

RÉPUBLIQUE ALGERIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTÈRE D'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE



*Université Abderrahmane Mira BEJAÏA*  
*Faculté de technologie*  
*Département de Génie des Procédés*



**MÉMOIRE**

En vue de l'obtention du diplôme de  
**Master**

**En Génie des Procédés**  
**Option : Génie des polymères**

Etude d'un composite à base de l'acide poly-  
lactide chargé d'un déchet de produit  
agroalimentaire

**Présenté par :**

- Klaai Lisa
- Melab Imane

**Soutenu le 02 juillet 2018 devant les membres du jury :**

Dr N. HAMOUR

Présidente

Pr A. BOUKERROU

Promoteur

Dr D. HAMMICHE

Co-promotrice

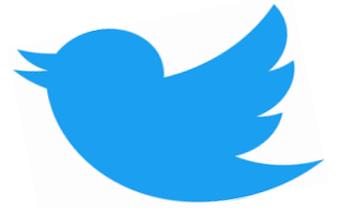
Dr Ch. IHEMOUCHENE

Examinatrice

**Promotion : 2017/2018**



# REMERCIEMENT



Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire des Matériaux Polymères Avancés de  
L'Université A. MIRA de Bejaïa.

La première personne que nous tenons à remercier est notre encadreur **Mr. AMAR BOUKERROU**, pour l'orientation, la confiance, la patience qui a constitué un apport considérable sans lequel ce travail n'aurait pas pu être mené au bon port. Qu'il trouve dans ce travail un hommage vivant à sa haute personnalité.

Nos remerciements s'étendent également à Madame **DALILA HAMICHE**, pour l'aide compétente qu'elle nous a apportée, pour sa patience et son encouragement. Son œil critique nous a été très précieux pour structurer le travail et pour améliorer la qualité des différentes sections.

Un grand merci pour la présidente de jury **Dr. Hamour Nora** et **Dr. Ihamouchene Chadia** pour avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous tenons à exprimer nos sincères remerciements à tous les professeurs qui nous ont enseigné et qui par leurs compétences nous ont soutenu dans la poursuite de nos études.

On tient à remercier tous les techniciens des Laboratoires de Génie des Procédés de L'université de Bejaïa.

Un grand merci à nos chers parents pour leur soutien inconditionnel et leurs sacrifices.

Enfin, on remercie tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce travail.

Merci 



# Dédicace

*Je dédie ce modeste mémoire à ceux qui ont  
beaucoup sacrifié de leur temps  
Pour mon bonheur et ma réussite.  
Aux êtres les plus chers et les plus proches au  
monde et qui symbolisent le  
Courage et la tendresse, mes très chers parents,  
qui m'ont toujours aidée et  
Encouragée.*

*Ma grande reconnaissance s'adresse  
naturellement aussi à mon mari  
**Nassim**, pour ses encouragements et son soutien.*

*A ma princesse **Céline** qui va bientôt naître  
nchallah*

*A mes chères sœurs  
**Lydia***

***Lilia** et son mari **Yassine** et leur deux fils  
**Marouane** et **Daryl**, que Dieu les gardes.  
A mon petit frère **Messaoud***

*A mes beaux-parents, Mes belles sœurs  
**Taklit** et **Lina** et mon beau frère **Bilal***

*A ma tante **Sonia** et son mari **Zidane** qui  
m'ont accueillis et m'ont hébergés tout au long  
de mes études Supérieures*

*A toutes ma famille et tous ceux qui m'aiment et  
que j'aime*

*A mes chers amis : **Fairouz**, **Hamou**, **Elkhier**,  
**Mélissa** et **Djoughra**.....et toute leur famille.*

*A ma chère binôme **Imane***

*A toute la promotion polymère 2017/2018*

*Lisa.*

# Dédicace

*À mes chers parents : Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être. Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours.*

*Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrables sacrifices, bien que je ne vous en acquitte jamais assez. Puisse Dieu, le Très Haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçoive.*

*A mes chers et adorable frère etsœur : Leila, la prune de mes yeux, Sara, la douce, Hania l'aimable, Zahra la folle, Saad le généreux, Mimo mon petit frère que j'adore.*

*A ma belle-sœur : marie*

*A la mémoire de mes grands-pères et mes grandes mères J'aurais tant aimé que vous soyez présents. Que Dieu ait vos âmes dans sa sainte miséricorde*

*À mes amis de toujours : Melly, Jigo, Walid, Adel, Hmimi et Chrifa*

*Ama chère binôme : Lisa*

*A mes camarades de promotion : Fairouz, Elkhier et Louni.*

*À TOUTES LES PERSONNES QUI ONT PARTICIPÉ A L'ÉLABORATION DE CE TRAVAIL À TOUS CEUX QUE J'AI OMIS DE CITER.*

*A toute la promotion polymère 2017/2018.*

*Imene.*

Liste des abréviations.....	i
Liste des figures.....	ii
Liste des tableaux.....	iii
<b><i>Introduction générale</i></b> .....	1
<b><i>Partie théorique</i></b>	
<b><i>Chapitre I : Etude bibliographique</i></b>	
<b><i>I : Matériaux composites</i></b> .....	3
I-1 : Qu'est-ce qu'un composite.....	3
I-2 Les Principaux constituants d'un composite .....	4
I-2-1 : Matrice .....	4
➤ Issue de pétrole.....	5
➤ Issue de la biomasse .....	5
✓ La matrice biopolymères .....	5
a : Définition d'un biopolymères .....	5
b : Classification des biopolymères .....	5
✓ Cas particulier : Le polyacide lactique (PLA).....	7
a : Le monomère.....	8
b : Synthèses.....	8
c : Propriétés physico-chimiques du PLA .....	10
d : Applications du PLA.....	12
✓ Charges et additifs .....	13
I-2-2: Renforts .....	13
I-2-2-1 : Fibres végétales.....	14
➤ La composition chimique des charges végétales.....	14
a : Cellulose.....	14

b : Hémicellulose .....	15
c : Lignine .....	16
✓ Cas particulier : Grain de la figue de Barbarie .....	17
a : Figuier de barbarie.....	17
a-1 : Origine et distribution .....	17
a-2 : Espèces et variétés de figuier de Barbarie.....	17
a-3 : Description .....	17
a-4 : Composition de la figue de barbarie .....	18
b : La graine de la figue de barbarie.....	19
b-1 : Description morphologique .....	19
b-2 : Composition chimique de la graine .....	20
b-3 : Intérêts de la graine.....	20
<b>II. Facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites.....</b>	<b>21</b>
II.1. Dispersion et l'orientation de la fibre .....	21
II.2. Influence de la nature et la quantité des constituants .....	21
II.3. L'effet de l'humidité.....	21
II.4. Influence de la morphologie des fibres.....	22
II.5. Adhésion fibre-matrice .....	22
<b>III : Avantages et inconvénients des composites.....</b>	<b>22</b>
<b>IV : Mise en œuvre des matériaux composite .....</b>	<b>23</b>

## ***Partie pratique***

### ***Chapitre II : Techniques expérimentales***

II.1. Préparation de la farine de graine de la figue de barbarie .....	25
II.2. Elaboration des composites PLA/ farine de graine de la figue de barbarie.....	25
II.2.1. Matériels utilisés.....	25
II.2.2. Formulations.....	26
II.2.3. Mise en œuvre .....	26
a-Extrusion .....	26

b- Presse à compression.....	27
II.3. Caractérisation .....	28
II.3.1. Caractérisation structurale .....	28
➤ Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) .....	28
➤ Diffraction des rayons X (DRX).....	28
II.3.2. L'essai mécanique .....	29
➤ L'essai de traction.....	29
II.3.3. L'essai thermique .....	30
➤ Analyse thermogravimétrique .....	30
II.3.4. L'essai d'environnement .....	30
➤ Test d'absorption d'eau .....	30

### ***Chapitre III : Résultats et discussions***

III.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF).....	32
III.2. Diffraction des rayons X (DRX) .....	34
III.3. L'essai de traction .....	34
III.4. Analyse thermogravimétrique .....	37
III.5. Test d'absorption d'eau .....	39

<b><i>Conclusion générale</i></b> .....	40
---	----

### ***Références bibliographiques***

## *Liste des abréviations*

**PLA** : Poly (acide lactique)

**PHA** : Poly (hydroxyalcanoates)

**CEN** : Comité Européen de Normalisation

**PET** : Poly (éthylène téréphtalate)

**T<sub>g</sub>** : Température de transition vitreuse

**T<sub>f</sub>** : Température de fusion

**LDL** : Low density lipoprotein (lipoprotéines de basse densité)

**FGFB** : Farine de graine de la figue de barbarie

**GFB** : Graine de la figue de barbarie

**F0** : Formulation de PLA vierge

**F10** : Formulation de PLA/10% FGFB

**F20** : Formulation de PLA/20% FGFB

**IRTF** : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier

**DRX** : Diffraction à Rayons X

**T<sub>d</sub>** : Température de décomposition

## Liste des figures

### Chapitre I :

**Figure I.1 :** Schéma de matériau composite

**Figure 1.2 :** Les Principaux constituants d'un composite

**Figure 1.3 :** Types de matrice

**Figure I.4:** Les différentes familles de polymères biodégradables

**Figure I.5 :** Structure chimique du PLA

**Figure I.6 :** Les différentes formes isomères du lactide

**Figure I.7 :** Cycle de vie du PLA

**Figure I.8 :** Réaction de polycondensation de l'acide lactique.

**Figure I.9:** Polymérisation par ouverture de cycle du monomère cyclique : le lactide

**Figure I.10:** Cycle complet de la production d'acide polylactique à partir de l'amidon (procédé Cargill)

**Figure I.11 :** Cinétique de biodégradation d'une bouteille en PLA vieillie à température ambiante (a) et d'une bouteille vieillie dans les conditions d'un compost industriel (b) pendant 30 jours.

**Figure I.12 :** Applications de PLA

**Figure I.13 :** Types de renforts

**Figure I.14 :** Structure de la cellulose

**Figure I.15 :** Structure moléculaire de l'hémicellulose

**Figure I.16 :** Représentation schématique de structure de la lignine

**Figure I.17:** Photographie de figuier de barbarie avec ses cladodes (1), fleure (2), fruits (3) et Graines (4).

**Figure I.18:** Photographie d'une coupe transversale de la graine de la figue de barbarie.

### Chapitre II :

**Figure II.1 :** Mode d'obtention de la farine de graine de la figue de barbarie

**Figure II.2 :** Photo de la mini-extrudeuse

**Figure II.3 :** Photo de presse a compression

**Figure II.4:** Courbe de traction.

**Figure II.5 :** Appareil d'analyse thermogravimétrique

**Figure II.6.** Photographie des échantillons immersifs dans l'eau distillée durant le teste d'absorption

**Chapitre III :**

**Figure III.1:** Spectre IRTF de la FGFB

**Figure III.2 :** Spectres DRX des composites PLA/FGFB et PLA vierge

**Figure III.3.** Évolution du module d'Young en fonction du taux de FGFB

**Figure III.4.** Évolution de résistance à la traction des composites en fonction du taux de la FGFB

**Figure III.5.** Évolution de l'allongement à la force maximale en fonction du taux de FGFB

**Figure III.6.** Thermogrammes TG des composites PLA/FGFB, FGFB et PLA vierge

**Figure III.7.** Thermogrammes DTG des composites PLA/FGFB et PLA vierge

**Figure III.8.** L'évolution du taux d'absorption d'eau des composites PLA/FGFB et PLA vierge

## *Liste des tableaux*

### **Chapitre I :**

**Tableau 1 :** Propriétés mécaniques du PLA.

**Tableau 2.**La teneur en cellulose de quelques espèces végétales

**Tableau 3 :** Composition de la figue de barbarie

**Tableau 4 :** Composition chimique des graines de la figue de barbarie

### **Chapitre II :**

**Tableau 5 :** Composition massique des différentes formulations PLA/FGFB

### **Chapitre III :**

**Tableau 6 :** Présente la lecture des spectres IRTF de la fibre de FGFB

**Tableau 7.** Comparaison des principaux paramètres thermiques des différents échantillons.

*Introduction*  
*Générale*

## *Introduction générale*

Chaque seconde sur terre, une surface de forêt équivalente à 19 courts de tennis disparaît, le désert augmente de 78 m<sup>2</sup> en Chine, 1600 t de glace fondent au Groenland et 720 t de CO<sub>2</sub> sont émises à partir de pétrole dans l'atmosphère [1]. Ces chiffres montrent qu'il est crucial de prendre en compte les effets des activités humaines sur l'environnement. C'est dans ce cadre que se développent les éco matériaux et que le terme de développement durable est de plus en plus évoqué. Cette notion de développement durable exige une prise en compte des problèmes d'environnement.

Les polymères biodégradables (biopolymères) qui ont fait l'objet de nombreuses recherches, apparaissent comme une alternative de plus en plus crédible pour répondre aux préoccupations environnementales. Les biopolymères se divisent en deux classes : les agropolymères, tels que l'amidon, les protéines etc., et les biopolyesters (PHA, PLA, ...). Cependant, alors que les bioplastiques ont connu une croissance extensive dans des applications telles que les films emballages jetables, ils manquent encore les propriétés mécaniques pour être utilisés dans des applications telles que celles trouvées dans l'industrie automobile [2].

Les verrous actuels qui font face à l'utilisation du PLA sont ses propriétés qui sont considérées encore trop faibles pour qu'ils puissent substituer définitivement les polymères issus du pétrole et qui sont principalement leur résilience, leur tenue à l'eau ainsi que le coût estimé souvent trop élevés. Afin de pallier à ces manques, il est donc nécessaire de chercher des solutions qui permettent d'améliorer les différentes propriétés de ces biopolymères, soit en les mélangeant avec des polymères synthétiques ou par incorporation de renfort naturel ou non permettant ainsi l'élaboration de composites [3].

Ces composites sont caractérisés par deux aspects principaux, économique et technique. Les composites sont des matériaux à haute performance technique avec des propriétés physiques et mécaniques intéressantes pour une fabrication et une mise en œuvre relativement aisée. Cette dernière décennie, la vision du développement

industrielle a changé de direction en intégrant l'aspect environnemental dans la recherche de matériaux innovants. L'objectif de la performance technique étant atteint et aux vues de la question posée aujourd'hui concernant l'environnement et l'impact de l'évolution de l'homme sur son environnement ; une problématique nouvelle se pose, à savoir, est-ce que l'homme peut continuer à évoluer tout en étant en adéquation avec le milieu dans lequel il vit ? Pour répondre à cette problématique, les chercheurs et industrielles ont cherché à utiliser des ressources végétales pour la fabrication des nouveaux matériaux. Les agro-matériaux ou les matériaux bio-sourcés répondent aujourd'hui, en partie à ce besoin.

*P*our le renforcement de polymères, les fibres végétales présentent des propriétés mécaniques spécifiques importantes (au moins pour certaines d'entre elles) et de nombreux atouts si on s'intéresse aux impacts environnementaux. Il s'agit de ressources renouvelables, naturellement biodégradables, neutres quant aux émissions de CO<sub>2</sub> dans l'atmosphère et ne demandant que peu d'énergie pour être produites. Ces fibres peuvent se substituer aux fibres de verre dans de nombreux domaines ou permettre d'atteindre de nouveaux marchés.

*D*ans ce contexte où le développement durable apparaît comme une priorité majeure et pour participer à résoudre les problèmes liés à la gestion de déchets plastiques, notre étude est consacrée à l'élaboration de biocomposite à base de polyacide lactique comme matrice renforcée par la fibre de graine de la figue de barbarie.

