

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



جامعة بجاية
Tasdawit n'Bgayet
Université de Béjaïa

Université Abderrahmane Mira- Bejaia



Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés

Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme de master

Filière : Génie des Procédés

Option : Génie des Polymères

Thème

***Elaboration des biocomposites à base de l'acide
poly lactique et de fibres végétales alfa***

Réalisé et présenté par:

M^{elle} : KERMOUN Chahira

M^{elle} : TERKI Hamida

Soutenu le : 29/09/2020

Devant le jury:

Présidente : Dr. HAMOUR Nora

Examineur : Dr. BAOUZ Toufik

Promoteur : Pr. BOUKERROU Amar

Co-Promotrice : Dr. HAMMICHE Dalila

2019 - 2020

Remerciements

Au terme de ce modeste travail, nous tenons à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à sa réalisation.

Nos premiers remerciements vont au bon dieu qui nous a donné la force, le courage et la patience pour réaliser ce travail.

Nous remercions nos parents pour leurs encouragements et leurs sacrifices envers notre formation.

Tout notre profond respect et gratitude à notre Co-promotrice Dr. Dalila HAMMICHE pour avoir accepté de nous encadrer et pour ses précieux conseils.

Nous tenons à remercier également 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.

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

Nos remerciements s'adressent à l'ensemble des enseignants du département génie des procédés de l'université Abderrahmane Mira Bejaia et surtout ceux qui ont été nos enseignants durant notre cursus universitaire.

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 travail à titre de reconnaissance à mes chers parents qui n'ont jamais cessé de m'encourager, de me conseiller, et de m'aider.

« Que dieu les protège ».

A mes chères et adorables sœurs : Salima, Zakia, Ouanissa , Nora , Madiha et Fadila ainsi qu'à leurs maris et leurs enfants.

A mon cher ange Chihab pour ses encouragements et son soutien.

A ma belle Hanane ainsi qu'à son mari et sa fille.

A ma binôme : Hamida et toute sa famille

A toutes mes amies : Safo, Katia, Baya, Siham.

Chahira

Dédicace

Je dédie ce modeste mémoire à ceux qui ont sacrifié beaucoup de leurs 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, que dieu leur procure

bonne santé et longue vie ;

a ma chère sœur Sonia ;

a mon cher frère Lounisse ;

a la mémoire de mon grand père que dieu l'accueille dans son vaste paradis ;

a toute ma famille sans exception, et mes adorables amies ;

a ma binôme Chahira et à toute sa famille ;

a toute la promotion génie des polymères 2019-2020 ;

et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour que ce travail soit possible,

je vous dis merci.

T.HAMIDA

Sommaire

SOMMAIRE

Introduction générale.....	01
 Chapitre I : Composite à matrice biopolymère et fibre végétale	
I.1. Biopolymère.....	03
I.1.1. Classe des biopolymères.....	03
I.1.2. Application des biopolymères.....	04
a) L'emballage ménager et la restauration.....	04
b) Film de paillage agricole.....	05
I.2.Acide polylactique.....	06
I.2.1 .Avantage du PLA.....	06
I.2.2. Propriétés du PLA.....	06
a) Dégradation du PLA.....	06
b) Propriétés thermiques.....	06
I.2.3. Application de PLA.....	06
I.3. matériaux composites et Biocomposites.....	07
I.3.1. les matrices.....	07
I.3.2. les renforts	08
a) les fibres de carbone.....	08
b) les fibres de verre	09
c) les fibres d'aramide.....	09
d) les fibres céramiques.....	09
I.3.3. les fibres naturelles.....	09
a) Définition des fibres végétales.....	09
b) Composition.....	10
b.1) la cellulose.....	12
b.2) l'hémicelluloses.....	12
b.3) la pectine.....	13
b.4) La lignine.....	13
b.5) Cire	14
c) Avantages et inconvénients des fibres végétales	14
I.3.4. La fibre d'alfa.....	14
a) Présentation générale	14
b) Récolte d'alfa.....	15
c) Structure et composition chimique des fibres d'alfa.....	16
d) Propriétés mécaniques de la fibre d'alfa.....	16

e) Les fibres d'alfa comparées à d'autres fibres naturelles du point de vue propriétés mécaniques	16
f) Domaine d'applications	17
I.3.5. Les facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites.....	18
a) La dispersion et l'orientation de la fibre.....	18
b) Influence du taux de renfort.....	18
c) Influence de la morphologie des fibres.....	18
d) L'effet de l'humidité	19
I.3.6. Mise en œuvre des matériaux composites	19
a) Les procédés de mise en œuvre des matériaux composites.....	19
a.1) Moulage au contact.....	20
a.2) Moulage par injection de compound – BMC (Bulk Molding Compound ou pré imprégné en vrac).....	20
a.3) Moulage par injection basse pression de résine liquide (RTM) (Résine Transfert Molding)	20
a.4) Moulage par compression de mat pré imprégné – SMC (Sheet Molding Compound).....	21
a.5) Moulage par pultrusion.....	22
a.6) L'injection.....	23
I.4. Interface matrice – renfort dans un matériau composite.....	23
I.4.1. Modification de la surface des fibres naturelles	24
a) Méthode physique	24
b) Modification chimique.....	24
b.1) L'imprégnation des fibres	25
b.2) Addition d'agents de couplages et de dispersion.....	25

Chapitre II : Appareillage et techniques expérimentales

II.1. Objectif de l'étude	26
II.2. Problématique.....	26
II.3. Organigrammes.....	26
II.4. Matériaux utilisés	28
II.5. Traitement des fibres d'Alfa.....	28
II.6. Fabrication des composites.....	28
II.7. Méthode de caractérisation et mode opératoire.....	29
II.7.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	29
II.7.2. L'analyse thermogravimétrique (ATG).....	30
II.7.3. Test d'absorption d'eau.....	30

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1. Analyse spectroscopique par infrarouge à transformé de Fourier.....	31
III.2. Analyse thermogravimétrique.....	33
III.3. Teste d'absorption d'eau.....	36
Conclusion général.....	39

Liste des tableaux

Tableau 1 : Composition chimique des fibres végétales.....	11
Tableau 2 : Avantages et inconvénients des fibres végétales.....	14
Tableau 3 : La composition chimique de la fibre d'alfa.....	16
Tableau 4 : Les propriétés mécaniques de la fibre d'alfa selon plusieurs sources.....	16
Tableau 5 : Propriétés mécaniques en traction des principales fibres naturelles et synthétiques	17
Tableau 6 : Informations de l'Agent dispersant utilisé pour la fibre d'alfa.....	28
Tableau 7 : Comparaison des principaux paramètres thermique des différents échantillons..	34

Liste des figures

Figure 1 : Classification des polymères biodégradables.....	04
Figure 2 : Applications des biopolymères dans l’emballage ménager et la restauration.....	05
Figure 3 : Film de paillage agricole.....	05
Figure 4 : Schéma d’un composite idéal.....	07
Figure 5 : Types de renforts.....	08
Figure 6 : Classifications des fibres végétales selon l’origine.....	10
Figure 7 : Représentation schématique de la hiérarchie structurale dans une Fibre végétale.....	11
Figure 8 : Représentation de la chaîne de cellulose.....	12
Figure 9 : Structure d’un type de xyloglucane.....	12
Figure 10 : (a) Le réseau de pectine, (b) L’interaction de calcium avec la Pectine.....	13
Figure 11 : Représentation des trois unités composantes la lignine.....	13
Figure 12 : Touffes d’alfa.....	15
Figure 13 : Les différentes étapes de la récolte de l’Alfa (a) l’arrachement, (b) la collecte et (c) la mise en balle.....	15
Figure 14 : Le principe de moulage au contact.....	20
Figure 15 : Principe de moulage par injection basse pression de résine – RTM.....	21
Figure 16 : Principe de Moulage par compression de mat pré imprégné-SMC.....	22
Figure 17 : Principe de moulage par pultrusion.....	22
Figure 18 : Pièces en composite injecté.....	23
Figure 19 : Plan de travail expérimental de la partie 1.....	27
Figure 20 : Plan de travail de la partie 2.....	27
Figure 21 : Extrudeuse bis-vis.....	29
Figure 22 : Presse carver.....	29
Figure 23 : Photographie des échantillons immersifs dans l’eau distillée durant le test d’absorption.....	30
Figure 24 : Spectres FTIR de PLA, biocomposites PLA /alfa traités et non traité.....	33
Figure 25 : Thermogrammes ATG/DTG du PLA et des biocomposites PLA/alfa traités et non traités.....	36
Figure 26 : Evolution du taux d’absorption d’eau des PLA/Alfa traités et non traités à en fonction du temps.....	38

Liste des abréviations

BMC: Bulk Molding Compound.

RTM: REsin Transfert Molding.

SMC : Sheet Molding Compound.

IRTF : Spectroscopique, Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier.

ATG: Analyse thermogravimétrique.

PHA: Polyhydroxyalcanoate.

PHB: Poly 3-hydroxybutyrate.

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

PLA: Acide poly lactique.

PCL: polycaprolactone.

PEA : polyesteraramide.

Introduction générale

Introduction générale

L'importance commerciale des polymères a conduit à des applications intenses de ces derniers sous forme des composites dans divers domaines, tels que l'automobile, l'agriculture ou encore le secteur de l'emballage qui est l'un des plus gros producteurs de déchets et qui a pour conséquence une accumulation de déchets non biodégradables [1]. Cependant la majorité des matériaux utilisés dans l'élaboration de ces composites sont issus de ressources fossiles, que ce soit pour les renforts (fibres synthétiques de verre ou de carbone), ou bien les matrices en plastiques [2]. C'est pour cela qu'il est nécessaire de limiter la dépendance de ces matériaux composites envers ces ressources non renouvelables sur le plan économique mais également environnemental, et les remplacés par des matériaux biosourcés [3].

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 [4].

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 rivalisantes. 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 [5].

Durant ces dernières décennies, Les fibres naturelles ont réussi à acquérir un grand intérêt à l'échelle académique et industrielle. Ces fibres sont résistantes, possèdent des densités relativement basses, ont de faibles coûts et proviennent de ressources renouvelables abondantes. Plusieurs techniques classiques et modernes peuvent être utilisées pour la mise en œuvre de bio-composites à base de fibres végétales [6]. Cependant, les problèmes de compatibilité entre les fibres lignocellulosiques avec les matrices polymères limitent le

transfert de charge entre fibre et matrice et ainsi les différentes propriétés de ces bio-composites. Pour minimiser ces problèmes, la modification de la surface des fibres est généralement nécessaire. La compatibilité et la mouillabilité entre les fibres naturelles et les polymères peuvent être améliorées en ajoutant des agents de couplage et de dispersion. Le traitement améliore non seulement l'adhésion interfaciale, mais fournit également une meilleure dispersion des fibres [7].

Le PLA est l'un des biopolymère qui remplace les plastiques pétrochimiques, en raison de ces avantages environnementaux, et ses différentes propriétés (mécanique, thermique, etc).

L'objectif de ce mémoire est l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de PLA comme matrice polymérique renforcée par la fibre d'alfa. Cette dernière a été traitée chimiquement en utilisant un agent dispersant afin d'amélioré sa dispersion et la compatibilité entre la fibre et le polymère. Les composites PLA/alfa non traité et PLA/alfa traité ont été préparés par extrusion. Les composites obtenus ont été soumis à plusieurs techniques de caractérisations à savoir les caractérisations structurale par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) et thermique (analyse thermogravimétrique (ATG)) et le test d'absorption d'eau.

Notre mémoire s'articule en trois principaux chapitres :

- Le premier chapitre est une étude bibliographique sur les composites et les polymères biodégradables, les fibres végétales, leurs compositions chimiques et les paramètres qui affectent les propriétés des matériaux composites, ainsi que les procédés de mise en œuvre de ces matériaux, l'interface fibre/matrice et les méthodes de modification de la surface des fibres naturelles.
- Le deuxième chapitre présente la description des matériaux utilisés ainsi que les techniques analytiques qui ont permis de caractériser les propriétés des matériaux (IRTF, ATG et test d'absorption).
- Le dernier chapitre est consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués.

Enfin, une conclusion générale permet de résumer les résultats des travaux présentés et d'ouvrir de nouvelles perspectives de développement.

- [1] Z.Saadi : « Etude de la dégradation fongique des polymères : cinétique de dégradation des polymères et caractérisation des sous-produits de dégradation-Etude de l'écotoxicité de ces polymères ». Thèse de Doctorat, Université du Main U.F.R. Sciences et Techniques, 2008.
- [2] C.Gourier : « Contribution à l'étude de matériaux biocomposites à matrice thermoplastique Polyamide-11 et renforcés par des fibres de Lin ». Thèse de Doctorat , Université de Bretagne sud sous le sceau de l'Université Bretagne Loire.2016.
- [3] J.M. Raquez, M. Deléglise, M.F. Lacrampe , P.Krawczak ,Thermosetting (bio)materials derived from renewable resources: A critical review, Progress in Polymer Science, Vol. 35, pp. 487-509, 2010.
- [4]. K. Dean, L. Li, L. Yu: « Polymer blends and composites from renewable sources». Progress in Polymer Science. 6, 2006, pp 576- 602.
- [5] M. Malha : «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, p151.
- [6] R. Mansour, K. Abd raouf : «Effet des paramètres d'élaboration sur le comportement mécanique d'un bio-composites ». Mémoire de master, Université de Msila, 2015 / 1016.
- [7] A.C. Gowman, M.C. Picard, L.-T. Lim, M. Misra, AK Mohanty, BioRes. 14 (4) (2019) 10047-10092.

