

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



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière : Génie des Procédés

Option : Génie des Polymères

Thème :

Etude des Biocomposites à Base de Polymère Biosourcé PHBV et Fibres Alfa

Présenté par :

BENAKLI Imène

HAMANI Fazia

Soutenu le: 30/06/2016

Devant le jury

Présidente : Dr. CHIBANI Nacéra

Rapporteur : Pr. BOUKERROU Amar

Examinatrice : Dr. IHEMOUCHEN Chadia

Co-Promotrice : Dr. HAMMICHE Dalila

Promotion 2016



REMERCIEMENTS

Les recherches qui font l'objet de ce mémoire ont été menées au Laboratoire de Chimie-Organique, Département de Génie des Procédés, Faculté de Technologie, Université de Bejaia. On remercie Dieu pour tout le courage qu'il nous a donné à mener bien et jusqu'au bout ce travail. Bien entendu, les paroles ne suffiront jamais pour reconnaître à Dieu tous les biens dont il nous a comblés.

Nous remercions tout d'abord nos parents pour leurs encouragements et leurs sacrifices envers notre formation et même notre éducation.

Nous tenons à remercier notre encadreur le Pr. Amar BOUKERROU pour nous avoir suivis, pour son savoir et l'aide qu'il nous a fourni au cours de ce travail, ainsi que pour ses conseils. On tien à souligner sa disponibilité, le soutien qu'il nous apporté ces idées son expérience et la confiance qui nous accordé.

Nous tenons également à remercier notre Co-promotrice Dr. Dalila HAMMICHE qui a bien voulu nous encadrer durant tout le processus d'élaboration de ce travail, sa disponibilité, son savoir-faire et son soutien.

On remercie aussi tous les ingénieurs et les techniciens du laboratoire de Génie des Procédés de l'Université de Bejaia, ainsi qu'a toutes les personnes ayant participé de près ou de loin à réalisation de ce modeste travail.

Enfin, un gros merci pour l'ensemble des membres du jury pour avoir accepté de donner une partie de leur précieux temps et d'avoir ainsi partagé de leur savoir.

Dédicaces :



Je dédie ce modeste mémoire à ceux qui ont beaucoup sacrifié de leur temps
pour mon bonheur et ma réussite.

Aux êtres les plus chers et les plus proches au monde et qui symbolisent le
courage et la tendresse, mes très chers parents, qui m'ont toujours aidée et
encouragée.

A mes chers frères Nabil et Mouloud, que Dieu les gardes.

A ma chère princesse Nessrine.

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

A toute ma famille sans exception.

A toute mes copines : Farida, Sylia, Meriem, Yasmina, kahina et chadia

A ma binôme Fazia et a toute la promotion Polymères et Composites

2015- 2016.

A toutes les personnes pour lesquelles j'ai une place dans leur cœur.



Imène

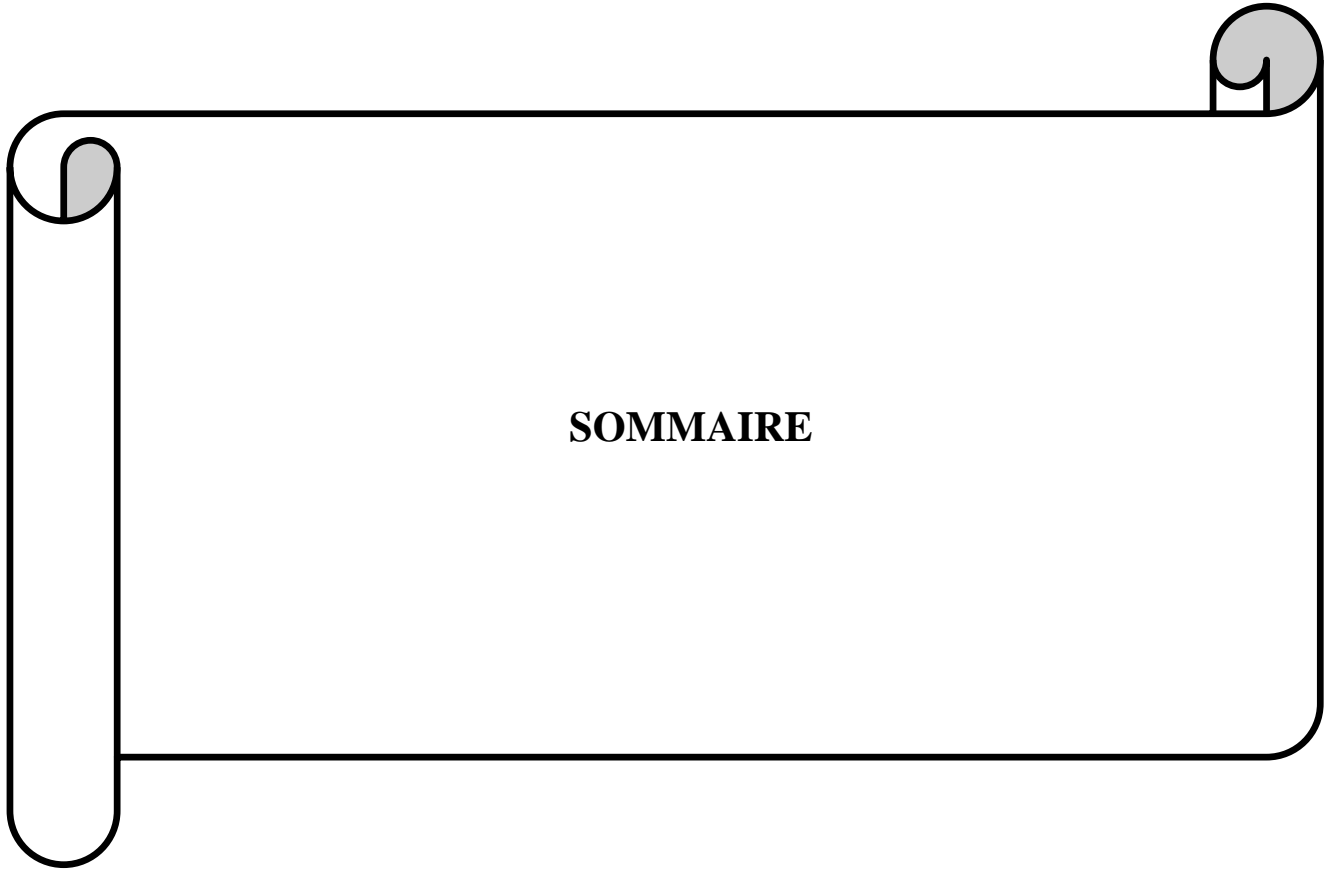
Dédicaces

Premièrement je merci le dieu et Je dédie ce modeste travail :

- ❖ *A vous mes très chers parents, que j'aimerai à tout jamais pour votre tendresse et vos sacrifices.*
- ❖ *A mes chères sœurs : Ghanima et Saida, et mes chers frères : Nadjem, Nourdinne et Rachid.*
- ❖ *A tous les membres de ma famille, petits et grands*
Que dieu vous gardes et vous protèges.
- ❖ *A tous mes amis sans exception : Imene, Djamila, Luiza, Karima, Nabila, Saliha, Katia et a toute la promotion Polymères et Composites 2015-2016.*
- ❖ *A tous ceux qui mon aidé a l'élaboration de ce travail.*

Veillez trouver dans ce modeste travail l'expression de mon affection.

Fazia



SOMMAIRE

SOMMAIRE

Liste des tableaux	i
Liste des figures	ii
Liste des abréviations	v
Introduction générale	01
Références bibliographiques	03

CHAPITRE I : Composite à matrice biopolymère et fibre végétale

I .1. Généralité sur les matériaux composites et les biocomposites.....	04
I.1.1. La matrice.....	04
a) Résines thermoplastiques.....	05
b) Résines thermodurcissable.....	05
c) Additifs.....	06
I.1.2. La matrice biopolymère.....	06
I.1.2.1. Les matériaux polymères biodégradables.....	06
a) Matériaux biodégradables issus de la pétrochimie.....	06
b) Matériaux biodégradables issus des ressources renouvelables.....	07
b.1) Les polymères naturels ou biopolymère.....	07
b.2) Les polymères d'origine bactérienne.....	07
b.3) Les polymères synthétiques.....	07
I.1.2.2. Les Polyhydroxyalcanoates (PHA).....	08
a) Présentation du PHBV.....	09
b) Structure du PHBV.....	10
c) Biosynthèse du PHBV.....	11

d) Les inconvénients.....	12
I.1.3. Le renfort.....	12
a) Fibres de verre.....	12
b) Fibres de carbone.....	13
c) Fibres d'aramide.....	13
d) Fibres céramique.....	13
I.1.4. Renfort à fibre végétale.....	14
I.1.4.1. Généralité sur les fibres végétales.....	14
a) La composition chimique des charges végétales.....	14
a.1) Cellulose.....	15
a.2) Hémicellulose.....	16
a.3) Pectin.....	16
a.4) Lignine.....	17
a.5) La cire.....	17
b) Structure de la fibre végétale.....	18
c) Propriétés physico-mécaniques des fibres végétales.....	18
I.1.4.2. La fibre d'alfa.....	20
a) Présentation générale.....	20
b) Structure et composition chimique de la fibre.....	21
c) Propriétés mécanique de la fibre.....	22
d) La fibre d'Alfa comparée à d'autres fibres naturelles aux points de vue propriétés mécanique.....	22
e) Domaine d'application.....	23
I.2. Facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites.....	24
I.2.1. Dispersion et l'orientation de la fibre.....	25

I.2.2. Influence de la nature et la quantité des constituants.....	25
I.2.3. L'effet de l'humidité.....	25
I.2.4. Influence de la morphologie des fibres.....	26
I.2.5. Adhésion fibre-matrice.....	26
I.3. Mise en œuvre des matériaux composites.....	26
I.4. Procédés de mise en œuvre des composites.....	27
I.4.1. Moulage au contact.....	27
I.4.2. Moulage par injection basse pression de résine – RTM.....	28
I.4.3. Moulage par injection de compound – BMC.....	28
I.4.4. Moulage par compression de mat preimprégné – SMC.....	28
I.4.5. Moulage par pultrusion.....	29
I.4.6. Injection.....	30
I.5. Principaux avantages et inconvénients des matériaux composites à charges végétale.....	30
I.6. Application des composites a base des fibres végétales.....	31
I-5-1-En automobile.....	31
I-5-2-En construction.....	31
I-5-3-Autres application.....	31
Références bibliographiques.....	32

CHAPITRE II : techniques expérimentales et Appareillage

II.1. Objectif d'étude.....	37
II.2. Problématique.....	37
II.3. Le rôle de prétraitements et des traitements chimiques.....	37
II.4. Organigrammes.....	38
II.5. Matériaux utilisés.....	40
II.5.1. Le PHBV.....	40
II.5.2. La farine d'alfa.....	40
II.5.3. Acide acétique.....	40
II.5.4. L'hydroxyde de sodium.....	41
II.5.5. L'éthanol.....	41
II.6. La mise en œuvre des matériaux.....	41
II.6.1. Préparation de farine d'alfa.....	41
II.6.1.1. Prétraitement de la farine.....	41
II.6.1.2. Traitement alcalin par NaOH.....	41
II.6.1.3. Broyage.....	41
II.6.1.4. Tamisage.....	42
II.6.2. Préparation des composites.....	42
II.6.3. Préparation des altères biocomposites à base de PHBV.....	42
II.6.4. Méthode de caractérisation et mode opératoire.....	43
II.6.4.1. Caractérisation structural.....	44

a) Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier(IRTF).....	44
b) Diffraction des rayons X (DRX).....	45
c) Microscopie Électronique à Balayage (MEB).....	46
II.6.4.2. L'essai mécanique.....	48
a) Test de traction.....	48
II.6.4.3. L'essai thermique.....	50
a) Caractérisation thermique par l'Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC).....	50
II.6.4.4. Test d'absorption d'eau.....	51
Références bibliographiques.....	52

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1. Analyse spectroscopique par infrarouge à transformé de Fourier.....	53
III.2. Diffraction des rayons X.....	56
III.2.1. Diffraction des rayons X de la farine Alfa avant et après le traitement.....	56
III.2.2. Diffraction des rayons X des composites.....	58
III.3. Microscopie Électronique à Balayage (MEB).....	61
III.4. Test de traction.....	64
III.4.1. Module d'Young.....	64
III.4.2. Allongement à la rupture.....	65
III.4.3. Contrainte à la rupture.....	66
III.5. Caractérisation thermique par l'Analyse Calorimétrique Différentielle	

(DSC).....	67
III.5.1. Effet du taux de farine.....	70
III.5.2. Effet du traitement.....	70
III.6. Test d'absorption d'eau.....	71
III.6.1. Effet du taux de farine.....	71
III.6.2. Effet du traitement.....	73
III.7. Test d'absorption d'eau de mer.....	73
III.7.1. Effet du taux de farine.....	74
III.7.2. Effet du traitement.....	75
III.8. L'hydrolyse.....	75
III.9. Microscopie Electronique a Balayage des composites après l'immersion dans l'eau.....	76
Références bibliographiques.....	78
Conclusion Générale.....	80

N° de Tableau	Titre de Tableau	Page
Tableau 1	Principales caractéristiques mécaniques des résines.	5
Tableau 2	Les propriétés mécaniques et thermiques des PHAs.	9
Tableau 3	Composition chimique des fibres végétales.	15
Tableau 4	propriétés physiques des fibres végétales.	19
Tableau 5	propriétés mécaniques des fibres végétales.	20
Tableau 6	la répartition territoriale de la plante alfa.	21
Tableau 7	La composition chimique de fibre d'alfa.	21
Tableau 8	propriétés de la fibre d'alfa.	22
Tableau 9	Les propriétés mécaniques en traction des principales fibres naturelles et synthétiques.	23
Tableau 10	Principales caractéristiques physico-chimiques du PHBV.	40
Tableau 11	présente Code et formulation utilisés.	42
Tableau 12	Conditions opératoires.	42
Tableau 13	présente la lecture des spectres IRTF de la fibre d'alfa.	54
Tableau 14	Les indices de cristallinité (Ic) et les tailles des cristaux d'alfa traitée et non traitée.	57
Tableau 15	Les taux de cristallinité du PHBV, PHBV/10% alfa (NT et T), PHBV/20% alfa (NT et T), PHBV/30% alfa (NT et T).	59
Tableau 16	résume les propriétés thermiques obtenues à partir de cette analyse (DSC).	69

N° de la figure	Titre de la figure	Page
Figure 1	Classification des polymères biodégradables.	8
Figure 2	Structure chimique du PHBV.	10
Figure 3	Biosynthèse du PHB et du PHBV.	11
Figure 4	types de renforts.	12
Figure 5	Quelque plantes, origine des fibres utilisées comme renfort dans les matrices polymères.	14
Figure 6	Schéma de molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène.	15
Figure 7	Exemple de Structure hémicellulose.	16
Figure 8	(a) Le réseau de pectine, (b) L'interaction de calcium avec la pectine.	16
Figure 9	Représentation schématique de structure de la lignine.	17
Figure 10	structure de fibre végétale.	18
Figure 11	Touffes d'alfa.	21
Figure 12	Alfa à l'état brut.	21
Figure 13	Le principe de moulage au contact.	27
Figure 14	Le principe de Moulage par injection basse pression de résine – RTM.	28
Figure 15	Principe de Moulage par compression de mat preimprégné – SMC.	29
Figure 16	Principe de moulage par pultrusion.	30
Figure 17	Pièces en composite injecté.	30
Figure 18	plan de travail expérimental de la partie 1.	38
Figure 19	Plan de travail de la partie 2.	39
Figure 20	Extrudeuse bis-vis.	43
Figure 21	Presse à injection.	43
Figure 22	Schéma du microscope électronique à balayage.	48
Figure 23	L'éprouvette avant et après le test de traction.	50

Figure 24	Appareil d'analyse calorimétrique différentielle DSC.	51
Figure 25	Spectre IRTF de la fibre alfa traitée et non traitée.	53
Figure 26	La Diffractogramme de PHBV vierge.	56
Figure 27	Diffractogramme DRX du alfa traitée et non traitée.	57
Figure 28	Diffractogrammes des composites PHBV/alfa non traitée.	58
Figure 29	Diffractogramme DRX du PHBV, PHBV /10% alfa NT, PHBV/20% alfa NT, PHBV/30% alfa NT.	60
Figure 30	Diffractogramme DRX du PHBV, PHBV /10% alfa T, PHBV/20% alfa T, PHBV/30% alfa T.	60
Figure 31	Images de microscopie électronique à balayage des échantillons de la fibre d'alfa traitée et non traitée.	62
Figure 32	Images de microscopie électronique à balayage des échantillons des biocomposites PHBV/10% alfa NT, PHBV/10% alfa T, PHBV/30% alfa NT, PHBV/30% alfa T.	63
Figure 33	Evolution du module d'Young en fonction du taux de la fibre d'alfa traitée et non traitée.	64
Figure 34	Evolution de l'allongement à la rupture en fonction du taux de la fibre d'alfa traitée et non traitée.	66
Figure 35	Evolution de résistance à la traction des composites en fonction du taux de la fibre d'alfa traitée et non traitée.	67
Figure 36	Thermogrammes DSC des composites PHBV/alfa à farine non traitée et traitée.	68
Figure 37	Thermogrammes DSC des composites PHBV/alfa à farine non traitée et traitée.	69
Figure 38	Variations du taux d'absorption d'eau du PHBV et des composites PHBV/alfa à farine non traitée en fonction du temps.	71
Figure 39	Photographie des échantillons immersifs dans l'eau distillée avant et après l'absorption	72

Figure 40	Variations du taux d'absorption d'eau des composites PHBV/alfa à farine traitée et en fonction du temps.	73
Figure 41	Variations du taux d'absorption d'eau de mer du PHBV et des composites PHBV/alfa à farine non traitée en fonction du temps.	74
Figure 42	Variations du taux d'absorption d'eau de mer des composites PHBV/alfa à farine traitée et en fonction du temps.	75
Figure 43	Mécanisme général d'hydrolyse des polyesters.	76
Figure 44	Images de microscopie électronique à balayage des échantillons des biocomposites, PHBV/30% alfa T avant et après l'immersion dans l'eau.	77

Liste des abréviations

BMC: Bulk Molding Compound.

DRX : Diffraction à Rayons X.

DSC : Calorimétrie Différentielle à Balayage DSC.

HM : haut module.

HR : haute résistance.

IRTF : spectroscopique, Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier.

KBR : bromure de potassium.

MEB : Microscopie Électronique à Balayage.

PAN : Polyacrylonitrile.

PHA : Polyhydroxyalcanoate.

PHB: poly 3-hydroxybutyrate.

PHBV: poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate).

RTM: Résine Transfert Molding.

SMC: Sheet Molding Compound.

TD: thermodurcissable.

TP : thermoplastique.

β : la largeur du pic en radian.

d : représente la distance inter-réticulaire.

λ : la longueur d'onde du rayon incident.

θ : l'angle d'incidence.

Cr : indices cristallins des composites.

Ic : l'indice de cristallinité des fibres naturelles.

K: l'ordre de la diffraction (nombre entier positif).

E : module d'élasticité.

σ_r : contrainte à la rupture.

ε_r : déformation à la rupture.

Δl : Allongement à la rupture.

Xc (%): Taux de cristallinité.

ΔH_m : Enthalpie de fusion expérimentale.

ΔH_∞ : Enthalpie de fusion d'un échantillon de PE 100% cristallin.



INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Les matériaux issus de ressources naturelles et renouvelables suscitent depuis ces dernières années un intérêt considérable en raison principalement de la raréfaction des ressources fossiles et du souci grandissant de la préservation de l'environnement. Ce phénomène s'est accéléré par la mise en place récente de politiques de développement durable qui visent à promouvoir des solutions plus respectueuses de l'environnement dans le domaine des énergies et des matériaux. Les polymères biodégradables (biopolymères) qui ont fait l'objet de nombreuses recherches, apparaissent comme une alternative de plus en plus crédible pour répondre aux préoccupations environnementales. Les biopolymères se divisent en deux classes : les agropolymères, tels que l'amidon, les protéines etc., et les biopolyesters (PHA, PLA,...). Cependant, alors que les bioplastiques ont connu une croissance extensive dans des applications telles que les films emballages jetables, ils manquent encore les propriétés mécaniques pour être utilisés dans des applications telles que celles trouvées dans l'industrie automobile [1].

L'utilisation des ressources naturelles dans les matériaux composites devient de plus en plus fréquente, et ce, du fait que ces ressources sont moins coûteuses et rivalisant. De plus, les tendances industrielles se penchent vers des produits propres et écologiques, d'où l'intérêt d'intégrer des produits naturels facilement recyclable et biodégradables. Il est donc important de faire le point sur les différentes catégories de matériaux issus de ressources renouvelables et biodégradables. Certains secteurs industriels, comme l'emballage et le transport, s'intéressent à l'utilisation de fibres cellulosiques qui conduisent à des produits de bonnes performances ayant une bonne aptitude à la mise en forme [2]. Pour les consommateurs, les composites à base des fibres végétales dans les voitures fournissent une meilleure isolation thermique et acoustique, par rapport aux fibres synthétiques [3].

Cependant, le manque d'adhésion avec les matrices polymères est une difficulté qui peut empêcher un large usage des fibres végétales dans les composites. Le caractère hydrophobe de la majorité des polymères et le caractère hydrophile des fibres végétales affectent négativement l'adhésion. Pour minimiser ces problèmes, la modification de la surface des fibres est généralement nécessaire afin d'améliorer leur adhésion avec la matrice polymérique et réduire l'absorption d'humidité. Il a été démontré qu'un traitement approprié appliqué sur les fibres peut entraîner une compatibilité avec la matrice polymère,

ce qui améliore la qualité des composites. Des méthodes variées comme le traitement alcalin, le traitement avec des silanes ou encore avec d'autres produits chimiques ont permis d'améliorer la compatibilité des fibres avec la matrice polymérique [4].

Le PHBV a montré des promesses en tant que candidat viable pour remplacer les plastiques pétrochimiques en raison de ces avantages environnementaux. Bien que ces propriétés physiques et mécaniques manquent toujours derrière celle des plastiques pétrochimiques.

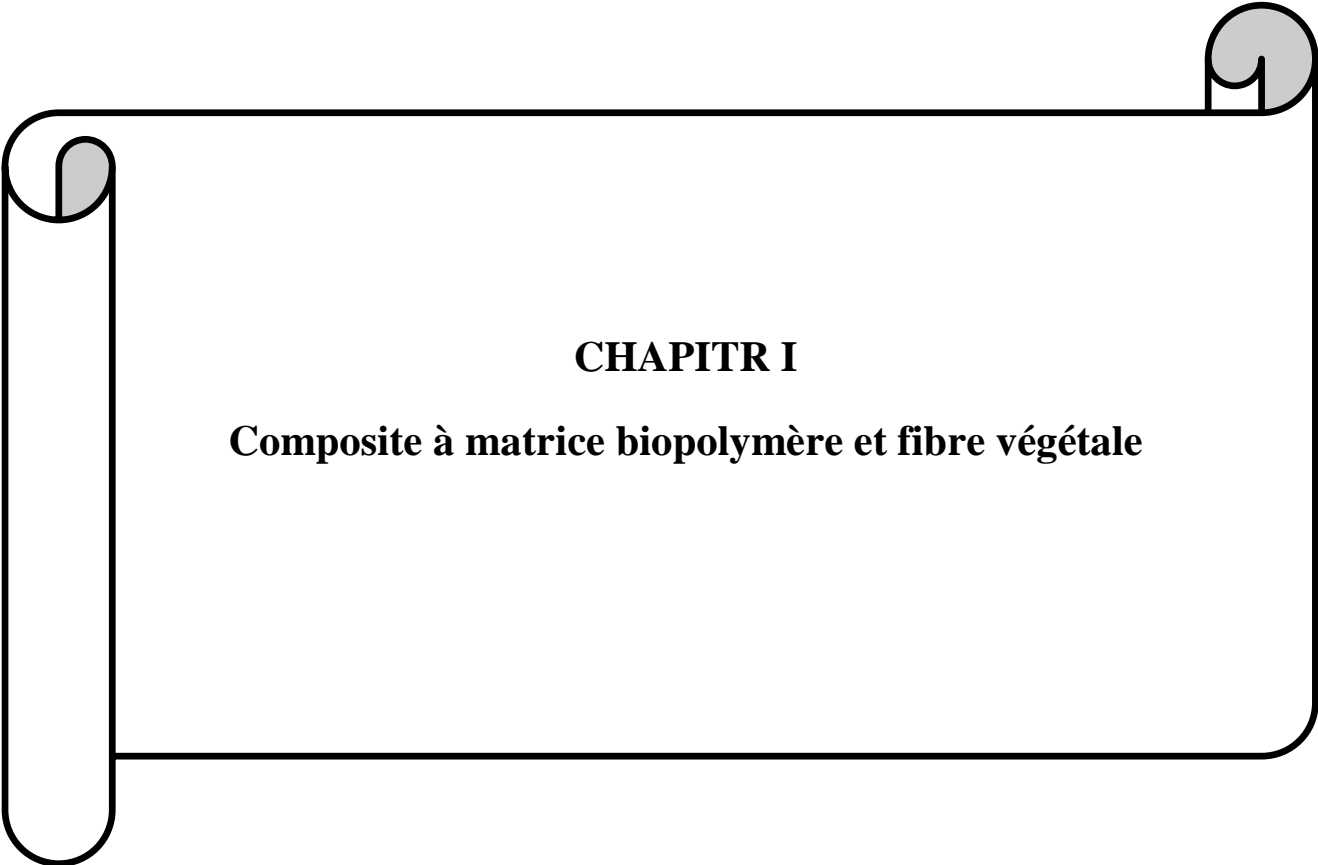
C'est dans ce cadre que s'inscrit la réalisation de ce mémoire dont l'objectif assigné est l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de poly (3-hydroxybutyrate-Co-3-hydroxyvalérate) PHBV comme matrice polymérique renforcé par la farine d'alfa. La farine d'alfa a été traitée en utilisant un traitement alcalin par une solution d'hydroxyde de sodium NaOH, afin d'améliorer l'affinité et l'adhésion avec le PHBV. Les composites de PHBV/alfa traitée et de PHBV/alfa non traitée avec différents taux de farine, ont été préparés par extrusion. Les composites obtenus ont été soumis à plusieurs techniques de caractérisation à savoir les caractérisations structurales par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) et la diffraction des rayons X (DRX), le test mécanique (traction), Microscopie Électronique à Balayage (MEB), le test thermique (l'analyse calorimétrique différentielle (DSC)) et le test d'absorption d'eau.

Notre mémoire est s'articule en trois principaux chapitres :

- ✓ Le premier chapitre est une étude bibliographique sur les composites et les polymères biodégradables. Nous présentons les fibres végétales, leurs compositions chimiques et les paramètres qui affectent les propriétés des matériaux composites, aussi que les procédés de mise en œuvre de ces matériaux et quelques applications des composites à base des charges végétales.
- ✓ Le second chapitre présente la description des matériaux utilisés ainsi que les techniques analytiques qui ont permis de caractériser des propriétés des matériaux (DRX, MEB, IRTF, DSC, Traction et test d'absorption).
- ✓ Le dernier chapitre aborde l'ensemble des résultats obtenus et leurs discussions.