*N*otre travail est constitué de trois parties :

- ✓ Une partie théorique dans laquelle nous avons parlé d'un matériau composite, des biopolymères et des fibres lignocellulosique en général. Du polyacide lactique et graine de la figue de barbarie en particuliers.
- ✓ Une partie pratique dans laquelle nous avons présenté les matériaux utilisés et les protocoles expérimentaux d'élaboration.
- ✓ Une troisième partie qui est consacrée à la présentation des résultats expérimentaux obtenus ainsi que la discussion des phénomènes observés.

*Partie*  
*Théorique*

# *Chapitre I*

*Etude bibliographique**I : matériaux composites***Introduction**

De nombreuses technologies modernes font appel à des matériaux composites dotés de propriétés que ne peuvent pas offrir les matériaux traditionnels (métaux, céramiques et polymères). Ces technologies trouvent une application dans des domaines tels que l'industrie aérospatiale, la construction automobile, la fabrication d'appareils de plongée ou d'objets sportifs, ou des matériaux de construction légers, robustes, rigides et capables de résister aux chocs, à l'abrasion et à la corrosion.

Le but de la fabrication d'un matériau composite est de profiter des propriétés reconnues de chaque composant afin d'en constituer un qui sera mieux adapté à certaines applications. Un composite est un matériau qui essaie de combiner les propriétés de ses composants (généralement une matrice polymérique et un renfort) pour permettre d'améliorer certaines caractéristiques comme la résistance à la rupture, ou la rigidité, pour des composites à usages mécaniques. Auparavant, les matériaux composites étaient le plus souvent des matrices thermoplastique ou thermodurcissable renforcées de fibres de carbone, de verre, .... Toutefois, ces dernières années, les matériaux composites renforcés avec des fibres naturelles attirent l'attention des chercheurs parce qu'ils pourraient être une solution efficace pour résoudre les problèmes d'environnement, de biodégradabilité et d'épuisement du pétrole. [4]

**I-1 Qu'est-ce qu'un matériau composite :**

Un matériau composite peut être défini comme l'assemblage de plusieurs matériaux de natures différentes. Les composites sont le plus souvent constitués d'une matrice dans laquelle nous dispersons de façon contrôlée ou non des renforts (fibres). La matrice maintient les renforts et assure les transferts de charge, tandis que les renforts apportent principalement leurs caractéristiques mécaniques élevées (modules et limites d'élasticité, résistance mécanique...) [5].

Cette association a pour but d'obtenir un matériau dont les propriétés spécifiques sont supérieures à celles des composants pris séparément. Le concept de matériau composite, par le choix des constituants et de leurs proportions respectives, ainsi que par le choix de la forme, des dimensions et de la disposition des renforts, permet donc de concevoir un matériau présentant les caractéristiques spécifiques recherchées.

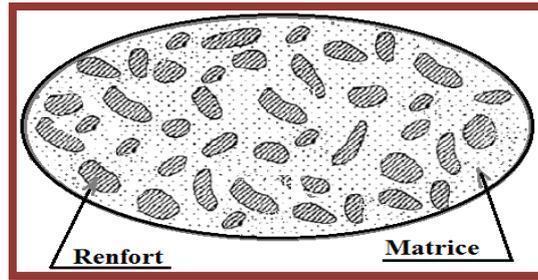


Figure I.1 : Schéma de matériau composite [5].

## I-2 Les Principaux constituants d'un composite :

Parmi les principaux constituants d'un matériau composite on trouve :

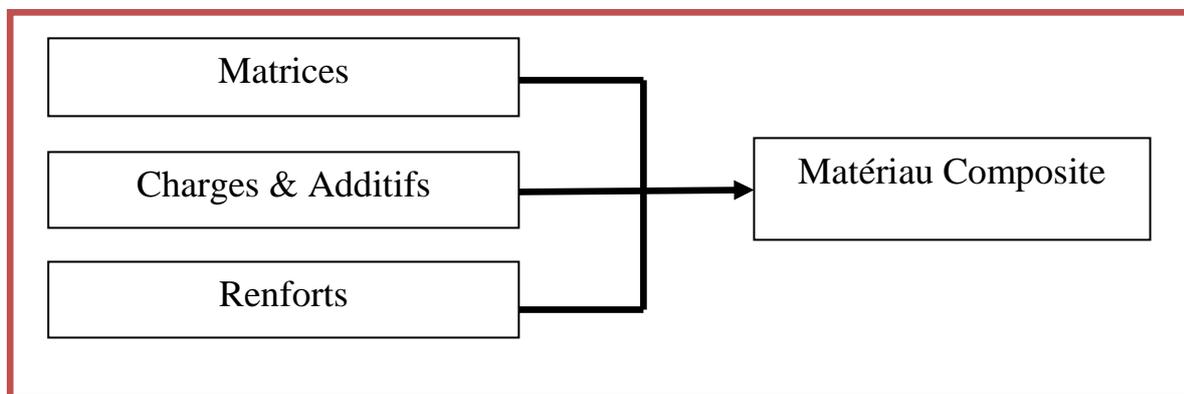


Figure 1.2 Les Principaux constituants d'un composite

### I-2-1 La matrice :

Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère. Les résines polymères existent en grand nombre et chacune à un domaine particulier d'utilisation [6]. Les matrices ont essentiellement pour rôle de transférer les contraintes apportées sur le matériau aux fibres, de les protéger contre les agressions extérieures et donnent la forme du matériau. Elles doivent être en outre assez déformables et présenter une certaine compatibilité avec le renfort pour pouvoir apporter aux matériaux composites des propriétés mécaniques assez élevées. La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la figure I.3 :

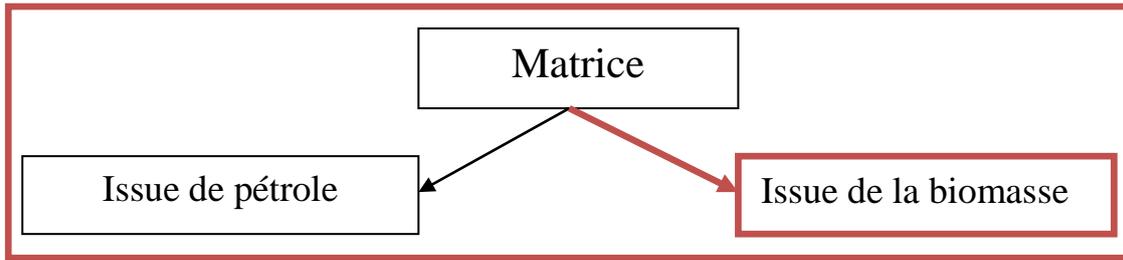


Figure 1.3 Types de matrice.

- **Issue de pétrole :** sont les polymères traditionnels d'origine pétrochimique telle que le polyéthylène, le Nylon, le polystyrène, le polypropylène...etc.
- **Issue de la biomasse :** sont des polymères naturels ou biopolymères qui peuvent être d'origine agricole ou microbienne. On distingue généralement trois grandes familles de composés : des polymères naturels, les polymères d'origine bactérienne et les polymères synthétiques.

#### ✓ La matrice biopolymères :

##### a : Définition d'un polymère biodégradable

Un polymère biodégradable est un polymère qui est digère entièrement par les microorganismes définis comme des bactéries, des champignons ou des algues [7].

D'après le Comité Européen de Normalisation (CEN), la notion de dégradation est décrite comme suit :

« La dégradation est un processus irréversible entraînant un changement significatif dans la structure du matériau, ce changement est classiquement caractérisé par une perte des propriétés initiales (poids moléculaire, structure moléculaire, résistance à la traction) et/ou une fragmentation. La dégradation est affectée par les paramètres environnementaux et se déroule en une ou plusieurs étapes. » [8].

##### b : Classification des polymères biodégradables

Les polymères biodégradables ou biopolymères peuvent être produits à partir de ressources renouvelables et fossiles. Les polymères biodégradables peuvent être divisés en 4 familles différentes [9, 10].

**b-1 : Issus d'agro-ressources :**

Ces biopolymères, aussi appelés agro-matériaux, sont des macromolécules naturelles compostables et renouvelables. Ils sont issus de plusieurs types d'agro composés tels que les polysaccharides ou les lignines.

Le développement de ce type de biopolymères a pour but de remplacer les polymères thermoplastiques de grande diffusion tel que les polyoléfines, le poly (chlorure de vinyle), le Polystyrène, etc.

**b-2 : Issus de micro-organismes :**

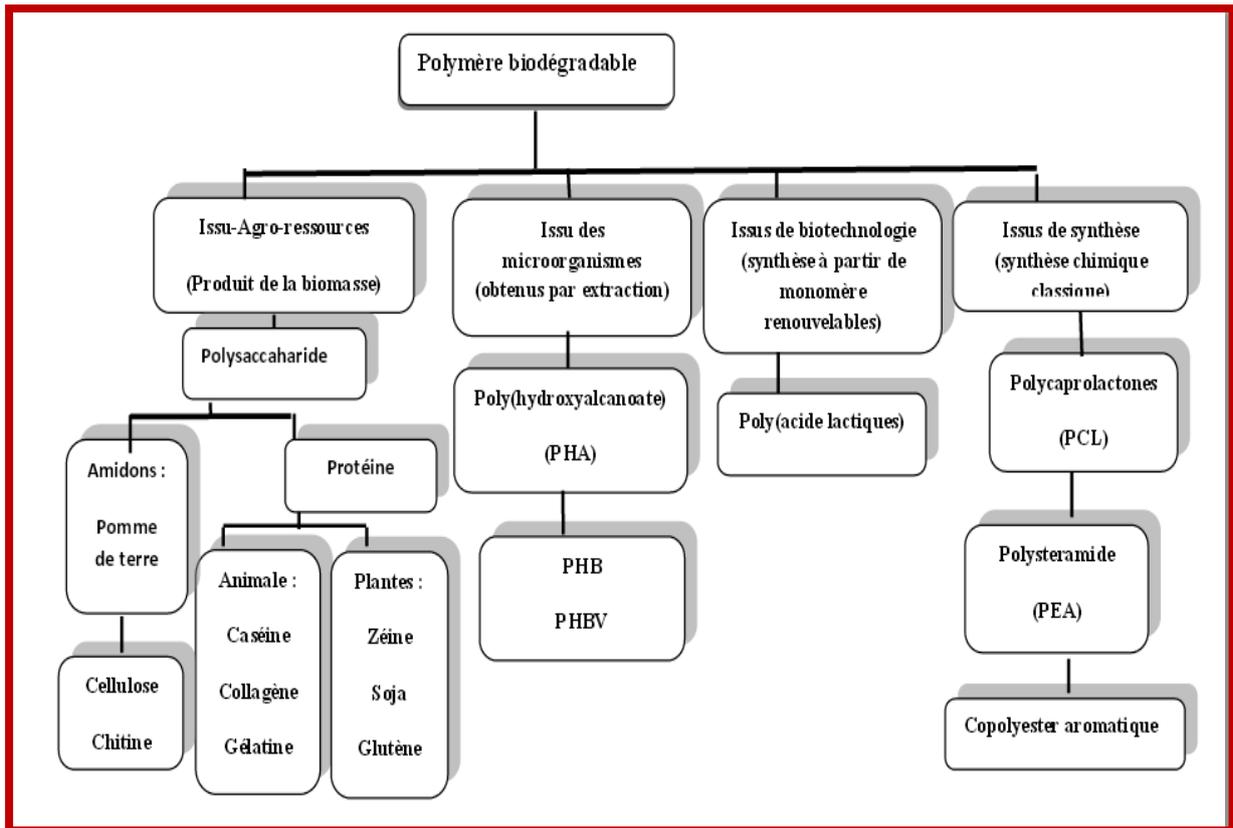
Ces polymères sont issus de la fermentation par des bactéries. Il s'agit de la fabrication de polymères qui s'accumulent dans le cytoplasme de certaines bactéries placées en condition de fermentation. Les principales matières premières sont les sucres et l'amidon. Certaines de ces bactéries permettent l'obtention de cellulose dite bactérienne mais le Poly  $\beta$ -Hydroxy-Butyrate (PHB) est le plus connu des polymères bactériens.

**b-3 : Issus de ressources fossiles :**

Les polymères d'origine synthétique sont produits à base de ressources fossiles telles que le pétrole. Le principe général consiste à synthétiser un polymère contenant des liaisons labiles (ester ou amide) facilement dégradables dans un compost spécifique. Ils sont constitués de polyesters aliphatiques tels que le poly ( $\epsilon$ -caprolactone) (PCL), de copolyesters aliphatiques tels que le poly (butylène succinate adipate) (PBSA) ou le poly (ester amide) (PEA) et de copolyesters aromatiques tel que le poly (butylène adipate téréphtalate) (PBAT) [10, 11].

**b-4 : Issus de biotechnologies :**

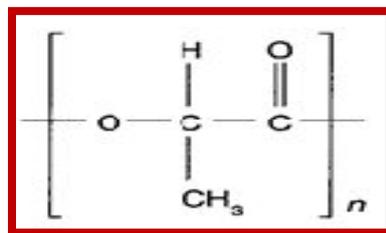
Ces polymères peuvent être considérés pour certains comme des biopolymères. Ils sont tous obtenus par voie fermentaire. Leur synthèse est réalisée par des réactions de polycondensation entre les diacides et les diols ou par polymérisation [12]. Le plus connu des poly ( $\alpha$ -Hydroxy acide) est l'acide poly lactique (PLA) provenant de la polymérisation du monomère acide lactique lui-même issu de fermentation bactérienne de ressources renouvelables. Cette fermentation bactérienne ne peut se produire que dans le vin ou dans les produits laitiers.



**Figure I.4:** Les différentes familles de polymères biodégradables.

### ✓ Cas particulier : Le polyacide lactique(PLA)

Le PLA est un polyester aliphatique biodégradable, produit à partir des ressources renouvelables, qui a suscité beaucoup d'attention dans la recherche des polymères biodégradables alternatifs [13]. La structure moléculaire est présentée schématiquement dans la figure ci-dessous :



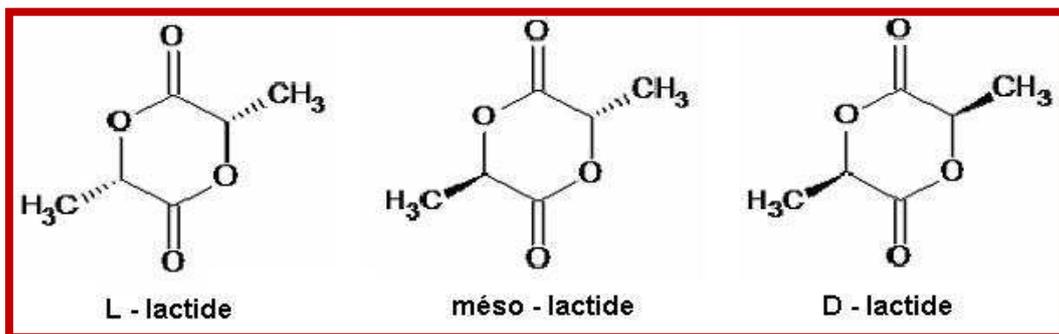
**Figure I.5.** Structure chimique du PLA.

Le PLA a représenté environ 13,4 % des capacités mondiales de production debioplastiques en 2012, soit un peu moins de 200 000 tonnes par an [14]. Le marché du PLA est dominé par Nature Works LLC, qui dispose depuis 2002 d'une unité de production de 140000 tonnes par an aux États-Unis. Les produits sont vendus sous les noms de marque Nature Works® et Ingeo™.

