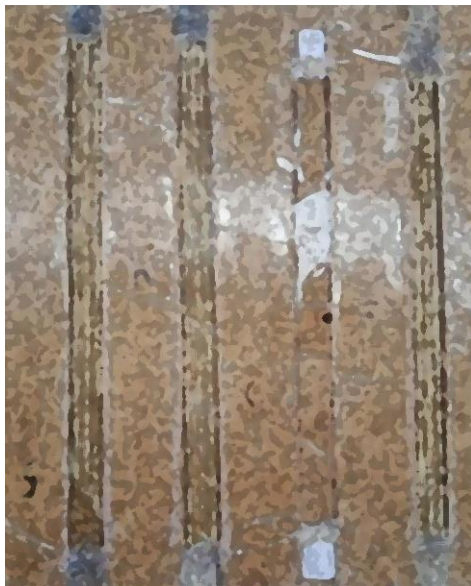
Le matériau composite GE/polyester a été élaborées par moulage au contact. Nous avons élaboré le composite directement sous forme des éprouvettes destinées à l'essai de traction selon la norme *ASTM D3039M*. Tout d'abord, leur forme est réalisée sur un moule en bois (Figure III. 8. a). Le moule a les mêmes dimensions que l'éprouvette (longueur 140 mm, largeur 10 mm, hauteur 3 mm). Une fois les fils positionnés et fixés (Figure III. 8. b), elles sont noyées par la résine de Polyester (Figure III. 8. c). Après polymérisation, les éprouvettes sont retirées du moule (Figure III. 8. d). Ils ont été ensuite mis dans une étuve à 60 °C pendant deux heures.



a)



(b)



(c)



(d)

Figure III. 8. Elaboration des éprouvettes polyester/fil de Genêt d'Espagne brute et traitée.

a) Installez les fils dans les moules ; b) Préparation de polyester ; c) Versez du polyester dans les moules ; d) Etuvage des éprouvettes.

III. 3. ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES DES FIBRES D'GENET D'ESPAGNE

III. 3. 1. Analyse physique

Les fibres naturelles n'ayant pas de forme régulière, leur diamètre est très difficile à mesurer. Toutefois, les formes de profil et les diamètres des fibres de genêt d'Espagne brutes et traitées ont été déterminés à température ambiante à l'aide d'un microscope optique *Olympus BX51* avec un grossissement de 5X. Il a été conclu que les fibres avaient une section

transversale approximativement circulaire. Le diamètre moyen des fibres a été calculé à partir des données recueillies en trois points de mesure choisis de manière indépendante.

La méthode du pycnomètre liquide (éthanol, $\rho = 0,819 \text{ g/cm}^3$) a été utilisée pour déterminer la densité des fibres. Une balance analytique d'une précision de 104 g a été utilisée pour le pesage. Les fibres ont d'abord été étuvées à $60 \text{ }^\circ\text{C}$ jusqu'à ce que l'humidité soit inférieure à 5 %, puis elles ont été coupées en morceaux de 4 mm de long pour s'adapter au pycnomètre. La densité a été calculée à partir de l'équation suivante :

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

Avec :

ρ_m : densité du Méthanol qui vaut $0,81 \text{ g/cm}^3$.

m_0 : masse du pycnomètre de 50 ml vide.

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

m_2 : masse du pycnomètre contenant 1 g de fibres Genêt d'Espagne plus l'éthanol.

m_3 : masse du pycnomètre rempli seulement de éthanol.

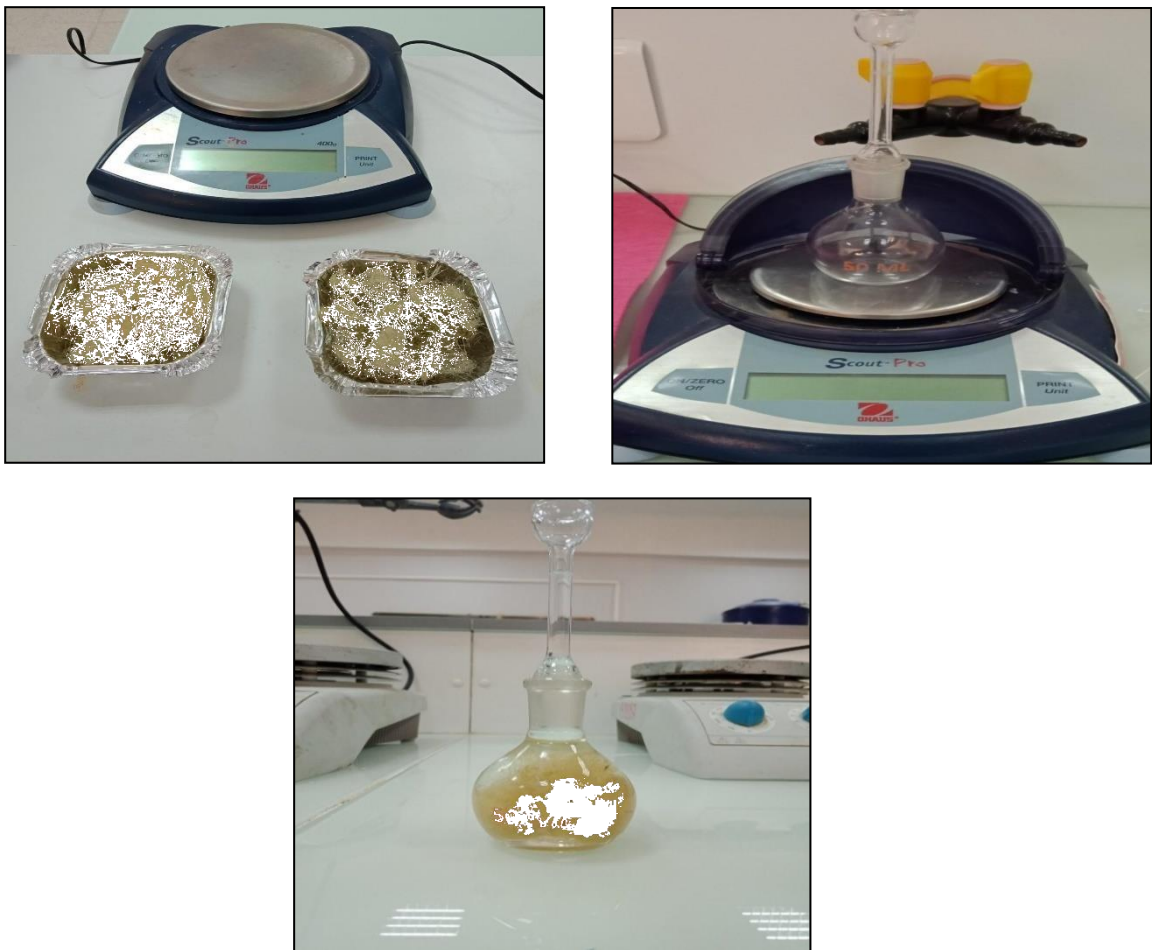


Figure III. 9. Mesure de la densité

III. 3. 2. Mesure de taux d'humidité des fibres

Les fibres traitées et non traitées (dont la masse est de 5 g) ont été séchées à la température de 105°C dans une balance à humidité (humidimètre de type *Sartorius M45*), jusqu'à l'obtention d'une masse constante (0% d'humidité), selon la norme *NF V03 903*. Puis, elles ont été laissées à l'air libre pendant 48 h. Ensuite, les fibres ont été mises dans la balance dont le but est de déterminer le taux d'humidité.



Figure III. 10. Appareil de mesure de l'humidité.

III. 3. 3. Analyse Thermogravimétrique (TGA)

L'analyse Thermogravimétrique a été utilisée pour caractériser le comportement thermique des fibres en termes de perte de poids en fonction de la température. Cette analyse a été réalisée à l'aide d'un analyseur thermique TA *Shimadzu TGA-51*. L'étude a été réalisée dans des moules en aluminium chauffés à une vitesse de 20°C/min entre 25° et 600°C dans une atmosphère dynamique d'azote.



Figure III. 11. Appareil d'analyse thermogravimétrique (*Shimadzu TGA-51*)

III. 3. 4. Caractérisation Spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier (IRFT)

La spectroscopie FT-IR est la technique la plus précise pour détecter les groupes fonctionnels chimiques présents dans les fibres naturelles. Environ 2 mg de SDPF ont été réduits en poudre fine avant d'être combinés avec du bromure de potassium (KBr) et comprimés en pastilles. Pour obtenir les spectres FT-IR des fibres, un spectromètre *Perkin-Elmer* a été utilisé pour mesurer leur réflectance à des longueurs d'onde comprises entre 4000 et 500 cm^{-1} .



Figure III. 12. Appareil Spectroscopie infrarouge Agilent Cary 630 FTIR.