Enfin, dans la conclusion, nous évoquerons les principaux résultats trouvés et nous décrirons les perspectives ouvertes par ce travail.

- [1] Dean K, Li L Yu L, « Polymer blends and composites from renewable sources, » Progress in Polymer Science. 6, 2006, pp 576- 602.
- [2] Malha M. «Mise en oeuvre, Caractérisation et Modélisation de Matériaux Composites : Polymère Thermoplastique Renforcé par Des Fibres De Doum.». Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences Rabat, Université Mohammed V, Agdal, 2013, 151 p.
- [3] Xu Y ; Wu Q; Lei Y et Yao F. «Creep behavior of Bagasse fiber reinforced polymer composites», Bioresource Technology. 101, 2010, pp 3280–3286.
- [4] Xie Y et al. « Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review ». Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 41, 2010, pp 806–819.



CHAPITRE I

Composite à matrice biopolymère et fibre végétale

Chapitre I : Composite à matrice biopolymère et fibre végétale

I.1. Généralité sur les composites et les biocomposites

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux nommés renfort et matrice, où l'assemblage final ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. Les renforts qui sont noyés dans une matrice améliorent la résistance mécanique et la rigidité de la pièce dans laquelle ils sont incorporés. La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres, elle permet également de transmettre les sollicitations auxquelles sont soumises les pièces. Les matériaux ainsi obtenus sont très hétérogènes et anisotropes [23].

Un biocomposite est un matériau composite comprenant une ou plusieurs phases d'origine biologique. En termes de renforcement, cela inclut des fibres végétales telles que le coton, le lin, alfa, sisal, cellulose et autres, puisqu'elles sont produites à partir d'une ressource renouvelables. Les matrices utilisées pourraient être des polymères issus de ressources renouvelables comme l'amidon [25].

I.1.1. La Matrice

Il existe deux types de matrice : organique et métallique, dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère. Les résines polymères existent en grand nombre et chacune a un domaine particulier d'utilisation. La matrice a pour rôle de lier les fibres renforts, répartir les contraintes subies, apporter la tenue chimique à la structure et donner la forme désirée au produit. On utilise actuellement surtout des résines thermodurcissables (TD) que l'on associe à des fibres longues, mais l'emploi de polymères thermoplastiques (TP) renforcés de fibres courtes se développe fortement. Dans les applications où une tenue de la structure aux très hautes températures est requise, des matériaux composites à matrice métallique, céramique ou carbone sont utilisés. Dans le cas des matériaux en carbone des températures de 2 200°C peuvent être atteintes.

a) Résines thermodurcissables

Les résines thermodurcissables (TD) ont des propriétés mécaniques élevées. La structure des TD a la forme d'un réseau tridimensionnel, ces résines ne peuvent être mises en forme qu'une seule fois, c'est à dire polymère transformée en un produit essentiellement infusible et insoluble après traitement thermique (chaleur, radiation) ou physicochimique (catalyse, durcisseur).

b) Résines thermoplastiques

Les résines thermoplastiques ont des propriétés mécaniques faibles. La structure des TP se présente sous forme de chaînes linéaires, ces résines sont solides et nécessitent une transformation à très haute température c'est à dire polymère pouvant être alternativement ramollie par chauffage et durci par refroidissement dans un intervalle de température spécifique du polymère étudié.

Tableau 1 : Principales caractéristiques mécaniques des résines [17]

Résines	nom	ρ (kg/m ³)	E (MPa)	ν	R (MPa)	α ($\mu\text{m}/\text{m}^\circ\text{C}$)	Prix (F/kg)
TD	Polyester	1300	3800	0.37	88	100	15
	Vinylester	1200	3500	0.35	81	65	18
	Epoxyde	1220	5200	0.38	121	40	40
	Silicone	1550	1000	0.45	3	30	200
	Polyimide	1217	3450	0.35	80	36	150
	Phénolique	1350	3000	0.36	70	80	10
	Polyamide	1130	1900	0.33	70	85	25
TP	Polycarbonate	1100	2300	0.33	60	70	30
	Polyester saturé	1310	2800	0.33	55	90	
Métaux	Aluminium	2630	69000	0.33	358	23	13
	Acier XC10	7850	210000	0.29	1000	1000	10
	Cuivre	8940	119000	0.30	350	17	11
	Magnésium	1660	42000	0.30	280	25	27

E (MPa) : Module d'Young.

α ($\mu\text{m}/\text{m}^\circ\text{C}$) : Dilatation thermique.

ν : Coefficient de Poisson.

ρ (kg/m³) : Masse volumique.

R (MPa) : Limite élastique en traction.

c) Additifs

Ce sont des produits qui peuvent être incorporés à la résine pour renforcer les propriétés mécaniques. Ils sont des charges sous forme d'éléments fragmentaires, de poudres ou liquide, qui modifient une propriété de la matière à laquelle on l'ajoute (par exemple la tenue aux chocs, la résistance aux UV, le comportement au feu...).

Peuvent être également utilisés pour diminuer le coût des matrices en résine. Des additifs, de type colorant ou agent de démoulage sont largement utilisés lors de la conception des structures constituées de matériaux composites [16].

I.1.2. Matrice biopolymère

I.1.2.1. Les matériaux polymères biodégradables

Les matériaux biodégradables sont des matériaux qui sont aptes à subir un processus de décomposition sous forme de dioxyde de carbone, de méthane, d'eau, de composés non organiques ou de biomasse, le tout sous l'action enzymatique des micro-organismes. La biodégradabilité d'un matériau se définit, alors, comme la capacité intrinsèque du matériau à être dégradé par une attaque microbienne, pour simplifier progressivement sa structure et finalement se convertir en CO₂, H₂O et/ou CH₄ et une nouvelle biomasse. Différentes sources de polymères peuvent être utilisées pour produire de tels matériaux. Ainsi, 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 [1].

a) Matériaux biodégradables issus de la pétrochimie

On classe dans cette catégorie, les matériaux « dégradables » obtenus à partir de l'association de polymères traditionnels d'origine pétrochimique telle que le polyéthylène avec un composé naturel biodégradable qui peut être de l'amidon ou de la cellulose.

b) Matériaux biodégradables issus des ressources renouvelables

Ils sont formés à partir d'un polymère naturel ou biopolymère qui peuvent être d'origine agricole ou microbienne. On distingue généralement trois grandes familles de composés : des polymères naturels, les polymères d'origine bactérienne et les polymères synthétiques (en général non issus de la pétrochimie).

b.1) Les polymères naturels ou biopolymères

Ce sont des matériaux synthétisés par les êtres vivants : végétaux, animaux et micro-organismes. La famille la plus importante est celle des polysaccharides comme l'amidon dont les sources principales sont le maïs, le blé et la pomme de terre, la cellulose (papier), la lignine (bois) ou le chitosane (chitine des crustacées).

b.2) Les polymères d'origine bactérienne

Ces polymères sont issus de fermentation par des bactéries (biotechnologie). Il s'agit de la fabrication « in situ » de polymère qui s'accumule dans le cytoplasme de certaines bactéries placées en condition de fermentation. Parmi ces polymères les plus connus sont le PHB (Poly Hydroxy Butyrate), le PHV (Poly Hydroxy Valérate) et le PHBV (Poly 3-Hydroxy Butyrate 3-Hydroxy Valérate).

b.3) Les polymères synthétiques

Obtenus également par la voie fermentaire, on les appelle polymères synthétiques ou chimio-synthétiques en raison de leur mode de fabrication. Le plus connu est le PLA (Poly Acide Lactique) provenant de la polymérisation de molécules d'acide lactique [1].

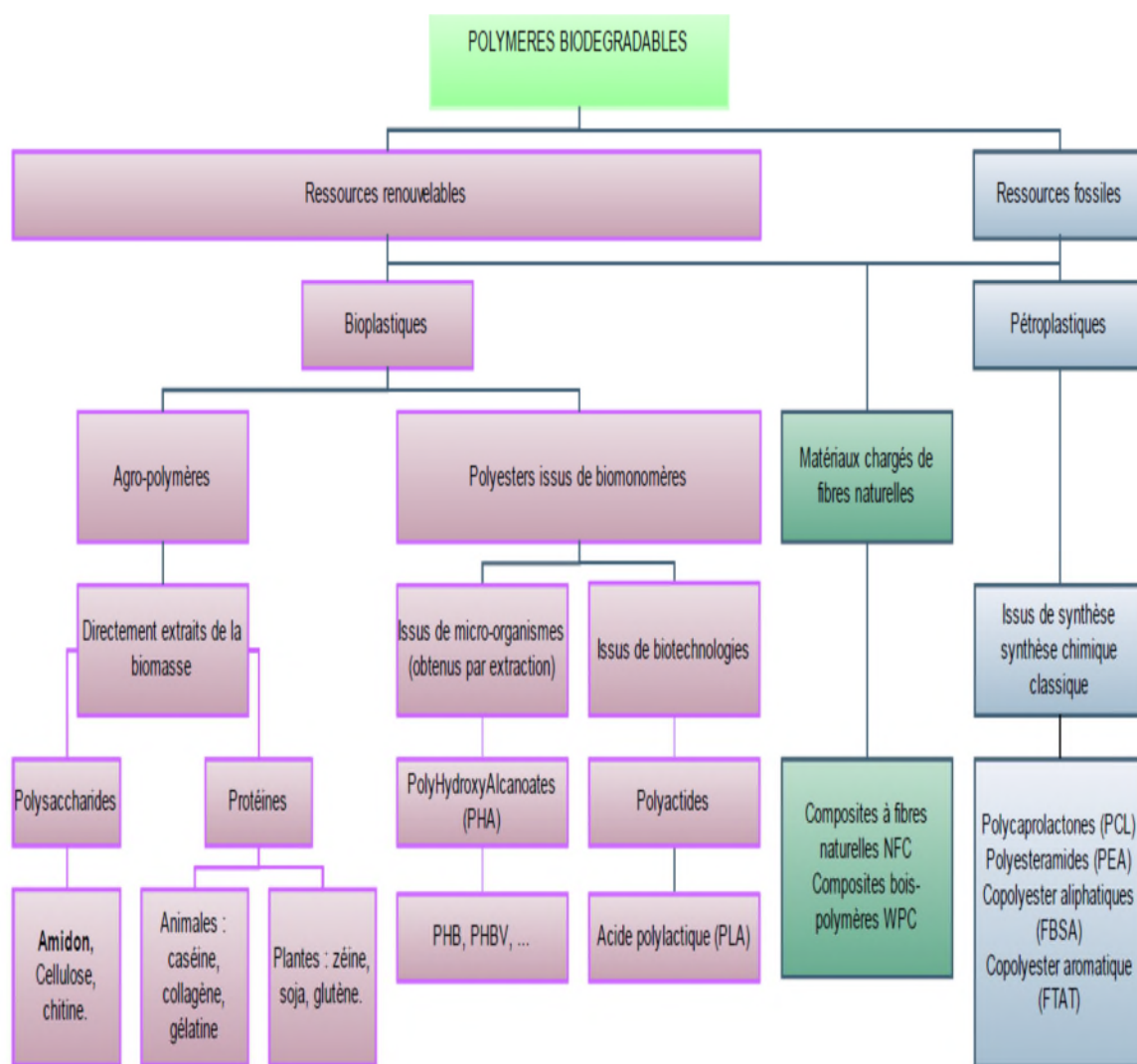


Figure1 : Classification des polymères biodégradables.

1.1.2.2. Les Polyhydroxyalcanoates (PHA)

Polyhydroxyalcanoates (PHA) sont des polymères bactériens qui sont formés comme naturels polyesters de stockage par un large éventail de micro-organismes habituellement dans des conditions de croissance déséquilibrée [34]. Les PHAs peuvent être obtenus à partir de ressources renouvelables (carbohydrates, acides gras...). Ils sont aussi biodégradables, biocompatibles et les nombreuses compositions possibles donnent accès à une large gamme de propriétés physico-chimiques. Toutes ces propriétés font des

CHAPITRE I : Composite à matrice biopolymère et fibre végétale

PHAs des polymères très prometteurs pour de futures applications dans le domaine environnemental ou biomédical.

La famille des PHAs est composée de nombreux matériaux à la structure chimique proche, les plus utilisés étant les PHB et PHBV.

a) Présentation de PHBV

Le poly (3-hydroxybutyrate-Co-3-hydroxyvalérate), communément connu sous le PHBV, est un polymère de type Polyhydroxyalcanoates. Il est biodégradable, non toxique, biocompatible, plastique produit naturellement par les bactéries et une bonne alternative pour de nombreux polymères synthétiques non biodégradables. En général c'est un polyester aliphatique linéaire thermoplastique. Il est fragile, a un faible allongement à la rupture et la résistance faible à l'impact [52].

Tableau 2 : Les propriétés mécaniques et thermiques des PHAs [30]

Composition			Module d'Young (GPa)	Contrainte à la rupture (MPa)	Elongation à la rupture (%)	T _g (°C)	T _f (°C)	Cristallinité (%)
3-HB	3-HV	3-HH _x						
100	—	—	3.5	40	4	10	177	60
97	3	—	2.9	38	5	8	170	59
91	9	—	1.9	37	8	6	162	58
86	14	—	1.5	35	12	4	150	57
80	20	—	1.2	32	50	-1	145	56
75	25	—	0.7	30	—	-6	137	54
98.5	—	2.5	0.6	43	6	-4	177	42
90	—	10	0.2	21	400	-1	127	nd ^a
80	—	20	0.1	20	850	4	52	18

nd^a : non déterminé

b) Structure de PHBV

Les monomères, acide 3-hydroxybutanoïque et l'acide 3-hydroxypentanoïque, sont reliés par des liaisons ester; l'épine dorsale du polymère est constituée d'atomes de carbone et d'oxygène.

L'acide 3-hydroxybutanoïque fournit la rigidité tandis que l'acide 3-hydroxypentanoïque favorise la souplesse. Ainsi, PHBV peut être faite pour ressembler soit du polypropylène ou du polyéthylène en modifiant le rapport des monomères [47]. augmentation du rapport de l'acide 3-hydroxybutanoïque aux résultats d'acide 3-hydroxypentanoïque une augmentation du point de fusion, la perméabilité à l'eau, la température de transition vitreuse (T_g) et la résistance à la traction. Cependant la résistance au choc est réduite [25] [9].

La structure du PHBV est présentée sur la Figure 2 :

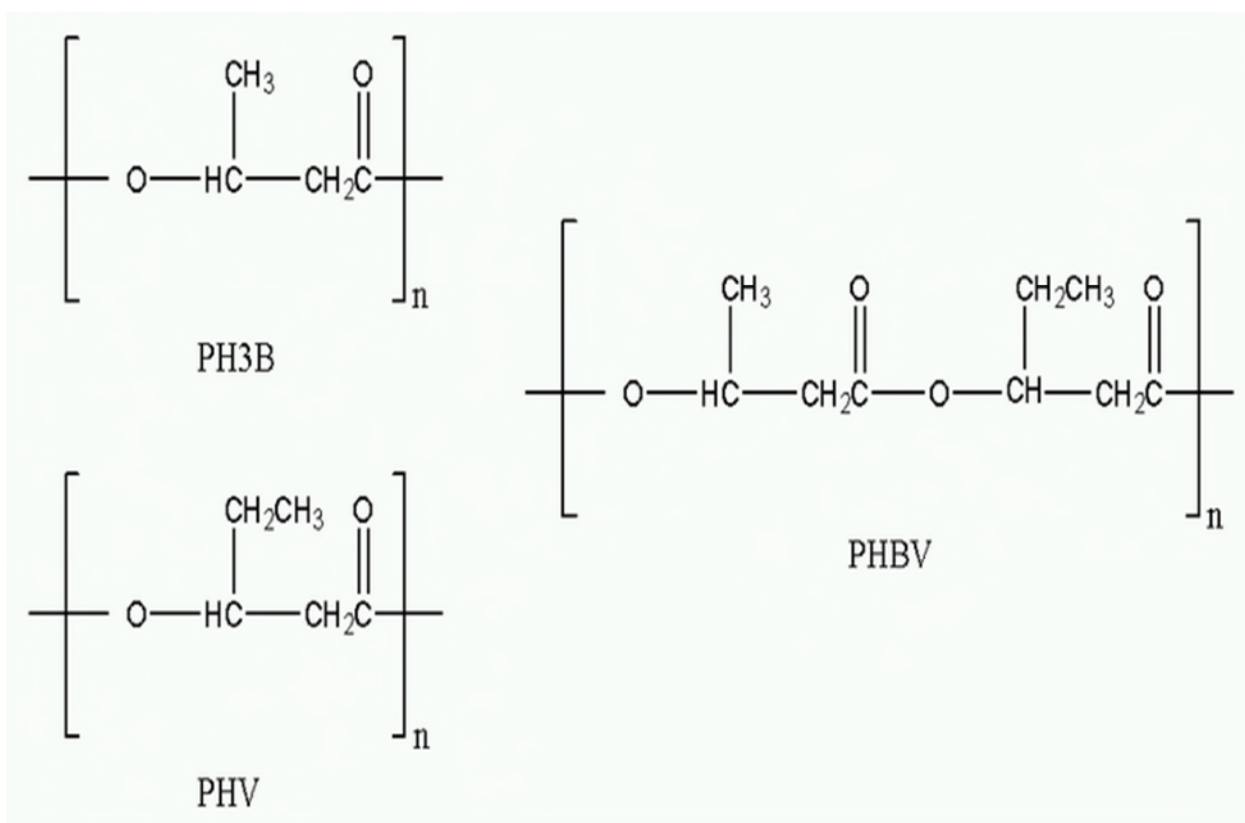


Figure 2 : Structure chimique du PHBV [8].

c) Biosynthèse du PHBV

La biosynthèse du poly 3-hydroxybutyrate (PHB) et poly (3-hydroxybutyrate-3 hydroxyvalérate) (PHBV), illustrée dans Figure 3, débute avec la condensation de deux molécules de l'acétylcoenzyme A (acétyl-CoA à R(-)-3-hydroxybutyrate-CoA). La PHA-synthèse polymérise alors 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) [1].

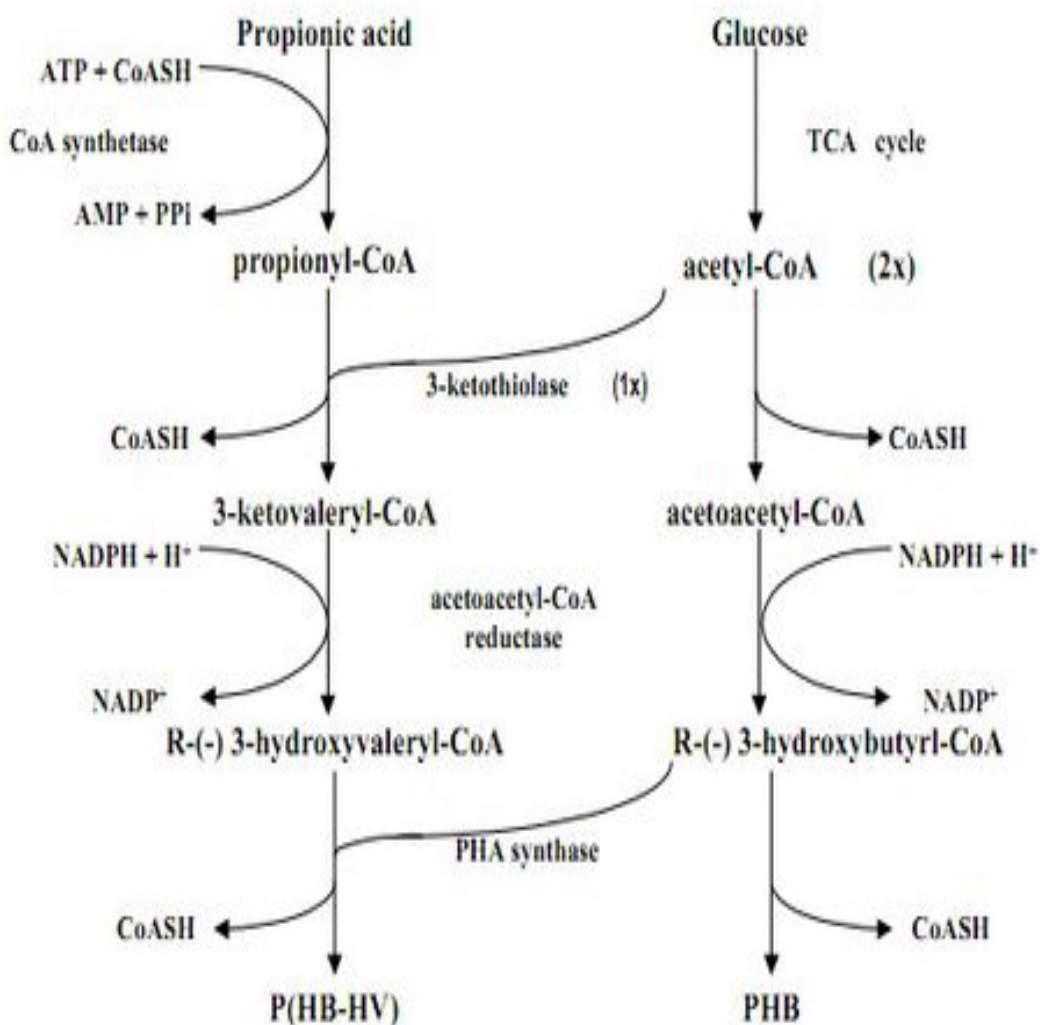


Figure 3 : Biosynthèse du PHB et du PHBV [8].

d) Les inconvénients

Le PHBV présente les inconvénients suivants, [52] :

- *Coûteux.
- *Faible stabilité thermique.
- *Fragile.
- *propriétés mécaniques primitives.
- *traitement difficile.

I.1.3. Le Renfort

Les renforts assurent les propriétés mécaniques du matériau composite et un grand nombre de fibres sont disponibles sur le marché en fonction des coûts de revient recherchés pour la structure réalisée.

La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la Figure 4.

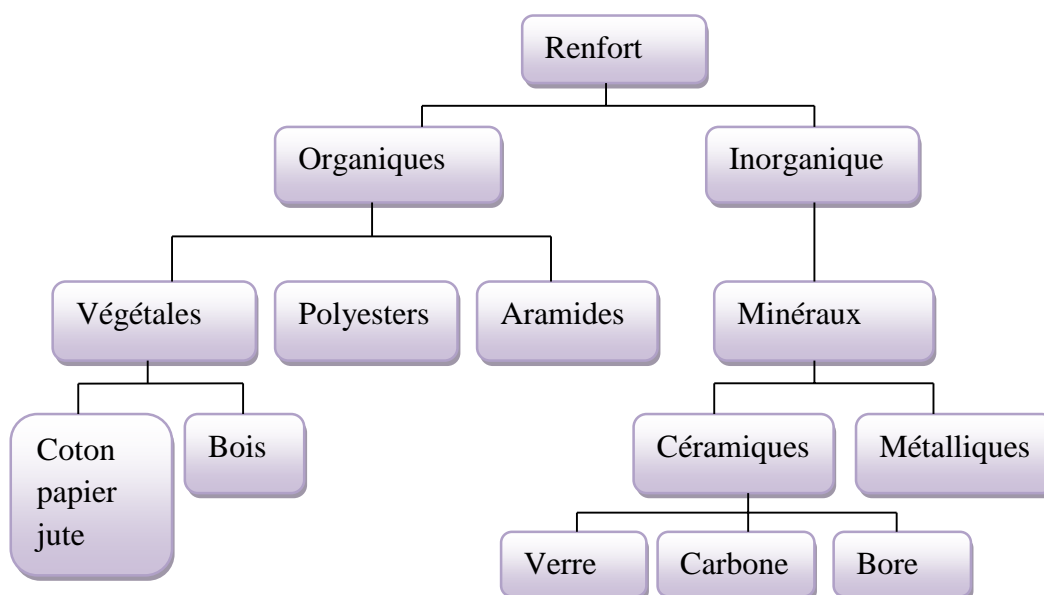


Figure 4 : Types de renforts.

a) Fibres de verre

Elles constituent le renfort essentiel des composites de grande diffusion. Elles sont obtenues à partir de sable (silice) et d'additifs (alumine, carbonate de chaux, magnésie, oxyde de bore). [15] elles présentent les inconvénients suivants :

- Utilisé dans plus de 95% des composites.
- Prix bas (environ 3 €/kg).
- Grande déformation à rupture.
- Rigidité insuffisante dans certaines pièces de structure.

b) Fibres de carbone

C'est la fibre la plus utilisées dans les applications hautes performances. Elles sont obtenues par carbonisation de la fibre de PAN (Polyacrylonitrile). Elles présentent aussi les inconvénients suivants :

- Très bonnes caractéristiques mécaniques.
- Prix élevé (20 €/kg).
- Allongement à rupture insuffisant. [15]

c) Fibres d'aramide

Souvent appelée KEVLAR, la fibre d'aramide est issue de la chimie des polyamides aromatiques. Les fibres d'aramide présentes les inconvénients suivants : [15]

- Tenue à l'impact (applications balistiques).
- Absorption des vibrations, amortissement.
- Prix élevé.

d) Fibres céramiques

Les matériaux composites de type céramique sont souvent constitués de renforts et de matrice en céramique. Les fibres sont élaborées par dépôt chimique en phase vapeur sur un fil support. Ces fibres sont rencontrées dans des applications où la température est très élevée entre 500°C et 2 000°C. Ces matériaux sont utilisés notamment dans les parties chaudes des moteurs d'avions. Quelques exemples de fibres céramiques :

- fibres de Carbure de Silicium.
- fibres de Bore.
- fibres de Bore carbure de silicium. [17]

1.1.4. Renfort à fibre végétale

1.1.4.1. Généralité sur les fibres végétales

Les fibres végétale dites encore fibre lignocellulosique, sont des structures rigides microfibrillaires [14], les fibres végétales sont réparties entre les fibres libériennes (extraites de tige, lin, jute, chanvre) les fibres de feuilles (alfa, sisal), de graines, de fruits, de bois, de la paille de céréales et d'autres fibres d'herbe. Leur composition principale est la cellulose, la lignine et l'hémicellulose. [37]

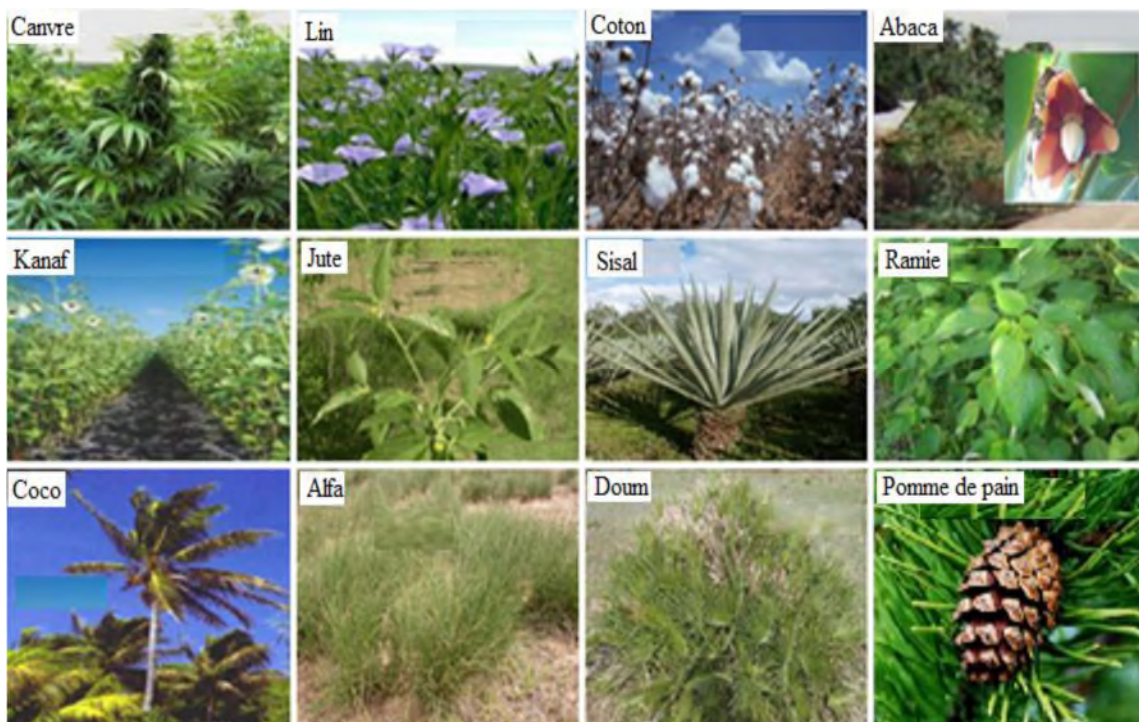


Figure 5 : Quelques plantes, origine des fibres utilisées comme renfort dans les matrices polymères. [23]

a) La composition chimique des charges végétales

Les fibres naturelles se composent principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Elles contiennent aussi des quantités faibles en protéines, extractibles et quelques composés inorganiques. La proportion de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine varie d'une espèce à une autre [35].

