

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



Université A. MIRA-BEJAIA
Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés



Mémoire de fin de cycle
En vue de l'obtention du diplôme Master
Filière : Génie des Procédés
Option : Génie des Procédés des Matériaux

Thème

Elaboration et caractérisation de nouveaux matériaux biocomposites à base de Poly (3-Hydroxybutyrate-co-3-Hydroxyvalerate) (PHBV) et fibres végétales

Présenté par :

Mlle OUYESSAD Letyia et Mlle BENKHELIFA Kahina

Soutenu le 02/07/2024

Devant le jury composé de :

/	Nom et prénom	Grade	Université
Président			
Encadreur	ZEMBOUAI Idris	MCA	Université de Bejaia
Examineur			

Année universitaire : 2023/2024

Remerciements

S'il faut beaucoup de motivation, de rigueur et d'enthousiasme pour mener à bien ce mémoire, alors ce travail a eu besoin de la contribution de plusieurs personnes, qu'on tient à remercier !

Mais avant tout, on tient à remercier DIEU le tout puissant de nous avoir donné la santé et la volonté durant ces longues années d'étude.

Un grand merci à notre encadrant, Monsieur ZEMBOUAI Idris pour ses orientations, son aide et sa bienveillance.

On remercie vivement les membres du jury d'avoir accepté d'évaluer ce travail.

On adresse également notre profonde reconnaissance à nos chers parents.

Enfin, Merci à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'achèvement de ce travail.

Letycia et Kahina

Dédicaces

Je dédie mon travail à :

Mes chers parents qui m'ont appris l'importance des études. Aucun mot ne saurait exprimer mon respect et ma considération pour leur amour. Merci pour votre confiance.

Puisse dieu vous garder et vous rendre fier de moi.

A mes frères et sœurs Khaled, Hocine, Khalida et Lydia pour leurs conseils, soutiens et amour inconditionnel.

Je vous adore.

A ma meilleure amie Asma pour son esprit chaleureux et son écoute.

A mon cher fiancé Brahim pour le bonheur qu'il m'apporte et son amour.

A mon cher binôme Kahina pour son assiduité et sa gentillesse.

A moi sans qui rien n'aurait pu se réaliser.

A tous ceux qui m'ont soutenue de près ou de loin.

Letycia

Dédicaces

Je dédie mon travail a :

Ma chère mère

Et mon cher père

*Qui n'ont jamais cessé de formulé des prières à mon égard de me
Soutenir et de m'épauler pour que je puisse atteindre mes objectifs*

A mes deux frères Salim et Billel

A ma sœur maya

Pour leurs soutiens et leurs conseils précieux tout au long de mes études

A mon cher binôme Letycia

Pour son entente et sa sympathie

*A tous mes amis et à tous ceux que j'aime, à toutes les personnes qui
M'ont prodigué des encouragements et ce sont donné la peine de me*

Soutenir durant cette année

A mes professeurs pour leur enseignement précieux et leurs conseils

Avisés

Ce travail est le fruit de vos efforts combinés

Et je vous en suis profondément reconnaissante

Kahina

Liste des abréviations

T_f : Température de fusion

T_g : Température de transition vitreuse

°C : Degrés Celsius

PHA : polyhydroxyalcanotes

PHBV: poly [3 hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate]

PLA : poly (acide lactique)

PEHD : polyéthylène haute densité

MEB : microscopie électronique à balayage

OFI : Opuntia ficus indica (cactus)

FTIR : spectroscopie infrarouge a transformée de Fourier

TGA : analyse thermogravimétrique

DRX : Diffractométrie de rayon X

ATG : analyse thermogravimétrique

DL : l'allongement

ATR : Réflexion totale atténuée (ATR)

EBA-g-MA : acrylate de butyle Glycidyl Méthacrylate d'éthylène

PHBV-g-MA : poly[3-hydroxybutyrate Co-3-hydroxyvalérate] greffé anhydride maléique

FC : fibre cactus

FS : fibre sisal

FJ: fibre jute

Sommaire

Sommaire	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction	1
Chapitre I : Étude bibliographique	
I.1- Matériaux composites	3
I.1.1- Définition des matériaux composites	3
I.1.2- Caractéristiques d'un matériau composite	4
I.1.3- Propriétés des matériaux composites	5
I.1.4- Classification d'un matériau composite	6
I.1.5- Domaines d'utilisations des matériaux composites	7
I.1.6- Avantages des matériaux composites.....	8
I.2- Composants d'un matériau composite	9
I.2.1- Polymères biodégradables.....	12
I.2.2- Poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) PHBV	15
I.2.3- Fibres végétales	19
I.2.3.1- Structure des fibres végétales	19
I.2.3.2- Composition chimique des fibres végétales.....	20
I.2.3.3- Propriétés mécanique des fibres végétales.....	24
I.2.3.4- Stabilité thermiques des fibres végétales	25
I.2.3.5- Biodégradation des fibres végétales.....	26

I.2.3.6- Hygroscopie des fibres végétales.....	26
I.2.3.7- Méthode d'extractions des fibres végétales.....	26
I.2.3.8- Modification des fibres végétales.....	28
I.3- Plante de jute.....	30
I.4- Plante de sisal.....	33
I.5- Plante d'Opuntica ficus Indica (Cactus).....	35
I.5.1- Composition chimique des fibres de cactus.....	38
I.6- Rappels bibliographiques.....	39

Chapitre II : Matériaux et méthodes expérimentales

II.1- Matériaux utilisés	42
II.1.1- Poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) (PHBV)	42
II.1.2- Agents de couplage.....	42
II.1.3- Fibres de cactus	43
II.1.3.1- Extraction de la fibre de cactus	44
II.1.4- Fibres de sisal	45
II.1.4.1- Compositions chimiques de la fibre de sisal	45
II.1.5- Fibres de jute	45
II.1.5.1- Compositions chimiques de la fibre de jute	46
II.2- Élaboration des bio-composites	47
II.3- Techniques de caractérisation	49
II.3.1- Diffraction des rayons X (DRX)	49
II.3.2- Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) en mode ATR.....	50
II.3.3- Analyse thermogravimétrique (ATG)	51
II.3.4- Densité	51

II.3.5- Taux d'humidité.....	52
II.3.6- Absorption d'eau.....	53
II.3.7- Dureté (Shore D).....	53
II.3.8- Tests de choc type (Charpy).....	54
II.3.9- Test mécanique de traction	55

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1- Caractérisation des fibres végétales (fibres de jute, fibres de sisal et fibres de cactus).....	57
III.1.1- Diffraction des rayons X (DRX).....	59
III.1.2- Analyse thermique par ATG/DTG	60
III.1.3- Taux d'humidité	60
III.1.4- Densité	61
III.2- Caractérisation des bio-composites PHBV/fibres végétale et l'ajout du comptabilisant PHBV-g-MA et EBA-g-MA.....	62
III.2.1- Analyse par FTIR-ATR.....	62
III.2.2- Diffraction des rayons X (DRX)	63
III.2.3- Taux d'absorption d'eau.....	65
III.2.4- Taux d'humidité	67
III.2.5- Tests au choc (Charpy)	68
III.2.6- Dureté (Shore D)	70
III.2.7- Tests mécaniques en traction.....	72
Conclusion et perspectives	73
Références Bibliographiques.....	75

Liste des figures

Figure I.1 : Classification des types de renfort utilisés dans les matériaux composites.....	3
Figure I.2 : Principaux types de fibres végétales.....	4
Figure I.3 : Quelques application commerciales de bio-composites à base de fibres naturelles.....	8
Figure I.4: Comparaison des fibres naturelles et des fibres de verre.....	9
Figure I.5 : Composants d'un matériau composite	10
Figure I.6 : Classification des types de matrices.....	11
Figure I.7 : Cycle de vie de PHA.....	13
Figure I.8 : Classification des polymères biodégradables.....	14
Figure I.9 : Structure chimique Du PHBV	15
Figure I.10 : La biosynthèse du PHBV et du PHB	17
Figure I.11 : Granulés de PHA au sein d'une bactérie observée au microscope électronique à transmission.....	17
Figure I.12 : Différente Types de renforts	19
Figure I.13 : Composition chimique des fibres végétales.....	20
Figure I.14 : Structure chimique de la cellulose.....	21
Figure I.15 : Structure chimique de l'hémicellulose.....	22
Figure I.16 : Structure chimique de la lignine.....	23
Figure I.17 : Structure de la pectine.....	24
Figure I.18 : Différentes technique d'extraction des fibres.....	27
Figure I.19 : Micrographies MEB de (a) fibres de chanvre non traitées et (b) fibres traitées à la soude.....	29
Figure I.20 : Fibres de jute. (a) la plante (b) la fibre (c) le fil et (d) le tissu.....	31
Figure I.21. Morphologie de la fibre de jute.....	33
Figure I.22 : Plante de sisal.....	34

Figure I.23: Procédé d'extraction mécanique des fibres de sisal : a) décortiqueuse mécanique, b) fibres de sisal extraites.....	35
Figure I.24: Distribution géographique de la fibre de Cactus dans le monde.....	36
Figure I. 25: Plante de cactus.....	37
Figure I.26 : Image de fibres de cactus (b).....	38
Figure II.1 : La plante de cactus.....	42
Figure II.2 : Procédé d'extraction des fibres cactus	44
Figure II.3 : Fibre de sisal	44
Figure II.4 : Fibre de jute	45
Figure II.5 : Mélangeur interne (type bra-bender).....	47
Figure II.6 :a) presse hydraulique de marque (CARVER), b) le moule des éprouvettes, c) les éprouvettes.	48
Figure II.7 : Appareil diffractomètre à rayon X type EMPYREAN panalytical.....	49
Figure II.8 : Spectromètre IRTF mode ATR	50
Figure II.9 : Étapes de mesure de la densité	51
Figure II.10 : Duromètre Shore D	53
Figure II.11 : Machine de choc et barreau de test	53
Figure II.12 : Machine de traction	54
Figure II.13 : a) éprouvette avant le test mécanique en traction, b) éprouvette après le test mécanique de traction	55
Figure III.1 : Spectres de diffraction des fibres jute, sisal et cactus	57
Figure III.2 : Indices de cristallinité des fibres de jute, fibre de sisal et fibre de cactus.....	57
Figure III.3 : Thermogrammes ATG des fibres de jute, sisal et cactus.....	58
Figure III.4 : Thermogrammes DTG des fibres de jute, sisal et cactus.....	59
Figure III.5 : Taux d'humidité de la fibre jute, sisal et cactus.....	60

Figure III.6 : Spectres IRTF-ATR des bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC	62
Figure III.7 : Spectres de diffraction X du PHBV et des bio-composites PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA.....	63
Figure III.8 : Indice de cristallinité du PHBV et des bio-composites PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA.....	64
Figure III.9 : Absorption d'eau du PHBV et les bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC....	65
Figure III.10 : Absorption d'eau du PHBV et les bio-composites PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA.....	65
Figure III.11 : Taux d'humidité du PHBV et les bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC...	66
Figure III.12 : Taux d'humidité du PHBV et les bio-composites PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA.....	67
Figure III.13 : Variations de la résistance Charpy de PHBV et des bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC	68
Figure III.14 : Variations de la résistance Charpy de PHBV et des bio-composites PHBV/FJ/PHBV-g- MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA.....	69
Figure III.15 : Dureté Shore D du PHBV et les bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC....	70
Figure III.16 : Dureté Shore D du PHBV et des bio-composites PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA.....	70

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Principaux propriétés des thermodurcissables	11
Tableau I.2 : Principaux propriétés des thermoplastiques.....	12
Tableau I.3 : Caractéristiques mécaniques des PHA.....	16
Tableau I.4 : Compositions chimiques de quelques fibres végétales	20
Tableau I.5 : Propriétés mécaniques et masses volumiques de quelques fibres végétales et synthétiques.....	25
Tableau I.6 : Compositions chimiques des fibres de jute.....	38
Tableau II.1 : Principaux propriétés physico-chimiques du PHBV	41
Tableau II.2 : Compositions chimiques des fibres de sisal	45
Tableau II.3 : Compositions chimiques des fibres de jute	46
Tableau II.4 : Codes des différentes formulations.....	46
Tableau III.1 : Résultats de mesure de la densité des fibres jute, sisal et cactus.....	60
Tableau III.2 : Résultats des tests mécaniques en traction de PHBV et des bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC.....	71
Tableau III.3 : Résultats des tests mécaniques en traction de PHBV et les bio-composites PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA.....	72

INTRODUCTION

L'importance des matériaux composites dans l'industrie augmente de jour en jour. Les matériaux composites résultent d'un assemblage de deux matériaux non miscibles pour apporter des propriétés spécifiques. Les composants des matériaux composites comportent deux phases nommées renfort et matrice. Le renfort assure la résistance aux sollicitations mécaniques, tandis que la matrice permet de transférer les sollicitations mécaniques au renfort. Les matériaux composites conventionnels sont basés sur des matériaux issus de ressources fossiles non renouvelables. Les nouvelles réglementations industrielles à appliquer, dans le cadre de la stratégie du développement durable, favorisent l'exploitation des ressources renouvelables pour la production des biomatériaux.

Les biopolymères représentent une solution attractive pour le développement des matériaux renouvelables. Le poly (hydroxybutyrate-co-hydroxyvalerate) (PHBV) fait l'objet d'un grand intérêt de la part des chercheurs et des industriels pour plusieurs raisons, telles que son origine naturelle, sa biocompatibilité, sa biodégradabilité et sa thermo plasticité. Toutefois, le PHBV demeure peu concurrentiel face aux thermoplastiques classiques en raison de son coût de revient assez élevé, sa fragilité, la température de déformation est trop faibles pour des applications à grande échelle [2].

Dans la littérature, de nombreuses méthodes ont été développées pour améliorer les propriétés de PHBV, telle que l'incorporation des charges. Les fibres végétales, telles les fibres de jute, de sisal et de cactus possèdent des propriétés mécaniques spécifiques très intéressantes. Elles peuvent être cultivées de manière durable, réduisant ainsi l'empreinte carbone des matériaux composites. En outre, la plante de Cactus est une bio-ressource très disponible en Algérie, mais de nos jours restent peu exploitées. Toutefois, l'amélioration de la qualité de d'adhésion à l'interface fibres végétales / matrice polymère est un enjeu de taille car elle constitue une condition permettant de satisfaire les performances requises.

C'est dans ce cadre que s'inscrit notre projet d'étude, qui vise à incorporer des fibres végétales (Cactus, sisal et jute) comme renforts dans une matrice PHBV.

Le présent manuscrit est constitué de trois chapitres, répartis comme suit :

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique qui présente des généralités sur les composites à matrice polymérique et les renforts en fibres végétales, ainsi

que les aspects théoriques nécessaires à une compréhension approfondie de ces matériaux biocomposites. Nous mettrons particulièrement l'accent sur le poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) (PHBV) et les fibres de jute, de sisal et de cactus.

Dans le deuxième chapitre nous présenterons les matériaux utilisés, ainsi que les différentes méthodes expérimentales utilisées.

Le dernier chapitre présente les principaux résultats obtenus au cours de cette étude et leurs discussions.

Enfin, on termine ce manuscrit par une conclusion et quelques perspectives.

Chapitre I

Étude bibliographique

I.1- Composites à fibres végétales

I.1.1- Définition d'un matériau composite

Un matériau composite est défini comme étant l'assemblage de deux matériaux non miscibles, la matrice et le renfort. Le renfort est l'armature reprenant l'essentiel des efforts mécaniques. En général, il possède des caractéristiques plus élevées que celles de la matrice.

Les renforts peuvent être classés selon leurs formes (fibres ou particules), leur nature (verre, carbone, métal, naturelles), et selon leur arrangement (mat ou tissus, etc). Dans l'industrie, les fibres continues sont les renforts les plus utilisés. La figure I.1 présente les principaux types des renforts fibreux utilisés dans les composites.

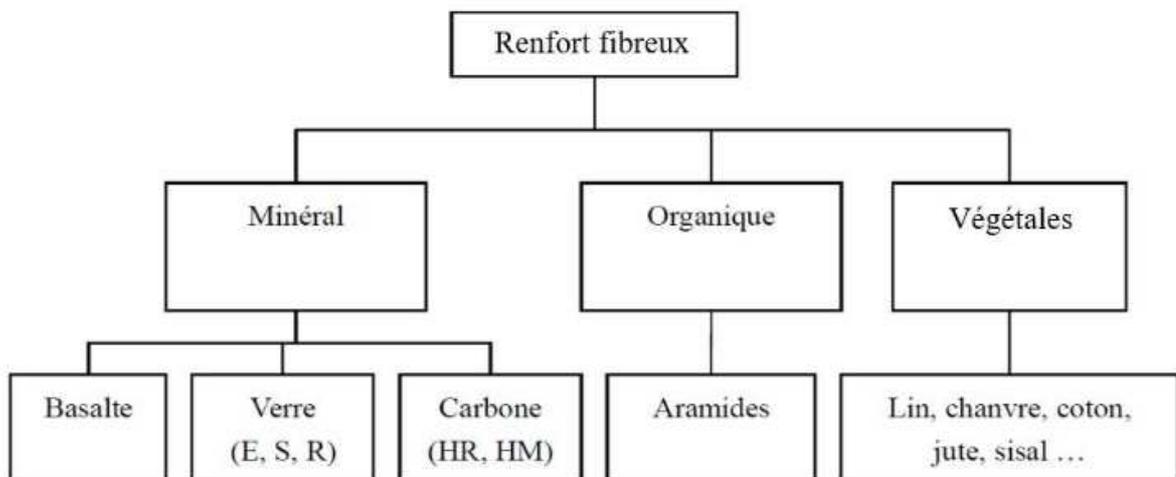


Figure I.1. Principaux types de renforts utilisés pour les matériaux composites

La matrice a pour rôle de transmettre les efforts mécaniques aux renforts, leur maintien dans une orientation donnée et aussi leur protection vis-à-vis des diverses conditions environnementales. Les matrices organiques sont les plus utilisées dans l'industrie. Les résines les plus répandues sont les thermodurcissables et les thermoplastiques. Les premières, se polymérisent et se transforment en matrice infusible empêchant leur recyclage. Les thermoplastiques, par contre, se ramollissent d'une façon répétée sous l'action de la chaleur.

Les thermodurcissables possèdent en général des propriétés mécaniques plus élevées que celles des thermoplastiques [1-3].

Pour des raisons de performances et de coût, les fibres de verre sont les plus utilisées dans les composites de grande diffusion. De nombreux travaux ont montré que ces fibres possèdent des bonnes propriétés mécaniques. Notons que les fibres de carbone, possèdent des propriétés plus élevées que celles des fibres de verre et sont plus utilisées dans les composites à hautes performances [4].

Au cours de ces dernières années, les fibres végétales prennent un intérêt scientifique important en raison de leur abondance et de leurs avantages écologiques. La figure I.2 présente les principaux types de fibres végétales. Les fibres végétales sont les plus utilisées pour la production des matériaux composites [5].

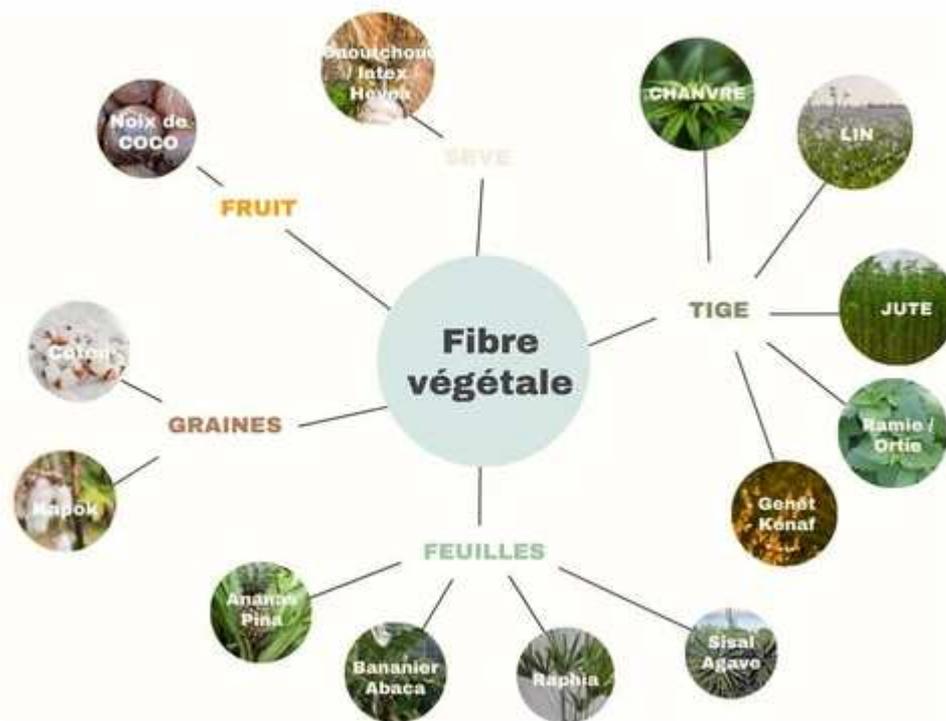


Figure I.2. Principaux types de fibres végétales

I.1.2- Caractéristiques des matériaux composites

Les performances des matériaux composites dépendent de nombreux facteurs et varient selon le type de matériaux composites [4] :

- Propriétés des matériaux constitutifs.
- Répartition géométrique des fibres.

- Interaction fibre-matrice.
- Matrix-renforce les propriétés de l'interface.
- La nature des ingrédients et leurs caractéristiques.
- Géométrie des barres d'acier et leur répartition.

I.1.3-Propriétés des matériaux composites

Les composites présentent diverses propriétés, selon leur composition, leur structure et leur méthode de fabrication, voici quelques propriétés courantes des matériaux composites [5] :

a) Propriétés chimiques

1. **Résistance à l'action chimique** : Certains composites présentent une résistance notable face à l'interaction avec des produits chimiques, ce qui les rend adaptés à des environnements où la corrosion est un problème potentiel. Cette résistance dépend notamment de la composition et de l'architecture du composite.
2. **Inertie chimique** : Certains composites sont considérés comme chimiquement inertes, ce qui signifie qu'ils ne réagissent que très peu, voire pas du tout, avec un large éventail de produits chimiques. Cette inertie est souvent recherchée dans des applications où la réactivité chimique doit être minimisée.
3. **Compatibilité chimique** : Dans les composites à base de polymères, une bonne compatibilité chimique entre la matrice et le renfort est essentielle pour assurer une adhérence solide et des performances durables. Des techniques d'interfaçage peuvent être utilisées pour améliorer cette compatibilité.

b) Propriétés mécaniques

1. **Résistance à la traction** : la capacité d'un matériau à résister à une force qui tend à l'étirer ou à l'allonger.
2. **Rigidité et module d'élasticité**: La rigidité, également représentée par le module d'élasticité, indique la capacité d'un matériau à résister à la déformation sous charge.
3. **Flexibilité et ténacité**: Malgré leur réputation de rigidité, les composites peuvent également présenter des niveaux adéquats de flexibilité et de ténacité.

I.1.4 -Classification des matériaux composites

Par conséquent, afin d'obtenir une description d'un matériau composite, il faudra indiquer :

- La nature des composants et leurs caractéristiques ;
- La structure du renfort et sa répartition ;
- Le type d'interface entre la matrice et le renfort.

Les caractéristiques géométriques du renfort seront : sa forme, sa taille, la concentration du renfort, sa disposition.

Si tous ces paramètres contribuent à définir les caractéristiques du composite, les modélisations descriptives ne prendront en compte que certains paramètres en raison de la complexité des phénomènes impliqués.

À titre d'exemple, on peut approcher la forme du renfort soit par des sphères, soit par des cylindres.

On mesure généralement la concentration du renfort en utilisant la fraction volumique ou la fraction massique. La concentration du renfort joue un rôle essentiel dans les performances.

1- Classifications suivant la forme des constituants

Selon la structure des composants, les composites sont divisés en deux catégories principales :

En fonction de la géométrie des constituants (géométrie des renforts), nous pouvons diviser les matériaux composites en deux grandes classes : les matériaux composites à fibres et les matériaux composites à particules.

- Composites à fibres : constitués de fibres continues ou discontinues (fibres coupées ou courtes). Leur orientation permet de moduler les propriétés mécaniques du matériau et d'obtenir des matériaux isotropes ou anisotropes.
- Composites à particules : les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux.