Chapitre I

**Chapitre I : composite à matrice biopolymère et
fibre végétale**

Chapitre I : Composite à matrice biopolymère et fibre végétale

I.1. Biopolymère

Les biopolymères sont obtenus à partir de polymères naturels (biodégradables), de polymères synthétiques susceptibles d'être attaqués par des micro-organismes, ou d'un mélange de deux familles [1].

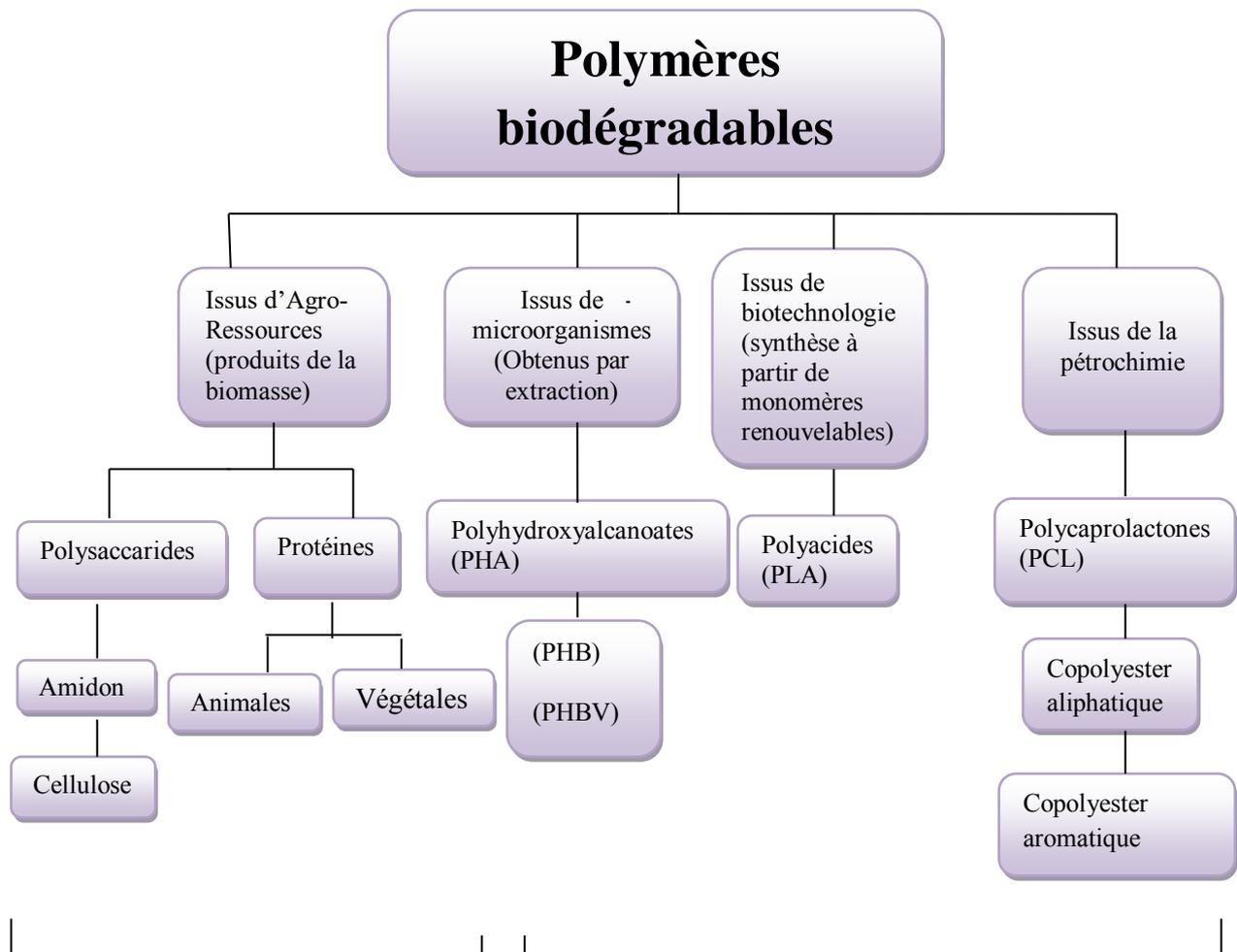
Les biopolymères sont des substances constituées de macromolécules élaborées par des organismes vivants.

I.1.1. Classification des biopolymères

Les biopolymères peuvent être classés en deux catégories (figure 1) :

- ✓ Les polymères extraits directement de la biomasse (souvent appelés agro-polymères) et leurs dérivés. Ils constituent la plupart du temps les parois cellulaires des végétaux ou servent de réserve aux plantes en vue de leur croissance. On trouve par exemple, les polysaccharides (comme l'amidon ou la cellulose) et les protéines (gluten, caséine, collagène, gélatine).

- ✓ Les polyesters biodégradables, répartis-en 3 sous-groupes :
 - * les polymères bactériens obtenus principalement par fermentation tels que les polyhydroxyalcanoates (PHA) avec par exemple le poly hydroxybutyrate (PHB) ou le poly (hydroxybutyrate-Hydroxyvalerate) (PHBV) ;
 - * les polymères dont seuls les monomères sont issus de la biomasse tels que les polymères dérivés des acides lactiques (PLA) ;
 - * les polymères dont les monomères sont issus de ressources fossiles comme des polycaprolactones (PCL), polyesteramides (PEA) et différents copolyesters aromatiques ou aliphatiques[2].



Agro-polymères Bio-polyesters

Figure 1 : Classification des polymères biodégradables [2].

I.1.2. Application des biopolymères

Les biopolymères se trouvent dans différents domaines tel que :

a) L'emballage ménager et la restauration

C'est le secteur d'application le plus attrayant pour les matériaux biodégradables en raison de grands enjeux économiques mais également de recherche pour améliorer les principales caractéristiques fonctionnelles des emballages. Dans le domaine de l'emballage alimentaire, on trouve des produits rigides comme les barquettes destinées aux fruits et légumes, des pots de yaourt en PLA, des films et filets pour fruits et légumes, des films pour sandwicherie, boulangerie, sucreries, pâtisseries... En ce qui concerne l'emballage non alimentaire, des films transparents sont proposés pour emballer les papiers toilettes, les produits de grande consommation, etc. La restauration est un secteur sur lequel se

positionnent les matériaux biodégradables grâce à des produits comme les assiettes et couverts pour pique-nique et restauration rapide, voire des plateaux jetables pour la restauration aéronautique[3].



Figure 2 : Application des biopolymères dans l’emballage ménager et la restauration[3].

b) Film de paillage agricole

Les films plastiques sont utilisés par les cultivateurs pour favoriser la croissance des plantes et quand ils se photo-dégradent dans les champs, cela évite le cout du ramassage. Ces films servent à [4] :

- *conserver l’humidité ;
- *réduire les mauvaises herbes ;
- *augmenter la température du sol.



Figure 3:Film de paillage agricole[3].

Les biopolymères sont utilisés aussi dans l'agriculture marine pour fabriquer les filets et les cordes de pêche. Ils sont aussi employés comme supports pour les cultures marines [5].

I.2. Poly(acide lactique)

Le PLA est un polyester thermoplastique aliphatique linéaire qui est produit par des processus de fermentation à partir de ressources renouvelables telles que l'amidon. Il existe trois stéréo-isomères de lactide : L-lactide, D-lactide et méso-lactide [6].

I.2.1. Avantage de PLA

L'avantage unique du PLA est que l'ingrédient brut de base provient principalement du maïs, une récolte très abondante et une ressource renouvelable [6].

I.2.2. Propriétés de PLA

a) Dégradation du PLA

Les polymères de poly (acide lactique) peuvent être dégradés par différentes voies : chimique, physique et/ou biologique et il est rare qu'une seule voie intervienne lors d'un processus de dégradation. Cette dégradation est un ensemble de phénomènes aboutissant à une déstructuration moléculaire des constituants du matériau. Elle est généralement accompagnée d'une fragmentation [7].

b) Propriétés thermiques

Le PLA est un thermoplastique, il est semi-cristallin quand celui-ci est énantiomériquement pur avec une température de cristallisation (T_c) de 110°C et une température de transition vitreuse (T_g) d'environ 60°C, et une température de fusion (T_f) d'environ 180°C. Le PLA est stable thermiquement jusqu'à 300°C [8].

I.2.3. Application du PLA

Les principales applications de PLA sont :

*l'emballage : sa bonne transparence, sa résistance à l'huile et ses bonnes propriétés mécaniques font du PLA un polymère adapté à l'emballage alimentaire, le PLA est utilisé aussi comme emballage rigide des batteries des téléphones, ou comme fenêtre d'enveloppe au Japon, et sa résistance aux alcools permettrait son utilisation dans l'industrie de parfumerie [9].

*Dans le secteur du transport : Toyota par exemple, développe les applications pour le PLA sous forme de fibre de garnissage d'intérieur d'automobiles, ou de matrice de composites/ fibres naturelles pour objets moulés [9].

*le revêtement papier ;

*les fibres ;

*Les films et une grande variété d'article moulés.

I.3. Matériaux composites et biocomposites

Un matériau composite est l'assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles et de nature différentes, qui se complètent et permettent d'aboutir à un matériau dont l'ensemble des performances sont supérieures à ces des composants pris séparément. Un matériau composite est constitué de différentes phases nommées renforts et matrice [1]. Une interphase se crée entre les deux constituants et aura le rôle de transmettre les contraintes de l'un à l'autre d'où l'établissement d'une bonne adhérence [2].

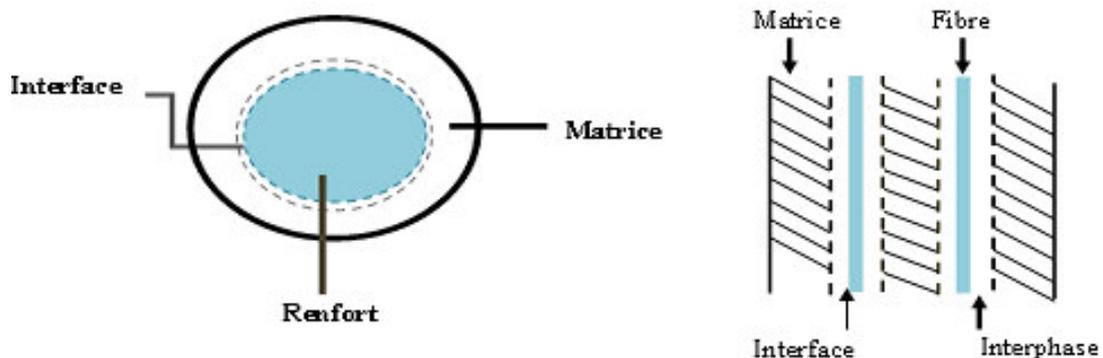


Figure 4: Schéma d'un composite idéal [2].

Un biocomposite est un matériau qui constitue des renforts naturels et de résine d'origine animal ou végétal.

I.3.1. Les matrices

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 [3]. La matrice dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible que le renfort, a pour rôle de lier et orienter les renforts, répartir les contraintes subies par les renforts, assurer la protection chimique de la structure et donner la forme désirée au produit. On peut classer les matrices selon leurs natures :

- Matrice organiques: (résines, charges) ;

- Matrice métallique:(alliages légers et ultralégers d'aluminium, de magnésium) ;
- Matrices minérales (céramique):(nitride, carbure)[4].

I.3.2. Les renforts

Le renfort est le squelette qui supporte les efforts mécaniques, il contribue à améliorer la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites. Il est sous forme filamentaire organique ou inorganique comme les fibres de verre, carbone, aramide et les fibres naturelles (le lin, le sisal, le rami, le jute, le chanvre, l'abaca, le grignon d'olive) [10]. La classification de type de renfort est indiquée dans la figure (5).