Tableau 3: Composition chimique des fibres végétales [11]

Fibre	Cellulose (%)	Lignine(%)	Hémicellulose(%)	Pectine (%)	Cendre (%)
Kénaif	37-49	15-21	18-24	-	2-4
Jute	41-48	21-24	18-22	-	0.8
Chanvre	57-77	3.7-13	14-22.4	0.9	0.8
Ramie	68.6-91	0.6-0.7	5-16.7	1.9	-
Abaca	56-63	7-9	15-17	6	3
Sisal	47-78	7-11	70-24	10	0.6-1
Lin	71	2.2	18.6-20.6	2.3	-
Coton	94	-	-	1.2	1.2
Noix de coco	36-46	31-45	10	3-4	-
Genêt d'Espagne	44.5	18.5	16.3	13.4	4

a.1) Cellulose

La cellulose de formule brute $(C_6H_{10}O_5)_n$ est le constituant qui assure la protection et le soutien dans les organismes végétaux. Elle se situe dans la paroi des fibres et constitue la substance organique la plus abondante dans la nature puisqu'on estime sa production mondiale à environ $1,3 \cdot 10^{10}$ tonne par an. A l'échelle d'un arbre cela correspond à la formation de 10 g de cellulose par jour. La cellulose est un homopolysaccharide composé d'unités β -D-glucopyranose liées entre elles par une liaison glycosidique β [50]. D'un point de vue chimique, la cellulose est une molécule formée de longues chaînes dont le motif de base est le glucose (Figure5).

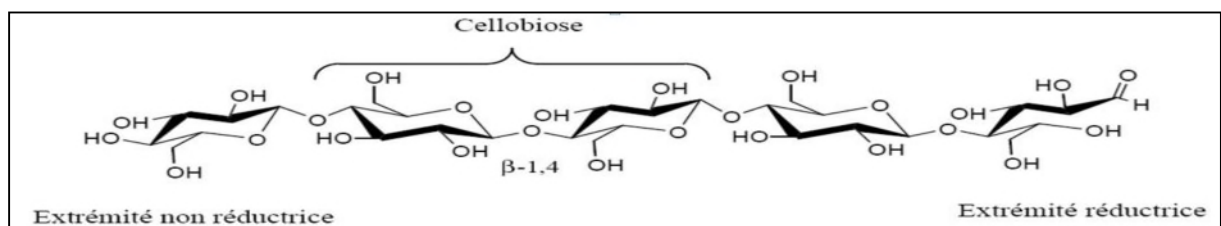


Figure 6 : Schéma de molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène. [10]

a.2) Hémicellulose

Les hémicelluloses sont des polysaccharides, qui se trouvent dans tous les végétaux caractérisés par des masses molaires beaucoup plus faibles que celle de la cellulose et par des structures moins régulières à la fois par la présence de différentes unités dans leurs chaînes et/ou de ramifications. Si l'on considère que le bois est un matériau composite dans lequel la cellulose est la fibre de renfort et la lignine est la matrice, les hémicelluloses jouent le rôle de compatibilisant à l'interface entre ces deux éléments [27].

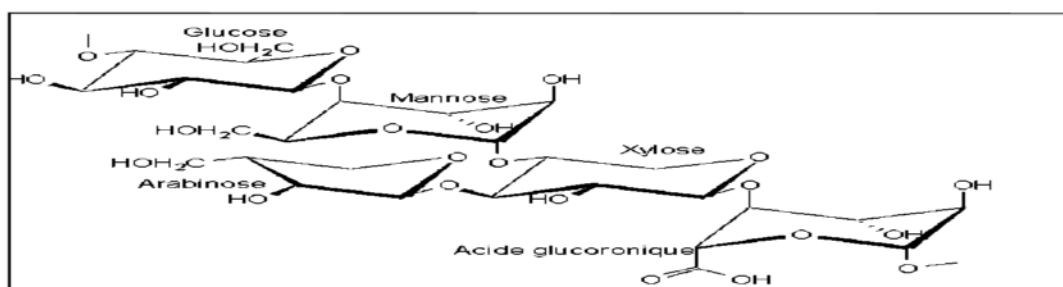


Figure 7: Exemple de Structure hémicellulose [31].

a.3) Pectine

La pectine, substance dérivée de glucides complexes, analogue à l'amidon, produite par de nombreux végétaux. Les pectines sont des substances amorphes blanches qui forment dans l'eau une solution visqueuse [16].

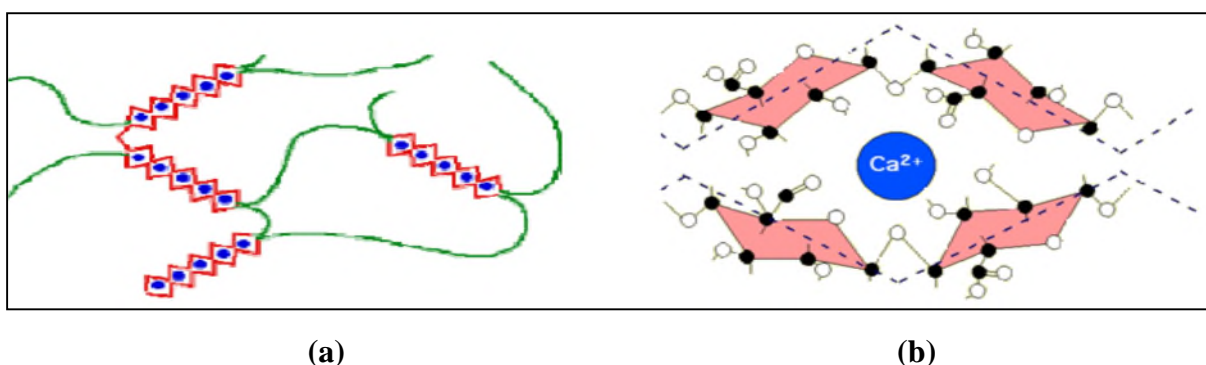


Figure 8 : (a) Le réseau de pectine, (b) L'interaction de calcium avec la pectine [55].

a.4) Lignine

Les lignines sont des polymères d'hydrocarbures complexes avec des constituants à la fois aliphatiques et aromatiques [48,53] (Figure 9). La lignine participe à la rigidité structurale des parois cellulaires et protège les plantes contre l'attaque des organismes pathogènes. Ses propriétés mécaniques sont plus faibles que celles de la cellulose.

Elle est totalement amorphe et de nature hydrophobe. C'est le composé qui donne de la rigidité à la plante. De même la lignine est considérée comme un polymère thermoplastique, présentant une température de transition vitreuse d'environ 90°C et une température de fusion de l'ordre de 170°C. Elle n'est pas hydrolysée par les acides, mais soluble dans l'alcali chaud, s'oxyde facilement et est aisément condensable avec du phénol [41]. L'autre caractéristique commune à toutes les lignines est la présence de fonctions OH aliphatiques mais là aussi, leur fréquence varie considérablement selon l'origine de polymère. Il est important de souligner que dans le végétal, la lignine est liée au polysaccharide par des liaisons covalentes qui améliorent le caractère adhésif de l'interface entre cette matrice et les fibres celluliques. Cette compatibilisation est assurée par l'hémicellulose [27].

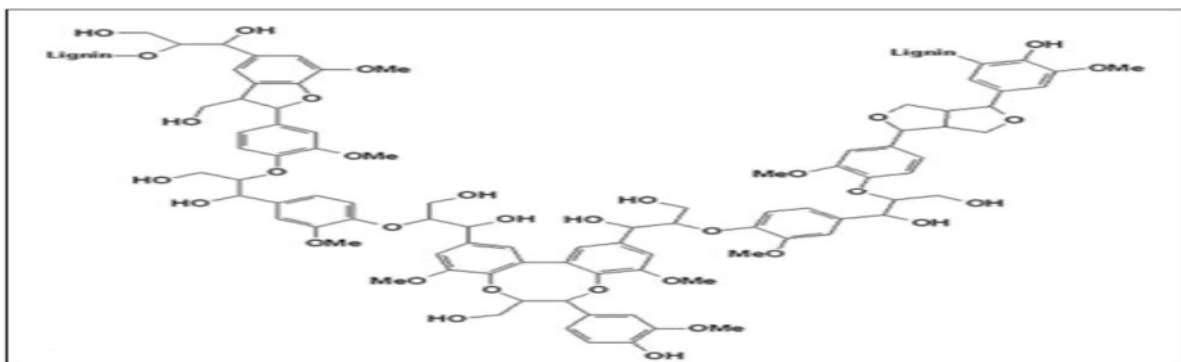


Figure 9 : Représentation schématique de structure de la lignine [3].

a.5) La cire

La cire est une partie des fibres qui peut être extraite avec une solution organique. Elle est constituée de différents types d'alcools, qui sont insolubles dans l'eau et se gonflent.

b) Structure des fibres végétales

La fibre végétale peut être assimilée à un matériau composite dont le renfort est assuré par fibrilles de cellulose enrobées d'une matrice formée d'hémicellulose et de lignine qui est une structure très rigide [13].

Les fibrilles sont organisées en hélice et forment un angle avec l'axe de la fibre appelé « angle microfibrillaires ».

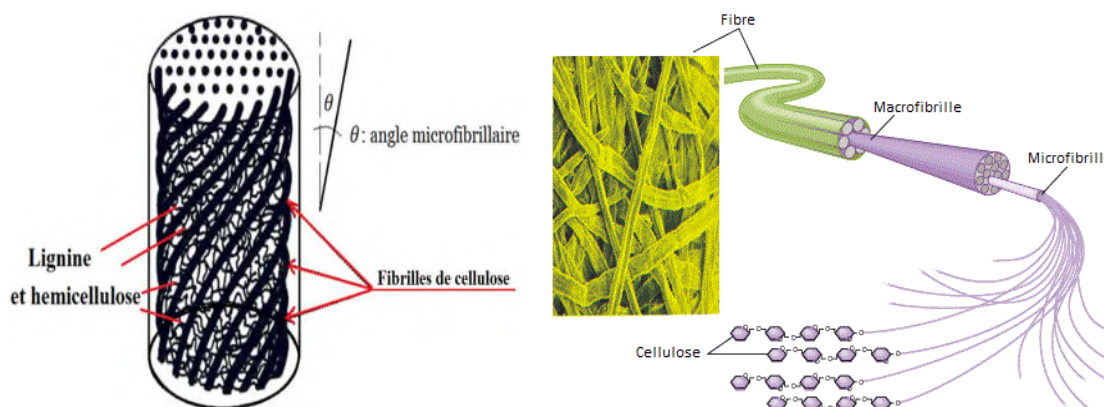


Figure 10 : structure de fibre végétale [5] [22].

c) Propriétés physico-mécanique des fibres végétales

La densité, la résistivité électrique, la force de traction, le module d'Young, la reprise d'humidité et le degré de cristallinité dépendent de la composition chimique et de la structure interne de la fibre.

En général, on admet que les fibres ayant une forte teneur en cellulose, un haut degré de polymérisation de la cellulose et un faible angle microfibrillaires sont des fibres qui possèdent les meilleures propriétés mécaniques (provoque rupture intercellulaire sans endommager les microfibrilles) [46].

Les fibres qui se caractérisent par une forte teneur en lignine, un faible rapport L/D et un angle microfibrillaires important présentent des valeurs faibles en traction et en module d'Young, mais elles sont plus extensibles (engendre rupture intracellulaire avec un retrait microfibrillaires) [49]. L'allongement des fibres dépend du degré de cristallinité, de l'orientation et de l'angle des microfibrilles par rapport à l'axe de la fibre.

CHAPITRE I : Composite à matrice biopolymère et fibre végétale

Les fibres lignocellulosiques changent de dimensions et de propriétés en fonction de leur teneur en humidité. Une augmentation du taux d'humidité fait diminuer la résistivité électrique des fibres.

La capacité des fibres d'absorber ou de désabsorber l'humidité devrait être prise en considération pour évaluer leur comportement dans les différentes applications [46]. L'hémicellulose joue un rôle important dans les propriétés plastiques de la fibre, tandis que la lignine est un adhésif, un rigidifiant et un durcisseur de la fibre lignocellulosique [40].

Tableau 4 : Propriétés physiques des fibres végétales [10]

Fibres	Diamètre (µm)	Longueur (mm)	Facteur de forme (L/D)	Angle microfibrillaire (degré)	Densité (Kg/m ³)	Reprise de l'humidité
Abaca	17 – 21.4	4.6 – 5.2	257	-	1500	14
Bagasse	20	1.7	-	-	550 – 1250	-
Banane	-	2 – 3.8	-	11 – 12	1300 – 1350	-
Bambou	10 – 40	2.7	-	-	1500	-
Coco	16.2 – 19.5	0.9 – 1.2	64	39 – 49	1250	13
Coton	11.5 – 17	20 – 64	2752	20630	1550	8.5
Lin	17.8 – 21.6	27.4 -36.1	1258	5	1400 – 1500	12
Chanvre	17 – 22.8	8.3 – 14.1	549	6.2	1400 – 1500	12
Jute	15.9 – 20.7	1.9 – 3.2	157	8.1	1300 – 1500	17
Kapok	15 – 35	32	724	-	384	10.9
Kénaf	17.7 – 21.9	2 – 2.7	119	-	1220 – 1400	17
Ananas	20 – 80	-	-	6 – 14	1520 – 1560	-
Ramie	28.1 – 35	60 – 250	4639	-	1550	8.5
Sisal	18.3 – 23.7	1.8 – 3.1	115	10 – 22	1300 – 1500	14

Tableau 5 : les propriétés mécaniques des fibres végétales [10]

Fibres	Force de traction (MPa)	Module d'Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)
Abaca	12	41	3.4
Banane	592-914	27-32	1-3
Ananas	413-1627	60-82	0-1.6
Sisal	80-840	9-22	2-14
Bambou	575	27	-
Lin	500-900	50-70	1.3-3.3
Chanvre	310-750	30-60	2-4
Jute	200-450	20-55	2-3
Kénaf	295-1191	22-60	-
Ramie	915	23	3.7
Coco	106-175	6	15-40
Coton	300-700	6-10	6-8
Kapok	93.3	4	1.2

I.1.4.2. La fibre d'alfa

a) Présentation générale

Le nom latin d'alfa est *Stipa Tenacissima* L, le nom anglais est *Esparto grass* ou *Esparto*. La plante est une graminée et est un membre de la famille des herbes. Grâce à la faible consommation d'eau, l'alfa est endémique dans la région méditerranée d'ouest, une région plutôt sèche. Afrique du Nord (Algérie, Tunisie, Maroc, et Libye), et Europe du Sud (Espagne, Italie). La répartition territoriale est montrée dans le Tableau 6. Chaque année la quantité d'alfa poussant diminue à cause d'actions humaines telles que l'exploitation irrationnelle, le surpâturage, les incendies, etc [2].



Figures 11 : Touffes d’alfa



Figure 12 : Alfa à l’état brut

Tableau 6 : la répartition territoriale de la plante alfa [44]

pays	Superficie (ha)
Algérie	4.000.000
Maroc	3.186.000
Tunisie	600.000
Libye	350.000
Espagne	300.000
Portugal	Peu

b) Structure et composition chimique des fibres d’alfa

Les fibres d’alfa sont de section circulaire avec une zone creuse centrale. Leur densité est faible (1400 kg / m³), elles sont biodégradables et elles proviennent d'une source renouvelable. La structure de la fibre d’alfa est hétérogène constituée principalement de cellulose, de lignine d’hémicellulose et de cire représentée dans Tableau 7 :

Tableau 7 : La composition chimique de fibre d’alfa [28-38]

Cellulose (%)	La lignine (%)	L’hémicellulose(%)	Cire (%)	Cendre (%)
41.9 - 47.6	24.2 - 38.5	11.8 - 24.3	2 - 5	1.8 - 5.1

c) Propriétés mécaniques de la fibre d'alfa

Les propriétés mécaniques longitudinales (module d'Young, résistance à la rupture et déformation à la rupture) des fibres d'alfa ont été obtenues à partir des essais de traction en utilisant une machine de traction de type MTS Criterion Modèle 43, la méthode des essais est décrite par Baley [4] représentée dans Tableau 8.

Tableau 8 : Propriétés de la fibre d'alfa

EL [GPa]	σ_r [MPa]	ϵ_r %	V
28.43± 4.07	474.43± 103.44	2.43± 0.58	0.34

d) Les fibres d'alfa comparées à d'autres fibres naturelles aux points de vue propriétés mécaniques

Le Tableau 9 donne les propriétés mécaniques en traction des principales fibres naturelles et synthétiques. En ce qui concerne l'alfa, il s'agit des propriétés de l'alfa technique, c'est-à-dire les faisceaux de fibres.

En ce qui concerne l'élongation de rupture (strain at break), la valeur d'alfa technique (1.5-2.4%) est proche de celle du jute (1.5-1.8%), du chanvre (1.6%) et du sisal (2-2.5%).

En ce qui concerne la tension de rupture (strength at break) les 134-220 MPa de l'alfa technique sont proches des 191-398 MPa du coton.

Quant au module d'Young (Young modulus), qui est une indication pour la rigidité, la valeur d'alfa technique (13-17.8 GPa) est proche de celle du lin (18 GPa) et de la ramie (17 GPa) et supérieure à celle du coton (3.6-8.4 GPa) et l'agave (4.2 GPa). La ramie est la fibre végétale la plus forte avec un module d'Young de 42-86 GPa.

En général les propriétés mécaniques en traction de l'alfa technique approchent celles du jute, du lin, du chanvre et du sisal.

CHAPITRE I : Composite à matrice biopolymère et fibre végétale

Le Tableau 9, présente Les propriétés mécaniques en traction des principales fibres naturelles et synthétiques :

Tableau 9 : Les propriétés mécaniques en traction des principales fibres naturelles et synthétiques [7]

Fibre	Densité (g /cm ³)	Allongement à la rupture (%)	Résistance à la rupture (MPa)	Module de Young (GPa)
Alfa	1.4	1.5 – 2.4	134 – 220	13 – 17.8
Agave	1.4	20	350	4.2
Cotton	1.5	7 – 8	191 – 398	3.6 – 8.4
Jute	1.3	1.5 – 1.8	300 – 600	20
Flax	1.5	2.7 - 3.2	230 – 690	18
Hemp	1.5	1.6	460	17
Ramie	1.5	3.6 – 3.8	266 – 630	42 – 86
Sisal	1.5	2 – 2.5	340 – 423	6 – 14
Wood	1.5	-----	666	26
E Glass	2.6	2.5	770 – 1345	27
S Glass	2.6	2.8	1750	33
Kevlar	1.4	3.3 – 3.7	2140 – 2250	45 – 48
Carbon	1.7	1.4 – 1.8	2350	140

e) Domaine d'applications

Les applications de l'alfa sont multiples et diversifiées :

- applications artisanales pour produire des objets tels que paniers, tapis et cordes. [43]
- pour des applications papetières dans la fabrication de papier de qualité supérieure, de papier pour cigarettes et pour billets de banque.
- pour des applications techniques comme des non-tissés et le renforcement des composites.

- Les non-tissés

Pour les non-tissés, l'alfa est souvent mélangée avec d'autres fibres, soit naturelles comme la laine, soit synthétiques comme le polypropylène (PP).

- Le renforcement des composites

Dans le secteur des composites, une évolution écologique est actuellement en cours. Des fibres, autrefois synthétiques mais aujourd'hui naturelles, sont ajoutées à une matrice pour améliorer ses caractéristiques mécaniques et pour la renforcer. Ce recours aux fibres naturelles se produit de plus en plus de nos jours afin de réaliser des composites biodégradables davantage et donc avec moins d'impact nuisible sur l'environnement. Un avantage supplémentaire, les fibres naturelles ne coûtent pas chères comme quelques fibres synthétiques et elles sont abondantes.

Le problème principal avec l'utilisation des fibres naturelles comme matériel de renforcement est la cohésion et la liaison avec la matrice. Les fibres naturelles sont hydrophiles, en revanche les polymères utilisés comme matrices sont souvent hydrophobes. Par conséquent, les groupes fonctionnels ne se lient pas facilement. Ainsi le composite perd ses propriétés mécaniques et se casse plus facilement au niveau de la liaison. Des prétraitements peuvent diminuer l'hydrophilie des fibres naturelles (augmentation du caractère hydrophobe) ou augmenter l'hydrophilie des polymères (diminution du caractère hydrophobe) pour qu'une meilleure liaison soit possible. Les prétraitements sont appliqués dans la plupart des cas sur les fibres de renforcement, parce que les modifications des polymères peuvent influencer négativement la réalisation des propriétés mécaniques désirées. [7-54]

1.2. Les facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites

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

1.2.1. La dispersion et l'orientation de la fibre

Il est évident que la dispersion du renfort qui conduit à un mélange plus ou moins intime des composants est un paramètre qui influence les propriétés physico-mécaniques du matériau composite. La dispersion du renfort conduit à un mélange plus ou moins homogène des composants, ce paramètre influence les propriétés. L'orientation des fibres génère une anisotropie, qui détermine des «Axes forts » pour le polymère, selon lesquelles les fibres seront sollicitées longitudinalement (direction la plus résistante de la fibre) [45].

L'orientation des fibres est un autre facteur important qui influe sur le comportement des composites. Car les fibres sont rarement orientées dans les matériaux composites en une seule direction, laquelle est nécessaire pour que les fibres donnent un effet de renforcement maximal [32].

1.2.2. Influence de la nature et la quantité des constituants

L'augmentation du pourcentage de renforts améliore quasi systématiquement la rigidité d'un composite. Cependant, une trop grande quantité de renforts implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performances dans certains cas. Plusieurs études ont montrés qu'à partir d'un taux de 50% en fibres, le matériau devient rugueux et la surface présente des ruptures. L'augmentation de la proportion de fibres lignocellulosiques a aussi pour conséquence directe, la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygroscopique et putrescible [11].

1.2.3. L'effet de l'humidité

Les propriétés mécaniques des composites renforcés par des fibres naturelles peuvent être réduites en grande partie dans des conditions humides. C'est une préoccupation profonde car il y a des potentielles d'applications extérieures, où l'absorption d'humidité peut avoir une influence significative sur ces matériaux. Les liaisons entre les fibres naturelles (qui contiennent l'hydroxyle et d'autres groupes polaires) et les matrices relativement hydrophobes de polymère seraient affaiblies avec la prise d'eau

élevée. L'interface affaiblie va causer la réduction des propriétés mécaniques des composites.

Par conséquent, l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques est essentiel pour les applications des composites renforcés par des fibres naturelles [19].

1.2.4. Influence de la morphologie des fibres

La morphologie des fibres inclut aussi d'autres paramètres que la longueur des fibres, comme leur diamètre, l'épaisseur des cellules et le diamètre des lumens. Ces paramètres varient tous à divers niveaux, en fonction de la nature des fibres. Les fibres de bois sont caractérisées par un rapport L/D élevé, mais sont souvent réduites en farine pour en faire des composites bois/polymère. Les traitements de surface des fibres réduisent considérablement le rapport (L/D), mais augmentent considérablement l'adhésion et les propriétés mécaniques [51].

1.2.5. Adhésion fibre-matrice

Les phénomènes d'adhésion aux interfaces fibre-matrice jouent un rôle essentiel sur les propriétés des matériaux composites. De telles interfaces sont le siège de phénomènes physico-chimiques complexes dus aux interactions moléculaires entre deux matériaux de nature et de propriétés différentes, pouvant conduire à la formation de véritables interphases aux propriétés intrinsèques. Ces interfaces et interphases doivent être en mesure de supporter toutes les contraintes mécaniques, résiduelles ou externes, et de les transmettre de la matrice à la fibre pour que les matériaux composites présentent les propriétés mécaniques à l'usage requises [39].

1.3. Mise en œuvre des matériaux composites

Les fibres végétales sont mélangées aux matrices thermoplastiques ou thermodurcissables de résine par extrusion ou par compression moulée dans une variété de formes utiles [56].

Trois types de procédés permettent de fabriquer des matériaux composites constitués de fibres cellulosiques et d'un polymère thermoplastique: le mélange par fusion, le mélange à froid et la polymérisation in situ.

Dans le procédé de mélange par fusion, le polymère thermoplastique fondu est mélangé avec le renfort cellulosique dans une extrudeuse ou un broyeur préchauffé, on obtient un matériau capable d'être thermoformé [57]. Dans le procédé de mélange à froid, le polymère thermoplastique est mélangé par un courant d'air à froid avec les fibres végétales. On obtient un lit homogène. L'incorporation du polymère aux fibres végétales est réalisée par pressage à chaud [29]. Lors de la polymérisation in situ, les monomères liquides sont directement mélangés par aspiration avec les fibres végétales avant de procéder au moulage [31].

1.4.Procédés de mise en œuvre des composites

1.4.1.Moulage au contact

Procédé manuel pour la réalisation de pièces à partir de résines thermodurcissables, à température ambiante et sans pression. Les renforts sont déposés sur le moule et imprégnés de résine liquide, accélérée et catalysée. Après durcissement de la résine, la pièce est démoulée et détournée [15].