2- Classifications suivant la nature des constituants

Selon la nature des constituants (nature de la matrice), les composés peuvent être divisés en trois grandes classes :

- Les composites à matrices organiques (CMO) qui constituent les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle (90% des volumes).
- Les composites à matrices céramiques (CMC) réservés aux applications de très haut et technicité et travaillant à haute température comme le spatial, le nucléaire et le militaire, ainsi que le freinage (freins carbone).
- Les composites à matrices métalliques (CMM) qui sont utilisés jusqu'à 600°C. Les matériaux composites disposent d'atouts par rapport à des produits concurrents. Ils apportent de nombreux avantages : grande résistance à la fatigue, faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur et de la corrosion, insensibles aux produits chimiques comme les graisses, huiles, liquides hydrauliques, peintures, solvants, pétrole.

I.1.5- Domaines d'utilisation des matériaux biocomposites à fibres végétales

Les matériaux biocomposites à base de fibres végétales sont utilisés dans une grande variété de domaines, offrant des avantages uniques grâce à leurs propriétés spécifiques. Les composites à base de fibres végétales, dépendamment de la région, sont utilisés dans plusieurs applications. Ces dernières années, la demande en matériaux composites renforcés de fibres naturelles a augmenté en Amérique du Nord, en Asie et en Europe. L'industrie automobile est le principal client pour ces biocomposites (pour principalement réduire le poids total des véhicules). Le marché des composites à base de fibres naturelles devrait croître de 11.68 % de 2022 à 2029. Tous les principaux constructeurs automobiles tels que Mercedes-Benz, BMW, Peugeot et Audi utilisent des biocomposites à base de fibres naturelles dans leurs produits. La figure I.1 présente quelques applications commerciales de biocomposites à base de fibres naturelles [6] :



Figure I.3: Quelques applications commerciales de biocomposites à base de fibres naturelles

I.1.6- Avantages des matériaux composites à fibres végétales

L'intérêt croissant pour les fibres naturelles est principalement dû à leur faible densité, qui est généralement 1,25-1,50 g / cm³ par rapport à celle des fibres de verre qui est de 2,6 g / cm³, permettant aux fibres naturelles de fournir une résistance spécifique et une rigidité supérieures dans les matériaux plastiques. L'autre moteur clé de la substitution des fibres

naturelles est lié au prix faible des fibres naturelles (200-600 US \$ / tonne) par rapport au verre (1200-1800 US \$ / tonne). Les fibres végétales offrent également plusieurs avantages car elles sont recyclables, biodégradables, abondantes, présentent de bonnes propriétés mécaniques, fournissent de meilleures conditions de travail et sont moins abrasives à l'équipement par rapport aux fibres synthétiques, ce qui peut contribuer à des réductions de coûts significatives. Toutes ces caractéristiques rendent leur utilisation très attrayante pour la fabrication des composites à matrice polymère.

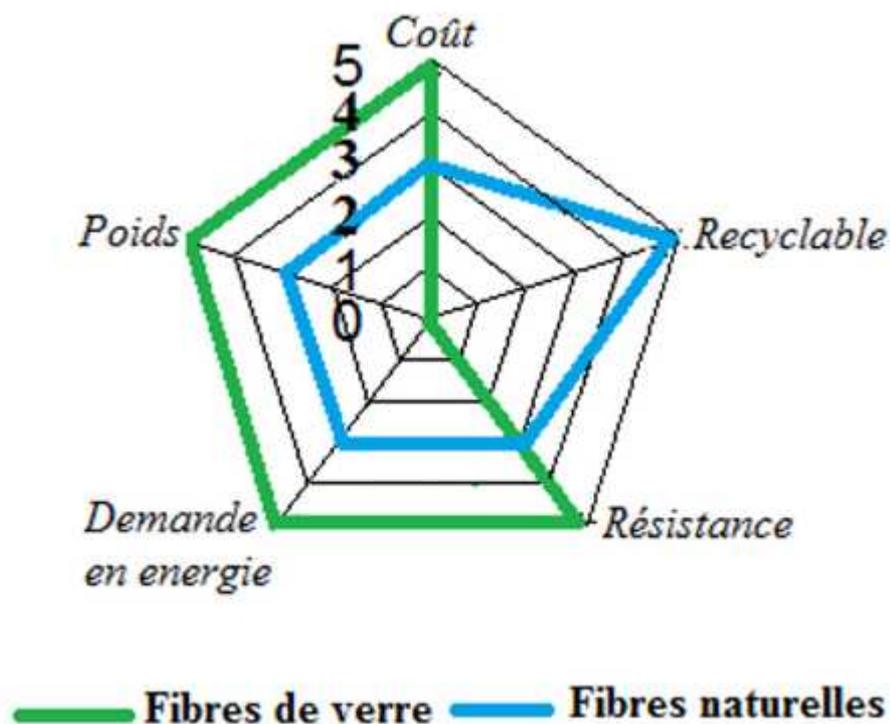


Figure I.4. Comparaison des fibres naturelles et des fibres de verre.

Cependant, les fibres végétales présentent également quelques inconvénients et nécessitent des traitements spécifiques par rapport :

- A la bonne adhésion fibre/matrice
- A l'homogénéité des propriétés des fibres
- A l'hydrophilie

I.2- Composants d'un matériau composite

Un matériau composite se compose de deux phases distinctes, le renfort et la matrice, entre lesquelles une interface se forme [7].

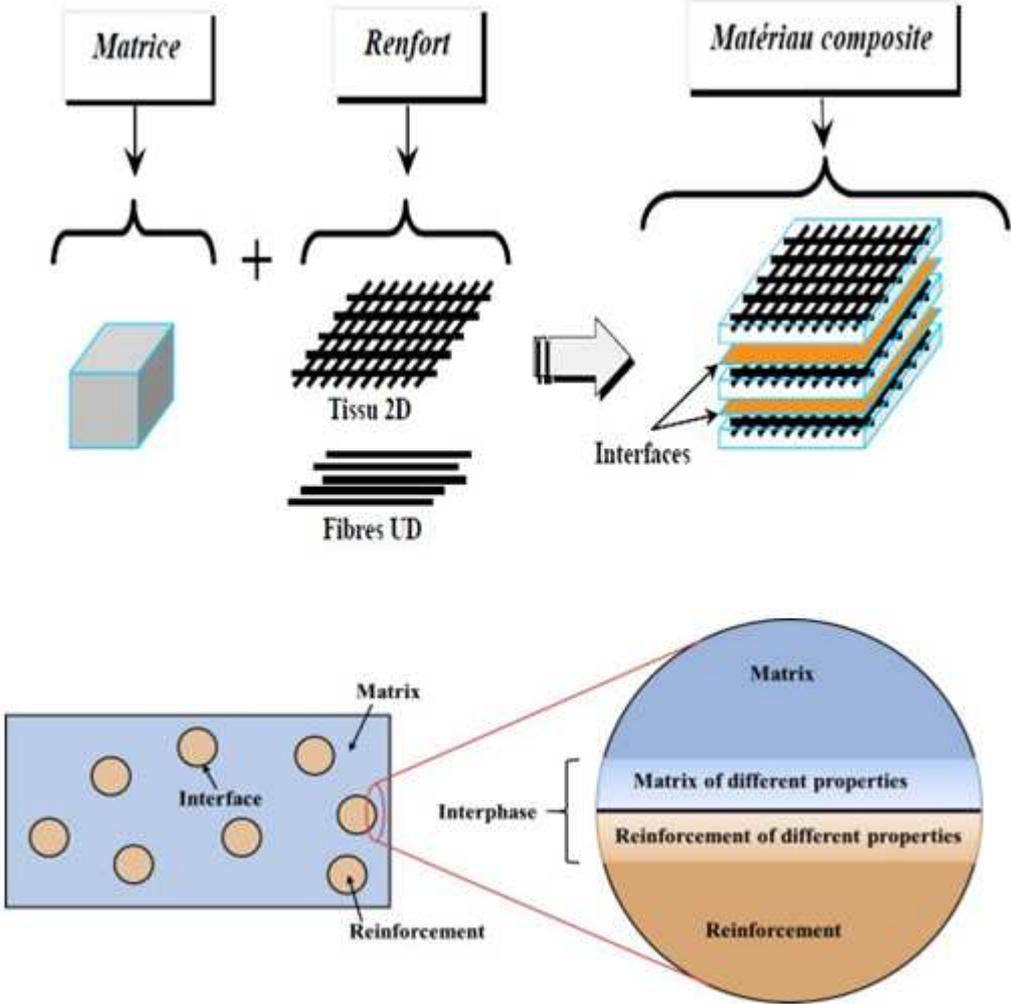


Figure I.5 : Composants d'un matériau composite

Les renforts représentent l'un des deux éléments fondamentaux des matériaux composites, aux côtés de la matrice. Cette dernière est formée par la résine polymérisée, chargée de maintenir les renforts en place tout en assurant leur cohésion et leur protection. De plus, elle facilite le transfert des contraintes mécaniques vers les renforts. Généralement, la matrice est homogène et isotrope. On distingue différents types de matrices, notamment les matrices céramiques, métalliques, minérales et organiques [8].

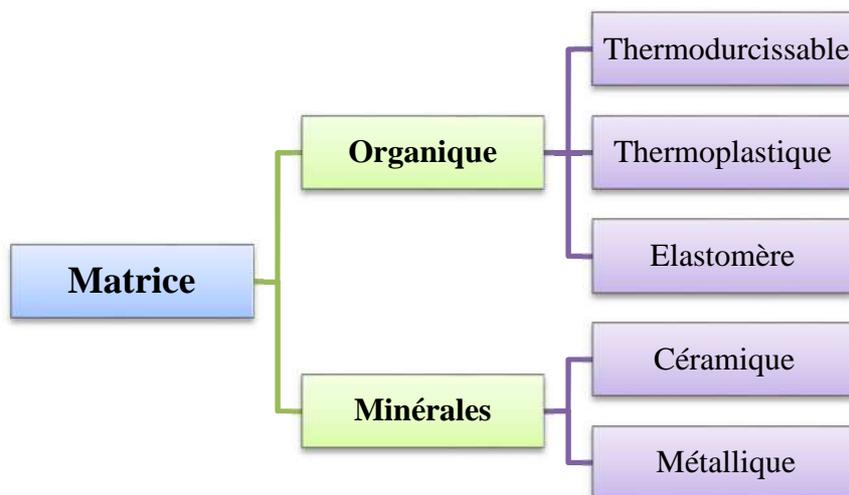


Figure I.6 : Classification des types de matrices.

a- Matrice thermodurcissables

Les thermodurcissables sont des réseaux tridimensionnels qui se solidifient ou se durcissent de manière irréversible grâce à des réactions chimiques entre la résine et le durcisseur lorsqu'ils sont chauffés. Ce processus permet la formation de liaisons covalentes entre différentes chaînes moléculaires.

Les matériaux composites utilisent fréquemment des matériaux thermodurcissables en raison de leur faible viscosité avant de se durcir, comme la résine époxyde et les polyesters non saturés, etc. [9].

Parmi les résines thermodurcissables les plus utilisées ainsi que leurs propriétés sont donnés dans le (tableau I.1):

Tableau I.1 : Principaux propriétés des thermodurcissables [10].

Résine	Densité	E(GPa)	σ_r (MPa)	T_{max} (°C)
Époxyde	1,2	4,5	130	90-200
Phénol Formaldéhyde	1,1-1,3	3-4	35-60	80-300
Polyester insaturé	1,2	4	80	60-200
Polyuréthane	1,1	0,7-7	30	100

E : module d'Young ; σ_r : Contrainte à la rupture ; T_{max} (°C) : température maximale d'utilisation.

b- Matrice thermoplastiques

Les polymères les plus couramment utilisés sont les thermoplastiques, qui se présentent sous la forme de chaînes linéaires reliées entre elles par des liaisons faibles (Van der Waals ou hydrogène). Ces matrices, qui possèdent de bonnes caractéristiques mécaniques, peuvent être rompues par la chaleur ou les contraintes intenses. L'utilisation de fibres de renforcement leur confère une meilleure résistance thermique et mécanique, ainsi qu'une stabilité dimensionnelle optimale. Toutes les matrices thermoplastiques principales utilisées sont capables de résister à une température supérieure à 100 °C et sont données sur le (tableau I.2) suivant [11,12] :

Tableau I.2: Principaux propriétés des thermoplastiques.

Polymère	T_g (°C)	T_f (°C)	Densité	σ_r (MPa)	E(GPa)
PP	5	165	0,92	30	1,2
PLA	50-60	150	1,25	40-60	3-4
PVC	75-105	160-220	1,39	58	2,9
PHBV	5	165-175	1,25	39	1,9

Alors que les matrices traditionnelles, mentionnées précédemment, continuent de jouer un rôle crucial dans la fabrication de composites, l'intérêt croissant pour la durabilité et la réduction de l'empreinte écologique a conduit à une attention accrue envers les matrices bio-polymères.

I.2.1.2- Polymères biodégradables

A- Définition

Les polymères biodégradables désignent des matériaux capables de se décomposer en dioxyde de carbone, méthane, eau, composés non organiques ou biomasse, le tout sous l'influence des micro-organismes utilisant leurs enzymes. On peut définir la biodégradabilité d'un matériau comme la capacité inhérente du matériau à être dégradé par une attaque microbienne, ce qui entraîne une dégradation graduelle de sa structure, puis une transformation en CO₂, H₂O et/ou CH₄, ainsi qu'une nouvelle biomasse.

On peut utiliser différentes sources pour fabriquer de tels matériaux. La source peut provenir de plantes ou d'animaux. Le concept de polymère biodégradable concerne à la fois les polymères extraits directement de la biomasse (amidon, chitine, PHA) et ceux obtenus par polymérisation d'un monomère [13].

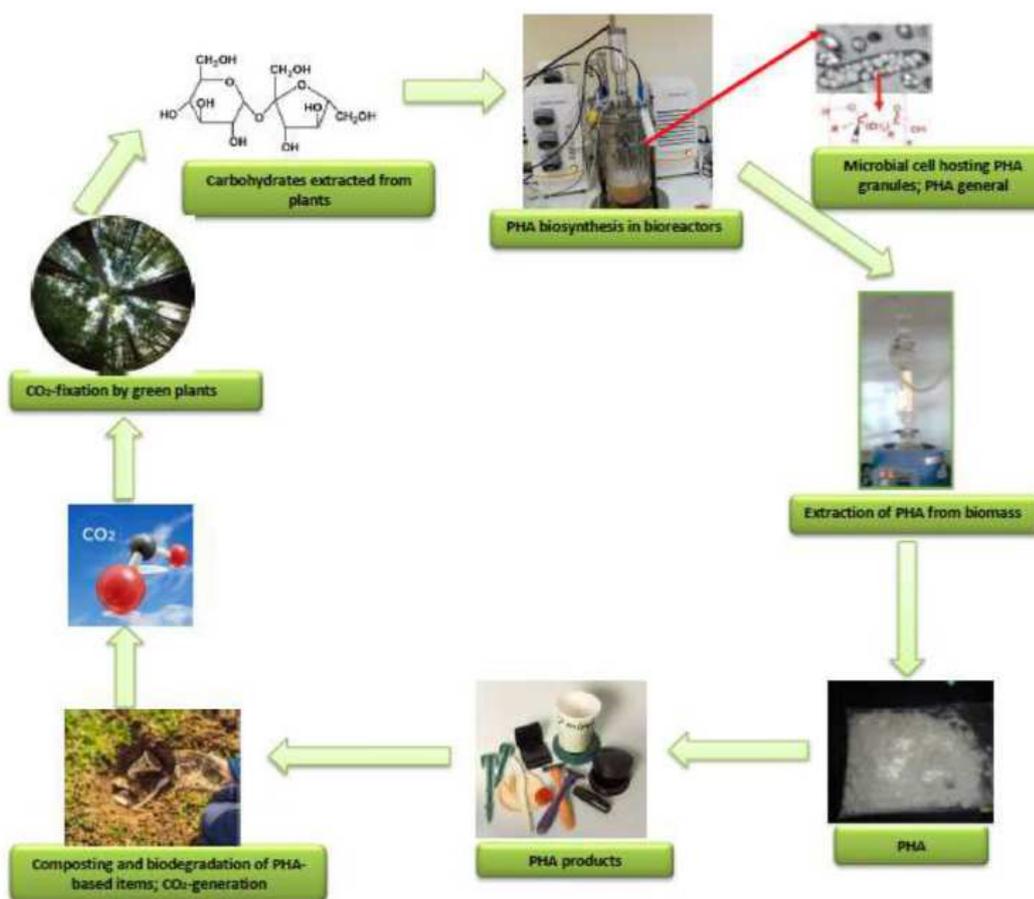


Figure I.7 : Cycle de vie de PHA

B- Classifications des polymères biodégradables

Le développement des polymères biodégradables dans différents secteurs sont dus à leur biodégradabilité, biocompatibilité et au non toxicité des produits de dégradation. Toutefois, certains de ces matériaux biodégradables présentent des comportements qui limitent leur utilisation, notamment leur fragilité, leur instabilité thermique [14].

Selon l'origine des matières premières et des voies de synthèse, on distingue deux possibilités de production des matériaux biodégradables : la voie des polymères biodégradables issus de l'industrie pétrochimique et celle des polymères biodégradables issus de ressources renouvelables [15].

La figure I.8 ci-dessous illustre la classification des polymères biodégradables, mettant en évidence leurs différentes sources et types.

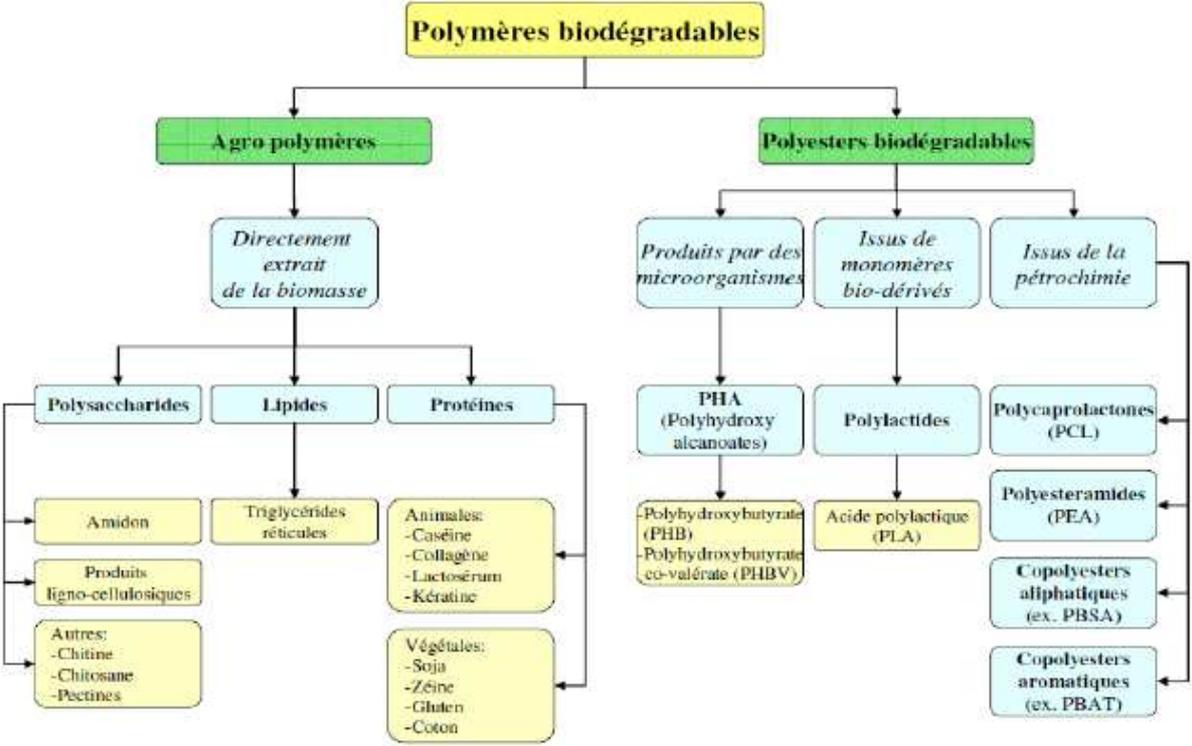


Figure I.8 : Classification des polymères biodégradables.

Production commerciale et propriétés des PHA

Désormais disponible à l'échelle commerciale, le PHA est fabriqué par différentes compagnie sous différentes grade. De nombreux projets d'augmentation des capacités de production de PHA ont été annoncés ces dernières années. Cependant, il faudra encore du temps pour que les PHA prennent une place relativement importante au sein des bioplastiques.

Parmi les diverses catégories de bio-polymères, les polyhydroxyalcanoates (PHA) occupent une place particulière en raison de leurs propriétés uniques et de leur biodégradabilité exceptionnelle; un exemple remarquable de cette famille est le poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate) (PHBV).

I.2.1.2- Poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate) PHBV

Le PHBV, fait l'objet d'un grand intérêt de la part des chercheurs et des industriels pour plusieurs raisons dont notamment son origine naturelle, sa biodégradabilité, sa biocompatibilité et sa thermoplasticité [16]. Ces diverses propriétés rendent ce biomatériau prometteur pour les industriels mais son coût onéreux reste un inconvénient majeur. Ce dernier peut être produit soit par fermentation bactérienne de sucres (glucose) auquel on ajoute soit de l'acide propénoïque ou de l'acide valérique, soit par réaction chimique à partir du butyrolactone et valerolactone [17]. La (**figure I.9**) illustre les homopolymères, PHB, PHV et leur copolymère PHBV.

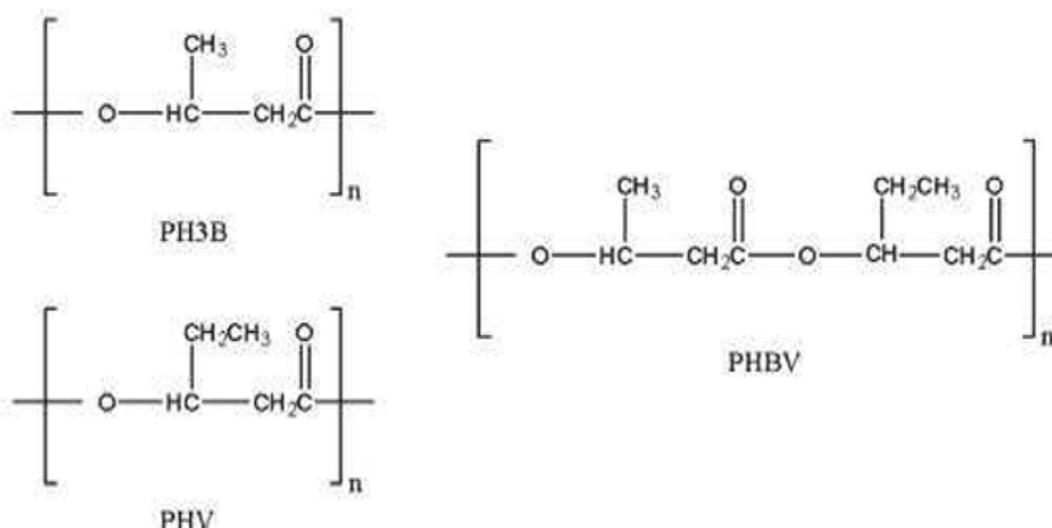


Figure I.9 : Structure chimique du PHBV.

Les PHBV sont des polymères thermoplastiques semi-cristallins dans lesquels la distribution des unités 3-hydroxyvalérate (3HV) est purement statistique. La proportion en unité 3HV est contrôlée par la quantité d'acide propanoïque introduite dans le substrat du milieu de culture des bactéries. L'incorporation d'unités 3HV conduit à de fortes modifications

au niveau des caractéristiques physiques par rapport à l'homopolymère PHB ce qui permet d'élargir la gamme des applications possibles. De même, des changements importants des propriétés fonctionnelles sont observés suivant la proportion en unité 3HV.

Tableau I.3 : Caractéristiques mécaniques des PHA

Composition (% mol)		Module d'Young (GPa)	Contrainte à la rupture (MPa)	Elongation à la rupture (%)
3HB	3HV			
100	-	3,5	40	4
97	3	2,9	38	5
91	9	1,9	37	8
86	14	1,5	35	12
80	20	1,2	32	50
75	25	0,7	30	-

A) Biosynthèse du PHBV

La biosynthèse du poly3-hydroxybutyrate (PHB) et du poly3-hydroxybutyrate 3hydroxyvalérate (PHBV), illustrée dans la Figure 5, débute avec la condensation de deux molécules de l'acétylcoenzyme A (acétyl-CoA) avec l'acétoacétyl-CoA en présence de l'enzyme 3cétotiolase (3-ketotiolase). Ceci est suivi de l'action de la réductase de l'acétoacétyl-CoA qui réduit l'acétoacétyl-CoA à R (-)-3-hydroxybutyryl-CoA. La PHA synthèse polymérise alors le R (-) -3-hydroxybutyryl-CoA pour former le PHB et/ou le R (-)-3-hydroxyvaleryl-CoA pour obtenir le copolymère, noté PHBV ou P (3HB-co-3HV). La **(Figure I-10)** présente le processus de biosynthèse de PHB et PHBV [18].