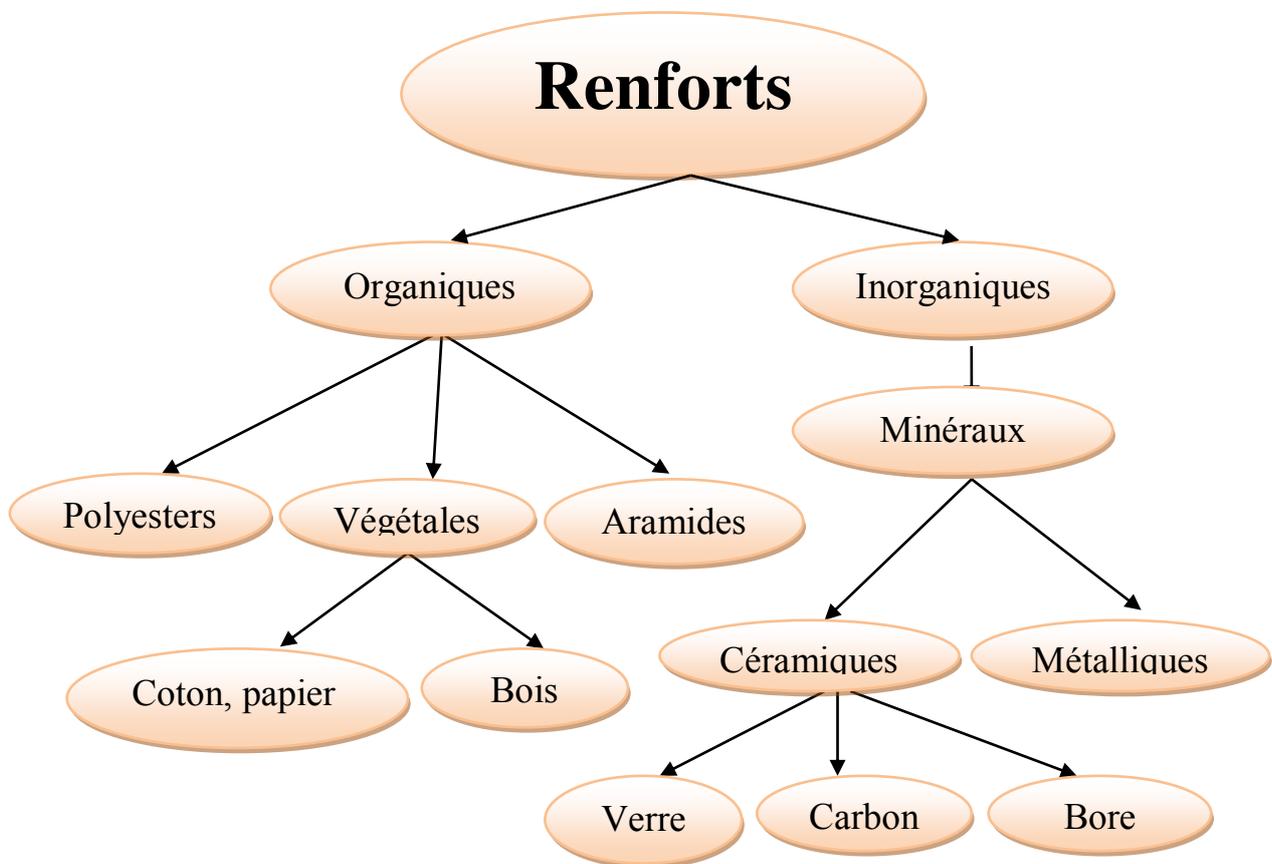


Figure 5: Les différents types de renforts.

a) Les fibres de carbone

Les fibres de carbone sont des filaments minces faites de carbone élémentaire avec les structures qui changent de ceux du carbone amorphe à ceux du graphite cristallin.

Les fibres de carbone possèdent de très fortes propriétés mécaniques, elles sont souvent employées comme renfort dans les composites polymères rigides [11].

b) Les fibres de verre

Les fibres de verre constituent le renfort essentiel des composites de grande diffusion. Elles sont obtenues à partir du sable (silice) et additifs (alumine, carbonate de chaux, magnésie, oxyde de bore) [12].

c) Les fibres d'aramide

Les fibres aramides connues sous le nom de kevlar. Elles ont des propriétés mécaniques élevées en traction mais leur résistance à la compression est faible [11]. Il est possible de trouver deux types de fibres d'aramide de rigidités différentes :

- Les fibres bas module: utilisées pour les gilets pare-balles et les câbles ;
- Les fibres haut module: employées dans le renforcement pour les composites hautes performances [12].

d) Les fibres céramiques

Les matériaux composites de type céramiques sont souvent constitués des renforts et de matrice en céramique. Les fibres céramiques les plus utilisées sont [11] :

- Les fibres de carbure de silicium ;
- Les fibres de bore ;
- Les fibres de bore carbure de silicium.

I.3.3. Les fibres naturelles

On peut classer les fibres naturelles en trois grands groupes selon leur origine [13].

- ✓ Les fibres animales qui proviennent des poils, telle que la toison animale, et des sécrétions telles que la soie.
- ✓ Les fibres minérales comme l'amiante.
- ✓ Les fibres végétales qui comprennent les fibres provenant des différentes parties de la plante.

a) Définition des fibres végétales

Notée aussi fibres lignocellulosiques, sont des structures rigides microfibrillaires [14], les fibres végétales se subdivisent elles-mêmes selon leur provenance. On peut citer les fibres libériennes (extraites de tige, lin, jute, chanvre) les fibres de feuilles (abaca, sisal), de graines, de fruits, de bois, de la paille de céréales et d'autres fibres d'herbe.

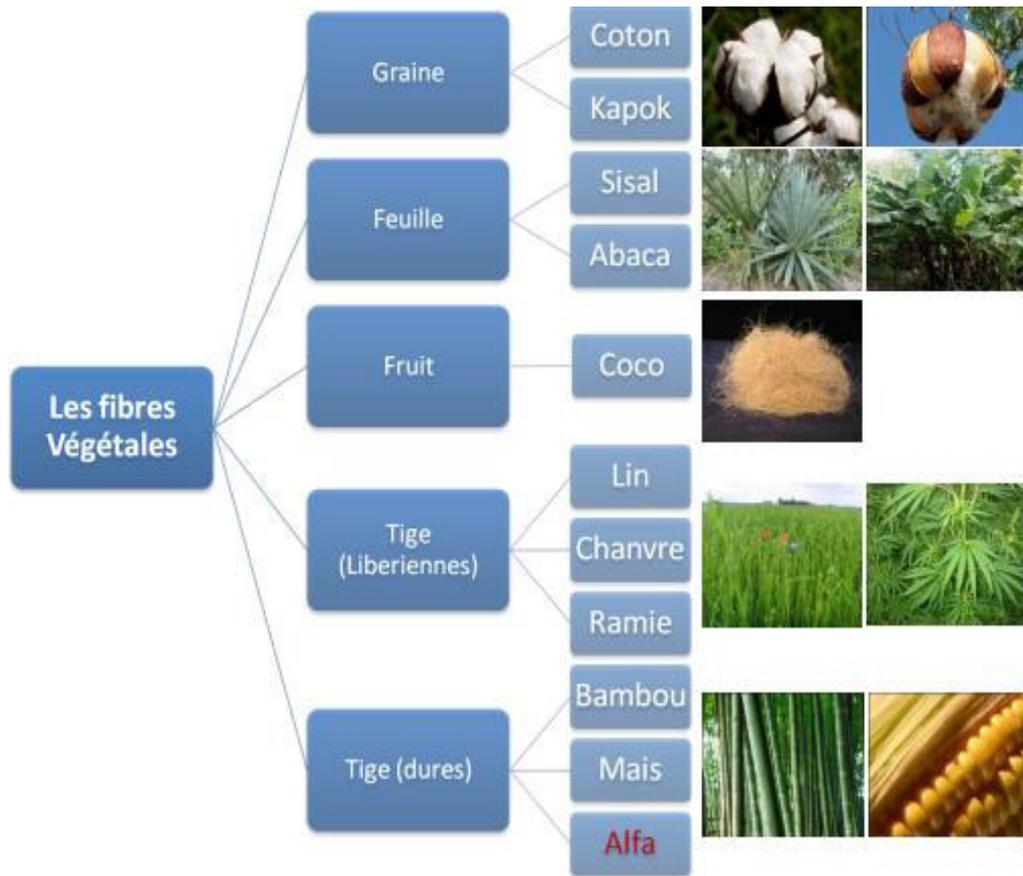


Figure 6: Classification des fibres végétales selon l’origine[15].

b) Composition

Les fibres naturelles se composent principalement de cellulose, d’hémicellulose et de lignine. Elles contiennent aussi des quantités faibles en protéines d’extractibles et quelques composés inorganiques. La proportion de cellulose, d’hémicelluloses et de lignine varie d’une espèce à une autre[16].

CHAPITRE I : Composite à matrice biopolymère et fibre végétale

Tableau 1:Composition chimique des fibres végétales [17].

Fibres	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicellulose(%)	Pectine (%)	Cendre (%)
Kénaïf	37-49	15-21	15-21	-	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	13,3	4

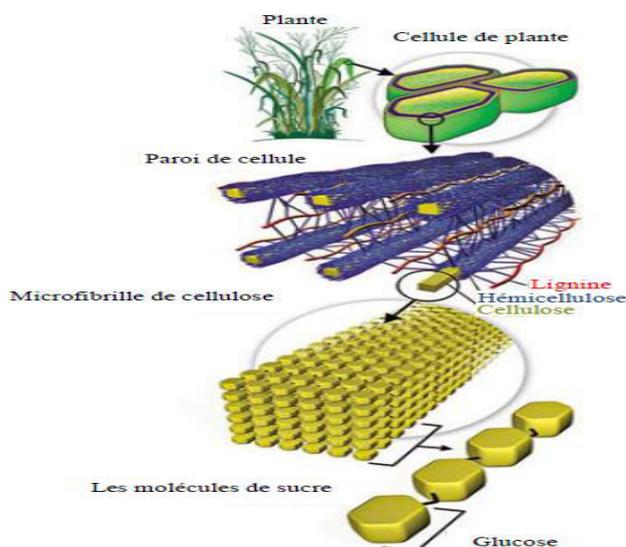


Figure 7: Représentation schématique de la hiérarchie structurale dans une fibre végétale[18].

b.1) La cellulose

La cellulose est le constituant principal de toutes les fibres végétales, son taux varie de 17% à 99%. C'est la molécule organique naturelle la plus abondante sur la terre [19-20]. La formule brute exacte de cette macromolécule est $(C_6H_{12}O_6)_n$. Elle est composée des unités de D-anhydrocopyranos reliées entre elle par des liaisons β -1,4. L'unité répétitive est le Cellobiose (deux glucoses réunis). Ces unités élémentaires s'associent par paquet pour former les microfibrilles[21].

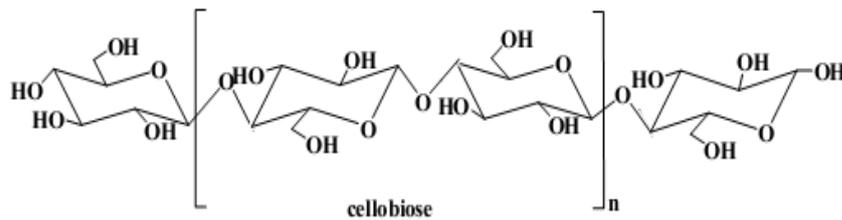


Figure 8: Représentation de la chaîne de cellulose [19].

b.2) Les hémicelluloses

Les hémicelluloses sont des polysaccharides, qui se trouvent dans tous les végétaux caractérisés par des masses molaires beaucoup plus faibles que celle de la cellulose et par des structures moins régulières à la fois par la présence de différentes unités dans leurs chaînes et/ou de ramifications. Si l'on considère que le bois est un matériau composite dans lequel la cellulose est la fibre de renfort et la lignine est la matrice, les hémicelluloses jouent le rôle de comptabilisant à l'interface entre ces deux éléments [22].

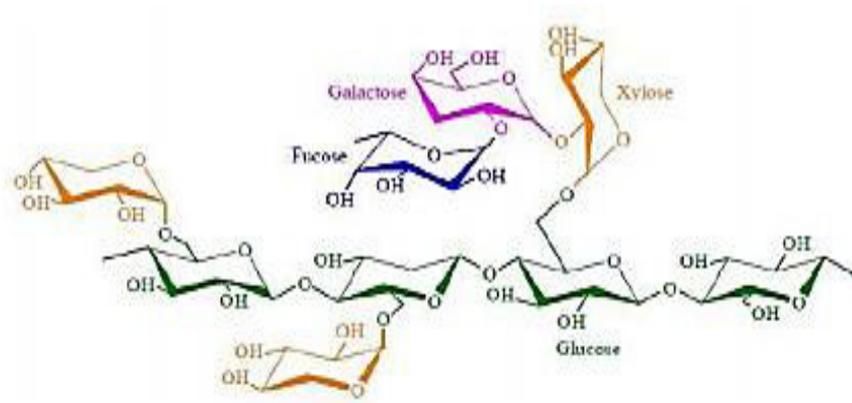


Figure 9: Structure d'un type de xyloglucane[23].

b.3) La 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 [24].

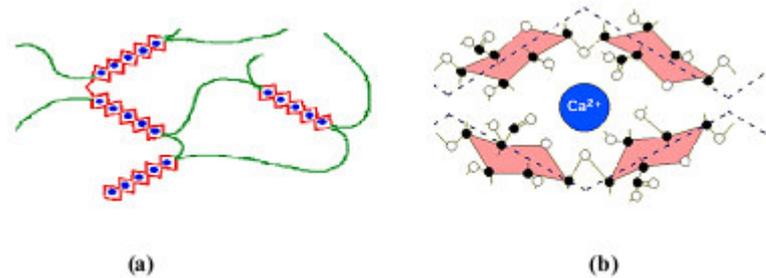


Figure 10:(a) Le réseau de pectine, (b) L'interaction du calcium avec la pectine [25].

b.4) La lignine

La lignine est la matière organique renouvelable la plus abondante à la surface de la terre après la cellulose. Elle est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant trois unités différentes: l'alcool coumarique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique (figure 11) [26].