**a :Le monomère :**

L'acide lactique, le monomère du PLA, est un acide carboxylique hydroxylé de formule  $C_3H_6O_3$ . L'atome de carbone 2 portant le groupe hydroxyle est asymétrique rendant la molécule d'acide lactique chirale. Il se présente donc sous forme de deux énantiomères, l'acide-L-lactique et l'acide-D-lactique, différenciables sous lumière polarisée.

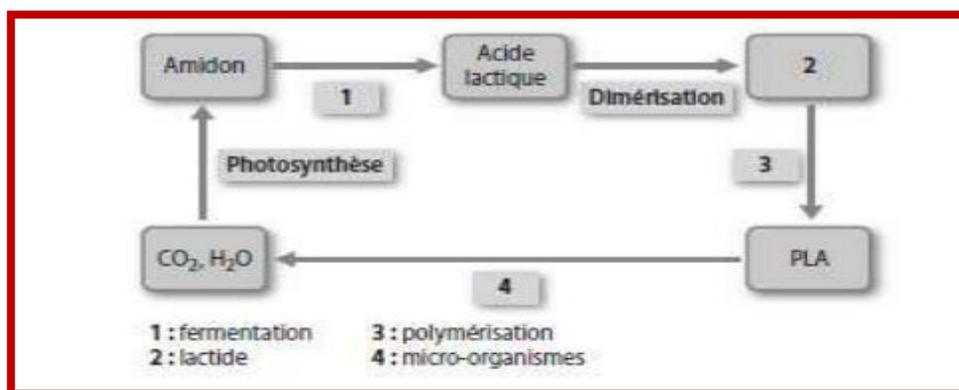
Le dimère obtenu à partir de deux acides lactiques peut donc se présenter sous trois formes isomères (figure I.6).



**Figure I.6.** Les différentes formes isomères du lactide [15]

**b : Synthèse du PLA :**

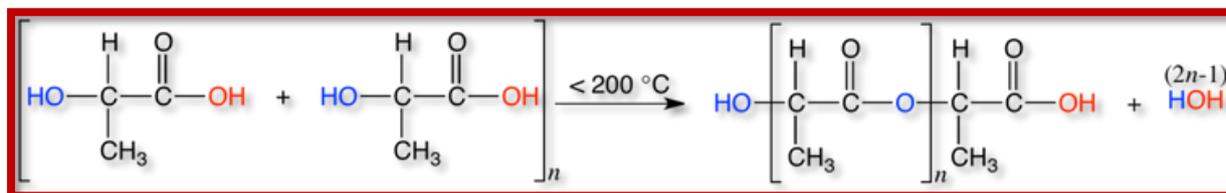
Le poly (acide lactique) ou polylactide fait partie de la famille des polyesters aliphatiques biodégradables issus de ressources renouvelables. La matière première telle que l'amidon, extrait par exemple du maïs ou de la betterave [16], est transformée en sucre par hydrolyse enzymatique. Ces sucres sont ensuite traités par fermentation bactérienne pour convertir ceux-ci en acide lactique (Figure I.7) Le processus de polymérisation peut s'effectuer ensuite suivant deux schémas : par polycondensation de l'acide lactique ou plus généralement par ouverture du cycle du lactide, obtenu après dimérisation de l'acide lactique.



**Figure I.7.** Cycle de vie du PLA

**b-1 : Polycondensation directe de l'acide lactique :**

La synthèse de polyacide lactique nécessite une réaction d'estérification entre la fonction alcool d'une unité monomère avec l'acide carboxylique d'une autre unité.

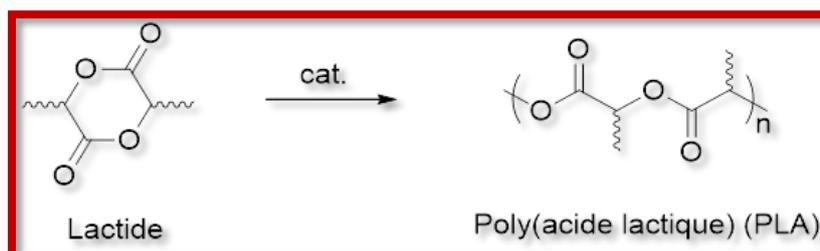


**Figure I.8:** Réaction de polycondensation de l'acide lactique.[17]

La polycondensation directe conduit à des polymères de faibles masses molaires (oligomères), car c'est difficile d'éliminer l'eau complètement du mélange réactionnel visqueux. Cette eau susceptible d'hydrolyser les chaînes du PLA en cours de croissance ne permet d'obtenir que des polymères de poids moléculaire inférieur à dix mille : c'est le principal inconvénient de cette méthode.

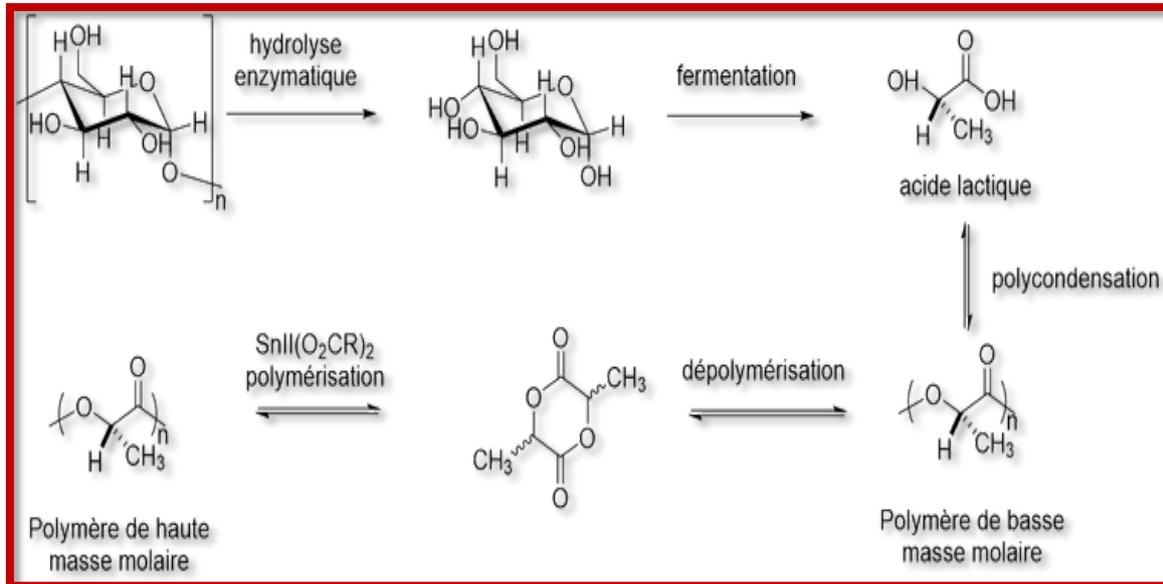
**b-2 : Polymérisation par ouverture de cycle de lactide :**

La polymérisation par ouverture de cycle du lactide (dimère cyclique de l'acide lactique) est la plus utilisée et étudiée, permettant de synthétiser du PLA de masses molaires élevées, de pureté très satisfaisante et à moindre coût [18]. Cette méthode a été brevetée par Cargill Dow LLC en 1992 et permet de produire industriellement, en présence d'un catalyseur métallique à base d'étain par exemple.



**Figure I.9:** Polymérisation par ouverture de cycle du monomère cyclique : le lactide[17]

**N.B :** La synthèse industrielle du PLA peut se résumer de la manière suivante :



**Figure I.10:** Cycle complet de la production d'acide polylactique à partir de l'amidon (procédé Cargill) [17].

### c : Propriétés physico-chimiques du PLA :

Le PLA est un polymère thermoplastique biodégradable en condition de compost industriel. De plus, ses propriétés mécaniques élevées, comparables aux polymères conventionnels, lui garantissent un large spectre d'applications [19].

#### c-1 : Morphologie :

L'acide polylactique est un polymère transparent, rigide à température ambiante. La fibre de PLA a un certain nombre de caractéristiques similaires à la majorité de fibres thermoplastiques. Mais celles dont elle se rapproche le plus reste sans doute les fibres en PET[20]. Les fibres de PLA ont généralement une forme cylindrique et une surface lisse.

#### c-2 : Propriétés mécaniques :

D'une manière générale, les propriétés mécaniques du PLA sont très dépendantes de la masse molaire et de la stéréochimie de la chaîne carbonée [21]. Ses propriétés peuvent donc varier fortement allant d'un polymère souple et ductile à un polymère rigide et résistant.

Le PLA contenant un faible taux d'acide-D-lactique est le plus répandu. Avec un module d'élasticité et une résistance à la traction élevée.

Les propriétés mécaniques du PLA sont présentées dans ce tableau [22].

**Tableau 1:** Propriétés mécaniques du PLA.

Propriétés	PLA
Module de Young (GPa)	2,5-4,5
Contrainte à la rupture (GPa)	40-60
Déformation (%)	3-6

### c-3 : Propriétés thermiques :

La température de transition vitreuse est située autour de 58°C.

- $T > T_g$  : le PLA est caoutchouteux.
- $T < T_g$  : le PLA est vitreux et cassant.

Le PLA présente une température de fusion relativement faible (varie entre 150 et 180°C).

Chacune des températures  $T_g$  et  $T_f$  est fonction de la masse moléculaire et de la pureté optique. La température de transition vitreuse augmente avec la masse moléculaire et avec la cristallinité du PLA.

En effet, le PLA constitué d'une grande quantité d'isomère L-lactide possède une température de transition vitreuse supérieure à celle de PLA riche en isomère D-lactide. Pour un PLA stéréochimiquement pur soit (D ou L), la température de fusion est pratiquement aux environs de 180°C et une enthalpie de 40-50 J/g. La présence de lactide (mésó) dans la structure de PLA peut faire diminuer  $T_f$  d'environ 50°C[23].

### c-4 : Propriétés Rhéologiques :

Les propriétés rhéologiques du PLA, ont un profond effet sur la façon dont le polymère s'écoule lors de sa transformation, elle dépend de la température, la masse moléculaire et le taux de cisaillement.

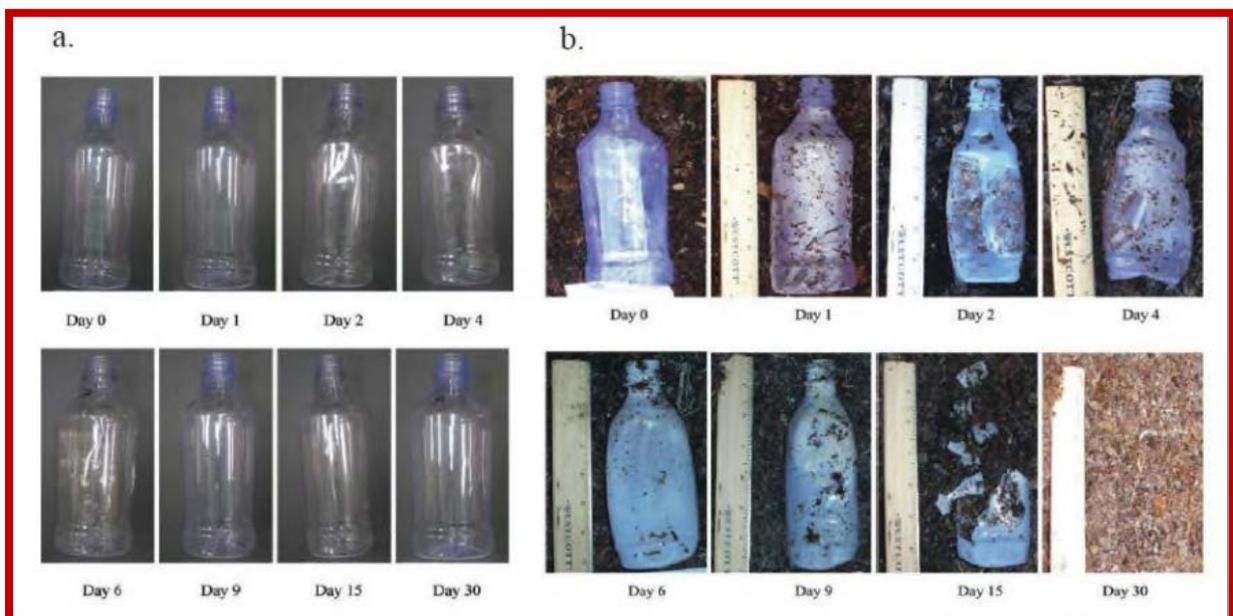
Le PLA semi cristallins à une viscosité de cisaillement supérieure à celle du PLA amorphe. La température du travail du PLA dépend de sa viscosité lors de fusion, qui dépend de son

tour de la masse moléculaire moyenne, du rapport L/D du taux de cisaillement, du type de traitement et de la quantité de plastifiant. [24].

### c-5 : Biodégradabilité :

La biodégradabilité en conditions de compost industriel un des autres avantages du PLA avec son origine issue de ressources renouvelables, est bien sûr sa fin de vie qui ajoute une fonctionnalité particulière au polymère. Au sein d'un compost, le PLA est attaqué par la protéinase K sécrétée par les microorganismes qui l'utilisent comme source d'énergie. La biodégradation du PLA nécessite toutefois des conditions bien particulières telles qu'un environnement chaud et humide, de type composts industriels [25].

**Kale et al**, ont comparé la cinétique de biodégradation d'une bouteille en PLA vieillie à température ambiante et en conditions de compost industriel. La bouteille se dégrade très rapidement en compost après seulement 30 jours alors qu'elle reste intacte à température ambiante [26]. (Figure I.11).



**Figure I.11.** Cinétique de biodégradation d'une bouteille en PLA vieillie à température ambiante (a) et d'une bouteille vieillie dans les conditions d'un compost industriel (b) pendant 30 jours [26].

### d : Applications du PLA :

Ce type de produits a été surtout destiné à des applications à haute valeur ajoutée à cause du prix élevé de la matière première, mais à cause de la diminution remarquable du prix, le

PLA est aujourd'hui disponible pour des marchés de grande diffusion comme l'emballage, les objets mono-usages, les fibres, etc.

- Produits à usage alimentaire : barquettes thermoformées moussées, films plastiques, gobelets jetables...
- Médicales : fils de suture, les broches orthopédiques
- Produits d'hygiène : les couches, les robes ou blouses pour les hôpitaux
- Films de paillage agricole



**Figure I.12.** Applications de PLA

### I-2-2 : Charges et additifs :

Les charges, généralement sous forme d'éléments fragmentaires, de poudres ou liquides, sont incorporées à la résine pour renforcer les propriétés mécaniques. Elles peuvent être minérales, organiques (végétales ou synthétiques) ou métalliques, et s'utilisent en générale de la même façon que dans les plastiques "traditionnels". Des charges non renforçantes peuvent être également utilisées pour diminuer le coût des matrices. Des additifs, de type colorant ou agent

de démoulage sont largement utilisés lors de la conception des structures constituées de matériaux composites [12].

### I-2-3 : Le renfort :

Souvent sous forme de fibres, le but des renforts dans les matériaux composites essentiellement d'accroître leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.) et d'améliorer des propriétés physiques, tels les comportements au feu et à l'abrasion, la tenue en température ou les propriétés électriques. Les caractéristiques recherchées dans les renforts sont une masse volumique faible, une compatibilité avec les matrices et une facilité de mise en œuvre [27].