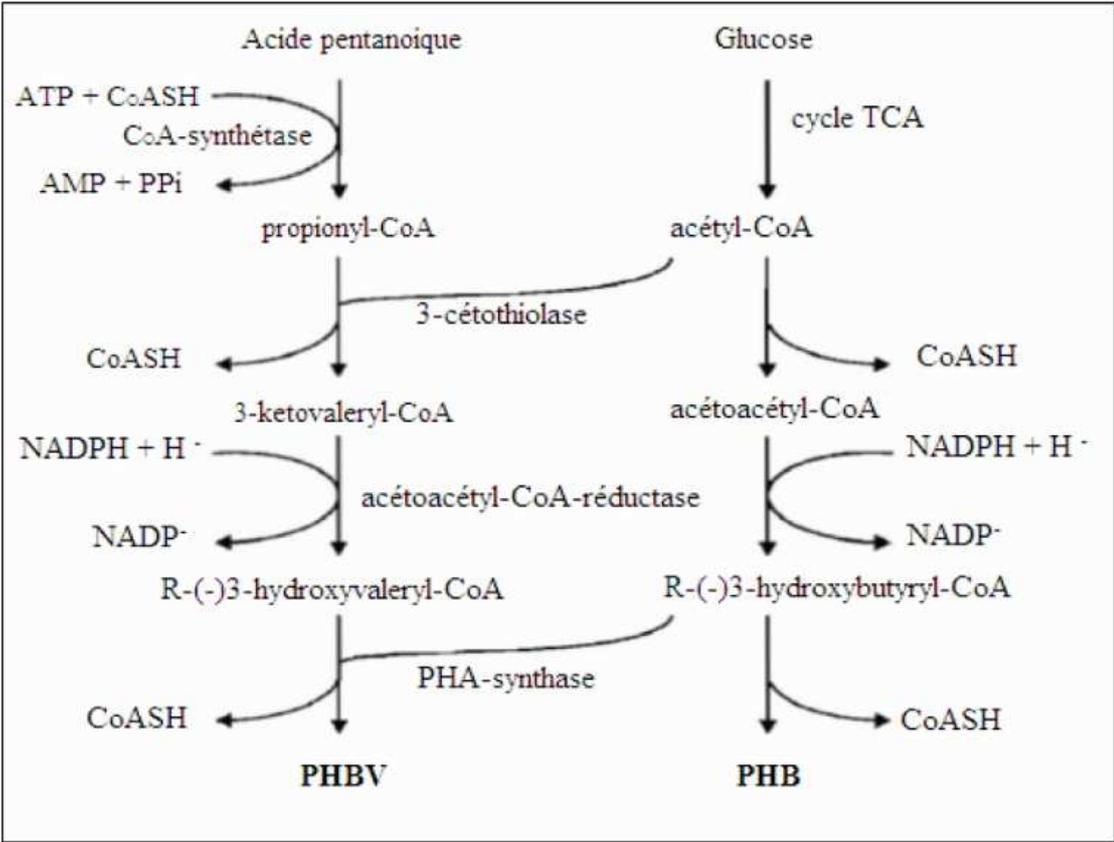


Figure I.10 : La biosynthèse du PHBV et du PHB

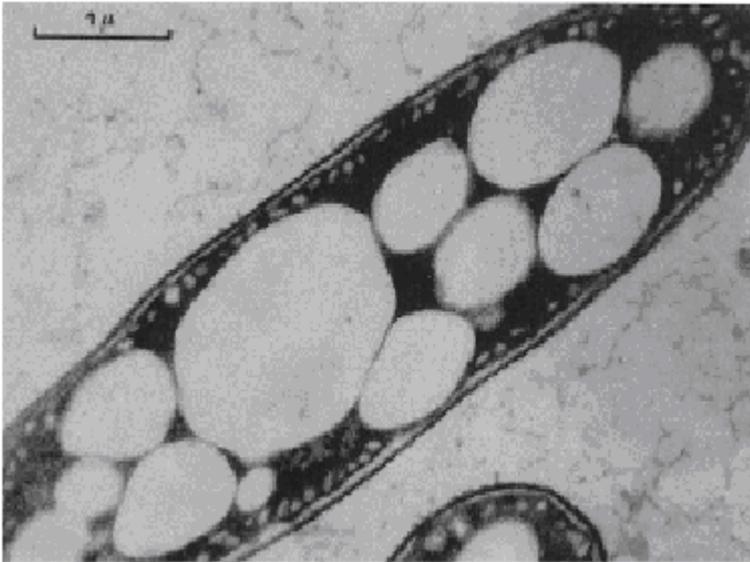


Figure I.11: Granulés de PHA au sein d’une bactérie observée au microscope électronique à transmission

Le polyhydroxybutyrate-co-hydroxyvalerate (PHBV) est un biopolymère polyvalent dont les propriétés sont étroitement liées à sa morphologie distincte. Composé de chaînes

polymères alignées de manière semi-cristalline, le PHBV présente une structure unique qui influe sur ses caractéristiques physiques et mécaniques.

B) Morphologie du PHBV

À l'échelle microscopique, le PHBV présente des zones cristallines et amorphes. Les cristaux sont présents sous la forme de lamelles ou de sphéroïdes, ce qui donne au matériau une certaine rigidité et une résistance à la traction. D'autre part, les zones amorphes permettent une certaine souplesse, ce qui permet au matériau de se déformer sans se briser [19].

Les conditions de production et les traitements postérieurs peuvent influencer la taille et la répartition des cristallites dans le PHBV, ce qui peut avoir un effet important sur ses propriétés finales. La morphologie du PHBV et son comportement à l'échelle microscopique sont souvent étudiées à l'aide de techniques de caractérisation avancées comme la microscopie électronique et la diffraction des rayons X.

En saisissant la structure particulière du PHBV, il est envisageable de créer des formulations et des méthodes de production appropriées afin d'exploiter pleinement ses caractéristiques exceptionnelles.

C) Propriétés du PHBV

Le PHBV offre une combinaison unique de propriétés, comprenant sa biodégradabilité complète, sa biocompatibilité avec les tissus biologiques, sa résistance mécanique satisfaisante et sa capacité à être transformé par des méthodes de fabrication conventionnelles. Cette polyvalence en fait un matériau attractif pour un large éventail d'applications, allant des emballages durables à la médecine régénérative [17].

Cependant, malgré ses nombreux avantages, le PHBV présente quelques inconvénients potentiels. Sa production à grande échelle peut être plus coûteuse que celle des plastiques conventionnels, ce qui peut limiter sa compétitivité sur le marché. De plus, sa sensibilité aux conditions environnementales et à la dégradation thermique peut poser des défis lors de son traitement et de son stockage.

Bien que ces inconvénients puissent présenter des défis, diverses approches sont proposées dans la littérature pour y remédier à ses désavantages, l'une des plus répandue demeure l'incorporation de renforts au sein de la matrice

Le renfort définit comme la phase discontinue d'un matériau composite, il contribue à améliorer la résistance mécanique à la traction et la rigidité de ce dernier et peut se présenter sous forme de particules ou de fibres [20].

Les renforts sont catégorisés principalement en deux grandes familles : les renforts organiques et inorganiques. Comme le montre la **figure (I.12)** ci-dessous :

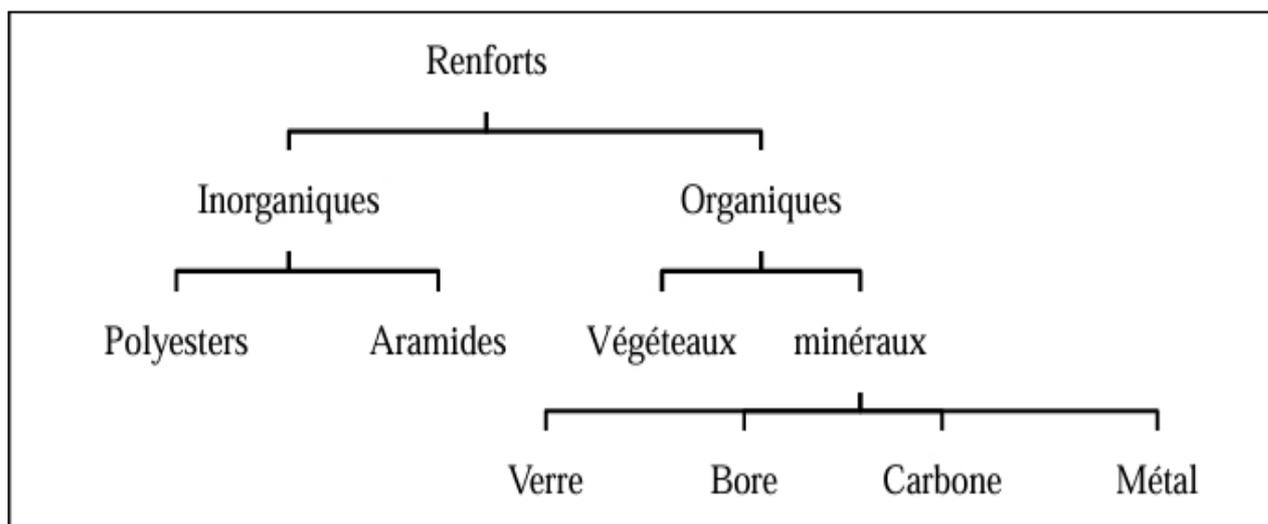


Figure I.12 : Différents types de renfort.

Parmi les différentes catégories de renforts, les fibres végétales gagnent en popularité en raison de leurs nombreux avantages écologiques et économiques. Contrairement aux fibres synthétiques, les fibres végétales sont renouvelables, présentent une alternative durable et respectueuse de l'environnement dans de nombreuses applications industrielles.

I.2.3- Fibres végétales

Les fibres lignocellulosiques sont des structures biologiques fibrillaires d'origine végétale majoritairement composées de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine. Les proportions de ces différents constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [21].

I.2.3.1- Structure des fibres végétales

La fibre végétale peut être assimilée à un matériau composite dont le renfort est assuré par les fibrilles de cellulose enrobées de matrice formée d'hémicellulose et de lignine. Les

fibrilles sont organisées en hélice et forment un angle avec l'axe de la fibre appelé « angle microfibrillaire » [22].

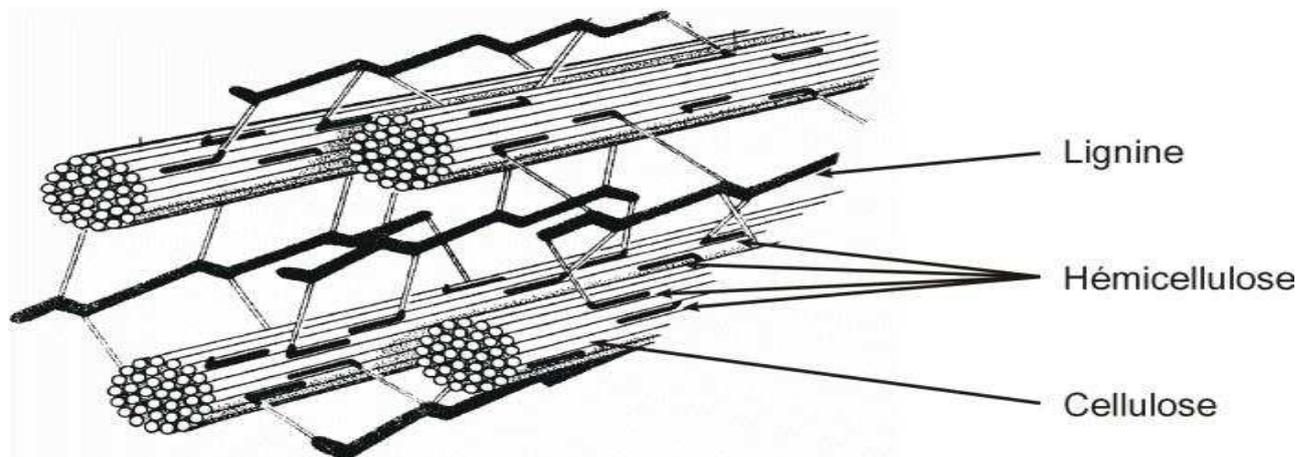


Figure I.13 : Composition chimique des fibres végétales.

I.2.3.2- Composition chimique des fibres végétales

La composition chimique des fibres végétales varie selon la nature de la fibre, elles sont essentiellement composées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Comme elles contiennent aussi quelques composés inorganiques et une certaine quantité de protéines. Le pourcentage de cellulose, d'hémicellulose et de lignine diffère d'une fibre à une autre. Le tableau ci-dessous indique la composition chimique de quelques fibres végétales. [23] [24].

Tableau I.4 : Composition chimique de quelques fibres végétales.

Type de fibre	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicellulose (%)	Pectine (%)	Cendres (%)
Lin	71	2,2	18,6 - 22,6	2,3	-
Kenaf	31 - 57	15 - 19	21,5 - 23	-	2 - 5
Jute	45 - 71,5	12 - 26	13,6 - 21	0,2	0,5 - 2
Chanvre	57 - 77	3,7 - 13	14 - 22,4	0,9	0,8
Ramie	68,6 - 91	0,6 - 0,7	5 - 16,7	1,9	-
Abaca	56 - 63	7 - 9	15 - 17	-	3
Sisal	47 - 78	7 - 11	10 - 24	10	0,6 - 1

a) La cellulose :

Anselm Payen a d'abord découvert l'existence de la cellulose comme matériau commun dans les parois cellulaires végétales en 1838. La cellulose est la substance biologique la plus présente sur notre planète. Chimiquement, la cellulose est une macromolécule formée par une chaîne stéréo-régulière très longue composée de maillons de glucose C₆ H₁₂ O₆ (Figure I.8). La structure de la cellulose est fibrillaire et en partie cristalline. Les micro-fibrilles de cellulose se composent de régions cristallines bien organisées et de régions amorphes complètement désorganisées. Les chaînes cellulosiques se trouvent parallèlement les unes aux autres dans la zone cristalline, avec des liaisons hydrogènes intra et intermoléculaires. L'ensemble des caractéristiques de la cellulose est étroitement lié à la densité élevée des liaisons hydrogène qui se forment entre les chaînes. Les interactions moléculaires sont fortes et assurent l'essentiel de la cohésion tout en empêchant la pénétration des réactifs. Grâce à sa grande cohésion, la cellulose est insoluble dans la plupart des solvants. La cellulose est de nature très hydrophile [25].

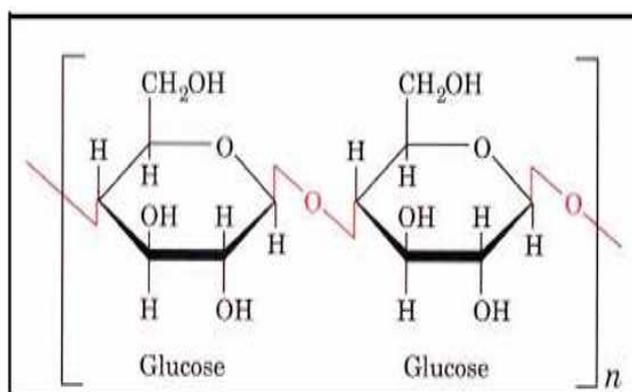


Figure I.14 : Structure chimique de la cellulose.

b) L'hémicellulose :

L'hémicellulose est un polysaccharide composé de différentes unités saccharidiques. Principalement constituée de xylose, d'arabinose, de galactose, de glucose, de mannose et d'acide uronique. Les hémicelluloses présentent aussi une structure moléculaire courte et ramifiée ($50 < DP < 300$), ce qui explique leur caractère amorphe. Les hémicelluloses forment une matrice de soutien pour la cellulose. Elles sont hydrophiles solubles dans les solutions alcalines et facilement hydrolysables par les acides [26].

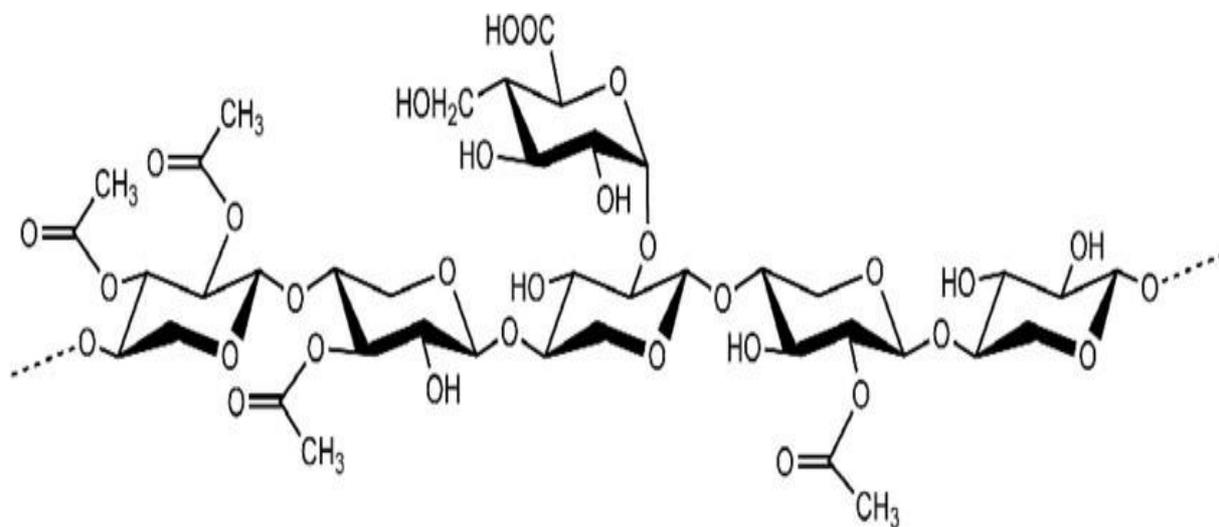


Figure I.15 : structure chimique de l'hémicellulose.

c) La lignine :

La lignine est une molécule qui présente une grande variété de composés, produite par la biosynthèse de trois alcools phénoliques (syringyle, guaiacyle et p-hydroxyphényle) [28]. Des liaisons oxygène-carbone ou carbone-carbone peuvent être utilisées pour rassembler ces unités, créant ainsi une structure tridimensionnelle très ramifiée. La lignine a une structure thermoplastique (avec une température de ramollissement de 90 °C et un écoulement de 170 °C) et une affinité avec l'eau inférieure [27].

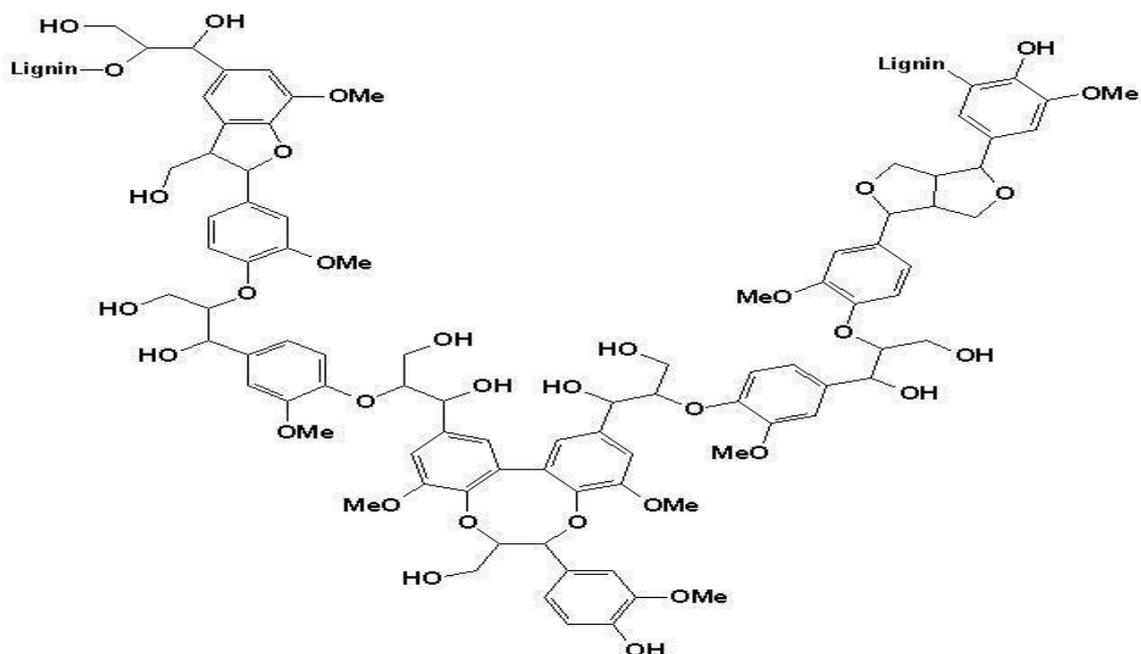


Figure I.16 : Structure chimique de la lignine.

d) Les Pectines :

Les pectines jouent un rôle capital dans l'architecture de la paroi végétale. Ces substances pectiques sont présentes avec des proportions variées dans la plupart des végétaux (environ 1% dans le bois). Elles jouent le rôle de ciment intercellulaire et contribuent à la cohésion des tissus végétaux.

Les pectines portent aussi des substances non sucrées, essentiellement le méthanol, l'acide acétique, l'acide phénolique et parfois des groupes amides. L'estérification des résidus d'acide galacturonique avec le méthanol ou l'acide acétique est une caractéristique qui joue un rôle très important sur les propriétés physicochimiques des pectines particulièrement sur la formation de gel [28].

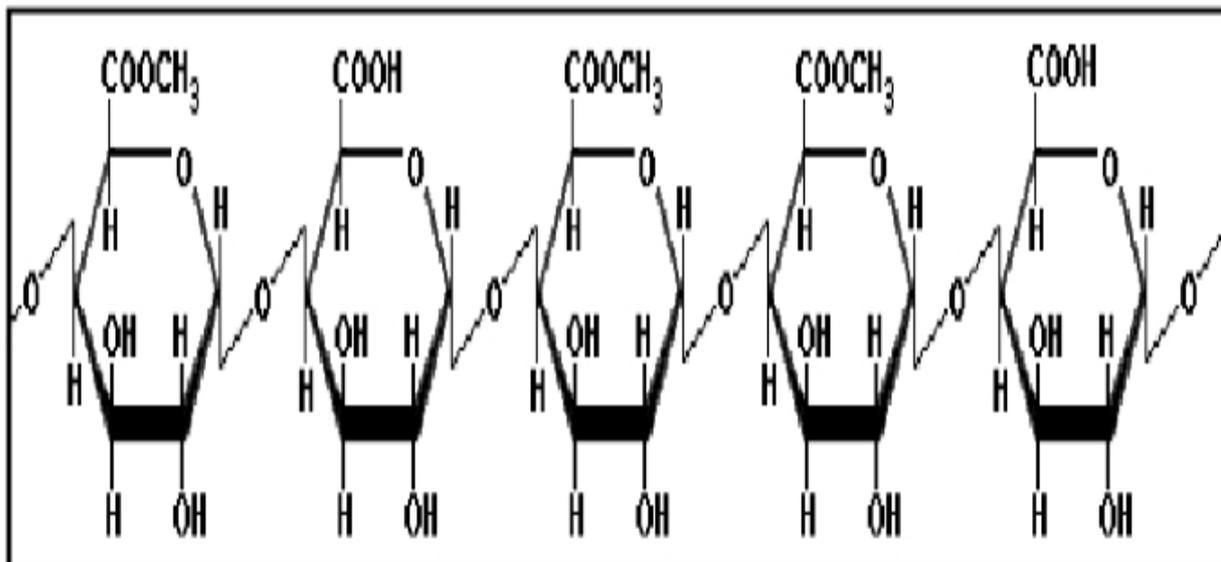


Figure I.17 : Structure de la pectine.

Les fibres végétales jouent un rôle crucial dans de nombreuses industries, en raison de leurs propriétés écologiques et renouvelables. Cependant, pour tirer parti de ces fibres, il est essentiel de les extraire correctement des plantes. Différentes méthodes d'extraction permettent d'obtenir des fibres de haute qualité adaptées à diverses applications.