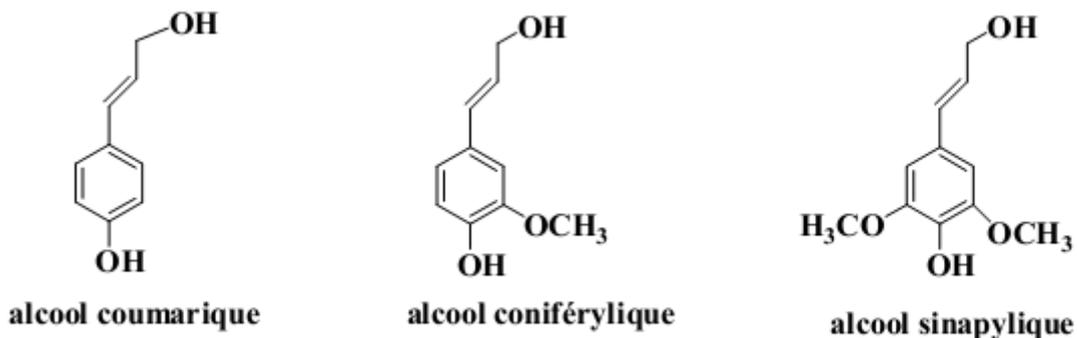


Figure 11 : Représentation des trois unités composants la lignine [26].

La structure des lignines est différente selon la provenance des fibres naturelles choisies, et pour une même origine végétale, elle varie selon qu'il s'agit de la structure complexe de la lignine comprenant de nombreuses fonctions phénoliques, hydroxyles et éthers explique sa grande réactivité. Cependant, leur accessibilité est limitée par la conformation tridimensionnelle du réseau moléculaire mais aussi par la distribution de ce polymère parmi les autres constituants de la paroi cellulaire de la matière. Par exemple, avec

les hémicelluloses, la lignine forme des complexes à l'aide de liaisons covalentes et hydrogène [27].

b.5) Les cire

Les cires sont des constituants des fibres naturelles, qui peuvent être extraits avec des solutions organiques. Ces matériaux se composent de différents types d'alcools insolubles dans l'eau et de plusieurs acides tels que l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique [28].

c) Avantages et inconvénients des fibres végétales

Tableau2: Avantages et inconvénients des fibres végétales [29].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none">• Faible densité ;• Biodégradable ;• Bilan CO2 faible ;• Pas de résidus après incinération ;• Ressource renouvelable ;• Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité) ;• Non abrasif pour les outillages ;• Non irritant lors de la manipulation des fibres ;• Bon isolant thermique et acoustique.	<ul style="list-style-type: none">• Absorption d'eau ;• Biodégradabilité ;• Fibres anisotropes ;• Faible stabilité dimensionnelle ;• Faible tenue thermique (200 à 300°C max) ;• Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, des conditions météorologiques ;• Renfort discontinu.

I.3.4. La fibre d'alfa

a) Présentation générale

L'alfa est une herbe vivace typiquement méditerranéenne, elle pousse en touffes d'environ 1m à 1m20 de haut formant ainsi de larges nappes. Elle pousse spontanément notamment dans les milieux arides et semi arides, elle délimite le désert[30].



Figure 12 :Touffes d'alfa

b) Récolte d'alfa

L'alfa se récolte après le murissage des graines (à partir de juillet-août). La récolte se fait par différentes étapes :

Elle commence par l'enlèvement des feuilles uniquement à la main, par arrachage, soit en enroulant les feuilles autour d'un bâton court, soit en se garnissant la main d'une tige de métal. Le javeleur saisit une poignée d'Alfa, l'enroule autour d'une tige métallique pour assurer sa prise et tire brusquement. Avec son pied il retient les racines pour les empêcher d'être arrachées en même temps que les feuilles. Ces dernières sont liées en petites balles avec une tresse d'alfa.

Ensuite ces petites balles sont pressées pour constituer les grosses balles qui seront envoyées au centre de collecte. Puis, l'Alfa pesée sera stockée dans ces centres avant d'être transférée à l'usine, pour en extraire la pâte à papier en particulier [31].



Figure 13 : Les différentes étapes de la récolte de l'Alfa (a) l'arrachement, (b) la collecte et (c) la mise en balle [31].

c) Structure et composition chimique des fibres d'alfa

Les fibres d'alfa sont biodégradables, elles sont obtenues à partir d'une source renouvelable. La structure de la fibre d'alfa est hétérogène, elle constitue principalement de cellulose, de lignine, d'hémicellulose, de cire et de cendre représentée dans le tableau suivant :

Tableau 3: La composition chimique de la fibre d'alfa. [32-33].

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

d) Propriétés mécaniques de la fibre d'alfa

Les propriétés mécaniques sont influencées par plusieurs facteurs, entre autres, l'origine et la variété de la plante, les conditions de croissance et de récolte. Ce qui explique la différence entre les valeurs trouvées dans différentes sources comment le montre le tableau suivant :

Tableau 4: Les propriétés mécaniques de la fibre d'alfa selon plusieurs sources

Densité (g /cm ³)	0,89	1,4	-
Module de Young (GPA)	22	18,2-24 ,92	13,4
Contrainte à la rupture (MPA)	565	187,6-308	944
L'allongement à la rupture %.	5,8	1 ,5-2,4	-
Sources	[34]	[35]	[36]

e) Les fibres d'alfa comparées à d'autres fibres naturelles du point de vue propriétés mécaniques

Le tableau (5) montre les propriétés mécaniques en traction des principales fibres naturelles et synthétiques. Pour la fibre d'alfa, il s'agit des propriétés de l'alfatechnique, c'est-à-dire les faisceaux de fibres.

Pour la densité de la fibre d'alfa, elle est la même que celle de l'agave et le kevlar.

CHAPITRE I : Composite à matrice biopolymère et fibre végétale

Allongement (l'élongation) à la rupture, la valeur de l'alfa est entre (1.5-2.4%)est proche de celle du jute (1.5-1.8%), du chanvre (1.6%) et du sisal (2-2.5%).

La tension (résistance) de rupture la valeur de l'alfa est entre 134-220 MPaest proches à celles du coton. Et pour le module de Young, qui est une indication pour la rigidité, la valeur (13-17.8 GPa) est proche de celle du lin (18 GPa) et de la ramie (17GPa) et supérieure à celle du coton (3.6-8.4 GPa) et l'agave (4.2 GPa). La fibre végétale la plus forte est la ramie avec un module d'Young de 42-86 GPa.

Tableau5: Propriétés mécaniques en traction des principales fibres naturelles et synthétiques[37].

Fibre	Densité (g /cm ³)	Allongement a la rupture (%)	Résistances a la rupture (MPa)	Module de Young (GPa)
Alfa	1.4	1.5 – 2.4	134 – 220	13 – 17.8
Sisal (Agave)	1.4	20	350	4.2
Coton	1.5	7 – 8	191 – 398	3.6 – 8.4
Jute	1.3	1.5 – 1.8	300 – 600	20
lin	1.5	2.7 - 3.2	230 – 690	18
chanvre	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
Bois	1.5	-----	666	26
Verre E (filament)	2.6	2.5	770 – 1345	27
Verre S	2.6	2.8	1750	33
kevlar	1.4	3.3 – 3.7	2140 – 2250	45 – 48
carbone	1.7	1.4 – 1.8	2350	140

f) Domaine d'applications

Les applications de l'alfa sont multiples et diverses[38]:

- .Pour produire des objets artisanaux tels que paniers, tapis et cordes;
- . Comme nourriture pour les animaux sauvages et pour le bétail ;

.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.

I.3.5. Les facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites

Le renforcement des matériaux thermoplastiques par des fibres végétales est gouverné par les paramètres suivants:

a) 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 composite. En effet les particules ou renforts ont tendance à se regrouper et à s'agglomérer ce qui crée des défauts.

L'orientation des fibres génère une anisotropie, qui détermine des axes forts, pour le matériau, selon lesquels les fibres seront sollicitées longitudinalement (direction la plus résistante de la fibre)[39].

b) Influence du taux de renfort

La rigidité d'un composite est améliorée par l'augmentation du pourcentage de renforts. Cependant, une trop grande quantité de renforts implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performances dans certains cas. Il est assez peu fréquent de trouver des composites fabriqués qui contiennent un pourcentage de fibres supérieur à 50-60%, sans rencontrer de nombreuses difficultés lors du moulage. Plusieurs études ont montré qu'à partir d'un taux de 50% en fibres, le matériau devient rugueux et la surface présente des ruptures. L'augmentation de la proportion des fibres lignocellulosiques a aussi pour conséquence directe, la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygroscopique et putrescible [39].

c) Influence de la morphologie des fibres

La morphologie des fibres inclut aussi d'autres paramètres comme la longueur des fibres, leurs diamètres, l'épaisseur des cellules et le diamètre des lumens. En fonction de la nature des fibres, ces paramètres varient tous à divers niveaux. 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 énormément l'adhésion et les propriétés mécaniques [40].

d) 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 potentiels 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. Et par conséquent, l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques est essentiel pour les applications des composites renforcés par des fibres naturelles [41].

I.3.6. Mise en œuvre des matériaux composites

Pour la fabrication des matériaux composites constitués de fibres cellulosiques et d'un polymère thermoplastique trois procédés peuvent être utilisés: le mélange par fusion, le mélange à froid et la polymérisation insitu.

Dans le cas 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 [42].

Dans le cas de 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 [43].

Et dans le cas de la polymérisation insitu, les monomères liquides sont directement mélangés par aspiration avec les fibres végétales avant de procéder au moulage [44].

a) Les procédés de mise en œuvre des matériaux composites

Les procédés de mise en œuvre des matériaux composites correspondants sont directement dépendants des matériaux et des procédés de transformation existants dans l'industrie selon la production en petite, moyenne et grande série. Les différents procédés de mise en forme des composites sont:

a.1) Moulage au contact

C'est la méthode la plus simple qui demande le moins d'équipements[45]. 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 [12].

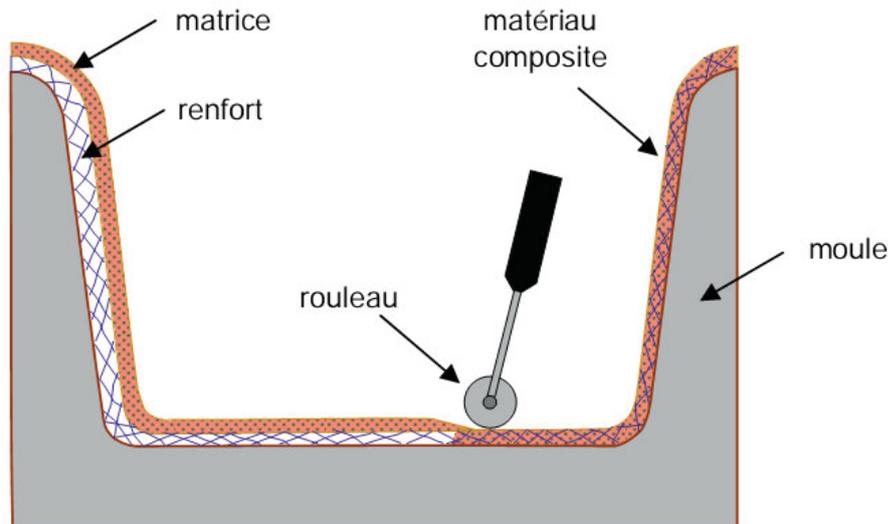


Figure 14: Le principe de moulage au contact [46].

a.2) Moulage par injection de compound – BMC (BulkMolding Compound ou pré imprégné en vrac)

Le compound B.M.C 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, est moulé à chaud (130 - 150 °C), principalement par injection 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[12].

a.3) Moulage par injection basse pression de résine liquide (RTM) (Resin Transfert Molding)

Le moulage par transfert de résine consiste à imprégner un renfort placé à l'intérieur d'un ensemble moule et contre-moule très rigide et fermé. L'alimentation des résines est réalisée par le vide ou par l'injection de la résine[47].

Une fois le moule 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 [12].

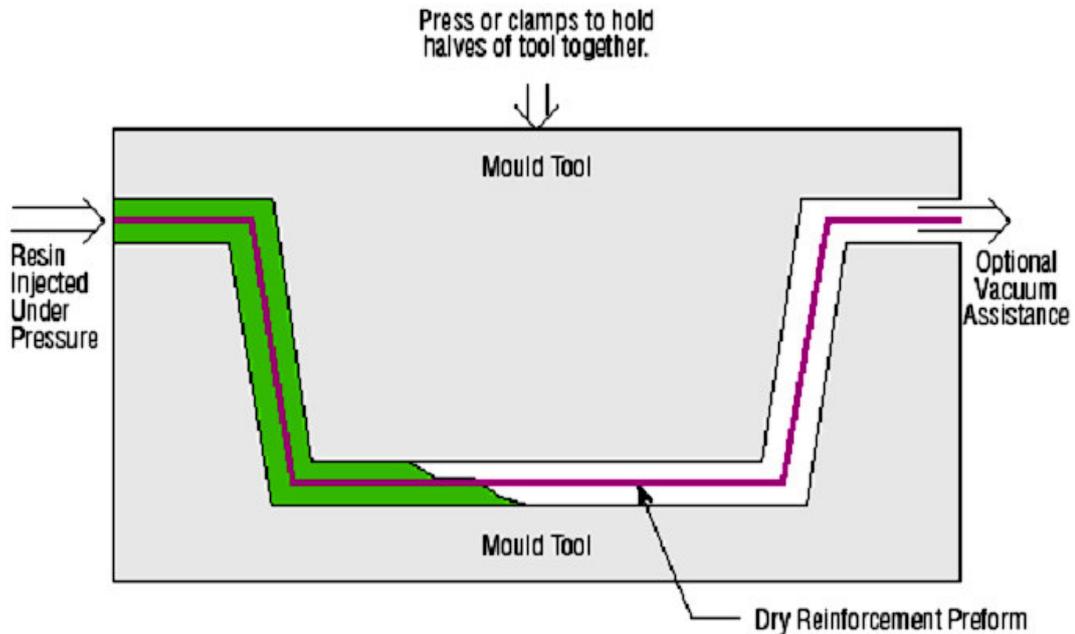


Figure 15:Le principe de moulage par injection basse pression de résine – RTM [47].

a.4) Moulage par compression de mat pré-imprégné – SMC (SheetMolding Compound)

Le mat pré-imprégné (SMC) 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 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[12].