La Figure 13, présente le principe de moulage au contact :

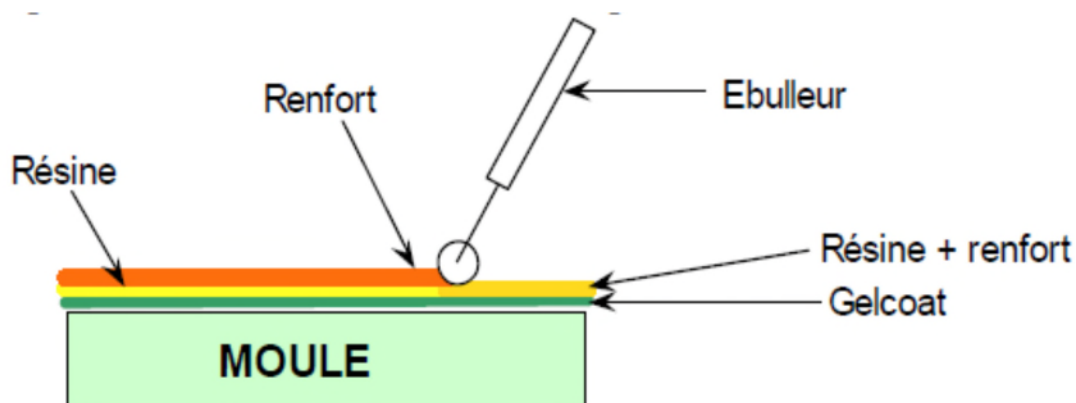


Figure 13 : Le principe de moulage au contact [15].

I.4.2. Moulage par injection basse pression de résine – RTM

Le moulage par injection de résine liquide RTM (Résine Transfert Molding) s'effectue entre moule et contre-moule rigides. Le renfort (mats, préforme, éventuellement tissus) est disposé dans l'entrefer du moule. Une fois celui-ci solidement fermé, la résine, accélérée et catalysée, est injectée sous faible pression (1.5 à 4 bars) à travers le renfort jusqu'au remplissage complet de l'empreinte. Après durcissement de la résine, le moule est ouvert et la pièce démoulée [15].

La Figure 14, présente le principe de Moulage par injection basse pression de résine – RTM :

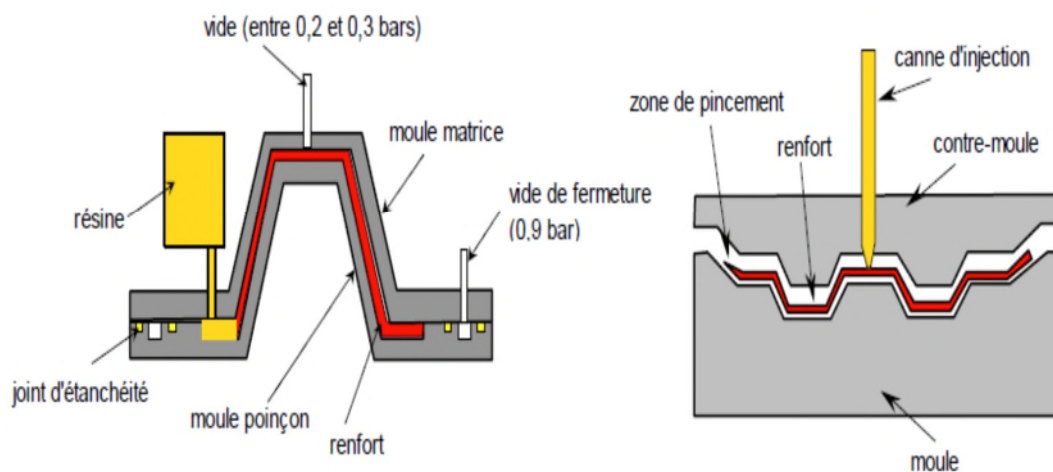


Figure 14 : Le principe de Moulage par injection basse pression de résine – RTM [15].

I.4.3. Moulage par injection de compound – BMC

Le compound B.M.C (Bulk Molding Compound) préparé dans un malaxeur est une masse à mouler constituée de résine, de charges et d'adjuvants divers, renforcée par des fils de verre coupés. Le compound est moulé à chaud (130 - 150 °C) par injection (principalement) entre moule et contre-moule en acier usiné. La pression (50 à 100 bars) de fermeture du moule entraîne le fluage de la matière préalablement dosée et le remplissage de l'empreinte. Le temps de durcissement très court permet un démoulage rapide [15].

1.4.4. Moulage par compression de mat préimprégné - SMC

Le mat préimprégné SMC (Sheet Molding Compound) est constitué d'une nappe de fils coupés ou continus, imprégnée par un mélange de résine polyester, de charges et d'adjuvants spécifiques divers. Découpé en flans de masse et dimensions déterminées, le mat préimprégné est moulé à chaud (140 à 160 °C) par compression entre un moule et un contre-moule en acier usiné. La pression (50 à 100 bars) entraîne le fluage de la matière et le remplissage de l'empreinte. Le temps de durcissement très court (en fonction de l'épaisseur) permet un démoulage rapide [15].

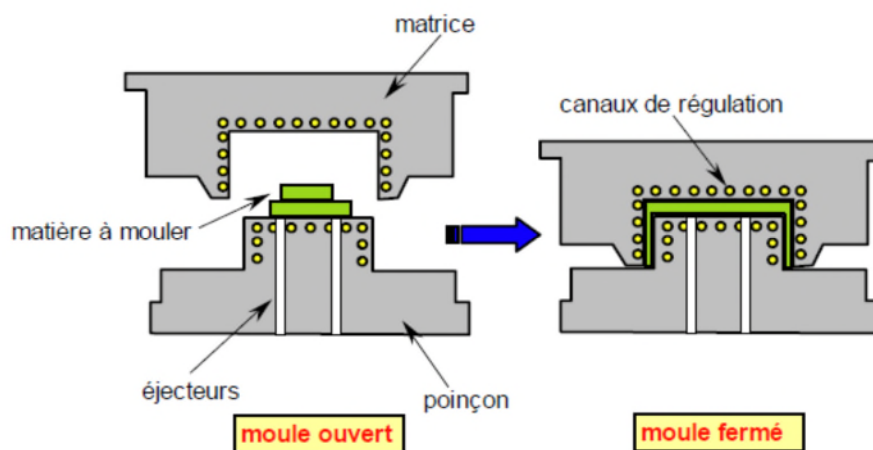


Figure 15 : Principe de Moulage par compression de mat préimprégné – SMC [15].

1.4.5. Moulage par pultrusion

Le procédé est destiné à la réalisation en continu de profilés de sections constantes. Des renforts continus, rovings divers, mats et tissus en bandes de largeurs appropriées, tirés par un banc de traction situé en fin de ligne de production, sont successivement prédisposés de façon précise, imprégnés de résine et mis à la forme désirée par passage à travers une filière chauffée dans laquelle s'effectue le durcissement de la résine [20].

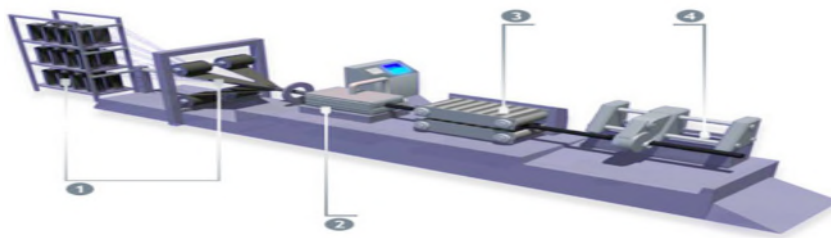
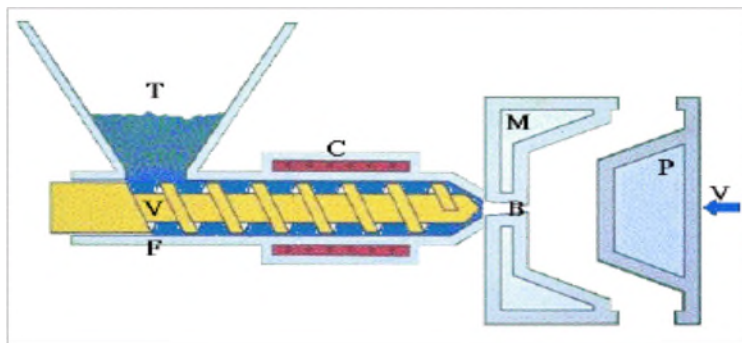


Figure16 : Principe de moulage par pultrusion [20]

- 1 : Renfort
- 2 : moule de pultrusion
- 3 : unité de tirage
- 4 : unité de sciage

I.4.6. Injection :

Le procédé d'Injection permet d'obtenir en une seule opération des pièces finies, de formes complexes ou non, dans une gamme de poids de quelques grammes à plusieurs kilogrammes [20].



- T : Granulés de polymère
- C : Chauffage
- V : Vis
- F : Cylindre
- M : Partie fixe du moule
- P : Partie mobile du moule
- B : Buse d'injection

Figure 17 : Pièces en composite injecté [20].

I.5. Principaux avantages et inconvénients des matériaux composites à charges végétales

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

- Leur légèreté;
- Leur résistance à la corrosion et aussi à la fatigue;
- Leur insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants;
- Leur possibilité de prendre plusieurs formes, d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit. Cependant, certains inconvénients freinent leur diffusion:

- Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication;
- La gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte;
- Faible stabilité dimensionnelle;
- Absorption de l'eau.

1.6. Application des composites à base des fibres végétales

L'utilisation des matériaux composites s'inscrit dans une démarche d'éco-conception. On note enfin le développement de granulés thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles végétales est utilisé dans différents domaines [5].

1.6.1. En automobile

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

1.6.2. En construction

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

1.6.3. Autres applications

La recherche porte sur la caractérisation des fibres, la capacité à les utiliser à des conditions économiques comme renforts de composites structuraux tels que des hublots d'avion, et les moyens permettant d'améliorer l'interaction entre les fibres et la matrice dans laquelle elles sont noyées [42].

- [1] ADEME. Matériaux polymères biodégradables et applications. Note de synthèse II 26/06/2006
- [2] Akchiche O., Messaoud Boureghda K., Esparto Grass (*Stipa Tenacissima L.*), raw material of papermaking. First Part, *Chimija rastitel'nogo syr'ja*, 4, 2007, 25-30.
- [3] Arrakhiz FZ; Elachaby M; Bouhfid R; Vaudreuil S; Essassi M; Qaiss A. Mechanical and thermal properties of polypropylene reinforced with Alfa fiber under different chemical treatment. *Mater Design* 35, 2012, 318–322.
- [4] Baley C. Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33, 2002, 939–948.
- [5] Baley C. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, *Technique de l'ingénieur*. 2005, pp AM5 130-1-AM5 130-12 et p12
- [6] Belkhir S; Koubaa A; Khadhri A; Ksontini M; Nadji H; Smiti S; Stevanovic T; Seasonal effect on the chemical composition of the leaves of *Stipa tenacissima L.* and implications for pulp properties, *Industrial Crops and Products*, 44, 2013, 56-61.
- [7] Ben Brahim S and Ben Cheikh R « Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite », *Composites Science and Technology*, 67, 2007, Issue 1.
- [8] Betancourt A.O. « Analyse, extraction et récupération de poly-3-hydroxybutyrate présente dans la biomasse », thèse doctorat, université du Québec à Montréal, 01, 2008.
- [9] "Bioplastics - Biodegradable polyesters (PLA, PHA, PCL ...)". *biodeg.net*. Retrieved July 11, 2012.
- [10] Bledzki AK. Gassan J. Composites reinforced with cellulose based fibers. *Progress in polymer Science*, 24, 1999, p 221-274.
- [11] Bouhank S. «Effet d'absorption d'eau sur le comportement mécanique des composites PP/farine cellulosique », Mémoire de Master, Faculté de Technologie, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas Sétif, 2012, 63 p.
- [12] Bouiri B; Amrani M. Elemental chlorine-free bleaching halfa pulp, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 16, 2010, 587-592.
- [13] Brosse N. Fibres, matériaux Fibreux et Eco-matériaux, The Canadian Conférence On industrial Bioproduct Innovation (BOIP), 2008, présentation power point, pp1-19.

- [14] Brudieux V. Extraxtion, modification enzymatique et caractérisation chimique de nouvelles structures pectique. Application de relation structure/activité à la dermocosmétique, Thèse de doctorat, Université de Limoge, 2007, pp1-220.
- [15] CARMA, Glossaire des matériaux composites, 10/2006.
- [16] « Cellulose »Microsoft ® Encarta ® 2007. Microsoft Corporation, 1993-2006.
- [17] Centrale Nante. Généralilés sur les matériaux composites. Laurent Gornet 28/09/2008.
- [18] CETIM Mallard, Rapport DPE 1991.
- [19] Chow C.P.L ; Xing X.S. et R.K.Y. Li. «Moisture absorption studies of sisal fibre reinforced polypropylene composites», Composites Science and Technology. 67, 2007, pp 306-313.
- [20] Charles J.P. CD. découvrir les composites (Institut de mécanique de Marseille)
- [21] Dieulesaint E. et Royer D. « Ondes élastiques dans les solides, application au traitement du signal », Masson et Cie Editeurs, Paris, 1974.
- [22] Egal M. « Structure and properties of cellulose / Naoh aqueous solutions, gels and Regenerated objects ». Thèse de doctorat, Ecole des mines de Paris, France, 2006, 245 p.
- [23] Mustapha MALHA” Mise en œuvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites: polymère thermoplastique renforcé par des fibres doum”, these doctorat, université Mohamed V-AGDAL Rabat. 12Mars 2013.
- [24] Elouaer A. Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales, Thèse de doctorat, Université de Reims Champagne-Ardenne, 2011, pp1-214.
- [25] Ewa Rudnik. Compostable Polymer Materials. Elsevier. 3 January 2008, p 21.
- [26] Fowler P.A; Hughes J.M; Elias R.M. Biocomposites: technology, environmental, credentials and market forces, Journal of the science of food and agriculture, 86, 2006, 1781-1789.
- [27] Gandini A. et Belgacem M. N. « La chimie des substances renouvelables». L'actualité chimique, 2002, pp 6-14.
- [28] Hattalli S; Benaboura A; Ham-Pichavant F; Nourmamode A;Castellan A; Adding value to Alfa grass (*Stipa tenacissima* L) soda lignin as phenolic resins: 1. Lignin characterization, Polymer Degradation and Stability, 75, 2002, 259-264.

- [29] Khan M.A. Idriss K.M.A. et Ahmdad M.U. « Radiation-induced wood plastic composites under combinations of monomers», *Journal of Applied Polymer Science*. 45, 1992, pp 2113-2119.
- [30] Julien Babionot. *Elabiration de copolymers amphiphiles à base de poly (3-hydroxyalcanoate)*. Université paris-Est, 2012. Français.< NAT: 2012 PEST1111>.
- [31] Khan M.A. et Idriss K.M.A. «Studies of physico-mechanical properties of wood and wood plastic composite (WPC) », *Journal of Applied Polymer Science*. 45, 1992, pp 167-172.
- [32] Klason C ; Kubata J. et Stromvall H.E. « The Efficiency of Cellulosic Fillers in Common Thermoplastics. Part I. Filling Without Processing Aids or Coupling Agents », *International Journal of Polymeric Materials*. 10, 1984, pp. 159-187.
- [33] Kritschewsky GE. *Chemist technology von textile materialien*. Moskau, Legprombitisdat. 1985.
- [34] Madision L.L ,G.W. Huisman, *Microbiol. Mol. Biol. Rev.* 63, 1999.
- [35] Mahfoudh A., «Étude de la production et de la caractérisation de composites bois-plastiques», *Mémoire de Maître ès sciences, Département de Génie Chimique, Université Laval, Québec, 2013, 101p.*
- [36] Mwaikambo. L. Y. *Review of the history, properties and application of plant fibers*, *African Journal of science and technology*. 2006, pp120-133.
- [37] Nadine Bourgeois, « Caractérisation et modélisation micromécanique du comportement et de l'endommagement d'un composite à matrice métallique : Al/SiCp », *thèse de doctorat soutenue le 18 janvier 1993, Ecole Centrale de Paris*
- [38] Nadji H., Brochier Salon M.C., Bruzzèse C., Benaboura A., Belgacem M.N., *Chemical composition and pulp properties of Alfa (Stipa tenacissima)*. *Cellulose Chemistry and Technology*, 40, 2006, 45-52.
- [39] Nardin M. « Interfaces fibre-matrice dans les matériaux composites», *Revue de composites et des matériaux avancés, Lavoisier*, 16, 2006, pp 49-62.
- [40] NENONNENE A.Y. *Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige kénaif et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage*, *thèse de doctorat, université de Toulouse, 2009 . pp 1-178.*
- [41] Ofomaja AE. Naidoo E.B. *Biosorption of copper from aqueous solution by chemically activated Pinecone: A kinetic study*. *Chem. Eng J.* 175, 2011, 260– 270.

- [42] Paul S. A; Boudenne A; Ibos L; Candau Y; Joseph K; et Thomas S. « Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite materials», *Compos. Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39, 2008, pp. 1582–1588.
- [43] « L'alfa : Importance écologique et socio-économique », *Portail de l'agriculture marocaine, Terre et Vie*, N°61-62, (Novembre 2002)
- [44] *Portail de l'agriculture marocaine, L'alfa : Importance écologique et socio-économique, Terre et Vie*, 61-62, 2002, 1-3.
- [45] Ragoubi M. « Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne ». Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, France, 2010, 186 p.
- [46] Reddy N Yang Y. Biofibers from agricultural Byproduct for industrial application, *TRENDS in biotechnology*, 2005, 23, 22-27.
- [47] Rolando Barbucci (). *Integrated Biomaterials Science*. Springer. 31 October 2002 p. 144.
- [48] Sadov F.; Korchagin M.; Matetsky A. and al. *Chemical technology of fibrous materials* 1978.
- [49] Satyanarayana. K.G, Guimaraes J.L, Wypych F. *Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I : Source, production, morphology, properties and application, Composites : Part A*, 38, 2007, 1694-1709.
- [50] Sbiai. A. «Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier Dattier: effet de l'oxydation au tempo sur les fibres». Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale Matériaux de Lyon, France, 2011, pp 236.
- [51] Soucy J. « Potentiel d'utilisation des fibres de papier dans la conception de composites bois polymères par une technologie d'extrusion ». Thèse de Maîtrise en Ingénierie, Université du Québec, Canada, 2007, pp 149 .
- [52] Srikanth Pilla. *Handbook of Bioplastics and Biocomposites Engineering Applications*. John Wiley & Sons. 20 July 2011, pp 373–396.
- [53] Thesis: Influence de facteurs abiotiques sur la régulation des paramètres microbiens impliqués dans la dégradation de la matière organique d'une litière forestière.
- [54] Vermeulen B. « Réalisation de prothèses orthopédiques en fibres naturelles : Des matériaux composites de fibres de verre substitués par des composites de fibres d'Alfa »,

Le Journal de l'Ecole Nationale Supérieure des Arts et Industries Textiles, Fil d'Ariane N°:24, Mai 2008.

[55] Wachowski A. « Les Parois de Cellules Végétales».

[56] Young R.A. Vegetable fibers, Encyclopedia of Polymer Science and Technology. John Wiley & Sons, 12, 2005, pp 400-416.

[57] Youngquist J. A; Myers G.E. et Herten T.M. «Lignocellulosic-plastic composites from recycled materials » ACS symposium series. 42, 1992, pp. 476.



CHAPITRE II

Appareillage et techniques expérimentales

Chapitre II : Appareillage et techniques expérimentales

II .1. Objectif de l'étude

Le but de cette étude est l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de poly (3-hydroxybutyrate-Co-3-hydroxyvalérate) PHBV renforcé avec une charge végétale d'alfa à des taux massiques de 10 ; 20 et 30%. Dans ce travail, nous avons étudié l'évolution des propriétés structurales, mécaniques, thermiques et effet d'absorption d'eau des composites PHBV/alfa en fonction du taux de farine et du traitement chimique de la surface de la fibre avec une solution de NaOH à 2%.

Notre technique expérimentale est subdivisée en deux parties:

- 1) **Partie 1:** Préparation et traitement de la farine.
- 2) **Partie 2:** Elaboration des composites et leurs caractérisations.

II.2. Problématique

Toutes les fibres naturelles sont hydrophiles et polaires dans la nature, tandis que les matrices polymères sont de nature hydrophobe et majoritairement apolaire. L'addition de ce renfort au polymère va réduire les propriétés mécaniques du composite, et va produire une absorption d'humidité élevée au niveau des fibres naturelles renforçant le polymère. Si l'humidité n'est pas retirée de la fibre avant son utilisation, des vides (porosité) nuisibles vont apparaître à l'interface fibre/matrice, entraînant ainsi une détérioration des propriétés mécaniques et une perte de stabilité dimensionnelle [23].

II.3. Le rôle de prétraitements et des traitements chimiques

Une des difficultés de la fabrication des composites est de créer une bonne adhésion entre les fibres et la matrice. La nature hydrophile des fibres végétales est à l'origine du manque de compatibilité avec la matrice hydrophobe. Cette incompatibilité provoque une

mauvaise dispersion des fibres dans la matrice et la formation d'un matériau hétérogène [10]. Le rôle des traitements chimiques est de modifier la surface des fibres, amélioration du mouillage des fibres par la matrice et de la liaison interfaciale [09].

II.4. Organigrammes

Les Figures 18 et 19, présentes les plans de travail expérimental de la partie 1 et la partie 2 :

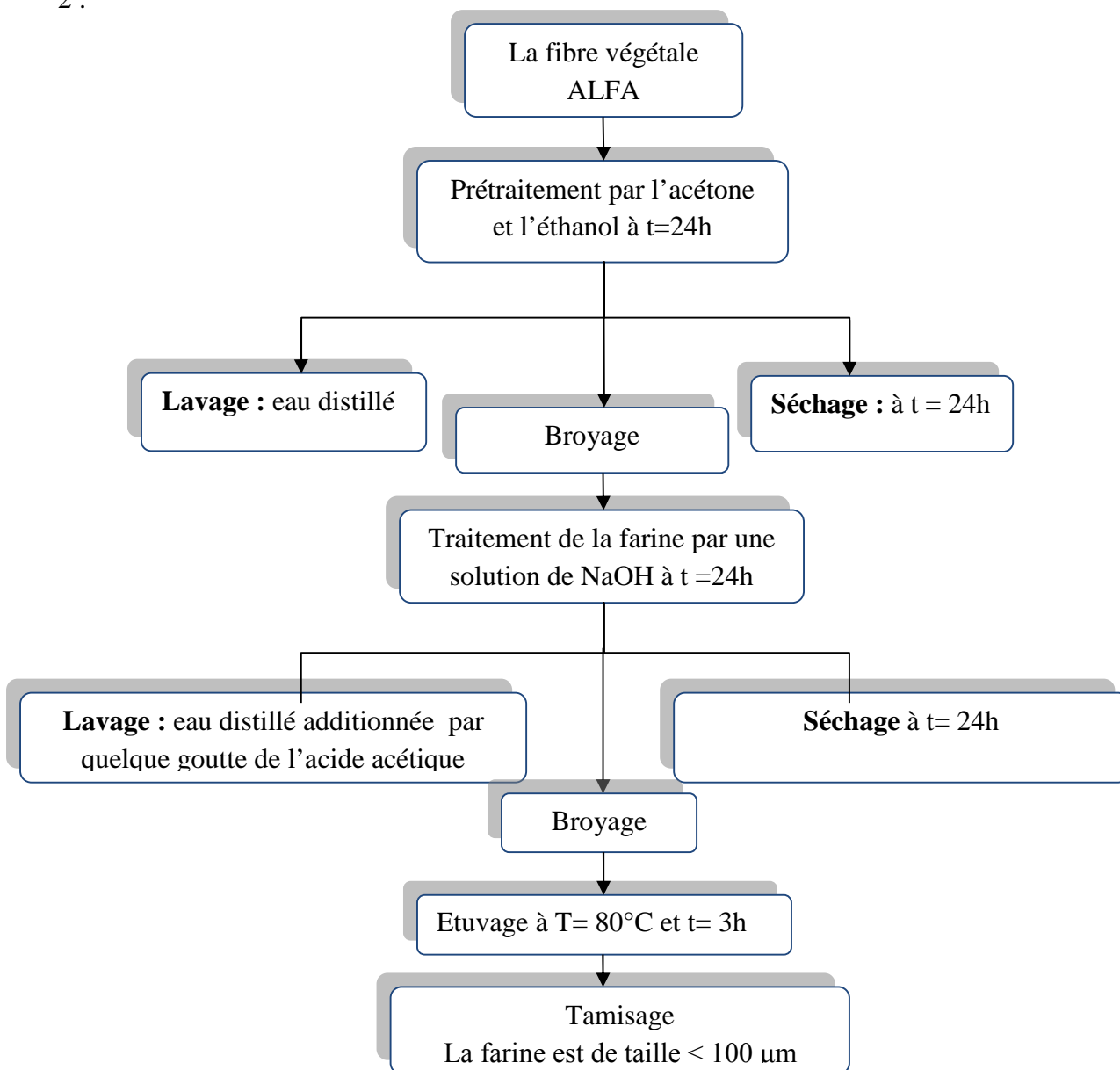


Figure 18 : Plan de travail expérimental de la partie 1.

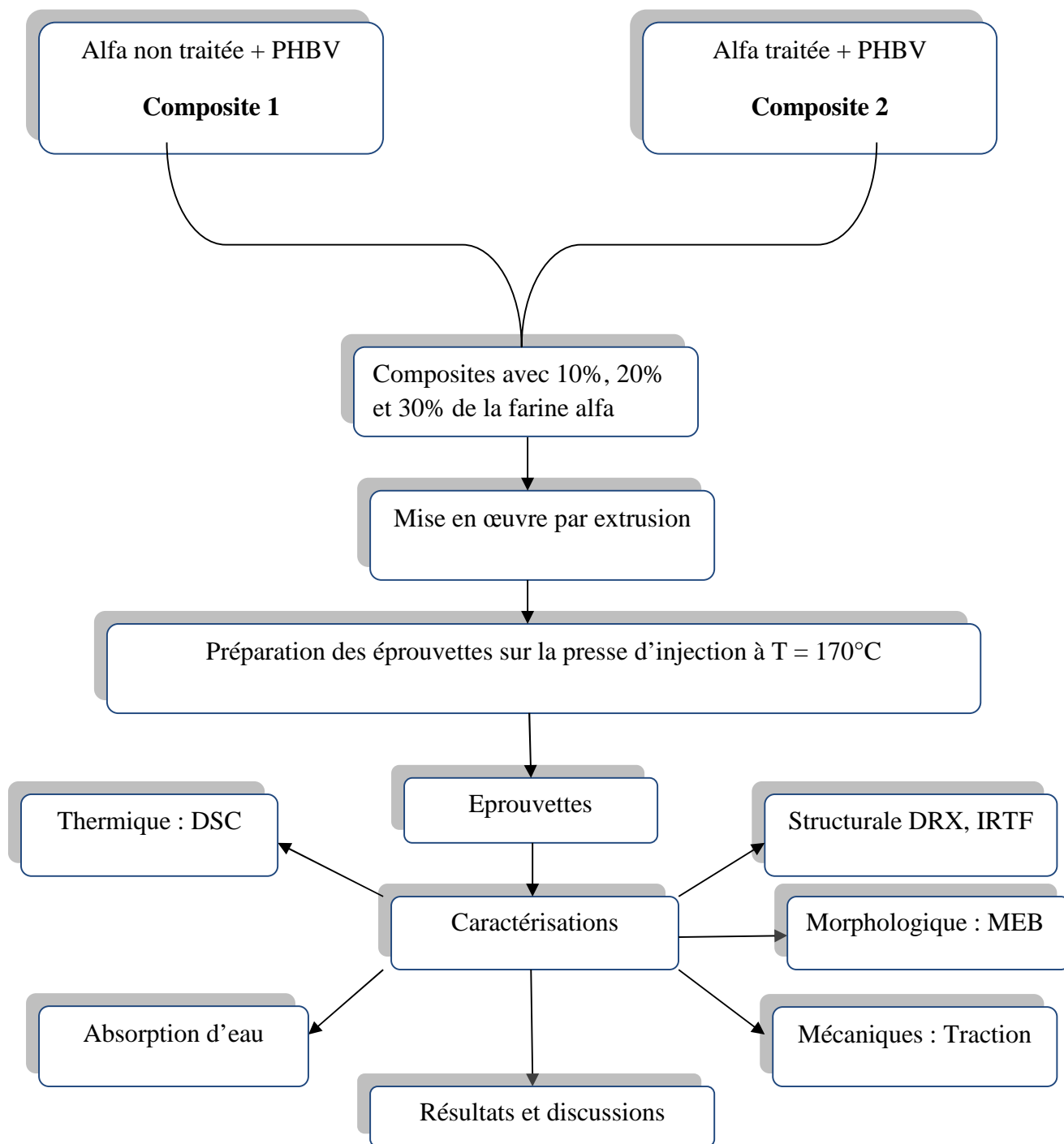


Figure 19 : Plan de travail de la partie 2.