Dans cette présente étude, nous nous sommes focalisés sur les renforts végétaux.

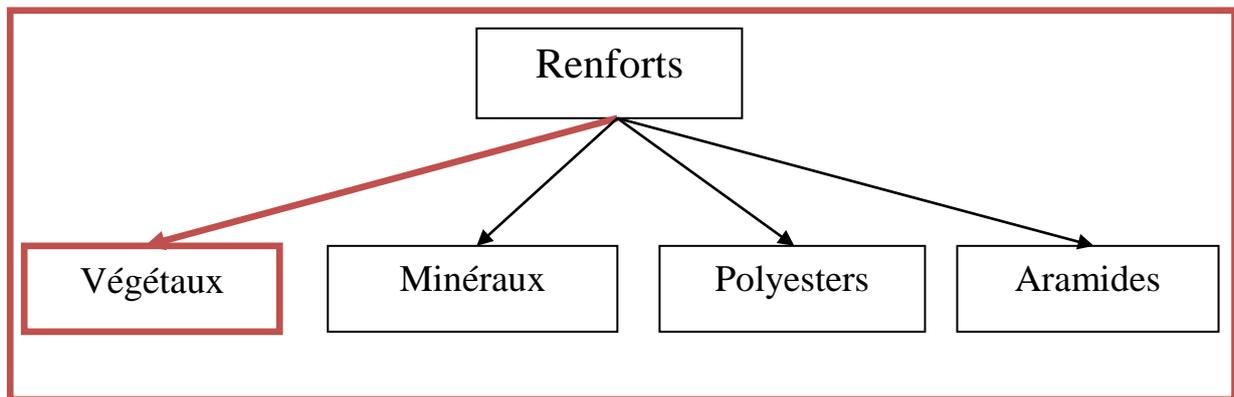


Figure I.13. Types de renforts [12].

Les renforts constitués de fibres se présentent sous les formes suivantes : linéique (fils, mèches), tissus surfaciques (tissus, mats), multidirectionnelle (tresse, tissus complexes, tissage tri directionnel). Parmi les fibres les plus utilisées dans l'industrie on a : les Fibres de verre, Fibres de bore, Fibres de carbone, Fibres aramide (kevlar), Fibres de polyéthylène haut ténacité, Fibres naturelles. [28].

#### ✓ Fibres végétales :

Les fibres végétales dites encore fibre lignocellulosique, sont des structures rigides microfibrillaires [29], les fibres végétales sont réparties entre les fibres libériennes (extraites de tige, lin, jute, chanvre) les fibres de feuilles (alfa, sisal), de graines, de fruits, de bois, de la paille de céréales et d'autres fibres d'herbe. Leur composition principale est la cellulose, la lignine et l'hémicellulose. [30].

### I-2-3-1 : La composition chimique des charges végétales :

Les fibres naturelles sont des structures biologiques principalement composées de : cellulose, hémicellulose et de la lignine. Dans une proportion beaucoup plus faible elles contiennent aussi des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques [31].

#### ➤ La cellulose :

Elle appartient à la famille des polysaccharides. Ce sont des polymères naturels composés de sucres. Elle est le constituant qui assure la protection et le soutien dans les organismes végétaux. Elle se situe dans la paroi des fibres et constitue la substance organique la plus abondante dans la nature. Ce polymère naturel a été utilisé depuis très longtemps notamment pour la fabrication de papier, fibres textiles, matières plastiques ...

La cellulose est un polymère formé d'une longue chaîne de molécules de glucose, chaque chaîne linéaire élémentaire contient environ 200 molécules monomères (glucoses). Le degré de polymérisation de la cellulose peut se situer entre 1000 et 3000 unités de glucoses [32].

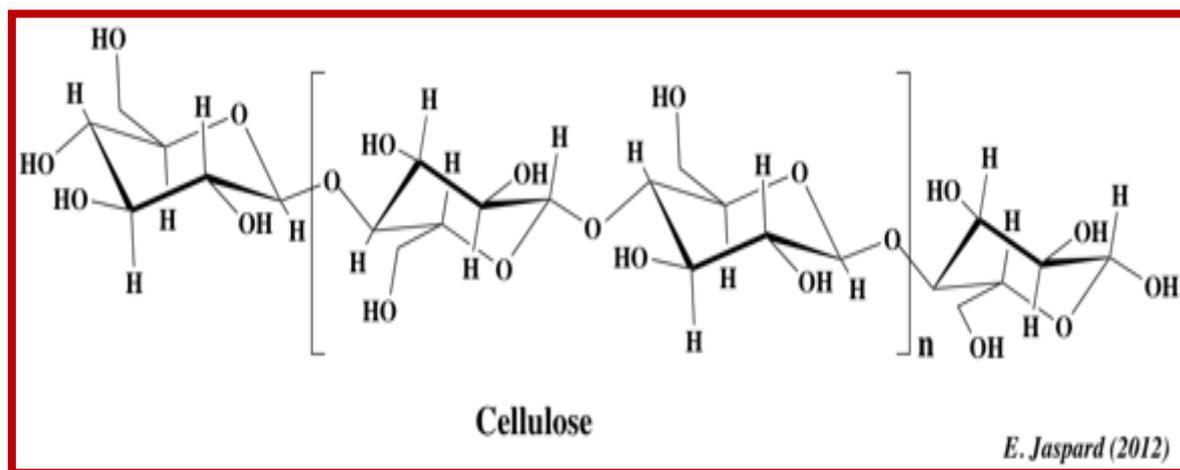


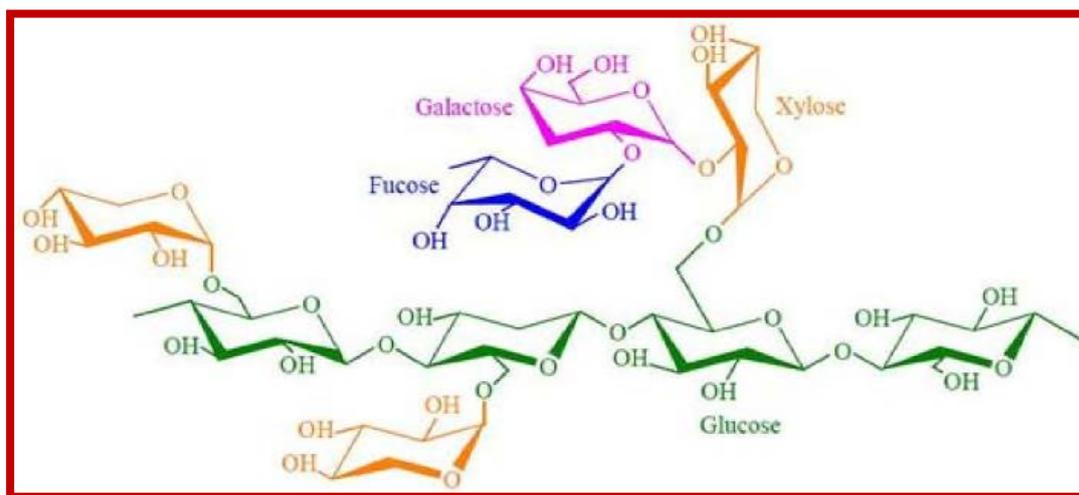
Figure I.14. Structure de la cellulose [33]

Tableau 2. La teneur en cellulose de quelques espèces végétales [34].

Espèces végétales	Teneur en cellulose(%)
Graine de la figue de Barbarie	30
Grignon d'olive	35-50
Coton	95-99
Lin	70-75
Maïs	17-20
Jute	64,4
Sisal	65,8
Bois	45
Flax	64,1

➤ **Les hémicelluloses :**

Les hémicelluloses sont des polysaccharides, qui se trouvent dans tous les végétaux caractérisés par des masses molaires beaucoup plus faibles que celle de la cellulose et par des structures moins régulières à la fois par la présence de différentes unités dans leurs chaînes et/ou de ramifications. Si l'on considère que le bois est un matériau composite dans lequel la cellulose est la fibre de renfort et la lignine est la matrice, les hémicelluloses jouent le rôle de comptabilisant à l'interface entre ces deux éléments [35]. La structure de l'hémicellulose est représentée sur la figure I.14



**Figure I.15.** Structure moléculaire de l'hémicellulose

➤ **La lignine :**

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable la plus abondante sur la surface de la terre. Les lignines sont des polymères tridimensionnels provenant de la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropéniques dont la structure dépendant de l'espèce végétale est indiquée sur la figure I.15 : l'alcool coumarylique, l'alcool coniferylique et l'alcool sinapylique [31].

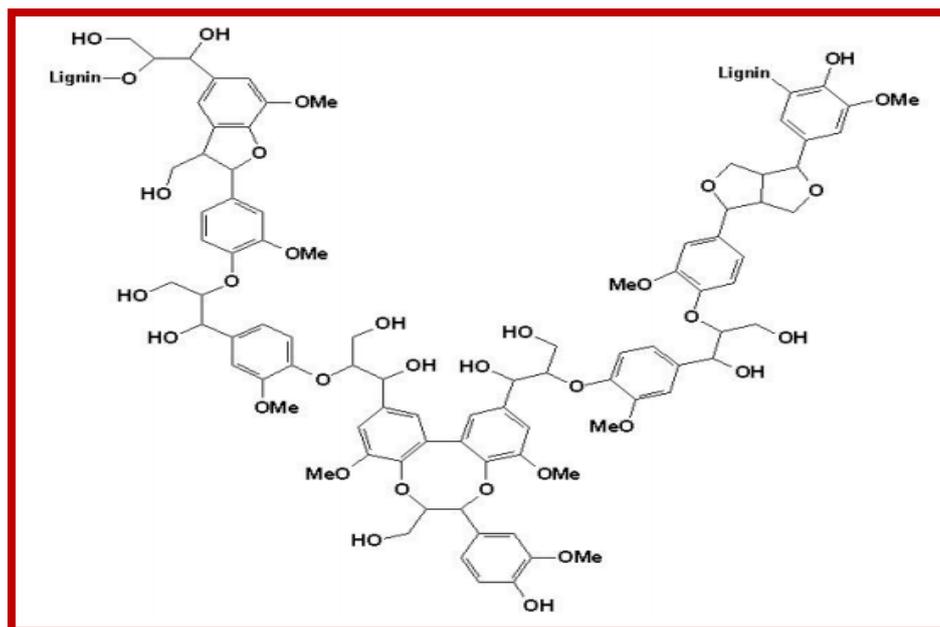


Figure I.16 : Représentation schématique de structure de la lignine [36].

✓ Cas particulier : graine de la figue de barbarie

a : Figuier de barbarie :

a-1 : Origine et distribution :

Le figuier de barbarie est un Cactacée originaire des régions arides et semi-arides du Mexique, il a été introduit en Afrique du Nord vers le 16<sup>ième</sup> siècle[37]. On compte, de nos jours, 1500 espèces de cactus appartenant au genre *Opuntia* ; et sont cultivées dans de nombreux pays, notamment : le Mexique, les États-Unis, la Chine, l'Afrique et l'Italie ainsi que dans d'autres aires géographiques[38].

L'espèce peut porter un nom différent selon l'idiome local. En Espagne, outre Nopal, on l'appelle familièrement Tuna, dans les pays francophones du bassin méditerranéen, l'*Opuntia* est surnommé figuier de barbarie ; en Angleterre : Prickly pear (poire à épines)[39], en Egypte : El-Tin-el-choki et en Algérie, plus précisément en Kabylie, elle est surnommée Akermousse.

a-2 : Espèces et variétés de figuier de Barbarie :

Les espèces les plus connues du figuier de barbarie sont l'*Opuntia inermis* (*Opuntia vulgaris*), très prisée en Espagne, en Afrique du Nord et dans bien d'autres pays, *O. monacantha* et *O. dillenii* privilégiées en Chine et enfin, *Opuntia ficus-indica* (figuier de barbarie) espèce comestible et médicinale qui est largement distribuée[39].

La distinction entre les différents cultivars est basée sur la forme et la qualité des fruits et sur la période de floraison et de la maturité des fruits[39].

### a-3 : Description :

Le figuier de barbarie est une plante arborescente qui peut atteindre de 3 à 5 mètres de haut. Son organisation en cladodes, couramment appelés « raquettes », est particulière.

Les cladodes sont des tiges modifiées de forme aplatie, de 30 à 40 cm de long, qui remplacent les feuilles dans leur fonction photosynthétique et dont la surface est parsemée d'alvéoles[38, 39,40].(Figure I.16).

L'appareil racinaire est superficiel, se concentre dans les 30 premiers centimètres du sol, mais en revanche très étendu.

Les fleurs sont à ovaire infère, avec de grandes corolles latérales jaunes, orange ou rouges[41]. Un cladode fertile peut porter jusqu'à une trentaine de fleurs. Ce nombre varie selon la position du cladode sur la plante et les facteurs physiologiques[41]. (Figure I.16).

Ces fleurs donnent naissance aux fruits ; une grosse baie (100 à 150g) ovale ou allongée et charnue, avec une pulpe juteuse, en générale contenant de nombreuses graines (polysémique).

La couleur et la forme du fruit sont variables selon les variétés : jaune, rouge, blanche.

Les graines sont dures, indigestes, mais riches en vitamines. On en obtient, après préparation, une huile très recherchée et une farine nourrissante[38, 39,41].



**Figure I.17:** Photographie de figuier de barbarie avec ses cladodes (1), fleur (2), fruits (3) et Graines (4). [42]

**a-4 : Composition de la figue de barbarie :**

La figue de barbarie est un fruit succulent, peu acide et riche en sucres ; ce qui le rend délicieux et doux[43].

La composition moyenne de la figue de barbarie est résumée dans le tableau suivant :

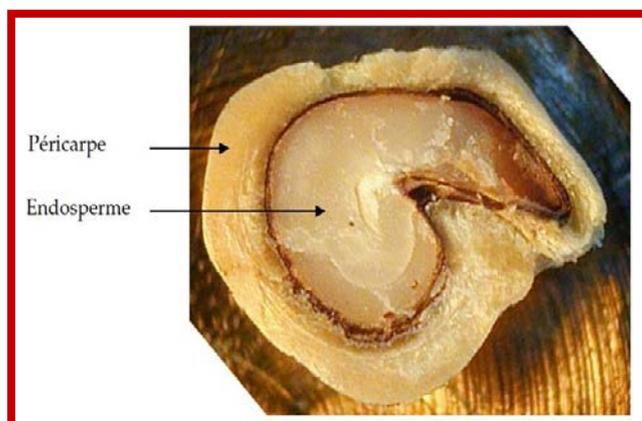
**Tableau 3** : Composition de la figue de barbarie [44].

Paramètres	Valeur	Paramètres	Valeur
Pulpe (%)	43-57	Mg (mg/100g)	16.1-98.4
Graines (%)	2-10	Sucres totaux (%)	10-17
Epluchure (%)	33-55	Ca (mg/100g)	12.8-59
Eau (%)	84-90	pH	5.3-7.1
Protéines (%)	0.2 – 1.6	Na (mg/100g)	0.6-1.1
Fibres (%)	0.02-3.1	K (mg/100g)	90-217

**b : La graine de la figue de barbarie :****b-1 : Description morphologique :**

Les graines de figue de barbarie sont caractérisées par leur dureté due à la présence de fibres dures et de formes plates, plus au moins réniformes ou lenticulaires. Le pourcentage et le nombre de graines par fruit varie en fonction de plusieurs facteurs dont la variété, la physiologie et l'environnement de culture[41,42].