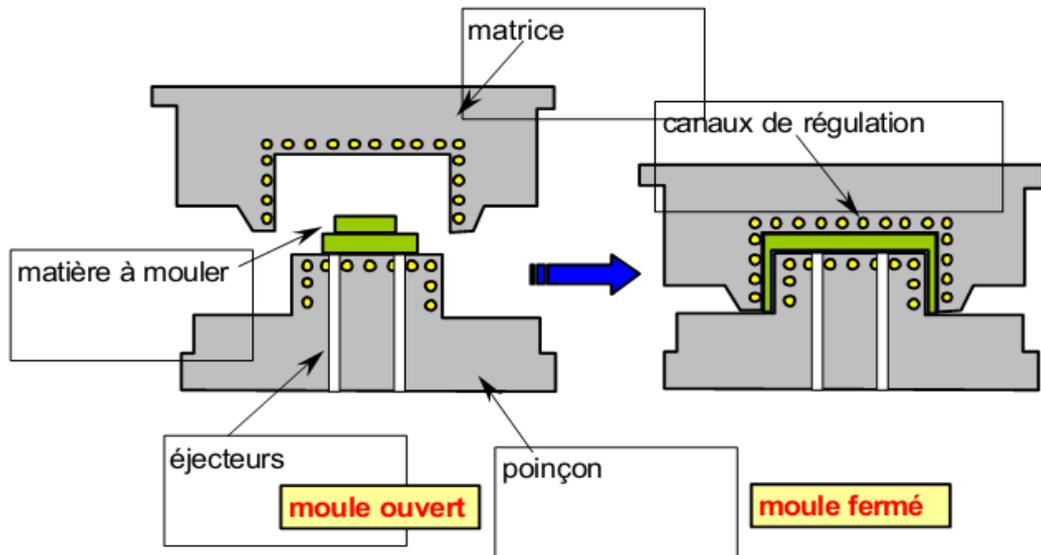


Figure 16: Principe de moulage par compression de mat pré-imprégné – SMC [12].

a.5) Moulage par pultrusion

Le procédé de moulage par pultrusion sert pour la fabrication de profilés, rectilignes ou courbes, à section constante, hautement renforcés dans la direction principale. Dans cette technique les renforts: fils, rubans, etc., passent dans un bain de résine catalysée où ils sont imprégnés. Ils traversent ensuite une filière chauffée dans laquelle ont lieu simultanément mise en forme du profilé et polymérisation de la résine[46].

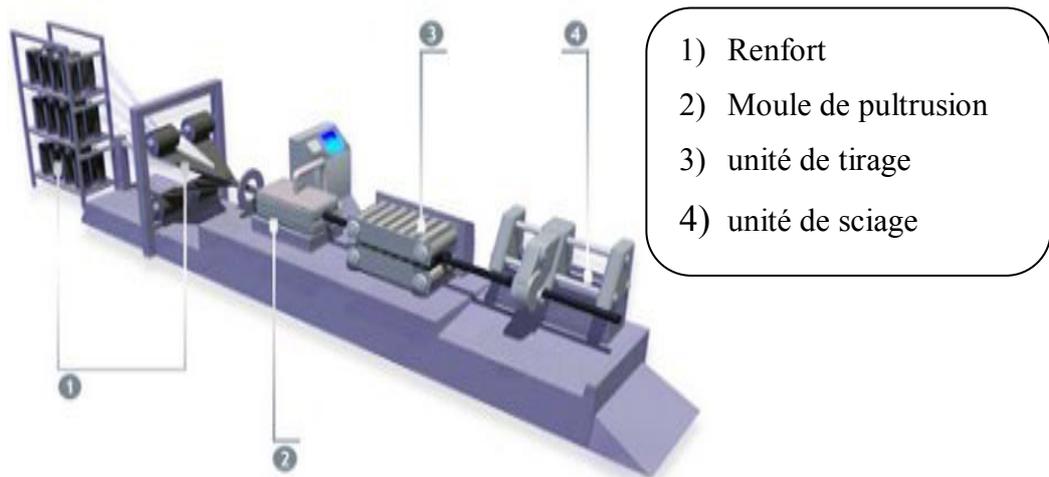


Figure 17: Principe de moulage par pultrusion [48].

a.6) L'injection

L'injection est un procédé qui permet d'obtenir en une seule opération des pièces finies, des formes complexes ou non[48].

La forme et le nombre de vis servant à mélanger et à faire avancer la matière fondue jusqu'à la sortie (buse) sont déterminants de la qualité de la matière à la sortie. Un moule est monté en face de la buse et contient une empreinte à remplir.

Les différents constituants du système d'injection (moule, vis, buse,...etc.) doivent tenir compte de l'effet de la présence des fibres dans la matière à injecter. En effet, le renfort entraîne généralement l'usure par friction des composants de ce système[49].

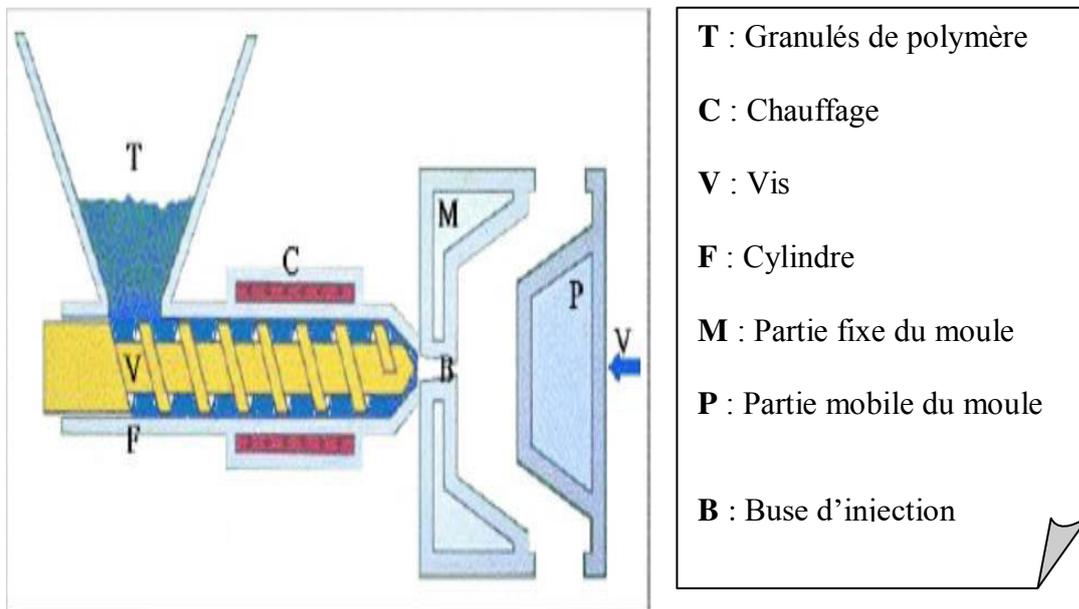


Figure 18 : Pièces en composite injecté [48].

I.4. Interface matrice – renfort dans un matériau composite

Les propriétés d'un composite ne dépendent pas que des propriétés des matériaux le constituant (matrice et charge), mais aussi de la qualité de l'interface entre ces deux matériaux [50].

Les différentes liaisons entre les particules solides:

- Accrochage mécanique de la matrice dans les pores ou les aspérités de la charge. Ce phénomène dépend de la forme et de la rugosité de la surface des particules.
- Les liaisons de types Van der Waals, hydrogène, magnétiques, électrostatiques, qui ne peuvent se produire que pour de faibles distances inter particulaires [2].

I.4.1. Modification de la surface des fibres naturelles

Le but de la modification de surface est de rendre compatible les composants des matériaux composites: fibre et matrice.

Les fibres naturelles sont incompatibles avec la matrice polymère hydrophobe et ont tendance à former des agrégats, qui affectent la qualité de l'interface fibre-matrice. Il s'agit des fibres hydrophiles qui présentent une faible résistance à l'humidité. Pour éliminer ce problème des méthodes physiques et chimiques peuvent être utilisées pour optimiser l'interface des fibres naturelles.

Ces structures contiennent des groupes fonctionnels réactifs qui sont capables de se lier avec des groupes réactifs dans la matrice polymère. Ainsi la modification des fibres naturelle aide à produire des fibres hydrophobes afin d'améliorer l'adhésion interfacial entre la fibre et la matrice polymère [51].

a) Méthode physique

Certaines méthodes physiques sont utilisées pour modifier les propriétés des fibres naturelles, parmi ces méthodes on peut citer [51] :

- *la décharge électrique (corona, plasma froid) ;
- *le traitement par irradiation γ ;
- *l'irradiation par ultra-violet.

b) Modification chimique

Le traitement chimique de la fibre végétale permet de nettoyer sa surface, de modifier sa composition chimique, d'abaisser la rétention de l'humidité, d'augmenter sa rugosité, de modifier les propriétés mécaniques et d'améliorer sa stabilité thermique [18].

La modification de la surface par les méthodes chimiques a pour objectif de rendre compatibles deux matériaux par l'introduction d'un troisième ayant des propriétés intermédiaires [51].

En réalité La modification chimique des fibres végétales revient à modifier la cellulose, composant majoritaire des fibres. Ces propriétés physiques et chimiques sont contrôlées par la conformation spatiale de la cellulose [18].

Le traitement chimique se fait par différentes méthodes qui ont pour but de rendre compatible la fibre et la matrice. Parmi ces méthodes on trouve :

b.1) L'imprégnation des fibres

L'imprégnation offre une meilleure combinaison de la fibre et du polymère.

b.2) Addition d'agents de couplages et de dispersion

Les dispersants et les agents de couplages sont des moyens efficaces pour améliorer la capacité de traitement et les propriétés mécaniques des matériaux composites. L'ajout des agents de couplage et de dispersion peut améliorer la compatibilité et la mouillabilité entre les fibres naturelles et les polymères [52].

Le rôle du dispersant est de favoriser l'homogénéité et de limiter les sites défectueux due à l'agglomération pour mieux disperser la fibre [53].

H. Ibrahim, D. Hammiche, A. Boukerrou et al. ont mené une étude sur l'amélioration des propriétés de biocomposite à l'aide de différents agents de dispersion (BYK-W966, BYK-W9010 et BYK-W 980), ils ont démontré que les propriétés mécaniques, thermiques et morphologiques de PLA/ Alfa/BYK sont supérieures à celles non traitées (PLA seul et PLA/Alfa), et selon les résultats de cette étude, ils ont trouvé que le BYK-W980 est l'agent dispersant le plus efficace pour cette formulation [53].

Références bibliographiques

- [1] L.Y.El hadji Boubacar : « nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibre de cellulose ».Thèse de doctorat de l'INP Grenoble, 30 janvier 2008.
- [2] Abdoulay Seyni : « propriétés physico-chimiques et d'usage de matériau composite à charge dégradable produits par co-broyage ». Thèse de doctorat, l'institut national polytechnique de toulouse, 11 décembre 2008.
- [3] matériaux polymères biodégradables et applications : note de synthèse II. ADEME. 26 juin 2006.
- [4] L. BEHLOUL, L. HAMDAOUI :« effet d'un renfort biodégradable sur les propriétés physico-mécaniques d'un biopolymère PHBV ».Mémoire de master, université A. Mira – Bejaia, 2014/2015.
- [5] H.N.Rabetafika, M.Paquot, P. Dubois :« Les polymères issus du végétal : matériaux à propriétés spécifiques pour des applications ciblées en industrie plastique ». Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement, vol. 10, 2006, p.185-196.
- [6] Z. Erfan Dabaghi : « Développement et caractérisation de films biodégradables à base d'acide polylactique et de chitosane ».Mémoire, Université LAVAL, Québec, Canada, 2018.
- [7] Nathalie Lucas, C.Bienaime, C.Belloy, M.Queneudec, F.Silvestre, J.N.Edmundo Saucedo, polymerbiodegradation : Mecanisms and estimation techniques. *Chemosphere*; 73,429-442, (2008).
- [8] Z. DAHMANI, H. TOUATI : « Etude du vieillissement naturel d'un film de poly acide lactique (PLA) commercialisé pour l'emballage alimentaire ».Mémoire master, Université Abderrahmane Mira- Bejaia, Juin 2013.
- [9] M. NOËL : « Elaboration d'un matériau composite innovant à base de bois et de biopolymère d'acide lactique ».Thèse doctorat, Université HENRI POINCARÉ – NANCY 1, 13 juillet 2007.
- [10] A. Viksne, A.K. Bledzki, M. Letman, L. Rence.: A comparison of compounding processes and wood type for wood fibre—PP composites. *Composites: Part A*, 36, 789–797 (2005).
- [11] H. BOUGJEMA : «Élaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables ». Université Oran 2, 2015/2016.
- [12] CARMA, Glossaire des matériaux composites, 10/2006.