I.2.3.3. Propriétés mécaniques des fibres végétales

Les propriétés mécaniques des fibres végétales sont induites par les caractéristiques intrinsèques de ces fibres (composition chimique ; cellulose, hémicellulose, lignine et pectines; structure de la fibre : section, porosité, angle micro-fibrillaire, facteur de forme, rapport longueur/diamètre, etc...), par des caractéristiques anthropiques (type de défibrage, etc...) ou par des caractéristiques indépendantes et variables (taux d'humidité, localisation des fibres dans la tige, défauts naturels, conditions de croissance, etc...). Globalement, même s'il existe des variations inter-espèces, le module d'Young des fibres végétales est similaire à celui des fibres de verre et les propriétés spécifiques rapportées à la densité sont meilleures que celles des fibres de verre.

Tableau I.5: Propriétés mécaniques et masses volumiques de quelques fibres végétales et synthétiques.

		σ_r (MPa)	ϵ_r (%)	E (GPa)	P (g.cm ⁻³)
Végétales	Lin	400 – 2000	1,2 – 3	30 – 110	1,5
	Lin (faisceau)	600 – 700		50 – 60	1,5
	Coton	300 – 600	7 – 8	6 - 13	1,5
	Sisal	600 – 700	2 - 3	28 - 38	1,3
	Noix de coco	220	15 – 25	6	1,3
	Jute	400 – 800	1,8	10 - 30	1,5
	Ramie	550	2	44	1,5
	Chanvre	550 – 1100	1,6- 1,8	60 – 70	1,5
	Ortie	370 – 2200	1,3 – 2,9	25 – 105	1,5
Synthétiques	Verre-E	2300 - 2500	3,2 – 3,5	72 – 74	2,5
	Kevlar 49	2900	2,3	130	1,5
	Aramide	3620	2,9	124	1,4
	Carbone	2500 - 3200	0,6 – 1,3	230 – 390	1,8

I.2.3.4. Stabilité thermiques des fibres végétales

En raison de leur structure chimique, chacune des trois composantes (cellulose, hémicelluloses et lignine) réagit différemment au cours du processus de dégradation thermique. La fibre végétale commence à se dégrader à environ 240°C. La dégradation thermique des fibres naturelles est un processus en trois étapes:

- Le processus de dégradation à faible température (100-180 °C), associé à la dégradation d'hémicellulose ;
- Le processus de dégradation à haute température (280-400 °C), dû à la dégradation de la cellulose.
- La lignine se dégrade avec une cinétique plus lente que les autres constituants.

La stabilité thermique limitée des fibres végétales est l'un des inconvénients majeurs, principalement dans le cas de leur utilisation dans les composites. De nombreuses études ont

montré que la modification chimique des fibres cellulosiques peut modifier leur stabilité thermique.

I.2.3.5. Biodégradation des fibres végétales

Les fibres végétales sont biodégradables par des enzymes très spécifiques capables d'hydrolyser la cellulose et les hémicelluloses présents dans la paroi cellulaire. En contact avec les rayons UV, les fibres végétales subissent une dégradation photochimique. La photodégradation se déroule principalement au niveau de la lignine qui est responsable du changement de couleur. Ainsi, la surface devient plus riche en cellulose. La résistance à la photo dégradation et à la biodégradation peut être améliorée par modification chimique de la fibre végétale.

I.2.3.6. Hygroscopie des fibres végétales

Les fibres végétales sont de nature hygroscopique imposée par la présence des groupements hydroxyles des polymères organiques de la paroi cellulaire. Les hémicelluloses sont les principaux responsables de l'hygroscopie des fibres, en raison de leurs courtes chaînes ramifiées, de leur structure ouverte et de leur emplacement à la surface de microfibrilles, augmentant ainsi la disponibilité des groupements OH. Bien que la cellulose soit riche en OH, la présence de liaisons inter et intra-moléculaires à l'intérieur des microfibrilles empêche l'absorption de l'humidité dans les zones cristallines de la cellulose. Quant à la lignine, elle a un caractère hydrophobe

I.2.3.7- Méthodes d'extractions des fibres végétales

Les fibres sont extraites pour leur application textile, papier et composites. Elles sont toutefois difficiles à isoler sans un affaiblissement préliminaire des structures qui les lient entre elles aux autres tissus de la périphérie des tiges. Il existe plusieurs méthodes pour réaliser ces prétraitements, parmi elles on cite :

- **Rouissage biotechnologique**

Pour obtenir des quantités suffisantes des fibres, de nouvelles méthodes sont mises en œuvre comme le rouissage biotechnologique basé sur les enzymes agissant sur les polysaccharides non cellulosiques, dont les pectines. Cette méthode permet d'obtenir une régularité, une finesse intéressante des fibres et empêche la dégradation de la cellulose [29] [30].

• Rouissage chimique

Cette technique a déjà été testé sur le chancre et sur le lin avec des succès certains. Elle repose sur l'imprégnation à la vapeur (haute pression) en présence d'alcalis ou d'acides pendant un certain temps, suivie d'une dépressurisation rapide, qui vaporise l'eau dans les tissus et provoque leur déstructuration ainsi que l'extraction des composants hydrolysés et dépolymérisés pendant le temps de rétention [31].

• Rouissage biologique

Le rouissage est la méthode la plus utilisée pour le prétraitement des fibres végétales, elle repose sur l'effet de la décomposition naturelle des tissus végétaux par les micro-organismes (champignons et bactéries) en dégradant progressivement les zones de jonction entre les faisceaux de fibres et les autres tissus au niveau des lamelles moyennes dont la constitution est l'hémicellulose, les pectines et les polysaccharides après avoir macérer les tiges dans l'eau stagnante des fosses naturelles ou artificielles (routoirs ou cuves fermés) [32].

La **figure 1.11** résume la plupart des procédés d'extraction des fibres utilisés de nos jours.

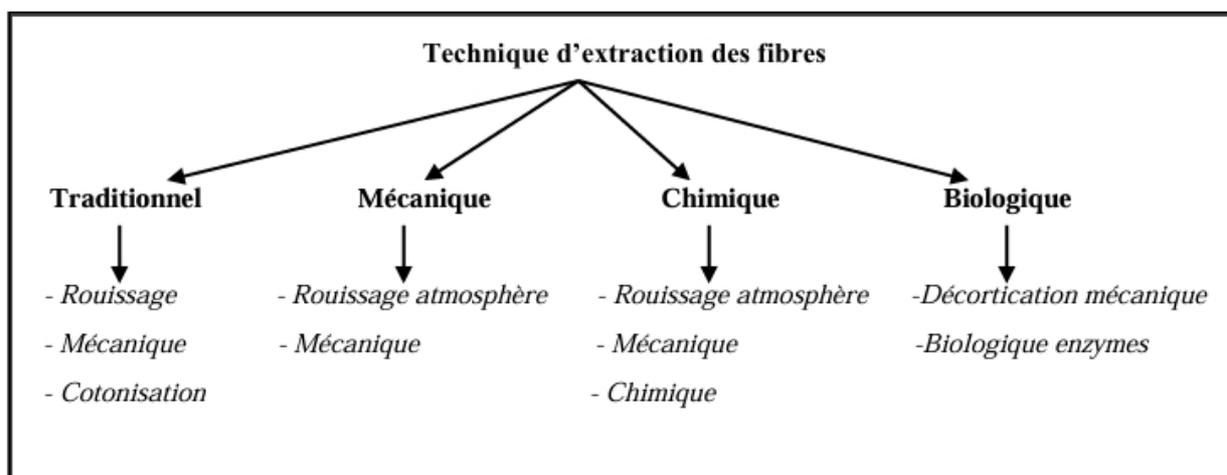


Figure I.18 : Différentes technique d'extraction des fibres.

Les fibres végétales, par leur nature même, incarnent une solution écologique et durable dans de nombreuses industries. Leur utilisation sans modification préserve l'équilibre environnemental et réduit l'empreinte écologique de nombreux produits. Cependant, dans certains cas, des modifications sont nécessaires pour répondre aux exigences spécifiques de

certaines applications industrielles, tout en essayant de minimiser leur impact sur l'environnement.

I.2.3.5-Modification des fibres végétales

A) Méthodes physiques

L'étirage, le calandrage et les traitements thermiques, ainsi que tout autre traitement physique de surface, ont pour particularité de ne pas altérer la composition chimique des fibres cellulosiques. En revanche, ces changements altèrent la structure et les caractéristiques de surface des fibres (charges) et ont un impact sur la liaison avec les polymères (matrice). Ainsi, l'adhésion à l'interface n'est améliorée que mécaniquement. Le traitement plasma et le traitement corona sont les plus couramment employés. On peut mentionner notamment :

➤ Traitement thermique

Le séchage des fibres naturelles avant la mise en œuvre est un facteur important. En raison de la forte résistance à l'eau parfois présente dans les fibres végétales, il agit comme un agent de séparation entre la fibre et la matrice au niveau de l'interface. L'évaporation de l'eau peut engendrer des vides dans le composite lors de la mise en place, ce qui entraîne la formation d'un réseau de défauts répartis de manière aléatoire et entraîne des propriétés mécaniques diminuées.

➤ Agents dispersifs

L'utilisation de cires et de paraffines est utilisée pour traiter les fibres avec des agents dispersifs. Il est possible d'utiliser d'autres additifs comme des élastomères et des plastifiants. Ces produits modifient la surface en agissant sur des caractéristiques particulières, ce qui facilite leur production (modification des paramètres du processus de transformation : baisse de température, homogénéisation du mélange, diminution des contraintes mécaniques). Ces différentes techniques physiques proposent plus ou moins une variété de solutions simples à mettre en place [33].

B) Méthodes chimiques

➤ Traitement alcalin

L'alcalinisation (ou mercerisation) est une méthode courante pour le traitement des surfaces de fibres naturelles. Dans cette méthode, les fibres lignocellulosiques sont immergées dans une solution aqueuse de l'hydroxyde de sodium (NaOH) pendant un certain temps. La solution de NaOH dissout la lignine, la cire et les huiles de la surface de la fibre et laisse une surface cellulosique propre et poreuse. Ce traitement conduit à des propriétés mécaniques spécifiques plus élevées car la cellulose a des propriétés mécaniques bien supérieures à celles de la lignine et augmente.

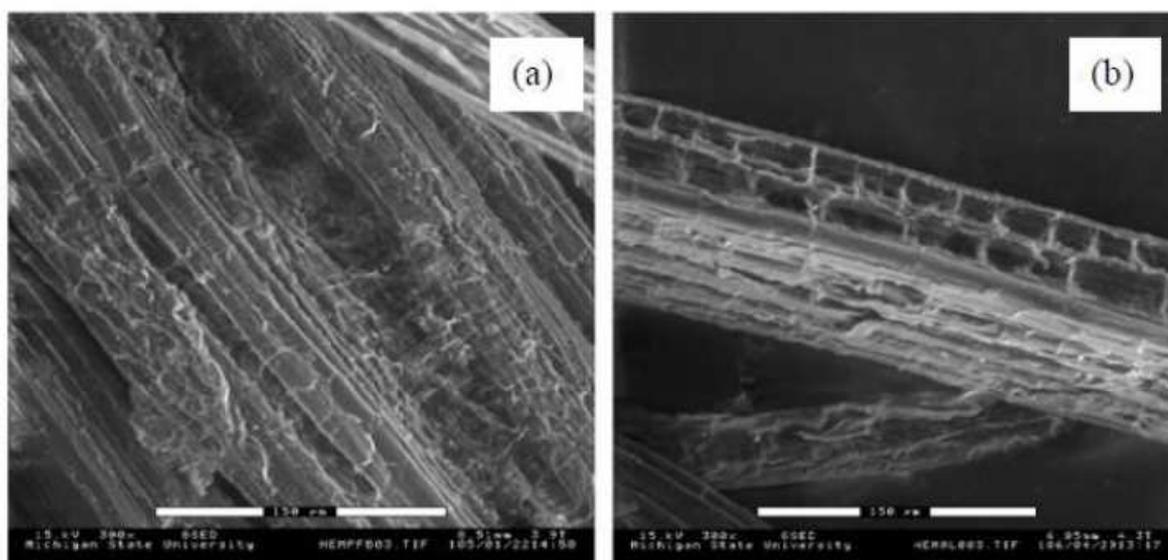


Figure I.19: Micrographies MEB de (a) fibres de chanvre non traitées et (b) fibres traitées à la soude [25]

➤ Traitement par Acétylation

L'acétate de cellulose a été synthétisé pour la première fois en 1865 par Schützenberger [34]. Cependant ce n'est qu'à partir du début des années 1920 que l'acétate de cellulose est devenu l'ester le plus largement produit dans le monde. L'acétylation est une technique d'estérification des fibres naturelles. Les fibres sont acétylées avec l'acide acétique ou l'anhydride acétique en présence ou non d'un catalyseur acide pour greffer des groupements acétyles sur la cellulose. Le groupement acétyle (CH_3CO) remplace le groupement hydroxyle (OH) hydrophile de la fibre. Ainsi, la nature hydrophile de la fibre diminue.

➤ **Traitement au permanganate**

Ce type de traitement est réalisé en utilisant le permanganate de potassium (KMnO_4) en solution (l'acétone) à différentes concentrations avec une durée de trempage de 1 à 3 minutes, après un prétraitement alcalin. Le principe de ce traitement consiste en la création de sites radicalaires dans la cellulose des fibres naturelles, ce qui va permettre d'accroître sa réactivité avec les matrices polymères. La tendance hydrophile de la fibre diminue avec l'augmentation de la concentration du KMnO_4 [35].

➤ **Traitement au silane**

La modification des fibres végétales par les silanes est une technique qui a été largement étudiée. Les silanes sont des composés chimiques de formule $\text{SiH}_2\text{n}+2$, comme les alcoxydes de silicium. Ils sont de nature hydrophile avec différents groupements associés au silicium tels qu'une extrémité va interagir avec la fibre hydrophile et l'autre avec la matrice, jouant ainsi le rôle d'agent de pontage entre les phases du composite. L'absorption de silane dépend de plusieurs facteurs, comme la température et le pH, le temps d'hydrolyse et la fonctionnalité.

➤ **Agents de couplage**

Les agents de couplage, aussi connus sous le nom d'agents compatibles, contribuent à améliorer l'intégration interraciale. Les agents de couplage peuvent réagir avec la surface de la fibre grâce à leur composition chimique, créant ainsi un pont de liaison chimique entre la fibre et la matrice. Les agents de couplage sont généralement des molécules qui ont deux fonctions. La première réagit avec les groupements $-\text{OH}$ de la cellulose, tandis que la seconde réagit avec les groupements fonctionnels présents dans la matrice. Situé à l'interface entre la fibre et le thermoplastique, l'agent de couplage doit donc modifier et améliorer l'adhérence. [36]

Après avoir exploré les différentes méthodes de modification des fibres végétales, concentrons-nous désormais sur une variété spécifique qui suscite un intérêt croissant dans le domaine des matériaux durables. Parmi celles-ci, les fibres de cactus, de jute et de sisal.

I.4- Plante de jute

Communément connu sous le nom de jute, le *Corchorus Capsularis* est une plante tropicale de laquelle on extrait la fibre de jute. Le jute, tout comme le coton, sont les fibres naturelles les plus utilisées au niveau mondial. Plusieurs espèces peuvent être exploitées pour produire la fibre de jute, mais il existe principalement deux espèces cultivées à cet effet qui

sont le *Corchorus Capsularis* et le *Corchorus Olitorius*. La plante est de type herbacé et d'une hauteur d'environ 3-4 mètres de hauteur, la tige est d'une grosseur d'environ deux centimètres de diamètre. Les feuilles pétiolées, de limbe triangulaire sont d'environ 15 centimètres de long et 5 cm de large, elles sont de petites tailles et de couleur jaune [39].

Le jute est une fibre naturelle attractive pour une utilisation en tant que renfort dans les composites à cause de ses propriétés mécaniques qui sont excellentes, de son faible coût et de sa nature renouvelable. De plus elle ne nécessite pas une grande énergie pour son traitement. Le jute est produit à grande échelle en zone tropicale comme le Bangladesh, l'Inde ou en Amérique latine et il est déjà identifié comme candidat potentiel en tant qu'agent de renforcement dans la fabrication des composites. Le jute est composé principalement d'alpha-cellulose, d'hémicellulose et de lignine. En outre, il contient des constituants mineurs tels que des cires, des matières inorganiques. Le jute est un matériau naturel produit dans les régions tropicales. Très répandue dans le secteur textile, elle est désormais un matériau écoresponsable privilégié.

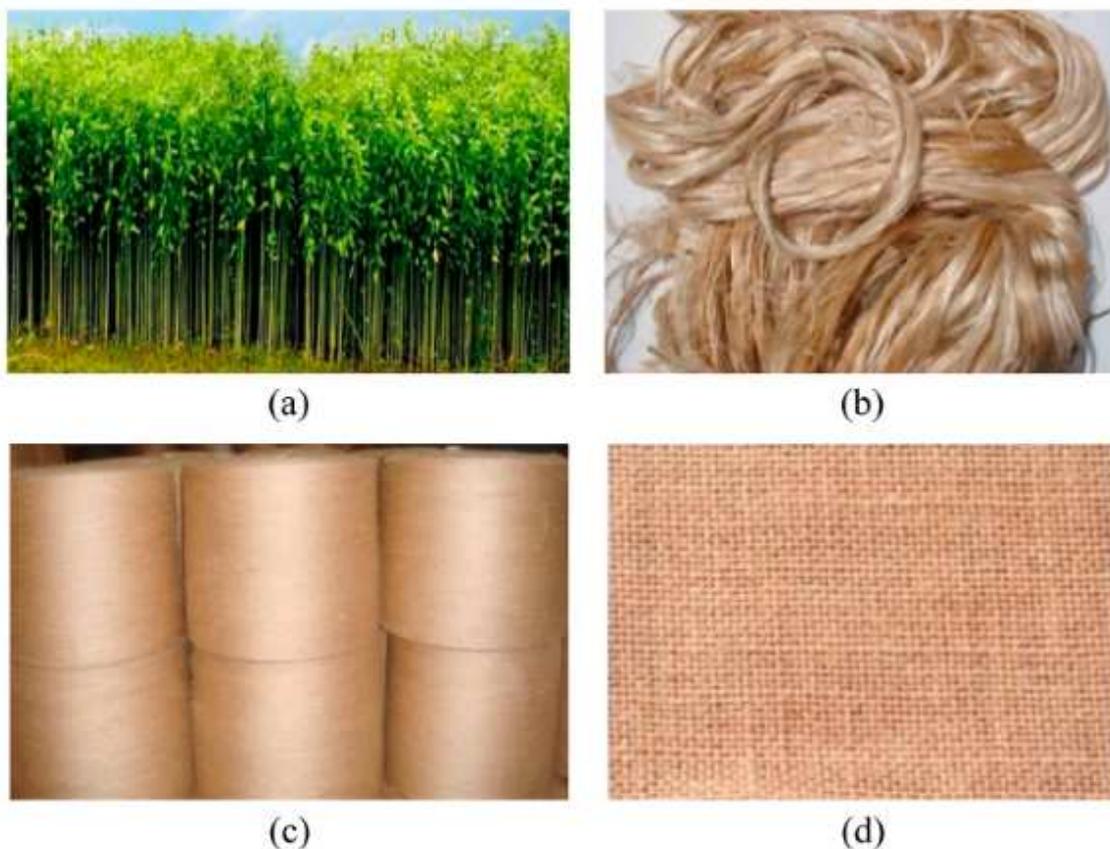


Figure I.20 : Fibres de jute. (a) la plante (b) la fibre (c) le fil et (d) le tissu.

La fibre de jute est une fibre multicellulaire. Dans la plante de jute, la fibre est en forme de gaine cylindrique constituée de fibres élémentaires (cellule ultime) réunies de manière à former un réseau tridimensionnel de haut en bas de la tige. Les fibres élémentaires sont reliées entre elles latéralement et longitudinalement au moyen d'une matière intercellulaire (lignine), dont la composition est principalement non cellulosique. Les sections transversales des fibres se révèlent polygonales avec des coins arrondis. La couche de la gomme naturelle reliant les fibres élémentaires est connue sous le nom de « lamelle moyenne ».

La figure ci-dessous schématise la structure de la fibre de jute. Elle se compose principalement de trois parties. De l'extérieur vers le centre de la fibre, on distingue la paroi cellulaire primaire (mince) suivie de la paroi secondaire (épaisse) et d'un canal débouchant, appelé lumen. Les deux parois cellulaires sont constituées de microfibrilles de cellulose. Elles sont les éléments de base des fibres végétales et se distinguent par leur épaisseur et leur architecture moléculaire. Dans la paroi primaire, les fibrilles se croisent. En revanche, elles sont presque parallèles comme des spirales droites dans la paroi secondaire. L'orientation des microfibrilles au sein des parois cellulaires confère aux fibres végétales les caractéristiques structurales les plus importantes. Leur inclinaison par rapport à l'axe de la fibre influe fortement sur les propriétés mécaniques de cette dernière. Plus l'angle d'inclinaison est faible meilleures sont les propriétés mécaniques de la fibre. Dans la fibre de jute, les fibrilles sont disposées en spirale droite avec un angle d'orientation de 7-9° par rapport à l'axe de la cellule.

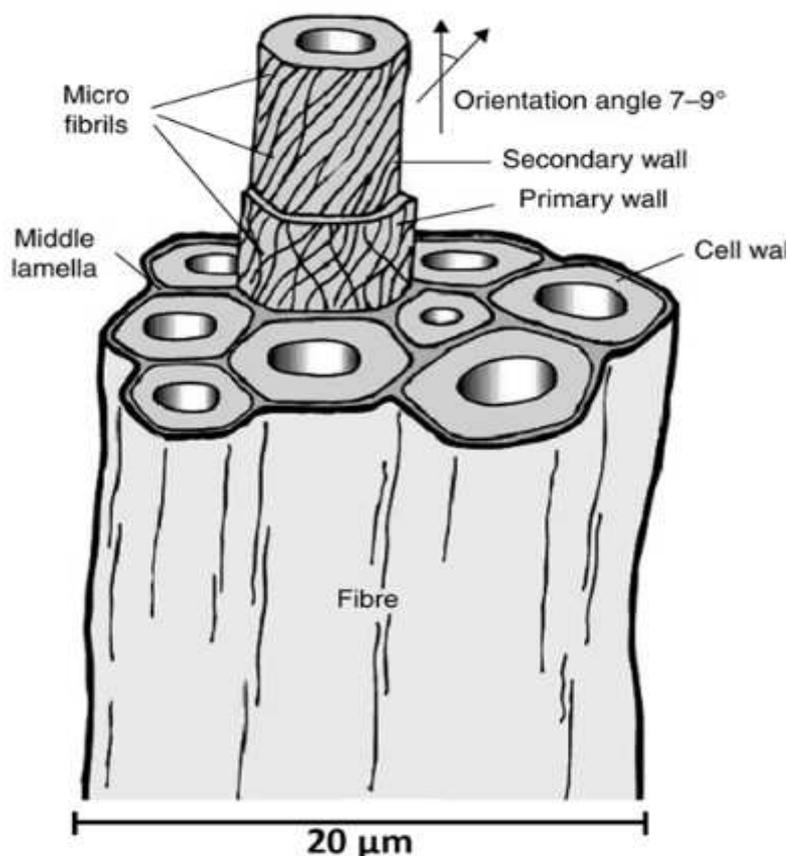


Figure I.21. Morphologie de la fibre de jute.

I.4- Plante de sisal

La fibre de sisal est issue des feuilles d'une plante succulente appartenant à la famille des Agavacées, qui est la plante d'Agave Sisalana. La plante est originaire d'un commerce ancien de fibres textiles dans le Yucatan (l'est du Mexique). Elle a été apportée dans les régions tropicales en Inde entre 1885 et 1892, en Tanzanie en 1893 et en Kenya entre 1903 et 1908. Les premières plantations d'Agave Sisalana en Afrique ont été effectuées par les colonies britanniques dans l'Afrique orientale et par l'empire français en Afrique du Nord. Le territoire africain convient parfaitement à la culture du sisal

La plante d'Agave Sisalana se positionne à la sixième place parmi les plantes à fibres, en couvrant 2% de la production mondiale des fibres végétales. La production des fibres de sisal en 2019 a atteint 300 000 tonnes avec une dominance de la fibre d'origine brésilienne. Les trois pays premiers producteurs au monde du sisal sont le Brésil, la Tanzanie et le Kenya. Au cours de ces dernières décennies, le prix du sisal a augmenté jusqu'à environ US\$

592/tonne. Les fibres de sisal cultivées sur le continent africain ont de meilleures performances mécaniques par rapport à celles des fibres cultivées dans les autres continents.

Figure I.22 : Plante de sisal.