L'étude morphologique de la graine réalisée par microscopie électronique à balayage et à transmission, permet de préciser l'organisation des tissus en deux parties : le péricarpe et l'endosperme[42,45]. (Figure I.17).



**Figure I.18:** Photographie d'une coupe transversale de la graine de la figue de Barbarie(Habibi, 2004).

➤ **Péricarpe :**

Le péricarpe de la graine de la figue de barbarie représente jusqu'à 90% du poids total de la graine ; il est constitué de deux types de cellules: en majorité des cellules longues très compactes en forme de fibres fusiformes (sclérenchyme) dont les microfibrilles de cellulose sont disposées en couches successives concentriques. Et celles constituant des vaisseaux conducteurs spiralés en simple hélice[42].

➤ **L'endosperme :**

Représentent jusqu'à 10% du poids total de la graine ; il est constitué de cellules de parenchyme de réserve à paroi très fine renfermant de nombreux leucoplastes qui forment de petits grains d'amidon. Entre les tissus riches en amidon s'intercale une couche de gluten (couche à aleurone) qui donne au noyau son aspect visqueux. L'ensemble de ces cellules est enrobé dans une paroi cellulaire épaisse en forme de tuile inverse[42].

**b-2 : Composition chimique de la graine :**

L'analyse préliminaire des graines de figue de barbarie montre qu'elle est lignifiée et renferme en quantité considérable des protéines et des huiles[39].

La teneur des différents constituants des graines de la figue de barbarie est consignée dans le tableau 4.

**Tableau 4 :** Composition chimique des graines de la figue de barbarie (Habibi, 2004).

Constituants	Teneur	Constituants	Teneur
Eau	5-6 %	Lignine	18 %
Huile	7-8.5 %	Protéines	11-12%
Minéraux	1.3 %	Cellulose	30 %

**b-3 : Intérêts de la graine :**

Il y a eu un réveil vers un intérêt progressif dans l'utilisation de la graine de figue de barbarie dans les pays développés. Les substances naturelles issues de cette graine ont des intérêts multiples. En effet, la graine est une partie riche en matière grasse, elle peut être exploitée pour l'extraction des huiles à usage alimentaire, pharmaceutique, médical et cosmétique[46].

Elles sont caractérisées par leur richesse en xylanes qui est doué d'applications très diverses, pouvant aller de l'industrie plastique, de la papeterie à des applications médicales.

Les dérivés alkyles amphiphiles de xylanes possèdent des propriétés émulsifiantes excellentes, et sont largement utilisés dans le domaine agroalimentaire[42].

Les graines de la figue de barbarie peuvent être utilisées comme source d'huiles comestibles vue leur richesse en acides gras essentiels(Ennouri et al, 2006).

Récemment, il a été montré que l'addition de la poudre de graines dans l'alimentation diminue la concentration en glucose sérique, augmente le glycogène dans le foie et le muscle squelettique et augmente significativement le taux de cholestérol LDL ce qui suggère une application potentielle pour le diabète et l'athérosclérose(Ennouri et al, 2006).

Aussi l'augmentation de leur apport réduit les risques de maladies cardio-vasculaires et maladies coronariennes.

La richesse de ces graines en matière insaponifiables (stérols et tocophérols) en fait un bon atout pour leur exploitation en cosmétologie, étant donné les effets bénéfiques de ces substances sur l'élasticité de la peau, le métabolisme cellulaire et la restauration de la structure cutanée(Habibi, 2004).

## **II. Facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites**

Le renforcement des matériaux thermoplastiques par des fibres végétales est gouverné par les paramètres suivants : dispersion de la fibre, adhésion fibre/matrice et l'effet de l'humidité.

### **II.1. Dispersion et l'orientation de la fibre :**

Il est évident que la dispersion du renfort qui conduit à un mélange plus ou moins intime des composants est un paramètre qui influence les propriétés physico-mécaniques du matériau composite. La dispersion du renfort conduit à un mélange plus ou moins homogène des composants, ce paramètre influence les propriétés.

L'orientation des fibres est un autre facteur important qui influe sur le comportement des composites. Car les fibres sont rarement orientées dans les matériaux composites en une seule direction, laquelle est nécessaire pour que les fibres donnent un effet de renforcement maximal [47].

### **II.2. Influence de la nature et la quantité des constituants :**

L'augmentation du pourcentage de renforts améliore quasi systématiquement la rigidité d'un composite. Cependant, une trop grande quantité de renforts implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performances dans certains cas.

Plusieurs études ont montré qu'à partir d'un taux de 50% en fibres, le matériau devient rugueux et la surface présente des ruptures. L'augmentation de la proportion de fibres lignocellulosique a aussi pour conséquence directe, la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygroscopique et putrescible [48].

### **II.3. L'effet de l'humidité :**

Les propriétés mécaniques des composites renforcés par des fibres naturelles peuvent être réduites en grande partie dans des conditions humides. C'est une préoccupation profonde car il y a des potentielles d'applications extérieures, où l'absorption d'humidité peut avoir une influence significative sur ces matériaux.

Les liaisons entre les fibres naturelles (qui contiennent l'hydroxyle et d'autres groupes polaires) et les matrices relativement hydrophobes de polymère seraient affaiblies avec la prise d'eau élevée. L'interface affaiblie va causer la réduction des propriétés mécaniques des composites.

Par conséquent, l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques est essentiel pour les applications des composites renforcés par des fibres naturelles [49].

### **II.4. Influence de la morphologie des fibres :**

La morphologie des fibres inclut aussi d'autres paramètres que la longueur des fibres, comme leur diamètre, l'épaisseur des cellules et le diamètre des lumens. Ces paramètres varient tous à divers niveaux, en fonction de la nature des fibres.

### **II.5. Adhésion fibre-matrice :**

Les phénomènes d'adhésion aux interfaces fibre-matrice jouent un rôle essentiel sur les propriétés des matériaux composites. De telles interfaces sont le siège de phénomènes physico-chimiques complexes dus aux interactions moléculaires entre deux matériaux de nature et de propriétés différentes, pouvant conduire à la formation de véritables interphases aux propriétés intrinsèques.

Ces interfaces et interphases doivent être en mesure de supporter toutes les contraintes mécaniques, résiduelles ou externes, et de les transmettre de la matrice à la fibre pour que les matériaux composites présentent les propriétés mécaniques à l'usage requises [50].

### III. Avantages et inconvénients des composites

Les composites sont préférés à d'autres matériaux parce qu'ils offrent des atouts liés à :

- ✓ Leur légèreté ;
- ✓ Grande résistance à la fatigue ;
- ✓ Faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion
- ✓ Insensibilité aux produits chimiques ;
- ✓ Possibilité de prendre plusieurs formes (pièces complexes) ;
- ✓ Bonne tenue au feu (attention aux dégagements toxiques) ;

Cependant certains inconvénients freinent leur diffusion :

- ✓ les coûts des matières premières et des procédés de fabrication ;
- ✓ La sensibilité à la chaleur ;
- ✓ la gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte [6].

### IV. Procédés de mise en œuvre des matériaux composites

Le but de ce paragraphe n'est pas de détailler les différentes techniques d'élaboration des matériaux composites mais de les présenter dans leur globalité et de préciser dans quels cas elles sont utilisées. Il existe plusieurs méthodes pour élaborer et mettre en forme les composites qui peuvent être regroupées en catégorie [27] :

**Par extrusion** ; très utilisée avec les thermoplastiques ;

**Par imprégnation** ; utilisée souvent avec les tissus et les fils ;

**Par dépôt** ; pour les composites en sandwichs.

Ces techniques sont souvent suivies d'un moulage qui définit les formes du matériau.

Lemoulage peut être réalisé de plusieurs façons :

- ✓ **Par compression** ; (à froid ou à chaud, par injection de résine) : c'est une méthode utilisée pour les composites à fort taux de renfort pour obtenir des pièces avec des formes profondes et délicates.
- ✓ **Sous pression** ; (au contact, à injection simultanée) : c'est la méthode la plus simple permettant l'obtention de pièces en grande série et à bas prix. Le taux de renfort est toutefois limité.
- ✓ **Sous vide**, pour des pièces de petites et moyennes séries.

- ✓ **En continu** : les pièces obtenues sont planes ou ondulés, les composites en sandwichs sont souvent préparés par cette technique.
- ✓ **Par pultrusion** : qui intervient d'habitude après imprégnation des fibres (fils, stratifiés, tissus), les profils obtenus sont rectilignes ou en courbes à section constante. Cette technique donne des matériaux à caractéristiques mécaniques assez élevées.
- ✓ **Par centrifugation** : technique réservée pour les formes cylindriques (tubes, tuyaux).
- ✓ **Par enroulement filamentaire** : (circonférentiel, hélicoïdal) permettant la conception de pièces cylindriques et sphériques avancées. La proportion de fibres dans le composite est assez élevée ce qui donne de hautes caractéristiques mécaniques. Par contre, cette méthode est très coûteuse.

## V. Application des composites à base des fibres végétales

### **V.1. En automobile :**

Les principales applications sont les suivantes: garnissage des coffres, revêtements pour plancher, revêtement pour paroi intérieur (habillage des toits d'habitacle par la technique de contre collage/compression), revêtement pour avant et arrière, revêtement pour passage de roue, revêtements de garnissage pour plage arrière, habillage de sièges, garnitures, housse, rembourrages en mousse, filtre à huile (pour la transmission), moquette de garnissage des panneaux de portières, capitonnage des panneaux de portières routières et ferroviaires, tableaux de bord (injection de granulés).

### **V.2. En construction :**

Les fibres végétales sont utilisées comme renfort de matériaux, notamment d'isolation, de produits en ciment...

### **V.3. Autres applications :**

La recherche porte sur la caractérisation des fibres, la capacité à les utiliser à des conditions économiques comme renforts de composites structuraux tels que des hublots d'avion, et les moyens permettant d'améliorer l'interaction entre les fibres et la matrice dans laquelle elles sont noyées [51].

*Partie*  
*Pratique*

# *Chapitre II*

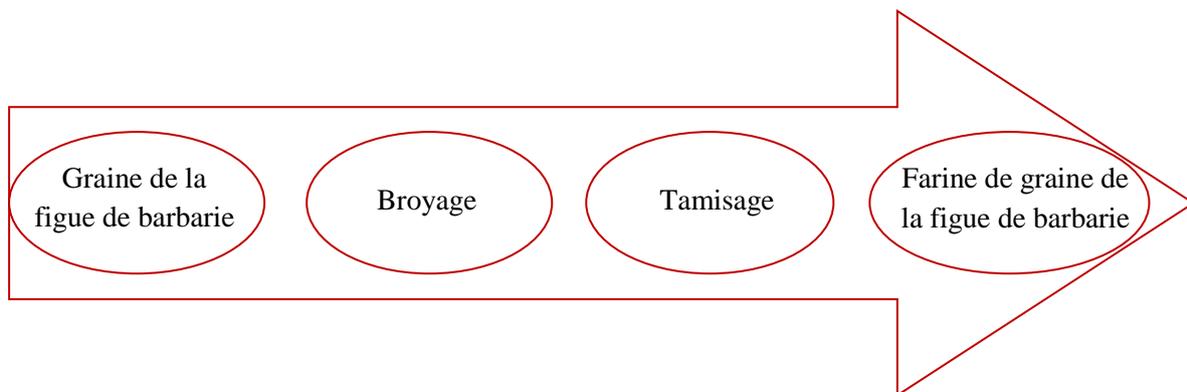
*Techniques expérimentales*

Le but de cette étude est l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de poly acide lactique (PLA) renforcé avec une charge végétale de graine de la figue de barbarie (FGFB) à des taux massiques de 10 et 20 %.

Dans ce travail, nous avons étudié l'évolution des propriétés structurales, mécaniques, thermiques et effet d'absorption d'eau des composites PLA/FGFB en fonction du taux de farine.

Notre technique expérimentale est subdivisée en deux parties :

- 1) **Partie 1:** Préparation de la farine.
- 2) **Partie 2 :** Elaboration des composites PLA/FGFB
- 3) **Partie 3 :** Caractérisations des composites PLA/ FGFB et FGFB

**Partie 1 :***II.1. Préparation de la farine de graine de la figue de barbarie (FGFB) :*

**Figure II.1.** Mode d'obtention de la farine de graine de la figue de barbarie

**II.1.1. Broyage :**

Les graines de la figue de Barbarie ont été broyées à l'aide d'une broyeuse. Après le broyage, la farine a été tamisée automatiquement à l'aide d'un tamis de 80  $\mu\text{m}$  pendant 8 min à une vitesse de 70 m/s, afin d'obtenir une farine ayant un diamètre moyen  $< 80 \mu\text{m}$ .

**Partie 2 :****II.2. Elaboration des composites PLA/Farine de graine de la figue de barbarie (FGFB) :****II.2.1. Matériels utilisés :**

- ✓ Polyacide lactique (2003D) sous forme de granulés, obtenu par NatureWorks LLC, Etats-Unis.
- ✓ Farine de graine de la figue de barbarie à un diamètre moyen < 80  $\mu\text{m}$
- ✓ Une extrudeuse à double vis (Haakerheomex OS PTW16).
- ✓ Une presse à compression
- ✓ Balance analytique
- ✓ Bicher 500 ml
- ✓ Plaque chauffante

**II.2.2. Formulations :**

La farine de graine de la figue de barbarie (FGFB) est mise sous l'étuvage à une température de 60 °C pendant 24h, pour éliminer le maximum d'eau absorbée.

Trois formulations ont été préparées, la première contient uniquement du PLA(**F0**), la deuxième contient 90% PLA/ 10%FGFB (**F10**) et la dernière contient 80%PLA/ 20%FGFB(**F20**).

Le tableau ci-dessous représente les compositions massiques des différentes formulations.

**Tableau 5 :** Composition massique des différentes formulations PLA/FGFB

Composites	Formulations	Compositions massiques du PLA (%)	Compositions massiques de la FGFB(%)
PLA vierge	F0	100%	0%
PLA/10% fibre	F10	90%	10%
PLA/20% fibre	F20	80%	20%

**II.2.3. Mise en œuvre :**

La mise en œuvre des composites PLA/FGFB a été faite à l'état fondu dans une mini-extrudeuse bis-vis, de type de micro compounder DSM Xplore modèle 2005, puis compresser dans une presse à compression pour former les films et des altères par ensuite.

**a-Extrusion :**

Les mélanges PLA/FGFB sont introduits au fur et à mesure dans la trémie de la mini-extrudeuse à double vis de type *Micro compounder DSM Xplore modèle 2005*, représentée sur la figure II.2 au niveau du laboratoire des matériaux organiques (LMO) à l'université de Bejaia.

Les conditions de travail sont ajustées selon la nature du thermoplastique utilisé et dans notre cas la température a été fixée à 180°C, avec une vitesse de rotation 100tr/min et un temps de séjour de 8min pour créer suffisamment de cisaillement et permettre à l'FGFB de se disperser dans la matrice.



**Figure II.2 :** Photo de la mini-extrudeuse

**b- Presse à compression :**

Pour obtenir des films, les matériaux sont comprimés, moulés à l'aide d'une presse à Compression de type *Carver* à 180°C, représentée sur la figure II.3 au niveau du laboratoire des génies des polymères (LGP) à l'université de Sétif.

Les conditions de travail sont ajustées selon la nature du thermoplastique utilisé dans notre cas, les échantillons ont d'abord été préchauffés pendant 5min et pressés pendant 8min sous une charge de 300KN.