Références bibliographiques

- [13] V.D. Thi: « Matériaux composites fibres naturelles/olymère biodégradables ou non ». Thèse de doctorat, université de Grenoble, 2011.
- [14] D.Pasquini 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] « Fibres et renforts végétaux Solutions composites ». Fibres Recherche Développement (FRD), Troyes – France (Mars 2012).
- [16] A. Mahfoudh : «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.
- [17] D.R. Mulinari et al : «Sugarcane bagasse cellulose/HDPE composites obtained by extrusion. ».Composites Science and Technology. 69, 2009, pp 214-9.
- [18] K. ELFEHRI BORCHANI : « Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa ». Thèse de doctorat, École Nationale d'Ingénieurs de Sfax, 26 février 2016.
- [19] A.K. Bledzki et J. Gassan, Prog. Polym. Sci. Vol. 24, 221, 1999.
- [20] W.J. Roff et B.Sc. Aric "Fibres Plastics and Rubbers" a Handbook of Common Polymers, LondonButterworths Scientific Publications (1956).
- [21] F.Z. Arrakhiz et al: Mechanical and thermal properties of natural fibers reinforced polymer composites: Doum/low density polyethylene, Materials and Design, Vol. 43,2013, pp. 200–205.
- [22] A. Gandini et M. N. Belgacem : « La chimie des substances renouvelables». L'actualité chimique, 2002, pp 6-14.
- [23]D. Sedan : « 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.
- [24] « Cellulose »Microsoft ® Encarta ® 2007. Microsoft Corporation, 1993-2006.
- [25] A. Wachowski. « Les Parois de Cellules Végétales», 2006.

Références bibliographiques

- [26] B. Monties : « Les Polymères Végétaux, Polymères Pariétaux et Alimentaires non Azotés ». Edition Gauthier –Villards, Paris, 66, 1980.
- [27] S. Thiebaud : « Valorisation Chimique des Composés Lignocellulosiques : Obtention de Nouveaux Matériaux ». Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse (France), 1995.
- [28] A.K. Bledzki, J. Gassan: « Composites reinforced with cellulose based fibres ». Prog. Polym. Sci. 24, 1999, 221-274.
- [29] F. Ilczyszyn : « Caractérisation expérimentale et numérique du comportement mécanique des agro-composites renforcés par des fibres de chanvre ». Thèse de doctorat, Université de technologie de Troyes, 2013.
- [30] G.G.Giménez : « Aportaciones a la química de los partos español ». Anales de la Universidad de Murcia. Vol 13, N° 1. Curso 1954-55.
- [31] M. Dallel : « Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.) : caractérisation physico chimique de la fibre au fil ». Thèse doctorat, Université de Haute Alsace, 12 decembre 2012.
- [32] S. Hattalli, A. Benaboura, F. Ham-Pichavant, A. Nourmamode, A. Castellan: Adding value to Alfa grass (*Stipa tenacissima* L) soda lignin as phenolic resins: 1. Lignin characterization, Polymer Degradation and Stability, 75, 2002, 259-264.
- [33] H. Nadji , M.C. Brochier Salon , C. Bruzzèse, A. Benaboura, N. M. Belgacem: Chemical composition and pulp properties of Alfa (*Stipa tenacissima*). Cellulose Chemistry and Technology, 40, 2006, 45-52.
- [34] S. Ben Brahim and R. Ben Cheikh:, Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa polyester composite, Composites Science and Technology, 67 (2007) 140–147.
- [35] A. Bessadok and S. Roudesli: Alfa fibres for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties, Composites: Part A 40 (2009) 184–195.
- [36] F.Z. Arrakhiz and M. Elachaby: Mechanical and thermal properties of polypropylene reinforced with Alfa fiber under different chemical treatment, Materials and Design 35 (2012) 318–322.

Références bibliographiques

- [37] J. Gutierrez, F. Le Lay : Etude du vieillissement de composite verre résine en milieu marin. Colloque "La construction navale en composites", 15, Paris, 7-9 décembre 1992.
- [38] « L'alfa : Importance écologique et socio-économique », Portail de l'agriculture marocaine, Terre et Vie, N°61-62, (Novembre 2002).
- [39] H. BOUSSEHEL : « Étude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène ».Thèse de doctorat, Université Mohamed khider-Biskra, 21/01/2018.
- [40] J. Soucy :« 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, 149 p.
- [41] Chow C.P.L ; Xing X.S. et R.K.Y. Li :«Moisture absorption studies of sisal fibre reinforcedpolypropylene composites», Composites Science and Technology. 67, 2007, pp 306-313.
- [42] J. A.Youngquist, G.E. Myers et T.M. Herten:«Lignocellulosic-plastic composites from recycled materials». ACS symposium series., Vol. 42,1992, pp. 476.
- [43] M.A. Khan, K.M.A.Idriss et M.U. Ahmdad: « Radiation-induced wood plastic composites under combinations of monomers».Journal of Applied Polymer Science., Vol. 45, 1992, pp. 2113-2119.
- [44] M.A. Khanet K.M.A. Idriss: «Studies of physico-mechanical properties of wood and wood plastic composite (WPC) ».Journal of AppliedPolymer Science., Vol. 45,1992, pp. 167- 172.
- [45] Jean-Marie Berthelot comportement mécanique et analyse des structures.
- [46] Anh Vu NGUYEN : « matériaux composites à renfort végétal pour l'amélioration des performances de systèmes robotiques ».these de doctorat, Université BLAISE PASCAL-CLERMONT II, 2015.
- [47] Charles J.P. CD : Découvrir les composites (Institut de mécanique de Marseille).
- [48] S. Bouzouita : « Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel ».Thèse doctorat, 19 décembre 2011.
- [49] M. BEZTOUT : « étude de l'effet du traitement chimique de la cellulose sur les propriétés physico-mécaniques des composites pvc/cellulose ».Mémoire Magister, Université Abderrahmane Mira Bejaia, 24/11/2010.

Références bibliographiques

[50] Pereira, P. H. F., Rosa, M. F., Cioffi, M. O. H., Benini, K. C. C. C., Milanese, A. C., Voorwald, H. J. C., &Mulinari, D. R: «Vegetalfibers in polymeric composites: a review».

[51] F. Michaud : « rhéologie de panneaux composites Bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude au post formage ». Thèse doctorat, Université Laval, Québec décembre 2003.

[52] Y. Xie, A. Hill, Z. Xiao, H. Miltz, C. Mai, Compos. A: Appl. Sci. Manuf. 41 (2010) 806–819.

[53] H. Ibrahim, D. Hammiche, A. Boukerrou et al: Enhancement of biocomposites properties using different dispersing agents, Materials Today: Proceedings.

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 biocomposite à base de l'acide poly lactique (PLA) renforcé avec une fibre végétale d'alfa à un taux massique de 30%. En outre, l'étude de l'effet du traitement de fibre par l'agent dispersant BYK W-980 sur les propriétés des composites PLA/alfa.

Dans ce travail, nous avons étudié l'évolution des propriétés structurales, thermiques et l'effet d'absorption d'eau des composites PLA/alfa en fonction du traitement de la surface de la fibre par l'ajout d'un agent de dispersion BYK W- 980 à 2% et 3.3% respectivement.

Notre technique expérimentale est subdivisée en deux parties :

- 1) Partie 1 :** Préparation et traitement de la fibre.
- 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.

II.3. Organigrammes

Les Figures suivantes présentes le plan de travail expérimental de la partie 1 et la partie 2 :

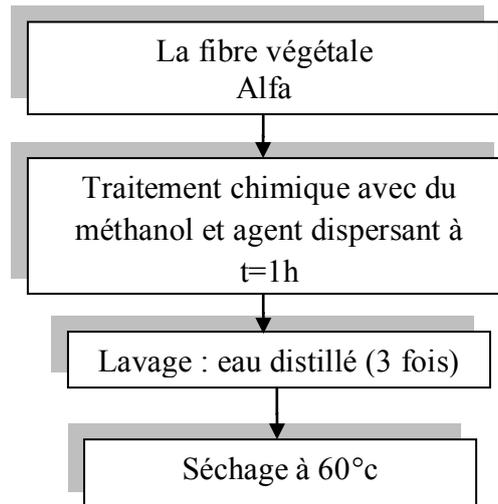


Figure 19 : Plan de travail expérimental de la partie 1: Traitement chimique de la fibre d’alfa.

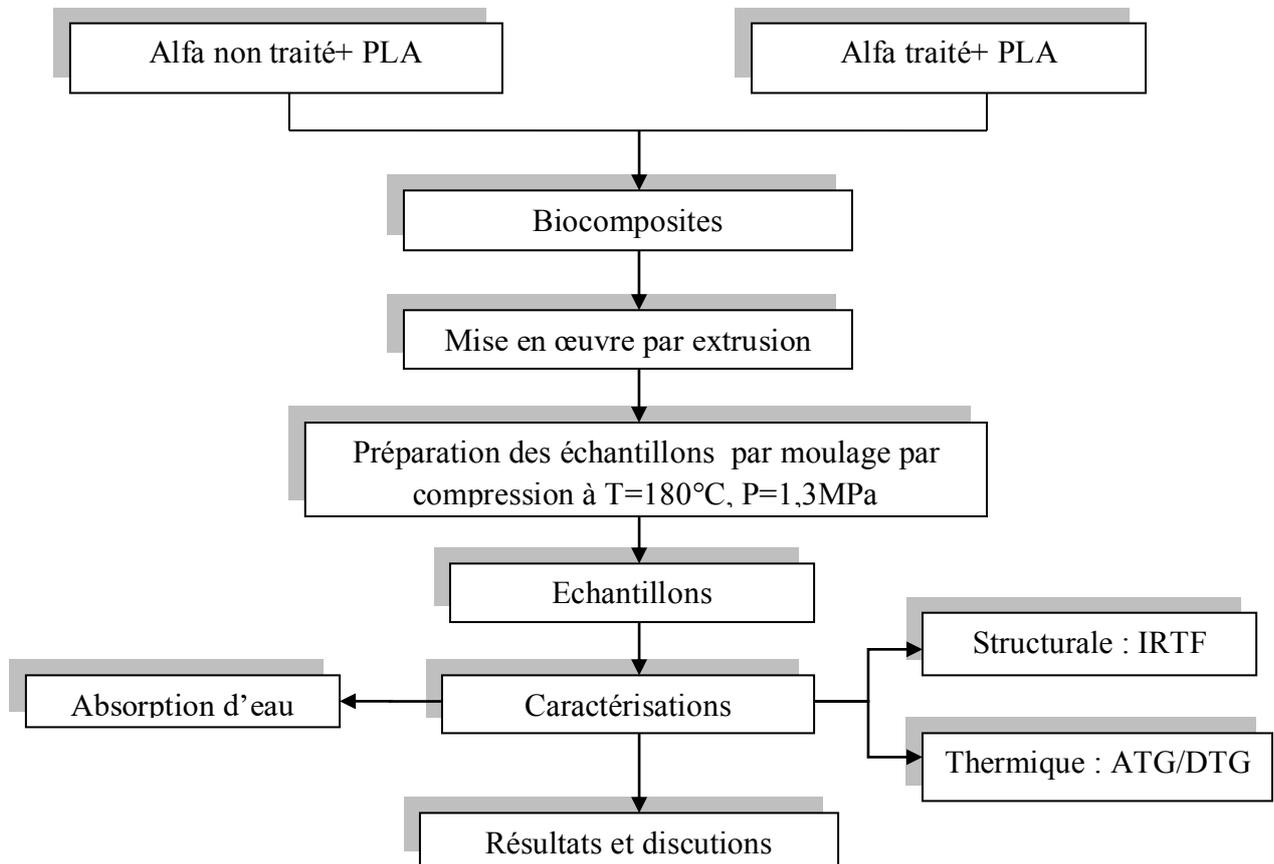


Figure 20: Plan de travail expérimental de la partie 2 : Elaboration et caractérisation

II.4. Matériaux utilisés

a) Le polymère utilisé dans ce travail est le Poly (acide lactique) (grade 2003D) sous forme de pastilles. Il a été obtenu auprès de Nature Works LLC, USA.

b) L'alfa utilisé comme renfort a été collectée dans la région aride d'Algérie. La taille moyenne des particules été de $<80 \mu\text{m}$, obtenue à l'aide d'un broyeur de laboratoire universel pour plastiques et bois «VERDER».

c) Méthanol pur à 99% acheté auprès de Changshu Yangyuan Chemical Company (Jiansu, Chine).

Formule : CH_3OH , **Masse volumique :** 792 kg/m^3 , **Masse molaire :** $32,04 \text{ g/mol}$

d) L'agent dispersant a été aimablement donnés par BYK-CHEMIE dont les propriétés sont présentées dans le tableau (6).