II.5. Matériaux utilisés

II.5.1. Le Poly (3-hydroxybutyrate-Co-3-hydroxyvalérate) PHBV

La matrice utilisée est le copolymère PHBV contenant 8% en mole de HV, commercialisée par la société natureplast sous le nom PHI 002, dont ses principales caractéristiques sont :

Tableau 10: Principales caractéristiques physico-chimiques du PHBV [01]

Propriété	Valeur
Point de fusion (°C)	170-176 °C
Température de transition vitreuse (Tg)	5 °C
Densité	1,25
Solubilité dans l'eau à 20°C	Insoluble
Solubilité dans les autres solvants	Chloroforme, dichlorométhane
Limite d'élasticité	39 MPa
Allongement à la rupture	2%
Module d'Young	1.9 GPa

II.5.2. La farine d'alfa

L'alfa est une herbe vivace typiquement méditerranéenne, elle pousse en touffes d'environ 1m à 1m20 de haut, formant ainsi de vastes nappes. Elle pousse spontanément notamment dans les milieux arides et semi arides, elle délimite le désert, là où l'alfa s'arrête, le désert commence. [02]

II.5.3. Acide acétique :

L'acide acétique est un produit fourni par Biochem-Chemopharma. **Formule chimique:** $C_2H_4O_2$; **Mw** = 60.04 g/mol ; **Densité** (à 20°C) : 1.0480 à 1.05.

II.5.4. L'hydroxyde de sodium

La soude caustique est un produit fourni par Biochem-Chemopharma. **Formule chimique:** NaOH ; **Mw** = 40 g/mol.

II.5.5. L'éthanol

L'éthanol est un produit fourni par Biochem-Chemopharma. Les caractéristiques de l'éthanol sont les suivantes:

Formule chimique: C₂H₆O ; **Mw** = 46.07 g/mol ; **Densité** (à 20°C) : 0.805 à 0.811.

II.6. La mise en œuvre des matériaux

II.6.1. Préparation de farine d'alfa

II.6.1.1. Prétraitement de la farine

Le prétraitement de la farine a été fait par lavage en utilisant comme solvant l'acétone et l'éthanol. On prend une quantité d'alfa, on l'introduit dans une solution constituée d'un mélange de 38 ml d'acétone et 62 ml d'éthanol qu'on laisse sous agitation pendant 24 heures à une température ambiante puis on la filtre. Après filtration, la farine a été lavée avec de l'eau distillée, puis séchée sous la hotte pendant 24 heures.

II.6.1.2. Traitement alcalin par NaOH

La farine d'alfa a été immergée dans une solution de NaOH à 2%, avec agitation pendant 1 h et à la température ambiante. Ensuite, la farine a été lavée complètement avec de l'eau additionnée de quelques gouttes d'acide acétique pour enlever l'excès du NaOH. Après filtration la farine a été séchée sous la hotte pendant 24h, puis elle a subi un étuvage à température égale à 80°C pendant 3h.

II.6.1.3. Broyage

Les particules obtenues ont été broyées afin d'avoir une poudre de dimension très fine. En utilisant dans cette opération comme broyeur un moulin à café traditionnelle.

II.6.1.4. Tamisage

Après le broyage, la farine a été tamisée à l'aide d'un tamis de 100 μm pendant 20 min à une vitesse de 70 m/s, afin d'obtenir une farine ayant un diamètre inférieure à 100 μm .

II.6.2. Préparation des composites

La farine d'alfa est mise sous l'étuvage à une température de 80 °C pendant 30 min. Les composites PHBV/farine d'alfa ont été préparés avec la farine non traitée et traitée par NaOH, à différents taux de farine 10, 20 et 30%.

Tableau 11 : Code et formulation utilisés

Matrice	PHBV (%)	Alfa (%)
PHBV vierge	12 g	0 g
PHBV/ 10% Alfa	10,8 g	1,2 g
PHBV/ 20% Alfa	9,6 g	2,4 g
PHBV/ 30% Alfa	8,4 g	3,6 g

II.6.3. Préparation des altères biocomposites à base de PHBV

La préparation des échantillons biocomposites à été réalisée par voie fondu en utilisant une extrudeuse bis-vis de type de micro compounder DSM Xplore modèle 2005. Des éprouvettes ont été produites par moulage par injection. Les conditions de manipulation sont regroupées dans le Tableau 12 :

Tableau 12 : Conditions opératoires

Vitesse de rotation (tr/min)	100
Température de fusion (°C)	170
Temps de séjour (min)	8
Pression d'injection (bar)	7
Temps d'injection (s)	11
Masse (g)	12



Figure 20 : Extrudeuse bis-vis



Figure 21 : Presse à injection

II.6.4. Méthode de caractérisation et mode opératoire :

Les différentes techniques expérimentales utilisées dans ce travail sont:

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

II.6.4.1. Caractérisation structurale

a) Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

La Spectroscopie Infrarouge à Transformer de Fourier (IRTF) est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau étudié. Elle permet de déterminer les fonctions chimiques présentes dans le matériau via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques. En pratique, un faisceau de radiations électromagnétiques est envoyé sur l'échantillon analysé [03]. La spectrométrie IRTF permet, grâce à son caractère multiplex, une amélioration très importante du rapport signal/bruit. De plus, de par la conception même du banc optique, le flux lumineux qui traverse le spectromètre est beaucoup plus important (suppression du monochromateur). Ces avantages de la spectrométrie IRTF par rapport à la spectrométrie dispersive offrent des possibilités d'applications particulièrement intéressantes pour l'analyse et la caractérisation des polymères. Ces applications tirent parti soit de l'amélioration importante de la sensibilité (mesures de réflexion, couplage avec la microscopie infrarouge, détection photoacoustique), soit par rapport au signal /bruit constant, de la plus grande rapidité d'exécution de la spectrométrie IRTF [06].

La spectroscopie IR est une des méthodes les plus efficaces pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. En effet, le rayonnement IR, excite des modes de vibration (déformation, élongation) spécifiques de liaisons chimiques [12]. La comparaison entre rayonnement incident et transmis à travers l'échantillon suffit alors à déterminer les principales fonctions chimiques présentes dans l'échantillon. Les mesures de spectroscopie infrarouge (I.R) sont réalisées sur un spectromètre à transformée de Fourier de modèle SHIMADZU FTIR6 8400S, assisté par un micro ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution de 4 cm^{-1} et dans la région $4000\text{ à }400\text{ cm}^{-1}$. Les échantillons à analyser sont préparés sous forme de poudre obtenue sous une pression de l'ordre de 90 KN d'un mélange d'une petite quantité 2 mg de fibres préalablement broyée (traitées, bouillies ou brutes) et de 50 mg de bromure de potassium (KBr).

b) Diffraction des rayons X (DRX)

C'est une technique qui permet de déterminer le degré de cristallinité et de montrer l'orientation préférentielle des grains constituant la matière. Cette orientation dépend de la faculté de la matière à réfléchir la lumière.

Le principe de la diffractométrie RX est d'envoyer deux rayons parallèles, en phase sur le cristal. Ceux-ci vont être diffractés par les plans rencontrés. Si ces plans sont parallèles, ils vont diffracter en phase. C'est alors que l'on mesure leur angle de réfraction afin d'établir la distance entre les plans.

Grace à la position des pics, les caractéristiques cristallographiques des polyamides étudiés peuvent être déduites en utilisant l'équation de Bragg :

$$d = \frac{\lambda}{2 \cdot \sin(\theta)} \quad (1)$$

d : représente la distance inter-réticulaire, la longueur d'onde du rayon incident et θ l'angle d'incidence.

L'évolution de la structure cristalline (taux de cristallinité) en fonction du traitement chimique est étudiée par diffraction des rayons X. Les essais sont effectués sur des échantillons sous forme de poudre pour la charge, ainsi que des éprouvettes. La diffraction a été réalisée par un diffractomètre, de type X Pert Pro Panalytical. L'angle de diffraction est pris entre 0 et 60°, avec un pas de 0,01°. Le faisceau incident monochromatique est centré sur la raie $K\alpha_1$ du cuivre ($\lambda = 1,5418\text{\AA}$).

La diffraction des rayons x est utilisée, essentiellement, pour identifier les distances interlamellaires notée d, et ce grâce à la formule de Bragg donnée comme suit : [23]

$$K\lambda = 2d \sin\theta \quad (2)$$

Où :

K: l'ordre de la diffraction (nombre entier positif). Comme on peut déterminer la taille des cristaux (**L**) à partir de la loi de Bravais [23].

$$L = K\lambda/\beta \cos\theta \quad (3)$$

β: la largeur du pic en radian.

De nombreuses études citent la méthode de Ségal afin d'estimer l'indice de cristallinité des fibres naturelles. Cet indice, I_c , est déterminé d'après l'équation (3) en utilisant les intensités des raies 002 (I_{002} , $2\theta = 22,7^\circ$), et 110 (I_{AM} , $2\theta = 18^\circ$).

I_{002} représente à la fois le matériau amorphe et cristallin alors que (I_{AM}) représente seulement la partie amorphe [11].

$$I_c = [(I_{002}-I_{AM})/I_{002}].100 \quad (4)$$

D'autre part, L'utilisation de la DRX offre une facilité pour évaluer les indices cristallins (Cr) des composites en utilisant l'équation (5) :

$$Cr\% = (AC/AT).100 \quad (5)$$

Où:

AC : est l'aire en dessous du pic de diffraction du plan (002), pic à $2\theta = 22,5^\circ$, et à partir du plan (101), pic à (13-18°).

AT : est l'aire au-dessous de toute la région dans les spectres DRX.

c) Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage utilisé est de marque JEOL S840A. La microscopie électronique est une technique basée sur le principe des interactions électrons matière, capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon. Un faisceau d'électron focalisé est dévié à travers des lentilles électromagnétiques, balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet différents types d'émissions.

Chaque type d'électron est recueilli sélectivement puis analysé par différents détecteurs qui permettent de reconstruire une image en trois dimensions de la surface [05].

Le microscope électronique à balayage se compose (Figure 19) :

1°) d'un système optique décomposé en :

- une source d'électrons composée d'un filament en tungstène, -un faisceau électronique,
- un système de lentilles de focalisation et de condensation,

- un contrôle électronique pour déplacer le faisceau afin de faciliter l'alignement ou afin d'élaborer l'image,

- un système de balayage pour contrôler le grossissement

2°) d'un système de visualisation et d'enregistrement des images produites comportant :

- un détecteur des électrons rétrodiffusés et d'électrons secondaires qui repère le signal généré par l'interaction du faisceau d'électrons et l'échantillon, puis l'amplifie en le convertissant en signal électrique,

- un système informatique.

3°) d'une pompe à vide munie d'un capteur permettant de faire le vide plus ou moins poussé car les électrons ne se déplacent librement que dans le vide.

Les échantillons de particules sont dispersés sur des pastilles de carbone double face fixées sur des plots. Ces plots sont placés sur le support d'un métalliseur. La chambre du métalliseur est fermée et placée sous vide d'air. Un balayage d'argon permet d'éliminer l'oxygène dans la chambre. Lors de la mise en fonctionnement du métalliseur une forte tension, de faible intensité, traverse une feuille d'or. Les atomes s'ionisent alors et se déposent à la surface de l'échantillon. L'épaisseur de la couche d'or déposée dépend du temps de dépôt mais ne dépasse pas 10 Å. La chambre du métalliseur est ensuite ramenée à pression atmosphérique puis les échantillons sont introduits dans la chambre du microscope. Selon le type d'échantillon à analyser, les conditions opératoires peuvent

changer. En général, une distance de travail entre le bas du canon et l'échantillon comprise entre 10 et 12 mm est retenue.

Une tension d'accélération des électrons variant entre 10 et 15 kV est généralement admise, de même qu'un courant de sonde compris entre 50 et 150 A [05].

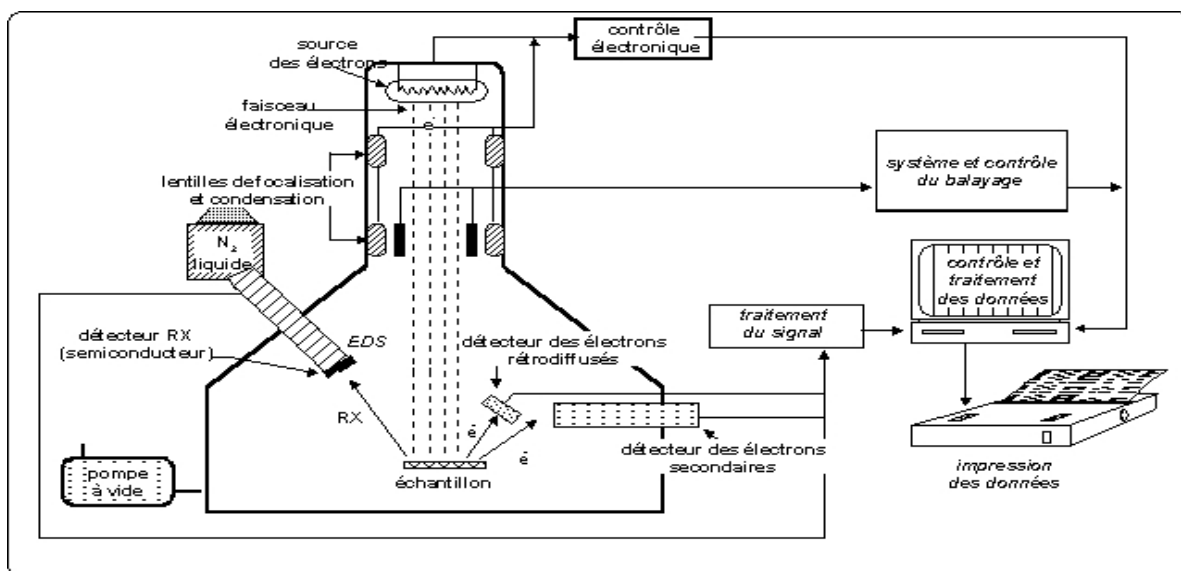


Figure 22 : Schéma du microscope électronique à balayage [05].

II.6.4.2. L'essai mécanique

a) Test de traction

L'essai de traction est généralement réalisé en introduisant une éprouvette dans une machine de traction universelle. Cette machine consiste en une base et un piston hydraulique ayant un mouvement linéaire perpendiculairement à cette même base. De plus, des mâchoires (hydrauliques ou manuelles) se trouvent sur le piston ainsi que sur la base. Ces dernières sont installées de manière à ce que leurs axes soient colinéaires avec celui du piston. Alors, une fois l'éprouvette insérée dans les mâchoires, le piston est déplacé verticalement et sont collées sur l'éprouvette afin de mesurer les déformations intervenant dans le calcul des propriétés mécaniques. L'essai de traction consiste à appliquer sur une éprouvette normalisée du matériau d'étude un effort F et à mesurer l'allongement correspondant Δl , ou inversement d'imposer l'allongement Δl et à mesurer l'effort F . [07]

Les propriétés en traction (module d'élasticité (E), contrainte à la rupture σ_r , déformation à la rupture ε_r) sont évaluées à partir des courbes contrainte- déformation.

Module d'élasticité: C'est le rapport de la contrainte de traction à la déformation correspondante dans la limite de contrainte maximale qu'une matière peut supporter. Il représente un critère de rigidité, il s'exprime comme suit :

$$E = \sigma/\varepsilon \quad (\text{N/m}^2) \quad (6)$$

E: Module d'élasticité (MPa);

σ : Contrainte (N/m²);

ε : Déformation (%).

Contrainte à la rupture: C'est la charge de traction supportée par l'éprouvette à l'instant de sa rupture par unité de surface, elle est donnée par l'expression suivante:

$$\sigma_r = F/S \quad (\text{N/m}^2) \quad (7)$$

F: Charge de traction supportée par l'éprouvette (N)

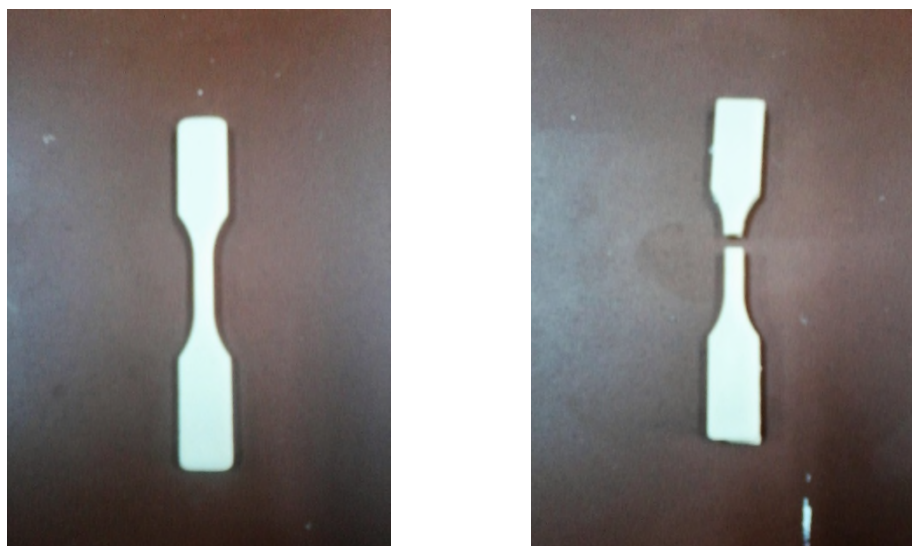
S: Section initiale (m²).

Allongement à la rupture: C'est l'augmentation de la distance entre les repères sur la partie calibrée de l'éprouvette produite par une charge de traction au moment de la rupture de l'éprouvette. Il est indiqué en pourcentage sous la forme suivante:

$$\varepsilon_r = (l-l_0)/l_0 \quad (\%) \quad (8)$$

l : Longueur finale de l'éprouvette;

l₀: Longueur initiale de l'éprouvette;



a) Avant test de traction

b) Après test de traction

Figure 23 : L'éprouvette avant et après le test de traction

II.6.4.3. L'essai thermique

a) *Caractérisation thermique par l'Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC)*

Cette technique est utilisée pour étudier les différentes transitions thermiques des polymères lorsqu'ils subissent une variation de température. Son principe de fonctionnement est de mesurer la différence d'énergie entre un creuset contenant l'échantillon et un creuset vide de référence, en fonction de la température. Un signal proportionnel à la puissance fournie à l'échantillon (ou à la référence) est enregistré [04]. Le principe de mesure consiste à déterminer la quantité d'énergie à apporter au matériau pour que la température de l'échantillon soit identique à celle de l'échantillon de référence. Le signal enregistré est proportionnel à la différence de chaleur fournie à l'échantillon. Les mesures ont été effectuées au moyen d'un calorimètre différentiel à balayage de marque LINSEIS avec 4 échantillons de 13,8 mg dans la gamme de température allant de 20 à 200°C, pour une vitesse de chauffage de 10°C/min. Les enthalpies de fusion ΔH_m ont été évaluées à partir de l'aire des pics de fusion.

Le taux de cristallinité X_c est alors déterminé par la relation:

$$X_c(\%) = [\Delta H_f / (W_{PHBV} * \Delta H_f^{ref})] * 100 \quad (9)$$

X_c (%): Taux de cristallinité;

ΔH_f : Enthalpie de fusion expérimentale;

ΔH_f^{ref} : Enthalpie de fusion d'un échantillon de PHBV 100% cristallin, 146 (J/g) [08] ;

W_{PHBV} : Fraction pondérale de PHBV.



Figure 24 : Appareil d'analyse calorimétrique différentielle DSC.

II.5.4.4. Test d'absorption d'eau

Les éprouvettes ont été séchées durant 1h dans une étuve à 60°C avant l'immersion dans l'eau distillée à la température ambiante. Puis, elles ont été retirées de l'eau, au fur et à mesure, essuyé soigneusement avec du papier, ensuite la masse des échantillons a été mesurée. Le taux d'absorption d'eau a été calculé suivant la formule:

$$\text{Taux d'absorption d'eau (\%)} = [(M - M_0) / M_0] \cdot 100 \quad (10)$$

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

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

- [01] Fiche technique ENMAT™ « Thermoplastics Resin », 29/12/2011.
- [02] Giménez G.G. « Aportaciones a la química del esparto español ». Anales de l'Universidad de Murcia. 13, N° 1. Curso 1954-55.
- [03] ELAIDDANI Rachid IRTF. « Effet de vieillissement sur les propriétés de la membrane humidifuge en E- PTFE/ Nomex utilisé dans les vêtements de protection contre les incendies », thèse doctorat, université du Québec Montréal : 05/05/2012.
- [04] ISO. « Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC) ». EN ISO 1997, Belgique, 1997, pp. 1.
- [05] Ruste Jacky « Microscopie électrique à balayage- principe et équipement », Ingénieur INSA. Docteur ingénieur senior EDF. Le 10/03/2013.
- [06] GARDETTE Jean- Luc « caractérisation des polymères par spectrométrie optique », thèse doctorat, université Blaise pascal, ENS de chimie de Clermont- Ferrand.
- [07] LEVESQUE Martin « l'essai de traction de matériaux composites unidirectionnels à fibres continues », Université de Montréal décembre 2000.
- [08] Mei-Ling C and Yi-Ming S. Relationship between free volume properties and structure of poly (3-hydroxybutyrate-Co-3-hydroxyvalérate) membranes via various crystallization condition; polymer. 50, 2009, 5298-5307.
- [09] Pomel C ; Baley C ; et Lamy B. «Influence de prétraitements et traitements chimiques sur l'adhérence fibre de lin / résine thermodurcissable polyester. », XVème Congrès Français de Mécanique Nancy, 2001, 263p
- [10] Pouteau C. « Matériaux composites à renforts fibres naturelles d'origine végétale.», supplément Technique, 2004.
- [11] Sawpan M.A; Piquekering K.L et Fernyhough A. «Effect of various chemical treatments on the fiber structure and tensile properties of industrial hemp fibers», Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 42, 2011, pp 888–955.
- [12] Sedan D. « Etude des Interactions Physico-Chimiques aux Interfaces Fibres de Chanvre/Ciment. Influence sur les Propriétés Mécaniques du Composite ». Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges, France, 2007, pp129.



CHAPITRE III
Résultats et discussions

Chapitre III : Résultats et discussions

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

III.1. Analyse spectroscopique par infrarouge à transformé de Fourier

La structure de la farine alfa non traitée et traitée est analysée en transmission à partir des pastilles. La Figure 24 présente les spectres IRTF des fibres d'alfa avant et après traitement.

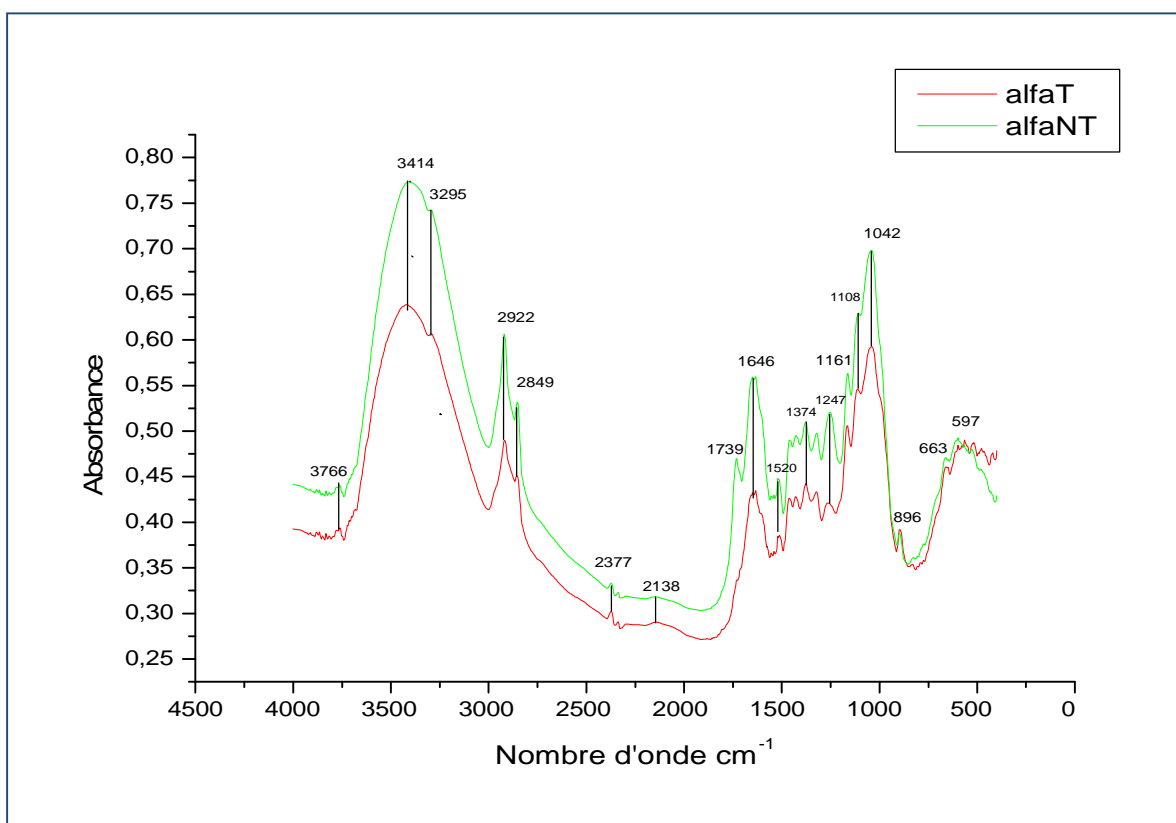


Figure 25: Spectre IRTF de la fibre alfa traitée et non traitée.