III. 3. 5. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) est une méthode fiable pour identifier les composants cristallins et amorphes des fibres naturelles. Les échantillons ont été examinés à l'aide d'un diffractomètre (**Bruker D-8**) avec une longueur d'onde de rayonnement CuK α de 0,154 nm, une tension de 30 kV et un courant de 30 mA. En mode de balayage continu à 25 C, sur une plage de 2θ variant de 5 à 60 avec un pas de 0,02. En utilisant l'équation de Segal [32], l'indice de cristallinité des fibres, CI%, a été calculé comme suit :

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

Avec : I_{Cr} : Indice de Cristallinité

I_{Am} : le minimum d'intensité au-dessus de la ligne

I : le maximum d'intensité au-dessus de la ligne

2θ : l'angle de diffraction

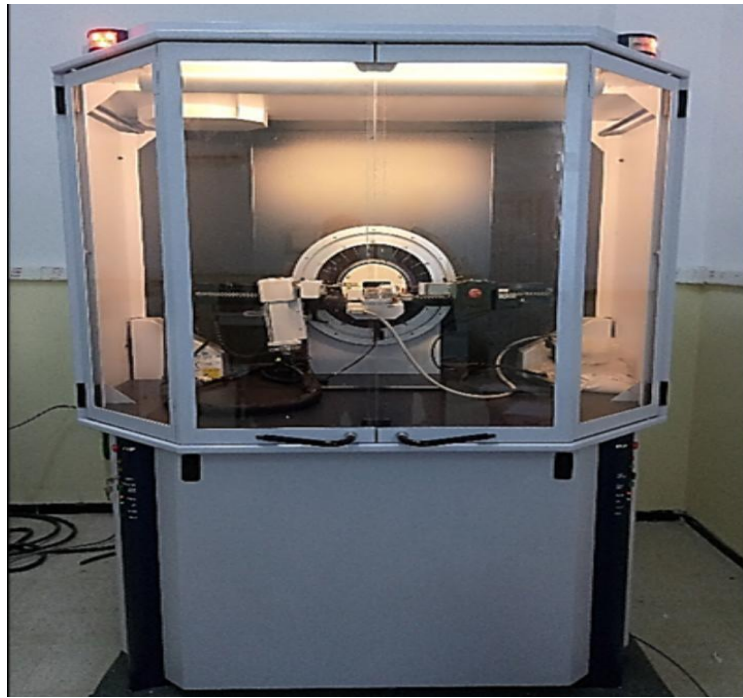


Figure III. 13. Diffractomètre Bruker D8 utilisé.

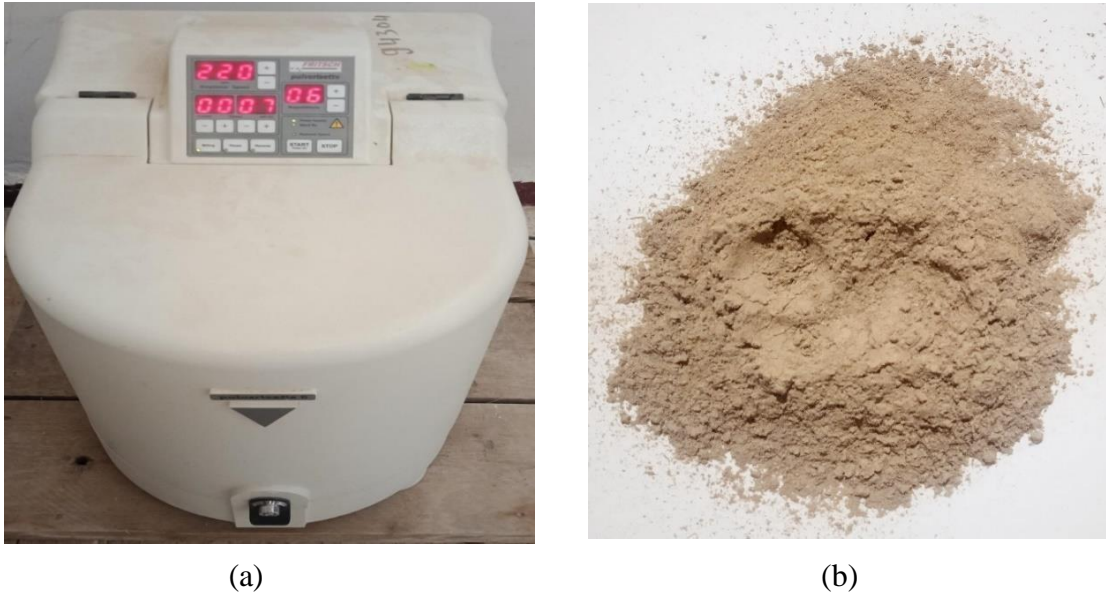
III. 3. 6. Spectrométrie à fluorescence X (XRF)

Afin de déterminer la composition chimique des fibres de genêt d'Espagne, une analyse par fluorescence X (XRF) a été réalisée en utilisant un spectromètre (S8 Bruker Tiger Série 2). Il s'agit d'une technique analytique qui peut être utilisée pour déterminer la composition chimique d'une variété de types d'échantillons.



Figure III. 14. Spectroscopie S8 Bruker Tiger Série 2

Pour ses analyses (ATG/DTG, IRTF et DRX), nous avons besoin de poudre de jute. Pour cela, nous avons broyé les tissus de jute en fine poudre avec un broyeur planétaire au laboratoire de génie civil (Université de M'sila) (figure III. 15), puis la poudre est bien séchée au four.



(a) (b)
*Figure III. 15. Opération de préparation des poudres
a) Broyeur ; b) Poudre des fibres.*

III. 4. CARACTERISATION MECANIQUE

III. 4. 1. Essai de traction sur fibres

Les essais de traction sur les différentes fibres monofilamentaires du genêt d'Espagne avant et après traitements sont menés selon la norme **ASTM D3379-75** (Figure III. 17) sur une machine de traction universelle (Zwick-Roell) équipée d'une cellule de charge de 5 KN. Les essais sur 30 fibres pour chaque type (traitées et non traitées) ont été effectués à une vitesse de 1 mm/min à la température ambiante pour une longueur jauge de 40 mm.

Le but de cet essai est de déterminer l'allongement, la résistance à la traction et le module d'élasticité des fibres de Genêt d'Espagne brutes et traitées.

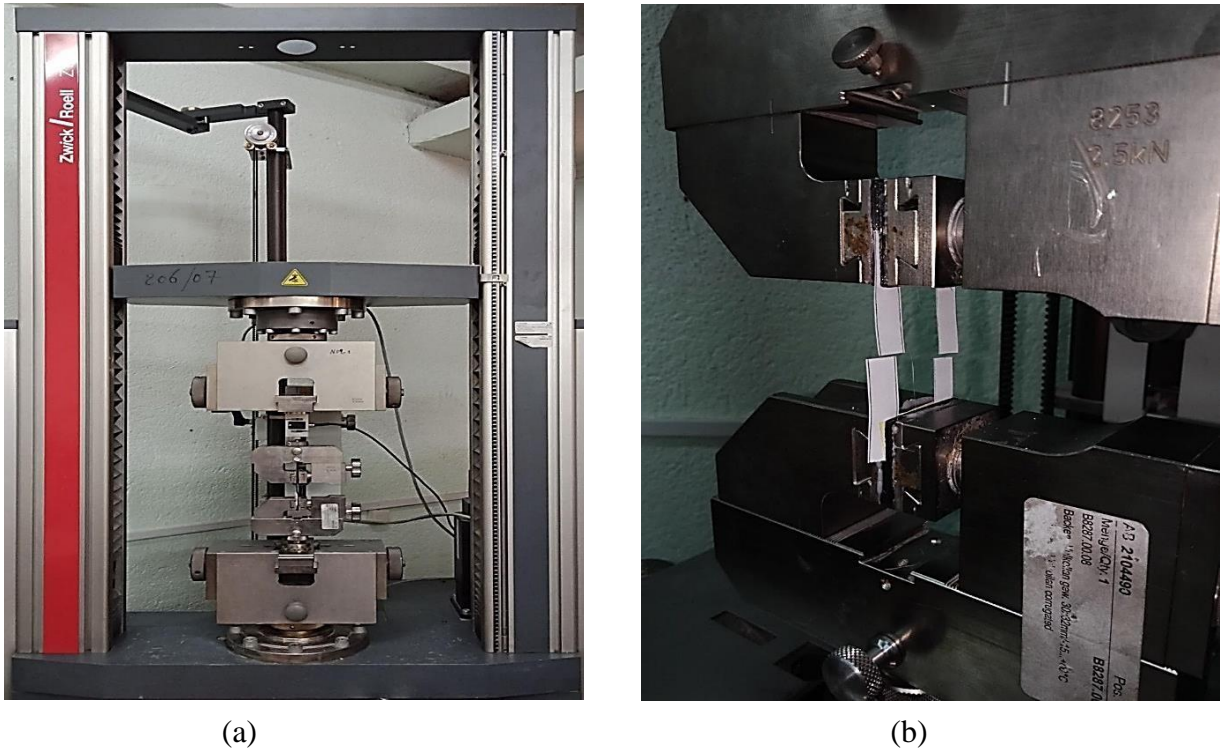


Figure III. 16. essais de traction des fibres Genêt d'Espagne brutes et traitées
a) Machine de traction. (b) Éprouvette de traction ASTM D3379-75

Les propriétés mécaniques déterminées à partir des courbes contrainte-déformation sont : module d'élasticité E , contrainte à la rupture σ_r et déformation à la rupture ε_r .