L'extraction des fibres est facilitée si elle est effectuée rapidement après la récolte des feuilles. Historiquement, le premier procédé d'extraction a été fait en martelant les feuilles et en grattant la pulpe des feuilles avec un couteau. L'extraction par rouissage à l'eau est utilisée dans quelques pays tels que l'Inde pour séparer la fibre de la plante. Les feuilles sont plongées dans de l'eau durant trois semaines, ensuite les fibres sont séparées, lavées et séchées au soleil. Le procédé d'extraction mécanique est le procédé le plus rentable à l'aide d'une décortiqueuse mécanique. Les étapes du procédé mécanique comportent : le broyage, le raclage, le lavage des tissus foliaires parenchymateux et la séparation des fibres. Après la décortication, les fibres sont lavées et séchées au soleil. Lors de la dernière étape, les fibres sont battues et peignées pour libérer les faisceaux individuels et éliminer les impuretés. Le rendement d'extraction des fibres à partir des feuilles s'estime à environ 3,5 kg de fibres pour 100 kg de feuilles, avec 92 à 96% de filasse et 4 à 8% d'étoupes

Figure I.23: Procédé d'extraction mécanique des fibres de sisal : a) décortiqueuse mécanique, b) fibres de sisal extraites

I.3. Plante d'*Opuntia Ficus Indica* (Cactus)

Le cactus est une plante arborescente robuste de (3 à 5 m) de hauteur, possède un tronc épais et ligneux et une organisation en articles aplatis, de forme elliptique ou ovoïdale de couleur vert-mat, ayant une longueur de 30 à 50 cm, une largeur de (15 à 30 cm) et une épaisseur de (1.5 à 3 cm) appelés cladodes ou raquettes. Largement disponibles en Algérie, le Cactus est encore pour principal débouché l'industrie cosmétique et pharmaceutique. Les fibres de Cactus possèdent de bonnes propriétés mécaniques et leur faible densité par rapport à celles des fibres synthétiques permettent de les envisager dans le secteur des composites comme renfort de matrices polymères, susceptibles de produire des matériaux plus légers et plus écologiques

Le cactus ou figuier de barbarie est une espèce de cactus originaire des États-Unis, du Mexique et d'Amérique du Sud. Les expéditeurs l'ont introduit en Europe et en Afrique du Nord vers le 16e siècle, puis il s'est rapidement répandu dans le bassin méditerranéen[37].

Figure I.24: Distribution géographique de la fibre de Cactus dans le monde.

Afin de supporter leur propre poids, les *Opuntia ficus-indica* se lignifient à partir de la quatrième année de croissance : leur base s'apparente à un tronc d'arbre. Le figuier de barbarie, comme les autres espèces d'*Opuntia*, est un cactus dont les raquettes arrondies, cladodes (Figure I.25), sont plates, charnues et de couleur vert foncé à grisâtre au fil du temps, et peuvent mesurer 50 centimètres de long, 25 centimètres de large et 3 centimètres d'épaisseur. En Algérie, le Cactus est encore largement utilisé dans le domaine de la cosmétique et de la pharmaceutique. Les propriétés mécaniques avantageuses des fibres de Cactus et leur faible densité par rapport aux fibres synthétiques permettent de les considérer dans le domaine des composites comme un renfort pour les matrices polymères, ce qui leur permet de produire des matériaux plus légers et respectueux de l'environnement.

La plante de Cactus est formée de branches multi-cladodes organisées de bas en haut selon les années de croissance. Les fibres cellulosiques se développent mieux dans les raquettes âgées.

Figure I. 25: Plante de cactus.

I.5.1- Composition chimique des fibres de cactus

Le Cactus n'est pas suffisamment étudié. Il y a peu de références bibliographiques traitant cette Plante. La fibre de Cactus est constituée majoritairement de cellulose (~ 62%) [38].

Figure I.26 : Image de fibres de cactus (b).

Tableau I.6 : Composition chimique de fibre de cactus.

Compositions chimiques	Pourcentage massique (%)
Cellulose	62,5
Hémicellulose	26
Lignine	9
Extractibles	2,5

I.6- Rappels bibliographiques

Dans cette section, un bref aperçu de différents articles s'étant intéressés à l'élaboration de biocomposites à base de fibres végétales et PHBV. Plus particulièrement, les travaux ayant utilisé les fibres de sisal, jute et cactus.

Russo et al. (2013) [41] ont préparé des biocomposites à base de fibres de kéraf en utilisant deux polymères biodégradables, le PBAT et le PHBV, ainsi qu'un polymère conventionnel, le PEbd. Les composites ont été élaborés dans un mélangeur interne suivi d'un moulage par compression. Les fibres de kéraf ont subi des traitements alcalins à la soude et au silane. Selon l'étude menée au MEB, il a été démontré que les fibres de kéraf sont plus compatibles avec la matrice PHBV par rapport au PBAT et au PEbd, ce qui explique le comportement mécanique des matériaux. La résistance à la flexion et aux chocs des composites à base de PHBV a été significativement améliorée grâce à une adhésion efficace entre la fibre et la matrice. Selon les auteurs, les biocomposites composés de fibres de kéraf avec PHBV et PBAT peuvent être une option intéressante par rapport aux thermoplastiques classiques, tout en maintenant de bonnes performances et en diminuant les dépenses.

J.D Badia et al. (2014) [42] ont menés une étude sur les performances des biocomposites de polyhydroxybutyrate-co-valérate (PHBV) et de fibre de sisal soumis à des tests hydrothermaux à différentes températures au-dessus de la transition vitreuse du PHBV (TH= 26, 36 et 46 °C) ont été évaluées dans cette étude. Il a été constaté que le taux de diffusion de l'eau augmentait à la fois avec la température et le pourcentage de fibres, tandis que la quantité d'eau absorbée n'était influencée que par la teneur en fibres. L'utilisation d'agent de couplage n'a été pertinente qu'aux premiers stades de l'essai hydrothermal, donnant une augmentation du taux de diffusion. Bien que la structure chimique et les propriétés thermiques des biocomposites saturés en eau soient restées pratiquement intactes, les performances physiques ont été considérablement affectées, en raison du gonflement des fibres, qui gonflent à l'intérieur de la matrice PHBV, provoquant des fissures et un détachement des fibres.

La recherche menée par **ALANE et al (2022). [38]** se focalise sur l'emploi des fibres végétales provenant des cladodes *Opuntia ficus indica* en poudre comme renfort dans les biocomposites PHBV. Les fibres végétales présentent de multiples bénéfices, tels que des dépenses de fabrication réduites, une disponibilité élevée, une faible densité et des caractéristiques mécaniques favorables. L'article vise à examiner les possibilités d'emploi de ces fibres dans les bio-composites PHBV.

La recherche menée par **Sanjeev Singh et al (2008)**. [43] se focalise sur les biocomposites à base de ressources renouvelables à partir de fibres naturelles et de bioplastique polyhydroxybutyrate-co-valérate (PHBV). Les propriétés mécaniques, thermomécaniques et morphologiques ont été évaluées. Des variations des propriétés thermomécaniques et d'impact ont été observées lorsque la densité des fibres était variable. Le poids de 40 % du module de traction des biocomposites s'est amélioré de 175 % par rapport au PHBV pur. Une analyse comparative a été réalisée sur les fibres bambou-PHBV et bambou -PHBV.

Karolina Mazur et al (2019). [44] ont étudiés le comportement mécanique et hydrothermal au vieillissement des composites polyhydroxybutyrate-co-valérate (PHBV) renforcés par des fibres naturelles. En effet L'ajout des fibres au PHBV a efficacement amélioré la stabilité thermique, à mesure que la teneur en fibres augmentait, les valeurs de CTE diminuaient. La plus forte diminution de plus de 40 % a été enregistrée pour les composites avec 15 % en poids de BF. En ce qui concerne les propriétés mécaniques, tous les biocomposites sont caractérisés par une rigidité plus élevée qui n'a pas modifié le polymère.

Chapitre II

Matériaux et méthodes

Dans ce chapitre, nous exposons les informations techniques relatives aux matériaux employés, aux protocoles expérimentaux et aux méthodes de caractérisation employées. Dans un premier temps, nous allons décrire les divers matériaux. Il y aura ensuite une présentation de la fabrication des bio-composites. Enfin, nous exposerons les diverses méthodes employées pour évaluer les caractéristiques physico-chimiques et mécaniques des matériaux obtenus.

II.1- Matériaux utilisés

II.1.1- Poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) (PHBV)

Communément appelé PHBV, il s'agit d'un plastique qui se dégrade naturellement, est non toxique et biocompatible, et qui constitue une excellente alternative à de nombreux polymères synthétiques qui ne se dégradent pas. C'est un polyester aliphatique thermoplastique linéaire. On le produit en co-polymérisant l'acide 3-hydroxybutanoïque et l'acide 3-hydroxypentanoïque. Les principales propriétés de ce polymère sont données dans le Tableau II.1.

Tableau II.1 : Principaux propriétés physico-chimiques de PHBV [45]

Propriétés	Valeurs
Indice de fluidité (g/10min)	15 à 30
Densité	1,25
Température de fusion (°C)	165-175
Température de transition vitreuse (°C)	5
Taux de cristallinité	50%

II.1.2- Agents de couplage :

PHBV-g-MA : Le PHBV-g-MA est synthétisé au niveau du laboratoire des matériaux polymères avancés LMPA (université de Bejaia). Le taux de greffage d'anhydride maléique est de $0,6 \pm 0,1$ %.

EBA-g-MA (Terpolymère d'Acrylate de n-Butyle Glycidyl Méthacrylate d'Éthylène) : Il est produit par la firme multinationale *Dupont* (®) et commercialisé sous le nom d'Elvaloy PTW. L'EBAgMA est doté d'une plurifonctionnalité. Il contient une fonction époxy qui lui confère une polarité laquelle est à l'origine de son excellente adhésion aux polyesters.

II.1. 3- Fibres de cactus

La plante de cactus, l'une des plantes utilisées dans nos protocoles, a été récoltée début mars dans la région d'Amizour, située en Kabylie à Bejaïa (Algérie).



Figure II.1 : La plante de cactus.

II.1.3.1- Extraction de la fibre de cactus

Après avoir exploré la composition unique de la fibre de cactus, nous allons maintenant nous concentrer sur le processus d'extraction de cette fibre naturelle précieuse. L'extraction de la fibre de cactus est un processus méthodique qui implique plusieurs étapes pour garantir la qualité et l'intégrité des fibres obtenues qui sont les suivantes :

- 1- Récolte des cactus : Les cactus sont récoltés à maturité pour obtenir des fibres de qualité optimale.
- 2- Retrait des épines : Les épines et les parties indésirables de la plante sont retirées manuellement.
- 3- Rouissage : Les cactus sont ensuite soumis à un processus de rouissage, qui implique le trempage prolongé dans un bac d'eau durant 20 jours.
- 4- Fibres séparées : Une fois que les tissus végétaux sont suffisamment décomposés, les fibres sont extraites manuellement.
- 5- Nettoyage : Les fibres extraites sont ensuite nettoyées pour éliminer les impuretés et les débris végétaux résiduels. Cela peut impliquer un rinçage à l'eau.
- 6- Séchage : Les fibres nettoyées sont séchées à l'air libre.
- 7- Étuvage des fibres pendant 24h à la température 70 C.

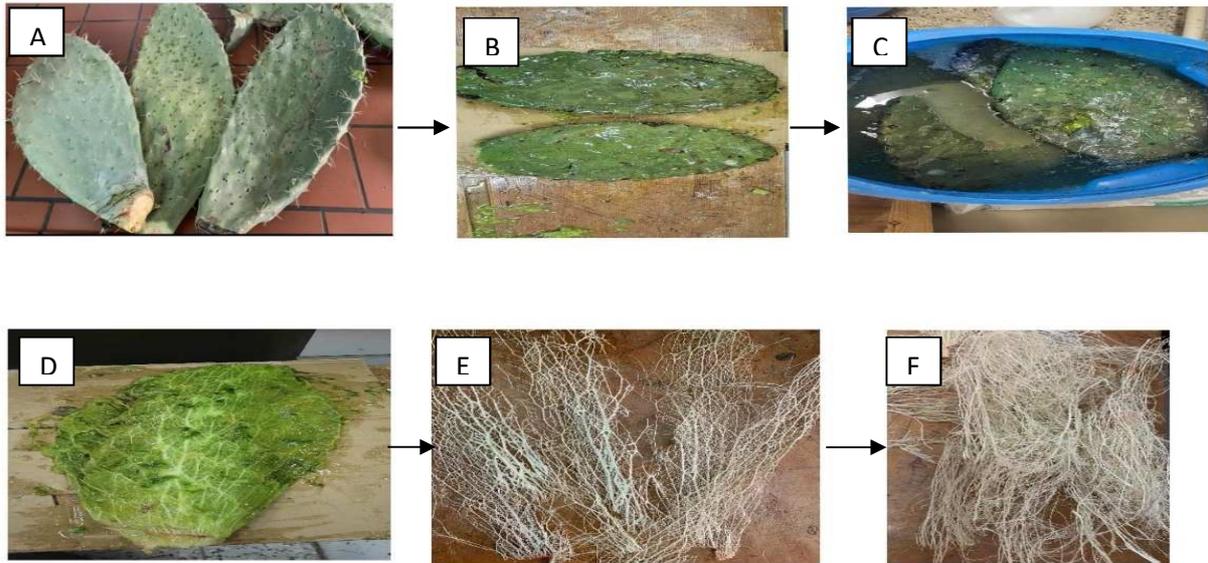


Figure II.2 : Procédé d'extraction des fibres de Cactus

II.1.4- Fibres de sisal

La fibre de sisal est extraite des feuilles de l'Agave sisalana. Elle est connue pour sa robustesse, sa durabilité et sa biodégradabilité. Le processus d'extraction implique la récolte des feuilles, leur décortication, le lavage des fibres et le séchage. L'entreprise TDA SPA Complexe BEJ.Emballage a fourni la fibre de sisal.



Figure II.3: Fibre sisal.

II.1.4.1- Compositions chimiques de la fibre de sisal

Le tableau ci-dessous présente la composition chimique de la fibre sisal. [46]

Tableau II.2 : Compositions chimiques des fibres de sisal.

Compositions	Valeurs massique (%)
Cellulose	66 à 72
Hémicellulose	12
lignine	10 à 14

II.1.5- Fibres de jute

La fibre de jute est une fibre naturelle obtenue à partir de la tige des plantes du genre *Corchorus*, principalement. La fibre de jute est renommée pour ses propriétés écologiques et mécaniques, L'extraction de la fibre de jute suit un processus bien défini, du rouissage au peignage et traitement. La fibre de jute a été fournie par l'entreprise TDA SPA Complexe BEJ.Emballage.

**Figure II.4 :** Fibres de jute.

II.1.5.1- Compositions chimiques de la fibre de jute

Les composants chimiques principaux de la fibre de jute sont la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, dont les pourcentages en masse sont indiqués dans le tableau ci-dessous [46]:

Tableau II.3 : Compositions chimiques de la fibre jute.

Compositions	Valeur massique (%)
Cellulose	72
Hémicellulose	13
lignine	13

II.2- Mise en œuvre des bio-composites PHBV/Fibres cactus, PHBV/Fibres jute, PHBV/Fibres sisal

Les fibres ont été coupées à une longueur de 5 à 7 mm et PHBV utilisé en forme de granulé sont préalablement séchés à l'étuve à 70°C pendant 24h. Le taux de charge des fibres sont fixées à 20% en masse. Le tableau II.3 ci-dessous résume les formulations élaborées et les codes utilisés dans cette étude.

Tableau II.4 : Codes des différentes formulations.

Formulation	Code	Pourcentage en masse (%)
PHBV vierge	PHBV	100
PHBV/ Fibres de cactus	PHBV / FC	80/20
PHBV/ Fibres de jute	PHBV / FJ	80/20
PHBV/ Fibres de sisal	PHBV / FS	80/20
PHBV/ Fibres de cactus / EBAGMA	PHBV / FC / EBAGMA	75/20/5
PHBV/ Fibres de jute / EBAGMA	PHBV / FJ / EBAGMA	75/20/5
PHBV/ Fibres de sisal / EBAGMA	PHBV / FS / EBAGMA	75/20/5
PHBV/ Fibres de jute / PHBVGMA	PHBV / FJ / PHBV-GMA	75/20/5

II.3- Élaboration des biocomposites

Les granulés de PHBV et les fibres de cactus, de jute et de sisal sont préalablement étuvés pendant 24 heures à 70°C afin de diminuer au maximum le taux d'humidité. Ils sont ensuite pesés préalablement selon les compositions massiques présentées en (Tableau II.5)

puis, mélangés manuellement avant d'être incorporés dans le mélangeur interne. La chambre et les pales du mélangeur sont mises en rotation. Une fois le mélange terminé, la chambre est ouverte et la matière est récupérée à l'état fondu à l'aide de spatules avant de la refroidir à température ambiante. Le mélange est broyé. Pour éviter toute contamination, la chambre et les rotors sont nettoyés avant de préparer de nouveaux échantillons.

Les différents paramètres sont :

-La température de la chambre.

-La vitesse de rotation des rotors et le temps de mélange qui sont fixés comme suit :

180°C, 50 tr/min et 8 min, respectivement.

La technique de mise en forme par compression a été employée afin d'obtenir des disques, des éprouvettes et des barreaux.



Figure II.5 : Mélangeur interne de type Bra-Bender

Nous avons utilisé une presse hydraulique de marque Carver (Figure II.6) pour la préparation des haltères, les conditions de compression :

- Température des plateaux : 180 °C ;
- Temps de préchauffage : 3 min ;

- Temps de dégazage : 1min ;
- Temps de compression : 3min ;
- Refroidissement à l'air libre.

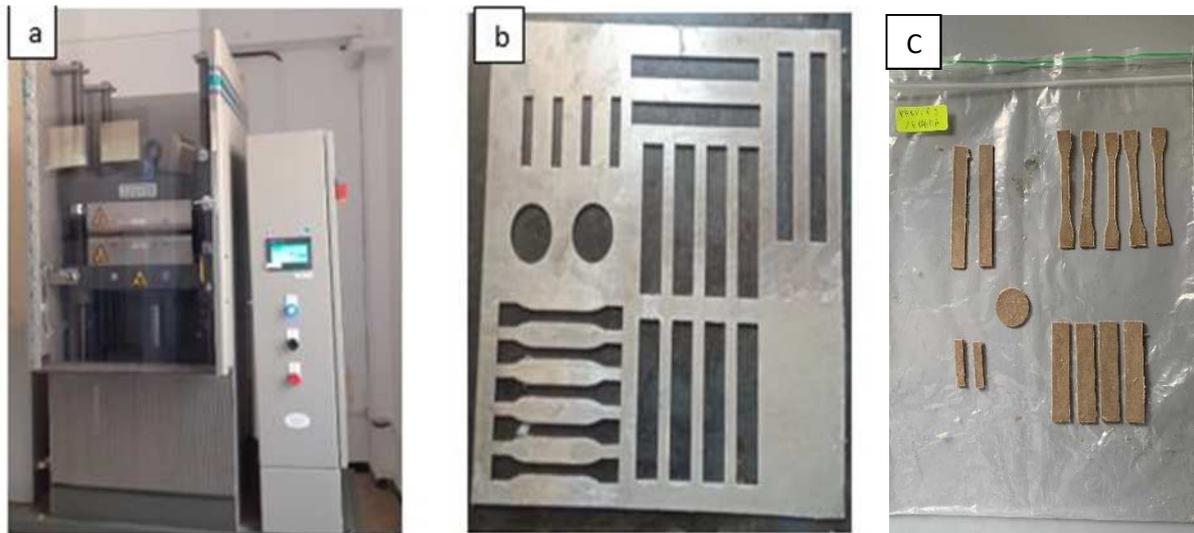


Figure II.6 : a) Presse hydraulique de marque CARVER, b) le moule des éprouvettes, c) éprouvettes

II.4- Techniques de caractérisations

II.4.1- Diffraction des rayons X (DRX)

On peut identifier les phases micro et poly cristallines des matériaux grâce à la diffraction des rayons X. Il s'agit donc d'une méthode essentielle pour caractériser les matériaux. Cette méthode ne s'applique qu'à des matériaux constitués d'un certain nombre de composants.

Il existe une quantité significative de cristaux qui se trouvent dans des orientations non favorables (céramiques, roches, monocristaux et chaînes de polymères).

Cette méthode est fondée sur la diffraction des rayons X sur la matière. Un faisceau de rayons X monochromatique est envoyé sur la surface plane de l'échantillon à analyser ; il ne sera réfléchi par une certaine famille de plans d'indice de Miller (h,k,l) que si sa direction par rapport à ces plans est égale à l'angle de Bragg.[47]

Les mesures de diffraction des rayons X des différents échantillons ont été effectuées à l'aide d'un appareil de type Philips PW 1050 selon les conditions expérimentales suivantes :

Courant = 40 eV, intensité = 20 mA et en utilisant la raie Cu-K α (λ = 0,154 nm).



Figure II.7 : Appareil diffractomètre à rayons X type EMPYREAN PanaLytical.

- **Taux de cristallinité**

A refaire

$$I_c(\%) = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100 \quad (\text{II.4})$$

Avec :

$I_{002} = 22^\circ$ intensité maximale du spectre (le matériau amorphe et cristallin).

$I_{om}=18^\circ$ intensité maximale de la partie amorphe.

II.4.2- Spectroscopie infra-rouge (ATR)

La spectroscopie infrarouge à réflexion totale atténuée (ATR) est une technique analytique qui utilise un cristal hautement réfléchissant en contact avec l'échantillon à analyser pour obtenir des informations sur sa composition chimique et sa structure en mesurant son interaction avec la lumière infrarouge. [48]

L'appareil utilisé est un spectromètre Thermo scientifique de type IS50-FT-IR en mode ATR au niveau du centre de recherche scientifique et technique en analyses physico-chimique de Bejaia. Les spectres infrarouges ont été enregistrés en mode absorbance dans un domaine de fréquences allant de 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} par simple réflexion interne à partir de l'échantillon directement déposé et pressé sur la surface d'un cristal hémisphérique de silicium.



Figure II.8 : Spectromètre FTIR-ATR

II.4.3- Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique nous permet de mesurer la quantité et la vitesse de variation de masse en fonction de la température. Elle permet d'évaluer la perte de masse ou les variations de phase lorsque les fibres se décomposent [49], se déshydratent ou s'oxydent. L'appareil utilisé est un analyseur thermogravimétrique de type STA 8000 Perkin Elmer au niveau du centre de recherche scientifique et technique en analyses physico-chimique de Bejaia.

Les mesures ont été réalisées selon un balayage en température allant de 25°C jusqu'à 800°C , à une vitesse de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$

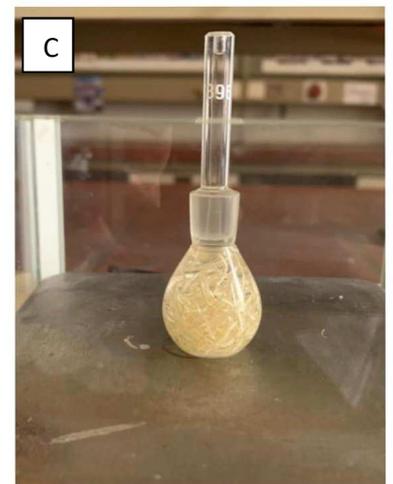
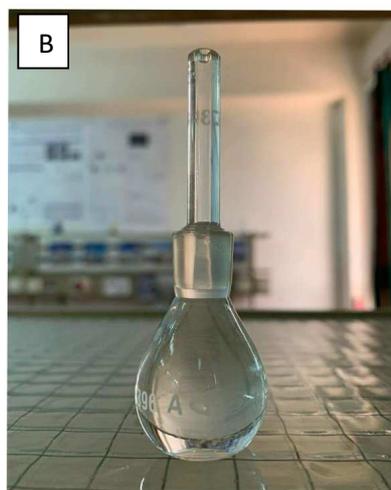
II.4.4- Densité

La méthode pycnométrique est utilisée pour évaluer la densité de la fibre de cactus, de jute et de sisal, en suivant les étapes suivantes :

- Peser le pycnomètre vide (m_0).