Les spectres sont focalisés dans la région spectrale entre 4500 et 400 cm^{-1} .

Tableau 13 : Présente la lecture des spectres IRTF de la fibre d'alfa

Nombre d'onde (cm^{-1})	Fonction ou groupement chimique
3414	vibration de la liaison OH de groupement hydroxyle de la cellulose et hémicellulose.
2922 et 2849	caractéristiques de la liaison CH des groupements CH et CH_2 présentent dans la cellulose et hémicellulose.
1739	la vibration du groupement CO dans hémicellulose
1646	liaison OH indique la présentation de d'eau dans la fibre.
1520	la liaison C=C dans la lignine.
1247	la vibration de la liaison CO de groupes acétyles de la lignine et de hémicellulose.
1161	la liaison C-O-C de la cellulose.
1042	la liaison C=O de la cellulose

Chaque bande d'absorption qui apparaît sur les spectres correspond à une fonction ou groupement chimique. Ainsi, la bande **3414 cm^{-1}** est assignée à la vibration des groupes hydroxyles (-OH) de la cellulose et hémicellulose. [Rosa et al, 2010]

La bande d'intensité moyenne centrée vers **2922 cm⁻¹** et **2849cm⁻¹** traduit les vibrations d'élongation symétrique et asymétriques des liaisons C-H du groupe -CH₂ des segments de la cellulose et de la lignine [De Rosa et al, 2010]. On remarque aussi une bande à **1739 cm⁻¹** qui peut être attribuée aux vibrations des groupements formant la structure du monoxyde de carbone (CO) dans hémicellulose qui a disparu dans le spectre IR d'alfa traité et ceci est dû au traitement alcalin [Sgriccia et al, 2008]. Selon Ouajai and Shanks (2005) l'absence de cette bande pourrait être expliquée encore par l'élimination des pectines de la surface de la fibre.

Les spectres révèlent aussi une bande d'absorption centrée à **1042 cm⁻¹**, associée aux vibrations d'élongation des groupements carbonyles C=O des groupes acétyles des substances d'hémicelluloses (xylanes) ou pectines se trouvant dans la farine alfa. La bande d'absorption **1161cm⁻¹** correspondent à la liaison C-O-C de la cellulose [De Rosa et al, 2010].

On note également l'apparition d'une bande d'absorption à **1520 cm⁻¹** qui traduit la vibration de déformation de C=C de la lignine l'élongation symétrique des liaisons C=C du cycle aromatique présent dans la structure de la lignine [Terpakova et al, 2012]. La bande à **1247cm⁻¹** correspond à la vibration de la liaison CO de groupes acétyles de la lignine et de hémicellulose [Sgriccia et al, 2008].

Enfin, un pic vers **1646 cm⁻¹** lié à la déformation du groupement (-OH) qui indique la présence de l'eau dans la fibre.

Mise à part les pics de la cellulose, tous les autres ont diminué en intensité après le traitement justifiant ainsi l'élimination de l'hémicellulose et la lignine. On remarque également que le pic des hydrolyses a diminué et cela est dû à la substitution des protons H⁺ par Na⁺ des fonctions alcools.

III.2. Diffraction des rayons X

La Figure 25, présente les diffractogrammes de PHBV vierge :

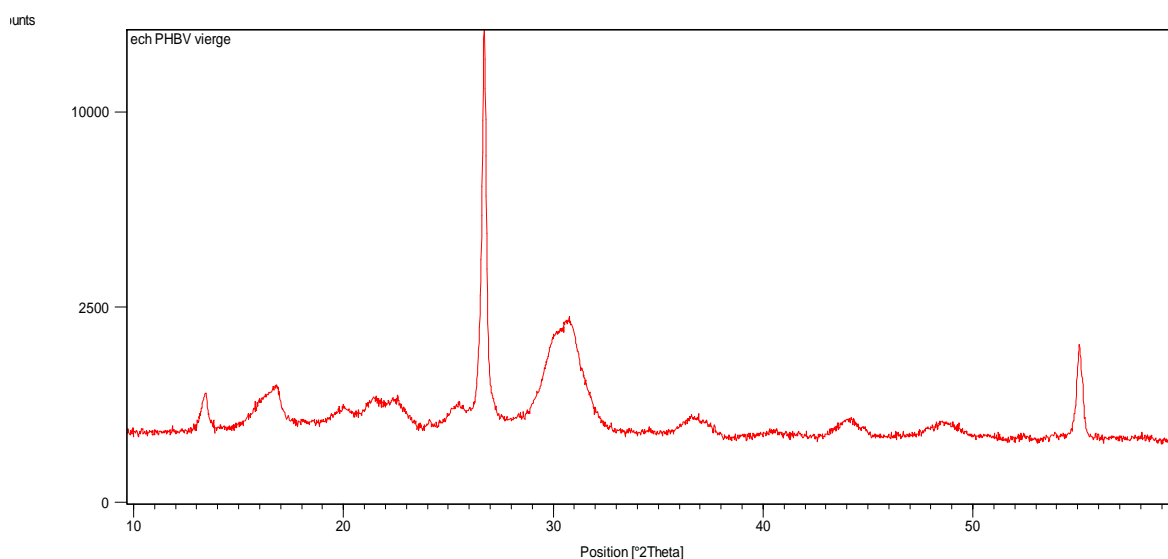


Figure 26 : La Diffractogramme de PHBV vierge

Le diagramme DRX de PHBV met en avant la présence d'une phase cristalline justifiée par la présence des pics aux angles 2θ : 13.5, 16.88, 22.6, 25.6, 26.75, 30.8, qui correspondent aux plans cristallographiques orthorhombiques (020), (110), (101), (111), (121), (002).

III.2.1. Diffraction des rayons X de la farine Alfa avant et après le traitement

La diffraction des rayons X permet d'étudier la structure cristalline des fibres. La cellulose existe sous plusieurs états polymorphiques, le plus connu étant la cellulose I encore appelée cellulose native, constituant la partie cristalline de la cellulose [17].

La Figure 26, présente les diffractogrammes de la farine Alfa non traitée et traitée :

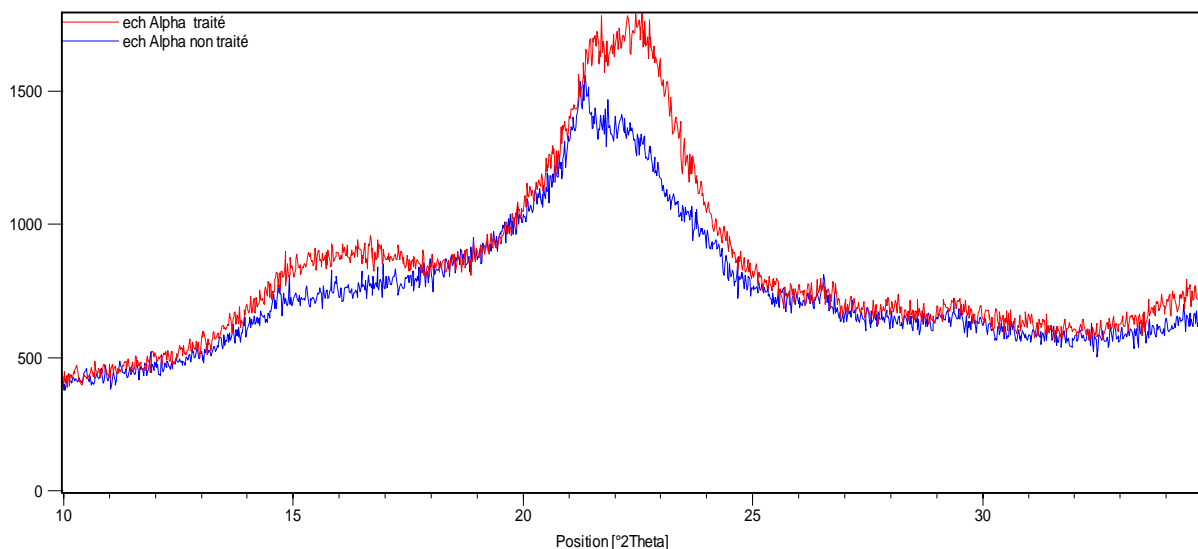


Figure 27 : Diffractogramme DRX du alfa traitée et non traitée.

Tous les diffractogrammes présentent tous un pic cristallin majeur pour un angle 2θ compris entre 20 et 24, qui correspondent au plan cristallographique (002) de la cellulose I. L'autre pic présent à $2\theta = 15,6$ correspond au plan cristallographique (110) [15,9].

Le Tableau 14, présente les indices de cristallinité (I_c) obtenus en utilisant la méthode de Segal [16] et les tailles des cristaux de la farine d'alfa avant et après traitements.

Tableau 14 : Les indices de cristallinité (I_c) et les tailles des cristaux d'alfa traitée et non traitée

Fibre	2θ (°) =22.7	2θ (°) =18	Indice de cristallinité (%)
Alfa non traité	1252	855	31.7
Alfa traité	1709	894	47.63

D'après les résultats du Tableau 14, l'indice de cristallinité a augmenté avec le traitement. Ceci peut être expliqué par la réduction de la quantité de matériaux amorphes présent dans la farine (solubilisation des hémicelluloses, graisses cires). Aussi, l'élimination de l'hémicellulose et de la lignine ainsi que la diminution des interactions dues aux liaisons hydrogène, permettent aux molécules de cellulose d'avoir plus d'espace afin de mieux s'organiser.

Nos résultats sont en accord avec ceux trouvés par, **Mulinari** et ses collaborateurs [11], **Dhakar** et ces collaborateurs [5] et **Matheus** et ses collaborateurs [8].

III.2.2. Diffraction des rayons X des composites

a) Effet du taux de farine

La Figure 28, présente les diffractogrammes des composites PHBV/alfa en fonction du taux de farine non traitée, on constate qu'il n'y a pas un grand changement dans l'allure général du spectre de diffraction X des composites par rapport à celle du PHBV. Néanmoins, une diminution de taux de cristallinité a été obtenue et calculé par l'équation (5).

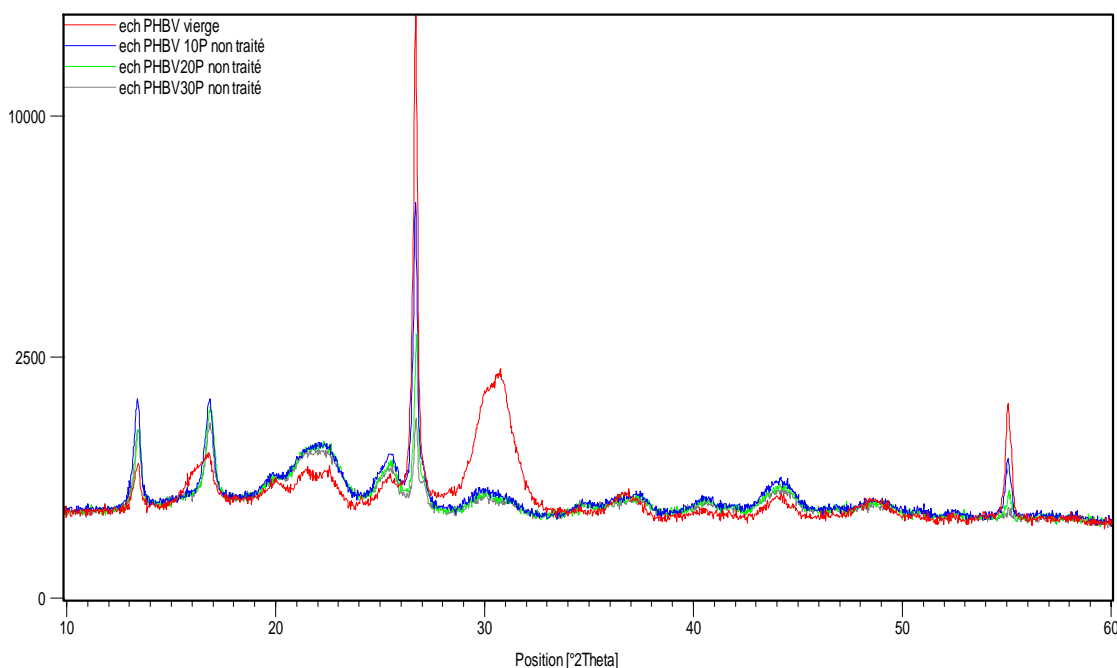


Figure 28 : Diffractogrammes des composites PHBV/alfa non traitée.

b) Effet du traitement

Les valeurs du taux de cristallinité du PHBV et des composites PHBV/alfa à farine non traitée et traitée sont illustrées sur le Tableau 15 :

Tableau 15 : Les indices de cristallinité du PHBV, PHBV/10% Alfa (NT et T), PHBV/20% Alfa (NT et T), PHBV/30% Alfa (NT et T)

Composite	Indice de cristallinité (%)
PHBV vierge	64.33
PHBV/alfa 10% NT	52.99
PHBV/alfa 20% NT	54.56
PHBV/alfa 30% NT	45.83
PHBV/alfa 10% T	54.77
PHBV/alfa 20% T	58.43
PHBV/alfa30% T	49.42

Les Figures (29) et (30) montrent la comparaison des diffractogrammes des composites PHBV/alfa à farine non traitée et traitée :

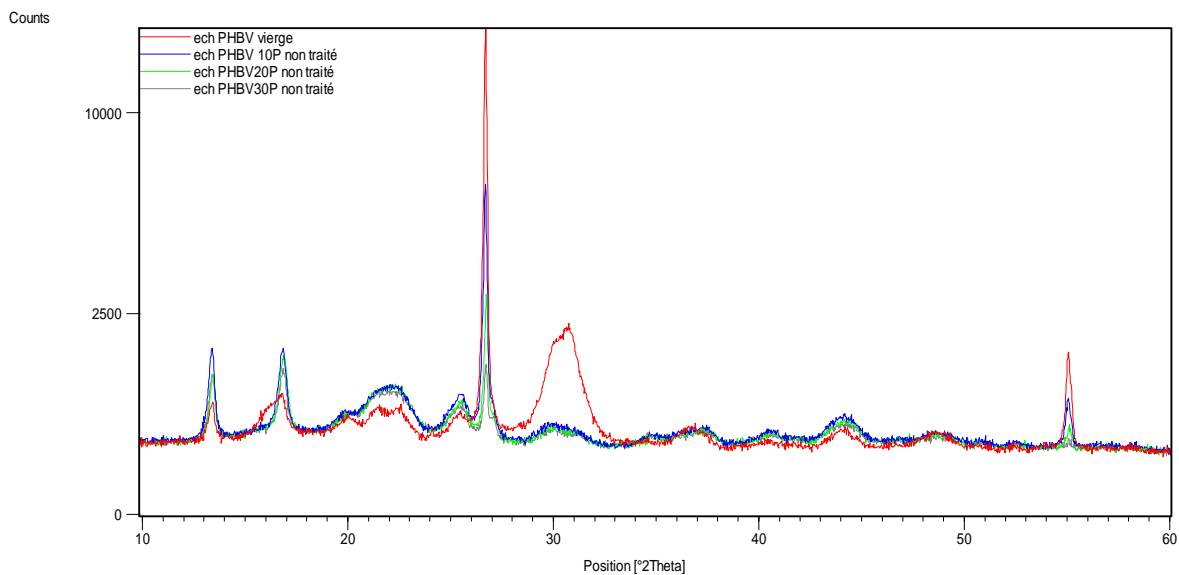


Figure 29 : Diffractogramme DRX du PHBV, PHBV /10% alfa NT, PHBV/20% alfa NT, PHBV/30% alfa NT.

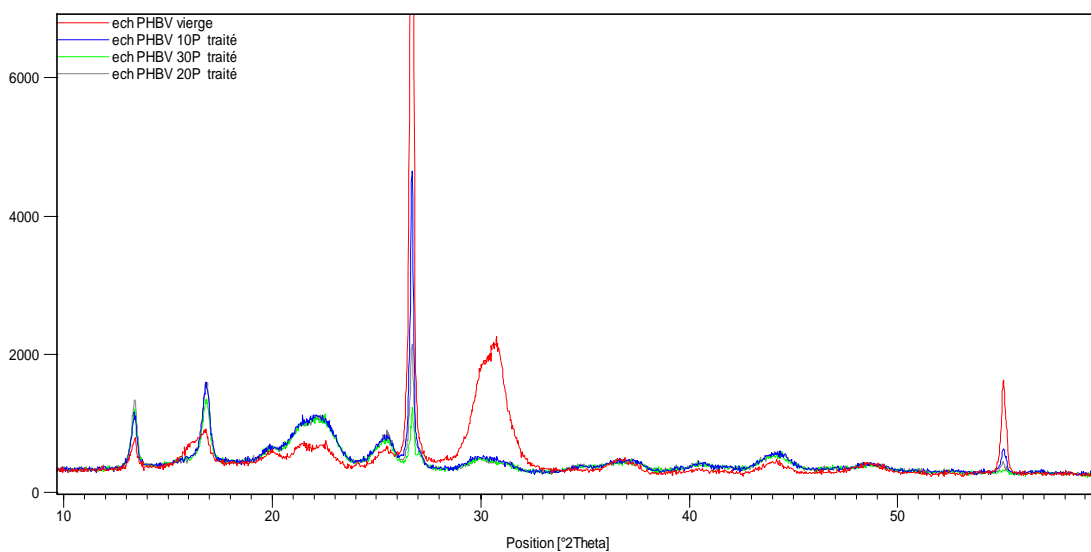


Figure 30 : Diffractogramme DRX du PHBV, PHBV /10% alfa T, PHBV/20% alfa T, PHBV/30% alfa T.

D'après, les valeurs du Tableau 15, l'indice de cristallinité diminue avec l'introduction de la fibre végétale alfa dans le polymère. Comme on constate une légère augmentation du taux de cristallinité pour les composites à farine traitée par rapport à la farine non traitée cela dû à l'effet de traitement subi à la farine d'alfa.

Les travaux de **Panaitescu** et ses collaborateurs [13] ont observé ce comportement avec du PP chargé avec des fibres de chanvre.

Au-delà de taux de charge 20%, on constate que l'indice de cristallinité diminue qui peu explique par la mauvaise dispersion de renfort dans le polymère avec un taux de charge élevée. Par voie de conséquences, la présence de la fibre d'alfa dans PHBV n'a pas un effet de nucléation et n'améliore pas la cristallinité du polymère.

III.3. Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

Dans cette partie de l'étude, la morphologie de biocomposite PHBV/alfa à 10% et 30% du taux de charge et la morphologie de la charge traitée et non traitée ont été examinés par MEB.

La Figure 31, montre les micrographies de surface de la charge d'alfa traitée et non traitée avec un grossissement de 100 et 10 μm . On observe sur la fibre d'alfa traitée que les dépôts que nous avons observés sur la surface des fibres non traitées sont éliminés, laissant derrière eux une surface cellulosique bien propre et lisse, ce qui montre l'efficacité de traitement effectuée sur la fibre d'alfa et sa complémentarité.

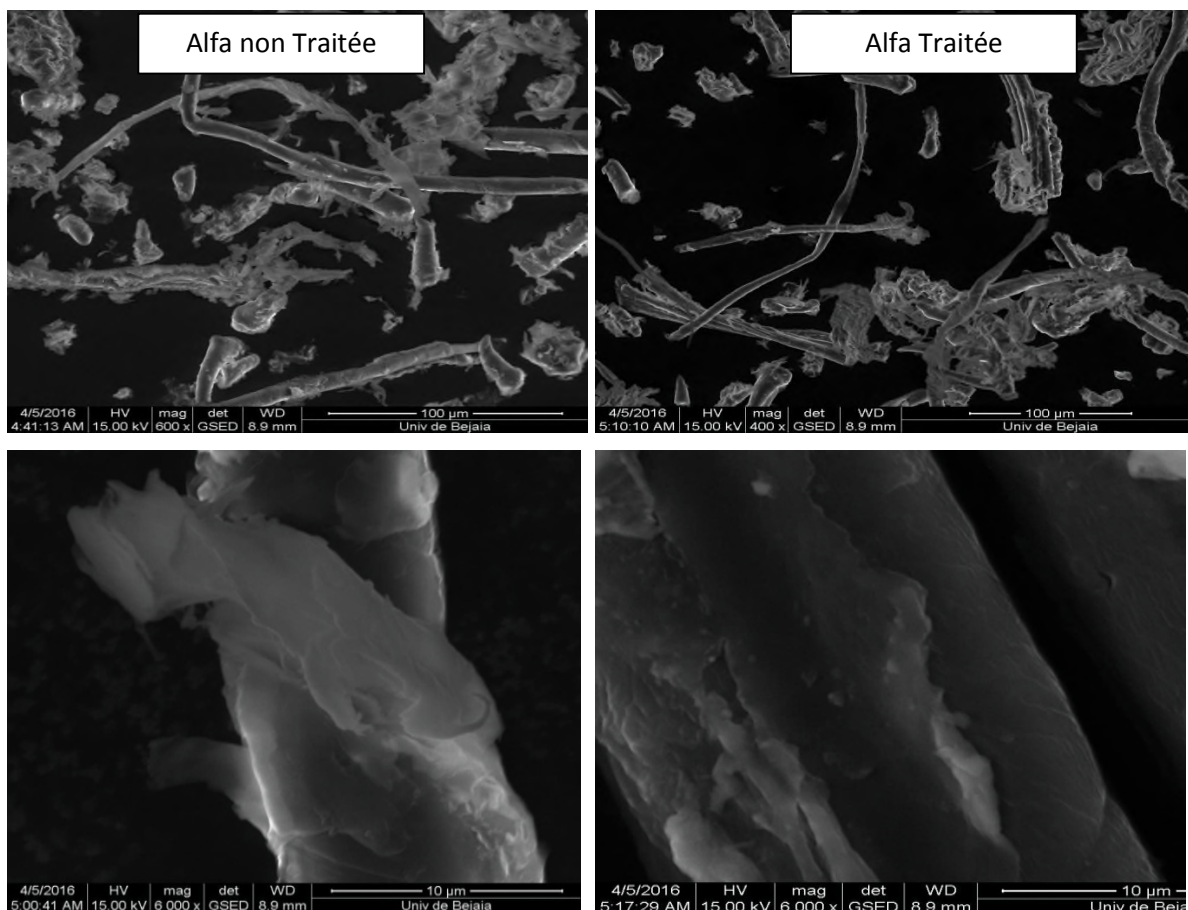


Figure 31 : Images de microscopie électronique à balayage des échantillons de la fibre alfa traitée et non traitée

D'autre part la Figure 32, montre les micrographies de surface fracturée des biocomposites de 10 et 30% non traitée et traitée respectivement en masse de la fibre d'alfa avec un grossissement de 100 μm. Pour les composites PHBV/alfa NT, la fibre a été complètement arrachée de la matrice PHBV laissant des vides et des cavités en raison de la faible adhérence interfaciale fibre-matrice, cela indique une mauvaise affinité entre la matrice polymère et la fibre d'alfa. Sachant que la surface de composite PHBV/30% d'alfa non traitée, nous pouvons voir, la présence de beaucoup de vide, des cavités et des trous plus élevés que le PHBV/10% d'alfa NT, cela dû aux arrachements des renforts de la

matrice, qui indique une mauvaise adhésion interfaciale [3]. En revanche, sur la surface des composites PHBV à 10% d'alfa T, on observe une surface lisse homogène ce qui peut être expliquée par une bonne propriété de l'interface, une bonne adhésion interfaciale, mais ce n'est pas le cas pour PHBV à 30% d'alfa T où on observe une surface hétérogène avec la présence des cavités qui dû à la mauvaise dispersion de la fibre d'alfa dans le polymère, dû probablement à la formation d'agglomérats à cause du taux de fibre de 30% qui semble élevé.

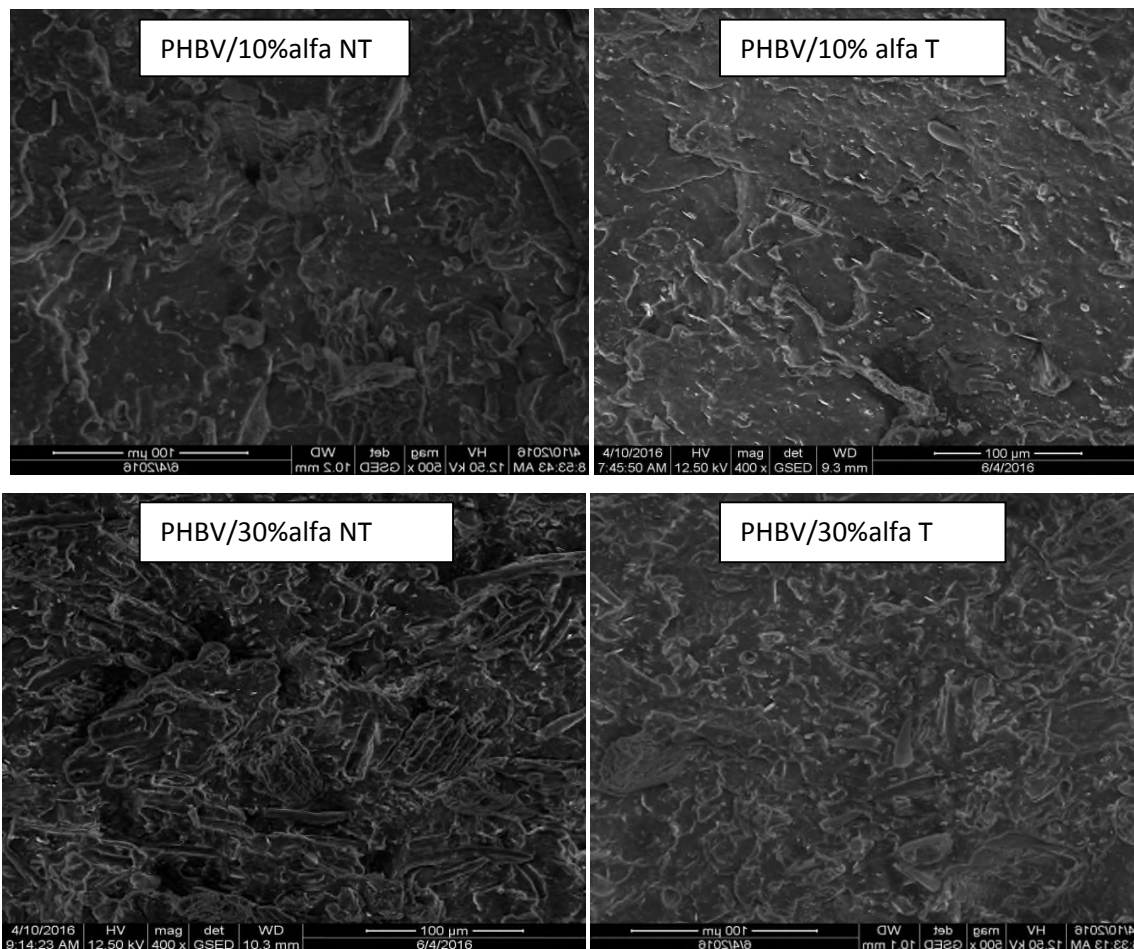


Figure 32 : Images de microscopie électronique à balayage des échantillons des biocomposites PHBV/10% alfa NT, PHBV/10% Alfa T, PHBV/30% alfa NT, PHBV/30% alfa T

III.4. Test de traction

Les propriétés mécaniques des composites à matrice thermoplastiques comme le PHBV dépendent de plusieurs facteurs, telles que la dispersion des fibres, la quantité d'air emmagasinée dans le composite durant le mélangeage. Le test de traction des matériaux composites PHBV/alfa a été déterminé en fonction du taux d'incorporation du renfort et de son traitement de surface par le NaOH.