La déformation se présente sous la relation suivante [74] : $s = \frac{\Delta l}{l}$

L_0 : Distance entre mors (mm).

ε : Déformation des fibres.

ΔL : L'allongement des éprouvettes (mm).

La contrainte σ se présente sous la relation suivante [74] : $\sigma = \frac{F}{S}$

σ : Contrainte de rupture (MPa)

F : Force de traction [N]

S : Section rompue (mm^2)

Module d'élasticité E se présente sous la relation suivante [74] : $E = \sigma / \varepsilon$

E : module d'élasticité (GPa)

σ : Contrainte de rupture (MPa)

ε : la déformation

III. 4. 2. Essai de traction sur composite unidirectionnel

Les essais de traction sur les éprouvettes en Polyester et des éprouvette du composite UD GE/Polyester sont effectués à température ambiante sur une machine de traction/compression Zwick - Roell type Z100 (figure III. 17) au laboratoire des matériaux non métalliques (Institut d'optique et de mécanique de précision, Université de Sétif-1).



Figure III. 17. Machine de traction /compression Zwick- Roell type z100.

Les propriétés de traction ont été déterminées selon la norme *ASTM D3039M* (Figure III. 18) en utilisant une vitesse de la traverse de 3 mm/min. La résistance à la traction des composites a été calculée à partir de la courbe charge-déplacement.

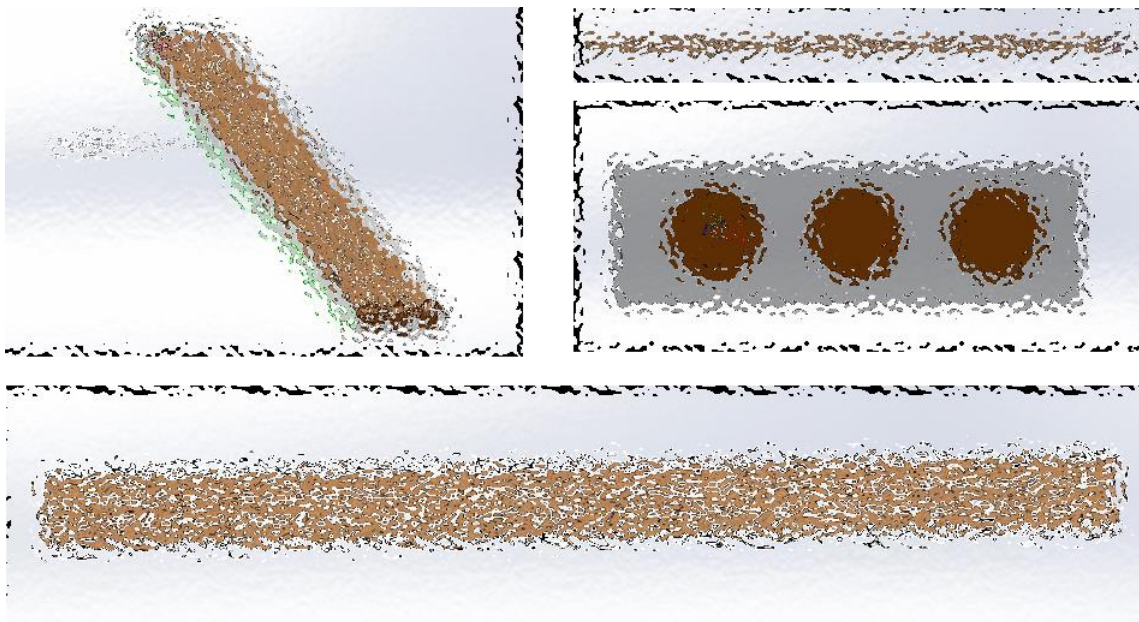


Figure III. 18. Eprouvettes de traction ASTM D3039M pour composite UD

Dans cette étude, des essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes de Polyester brut, composite UD (Polyester renforcée par un fil à Genêt espagnol brut) et composite UD (Polyester renforcé par un fil à Genêt espagnol traité) (figure III. 19).



Figure III. 19 : Eprouvettes Polyester / Fil de Genêt d'Espagne brute et traitée et éprouvettes Polyester brut.

La résistance à la traction σ est calculée en utilisant.

$$\sigma = \frac{P}{s}$$

Où P est la charge appliquée (N), s est la section sollicitée (mm²)

Chapitre IV

Résultats et discussions

IV. 1. INTRODUCTION

Ce chapitre fait l'objet de synthèse des résultats des travaux effectués sur la fibre et le composite renforcé par cette fibre. Nous allons présenter en premier lieu, une analyse physico-chimique de la fibre étudiée. Ensuite les résultats de la caractérisation mécanique en traction de la fibre et du composite seront discutés. Tout cela sera analysé en étudiant l'effet du traitement sur les valeurs obtenues.

IV. 2. CARACTERISATION DE LA FIBRE DE GENET D'ESPAGNE

IV. 2. 1. Analyse physique

La figure IV. 1 montre une image de microscope optique utilisée pour mesurer le diamètre de la fibre de genêt d'Espagne traitées et non traitées. Le diamètre moyen de la fibre non traitée est estimé à $170 \pm 1,8 \mu\text{m}$ et celui de la fibre traitée aux alcalis est de l'ordre de $166 \pm 1,8 \mu\text{m}$. La faible valeur de l'écart signifie que la forme de la fibre est relativement uniforme. Cette diminution du diamètre après le traitement alcalin est dû à l'élimination des constituants de la fibre tels que les lignines, les pectines et les substances cireuses qui recouvrent la surface extérieure de la paroi cellulaire de la fibre. Ces résultats sont en concordance avec ceux reportés dans la littérature [74]. Il a été conclu que les traitements chimiques diminuent le diamètre de la fibre.

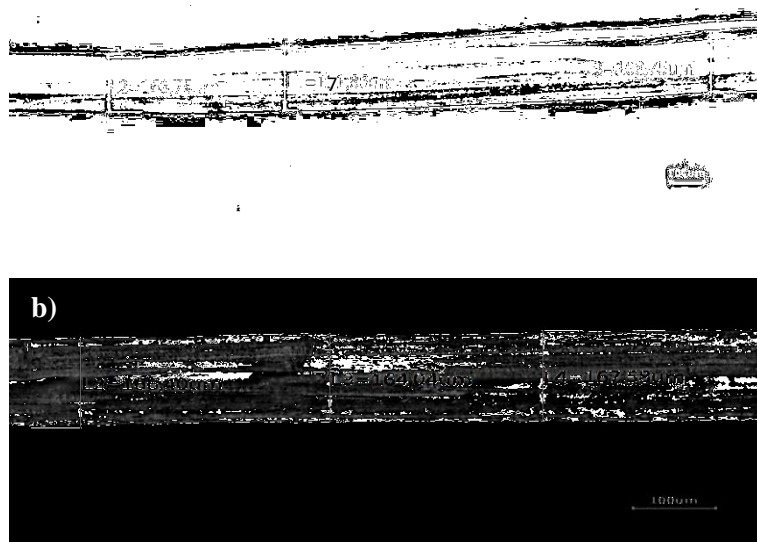


Figure IV. 1. Images du diamètre au microscope optique a) NT-GEF, b) NaOH-GEF.

Plusieurs variables influencent la densité des fibres cellulosiques, notamment l'âge de la fibre, les conditions du sol, la quantité d'humidité présente, la procédure d'extraction, etc. [26]. La densité apparente des fibres GE non traitées et traitées aux alcalis, calculée selon la

méthode décrite dans le chapitre précédent, est de $1,27 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$ $1,38 \pm 0,004 \text{ g/cm}^3$, respectivement. On constate que le traitement augmente la densité par rapport à celle de la fibre brute. Cela est dû à l'élimination partielle de la lignine, de l'hémicellulose et des matières non fibreuses adhérentes qui lient les fibres élémentaires. Ce traitement permet un rapprochement des microfibrilles de cellulose conduisant à une meilleure compacité et à une augmentation de la densité. Aussi, Il est à noter que ces valeurs sont dans la plage des valeurs de densité de certaines fibres végétales telles que le jute ($1,48 \text{ g/cm}^3$), le sisal ($1,50 \text{ g/cm}^3$), les fibres Alfa et Sabra ($1,40 \text{ g/cm}^3$), banane ($1,35 \text{ g/m}^3$) [74]. Par conséquent, nos fibres pourraient être des renforts possibles pour les composites légers.

IV. 2. 2. Taux d'humidité

Nous avons également déterminé le taux d'humidité des fibres GE. Pour les fibres non traitées est de l'ordre de 5,1 %, alors que pour les fibres traitées est égale à 2,9 %. D'après les résultats, on remarque que le taux d'humidité est légèrement plus faible pour les fibres de genêt traitées que pour les fibres non traitées. Cela peut être attribuée à la présence de substances non cellulosiques, en particulier les pentosanes et la pectine, qui sont plus hydrophiles que la cellulose dans les fibres brutes.

Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés en littérature où il a été étudié l'effet du traitement par NaOH et par le silane sur la variation du taux d'humidité des fibres du Jute, et qui ont montré une diminution avec les traitements (alcalin et silane). Le traitement alcalin permet d'éliminer les composants amorphes, comme les hémicelluloses, les cires et la lignine [76].