- Peser 0,4 pour chaque fibre et l'introduire dans le pycnomètre, puis tarer la balance et peser le pycnomètre et l'échantillon ensemble (m_2).
- Tarer la balance et ajouter de l'éthanol au pycnomètre contenant la fibre, ensuite peser le tout (m_3).
- Vider le pycnomètre, tarer la balance puis remplir le pycnomètre avec l'éthanol et prendre la masse (m_1) lorsque ce protocole est réalisé, la mesure de la densité des fibres des cactus, de jute et de sisal est déterminée selon la relation (II.1) suivant.

$$\text{Densité } (d) = \frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0) - (m_3 - m_2)} \quad (\text{II.1})$$



a) pycnomètre vide
fibre

b) pycnomètre + éthanol

c) pycnomètre + éthanol+

Figure II.9 : Étapes pour déterminer la densité.

II.4.5- Taux d'humidité

Le taux d'humidité joue un rôle crucial en tenant compte des caractéristiques physiques et mécaniques de la fibre, ainsi que de son adhésion à l'interface du composite. Il est facile à déterminer ce paramètre.

Les différents échantillons ont été laissés à l'air libre jusqu'à l'absorption d'humidités durant 72h puis on pèse les échantillons, après 3jours on les met dans l'étuve à 80°C jusqu'à ce qu'ils

aient une masse constante. Enfin, les fibres ont été mises dans la balance pour déterminer le taux d'humidité selon la formule suivante :

$$H (\%) = \frac{m_{humide} - m_{sèche}}{m_{sèche}} \times 100 \quad (\text{II.2})$$

II.4.6- Absorption d'eau

Les tests d'absorption d'eau ont été réalisés selon la norme ASTM D570-98. Des éprouvettes des bio-composites ont été étuvés à 70°C pendant 24h (jusqu'à stabilisation de leurs masses) puis pesés immédiatement à l'aide d'une balance. Les échantillons ont été ensuite immerger dans des bécjers contenant de l'eau distillé puis retirés, essuyés et pesés. Cette opération a été refaite deux fois 24h après ainsi que 48h après. Cedernier est calculé par l'équation suivante :

$$WA = \frac{m_f - m_i}{m_i} \times 100 \quad (\text{II.3})$$

II.4.7-Dureté (Shore D)

L'essai de dureté Shore, la profondeur de pénétration est mesurée par un pénétrateur en acier trempé chargé par ressort, qui pénètre dans le matériau/l'éprouvette. La profondeur de pénétration est une mesure de la dureté Shore, qui est mesurée sur une échelle de 0 Shore (2,5 millimètres de profondeur de pénétration) à 100 Shore (0 millimètre de profondeur de pénétration). [50]

Les mesures de la dureté ont été effectuées 20 fois sur les éprouvettes des différents bio-composites, distant d'au moins 6 mm, à l'aide d'un duromètre de marque MUTITOYO HARDMATIC (japon) de type selon la norme NF ISO 868.



Figure II.10 : Duromètre Shore D

II.4.8- Tests de choc type (Charpy)

Le choc se produit lorsqu'une sollicitation mécanique à grande vitesse et à une énergie élevée est appliquée, ce qui entraîne la rupture d'une éprouvette en un instant. On peut ainsi évaluer la fragilité d'un matériau, cette dernière étant plus synonyme de faible allongement que de faible énergie de dépôt. Un seul choc de percuteur rompt l'éprouvette, qui est supportée comme une poutre en console verticale, dont la ligne de choc est à distance fixe du serrage de l'éprouvette.

Les tests mécaniques de choc ont été effectués sur des échantillons de 5 éprouvettes de 60 mm de longueur, 5 mm de largeur et 2 mm d'épaisseur.



Figure II.11 : Machine de choc.

II.4.9- Test de traction

Des essais mécaniques de traction sont généralement réalisés en introduisant une éprouvette dans une machine de traction universelle. C'est un appareil constitué d'une base plane et d'un piston hydraulique qui se déplace perpendiculairement à cette base. Il y a également des mâchoires sur le piston et la base (hydrauliques ou manuelles). Leur position est telle que leurs axes sont parallèles à ceux du piston. Une fois que l'éprouvette est introduite dans les mâchoires, le piston est déplacé de manière verticale et les dents sont collées sur l'éprouvette afin de mesurer les déformations qui interviennent dans le calcul des propriétés mécaniques.

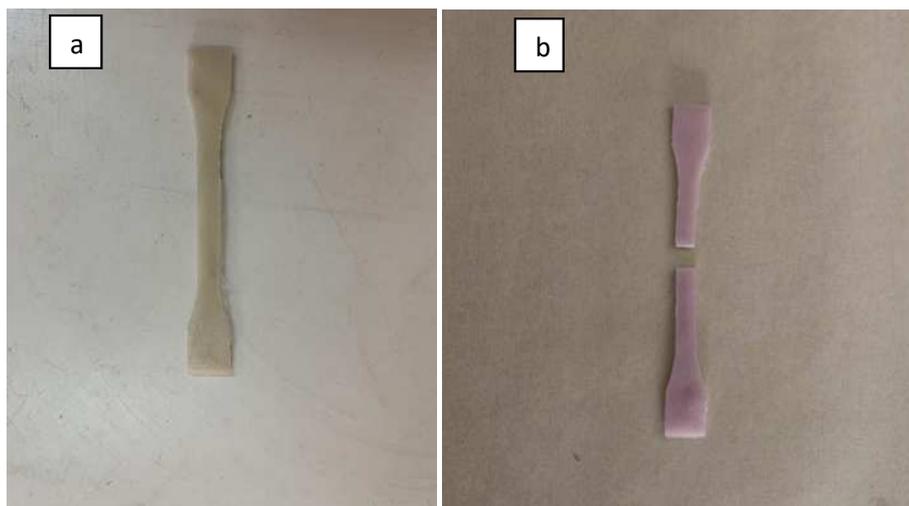
Ainsi, une fois que l'éprouvette est introduite dans les mâchoires, le piston est déplacé de manière verticale et les dents sont collées sur l'éprouvette afin de mesurer les déformations qui interviennent dans le calcul des propriétés mécaniques.

Le test de traction mécanique implique l'application d'une force F sur un échantillon du matériau d'étude et la mesure de l'allongement correspondant Δl , ou bien l'inverse, imposer l'allongement Δl et mesurer la force F .

Les tests de traction ont été effectués en utilisant une machine universelle ZwickISO527 à l'université de Boumerdes. Les tests mécaniques de traction ont été effectués sur des échantillons de 5 éprouvettes de 40 mm de longueur, 5 mm de largeur et 2 mm d'épaisseur pour chaque formulation développée.



Figure II.12 : Machine de traction



- a) éprouvette avant le test mécanique en traction b) éprouvette après le test mécanique en traction

Figure II.13 : Éprouvette avant et après rupture.

Chapitre III :

Résultats et discussion

III.1- Caractérisation des fibres de jute, fibres de sisal et fibres de cactus

III.1.1- Diffraction des rayons X (DRX)

L'observation des différents spectres obtenus par la DRX des fibres jute, fibres de sisal et fibres de cactus sont illustrés en figure III.1.

Les fibres jute et fibres sisal présentent trois pics fondamentaux aux angles $2\theta = 16,71^\circ$, $22,76^\circ$ et $34,86^\circ$ qui correspondent aux plans cristallographiques (110), (002) et (004), respectivement. Ces pics sont attribués à la cellulose I [51]. Les fibres de cactus présentent des pics moins intenses et plus larges, suggérant une cristallinité plus faible

L'indice de cristallinité des fibres de jute, fibres de sisal et fibres de cactus est rapporté dans la figure III.2. On obtient un taux de cristallinité des fibres de jute plutôt important, ce qui revient à sa structure organiser et sa teneur en cellulose, comparé aux fibres de sisal et aux fibres de cactus qui correspondent à 70,5, 63,1 et 41,3% respectivement.

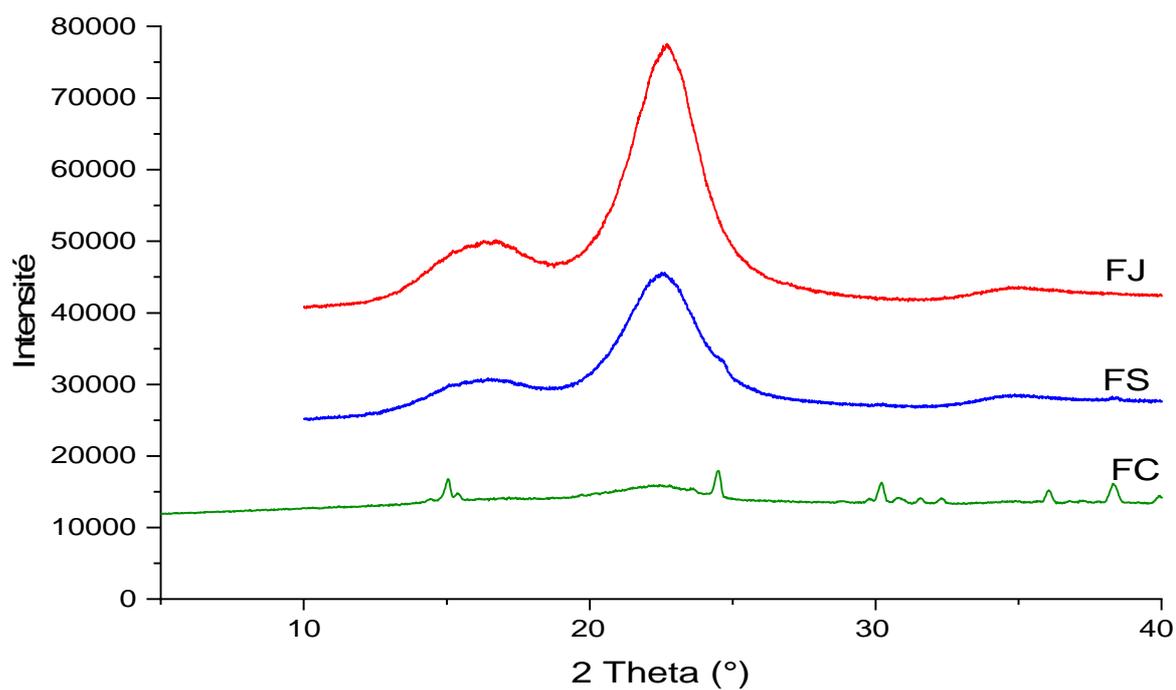


Figure III.1 : Spectres de diffraction des fibres jute, sisal et cactus

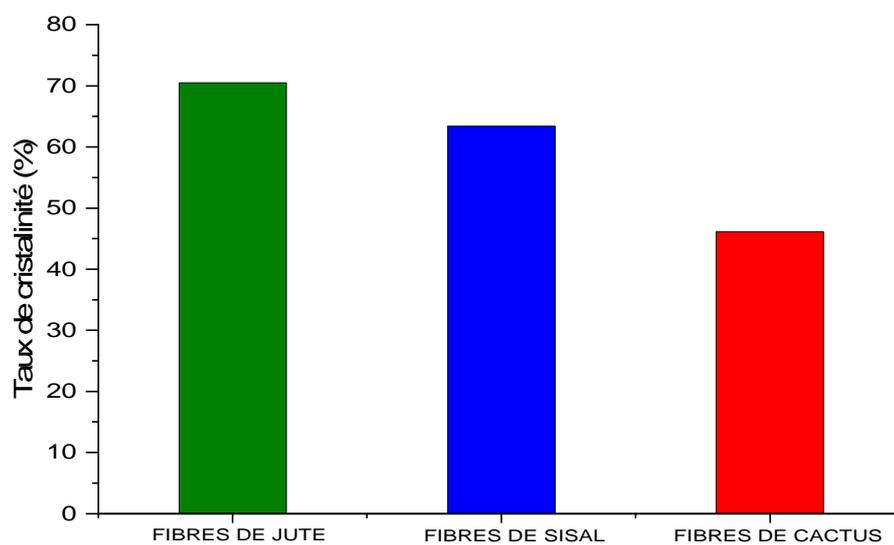


Figure III.2 : Indices de cristallinité des fibres de jute, fibre de sisal et fibre de cactus

III.1.2- Analyse thermique par ATG/DTG

La Figure III.3 montre le comportement thermogravimétrique ATG (a) et DTG (b) des trois fibres (jute, sisal et cactus). . Sur ces courbes, nous avons distingué des domaines de températures qui correspondent aux étapes distinctes de la dégradation thermique des fibres qui sont observables lors de la montée en température.

Généralement, dans un matériau lignocellulosique soumis à un programme de montée en température, les hémicelluloses se décomposent généralement les premières, suivies par la cellulose et la lignine. Ces réactions ont lieu essentiellement dans la région amorphe des fibres et continuent à se produire jusqu'à ce que le degré de polymérisation devienne constant.

En raison de leur composition chimique, chaque composant (cellulose, hémicelluloses et lignine) réagit de manière différente lors de la dégradation thermique. Après une première perte de masse entre la température ambiante et 80°C associée à l'évaporation de l'eau [52], qui est associée à la nature hydrophile des fibres, on observe que la dégradation thermique des trois fibres est un processus en trois étapes :

- Le processus de dégradation à faible température (100-280°C), associé à la dégradation d'hémicellulose.
- Le processus de dégradation à haute température (280-400 °C), dû à la dégradation de la cellulose.
- La lignine se dégrade avec une cinétique plus lente que les autres constituants.

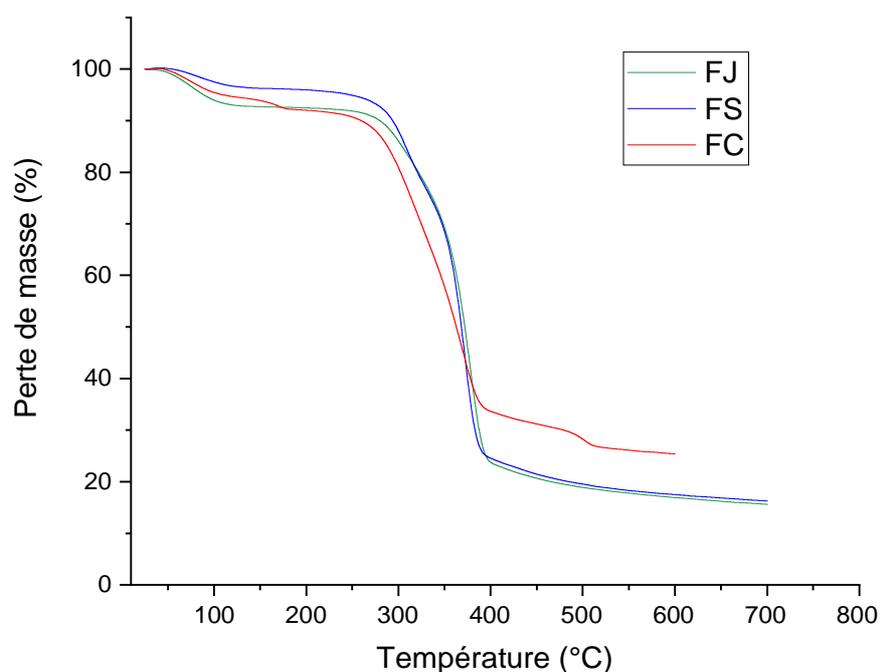


Figure III.3 : Thermogrammes ATG des fibres de jute, sisal et cactus.

- Fibres de Jute : Une perte de masse initiale significative suivie d'une décomposition importante autour de 300-350°C indique une forte teneur en cellulose.
- Fibres de Sisal : Des caractéristiques similaires au jute, mais les variations dans les étapes de décomposition peuvent indiquer des différences dans la composition en hémicellulose et lignine.
- Fibres Cactus : Une perte de masse plus progressive et moins marquée peut indiquer une teneur plus élevée en composés amorphes et non-cellulosiques.

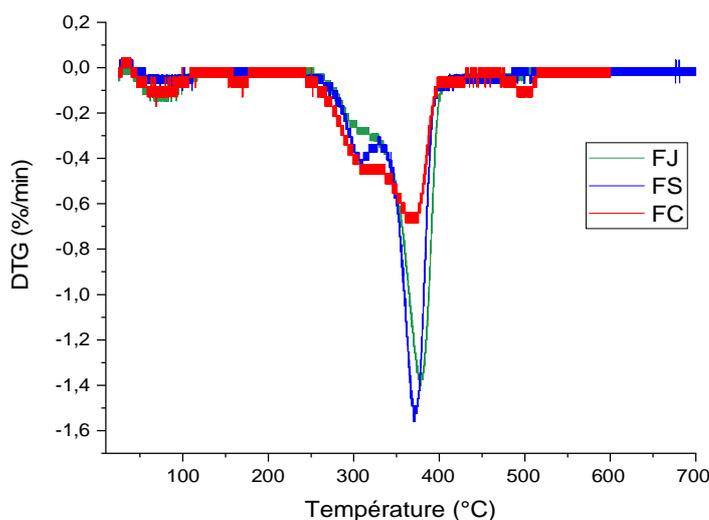


Figure III.4 : Thermogrammes DTG des fibres de jute, sisal et cactus

III.1.3- Taux d'humidité

La figure III.5 présente la variation du taux d'humidité des fibres de jute, sisal et cactus. D'après les résultats obtenus, il ressort que la fibre sisal présente une plus forte affinité pour l'eau, que les fibres de jute et de cactus, en effet Les fibres avec une structure plus poreuse ont une plus grande surface spécifique et peuvent absorber et retenir plus d'eau.

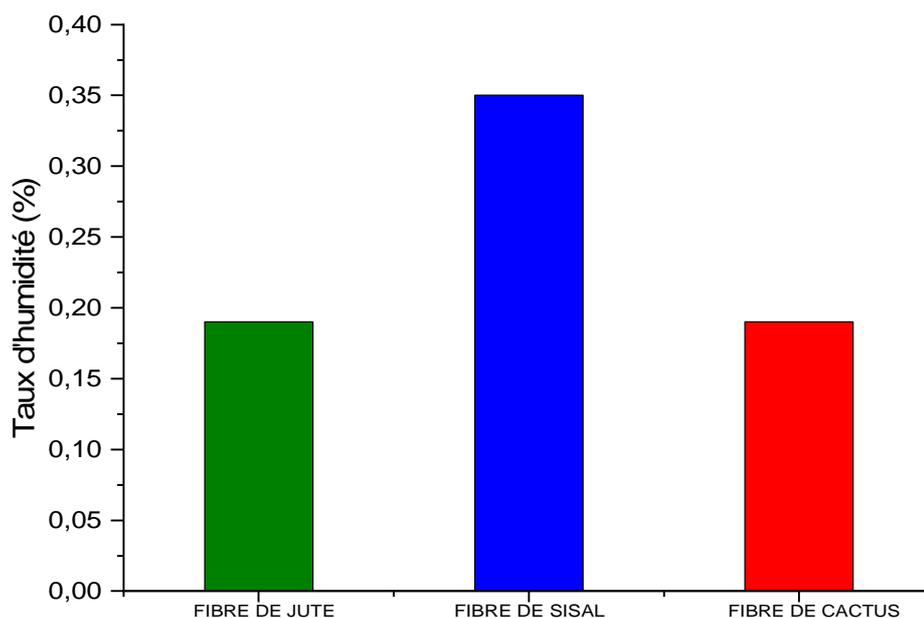


Figure III.5 : Taux d'humidité de la fibre jute, sisal et cactus

III.1.4- Densité

La méthode psychométrique a été utilisée pour évaluer la densité des fibres de jute, sisal et cactus dont les résultats sont présentés dans le tableau III.1.

Tableau III.1 : Résultats de détermination des fibres de jute, de sisal et de cactus

Échantillons	Densité (g/cm ²)	Écart type
Fibres de jute	1,2	0,22
Fibres de sisal	1,5	0,08
Fibres de cactus	1.0	0,03

D'après le tableau III.1, la densité des fibres de cactus est au voisinage de 1 g/cm³. La densité des fibres de cactus est relativement proche de celle des fibres de chanvre qui se situe entre 0.9 et 1 g/cm³.

En revanche, les fibres de cactus sont caractérisées par une faible densité par rapport aux autres fibres végétales connues, à savoir les fibres de Sisal et jute. La densité des fibres de sisal est de l'ordre de 1.5 g/cm^3 [85], et celle de fibres de jute est de l'ordre de 1.2 g/cm^3 .

D'après les résultats obtenus, les fibres de cactus se caractérisent par une faible densité par rapport aux fibres de sisal et de jute.

III.2- Caractérisation des bio-composites PHBV/fibres végétale et l'ajout du comptabilisant PHBV-g-MA et EBA-g-MA

III.2.1- Analyse par IRTF-ATR

L'analyse ATR-IR permet de caractériser les interactions chimiques entre la matrice PHBV et les différentes fibres végétales (jute, sisal, et cactus) dans les bio-composites. La figure III.8 illustre les résultats de cette analyse pour les bio-composites PHBV/fibres de jute, PHBV/fibres de sisal, et PHBV/fibres de cactus.

On observe sur le spectre IRTF-ATR des biocomposites à matrice PHBV, la présence d'une bande intense, centrée à 1720 cm^{-1} attribuée à la liaison $\text{C} = \text{O}$ en mode d'élongation caractéristique de la fraction cristalline du PHBV. On note également l'apparition de deux bandes d'absorption centrées à 1453 et 1379 cm^{-1} , attribuées aux vibrations d'élongation des groupements $-\text{CH}$. De plus, les bandes d'absorption localisées vers 1282 , 1126 , 1053 et 1044 cm^{-1} correspondent aux bandes d'élongation des fractions cristallines des ponts éthers C-O-C . La bande détectée vers 1188 cm^{-1} est due aux vibrations d'élongation de la partie amorphe des groupements éthers C-O-C [60]. Le spectre IRTF-ATR des biocomposites montre également deux bandes d'absorption centrées à 980 cm^{-1} et 895 cm^{-1} de forte intensité, qui sont affectés aux liaisons C-C et CH_3 et la bande cristallin C-O-C , respectivement. On remarque que les spectres IRTF des biocomposites sont similaires à celui du PHBV [21].

La différence observée entre les biocomposites et le PHBV vierge c'est que on retrouve les mêmes bandes mais avec seulement des décalages vers des fréquences différentes et une petite différence au niveau d'intensité. Ces résultats indiquent que l'ajout des fibres n'a pas d'effet significatif sur la structure chimique du PHBV.

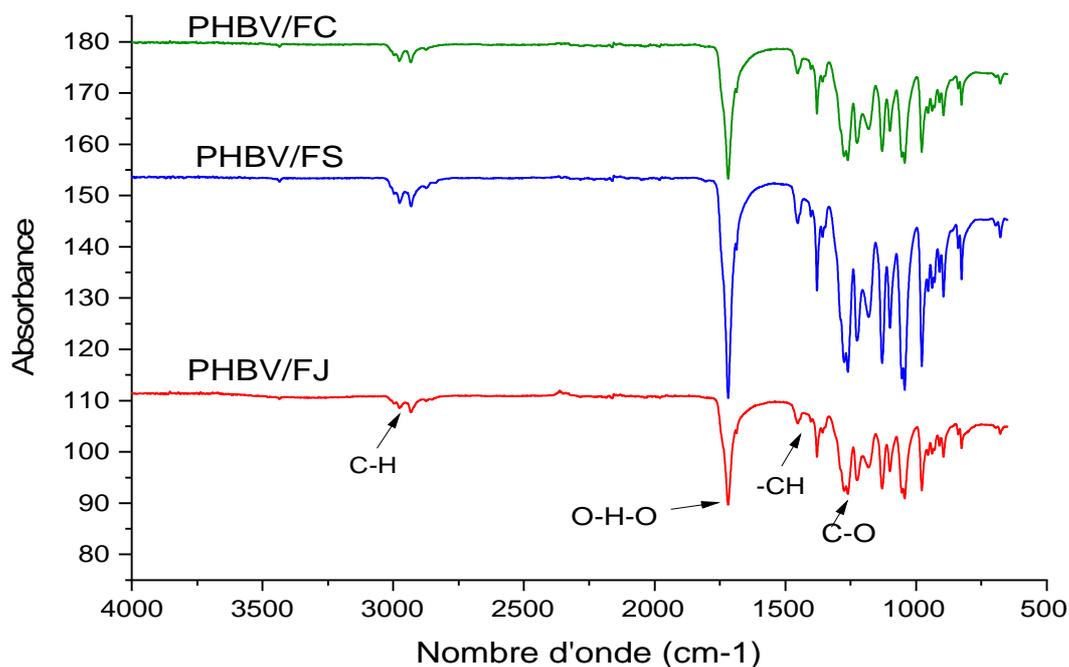


Figure III.6 : Spectres IRTF-ATR des bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC

III.2.2- Diffraction des rayons X (DRX)

La Figure III.7 présente les diffractogrammes DRX du PHBV vierge et des composites PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA.