III.4.1. Module d'Young

Le module d'élasticité ou module d'Young correspond à la rigidité de la fibre et se mesure à partir de la pente de la partie initiale de la courbe contrainte/ allongement dans son domaine élastique. Les histogrammes des différents échantillons PHBV/alfa traitée et non traitée sont représentés sur la Figure 33 :

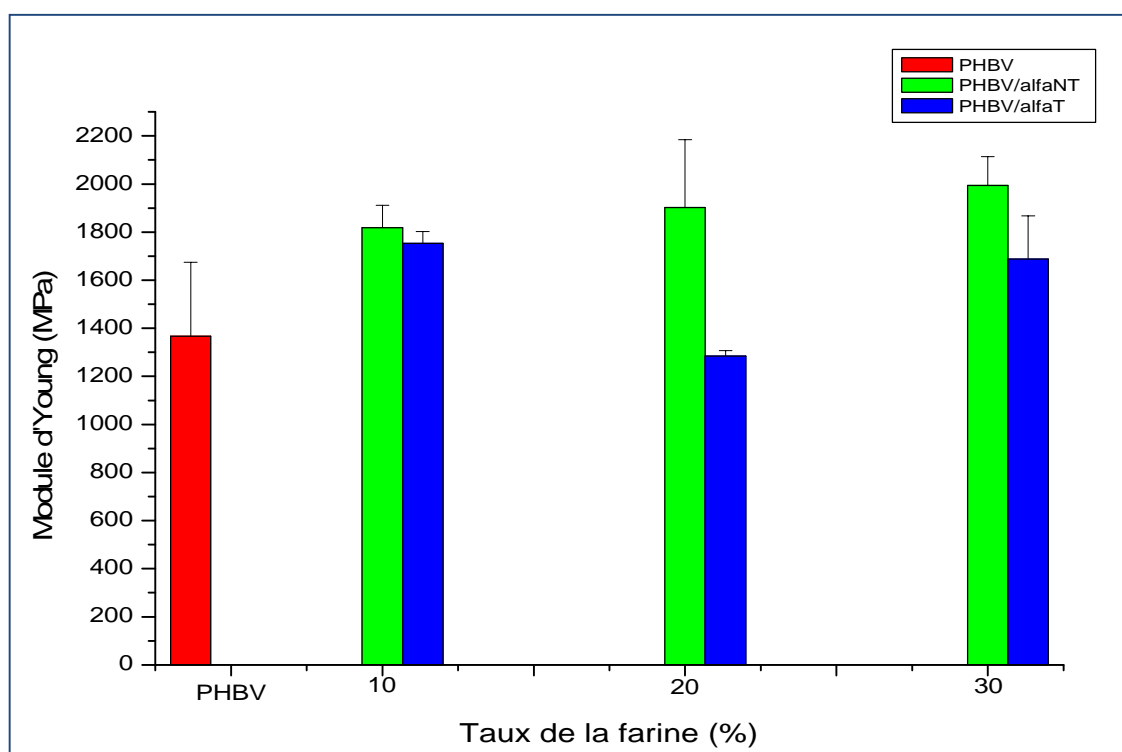


Figure 33 : Evolution du module d'Young en fonction du taux de la fibre d'alfa traitée et non traitée.

La Figure 33, représente l'évolution du module d'Young en fonction du taux des fibres d'alfa traitée et non traitée. D'après cette figure, nous remarquons que l'ajout de fibre d'alfa à la matrice polymérique PHBV a donné lieu à des modifications des propriétés mécaniques. L'augmentation de la teneur en fibres d'alfa de 0 à 30% (en poids), a abouti à une augmentation du module de Young. En effet, lorsque le pourcentage en fibres d'alfa ajouté a atteint les 30% (en poids), le module de Young lui a passé à 1993MPa pour le composite PHBV/alfa non traitée et de 1687MPa pour le composite PHBV/alfa traitée contre 1366 MPa pour le PHBV vierge. Cette augmentation du module d'Young indique que la rigidité des composites a augmenté et cela dû à la cellulose qui est très rigide, donc la fibre d'alfa joue le rôle de renfort de la matrice PHBV [10,1]. Le traitement chimique des fibres d'alfa conduit à la diminution du module d'Young cela peu s'explique par la plastification qui est causée par le traitement alcalin que subit à la fibre d'alfa

III.4.2. Allongement à la rupture

L'allongement à la rupture est une caractéristique sans dimension des composites. Il correspond à la déformation de la zone utile atteinte à la contraint maximale ou au seuil.

Les histogrammes de la Figure 34, illustrent l'évolution de l'allongement à la force maximale en fonction du taux de charge.

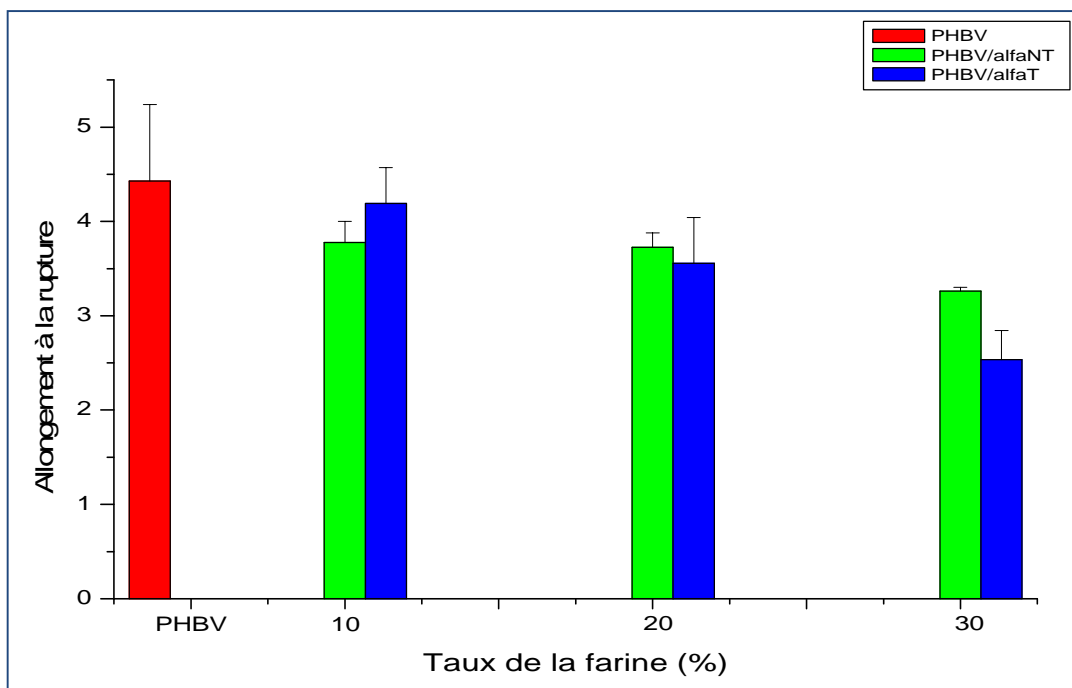


Figure 34 : Evolution de l'allongement à la rupture en fonction du taux de la fibre d'alfa traitées et non traitées.

D'après la Figure 34, on remarque que l'allongement à la rupture diminue avec l'augmentation du taux de farine. Il est normal, que la fibre de caractère fragile, présente une diminution de l'allongement à la rupture. En outre, la diminution observée sur l'allongement à la rupture peut être attribuée à une diminution de la déformabilité de l'interface rigide entre les fibres et la matrice [10].

III.4.3. Contrainte à la rupture

La contrainte à la rupture correspond à la rupture rapportée à la section de l'échantillon pendant la traction. Cette caractéristique est habituellement exprimée en (MPa). La résistance à la traction des composites à base d'une charge fibreuse dépend de la fibre, distribution, orientation et la force de liaison interfaciale avec la matrice PHBV.

Les histogrammes de la Figure 35, illustrent l'évolution de la contrainte à la rupture en fonction du taux de charge.

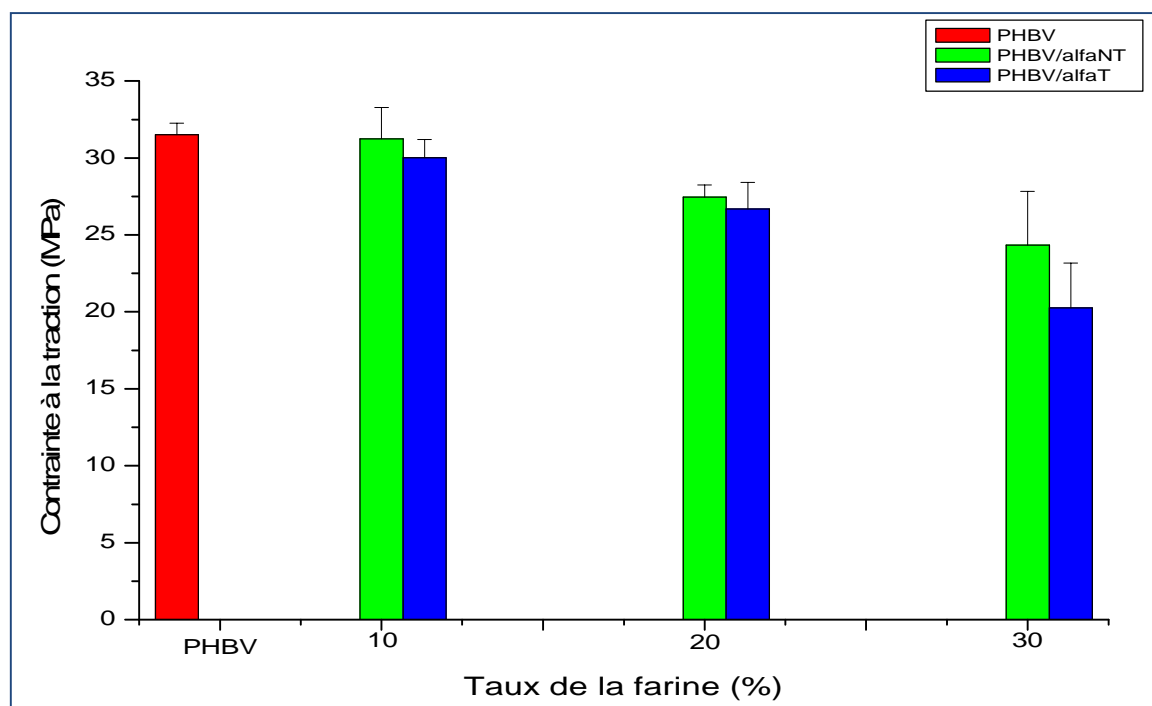


Figure 35 : Evolution de résistance à la traction des composites en fonction du taux de la fibre d'alfa traitées et non traitées

On constate une diminution progressive de la résistance à la traction avec l'augmentation du pourcentage de la charge en fibres. Cela peut être expliqué par la longueur de la fibre d'alfa et la décohésion entre la matrice et les fibres sous tension. Cette décohésion génère une concentration de contraintes qui accélère la rupture de l'échantillon [10].

III.5. Caractérisation thermique par l'Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC)

Les mesures de DSC ont été réalisées afin d'étudier l'effet de l'introduction de farine d'alfa sur le point de fusion et l'indice de cristallinité de la matrice PHBV.

Les Figures 36 et 37, montrent les courbes de DSC pour PHBV et les composites.

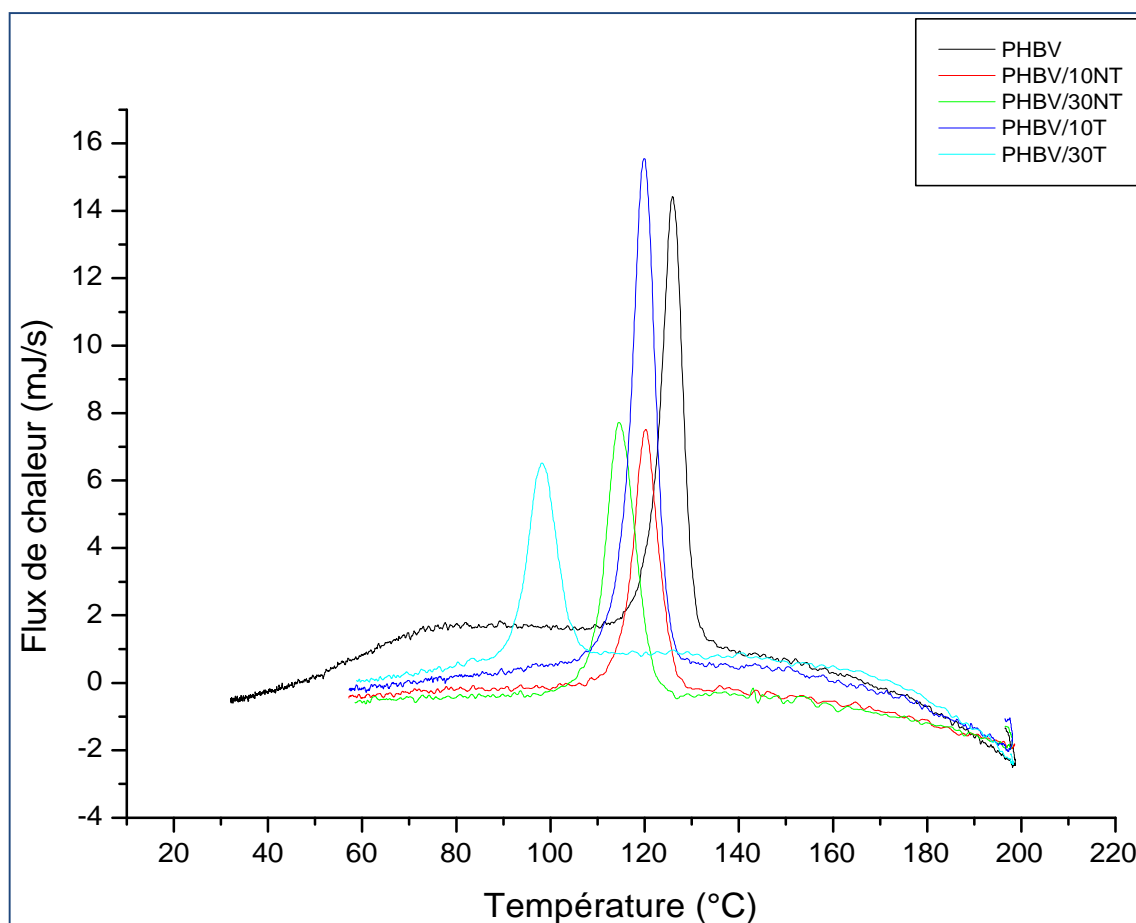


Figure 36 : Thermogrammes DSC des composites PHBV/alfa à farine non traitée et traitée.

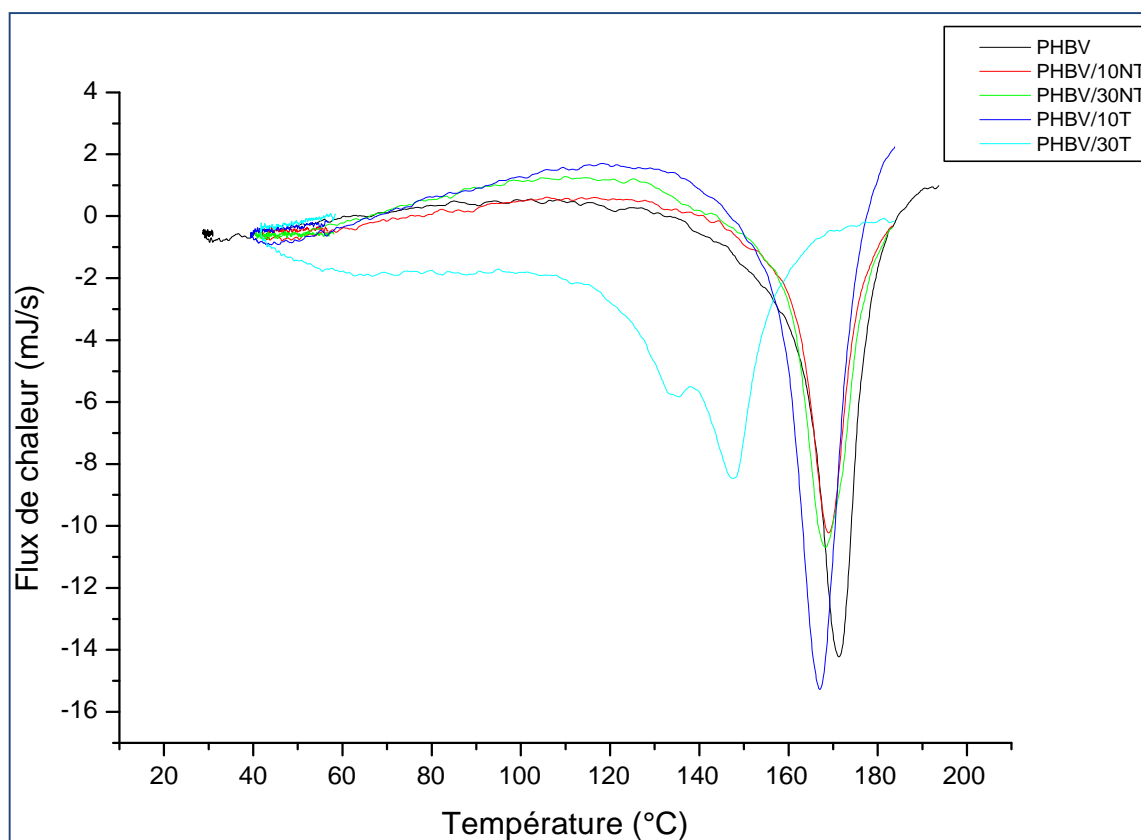


Figure 37 : Thermogrammes DSC des composites PHBV/alfa à farine non traitée et traitée.

Tableau 16 : Les propriétés thermiques des composites PHBV/alfa obtenues à partir de DSC

	T_f°	ΔH_m	T_c°	ΔH_c	X_c
PHBV	171.4	-92.77	126	86.91	63.54
PHBV/10 NT	169	-71.38	120.3	83.20	54.32
PHBV/30 NT	168.3	-51.97	114.6	74	50.85
PHBV/10 T	167	-75.47	119.9	85.74	57.43
PHBV/30 T	147.7	-53.51	98.2	44	52.35

III.5.1. Effet du taux de farine

Pour tous les échantillons, la présence de la fibre d'alfa réduit la température de cristallinité (T_c). Il y avait aussi une diminution de la température de fusion (T_m) des composites par rapport au PHBV vierge.

La présence d'alfa induit des défauts dans les cristaux et/ ou réduire la taille de cristallites, ce qui conduit à la température de fusion plus basse par rapport à PHBV. Selon **Wang et al [20]**, le pic de température plus basse correspond à la fusion des cristaux formés à la température de cristallisation, tandis que la température plus élevée est liée aux cristaux réarrangés lors de chauffage dans le calorimètre.

La présence d'alfa réduit le degré de cristallinité (X_c) de PHBV, car les fibres deviennent des obstacles qui empêchent la croissance des sphérolites [6]. Cependant, la quantité de la fibre d'alfa n'a pas influencé de manière significative les valeurs X_c pour les composites.

D'après les résultats, on voit clairement que le taux de cristallinité X_c diminue avec le taux de charge. En raison de l'alignement restreint du réseau moléculaire de PHBV causé par les fibres d'alfa et la faible mobilité des chaînes polymères.

III.5.2. Effet du traitement

Le Tableau 16, illustre les valeurs de la température de fusion, les enthalpies de fusion, la température de cristallinité, les enthalpies de cristallinité et le taux de cristallinité des composites PHBV/alfa à farine non traitée et traitée. D'après les valeurs du tableau, on constate que le traitement alcalin de la surface de la farine donne des composites avec une faible amélioration de taux de cristallinité. Cette augmentation de taux de cristallinité est due à la diminution de la lignine.

III.6. Test d'absorption d'eau

L'absorption d'eau a été évaluée par le suivi du taux d'absorption en fonction du temps pour des échantillons immergés dans de l'eau distillée à température ambiante, jusqu'à l'obtention d'un palier (Figure 38 et 40).

III.6.1. Effet du taux de farine :

Les résultats sont présentés par la Figure 38 :

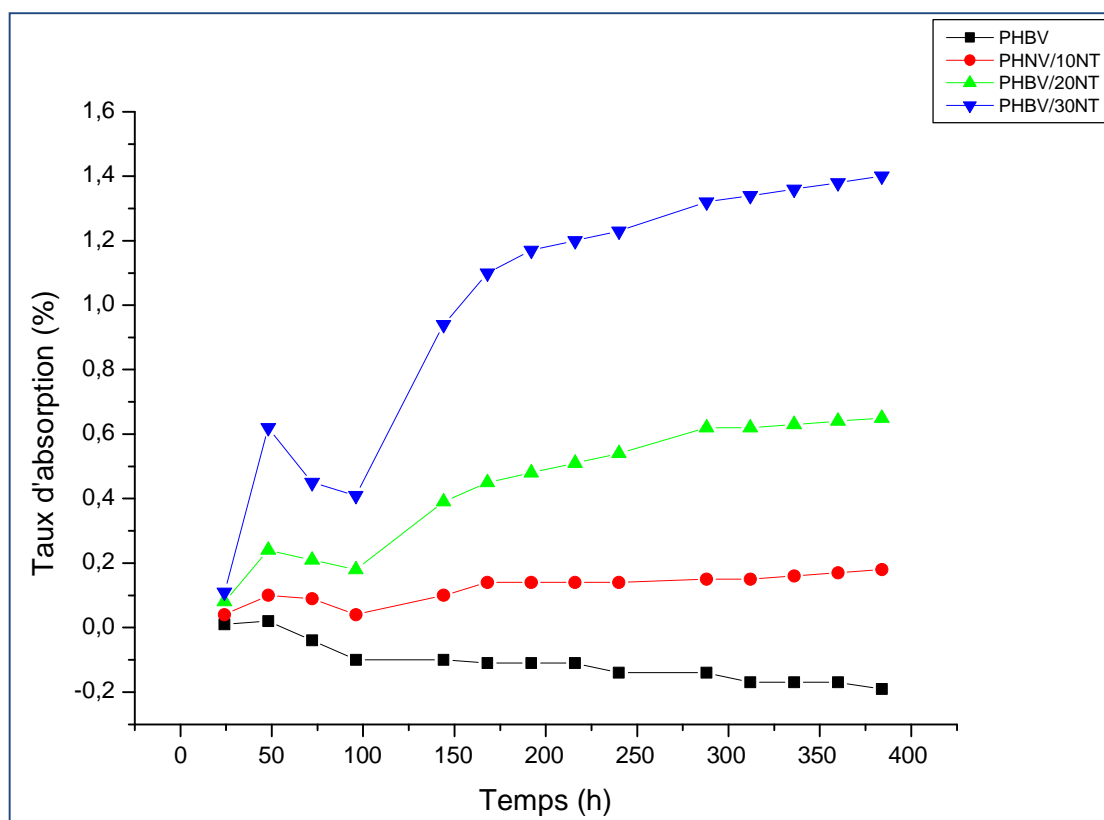


Figure 38 : Variations du taux d'absorption d'eau du PHBV et des composites PHBV/alfa à farine non traitée en fonction du temps.

D'après la Figure 38, on remarque que le PHBV vierge se dégrade directement. On remarque aussi que la diffusion est très rapide, pour le composite PHBV chargé en 10% d'alfa à des temps compris entre 0 et 50 heures. A partir de 50 heures, l'eau est absorbée moins rapidement où le taux d'absorption d'eau devient presque constant, et à partir de 100 heures, une augmentation significative de taux d'absorption été observée. Le caractère

hydrophylque de la farine d'alfa est responsable de l'absorption d'eau dans les composites. Ainsi, les composites PHBV/alfa à un taux de farine élevé ont le taux d'absorption d'eau le plus élevé.

La structure macromoléculaire et en particulier les groupements hydroxyles de la farine alfa, peuvent également accueillir des molécules d'eau liées par des liaisons hydrogènes. L'insertion des molécules d'eau au sein des macromolécules hydrophiles entraîne le gonflement du matériau. Notons que les courbes d'absorption d'eau des composites PHBV/alfa présentent une partie initiale relativement linéaire et un plateau à saturation. Pour les échantillons non traités, le gain de masse par absorption due aux groupements polaires hydroxyles des fibres est très supérieure à la perte due à l'hydrolyse de la matrice, d'où l'effet de compensation.

Nos résultats sont conformes avec ceux trouvés par **Pasquini** et ses collaborateurs [14] et **Bessadok** et ses collaborateurs [2].

La Figure 39, présente les échantillons immergés dans l'eau distillée avant et après l'absorption:



a) Avant l'absorption d'eau



b) Après l'absorption d'eau

Figure 39: Photographie des échantillons immergés dans l'eau distillée avant et après l'absorption

III.6.2. Effet du traitement

D'après la Figure 40, on remarque que le traitement contribue à une décroissance du taux d'absorption d'eau des composites. Ce comportement est clairement dû à la diminution des groupements hydroxyles après le traitement, ce dernier était confirmé par IRTF. Dans ce cas, on remarque la diminution de masse due à l'hydrolyse de la matrice est très supérieure au gain de masse par absorption d'où l'enregistrement des taux négatifs.