IV. 2. 3. Composition chimique

Une analyse chimique a été effectuée sur la fibre proposée pour révéler la présence de divers constituants chimiques tels que la cellulose, la lignine, les cendres, la cire et l'hémicellulose présents à la surface



Tableau IV. 1. Composition chimique des GEF par analyse chimique-FX

IV. 2. 4. Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique permet d'observer la variation de la masse d'un échantillon en fonction de la température. L'objectif principal de cette analyse est de mieux comprendre le comportement thermique de la fibre pour prédire sa défaillance (dégradation) lors de la fabrication de bio-composites en particulier avec des matrices thermoplastiques. La courbe de la figure IV. 2 représente la superposition des courbes de l'analyse TGA des deux types de fibre de GE, non traitée et traitée au NaOH. L'intervalle de température de l'analyse thermogravimétrique est compris entre l'ambiante et 600°C sous atmosphère d'azote N₂. La vitesse de chauffe est de 10°C/min. Les courbes ATG obtenues mettent en évidence trois phases principales de perte de masse. Les thermogrammes observés sont cohérents avec ceux d'autres fibres végétales. Les allures de l'évolution de la perte de masse en fonction de la température sont similaires à celles de la bibliographie [75].

La première région observée s'étend de 50 °C à 237 °C. La perte de masse est maximale autour de 100°C. Elle correspond à l'évaporation de l'eau hygroscopique. La teneur en eau observée ne correspondait pas à l'humidité naturelle des fibres étudiées. Notant que les fibres sont séchées avant le test thermogravimétrique. Différents auteurs [74, 75] ont rapporté que la perte de masse d'eau est de 6% à 10% pour les fibres végétales couramment utilisées. Entre 120 °C et 220 °C, la perte de masse est quasiment nulle mettant en évidence la stabilité thermique des constituants des fibres dans cette plage de température.

Le deuxième stade est compris entre 270 °C et 344 °C. Il se caractérise par une perte de masse de l'ordre de 70 %. Cette perte survenant autour de 237 °C est principalement due à la dégradation de la pectine. Autour de 344 °C, on assiste à la décomposition de la lignine et d'autres substances cellulosiques de la fibre non traitée alors que pour les fibres traitées c'est aux alentours de 383 °C. Au-delà de cette température, les fibres sont thermiquement dégradées. On peut noter que la modification de surface par le traitement chimique a réduit les propriétés de stabilité thermique des fibres (GE). Nos résultats sont cohérents avec d'autres travaux [74, 75]. De l'ambiante à des températures plus élevées à 600°C, la dégradation de la lignine dont la structure est une composition complexe de cycles aromatiques avec différentes branches peut se produire à une très faible perte de poids [75].

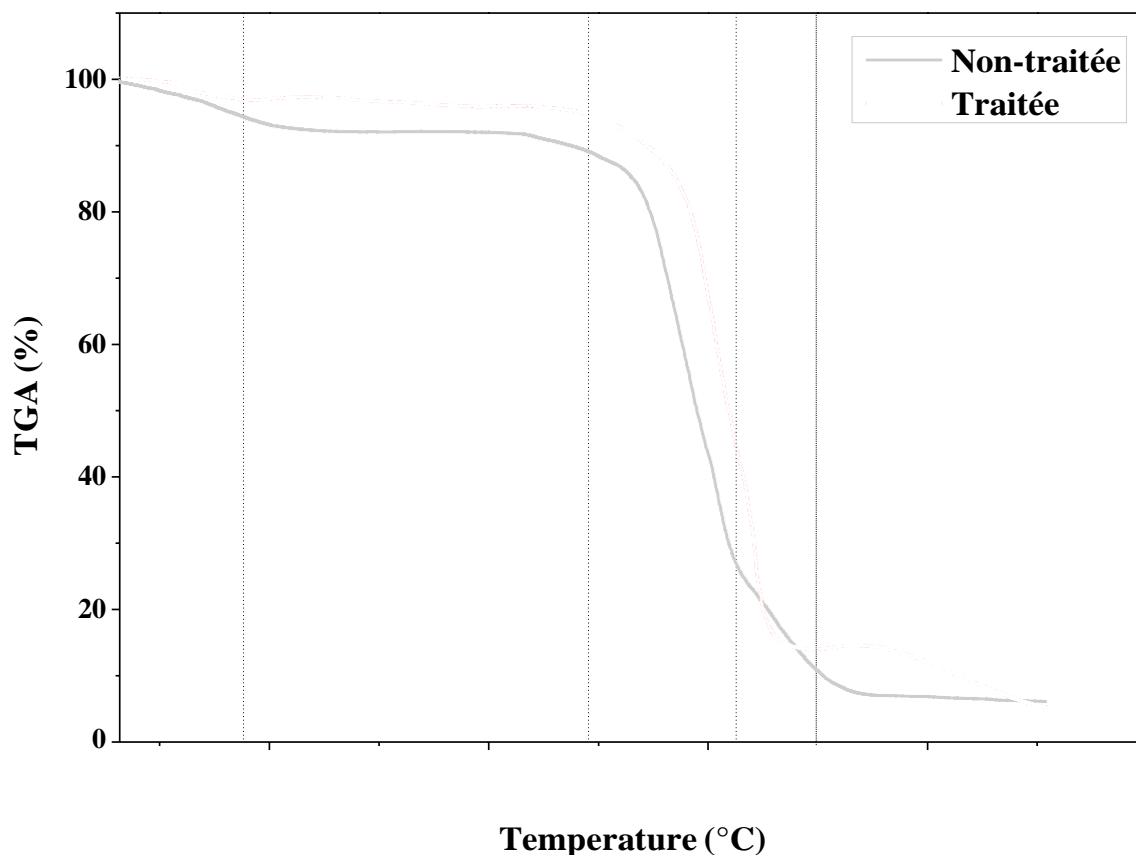


Figure IV. 2. Analyse thermogravimétrique des fibres de Genet d'Espagne

IV. 2. 5. Analyse par Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) [74, 75]

L'IRTF des fibres est illustrée à la figure IV. 3. Une large bande d'absorption est identifiée à environ 3307 cm^{-1} , qui est associée au groupe hydroxyle (-OH). Les pics à 2896 et 2878 cm^{-1} correspondent à la vibration d'étirement C-H de CH_2 et CH dans l'hémicellulose et la cellulose. Le pic à 1726 cm^{-1} correspond aux vibrations de flexion C-O de l'acide carboxylique dans la lignine ou des constituants esters dans l'hémicellulose. La bande autour de 1636 cm^{-1} est causée par la vibration de flexion de l'eau absorbée, qui est liée à l'aspect hydrophile des matériaux cellulosiques. L'absorbance à 1426 cm^{-1} est attribuée à la flexion symétrique du CH_2 dans la lignine. Le pic d'absorption à 1239 cm^{-1} est attribuable à la vibration d'étirement C-O du groupe acétyle dans la lignine et l'hémicellulose. Par ailleurs, le pic à 1016 cm^{-1} est dû à la présence de la vibration d'étirement $\text{CH}_2\text{-O-CH}_2$ de l'anneau pyranose. Une large bande d'absorption est identifiée à environ 3332 cm^{-1} , qui est associée au groupe hydroxyle (-OH). Le dernier pic autour de 541 cm^{-1} a été observé en raison de la flexion de C-OH. D'après les résultats de la spectroscopie ATR-FTIR, les différents pics d'absorption ont révélé l'existence

de trois composants principaux dans les fibres GE, à savoir la lignine, l'hémicellulose et la cellulose.

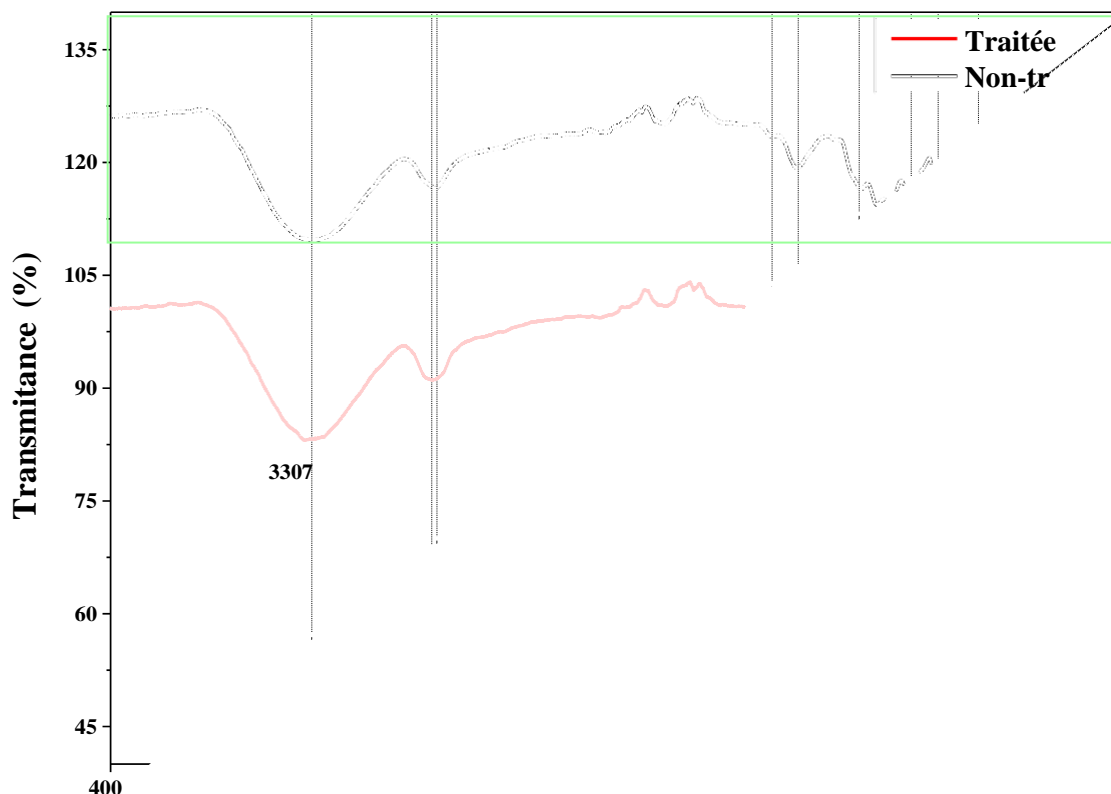


Figure IV. 3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) des fibres GE.