Figure II.3 : Photo de presse a compression

### Partie 3 :

*II.3. Caractérisation des composites PLA/Farine de graine de la figue de barbarie (FGFB)* Les différentes techniques expérimentales utilisées dans ce travail sont :

- ✓ **Caractérisation structurale** : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF et Diffraction à Rayons X (DRX) ;
- ✓ **Les essais mécaniques** : Test de traction ;
- ✓ **Les essais thermiques** : Analyse thermogravimétrique ;
- ✓ **L'essai d'environnement** : Test d'absorption d'eau.

#### II.3.1. Caractérisation structurale :

##### a) : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) :

La technique spectroscopique IRTF est l'une des méthodes les plus utilisées pour l'analyse qualitative et quantitative des matières organiques, est basée sur l'absorption des rayonnements infrarouge par le matériau analysé. Elle est exploitée dans l'identification des groupements fonctionnels, Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques.

L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier qui envoie sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'onde auxquelles le matériau absorbe et les intensités de l'absorption. C'est un outil efficace pour étudier les modifications de structure des polymères résultant de traitement chimiques.

Les différents spectres ont été enregistrés à l'aide d'un spectrophotomètre infra rouge à transformée de Fourier de modèle **SHIMADZU FTIR-8400** piloté par un ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution de  $400\text{ cm}^{-1}$  à  $4000\text{ cm}^{-1}$ .

### **b) : Diffraction des rayons X (DRX) :**

Technique de base de la caractérisation des matériaux, la diffraction des rayons X permet la détermination des phases micro et poly-cristallines des matériaux. Cette méthode n'est applicable qu'à des matériaux composés d'un nombre relativement important de cristaux aux orientations non préférentielles (céramiques, roches, monocristaux et chaînes de polymères).

### **II.3.2.L'essai mécanique :**

#### **a) Test de traction :**

Les essais de traction sont des expériences dont le but est de déterminer l'allongement, la contrainte à la rupture et le module d'Young des matériaux. Ces essais permettent d'établir une relation entre les contraintes et les déformations et de déterminer la nature du matériau (rigide ou souple).

Le test de traction est réalisé sur des éprouvettes normalisées sous forme d'haltère de type "H". Ces essais ont été réalisés sur une machine de traction, pilotée par un microordinateur.

Ce test consiste à soumettre l'éprouvette à un étirement avec une vitesse constante, et on relève la force de traction nécessaire en fonction de l'allongement. Ces essais permettent de tracer une courbe dite de traction à partir de laquelle les caractéristiques suivantes peuvent être déduites :

- ✓ La déformation élastique.
- ✓ La limite élastique «  $\sigma_c$  ».
- ✓ La déformation plastique.
- ✓ La contrainte maximale atteinte (contrainte à la rupture) notée «  $\sigma_r$  ».
- ✓ Le module d'élasticité "E".
- ✓ La contrainte à la rupture est définie comme étant le rapport entre l'effort maximal "F" et la section de l'éprouvette "S"[52].

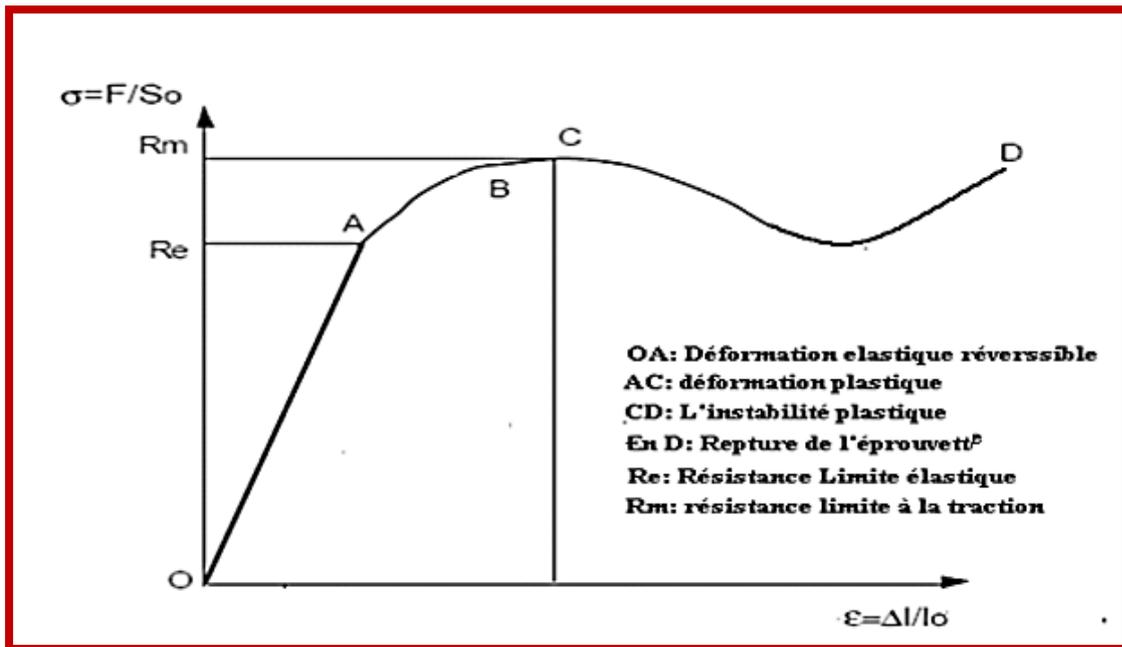


Figure II.4: Courbe de traction.

Avec :

- ✓  **$\epsilon_r$**  : Allongement à la rupture.
- ✓  **$L_0$** : Longueur initiale de l'éprouvette.
- ✓  **$L$**  : Longueur finale de l'éprouvette.

### II.3.3. L'essai thermique :

#### a) Analyse thermogravimétrique :

Cette technique est utilisée pour étudier les différentes transitions thermiques des polymères lorsqu'ils subissent une variation de température. Son principe de fonctionnement est de mesurer la différence d'énergie entre un creuset contenant l'échantillon et un creuset vide de référence, en fonction de la température. Un signal proportionnel à la puissance fournie à l'échantillon (ou à la référence) est enregistré [53].

Les analyses calorimétriques ont été effectuées sur calorimètre DSC-LINSEIS.

Les échantillons du PLA et composites PLA/FGFB ont été étudiés sur une gamme de température comprise entre 20 et 200 °C, avec une vitesse de chauffe de 10 °C/ min.



Figure II.5 : Appareil d'analyse thermogravimétrique.

### II.3.4. L'essai d'environnement :

#### a) Test d'absorption d'eau :

Les carrés de 2cm de côté ont été séchés durant 1h dans une étuve à 60°C et pesé la masse initiale ( $m_0$ ) sur une balance analytique de précision de 0.0001g, avant l'immersion dans l'eau distillée à la température ambiante. Puis, elles ont été retirées de l'eau, au fur et à mesure, essuyé soigneusement avec du papier, ensuite la masse des échantillons a été mesurée.

Le taux d'absorption d'eau a été calculé suivant la formule :

$$\text{Taux d'absorption d'eau (\%)} = [(M - M_0) / M_0] \cdot 100$$

$M_0$  : La masse de l'échantillon avant l'immersion (g).

$M$  : La masse de l'échantillon après l'immersion (g).



Figure II.6. Photographie des échantillons immergés dans l'eau distillée durant le test d'absorption.

# *Chapitre III*

## *Résultats et Discussion*

Les résultats obtenus des différents tests effectués, sont présentés et discutés dans ce chapitre. Nous avons étudié les caractérisations structurales par IRTF et DRX, l'évolution des propriétés mécaniques, thermiques et taux d'absorption d'eau, en fonction du taux de farine de graine de figue de barbarie.

### **III.1. Caractérisation de FGFB**

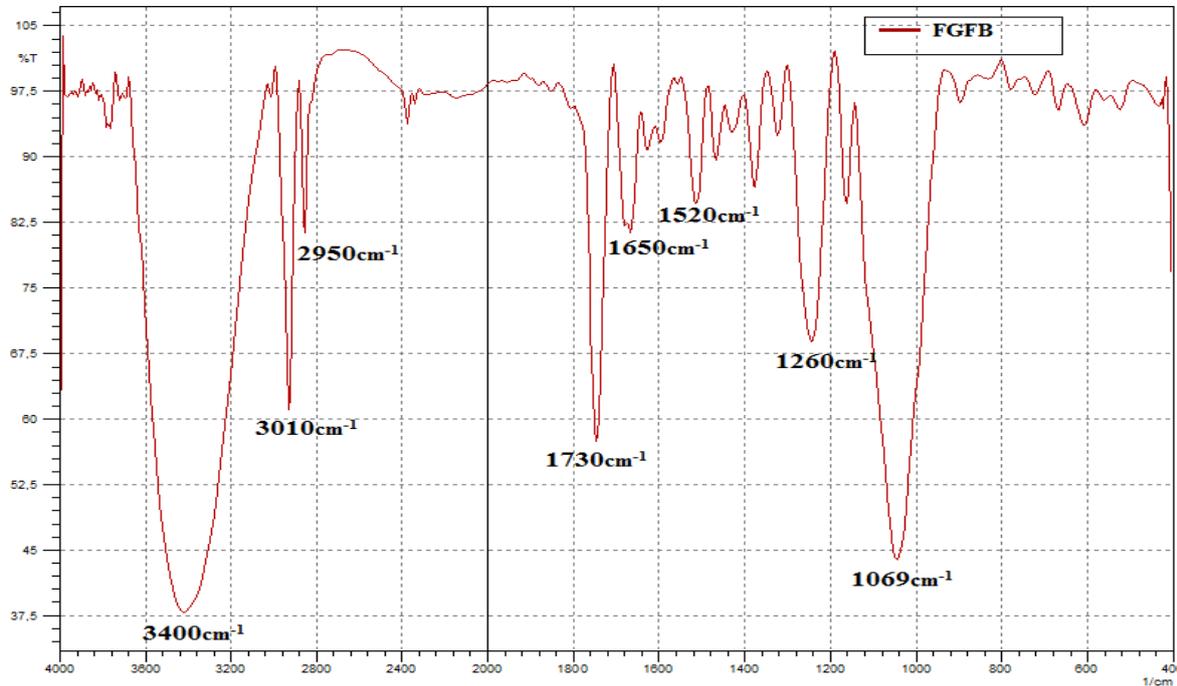
#### **III.1.1 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTf)**

La Figure III.1 représente le spectre IRTf de FGFB.

L'analyse infrarouge permet de distinguer les bandes d'absorption caractéristiques des principales fonctions chimiques présentes dans la fibre de graine de la figue de barbarie (FGFB).

- La bande **3400 cm<sup>-1</sup>** est assignée à la vibration des groupes hydroxyles (-OH) de la cellulose et hémicellulose. [De Rosa et al, 2010].
- La bande vers **3010 cm<sup>-1</sup>** traduit la vibration d'élongation des liaisons C-H du cycle aromatique présent dans la structure de la lignine.
- La bande d'intensité faible vers **2950 cm<sup>-1</sup>** traduit les vibrations d'élongation symétrique et asymétriques des liaisons C-H du groupe -CH<sub>2</sub> des segments de la cellulose et de la lignine [De Rosa et al, 2010].
- On remarque aussi une bande à **1730 cm<sup>-1</sup>** qui peut être attribuée aux vibrations des groupements formant la structure du monoxyde de carbone (CO) dans hémicellulose.
- Un pic vers **1650 cm<sup>-1</sup>** lié à la déformation du groupement (-OH) qui indique la présentation de l'eau dans la fibre.
- Une bande d'absorption à **1520 cm<sup>-1</sup>** qui traduit la vibration de déformation de C=C du cycle aromatique présent dans la structure de la lignine [Terpakova et al, 2012].
- La bande à **1260 cm<sup>-1</sup>** correspond à la vibration de la liaison CO de groupes acétyles de la lignine et d'hémicellulose [Sgriccia et al, 2008].
- Le spectre révèle aussi une bande d'absorption centrée à **1069 cm<sup>-1</sup>**, associée aux vibrations d'élongation des groupements carbonyles C=O de la fibre.

On peut dire alors que la graine de la figue de barbarie contient de la cellulose, de lignine et d'hémicellulose.



**Figure III.1:** Spectre IRTF de la FGFB

**Tableau 6 :** Présente la lecture des spectres IRTF de la fibre de FGFB

Nombre d'onde (cm-1)	Fonction ou groupement chimique
3400	Vibration de la liaison OH de groupement hydroxyle de la cellulose et hémicellulose.
3010	vibration de la liaison CH du cycle aromatique présent dans la structure de la lignine
2950	les vibrations des liaisons C-H du groupe -CH₂ de la cellulose et de la lignine
1730	vibrations des liaisons CO de hémicellulose.
1650	vibrations des liaisons OH indiquent la présentation de d'eau dans la fibre.
1520	vibration de la liaison C=C dans la lignine.
1260	La vibration de la liaison CO de groupes acétyles de la lignine et de hémicellulose.
1069	vibrations d'élongation des groupements carbonyles C=O de la fibre

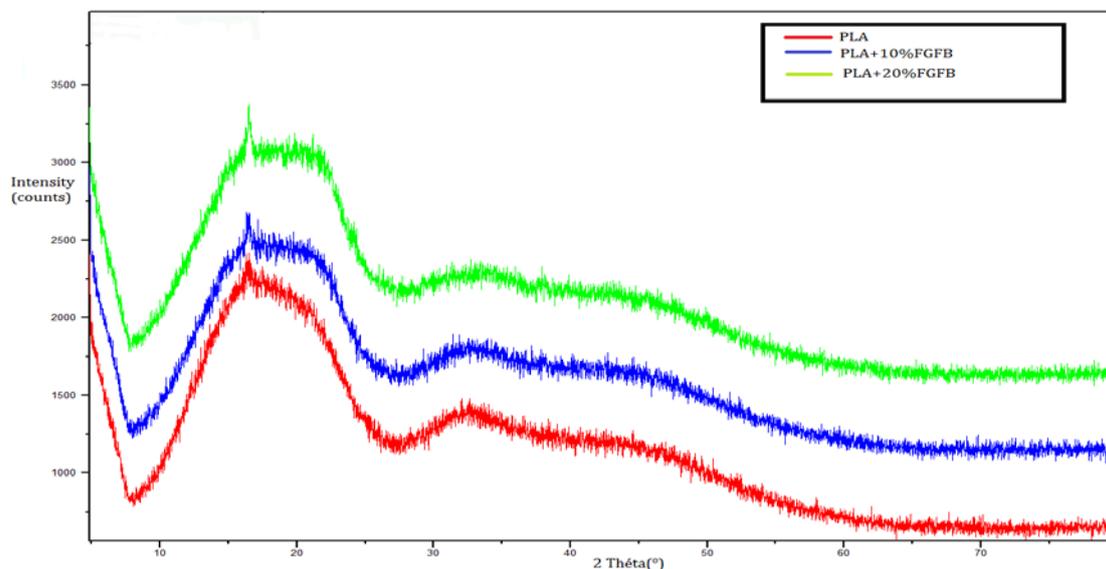
## III.2.Caractérisation des composites PLA/ FGFB

### III.2.1 Diffraction des rayons X

La **Figure III.2**, représente les spectres de diffraction des Rayons-X (DRX) de PLA F0et des composites F10et F20.

Le spectre DRX du PLAvierge est caractérisé par l'absence de pics dans le domaine  $2\theta$  [0-40°], qu'on peut attribuer au caractère amorphe de ce polymère [57].