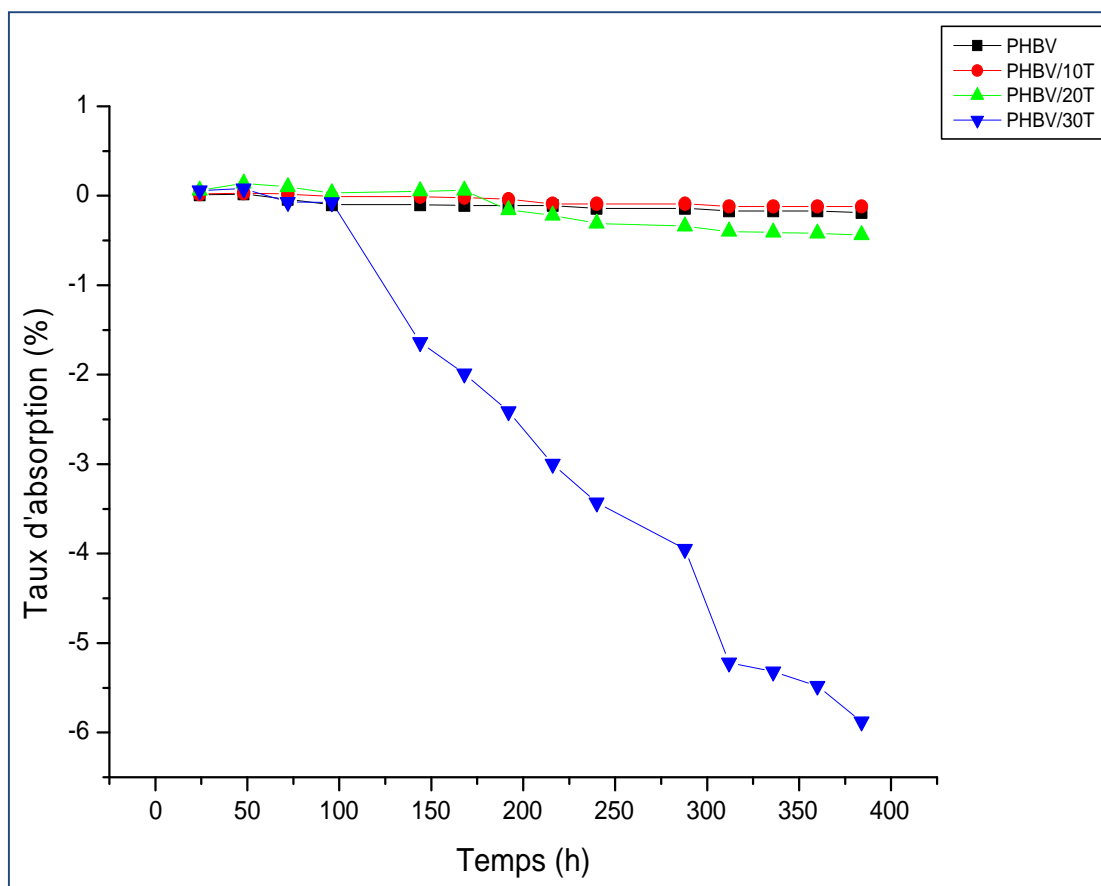


Figure 40 : Variations du taux d'absorption d'eau des composites PHBV/alfa à farine traitée et en fonction du temps.

III.7. Test d'absorption d'eau de mer

L'absorption a été surveillée en pleine immersion dans l'eau de mer de pH=8.07 pour une période de 14 jours comme la montre les Figures 41 et 42.

III.7.1.Effet du taux de farine

Les résultats sont présentés par la Figure 41 :

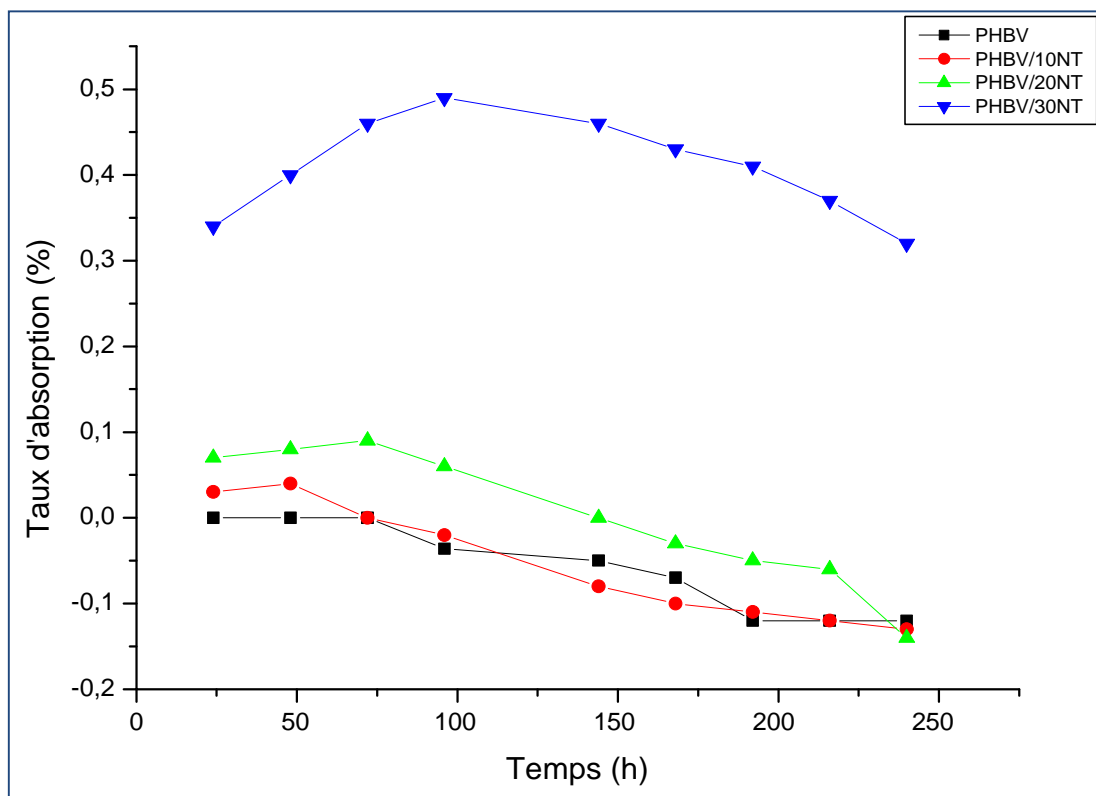


Figure 41 : Variations du taux d'absorption d'eau de mer du PHBV et des composites PHBV/alfa à farine non traitée en fonction du temps.

D'après la Figure 41, on remarque qu'entre 0 et 100 heures, la diffusion est très rapide pour le composite PHBV chargé en 30% d'alfa non traitée, et à partir de 100 heures, une diminution de taux d'absorption a été observée. Le PHBV vierge et les composites PHBV chargés en 10 et 20% d'alfa présentent une diminution de taux d'absorption d'eau, ce qui indique que le phénomène d'hydrolyse a lieu. La salinité abaisse le pourcentage d'eau absorbée.

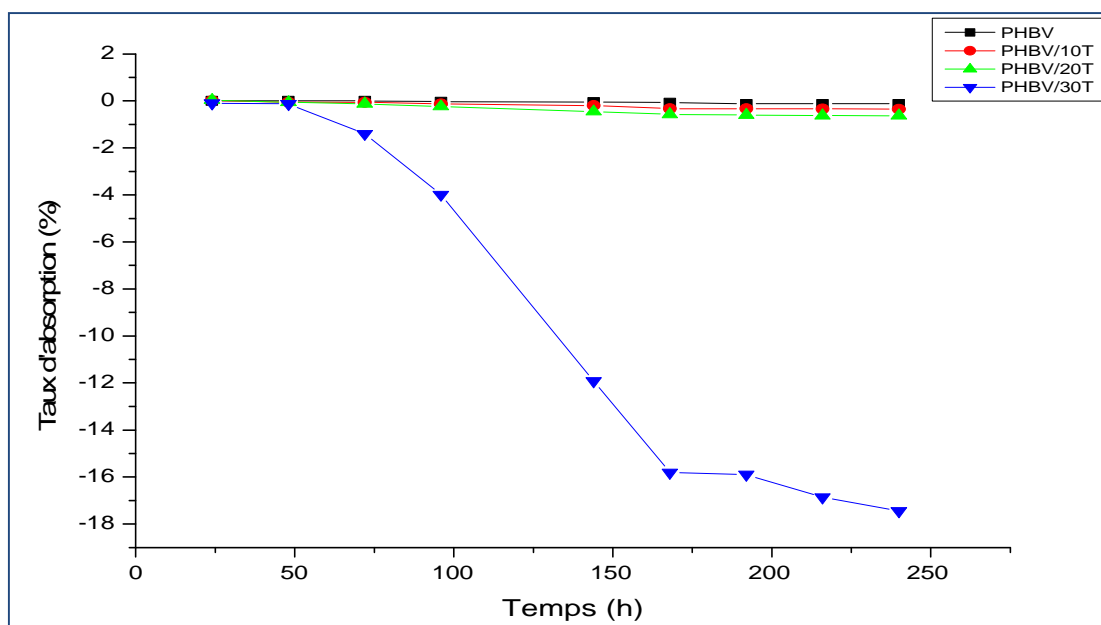


Figure 42 : Variations du taux d'absorption d'eau de mer des composites PHBV/alfa à farine traitée et en fonction du temps.

III.7.2.Effet du traitement

La Figure 42 nous montre l'évolution de taux d'absorption d'eau de mer pour les composites PHBV chargés de 10,20,30% d'alfa traitée. On remarque une dégradation de ces composites après 48 heures d'immersion, d'où le phénomène d'hydrolyse qui prédomine. Les composites à un taux de charge le plus élevée (30%) ont le taux d'hydrolyse le plus élevé 17,45%. Par voie conséquence, le traitement chimique de la fibre accélère le phénomène d'hydrolyse [7].

Enfin on conclure que les composites PHBV/alfa se dégradent plus rapidement dans l'eau de mer (milieu alcalin) que dans l'eau distillée (milieu neutre). On constate aussi que les biocomposites ont été soumis à des traitements chimiques sensés reproduire un vieillissement environnemental accéléré [7].

III.8. L'hydrolyse

Les principaux groupements chimiques hydrolysables dans les polymères sont les liaisons esters, amides ou encore imides.

La réaction d'hydrolyse d'un groupement ester est schématisée comme suit :

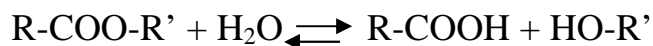


Figure 43 : Mécanisme général d'hydrolyse des polyesters.

Les effets de l'hydrolyse se superposent souvent aux effets physiques de l'absorption d'eau et présentent un caractère irréversible.

L'hydrolyse se traduit par des coupures de chaînes, d'où une diminution de la masse molaire. L'étape initiale est localisée dans les zones amorphes, donnant aux chaînes restantes plus d'espace et mobilité, ce qui conduit à un réarrangement des chaînes et ainsi à augmenter la cristallinité. De manière visuelle, ce phénomène est observé avec le blanchiment du PLA. Pour des temps plus longs, la structure cristalline peut être dégradée réduisant alors le taux de cristallinité.

La composition du PHBV (% d'Hydroxyvalérate) a également une influence sur la cinétique de dégradation hydrolytique : des PHBV, avec une concentration de HV de 12% se dégradent plus lentement que des PHBV avec une concentration de HV de 5%.

Dans la littérature, la plupart des études indique une diminution de la vitesse d'hydrolyse en fonction du taux de cristallinité. En effet, l'hydrolyse se produit principalement dans la zone amorphe [21].

III.9. Microscopie Electronique à Balayage des composites après l'immersion dans l'eau

Les surfaces fracturées des deux formulations PHBV/ 30% alfa non traitée et traitée avant et après 384 h d'immersion sont analysées par le MEB et les images sont représentées sur la Figure 44.

Les photographies montrent clairement la dégradation des fibres par l'absorption d'eau. On voit que la structure des composites avant et après l'absorption d'eau a changé d'où la mauvaise adhésion pour les composites non traitée et la perte d'adhésion pour les

composites traitée entre la fibre et la matrices, caractérisée par l'apparition des microvides. Une zone de fortes porosités apparaît dans les échantillons après vieillissement. Ces dernières sont probablement liées à l'évaporation de l'eau contenue dans les fibres [22].

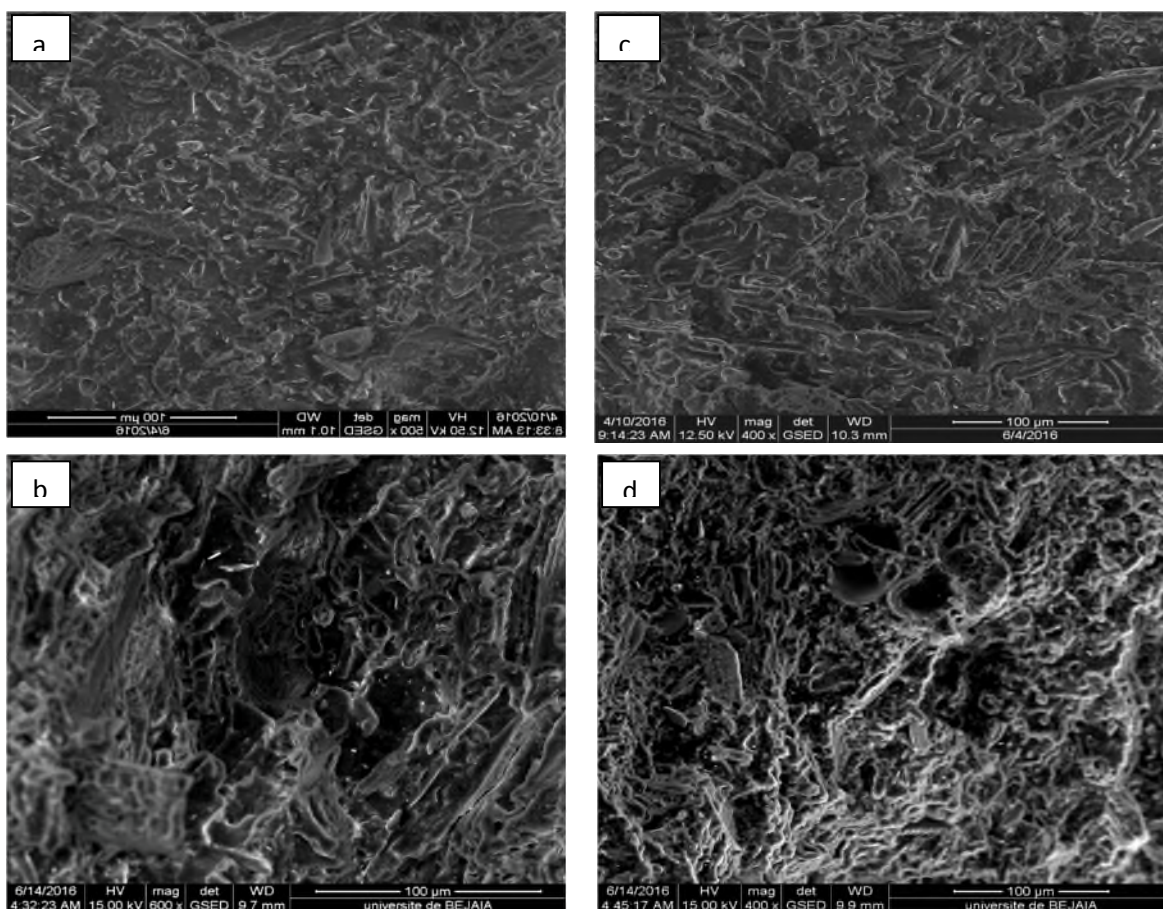
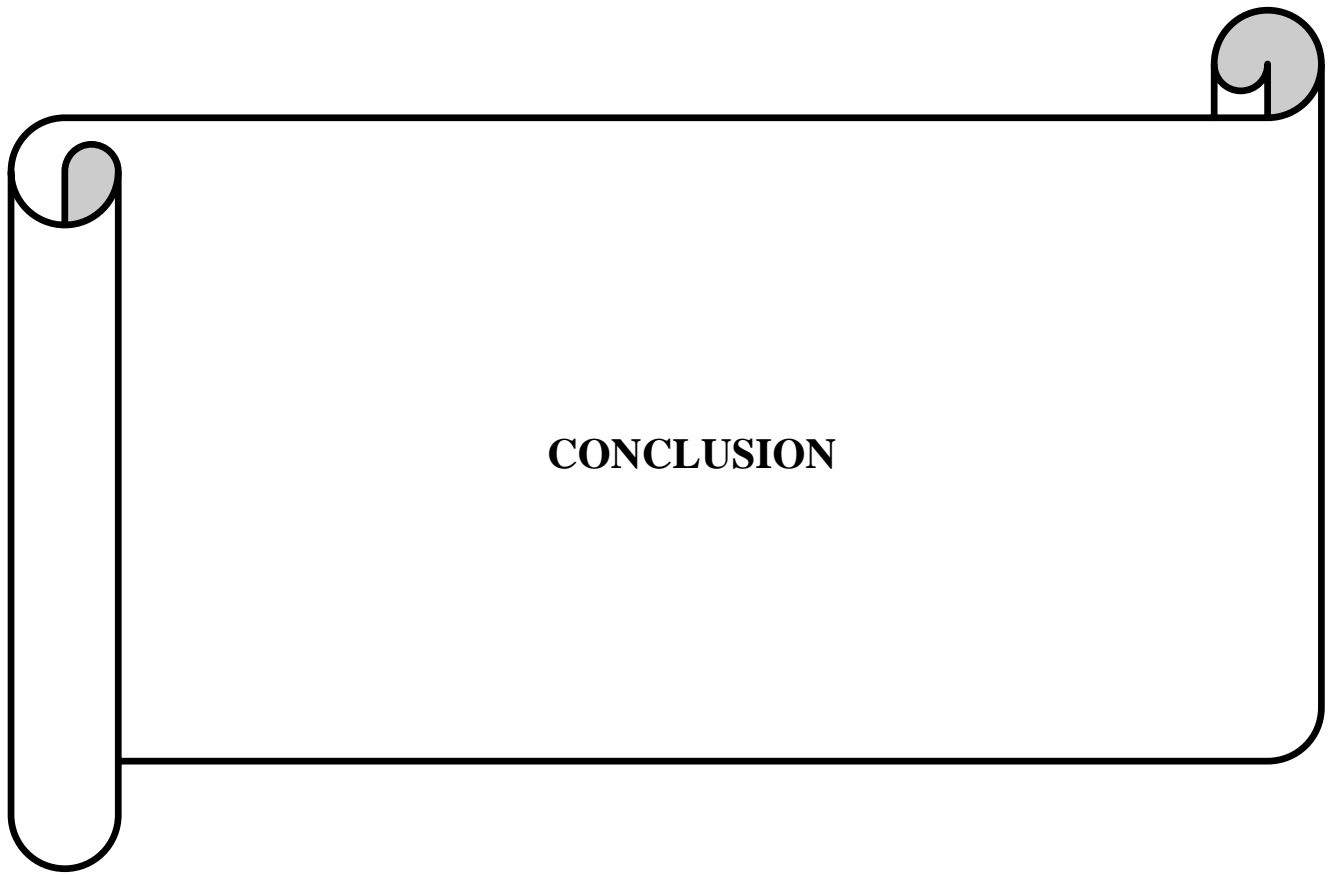


Figure 44 : Images de microscopie électronique à balayage des échantillons des biocomposites, PHBV/30% alfa T : a) avant immersion, b) après immersion, PHBV/30% alfa NT : c) avant immersion, d) après immersion.

Après 384 h d'immersion dans l'eau, on peut voir clairement que l'interface fibre-matrice est endommagée induit par une dégradation hydrolytique surtout pour les composites traités. Quand les composites est immergé dans l'eau, la fibre d'alfa de nature hydrophile se gonfle, des microfissures se produisent ainsi que les molécules d'eau migrent par capillarité le long des espaces libres de matériau [22].

- [1] Arrakhiz FZ.; El Achaby M.; Benmoussa K.; Bouhfid R.; Essassi EM.; Qaiss A. Evaluation of mechanical and thermal properties of Pine cone fibers reinforced compatibilized polypropylene. *Mater Design* 40, 2012, 528-535.
- [2] Bessadok A et al. « Effect of Chemical Treatments of Alfa (*Stipa Tenacissima*) Fibres on Water-Sorption Properties. ». *Composites Science and Technology*. 67, 2007, pp 685-697.
- [3] Boukerrou A; Karim S; Djidjeli H; Ihamouchen C; Martinez J. “Study and characterization of composites materials based on polypropylene loaded with olive husk flour”, study and characterization of composites materials. *J Appl Polym sci* 122, 2011, 1382-1394.
- [4] De Rosa IM; Kenny J.M; Puglia D; Santulli C; Sarasini F. Morphological, thermal and mechanical characterization of okra fibres as potential reinforcement in polymer composites. *Composites science and Technologie*, 70, 2010, 116-122.
- [5] Dhakal H.N; Zhang Z.Y et Bennett N. «Influence of fibre treatment and glass fibre hybridisation on thermal degradation and surface energy characteristics of hemp/unsaturated polyester composites». *Composites Part B: Engineering*. 43, 2012, pp 2757–2761.
- [6] Sui G, Fuqua MA, Ulven CA, Zhong WH. A plant fiber reinforced polymer composite prepared by twin-screw extruder. *Bio-resource technol*. 100, 2009, 1246-1251.
- [7] Gutierrez J, Le Lay F. Etude du vieillissement de composite verre résine en milieu marin. Colloque “La construction navale en composites”, 15, Paris, 7-9 décembre 1992.
- [8] Matheus P; Vinicios P; Mara Z et Ademir Z. J. «Crystalline properties and decomposition kinetics of cellulose fibers in wood pulp obtained by two pulping processes.». *Polymer Degradation and Stability*. 96, 2011, pp 679-685.
- [9] Mohanty A.K; Khan M.A et Hinrichsen G. «Surface modification of jute.
- [10] Mohanty AK; Misra M; Drzal LT; Selke SE; Hinrichsen G. *Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites*. 1st ed. Michigan, Taylor and Francis Group. 2005.
- [11] Mulinari D.R. et al. «Sugarcane bagasse cellulose/HDPE composites obtained by extrusion. ». *Composites Science and Technology*. 69, 2009, pp 214-9.

- [12] Ouajai S; Shanks R.A. composition, structure and thermal degradation of hemp cellulose after chemical treatments. *Polymer degradation and stability*, 89, 2008, 327-335.
- [13] Panaitescu D.M et al. «Influence of compatibilizing system on morphology, thermal and mechanical properties of high flow polypropylene reinforced with short hemp fibers.». *Composites Part B: Engineering*. 69, 2015, pp 286-295.
- [14] Pasquini D et al. « Surface esterification of cellulose: Processing and characterisation of low-density polyethylene cellulose fibres composite. », *Composites Science and Technology*. 68, 2008, pp 193-201.
- [15] Saha P et al. «Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibers by alkali-steam Treatment. ». *Bioresource Technology*. 101, 2010, pp 3182–3187.
- [16] Sawpan M.A; Piquekering K.L et A. Fernyhough.« Effect of various chemical treatments on the fiber structure and tensile properties of industria hemp fibers», *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 42, 2011, pp 888–955.
- [17] Sedan D. « Etude des Interactions Physico-Chimiques aux Interfaces Fibres de Chanvre/Ciment. Influence sur les Propriétés Mécaniques du Composite ». Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges, France, 2007, 129 p.
- [18] Sgriccia N; Hawley M.G; Misra M. Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites. *Applied science and Manufacturing*, 39, 2008, 1632-1637.
- [19] Terpáková E; Kidalová L; Eštoková A; Čigášová J; Šteulová N. Chemical modification of hemp shives and their characterization. 42, 2012, 931-941.
- [20] Wang S, Song C, Zhang B et al. Characteristics and biodegradation properties of poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) / organophilic montmorillonite PHBV/OMMT nano- composites. *Polymer Degradation and Stability*. 87, 2005, 69-76.
- [21] DEROINE Morgan « Etude de vieillissement de biopolymère en milieu Marin » These de l'universtité de BRETAGNE-SUD, 2014, 33-36 p.
- [22] HAMMICHE Dalila « effet d'un nouvel agent comptabilisant PVC-g-MA sur les performances des composites Polychlorure de vinyle /Alfa » Thèse de l'université de BEJAIA, 2013, 151-152 p.



CONCLUSION

Conclusion

L'étude réalisée dans ce travail avait pour objectif d'élaborer des composites à base de PHBV renforcé par la farine d'alfa. Par ailleurs, le traitement alcalin par une solution de NaOH a été choisi par ce qu'elle plus accessible et permet de diminuer les interactions entre les fibres d'alfa. La mise en évidence de la modification a été examinée par l'analyse IRTF, DRX et l'impact des traitements sur les propriétés mécaniques, rhéologiques, thermiques et l'absorption d'eau des composites a été de même étudiés.

Compte tenu des résultats obtenus, on peut conclure que :

- Les résultats en infrarouge ont montré que la structure de la farine d'alfa a changé après le processus de traitement. Cette modification a été montrée par la disparition de pic à 1739 cm^{-1} de la lignine après le traitement alcalin.
- L'analyse par diffraction des rayons X a montré une amélioration d'indice de cristallinité et la taille des cristallites de la farine après traitements. Il montre aussi une diminution de taux de cristallinité des composites PHBV/alfa à farine traitée et non traitée comparé à celui de PHBV vierge. Cependant, une légère augmentation de cristallinité a été observée pour les composites à farine traitée comparé à ceux à farine non traitée.
- La microscopie électronique à balayage montre l'efficacité de traitement alcalin de la fibre, considérant que la surface de la farine traitée est bien propre et lisse. Ainsi que la diminution des cavités observées sur la surface des composites non traités.
- L'étude des propriétés mécaniques (traction) a montré que la contrainte et l'allongement à la rupture des composites diminuent avec l'augmentation du taux de farine. Le module d'élasticité croit progressivement.
- Analyse calorimétrique différentielle a permet de montrer que l'incorporation de la farine d'alfa non traitée à la matrice du PHBV n'a pas influencé de manière significative les valeurs X_c pour les composites. la température de fusion (T_m) des composites diminue par rapport au PHBV vierge. La présence d'alfa réduit le degré

de cristallinité (X_c) de PHBV, car les fibres deviennent des obstacles qui empêchent la croissance des sphérolites.

- Le taux d'absorption d'eau dépend du temps et du taux de farine d'alfa dans le matériau composite. Les composites à un taux de charge élevé ont le taux d'absorption le plus élevé. Les résultats ont montré aussi que le traitement a contribué à une décroissance du taux d'absorption d'eau des composites.

Résumé : L'utilisation croissante des matériaux composites engendre des problèmes de gestion des déchets qui en résultent. On s'oriente alors de plus en plus vers la mise en œuvre de produits biodégradables, soit en ayant recours à des polymères biodégradables, soit en incorporant des fibres biodégradables dans des matériaux polymériques. Cette dernière nécessite dans la plupart des cas une étape de comptabilisation par traitement chimique des constituants, afin d'améliorer l'adhésion entre la matrice et la charge. Dans la présente étude, nous proposons de valoriser la plante végétale alfa, sous forme de farines en vue de renforcer des matrices thermoplastiques (le poly (3-hydroxybutyrate-Co-3-hydroxyvalérate) PHBV). L'élaboration de composites PHBV/alfa après traitement a permis de montrer que le taux et le traitement alcalin de farine d'alfa influencent les propriétés physico-mécaniques du matériau.

Mots clés: Alfa, Matériaux composites, Modification chimique, PHBV.

Abstract: The increasing use of composite materials generates problems of management of waste which results from it. One directs oneself then more and more towards the implementation of biodegradable products, either by having recourse to biodegradable polymers, or by incorporating biodegradable fibers in polymeric materials. The latter requires in the majority of the cases a stage of accounting by chemical treatment of the components, in order to improve adhesion between the matrix and the load. In this study, we propose to valorize the Algerian Product Alfa plant, as filler to reinforce thermoplastic matrices (poly (3-hydroxybutyrate-Co-3-hydroxyvalérate) PHBV). The preparation of PHBV / Alfa composites after treatment has shown that the rate and the alkali treatment of Alfa flour influence the physical and mechanical properties.

Keys words: Chemical modification, Composite materials, PHBV, Alfa.