IV. 2. 6. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

Afin d'étudier plus en détail l'influence du traitement alcalin sur les phases cristallines des fibres d'GE, des analyses par diffraction aux rayons x (DRX) ont été effectuées.

La figure (IV. 4) présente les spectres enregistrés. Les deux courbes montrent deux pics de diffraction qui sont particulièrement bien définis dans la plupart des bio-fibres. Ces deux pics localisés à $2\theta = 18^\circ$ et $22,2^\circ$, peuvent être attribués à la cellulose I et IV, qui présentent toutes les deux une structure monoclinique. Les deux pics dans les deux spectres de la figure sont attribués aux plans cristallographiques (200) et (110).

Les indices de cristallinité (IC) des fibres de GE non traités et traités calculés à l'aide de l'équation citée dans le chapitre III sont respectivement 48,32 % et 52,63 % pour les fibres non traitées et traitées. Le traitement chimique utilisés dans ce travail a augmenté l'IC des fibres, probablement en raison de élimination accrue des constituants amorphes des fibres. Ce résultat suggère que les cristallites des fibres traitées par NaOH est plus ordonnées que ceux des fibres non traitées [74].

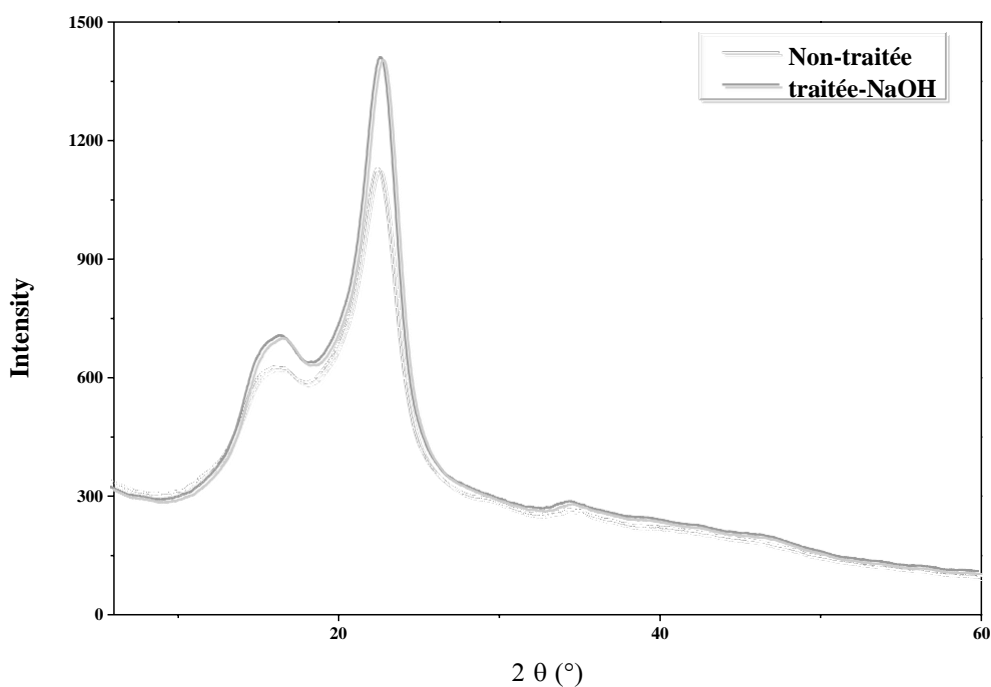


Figure IV. 4. Modèle DRX de NT-GEF, NaOH-GEF.

IV. 2. 6. Caractérisation mécanique

Le processus d'extraction et la composition chimique d'une fibre naturelle (à savoir sa teneur en cellulose, en hémicellulose et en lignine) déterminent sa résistance à la traction. Le diagramme contrainte-déformation pour la fibre de genêt d'Espagne non traitée et traitée est illustré à la figure IV. 5. On peut observer que la fibre GE présente un comportement fragile, la charge étant soudainement libérée lors de la rupture. À cet égard, tous les essais de traction effectués sur une seule fibre présentent deux phases distinctes de comportement. Dans un premier temps, on observe une déformation linéaire (pente de la courbe), qui permet de calculer le module d'Young. Jusqu'à ce que la contrainte maximale soit atteinte, la deuxième phase de déformation est non linéaire.

La rupture de la paroi cellulaire principale et le délaminage des cellules fibreuses qui s'ensuit sont des phénomènes non linéaires. De la paroi cellulaire principale et le délaminage des cellules de la fibre qui s'ensuit sont à l'origine de ce comportement.

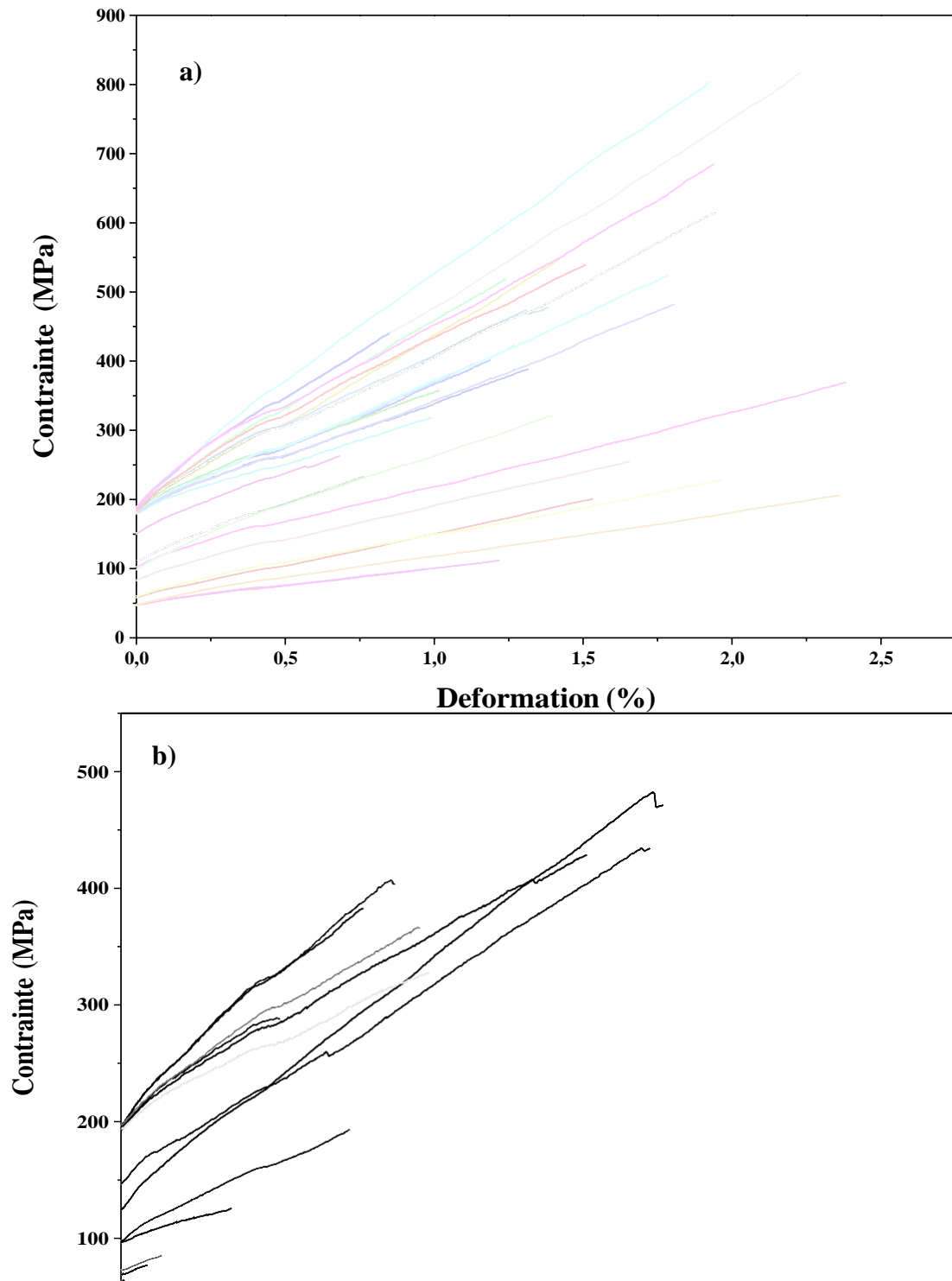


Figure IV. 5 : Courbes contraintes-déformations : a) NT-GEF ; b) NaOH- GEF.