D'après les spectres de diffraction des Rayons -X des composites (F10) et du (F20) on remarque aucun changement dans la structure. On peut dire alors que la fibre n'affecte pas la structure du PLA.



**Figure III.2** : Spectres DRX des composites PLA/FGFB et PLA vierge.

### III.2.2.Test de traction :

Les propriétés mécaniques des composites à matrice thermoplastiques comme le PLA dépendent de plusieurs facteurs, telles que la dispersion des fibres, la quantité d'air emmagasinée dans le composite durant le mélangeage.

Le test de traction des matériaux composites PLA/FGFB a été déterminé en fonction du taux d'incorporation du renfort.

### III.2.2.1. Module d'Young :

Le module d'Young correspond à la rigidité et à la déformation élastique du polymère et se mesure à partir de la pente de la partie initiale de la courbe contrainte/ allongement dans son domaine élastique où la loi de Hooke est appliquée.

La figure III.3 représente l'évolution du module d'Young en fonction du taux de FGFB, on observe que l'ajout de FGFB à la matrice polymérique PLA a donné lieu à des modifications des propriétés mécaniques.

L'augmentation de la teneur en fibres FGFB de 0 à 20% (en poids), a abouti à une augmentation du module de Young. En effet, lorsque le pourcentage en FGFB ajouté a atteint les 20% (en poids), le module de Young lui a passé à 2348,01 MPa pour le composite PLA/FGFB contre 2151,48 MPa pour le PLA vierge. Cette augmentation du module d'Young indique que la rigidité des composites a augmenté et cela dû à la cellulose qui est très rigide, donc la FGFB joue le rôle de renfort de la matrice PLA.

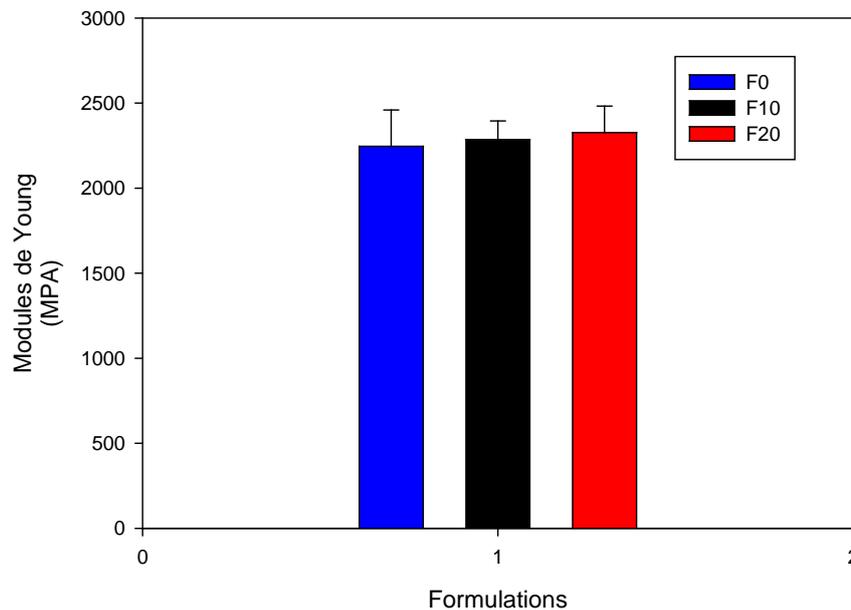


Figure III.3. Évolution du module d'Young en fonction du taux de FGFB

### III.2.2.2. Contrainte à la rupture

C'est la charge de traction supportée par l'éprouvette à l'instant de sa rupture par unité de surface, la résistance à la traction des composites à base d'une charge fibreuse dépend de la fibre, distribution, orientation et la force de liaison interfaciale avec la matrice PLA.

La figure III.4 représente l'évolution de la résistance à la traction des composites en fonction du taux de la FGFB. On constate une diminution progressive de la résistance à la traction avec l'augmentation du pourcentage de la charge en fibres.

Cela peut être expliqué par la mauvaise adhésion et la décohésion entre la matrice et les fibres sous tension. Cette décohésion génère une concentration de contraintes qui accélère la rupture de l'échantillon[59].

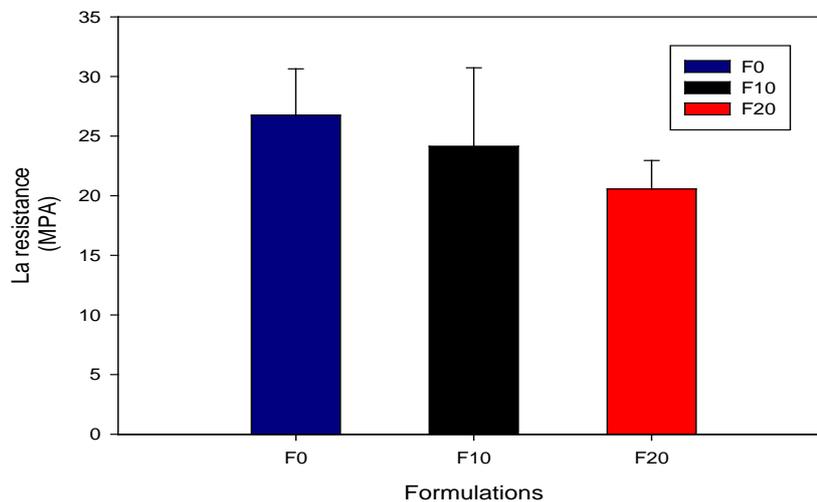


Figure III.4. Evolution de résistance à la traction des composites en fonction du taux de la FGFB

### III.2.2.3. Allongement à la rupture

C'est l'augmentation de la distance entre les repères sur la partie calibrée de l'éprouvette produite par une charge de traction au moment de la rupture de l'éprouvette. Il est indiqué en pourcentage (%).

La figure III.5 représente l'évolution de l'allongement à la force maximale en fonction du taux de charge.

On remarque que l'allongement à la rupture diminue avec l'augmentation du taux de FGFB. Il est normal, que la fibre de caractère rigide, présente une diminution de l'allongement à la rupture. En outre, la diminution observée sur l'allongement à la rupture peut être attribuée à une diminution de la déformabilité de chaîne rigide entre les fibres et la matrice [59].

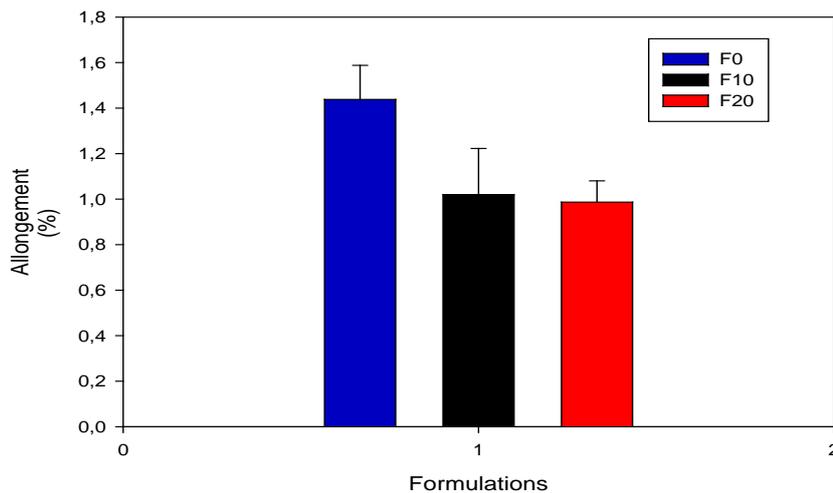


Figure III.5. Evolution de l'allongement à la force maximale en fonction du taux de FGFB.

Les valeurs obtenues, en termes de contrainte à la rupture, sont proches de celles reportées dans d'autres recherches [58], tandis que les valeurs du module d'élasticité sont légèrement inférieures.

### III.2.3 Caractérisation thermique par l'Analyse thermogravimétrique

La figure III.6, représente les thermogrammes TG des différents composites élaborés avec la charge. On enregistre un premier palier de stabilité, qui s'étale entre 25°C à 300°C où les échantillons sont stables thermiquement.

A partir de la température de début de décomposition au environ de 300 °C, les échantillons subissent une perte de masse très importante, elle est attribuée à leur dépolymérisation ou à leur dégradation.

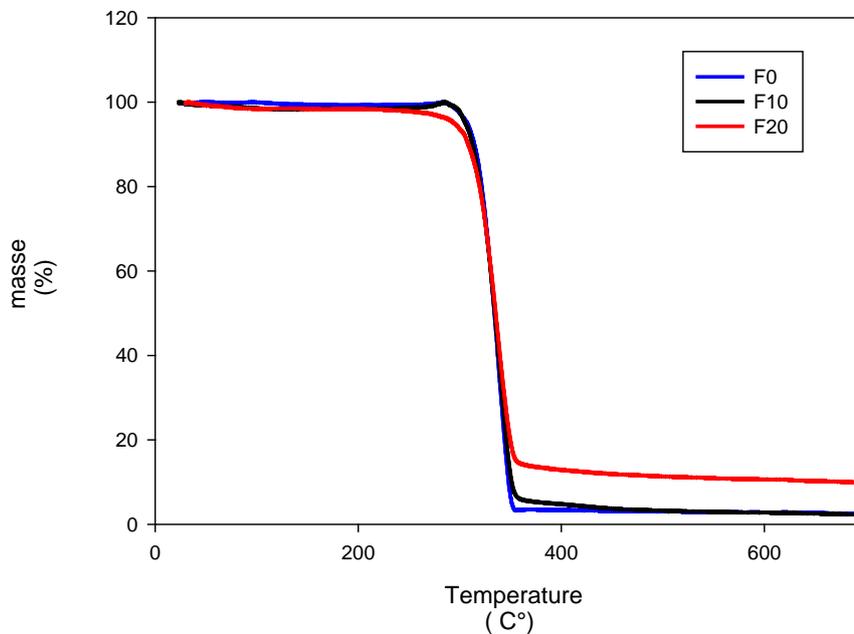
Un troisième palier de stabilité est enregistré et il correspond à la formation du résidu. On remarque aussi l'absence de la faible perte de masse quasi instantanée enregistrée habituellement dans le cas des composites à renforts végétaux, attribuée à l'évaporation de

l'eau absorbée à la surface. Cette absence confirme bien le bon étuvage des échantillons avant l'analyse.

La température de début de décomposition correspondant à 10 % de la perte de masse diminue avec l'incorporation de la farine de graine de figue de barbarie dans la matrice PLA.

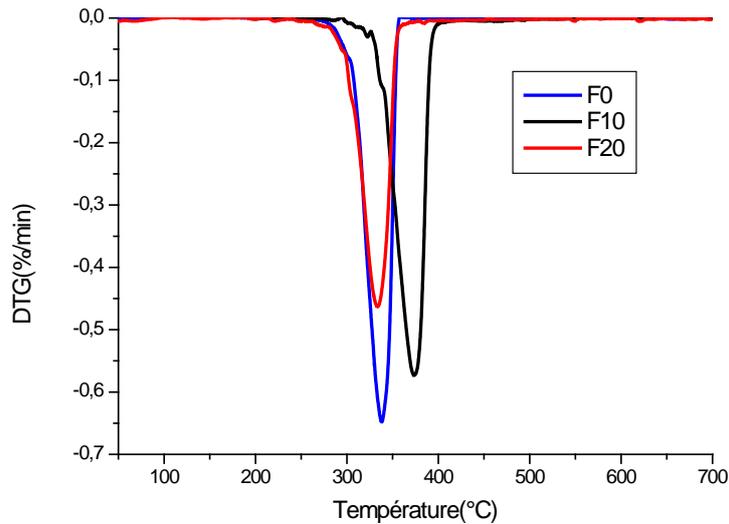
Elle est estimée à 313°C pour le PLA vierge, 311°C et 306 °C pour les composites 10% et 20% de la farine respectivement.

Cette diminution peut être attribuée à la dégradation de la cellulose et de l'hémicellulose de la fibre localisée entre 220 et 300°C. Plus précisément la décomposition thermique de la cellulose se produit essentiellement à partir d'une température de 250°C et se fait par dépolymérisation. [60].



**Figure III.6.** Thermogrammes TG des composites PLA/FGFB et PLA vierge

La figure III.7 représente les thermogrammes DTG du PLA, et des composites F10 et F20. On remarque que le comportement thermique des composites élaborés est le même que celui de la matrice PLA. La vitesse maximale de dégradation diminue avec l'incorporation de la farine de GFB. La charge améliore la stabilité thermique du composite, dû à la présence de lignine qui joue le rôle de stabilisant thermique dans le PLA. [61]



**Figure III.7.** Thermogrammes DTG des composites PLA/FGFB et PLA vierge

A partir des thermogrammes TG-DTG plusieurs données thermiques ont été traitées et sont résumés dans le tableau 7.

**Tableau 7.** Comparaison des principaux paramètres thermiques des différents échantillons.

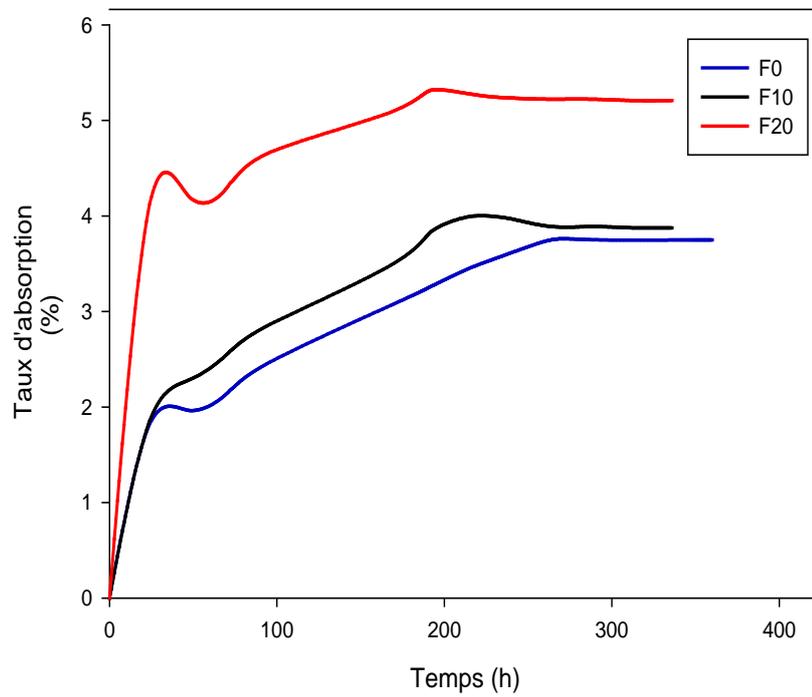
Composites	T <sub>d</sub> (°C)	T <sub>d</sub> 5% (°C)	T <sub>d</sub> (50%) (°C)	T <sub>max</sub> de décomposition (°C)	V <sub>max</sub> de décomposition (%/min)
F0	313	306	333	338	0,64
F10	311	303	334	375	0,56
F20	306	290	335	336	0,46

### III.2.4 Test d'absorption d'eau

La figure III.8 représente l'évolution du taux d'absorption d'eau de F0, F10 et F20. On peut voir clairement une augmentation du taux d'absorption d'eau avec l'incorporation de FGFB dans la matrice PLA, ce qui est tout à fait attendu, du fait que la GFB est constituée de 30 % de la cellulose et 18% de lignine (Habibi, 2004).