D'après l'analyse des spectres obtenus par la DRX du PHBV vierge et PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA, montrent la présence des pics caractéristique du PHBV. Leurs positions restent inchangées, ce qui indique que y'a pas eu de changement dans la structure cristalline. Autrement dit, l'ajout de la fibre ainsi que l'effet du comptabilisant n'influe pas sur la nature de la phase cristalline du PHBV.

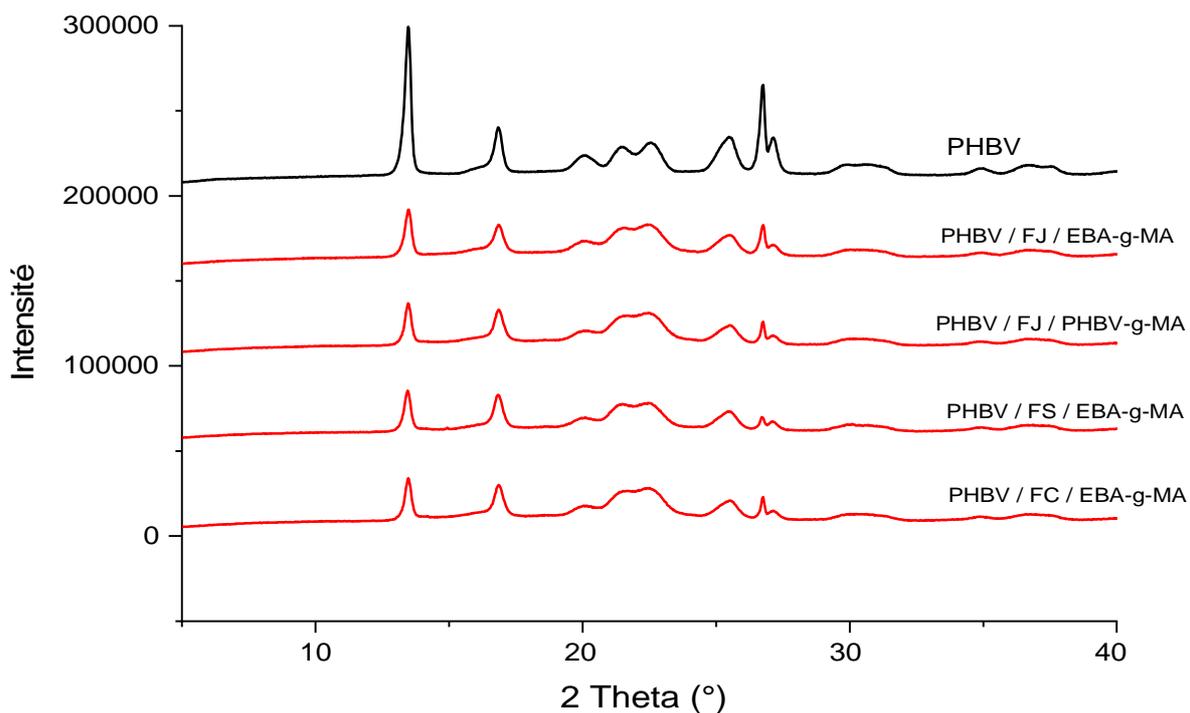


Figure III.7 : Spectres de diffraction X du PHBV et des bio-composites PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA

La figure III.8 présente le taux de cristallinité du PHBV et des bio-composites PHBV/FJ/PHBV-g-A, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA.

D'après les résultats de la figure II.8, l'indice de cristallinité a augmenté avec l'ajout des comptabilisant dans les biocomposites. Paoli et al 2008 [54] attribuent cette augmentation à l'effet de transcristallinité (cristallinité fournie par les fibres).

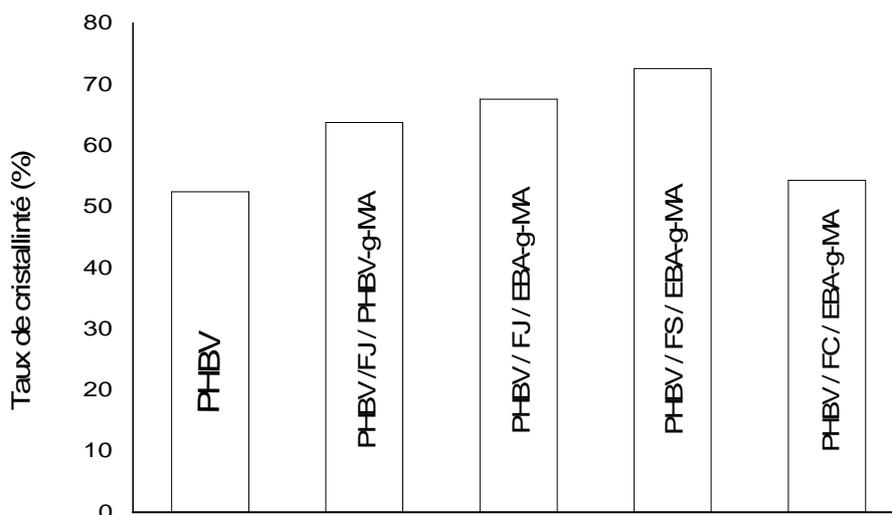


Figure III.8 : Indice de cristallinité du PHBV et des bio-composites PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA

III.2.3- Taux d'absorption de l'eau

La figure III.9 montre l'évolution du taux d'absorption d'eau du PHBV et des bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC. La plus faible augmentation a été enregistrée pour le PHBV vierge ce qui explique son caractère hydrophobe. On constate que les bio-composites élaborés PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC présentent les trois le même profil d'absorption c'est-à-dire une forte augmentation du taux d'absorption de l'eau après 24h mais encore plus après 48h. Généralement l'absorption d'eau croît avec le temps d'immersion jusqu'à atteindre l'état d'équilibre. Quand la teneur de la fibre augmente, le nombre de groupe OH libre de la cellulose croît, d'où l'augmentation d'absorption d'eau [55].

Après l'ajout des agents de couplage (PHBV-g-MA et EBA-g-MA) (figure III.10), on remarque une diminution de l'absorption d'eau. Cette réduction peut être attribuée à une augmentation de l'adhésion interfaciale qui réduit l'accumulation d'eau dans les espaces interfaciaux et empêche l'eau de pénétrer à travers les fibres.

De plus, Nachtigall et 2007 [56] ont rapporté que l'agent comptabilisant améliore la compatibilité entre la fibre et la matrice en établissant des liaisons entre le groupe hydroxyle de la surface de la fibre et le groupe fonctionnel de l'agent de couplage, empêchant la fibre cellulosique de se lier avec l'eau, ainsi limitant le taux d'absorption.

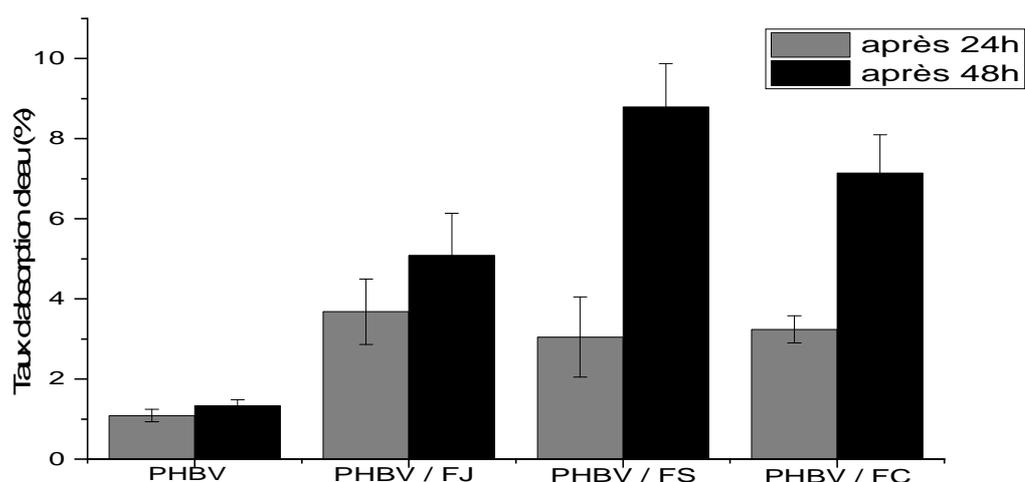


Figure III.9 : Absorption d'eau du PHBV et les bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC

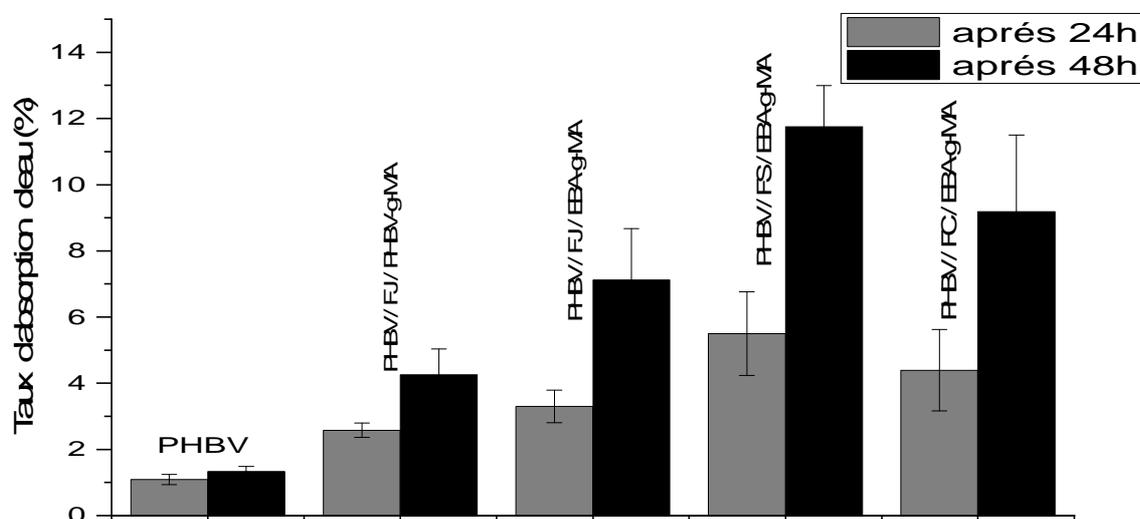


Figure III.10 : Absorption d'eau du PHBV et les bio-composites PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA

III.2.4- Taux d'humidité

La figure III.12 présente les résultats obtenus du taux d'humidité de PHBV et les bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC. Les résultats montrent une forte augmentation

du taux d'humidité des bio-composites par rapport au PHBV vierge qui a un faible taux d'humidité, cela revient aux groupes hydroxyles (-OH) dans la structure cellulosique des fibres végétales jute, sisal et cactus. Ces groupes sont hydrophiles et attirent facilement l'eau, augmentant ainsi le taux d'humidité du composite. Cette augmentation de l'humidité peut affecter les propriétés mécaniques et la durabilité du composite [57].

PHBV/fibres de jute a un taux d'humidité de 1,15 %, plus élevée que PHBV/fibres de cactus (1,13%) mais encore plus élevée que PHBV/fibres de sisal (1%). Cela indique que le jute peut être plus hydrophile que le cactus et le sisal.

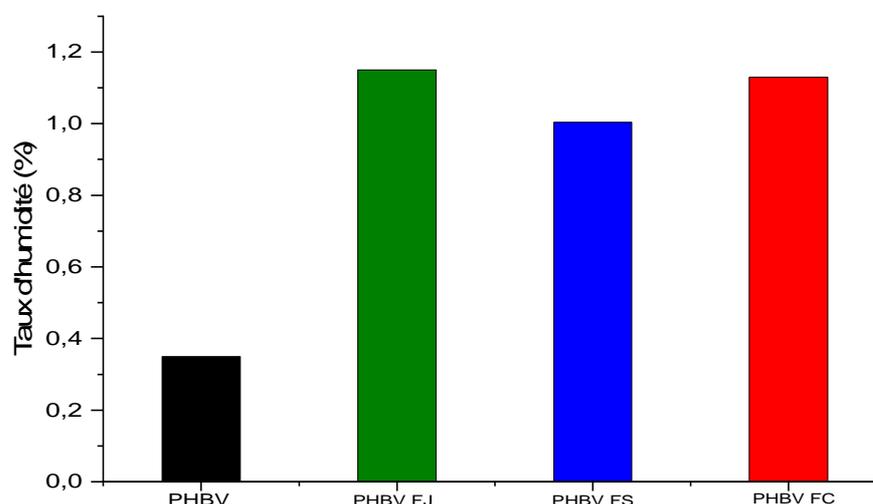


Figure III.11 : Taux d'humidité du PHBV et les bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC

La figure III.12 montre le taux d'humidité de PHBV et les bio-composites PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA.

L'histogramme montre clairement l'efficacité des comptabilisant à réduire le taux d'humidité dans les composites à base de PHBV et des fibres de jute, des fibres de sisal et des fibres de cactus. Cela est probablement dû à des interactions chimiques entre les groupes hydroxyle des fibres et de MA du comptabilisant réduisant les interactions de la charge avec

les molécules d'eau comme il est illustré sur la Figure. Cela revient aussi au pouvoir des comptabilisant à modifier la surface des fibres végétales, les rendant moins hydrophiles. Par exemple, ils peuvent réagir avec les groupes hydroxyles des fibres, réduisant ainsi leur capacité à absorber l'eau. Ainsi une amélioration de l'adhésion entre les fibres végétales et la matrice. On remarque que le comptabilisant EBA-g-MA réduit encore plus l'humidité de que le PHBV-g-MA, probablement en raison de sa meilleure compatibilité chimique et de sa capacité à rendre les fibres végétales moins hydrophiles.

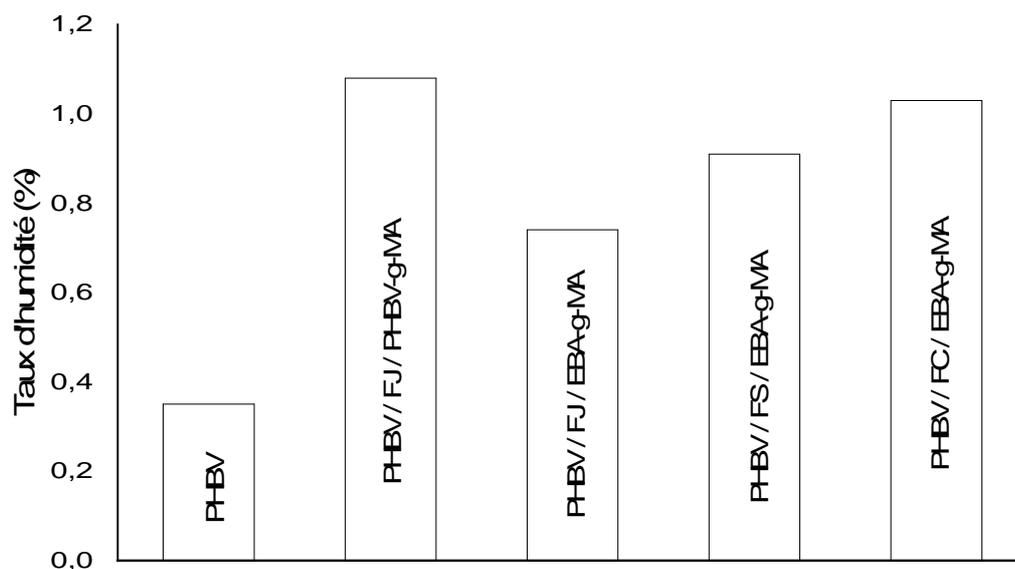


Figure III.12 : Taux d'humidité du PHBV et les bio-composites PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA

III.2.5- Tests au choc (Charpy)

Les variations de la résistance à l'impact Charpy pour PHBV et les mélanges PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC sont illustrés dans la figure III.13. D'après cette dernière y'a une diminution de la résistance à l'impact pour tous les bio-composites, ça revient à l'augmentation de la rigidité de matériau, ainsi qu'aux défauts présent à l'interface charge/matrice autrement dit le matériau devient plus fragile [17]. De la figure III.14, on constate que l'incorporation du comptabilisant EBAGMA pour les bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC ainsi que le comptabilisant PHBV-g-MA au bio-composite PHBV/FJ, fournis des bio-composites avec une résistance à l'impact plus élevé, elle s'explique par une amélioration de l'interface, permettant ainsi une adhésion interfaciale. En autre terme, le bio-

composite PHBV/FJ/EBA-g-MA a révélé une meilleure absorption d'énergie au choc par rapport aux autres biocomposites.

Ces résultats mettent en évidence que l'incorporation de 5% de PHBV-g-MA et ou EBA-g-MA augmente la résilience des matériaux. En effet, l'amélioration apportée par l'incorporation des agents de couplage est susceptible d'être attribuée à l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre la charge et la matrice résultant de deux effets: d'une part, les groupements anhydride maléique de l'agent compatibilisant, interagissent chimiquement avec la charge par la formation de liaisons covalentes avec les groupements hydroxyle sur la surface des fibres. D'autre part, la longue chaîne moléculaire des agents de couplages est responsable des enchevêtrements de chaînes avec la matrice PHBV non-polaire, améliorant ainsi la compatibilité entre la charge et la matrice. Par conséquent, l'énergie de surface au sein du matériau est améliorée. Cette énergie est directement liée à un accroissement de l'adhésion interfaciale entre les composés après incorporation des agents de couplage.

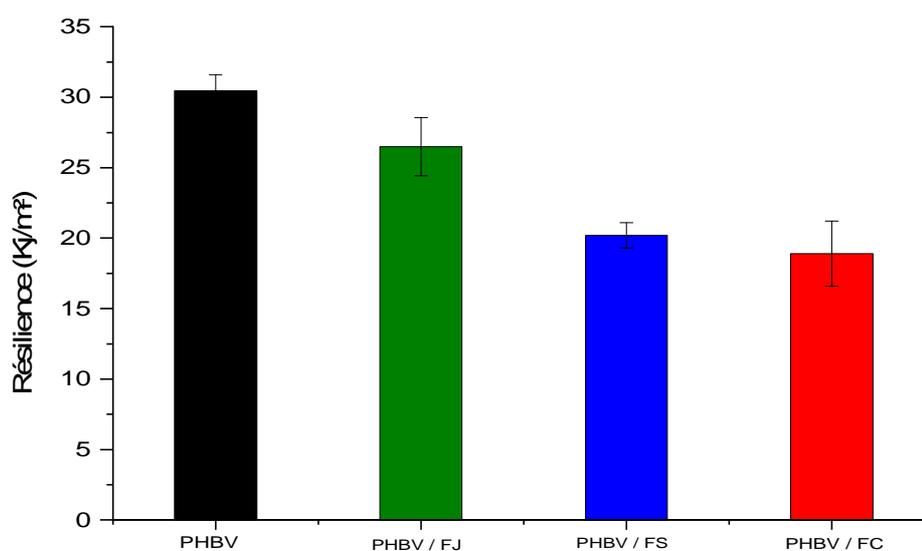


Figure III.13 : Variations de la résistance Charpy de PHBV et des bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC

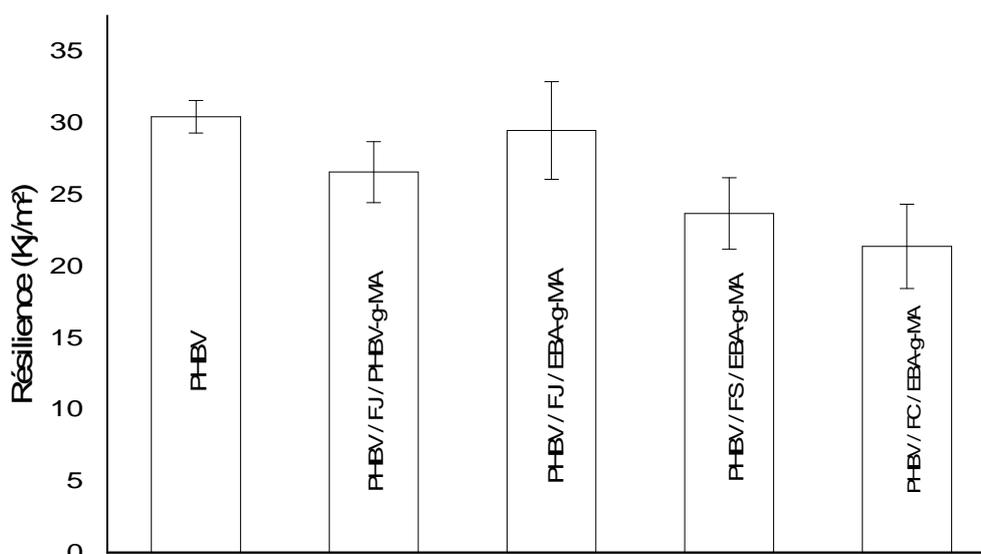


Figure III.14 : Variations de la résistance Charpy de PHBV et des bio-composites PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA

III.2.5- Dureté Shore D

La dureté Shore D indique la résistance de la surface du matériau à la pénétration. La figure III.15 montre les résultats du test de dureté Shore D de PHBV et des bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC. Les résultats de la dureté Shore D ont indiqué que l'incorporation des fibres de jute et des fibres de cactus dans la matrice PHBV a abouti à une diminution de la dureté cela revient à deux points, premièrement la mauvaise adhésion FIBRES/MATRICE. En deuxième lieu la mauvaise distribution des fibres de jute, de cactus dans la matrice PHBV, cela peut créer des zones non homogènes qui affectent les propriétés mécaniques, y compris la dureté. Concernant le bio-composite PHBV/FS, on constate une augmentation de la dureté, ce qui est probablement lié à la rigidité des bio-composites par le pouvoir du renfort [17].

La figure III.16 illustre les résultats du test de dureté Shore D de PHBV et des bio-composites PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA. L'incorporation du comptabilisant PHBV-GMA dans le mélange PHBV/FJ a entraîné l'augmentation de la dureté Shore D, ce qui indique que l'ajout du PHBV-g-MA améliore l'adhésion entre les fibres de jute et la matrice de PHBV en introduisant des groupes époxy réactifs qui interagissent avec les groupes hydroxyles des

fibres. Ainsi que l'interaction chimique entre PHBV-g-MA et les fibres de jute peut réduire la phase amorphe du polymère en favorisant une organisation moléculaire plus ordonnée. Cette augmentation est interprétée selon Wang et al 2003 [53] par la bonne dispersion de la fibre dans la matrice avec la diminution des vides et une plus forte adhésion interfaciale fibre-matrice [58] [59].

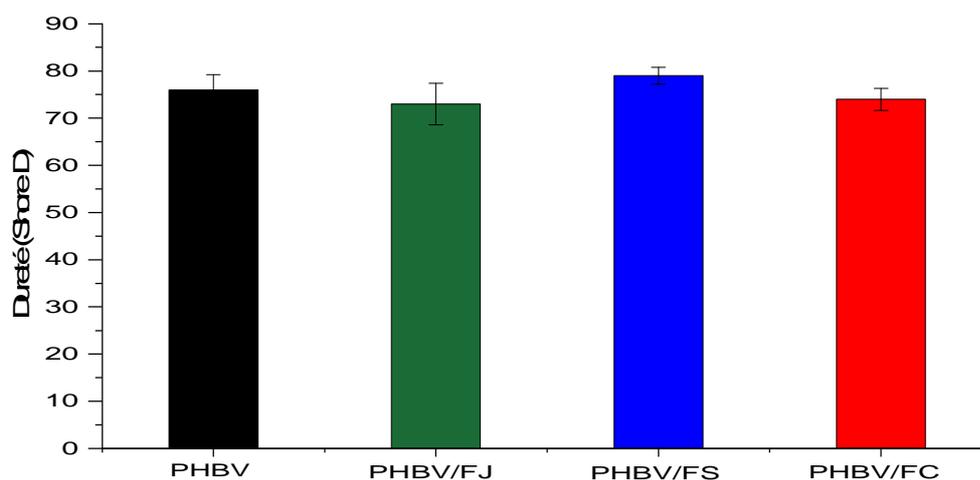


Figure III.15 : Dureté Shore D de PHBV et les bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC

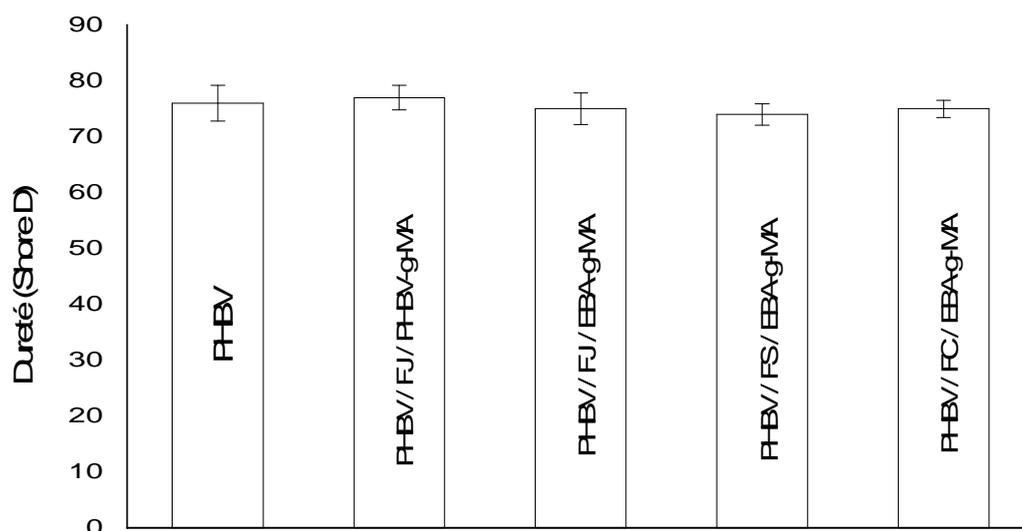


Figure III.16 : Dureté Shore D de PHBV et des bio-composites PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA

III.2.6- Tests mécaniques en traction

Le test de traction est aussi utilisé pour caractériser les propriétés mécaniques des biocomposites élaborés. Cela nous a donné la possibilité de mesurer le comportement d'un matériau face à une contrainte, ce qui se manifeste par le module d'Young, l'allongement et la contrainte à la rupture. Grâce à ces tests, il est possible de mettre en relation les contraintes et les déformations, ainsi que de déterminer la nature du matériau (rigide ou flexible).