Le tableau IV.1 rassemble les propriétés mécaniques qui résultent des essais des fibres de genêt d'Espagne traitées et non traitées, à savoir les contraintes, les modules de Young et les déformations à la rupture.

Propriétés mécaniques		
Nom des fibres		
GE non traitée		
GE traitée		

Tableau IV. 1. Propriétés mécaniques des fibres de genêt d'Espagne traitées et non traitées

IV. 3. CARACTERISATION DU COMPOSITE POLYESTER-GENET D'ESPAGNE

Pour étudier l'apport du traitement chimique des fibres d'GE, l'influence des fils renfort dans les composites et juger si le procédé de mise en œuvre nous ramène à des matériaux homogènes, nous avons effectué l'essai de traction sur des éprouvettes de Polyester brute et des éprouvettes de composites UD. Ces composites, dont le mode d'élaboration a été décrit au chapitre III, utilisent les deux types de fils de genêt d'Espagne (non traité et traité au NaOH) comme renfort avec la matrice Polyester.

Les (Figures IV. 6. a), b) et c) représentent respectivement les courbes de l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation de la matrice et des composites UD avec la testés en traction monotone dans le sens des fibres. L'allure générale des courbes contrainte-déformation pour les quatre éprouvettes de chaque type de composite modèle montre que ce dernier présente un comportement presque non linéaire indépendamment du comportement de la fibre seule (traitée ou non). Ce n'est pas le cas de déformation plastique des matériaux ductiles, mais cette courbure est due aux dommages microscopiques tels que la fissuration de la matrice, la rupture des fibres et la décohésion interfaciale fibre/matrice, qui peuvent se créer à des contraintes relativement faibles. Ces dommages augmentent à différents points du composite unidirectionnel, lorsque la contrainte augmente. Ils ne provoquent pas une rupture immédiate du composite, mais sa résistance diminue progressivement. Un similaire aspect a été rapporté par King, Julia A., et al.[76]. L'attribution de ces dommages microscopiques est fortement influencée par le traitement chimique et cela est dû sûrement au changement de l'affinité entre la fibre et la matrice.

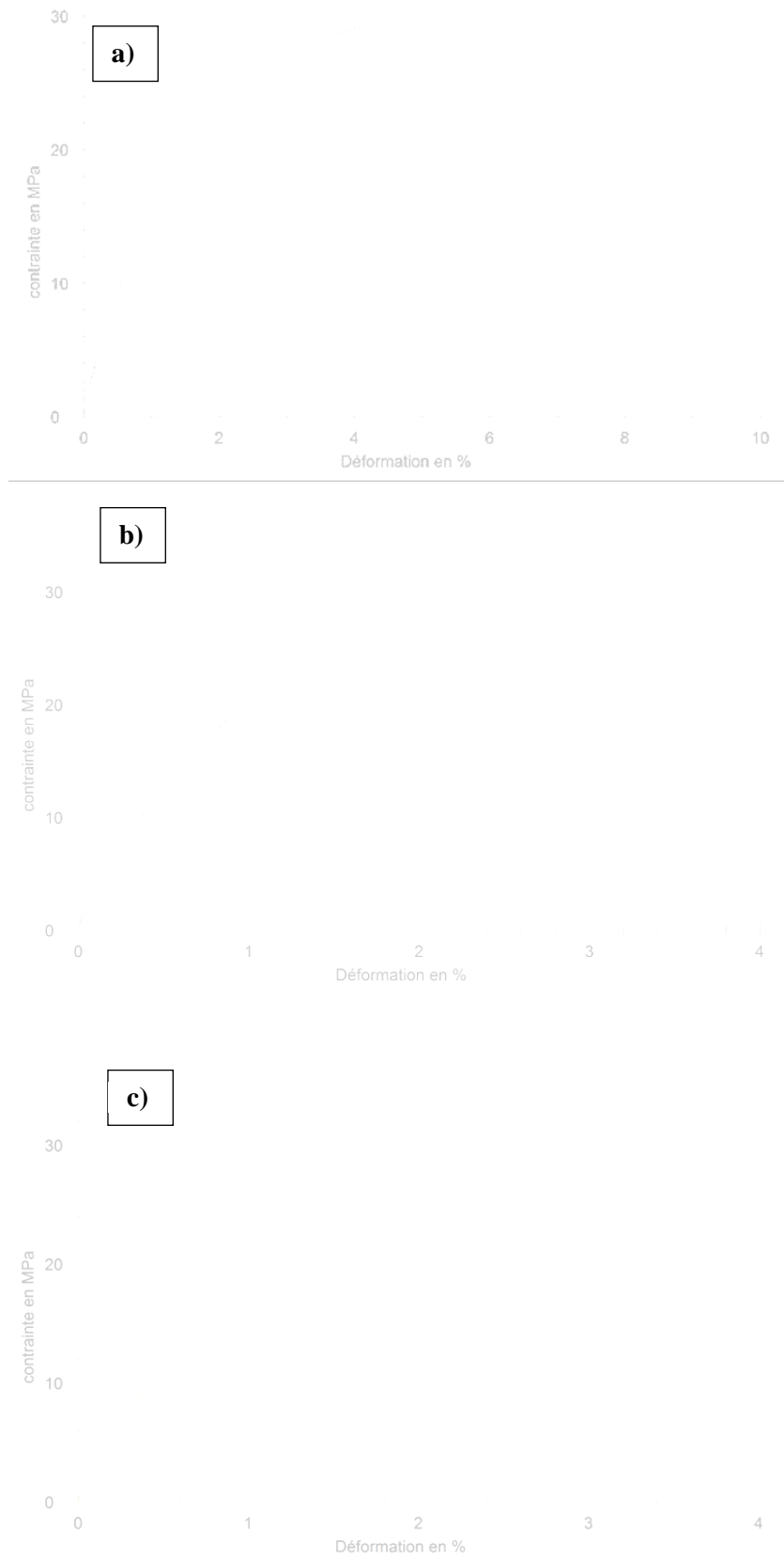


Figure IV. Courbe contrainte-déformation

a) Polyester brut; b) composite UD NT-GEF / Polyester; c) NaOH- GEF / Polyester.

La même allure de courbe du comportement est observée pour les composites, quelle. Après un premier domaine de comportement linéaire, la courbe s'infléchit pour mener à une seconde zone avant la rupture brutale.

On peut également remarquer que la fin de la zone linéaire initiale, c'est-à-dire le premier point de changement de pente, correspond globalement à la même déformation dans le cas du composite que dans le cas de la fibre unitaire, avec toutefois une plus grande dispersion dans le cas des fibres. Ces observations signifient que la synergie fibres/matrice opère dès le début du chargement mécanique ; cela augure d'une bonne qualité de l'interface entre les fibres et la matrice. En effet, les fibres, dont la déformation à la rupture est de l'ordre de 1,5 et 1,2 %, c'est-à-dire inférieure à celle de la matrice, commencent à casser les unes après les autres ; la contrainte est progressivement transférée sur la matrice, jusqu'à ce que celle-ci cède et que la rupture du composite se produise. Des éléments de la littérature [77] indiquent, de plus, que l'interface entre les fibres végétale et une résine polyester est plutôt liée. Il est donc probable que, dans le cas présent, le comportement initial du composite soit imposé par celui des fibres.

A partir des courbes de comportement des composites obtenues par traction, on peut déterminer, en plus de la contrainte et de la déformation à la rupture, un module d'élasticité. Les valeurs moyennes de ces trois paramètres sont regroupées dans le tableau IV. 2

Propriétés mécaniques			
<i>Nom des fibres</i>	<i>Contrainte de traction</i> (MPa)	<i>Module de Young</i> (GPa)	<i>Déformation</i> (%)

Tableau IV. 2. Propriétés mécaniques de la matrice et des composite UD.

Conclusion générale

La fibre de Genet d'Espagne peut être considérée comme un composite naturel, dont le renfort serait la cellulose et la matrice un ensemble de polymères pectiques et hémicellulosiques ; sa densité, ses propriétés thermo-chimiques et ses propriétés mécaniques en font un constituant de choix pour le renforcement d'une matrice polymère. Le but de cette étude était d'apporter une contribution à la définition plus précise de cette fibre afin d'optimiser son emploi pour le développement d'un fil afin de l'utiliser comme renfort pour des matériaux composites structuraux.

L'étude préliminaire du comportement mécanique des composites fabriqués à base de fils issus de fibres de genet d'Espagne et d'une matrice polyester a été menée. Leurs propriétés, estimées à partir d'essais de traction révèlent l'efficacité du renforcement par ces fibres.