Tableau6 : Informations sur l'Agent dispersant utilisé pour traiter la fibre d'alfa

Nom commercial	Composition et Nature chimique	Indice d'acide (mg KOH / g)
BYK-W 980	Solution d'un sel de polyamine amides insaturé et de polyesters acides	40

II.5. Traitement des fibres d'Alfa

La fibre Alfa a été immergée dans le méthanol avec l'agent dispersant pendant une heure, ensuite le mélange été lavé trois fois pour éliminer l'excès de réactif. Enfin, les fibres traitées ont été séchées à 60°C pendant 12 h dans une étuve sous vide.

II.6. Fabrication des composites

Des biocomposites à base de PLA et de fibres d'alfa traitées et non traitées à 30% en poids, ont été réalisés à l'aide d'une extrudeuse à bi-vis (méthode DSM Xplore de micro-compounder de type 5 et 15). Les composés ont été réalisés à une température uniforme (180°C) et une vitesse de rotation de vis constante (50 tr / min). Les échantillons de 2 mm d'épaisseur ont été préparés par moulage par compression (presse CARVER) à $T = 180^\circ \text{C}$ et $P = 1,3 \text{ MPa}$ pendant 5 min.



Figure 21: Extrudeuse bis-vis de type DSM Xplore.



Figure 22: Presse carver.

II.7. Méthode de caractérisation et mode opératoire

Les différentes techniques expérimentales utilisées dans ce travail sont:

- **Caractérisation structurale** : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF ;
- **Les essais thermiques** : analyse thermogravimétrique (ATG/DTG);
- **L'essai d'environnement** : Test d'absorption d'eau.

II.7.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

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. La spectroscopie IR est l'une des méthodes les plus efficaces pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. Effectivement, le rayonnement IR, excite des modes de vibration (déformation, élongation) spécifiques de liaisons chimiques [1]. Les échantillons ont été séchés à 80 ° C pendant une heure et utilisés pour l'analyse par spectroscopie infrarouge. Des mesures infrarouges ont été effectuées sur un spectrophotomètre FTIR (SHIMADZU FTIR-8400S). Une résolution de 4 cm⁻¹ a été utilisée dans la région du nombre d'onde de 4000 à 400 cm⁻¹.

II.7.2. L'analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une technique d'analyse thermique qui permet la mesure de la quantité et la vitesse de variation de masse d'un échantillon en fonction de la température et du temps. Elle permet d'évaluer toute perte de masse ou des changements de phase lorsque le matériau se décompose, se déshydrate ou s'oxyde [2].

L'analyse thermique des biocomposites a été réalisée à l'aide d'un instrument TA Q500. Les échantillons ont été chauffés de 20 ° C à 800 ° C avec une vitesse de chauffage de 10 ° C /min sous une atmosphère d'azote avec un débit de 50 ml / min.

II.7.3. Test d'absorption d'eau

Les films de forme carrés de 2cm de côté ont été séchés durant 1h dans une étuve à 60°C et pesé la masse initiale (M_0) sur une balance analytique de précision de 0.0001g, avant l'immersion dans l'eau distillée à la température ambiante. Puis, elles ont été retirées de l'eau, au fur et à mesure, essuyé soigneusement avec du papier, ensuite la masse des échantillons a été mesurée.

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

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

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

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



Figure 23: Photographie des échantillons immergés dans l'eau distillée durant le test d'absorption.

Références bibliographiques

[1] D. Sedan : « 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.

[2] K. ELFEHRI BORCHANI : « Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa ». Thèse de doctorat, École Nationale d'Ingénieurs de Sfax, 26 février 2016.

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, les propriétés thermiques et l'évolution du taux d'absorption d'eau.

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

Cette technique permet l'identification des groupements chimiques contenus dans les chaînes des polymères ainsi que les différentes transformations induites par les traitements chimiques. Les spectres IRTF du PLA vierge, des composites (PLA/ alfa) non traités et traités sont représentés sur la figure (24).

Selon la littérature [1-5], le spectre IRTF de l'échantillon PLA vierge enregistre différentes bandes d'absorption qui caractérise ce polymère. Les principales bandes qui apparaissent dans le spectre sont: étirement C-C à 869 cm^{-1} , étirement C-O à $1047, 1079, 1123, 1181$ et 1269 cm^{-1} , déformation C-H à $1364, 1385$ et 1454 cm^{-1} , des groupes carbonyle C=O ester à 1760 cm^{-1} , et C-H s'étirant à $2884, 2974$ et 3002 cm^{-1} .

Les spectres IRTF des composites ont clairement enregistré les mêmes bandes d'absorptions que celle du PLA sauf pour la différence d'intensité de pic dans l'étirement C=O et l'étirement C-O indiquant l'absence de ségrégation entre PLA et fibre d'alfa en particulier avec 2% BYK W-980.

La différence entre les spectres de PLA et les composites obtenus est localisée dans la région spectrale $3069-3690\text{ cm}^{-1}$, où on observe que l'intensité de la bande large à 3505 cm^{-1} a significativement diminué par l'ajout de BYK W-980. Ceci peut s'expliquer par le fait que le traitement de la fibre avec le BYK W-980 (2% et 3.3%) a conduit principalement à la diminution du caractère hydrophile de la fibre après le traitement avec formation des interactions entre les deux composants.

Il est également clair que la bande O-H des composites s'est élargie et s'est déplacée vers des nombres d'ondes légèrement inférieurs, cela est surtout remarquable dans le spectre du composite PLA/ Alfa/2% BYK W 980. Ceci est probablement dû aux groupes hydroxyle libres qui sont plus tard impliqués dans la liaison hydrogène.

Par ailleurs, Il a été constaté une diminution des bandes d'intensité moyenne centrée entre 2780 cm^{-1} et 3065 cm^{-1} après le traitement appartenant aux vibrations d'élongations

symétriques et asymétriques des liaisons C-H du groupe $-CH_2$ des segments de la cellulose et de la lignine de la fibre (dans le plan des polysaccharides).

Les régions d'interactions dans les composites PLA / Alfa/ BYK W-980 comparés au PLA vierge, démontrent également l'augmentation des bandes à 2884 et 2851 cm^{-1} attribuée aux vibrations d'élongations symétriques et asymétriques des liaisons C-H du groupe $-CH_2$ des segments de la cellulose et de la lignine aux groupements aromatique, et de même une augmentation pour les bandes d'absorption à $695,758$ et 871 cm^{-1} attribuée à la liaison (C-H) du groupement aromatique produit après le traitement avec un taux de 3.3% BYK W-980.

Il est intéressant de noter que l'augmentation des bandes citées lors du traitement avec un taux de 3.3% BYK W-980, est due à la réaction d'estérification des groupements hydroxyles, justifiant l'interaction claire entre la fibre et les groupes à liaison (C-H).

Les spectres PLA/Alfa /BYK W-980 ont signalé une décroissance attribuée aux pics à 1465 cm^{-1} , 1513 cm^{-1} et 1624 cm^{-1} appartenant aux déformations C-H, déformation de C=C de la lignine et à la déformation du groupement (-OH) qui indique la présence de l'eau dans la fibre.

De plus, les bandes entre 1672 cm^{-1} et 1869 cm^{-1} caractérisées à l'absorption des vibrations d'étirement du carbonyle des esters non conjugués (en xylène) et conjugués (en lignines) et des acides carboxyliques, détecté dans les spectres après le traitement diminue et deviennent très faible pour le composite traité à 2% BYK W-980.

On note également l'apparition des nouveaux pics dans les spectres PLA/Alfa/ BYK W-980 situés à 1966 , $2088,2406$ et 2637 cm^{-1} , ceci est attribuée à la formation des liaisons entre la matrice et la fibre appartenant aux groupements esters de l'agent dispersant.

Et enfin, le pic d'absorption du groupement carbonyle du PLA à 1760 cm^{-1} , un épaulement apparaît à 1786 cm^{-1} pour le PLA/ Alfa/BYK W-980, associé aux vibrations d'élongation des fonctions carbonyles de l'agent dispersant, confirmant ainsi la bonne dispersion de la charge et la bonne adhésion interfaciale sur le poly acide lactique. D'autres études ont également rapporté des résultats similaires [6].

Cependant, pour l'échantillon PLA/ Alfa/ 2% BYK W-980, il y a une diminution de l'intensité et un décalage de la position de la bande, vers les nombres d'ondes inférieurs, indiquant un renforcement plus important du réseau des liaisons hydrogènes.

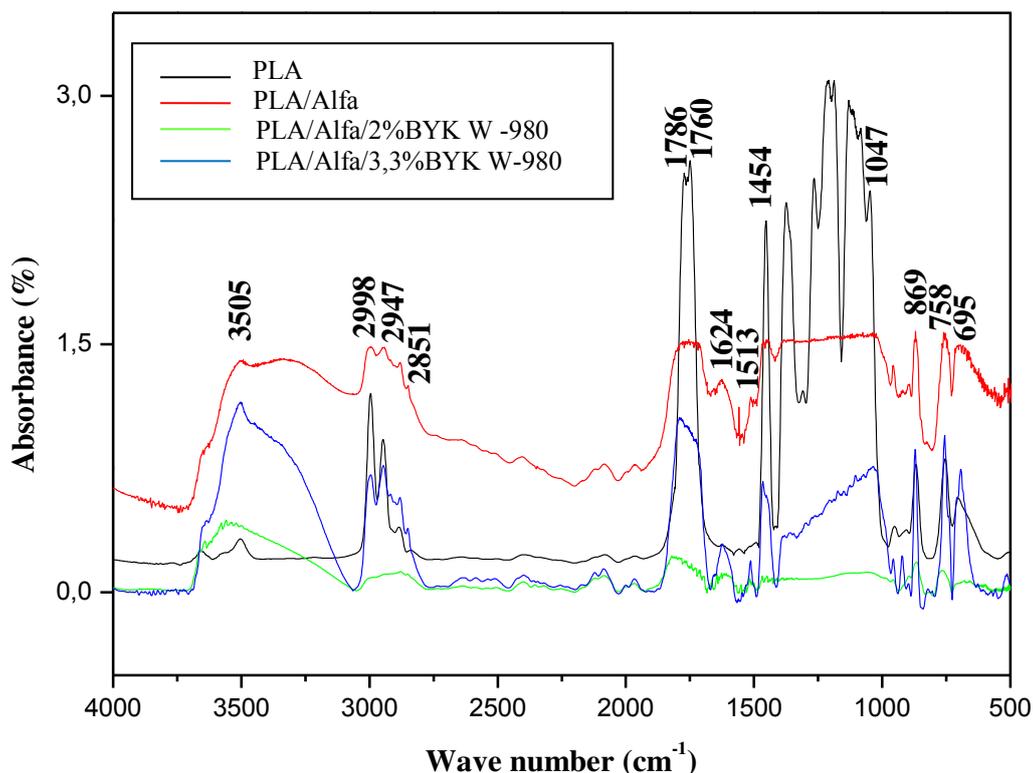


Figure24: Spectres FTIR de PLA, biocomposites PLA / Alfa traités et non traités.

III.2. Analyse thermogravimétrique

Pour les choix des procédés de transformation des matériaux composites et leurs usages, la stabilité thermique des polymères-fibres végétales est une propriété très importante. La fabrication de tels matériaux est effectuée à des températures élevées. Par conséquent, la dégradation des charges lignocellulosiques peut se produire pendant leurs transformations. A cet effet, les matériaux organiques que nous avons élaborés ont été soumis à une analyse thermique (ATG-DTG) pour étudier leur stabilité thermique.

La figure (25) représente le comportement thermogravimétrique ATG et DTG de la matrice PLA et des biocomposites PLA/ Alfa non traitée et traitée pour des teneurs de BYK W-980 (2% et 3.3%).

Sur les thermogrammes TG, on remarque que tous les échantillons ont presque le même profil de dégradation, caractérisé par la présence de trois plages de température. La première entre 18 à 315°C où les échantillons sont stables thermiquement. La deuxième entre 250 à 380 °C correspond à une perte de masse drastique attribuée à la dépolymérisation et à la

décomposition de la structure chimique de tous les matériaux. Au-delà de 400°C, la troisième plage de stabilité est enregistrée et elle correspond à la formation du résidu qui varie en fonction du type d'échantillons.

Les résultats obtenus montrent que le PLA représente une vitesse de perte de masse quasi constante jusqu'à 315°C. À partir de cette température les chaînes macromoléculaires commencent à se dégrader progressivement jusqu'à la température de 400 °C. Ce phénomène se traduit par un seul pic de décomposition à $T_{\max}=367^{\circ}\text{C}$ [7]. Les composites ainsi montrent une décomposition en un seul pic ce qui est expliqué par la dégradation de la fibre lignocellulosique et le PLA à la même plage de température.

Les caractéristiques thermiques, notamment les températures et les vitesses maximales de dégradation (V_{\max} et T_{\max}), les températures de décomposition à 10 et 50% de perte de masse ($T_{10\%}$ et $T_{50\%}$) ainsi que le taux de résidu à 500°C sont déterminés à partir des thermogrammes TG et DTG et regroupés dans le tableau (7).