Le tableau III.2 présente les résultats obtenus lors du test de traction, L'incorporation de fibres végétales dans une matrice de PHBV a un impact significatif sur les propriétés mécaniques des bio-composites résultants. Les fibres végétales, grâce à leur haute résistance et leur rigidité intrinsèque, agissent comme des renforts qui augmentent le module d'Young ainsi que la contrainte à la rupture du matériau composite.

Tableau III.2 : Résultats des tests mécaniques en traction de PHBV et des bio-composites PHBV/FJ, PHBV/FS et PHBV/FC

Formulation	Module d'Young (MPa)	Contrainte maximale (MPa)	Allongement à la rupture (%)
PHBV	3069 ± 77	21,8 ± 2,55	2,3 ± 0,28
PHBV/FJ	4643 ± 82	29,5 ± 3,12	1,32 ± 0,25
PHBV/FS	4370 ± 76	25,26 ± 3,18	1,14 ± 0,29
PHBV/FC	3268 ± 90	15,33 ± 2,34	0,67 ± 0,13

La contrainte maximale présente de différents résultats pour chaque composite, en premier lieu, on a les bio-composites PHBV/FJ et PHBV/FS qui présente une augmentation de la contrainte, ce qui indique une meilleure dispersion et une distribution uniforme des fibres dans la matrice qui aide à distribuer les contraintes de manière plus homogène. En deuxième lieu, le biocomposite PHBV/FC présente quant à lui une diminution de la contrainte cela s'explique à une faible adhésion fibres de cactus et PHBV, des vides et des fissures peuvent se former aux interfaces, ce qui réduit la contrainte maximale.

Vilaseca et al 2010 [60] ont étudié les propriétés mécaniques de polypropylène renforcé par la fibre d'abaca en présence de PP-g-MA avec des teneurs de 2; 4; 6 et 8%. L'addition de l'agent de couplage a amélioré la résistance à la traction. Concrètement, l'addition de 6 % de PP-g-MA a augmenté la résistance à la traction de 28%, 63% et 76%, respectivement pour des composites contenant 20; 30 et 40 % en renfort. Ceci est attribué à une interaction plus forte entre la fibre et la matrice, due à une liaison d'estérification produite par la réaction chimique des groupes hydroxyle de la fibre et des groupes d'anhydride de l'agent comptabilisant PP-g-MA.

Cependant, cette amélioration est souvent accompagnée d'une diminution de l'allongement à la rupture, Selon Ismail 2005 [61], la rigidité et la fragilité des composites croissent avec l'augmentation du taux de charge, ce qui réduit l'élasticité des composites et mène à abaisser l'allongement à la rupture. En raison de la rigidité des fibres. Le tableau III.2 et le tableau III.3, montre une diminution par rapport au PHBV vierge ça revient aux interfaces entre les fibres et la matrice qui agissent comme des points de concentration de contraintes. Sous une charge, ces interfaces peuvent se fissurer plus facilement, réduisant la capacité du composite à s'étirer avant de se rompre. Ainsi à la dispersion inhomogène des fibres dans la matrice qui peut créer des zones faibles, conduisant à une rupture prématurée sous tension.

Tableau III.3 : Résultats des tests mécaniques en traction de PHBV et les biocomposites PHBV/FJ/PHBV-g-MA, PHBV/FJ/EBA-g-MA, PHBV/FS/EBA-g-MA et PHBV/FC/EBA-g-MA

Formulation	Module d'Young (MPa)	Contrainte maximal (MPa)	Allongement à la rupture (%)
PHBV	3069 ±77	21,8 ±2,55	2,3 ±0,28
PHBV/FJ/PHBV-g-MA	5505 ±67	41,6 ±3,46	1,16 ±0,29
PHBV/FJ/EBA-g-MA	4224 ±103	23,86 ±2,82	1 ±0,18
PHBV/FS/EBA-g-MA	4326 ±69	15,33 ±0,15	0,67 ±0,09
PHBV/FC/EBA-g-MA	4481 ±71	25,01 ± 3,02	1,03 ±0,15

Conclusion

Le travail réalisé dans cette étude avait pour objectif d'élaborer par voie fondue des biocomposites à base de PHBV renforcé de trois types de fibres végétales (Cactus , sisal et jute) à une teneur en charge de 20 % massique. L'effet de l'ajout des agents de couplage (PHBV-g-MA et EBA-g-MA) sur les propriétés des biocomposites élaborés a été évalué par plusieurs techniques.

Au terme de cette étude et sur la base des résultats obtenus avec les différentes techniques, nous avons pu tirer les conclusions suivantes:

L'analyse IRTF des biocomposites comparés avec celle du PHBV vierge n'a montré aucune nouvelle bande d'absorption, ce qui n'indique aucun changement dans la structure chimique de la matrice apportée par l'ajout des fibres végétales.

La caractérisation structurale par diffraction des rayons X a permis de constater que l'incorporation des fibres végétales dans la matrice PHBV engendre une augmentation de la cristallinité des biocomposites. L'analyse DRX a permis aussi de montrer que l'incorporation du PHBV-g-MA et EBA-g-MA a renforcé l'augmentation du taux de cristallinité des biocomposites.

Le taux d'absorption d'humidité des biocomposites PHBV/fibres de jute était inférieur par rapport aux biocomposites PHBV/fibres de cactus et PHBV/fibre de sisal. La nature hydrophylque des trois fibres jute, sisal et cactus sont responsables de l'augmentation du taux d'absorption d'eau des biocomposites. La présence des agents de couplage (PHBV-g-MA et EBA-g-MA) dans les biocomposites a diminué le taux d'humidité des matériaux en raison des interactions charge-matrice résultantes probablement de la formation de liaisons covalentes entre les groupes MA et les groupes hydroxyles des fibres.

Les biocomposites à base de PHBV chargé de fibres végétales obtenus présentent des propriétés mécaniques améliorées comparativement au PHBV non chargé, et cette amélioration est encore plus nette en présence des agents de couplage. Ces résultats révèlent que la présence des agents de couplage favorise une bonne dispersion des charges conduisant à de meilleures propriétés mécaniques.

L'interface charge/matrice joue un rôle déterminant sur les propriétés finales des biocomposites. Des méthodes physiques et chimiques, dont l'objectif est de rendre compatible la charge polaire et la matrice apolaire peuvent être utilisées pour optimiser cette interface

Perspectives

Plusieurs autres aspects méritent d'être approfondis :

- Il apparaît indispensable de compléter l'étude avec d'autres techniques de caractérisation (MEB, MET, ATG, etc.).
- L'utilisation de différentes fractions de charges serait pertinente dans de futures recherches pour déterminer les limites de performances des composites.
- Élaborer des matériaux avec différents taux de charges en fibres.
- Il en sera indispensable de mener une étude de la biodégradation de ces matériaux.

Références bibliographiques

- [1] : Rutot D, Dubois P. Les (bio) polymères biodégradables: l'enjeu de demain? *Chimie nouvelle*.2004;86:66-75
- [2] : Carli LN, Crespo JS, Mauler RS. PHBV nanocomposites based on organomodified montmorillonite and halloysite: The effect of clay type on the morphology and thermal and mechanical properties. *Compos Part A ApplSciManuf* 2011;42:1601–8.
- [3] : (Chap I.PDF (univ-biskra.dz)) (Que sont les composites ? - RICQ)
- [4] : (Mostar Abdessamed, « Influence des ajouts de fins minérales sur les performances mécaniques des bétons renforcés de fibre végétale de palmier dattier », mémoire de Magister, option génies civil, Université de KasdiMerbah-Ouargla, novembre (2006).
- [5] : (Seyni, Abdoulaye. « Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par Co-broyage. PhD», Institute National Polytechnique de Toulouse,(2008)
- [6] : (Jan-Anders E. Månson, « Matériaux composites à matrice organique : constituants, procédés, propriétés », Pierre-Étienne Bourban, Leif Carlsson,(2004).
- [7] : (Kechaou, « Corrélation entre propriétés diélectriques et mécaniques de composites à matrice époxyde renforcée par des fibres de verres E », (2003).
- [8] : (Jules.E.J. J, « couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites thermodurcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis diélectrique », école nationale supérieure d'arts et métiers, (2001).
- [9] : (Hans-Henning Kausch, Nicole Heymans, Christopher John Plummer, Pierre Decroly, « Matériaux polymères : Propriétés mécaniques et physiques », *Traité des Matériaux*, Presses Polytechniques et Université ROMANDES, (2001).
- [10] : Franck Michaud, « RHÉOLOGIE DE PANNEAUX COMPOSITES BOIS/THERMOPLASTIQUES SOUS CHARGEMENT THERMOMÉCANIQUE : Aptitude au postformage » (2003).

- [11] : Bl. Jean-Marie, Matériaux composites comportement mécanique et analyse des structures, 4eme édition, p1-63, Lavoisier, (2005).
- [12] : Saber Benferdi, « Caractérisation du comportement micromécanique d'un matériau composite par différentes approches mathématiques », mémoire de Magister, Université MENTOURI Constantine (2010).
- [13] : CHIKH, Amirouche. Étude des mélanges PHBV/PBS et des mélanges hybrides PHBV/PBS/sépiolite : préparation, caractérisation physico-mécanique et durabilité.(2018). Thèse de doctorat. Lorient
- [14] : (K. Borchani. « Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'alfa ». Thèse de doctorat. École nationale d'ingénieurs de Sfax (Tunisie) (2016.)
- [15] : « Élaboration et caractérisation de nano composite à matrice polymère : Approche expérimentale », thèse de doctorat. Auteurs et année
- [16] : Y.S. Salim, A.A.-A. Abdullah, C.S.S.M. Nasri, M.N.M. Ibrahim, Biosynthesis of poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) and characterisation of itsblendwithoil palm empty fruit bunchfibers, Bioresour. Technol. 102 (2011) 3626–3628.
- [17] : HASSAINI, Leila. Étude de la Morphologie et des Propriétés de Biocomposites Poly (3-Hydroxybutyrateco-3-Hydroxyvalerate) (PHBV)/Farine de Grignonsd'Olive. (2016). Thèse de doctorat. Lorient.
- [18] : BEN MEZIANE Hayat, DJEMAOUNE Lynda. Etude des Composites à base de Poly (3-Hydroxybutyrate-co-3Hydroxyvalérate) (PHBV) /Alfa et Cellulose. (2014).
- [19] : Alexandra Langford, Clément Matthew Chan, Steven Pratt Christopher J. Garveyb Bronwyn Laycock, (2019) La morphologie de la cristallisation des mélanges de copolymères PHBV/PHBV, pages 104-119
- [20] : David SEDAN, « Étude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite », Thèse de doctorat, l'Université de Limoges, (2007).

- [21] : NENONEN Amen Yawo, Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage. Thèse de doctorat. L'institut national polytechnique de Toulouse, juillet (2009).
- [22] : SAAD, Houda. Développement de bio-composites à base de fibres végétales et de colles écologiques. (2013). Thèse de doctorat. Pau.
- [23] : Paul SA, Joseph K, Mathew G, Pothen LA, Thomas S. Influence of polarity parameters on the mechanical properties of composites from polypropylene fibre and short banana fibre. *Compos: Part A – Appl Sci Manuf* (2010);41(10): 1380–7.
- [24] : Li X, Panigrahi S, Tabil LG, Crerar WJ. Flax fibre reinforced composites and the effect of chemical treatments on their properties. In: *Proc CSAE/ASAE annual intersectional meeting, Winnipeg, 24–25 September, Canada; (2004).*
- [25] : DJEBLOUN, Y.(2018. Contribution à la caractérisation des Matériaux Composites renforcés de fibres végétales. Thèse doctorat Université Mohamed Khider – Biskra.
- [26] : SAAD, Houda. Développement de bio-composites à base de fibres végétales et de colles écologiques. 2013. Thèse de doctorat. Pau
- [27] : NAVI, Parviz et HEGGER, Frédéric. Comportement thermo-hydomécanique du bois : Applications technologiques et dans les structures. PPUR presses polytechniques, 2005.
- [28] : Heitner, C., Dimmel, D. (2010). Lignin and Lignans: *Advances in Chemistry*, (p. 2, 3). CRC Press. United States of America
- [29] : Evans JD, Akin DE, et Al. (2002). Flax-retting by polygalacturonase-containing enzyme mixtures and effects on fiber properties. *J Biotech*, 97: 223-231.
- [30] : Foulk JA, Akin DE, et Al. (2008). Influence of pectinolytic enzymes on retting effectiveness and resultant fiber properties. *Bioresources*, 3 : 155-169.
- [31] : BERZIN, F. *Composites Polymères et Fibres Lignocellulosiques*, Lavoisier. ; France.
- [32] : Ribeiro A, Pochart P, et al. (2015). Microbial diversity observed during hemp retting. *Appl Microbial Biotech*, 99 : 4471-4484.

- [33] : A. SBIAI, « Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de Palmier Dattier: effet de l'oxydation au tempo sur les fibres », Thèse de Doctorat d'Etat, Institut National des Sciences Appliquées (INSA), Lyon (France), (2012), 236 p.
- [34] : Sever K., Erden S., Gülec H. A, Seki, and Sarikanat M., —Oxygen plasma treatments of jute fibers in improving the mechanical properties of jute/HDPE composites| *Materials Chemistry and Physics*, 129, 1–2, 275–280, (2011).
- [35] : SHINOJ, S., VISVANATHAN, Rangaraju, PANIGRAHI, S., et al. Oil palm fiber (OPF) and its composites: A review. *Industrial Crops and products*, 2011, vol. 33, no 1, p. 7-22.
- [36] : Bourban, Pierre-Etienne ; Carlsson Leif A. ; Mercier Jean-Pierre ; Manson Jan-Anders E « matériaux composites à matrice organique : constituant, procédés, propriétés » Lausanne : presses polytechniques et universitaires romandes ; c (2004).
- [37] : BARKA, N. 2012. Article: Dried pricklypear cactus (*Opuntia ficus indica*) cladodes as a low-cost and eco-friendly biosorbent for dyes removal from aqueous solutions. *Journal of the Taiwan institute of Chemical Engineers* 44 ,52-60,2013.
- [38] : ALANE, Arezki, ZEMBOUAI, Idris, BENHAMIDA, Aida, et al. *Opuntia ficus indica* fibers as reinforcement in PHBV biocomposites. *Materials Today: Proceedings*, 2022, vol. 53, p. 218-222
- [39] : [On line] : <http://www.fao.org/economic/futurefibres/fibres/jute.fr>
- [40] : Abrha Gebregergs Tesfay, Mulu Bayray Kahsay et P.S. Senthil Kumar. (2022) Amélioration de la dégradation de la résistance à la traction et aux chocs des composites polyester renforcés de fibres de sisal vieilles à l'eau : une étude comparative sur les effets des hybridations, des séquences de stratification hybrides et des traitements chimiques. *Journal des fibres naturelles* 19:15, pages 11597-11609.
- [41] : Pietro Russo, Cosimo Carfagna, Francesca Cimino, Paola Persico : *Composites biodégradables renforcés de fibres de kénaf : problèmes thermiques, mécaniques et morphologiques* (2013).
- [42] : Omar Faruk, Andrzej K. Bledzki, Hans-Peter Fink, Mohini Sain : *Biocomposites reinforced with natural fibers* (2010).

- [43] : Nektaria-Marianthi Barkoula, Sanjeev Kumar Garkhail, Ton Peijs : Biodegradable composites based on flax/polyhydroxybutyrate and its copolymer with hydroxyvalerate (2010).
- [44] : Sanjeev Singh, Amar K. Mohanty, Tomohiko Sugie, Yoshihiro Takai, Hiroyuki Hamada : Biocomposites à base de ressources renouvelables à partir de fibres naturelles et de bioplastique polyhydroxybutyrate-co-valérate (PHBV)
- [45] : Nadjet Dehouch, Célia Idres, Mustapha Kaci, Idris Zembouai, Stéphane Bruzard : Effets de divers traitements de surface sur les fibres d'Aloe Vera utilisées comme renfort dans les biocomposites poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyhexanoate)(PHBHHx) (2020)
- [46] : Maurizio Avella, Gordana Bogoeva-Gaceva, Aleksandra Buz̄arovska, Maria Emanuela Errico, Gennaro Gentile, Anita Grozdanov Biocomposites à base de poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate) renforcés de fibres de kéna. (2007)
- [47] : Long Jiang, Jijun Huang, Jun Qian, Feng Chen, Jinwen Zhang, Michael P. Wolcott & Yawei Zhu : Étude des composites de fibres de poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate) (PHBV)/pulpe de bambou : effets de l'agent de nucléation et du compatibilisant (2008).
- [48] : Y. S. Salim, A. Sharon, S. Vigneswari, M. N. Mohamad Ibrahim & A. A. Amirul : Dégradation environnementale des polyhydroxyalcanoates microbiens et des composites à base de palmier à huile (2012)
- [49] : Wil V Srubar III, Srikanth Pilla, Zachary C Wright, Cecily A Ryan, Joseph P Greene, Curtis W Frank, Sarah L Billington : Mécanismes and impact of fiber–matrix compatibilization techniques on the material characterization of PHBV/oak wood flour engineered biobased composites. (2012)
- [50] : Alireza Javadi , Yottha Srithep , Jungjoo Lee , Srikanth Pilla , Craig Clemons , Shaoqin Gong , Lih-Sheng Turng : Processing and characterization of solid and microcellular PHBV/PBAT blend and its RWF/nanoclay composites
- [51] : Hassaini leila : Étude de la Morphologie et des Propriétés de Biocomposites Poly(3-Hydroxybutyrateco- 3-Hydroxyvalerate) (PHBV)/Farine de Grignons d'Olive (2016).

- [52] : Fiche technique : fournie par laboratoire LMPA.
- [53] : Fiche technique : fournie par l'entreprise BEJAIA EMABALLAGE.
- [54] : Issaadi, K. I. (2015). Étude des propriétés thermiques et de la morphologie des nano biopolymères à base de poly acide lactique : effet de la composition et de la nature de la nano charge (Doctoral dissertation, Université de Bretagne Sud ; Université Abderrahmane Mira-Bejaïa (Bejaïa, Algérie).
- [55] : [On line] : http://www.wikipedia.org/Spectroscopie_infrarouge.fr
- [56] : Saaoui, D., &Habi, A. (2021). Impact des nano charges plaquettaires sur la compatibilité et les propriétés structurales, rhéologiques, thermiques, et mécaniques des mélanges immiscibles PET/PCL (Doctoral dissertation, université Abderrahmane Mira-Bejaia)
- [57] : [on line]: <https://www.zwickroell.com/fr/secteurs-dactivite/plastique/thermoplastiques-et-matieres-thermodurcissables/essais-de-durete/essai-de-durete-shore/>
- [58] : RossanaMara da Silva MoreiraThiré, Liliane Cardoso Arruda, Ledjane Silva Barreto, « Morphology and Thermal Properties of Poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate)/Attapulgit Nanocomposites », Thiré et al- 342.
- [59] : Monteiro SN, Margem FM, Margem JI, Martins LBDS, Oliveira CG, Oliveira MP. Dynamicmechanicalbehavior of malvafiberreinforced polyester matrix composites. Mater Sci Forum (2014;775e776 :278e83.
- [60] : Salim BOUHANK. “Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d’Espagne : Formulations et caractérisations”. Thèse de doct. (2017).
- [61] : S. Torres-Giner, N. Montanes, V. Fombuena, T. Boronat, and L. Sanchez-Nacher, “Preparation and characterization of compression-molded green composite sheets made of poly(3-hydroxybutyrate) reinforcedwith long pita fibers,” Adv. Polym. Technol., vol. 37, no. 5, pp. 1305–1315, 2018, doi: 10.1002/adv.21789
- [62] J.R. Araujo, W.R. Waldman, M.A. De Paoli: « Thermal properties of high densitypolyethylene composites withnatural fibres: Coupling agent effect ». PolymerDegradation and Stability 93, 1770–1775, (2008).

- [63] Aliréza Shakeri, Ali Ghasemiam: « water absorption and thickness swelling behavior of polypropylene reinforced with hybrid recycled newspaper and glass fiber ». *Appl. Compos. Mater.*, (2009)
- [64] Hammiche Dalila : (Synthèse d'un Nouvel Agent de Couplage PVC-g-MA et son Utilisation dans les Composites PVC/Alfa), (2010)
- [65] Md. Rezaur Rahman, Md. Monimul Huque, Md. Nazrul Islama, Mahbub Hasan: « Mechanical properties of polypropylene composites reinforced with chemically treated abaca ». *Composites: Part A*, 40, 511–517, (2009)
- [66] S. Th. Georgopoulos P.A. Tarantili, E. Avgerinos, A.G. Andreopoulos, E.G. Koukios: « Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues ». *Polymer Degradation and Stability* 90, 303-312, 2005.
- [67] Fabiola Vilaseca, Alex Valadez-Gonzalez, Pedro J. Herrera-Franco, M. Àngels Pèlach, Joan Pere López, Pere Mutjé : « Biocomposites from abaca strands and polypropylene. Part I: Evaluation of the tensile properties ». *Bioresour. Technol.* 101, 387–395, 2010.
- [68] H. Ismail, A. Rusli, A. Rashid: « Maleated natural rubber as a coupling agent for paper sludge filled natural rubber composites ». *Polymer Testing* 24, 856–862, 2005.

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université A.
MIRA – BEJAIA**

Faculté de Technologie



Département de Génie des Procédés

**MEMOIRE
EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE
MASTER**

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des Procédés des Matériaux

Thème

Elaboration et caractérisation de nouveaux matériaux biocomposite a base de poly (3-Hydroxybutyrate-co-3-Hydroxyvalerate) (PHBV) et fibres végétales

Résumé

Ce travail porte sur la fabrication et la caractérisation de biocomposites constitués de polyhydroxybutyrate-valérate (PHBV) et de fibres végétales (cactus, jute et sisal). L'objectif principal de cette étude est d'examiner l'impact de ces fibres sur la structure, ainsi que sur les propriétés mécaniques, thermiques et d'absorption d'eau du PHBV. Les biocomposites ont été préparés par extrusion fondue avec un ratio massique de 80/20 entre PHBV et les fibres. Plusieurs techniques de caractérisation ont été employées pour étudier les propriétés des matériaux, notamment la diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie FTIR, l'analyse thermogravimétrique (ATG), des tests d'adsorption d'eau et des essais mécaniques. L'effet des agents de couplage, tels que le PHBV-g-MA et l'EBA-g-MA, a également été étudié pour améliorer l'interaction entre la matrice PHBV et les fibres. Les résultats ont révélé que l'incorporation de ces fibres végétales améliore les propriétés mécaniques du PHBV. De plus, l'utilisation des agents de couplage optimise l'adhésion fibre-matrice, ce qui renforce les performances globales du biocomposite. Ces matériaux représentent une alternative écologique intéressante aux plastiques traditionnels, offrant de bonnes propriétés mécaniques et thermiques tout en étant biodégradables.

Présenté par :

kahina benkhelifa

Ouyesad letycia

Encadrant :

ZEMBOUAI Idris