Cette étude a permis d'apporter de nouveaux résultats sur la fibre de Genet d'Espagne, contribuant ainsi à mieux définir ce matériau. Ces éléments devraient pouvoir alimenter d'autres études concernant l'amélioration du fil fabriqué et d'essayer d'autre traitement soit chimique ou physique. De plus, ils pourraient servir à la conception de nouveaux matériaux avec d'autres types de matrice thermodurcissable ou bien thermoplastique.

Pour conclure, l'utilisation de fibres naturelles comme renfort de composites à matrice polymérique est en passe de devenir industriellement viable, grâce à leurs nombreux avantages écologiques, économiques, physiques et mécaniques. Cependant, le développement de ces bio-composites exige la levée d'un certain nombre de verrous, liés au choix des variétés, aux méthodes d'extraction et de sélection des fibres. A tout cela viennent s'ajouter des difficultés fondamentales, telles que la définition des paramètres géométriques à la base de la caractérisation mécanique, l'optimisation de la compatibilité entre les fibres et la matrice, et l'amélioration de la stabilité hygrothermique et mécanique des composites.

Références bibliographiques

- [1] Laurent Gornet. Généralités sur les matériaux composites. Ecole d'ingénieur. 2008. &lcel-00470296v1
- [2] A. Wachowski. « Les Parois de Cellules Végétales », [en ligne], 2006. Disponible sur <http://www.lycees.ac-rouen.fr/lgcorneille/SPIP/IMG/DS206.pdf>
- [3] B.guerira « Généralités sur les matériaux composites » 2005 universitaire Biskra
- [4] y.perrot.contribution d'étude des matériaux composites utilisent en construction navale de plaisance. Thèse de l'université Bretagne sud 2006
- [5] L. A.Castillo, O. V.López, M. D.Ninago, F. Versino, S. E.Barbosa, M. A. García et M. A.Villar, «Chapter 5 – Composites and Nanocomposites Based on Starches. Effect of Mineral And Organic Fillers on Processing, Structure, and Final Properties of Starch,» Starch-Based Materials in Food Packaging, pp. 125-151, 2017.
- [6] L. A.Castillo, O. V.López, J. Ghilardi, M. A.Villar, S. E.Barbosa et M. A. García, «Thermoplastic starch/talc bionanocomposites. Influence of particle morphology on final Properties,» Food Hydrocolloids, vol. 51, pp. 432-440, 2015.
- [7] Z. Yu, W. Wang, F. Kong, M. Lin et A. Mustapha, «Cellulose nanofibril/silver nanoparticle Composite as an active food packaging system and its toxicity to human colon cells,» International Journal of Biological Macromolecules, vol. 125, pp. 887-894, 2019.
- [8] V. Florencia, O. V.López et M. A. García, «Exploitation of by-products from cassava and ahipa Starch extraction as filler of thermoplastic corn starch,» Composites Part B : Engineering, vol. 182, 2019.
- [9] A. K. Mohanty, M. Misra et G. Hinrichsen, «Biofibres, biodegradable polymers and Biocomposites : An overview,» Macromolecular Materials and Engineering, Vols. 1 sur 2276-277, n° 11, pp. 1-24, 2000.
- [10] T. Väisänen, A. Haapala, R. Lappalainen et L. Tomppo, «Utilization of agricultural and forest Industry waste and residues in natural fiber-polymer composites: A review, » Waste Management, vol. 54, pp. 62-73, 2016.
- [11] S.R.Djafari Petroudy, «3 – Physical and mechanical properties of natural fibers,» Advanced High Strength Natural Fibre Composites in Construction, pp. 59-83, 2017.
- [12] : Meredith J. ; Ebsworth R. ; Coles SR. ; Wood BM. ; Kirwan K. Natural fibre composite Energy absorption structures. ComposSciTechnol 2012 ;72 : 211-217.
- [13] Magurno A. ; (1999). Vegetable fibres in automotive interior components. Die Angew Makromol Chem ; 272, 99–107.[
- [14] Hilaire, Bewa. Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales a usages matériaux en France. Agence de l'environnement et de la maitrise de l'énergie (ADEME).

- [15] Kurek B. Les fibres naturelles : originalités, propriétés, qualités et défauts. Journée Technique : Matériaux renforcés fibres naturelles et matériaux issus de Ressources renouvelables, appliqués en plasturgie, Pole européen de Plasturgie, Bellignat 2006
- [16] Yahiaoui Lamia, « caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales DISS», option mécanique applique, université de Sétif, 2011.
- [17] Baley, C., Le Duigou, A., Bourmaud, A., et Davies, P.. Influence of drying on Themechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites. Composites parta : Applied Science and Manufacturing, 43 , 1226–1233, 2012.
- [18] C. Baley, “Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites,” Techniques de L'ingénieur, vol. 42142210, no. Am5130, pp. 1–17, 2013.
- [19] D. Nabi Saheb et J. P. Jog, « Natural fiber polymer composites: A review ». Advances In Polymer Technology, (1999), Vol. 18, pp. 351–363.
- [20] V. K. Thakur, « Green composites from natural resources ». CRC Press is an imprint Of Taylor & Francis Group, an Informa business, (2014), 405 p.
- [21] B. Gabriele, T. Cerchiara, G. Salerno, G. Chidichimo, M. V. Vetere, C. Alampi, M. C. Gallucci, C. Conidi et A. Cassano, « A new physical–chemical process for the efficient Production of cellulose fibers from Spanish broom (*Spartium junceum* L.) ». Bioresource technology, (2010), Vol. 101, pp. 724–729
- [22] Samui, A. B., S. Sundararajan, V. Kumar and P. S. Kulkarni. Cellulose modification for Impartings martness : thermoregulation, self-cleaning, solar cell and electroactuation. Cellulose and Cellulose Composites : Modification, Characterization and Applications. M. D. Ibrahim and I. H. Mondal. New York Nova Science Publishers, Inc. : 3-33. 2015
- [23] Bismarck, A., S. Mishra and T. Lampke. Plant fibers as reinforcement for green Composites. Natural fibers, biopolymers, and biocomposites, CRC Press, 2005.
- [24] A. Y. Nenonene, ”Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux De particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de Heidelberg, 2011Mucilage”, thèse de doctorat de l'université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agro ressources, 2009.
- [25] F. Michaud, ”Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques Sous chargement thermomécanique : Aptitude post formage” thèse Phd, univ Laval, 2003.
- [26] A. Maghchiche, « Use of polymers and biopolymers for wter retention and soil stabilisation at Algerian arid and semi-arid soils, » Université de mentouri, Constantine, thèse de doctora 2009.
- [27] D. Klemm, B. Philipp, and T. Heinze, Methods, Comprehensive Cellulose Chemistry : Fundamentals and Analytical. : Wiley-VCH, 1998.
- [28] Bledzki A.K. and Gassan J., « Composites reinforced with cellulose based fibers, » Progress in Polymer science, vol. 24, pp. 221-274, 1999.

- [29] Walker J.C.F., Wood chemistry and cell wall ultrastructure, reactions, Chapman and hall, Ed. London : Primary Wood Processing, 1993.
- [30] R.M. Rowell, J.S. Han, and J.S. Rowell, Characterization and factors effecting fibre properties, In Natural Polymers and Agrofibrés Composites, E. Frollini, A.L. Leao, and L.H.C. Mattoso, Eds. Sao Carlos, Brazil : Natural polymers and agrofibrés composites, 2000.
- [31] Thomas S., Paul S. A., Pothan L. A., and Deepa B., « Natural Fibres : Structure, Properties and Applications, » in Cellulose Fibers : Bio- and Nano-Polymer Composites, springer, Ed. Berlin ;Heidelberg ; New York : Springer : Springer Berlin Heidelberg, 2011, pp. 3-42.
- [32] N. E. Zafeiropoulos et al., « Current international research into cellulosic fibres and cfibres and Composites, » Journal of Materials science, vol. 36, no. 9, pp. 2107-2131, 2001.
- [33] youssef ben youssef, « composite à base de non tissé d'alfa et matrice biodégradable, » Ecole Supérieur des industries textiles et habillement, casablanca, Maroc, thèse 2007.
- [34] Jean-Luc WERTZ, « les hémicelluloses, » ValBiom – Gembloux Agro-Bio Tech, Université de Liège, Note de synthèse 2011.
- [36] Godin Bruno et al., « Détermination de la cellulose, des hémicelluloses, de la lignine et des Cendres dans diverses cultures lignocellulosiques dédiées à la production de bioéthanol de Deuxième génération, » Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement/Biotechnology, Agronomy, Society and Environment, vol. 14, no. 2, 2010.
- [35] Wertz Jean-Luc, « Document de synthèse Les Hémicelluloses, » Gembloux Agro-Bio Tech, Université de Liège, novembre 2011.
- [36] Juergen Puls and Saake Bodo, Hemicelluloses: science and technology, chapitre 2 : Industrially Isolated hemicellulose, American Chemical society, Ed. Hamburg, Germany, 2003, vol. 864.
- [37] Daniel F Caulfield, Rodney E. Jacobson, and Rogee M Rowell, « Renewable Agricultural Fibers As Reinforcing Fillers in Plastics : Mechanical Properties of Kenaf Fiber-Polypropylene Composites, » Industrial & Engineering Chemistry Research, vol. 34, no. 5, pp. 1889- 1896,1995.
- [38] Privas E. Matériaux ligno-cellulosiques : » Élaboration et caractérisation » : Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris ; 2013.
- [39] : D, Hatsch, ''Interaction hôte/pathogène : étude du modèle Cumulus lupulusFusariumgraminearum. Identification, génomique et transcriptomique du pathogène,'' thèse de doctorat de l'université de Louis Pasteur Strasbourg I, Sciences du Vivant – Aspects moléculaires et cellulaires de la biologie.2004
- [40] : S, Thiebaud, ''Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de Nouveaux matériaux'', thèse de doctorat, Institut National Polytechnique De Toulouse, Sciences des Agro ressources, 1995.