Des groupements hydroxyles de ces derniers forment avec les molécules d'eau des liaisons

Hydrogènes, par conséquent le taux d'absorption devient plus important comparé au PLA vierge.



**Figure III.8.** L'évolution du taux d'absorption d'eau des composites PLA/FGFB et PLA vierge.

*Conclusion*  
*Générale*

## *Conclusion Générale*

Cette étude constitue une contribution à la recherche de solution sur la problématique liée à la pollution des emballages plastiques en proposant des matériaux composites biodégradables. L'objectif principal de notre étude consiste à renforcer une matrice à base de PLA par des fibres cellulosiques pour obtenir un matériau biocomposites par la méthode « extrusion par compression ». Pour le renfort notre choix s'est porté sur des fibres extraites de la plante Opuntia inermis comme une forme de valorisation de cette biomasse abondante et très peu connues.

En effet ces fibres sont ajoutées dans le but de combler le manque mécanique et thermique de matrice en PLA pour obtenir des matériaux avec des propriétés compétitives à ceux des résines pétrochimiques.

Les différentes techniques de caractérisation structurale ,mécaniques, thermiques et effet d'absorption d'eau nous ont permis d'évaluer les propriétés des composites élaborées.

Compte tenu des résultats obtenus, on peut conclure que :

- Les résultats en infrarouge nous ont confirmés la présence des bandes d'absorption caractéristiques des principales fonctions chimiques présentes dans la fibre de graine de la figue de barbarie(FGFB).
- L'analyse par diffraction des rayons X a montré que le polymère est amorphe est sa conformer par l'absence de pics dans le domaine  $2\theta$  [0-40°], d'après les spectres des composites (F10) et du (F20) on remarque aucun changement dans la structure. On peut dire alors que la fibre n'affecte pas la structure du PLA.
- L'étude des propriétés mécaniques (traction) a montré que le module d'élasticité croit progressivement avec l'augmentation du taux de farine et que la contrainte et l'allongement à la rupture des composites diminuent.
- Analyse thermogravimétrique a permet de montrer que la température de début de décomposition et la vitesse maximale de dégradation diminuent avec l'incorporation

de FGFB. Le renfort améliore la stabilité thermique du composite, dû à la présence de la lignine qui joue le rôle de stabilisant thermique dans la matrice PLA.

- Enfin, à l'échelle environnementale, les graphes d'essais d'absorption d'eau montrent une augmentation du taux d'absorption d'eau avec l'incorporation de FGFB, due à l'augmentation de la concentration en OH.

*A* partir des résultats obtenus par les différentes techniques utilisées dans la présente étude, il peut être conclu que le matériau composite élaboré est totalement présent globalement de bonnes propriétés mécaniques et thermique.

*Références*

*Bibliographiques*

### Introduction

[1]: HALADA (K) Progress of ecomaterials toward a sustainable society. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 7 (3), p. 209-216, 2003

[2] : Arrakhiz FZ. ; El Achaby M. ; Benmoussa K. ; Bouhfid R.; Essassi EM. ; Qaiss A. Evaluation of mechanical and thermal properties of Pine cone fibers reinforced compatibilized polypropylene. *Mater Design* 40,528-535, 2012.

[3]: H.L. BOUDJEMA, *Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables*, Thèse de doctorat. UNIVERSITÉ D'ORAN 2, 2016.

### Chapitre I

[4] : DO THI Vi Vi, Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non, thèse de Doctorat, L'université De Grenoble, 2006.

[5] : Berthelot JM. Matériaux composites / comportement mécanique et analyse des structures. 4ème édition. Paris : Lavoisier ; 2005.

[6] : Sandali A, Rabhi N. comportement au choc des stratifiées composites renforcées par des fibres naturelles, mémoire de master, université Kasdi Marbah de Ouargla, 2013.

[7]: Hulleman, S.H.D., F.H.P. Janssen, and H. Feil., the role of water during plasticization of native starches. *Polym.* 39, 2043-2048, 1998

[8] : Qin CQ, HR Li, Q Xiao, Y Liu, JC Zhu, YM Du. *Carbohydr Polym* 63 367, 2006.

[9] : Averous L. Biodégradable et biosourcé, l'actualité chimique n° 375-376, 2014.

[10] : Schwach E, Etude de systèmes multi phases biodégradables à base d'amidon de lé plastifie relations structure – propriétés approche de la comptabilisation, thèse de doctorat, université de Reims – Champagne Ardenne, 2004.

[11] : Gay D. Matériaux composites. 3ème édition. Paris : Hermès ; 1991.

[12] : Gornet L. Généralités sur les matériaux composites. cel-00470296, version 1 -6 Apr 2010.

[13]: S. S. Ray, M. Bousmina, *Progress in Materials Science*, vol. 50, 962-1079, 2005.

[14]: European-bioplastics, “*Global production capacities of bioplastics*,” 2014.

[15]: D. GARLOTTA, “A Literature Review of Poly (Lactic Acid),” *Journal of Polymers and the Environment*, 9, 2, 63–84, 2001.

[16]: K. S. ANDERSON, K. M. SCHRECK, and M. A. HILLMYER, “*Toughening*

*Poly lactide*,” Polymer Reviews, 48, 85–108, 2008.

[17]:Kido, Y., Sakai, R., John, B., Okamoto, M., Seppälä, J.V., Preparation and Enzymatic Degradation of Porous Crosslinked Polylactides of Biomass Origin. Int. J. Mol. Sci., Vol. 15, n°6, pp 9793-9808. MDPI Open Access,2014.

[18] :F. FAURE, V. GAGNAUX, H. BAECHE, V. NEUHAUS, and L. De ALENCASTRO, Bulletin de l'ARPEA - *Microplastiques sur les plages et la surfaces du Léman*, 49, 257, 15–18, 2013.

[19]:D. K. A. BARNES, “*Biodiversity: Invasions by marine life on plastic debris*,” Nature,416, 808–809, 2002.

[20]:J. LUNT and J. BONE: *Properties and dyeability of fibers and fabrics produced from polylactide (PLA) polymers*, AATCC Rev.,1 20-23,2001.

[21]:L. M. RIOS, C. MOORE, and P. R. JONES, “*Persistent organic pollutants carried by synthetic polymers in the ocean environment*,” Marine Pollution Bulletin, 54, 1230–1237,2007.

[22]:R.E.P.RDrumright, gruberand D.E.henton, polylacticacidtechnology, adv.mat.12, 1841-1846.2000

[23]:Bastioli. Handbook of biodegradable polymers. Ed. Rapra Technology Limited. United Kingdom 2005.

[24]:S. Roubigot, et al. investigation of nanodispersion in polystyrene manotmollonitenanocomposites by solid-state NMR, journal of polym sci. 41, 3188-3213,2003.

[25] :D. WYART, “*Les polymères biodégradables*. ” Techniques de l'Ingénieur,” AM3579, 2007.

[26]:G. KALE, R. AURAS, and S. P. SINGH, “*Comparison of the degradability of polylactide packages in composting and ambient exposure conditions*,” Packaging Technology and Science, 20, 49–70, 2007.

[27] :El Hadji Babacar LY. Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose, thèse de doctorat, institut national polytechnique de Grenoble, 2008.

[28]:Ishii T, O-Acetylated oligosaccharides from pectins of potato tubé cell walls, Plant Physiology, 113, 1265-1272, 1997.

[29] :Brudieux V.Extraxtion, modification enzymatique et caractérisation chimique denouvelles structures pectique. Application de relation structure/activité à la dermocosmétique, Thèse de doctorat, Université de Limoge, pp1-220, 2007.

## Référence Bibliographique

---

[30] :Nadine Bourgeois, « Caractérisation et modélisation micromécanique du comportement et de l'endommagement d'un composite à matrice métallique : Al/SiCp », thèse de doctorat soutenue le 18 janvier 1993, Ecole Centrale de Paris.

[31] : Mahfoudh A., «Étude de la production et de la caractérisation de composites boisplastiques », Mémoire de Maître ès sciences, Département de Génie Chimique, Université Laval, Québec, 101p, 2013.

[32] :R.A.GARCIA, *Amélioration de la stabilité dimensionnelle des panneaux de fibre de bois MDF par traitement physicochimique*. Faculté de foresterie et de géomatique. UniversitéLAVAL QUEBEC, 2005.

[33]:J.F.KENNEDY, GO.PHILLIPS, D.J.WEDLOCK and P.A. WILLIAMS, *Cellulose and its derivatives*, NEW YORK ELLIS HORWOOD, 1985.

[34] :B.MONTTIES, *Les polymères végétaux, polymères pariétaux*. Edition GAUTHIERVILLARDS. PARIS, 66, 1980.

[35] :Gandini A. et Belgacem M. N. « La chimie des substances renouvelables». *L'actualité chimique*, pp 6-14, 2002.

[36] :[www.pluscomposites.eu](http://www.pluscomposites.eu)) *Les composites des matériaux d'avenir*, p.1-10

[37] :ElKossori, R. L., Villaume, C., El Boustani, E., Sauvaire, Y., and Méjean, L. Composition of pulp, skin and seeds of prickly pears fruit (*Opuntia ficus indica* sp.). *Plant Foods for Human Nutrition (Formerly Qualitas Plantarum)*, 52, 263-270. 1998.

[38]:Feugang, J. M., Konarski, P., Zou, D., Stintzing, F. C., and Zou, C. Nutritional and medicinal use of cactus pear (*Opuntia spp.*) cladodes and fruits. *Frontiers in Biosciences*, 11, 2574-2589. 2006.

[39] : Schweizer, M. Docteur Nopal, le médecin du Bon Dieu," *Aloe Plantes et Beauté*. 1997.

[40]:Stintzing, F. C., and Carle, R. Cactus stems (*Opuntia spp.*): A review on their chemistry, technology, and uses. *Molecular nutrition & food research*, 49, 175-194. 2005.

[41]:Reyes-Agüero, J., Aguirre R, J., and Valiente-Banuet, A Reproductive biology of *Opuntia*: A review. *Journal of arid environments*, 64, 549-585.2006.

[42] : Habibi, Y. Contribution à l'étude morphologique, ultrastructurale et chimique de la figue de barbarie. Les polysaccharides pariétaux: caractérisation et modification chimique, Thèse soutenue en vue d'obtention du grade de Docteur de l'université Josef Fourier et l'université Cadi Ayyad. 2004.

[43] : Kaanane, A. Techniques de valorisation industrielle les figues de barbarie. *Actes de la deuxième journée nationale sur la culture du cactus, El KELAA DES SRAGHNA*. 2000.

[44]: Piga, A. Cactus pear: a fruit of nutraceutical and functional importance. *Journal of the Professional Association for Cactus Development*, 6, 9-22. 2004.

[45]: Ennouri, M., Evelyne, B., Laurence, M., and Hamadi, A. Fatty acid composition and rheological behaviour of prickly pear seed oils. *Food Chemistry*, 93, 431-437. 2005.

[46] : Fadili, M. Étude des caractéristiques physico-chimiques des figues de barbarie de la variété Moussa et Clone Rehamna. *Actes de la deuxième journée nationale sur la culture du cactus, El KELAA DES SRAGHNA*. 2000

[47] : Julien Babionot. Elaboration de copolymers amphiphiles à base de poly (3-hydroxyalcanoate). Université Paris-Est, 2012. Français. <NAT: 2012 PEST1111>.

[48] : Bouhank S. «Effet d'absorption d'eau sur le comportement mécanique des composites PP/farine cellulosique », Mémoire de Master, Faculté de Technologie, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas Sétif, 63 p 2012.

[49] : Chow C.P.L ; Xing X.S. et R.K.Y. Li. «Moisture absorption studies of sisal fibre reinforced polypropylene composites», *Composites Science and Technology*. 67, pp 306-313. 2007

[50] : Nardin M. « Interfaces fibre-matrice dans les matériaux composites », *Revue des composites et des matériaux avancés*, Lavoisier, 16, 2006, pp 49-62.

[51]: Paul S. A; Boudenne A; Ibos L; Candau Y; Joseph K; et Thomas S. « Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite materials », *Compos. Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39, 2008, pp. 1582–1588.

## **Chapitre II**

[52] : Gutierrez J, Le Lay F. Etude du vieillissement de composite verre résine en milieu marin. Colloque "La construction navale en composites", 15, Paris, 7-9 décembre 1992.

[53]: De Rosa IM; Kenny J.M; Puglia D; Santulli C; Sarasini F. Morphological, thermal and mechanical characterization of okra fibres as potential reinforcement in polymer composites. *Composites science and Technology*, 70, 2010, 116-122.

### **Chapitre III**

**[54]** :De Rosa IM ; Kenny J.M; PugliaD ; Santulli C ; Sarasini F. Morphological, thermal and mechanical characterization of okra fibres as potential reinforcement in polymer composites. *Composites science and Technologie*, 70, 2010, 116-122.

**[55]**:Terpáková E; Kidalová L; Eštoková A; Čigášová J; Šteulová N. Chemical modification of hemp shives and their characterization. 42, 2012, 931-941.

**[56]**:Sgriccia N; Hawley M.G; Misra M. Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites. *Applied science and Manufacturing*, 39, 2008, 1632-1637.

**[57]**:Oszmianski J. and Wojdylo A. Effects of various clarification treatments on phenolic compounds and color of apple juice. *European Food Research and Technology*. (224) 755-762, 2007.

**[58]**: Ragoubi M, George B, Molina S, Bienaimé D, Merlin A, Hiver JM , Dahoun A. Effect of corona discharge treatment on mechanical and thermal properties of composites based on miscanthus fibres and polylactic acid or polypropylene matrix, *Composites: Part A* 2012; 43:675–685.

**[59]**:Mohanty AK; Misra M; Drzal LT; Selke SE; Hinrichsen G. *Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites*. 1st ed. Michigan, Taylor and Francis Group. 2005.

**[60]**:Heritage k. j, Mann.j, Roldan.G. *Journal of Polymer Science, Part A*, Vol 1, 671-685, 1963.

**[61]** :Chibani.N, Récupération, recyclage, réutilisation des déchets lignocellulosique dans les composites, thèse de doctorat, université de Bejaia, 2015

### *Résumé*

L'utilisation croissante des matériaux composites engendre des problèmes de gestion des déchets qui en résultent. On s'oriente alors de plus en plus vers la mise en œuvre de produits biodégradables, soit en ayant recours à des polymères biodégradables, soit en incorporant des fibres biodégradables dans des matériaux polymériques.

Dans ce travail, le poly acide lactique a été mélangé avec la farine de graine de la figue de barbarie afin d'améliorer les propriétés mécaniques et thermique du composite. Le composite a été soumis à diverses méthodes de caractérisation (DRX, ATG, DTG, traction et l'absorption d'eau).

Les résultats obtenus confirment la capacité du renfort à améliorer les propriétés mécaniques, thermiques et environnementale de la matrice.

**Mots clés:** polylactide, graine de la figue de barbarie, matériau composite.

### *Abstract*

The increasing use of composite materials generates problems of management of waste which results from it. One directs oneself then more and more towards the implementation of biodegradable products, either by having recourse to biodegradable polymers, or by incorporating biodegradable fibers in polymeric materials.

In this work, the poly lactic acid was mixed with the prickly pear seed flour in order to improve the mechanical and thermal properties of the composite. The composite was subjected to various characterization methods (DRX, ATG, DTG, traction and water absorption).

The results obtained confirm the ability of the reinforcement to improve the mechanical, thermal and environmental properties of the matrix.

**Key words:** polylactide, prickly pear seed, composite material.