- [41] : Yosr BEN MLIK Valorisation des fibres de kénaf dans des Applications textiles et paratextiles
- [42] Jean-Luc WERTZ, « les hémicelluloses, » ValBiom – Gembloux Agro-Bio Tech, Université de Liège, Note de synthèse 2011.
- [44] DUQUESNE, H., (1976), *Le Tissage et ses armures*, Éditions de l’Institut textile de France, 106.
- [45] TAN, P., TONG, L. & STEVEN, G. P., (1997), Modelling for predicting the mechanical Properties of textile composites—A review, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 28, n°11, p. 903- 922.
- [46] DBADEL, P., (2008), *Analyse mésoscopique du comportement mécanique des renforts tissés de composites utilisant la tomographie aux rayons X* (Villeurbanne, INSA).
- [47] SPENCER, D. J., (2001), *Knitting Technology : A Comprehensive Handbook and Practical Guide*, CRC Press, 418 p
- [48] HAGEGE, B., (2004), *Simulation du comportement mécanique des milieux fibreux en grandes Transformations : application aux renforts tricotés*, 528 p.
- [49] RUAN, X., SAFARI, A. & CHOU, T.-W., (1999), Effective elastic, piezoelectric and dielectric Properties of braided fabric composites, *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, vol. 30, n°12, p. 1435- 1444. D’AMATO, E., (2001), Finite element modeling of textile composites, *Composite Structures*, Vol. 54, n°4, p. 467- 475.
- [50] DRAPIER, S. & WISNOM, M. R., (1999), Finite-element investigation of the non-crimp fabrics Compressive and interlaminar behaviours Présenté à CCM-12 : 12th International Conference On Composite Materials, , Paris.
- [51] TRUONG, T. C., VETTORI, M., LOMOV, S. & VERPOEST, I., (2005), Carbon composites based on Multi-axial multi-ply stitched preforms.
- [52] ADANUR, S. & LIAO, T., (1998), 3D modeling of textile composite preforms, *Composites Part B : Engineering*, vol. 29, n°6, p. 787- 793.
- [53] DEXTER, H. B., (1998), *Development of Textile Reinforced Composites for Aircraft Structures*. DGEC, (2016), Panorama Energies-Climat.
- [54] P. BONO, « Réalité des valorisations des fibres végétales en matériaux. L’enjeu de la structuration d’une filière fibre technique Chanvre et Lin », *Le Catalogue Fibres et Renforts Végétaux Solutions Composites, Fibres Recherche et Développement (FRD)*, Troyes (France), (2013), 34 p.
- [55] Dallel M. Evaluation du potentiel textile des fibres d’Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) : Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil : Université de Haute Alsace-Mulhouse ; 2012.
- [56] Msahli S, Chaabouni Y, Sakli F, Drean J. Mechanical behavior of *Agave Americana L.* Fibres : Correlation between fine structure and mechanical properties. *Applied Sci* 2007 ;7 :3951-7.

- [57] Das P, Nag D, Debnath S, Nayak L. Machinery for extraction and traditional spinning of plant fibres. 2010.
- [58] Msahli S, Sakli F, Drean J-Y. Study of textile potential of fibres extracted from Tunisian Agave Americana L. Autex Research Journal 2006 ;6 :9-13.
- [59] Do Thi VV. Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non : Université de Grenoble ; 2011.
- [60] F. Munder « Extraction des fibres libériennes du chanvre – Derniers résultats de l’ATB Bornim » Journées d’information en tech. Agricole, FAT Tännikon, (Octobre 2005)
- [61] Leibniz-Institut für Agrartechnik Potsdam-Bornim e.V. Potsdam, Deutschland Abteilung Technik der Aufbereitung, Lagerung u. Konservierung
- [62] L. Sisti, G. Totaro, M. Vannini, A. Celli, Retting process as a pretreatment of natural fibers for the development of polymer composites, in : Lignocellul. Compos. Mater., Springer, 2018 : pp. 97–135.
- [63] Labidi K, Cao Z, Zrida M, Murphy A, Hamzaoui AH, Devine DM. Alfa fiber/polypropylene composites: Influence of fiber extraction method and chemical treatments. Journal of Applied Polymer Science 2019 ;136 :47392.
- [64] Kessler R, Becker U, Kohler R, Goth B. Steam explosion of flax—a superior technique for upgrading fibre value. Biomass and Bioenergy 1998 ;14 :237-49.
- [65] N.A.M. Martin, Contribution à l’étude de paramètres influençant les propriétés mécaniques de fibres élémentaires de lin : Corrélation avec les propriétés de matériaux composites, PhD Thesis, Université de Bretagne Sud, 2014.
- [66] Akin et al. 1998 ; Henriksson et al. 1997 ; Sharma 1986 ; Xiao et al. 2008 ; Retting Process as a Pretreatment of Natural Fibers Molina et al. 2001 ; Booth et al. 2004
- [67] S.Msahli « Etude du potentiel textile des fibres d’Agave Americana L. », Thèse de Doctorat, Université de Haute Alsace (Juillet 2002)
- [68] E.Chornet E and R.P.Overend « Phenomenological kinetics and reaction engineering. Aspects of steam/ aqueous treatments » In : Proceedings of the International workshop on steam explosion technique : fundamentals and industrial applications, pp.21-58, Milan, Italy (October 1988)
- [69] Maafi EM, Tighzert L, Malek F. Elaboration and characterization of composites of castor oil- based polyurethane and fibers from alfa stems. Journal of Applied Polymer Science 2010 ;118 :902-9
- [70] Kalia S. Lignocellulosic Composite Materials : Springer ; 2017
- [71] Marzoug IBA, Sayeb S, Hassen MB, Sakli F, Rodesli S. Study of Some Properties of the Esparto Grass Fiber Waste (ALFA Fiber). Journal of Textile and Apparel, Technology and Management 2011 ;7.
- [72] P. Ozenda « Flore du Sahara « , 2ème Edition du Centre National de la Recherche Scientifique, 15-quai Anatole France 75700 Paris (1983)

- [73]. Bourahli MEH. Caractérisation d'un composite verre époxy. 2018. [
- [74] Moussaoui. N, "Etude de l'amélioration de l'interfaces fibres naturelles / résine par différents traitements", thèse de doctorat, université de M'sila, 2022.
- [75] Lamia, Benhamadouche, et al. "New cellulosic fibre from Spathes of male date for lightweight composite materials: extraction and characterization." *Journal of Materials Research and Technology* 24 (2023): 5361-5371.
- [76] King, Julia A., et al. "Mechanical properties of graphene nanoplatelet/epoxy composites." *Journal of applied polymer science* 128.6 (2013): 4217-422.
- [77] Charlet, Karine. Contribution à l'étude de composites unidirectionnels renforcés par des fibres de lin : relation entre la microstructure de la fibre et ses propriétés mécaniques. Diss. Université de Caen/Basse-Normandie, 2008.

ملخص

في هذا العمل قمنا باختبار زينة محلية genêt d'Espagne التي تم استخراج الليفها بطريقة بيولوجية (الغمر بالماء) لمدة 30 يوم. تم معالجة لكمية من الليف المستخرجة بمحلول هيدروكسيد الصوديوم بتركيز 5% لمدة 3 ساعات. قمنا بمجموعة من النوصيفات والختبارات لألليف الخام والمعالجة التي تم غزلها فيما بعد لتكون بمثابة تعزيزة لمادة مركبة من البوليستر التي قمنا هي الخيرة بدراسة خصائصها الميكانيكية عن طريق اختبار الشد

Résumé

Dans ce travail, nous avons choisi une plante locale « genêt d'Espagne » dont les fibres ont été extraites de manière biologique (immersion dans l'eau) pendant une durée de 30 jours. Une quantité des fibres extraites a été traitée avec une solution de soude à 5% pendant 3 heures . Nous avons réalisé un ensemble de caractérisations et d'essais pour les fibres de balai d'Espagne brutes et traitées qui ont ensuite été filées pour servir de renfort à un matériau composite de polyester, dont nous avons enfin étudié les propriétés mécaniques en réalisant un essai de traction.

Abstract

In this work, we chose a local plant « Spanish broom » whose fibers were extracted in a biological way (water immersion) for a period of 30 days. A quantity of the extracted fibers was treated with a 5% sodium hydroxide solution for 3 hours. We carried out a set of characterizations and tests for the raw and treated Spanish broom fibers that were spun later to serve as a reinforcement for a composite material of polyester, whose mechanical properties we finally studied by means of a tensile test.