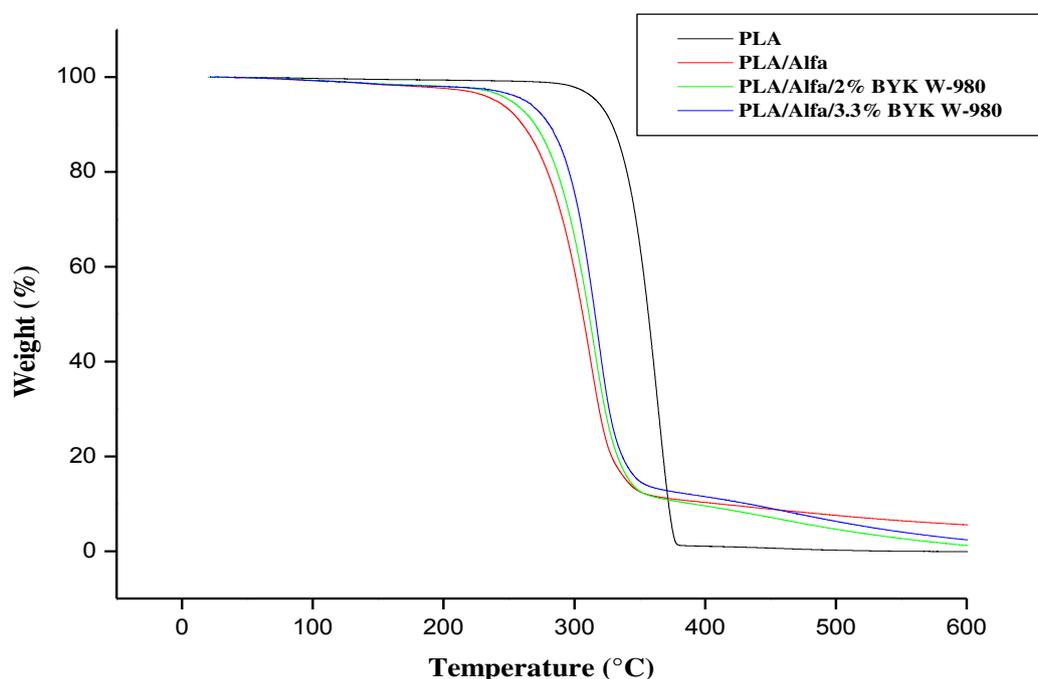
Tableau 7: Comparaison des principaux paramètres thermiques des différents échantillons

Echantillons	$T_{10\%}$ (°C)	$T_{50\%}$ (°C)	T_{\max} (°C)	V_{\max} (%/min)	Taux de résidu (%) à 500 °C
PLA	329	356	367	26.7	0.2
PLA/Alfa	260	306	313	16.64	7.55
PLA/Alfa/2% BYK W-980	270	311	315	17.3	4.63
PLA/Alfa/3.3% BYK W-980	281	315	318	19.9	6.3

D'après les thermogrammes DTG et en se basant sur les résultats du tableau (7), on remarque que l'incorporation de la fibre Alfa dans la matrice PLA conduit à une diminution de la température de décomposition à 10 et 50% de perte de masse ($T_{10\%}$ et $T_{50\%}$). On peut conclure que la charge lignocellulosique accélère la décomposition du polyacide lactique, elle possède une température de décomposition très inférieure à celle du PLA [8]. En revanche, les températures de début de décomposition (à 10% de perte de masse) pour les composites traités avec 2% et 3,3% de BYK W-980 sont de l'ordre de 270 et 281°C respectivement, comparées à celle du composite non traité (260°C), il apparaît que l'ajout de 3,3% de BYK W-980 améliore la stabilité thermique des composites élaborés. Ils engendrent un gain de 21°C dans la température de début de décomposition comparé à celui traité avec 2% de BYK

W-980 avec un gain de 10°C. En effet, avec le traitement des composites la température de début de dégradation a augmenté par rapport aux non traités preuve d'une meilleure stabilité thermique. En comparant les vitesses maximales de dégradation, on constate que ces dernières diminuent avec l'ajout de la charge et augmentent avec le traitement, notamment pour un taux de 3.3% BYK W-980, signifiant que la fibre retarde la dégradation thermique. Cette amélioration dans la stabilité thermique des composites PLA/ Alfa/BYK W-980 est attribuée à la formation d'une couche ablatrice sur leurs surfaces, créant une barrière physique, par conséquent l'isolant sous-jacent ralenti la fuite des produits volatils générés lors de la décomposition ; par conséquent, réduit la vitesse de décomposition [9].

Le taux de résidu à 500°C après décomposition complète des composites PLA/ Alfa/BYK W-980 est supérieur à celui du PLA vierge. Cette augmentation est due à la matière inorganique présente dans la fibre alors que le PLA est presque totalement dégradé. Cependant, Le résultat indique que la stabilité thermique des composites traités par 3.3% BYK W-980 est meilleure par rapport à l'autre traitement.



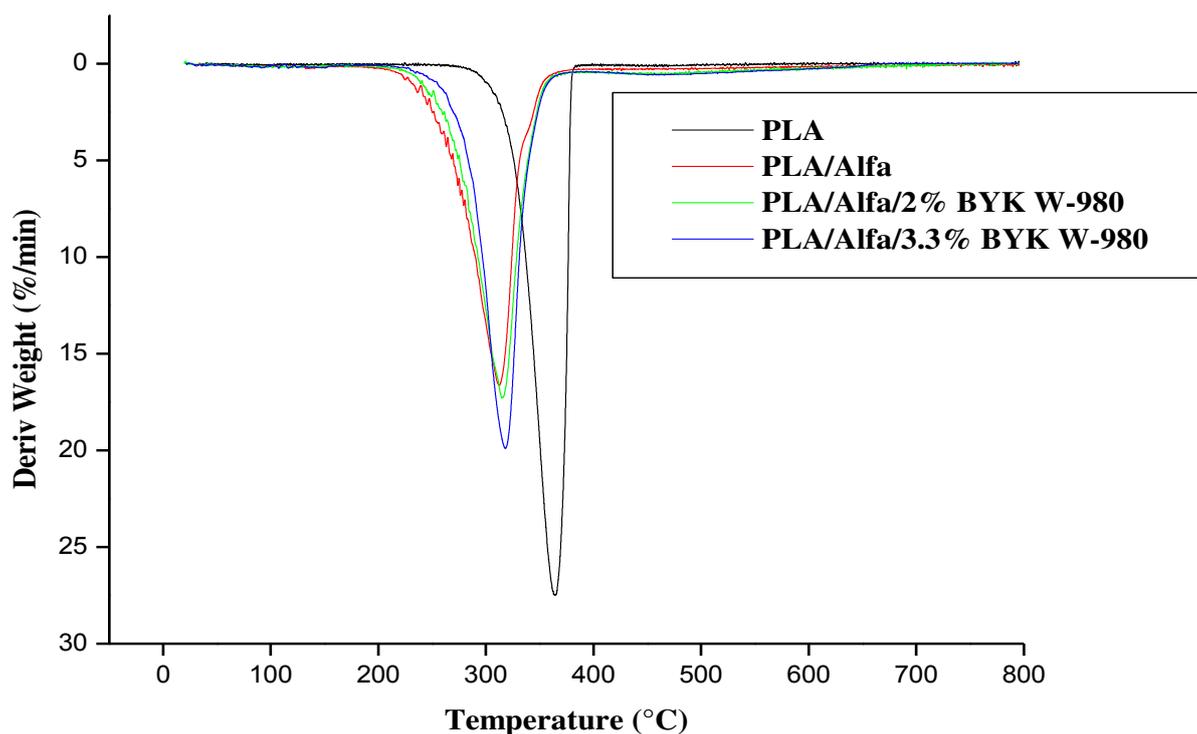


Figure 25 : Thermogrammes ATG/DTG du PLA et des biocomposites PLA/alfa traités et non traités.

III.3. Test d'absorption d'eau

Les résultats du test d'absorption d'eau du PLA et des biocomposites PLA /Alfa traitées et non traitées, sont représentés dans la figure (26).

D'après la figure 26, on remarque que le taux d'absorption d'eau du PLA est très léger au bout de 60 jours, puis une très légère diminution est constatée.

Pour les échantillons PLA/Alfa non traitées, deux phénomènes distincts ont été observés, le premier enregistré pendant les 60 jours où le taux d'absorption d'eau du composite non traité est supérieur à celui des composites traités, cette augmentation est assignée à l'augmentation de la concentration des groupements hydroxyles de la charge qui ont une forte affinité pour l'eau. Pour le deuxième phénomène enregistré au-delà des 60 jours, on remarque que le taux d'absorption d'eau des composites non traités a diminué par rapport aux composites traités autrement dit, les échantillons non traités ont subis une absorption d'eau puis une désorption (perte de poids) pourrait être causée par la lixiviation des molécules après l'exposition à l'eau.

Nous pouvons également attribuer ce phénomène à la mauvaise adhésion interfaciale charge-matrice, se traduisant par l'augmentation des micro-vides.

En revanche, les composites traités avec l'agent dispersant BYK W-980 dévoilent une absorption d'eau réduite comparé aux composites non traités. Ce comportement est clairement dû à la diminution des groupements hydroxyles après le traitement [10], ce dernier était confirmé par IRTF. Dans ce cas, on remarque la diminution de la masse due à l'hydrolyse de la matrice. Une autre raison de la diminution de la capacité d'absorption d'eau est relativement liée à l'amélioration de l'adhésion interfaciale est par conséquent une diminution considérable des micro-vides qui habituellement favorisent l'absorption d'eau, autrement dit c'est grâce aux interactions favorables entre le renfort et la matrice, les vides ont été largement réduits dans les composites [11]. D'après la figure 26, on remarque clairement que les composites traités avec une teneur de 2% de BYK W-980 révèlent une faible absorption comparée aux composites traités avec une teneur de 3.3% de BYK W-980, ce résultat affirme que la concentration de l'agent dispersant (2%) est plus efficace. Ces résultats de test d'absorption d'eau sont en accord avec les résultats trouvés par l'analyse IRTF.

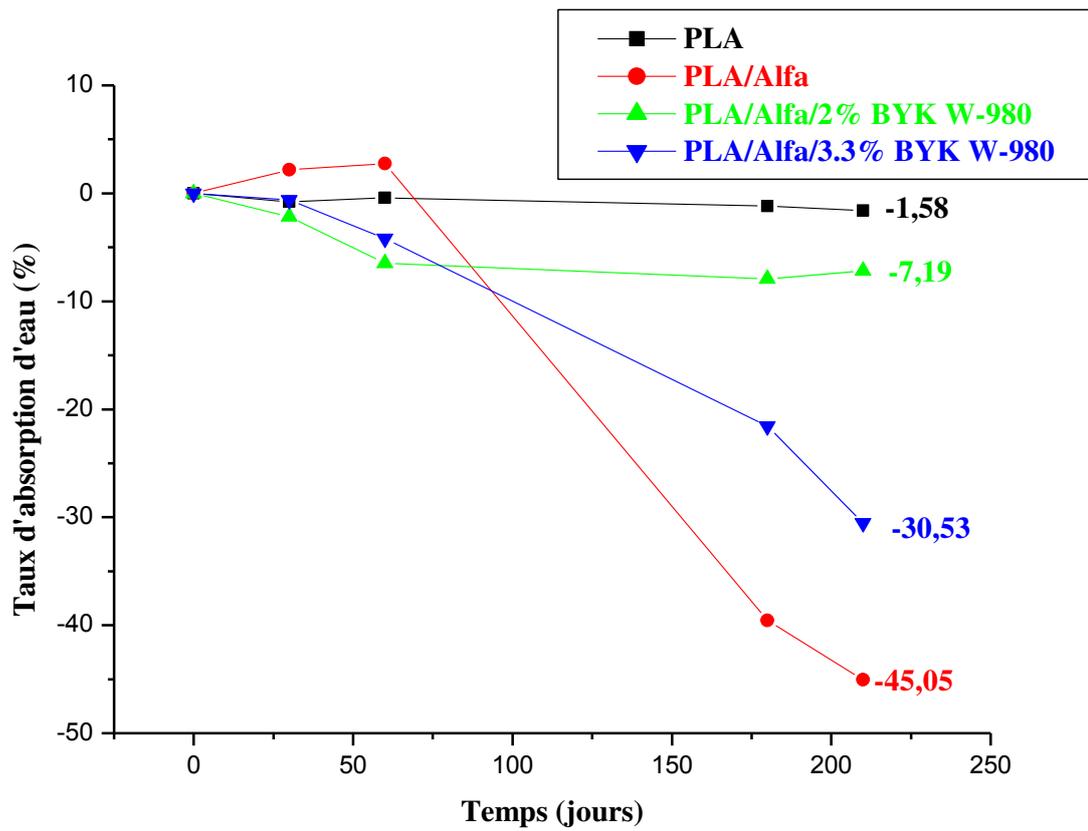


Figure 26 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PLA/ Alfa traités et non traités en fonction du temps.

- [1] S. Bocchini, K. Fukushima, AD. Blasio ,A.Fina ,A Frache ,F Geobaldo . Polylacticacid and polylacticacid-base dnano composite photooxidation. *Biomacromolecules* 2010;11:2919-26.
- [2] E. Ozdemir, TO. Lekesiz, J. Hacaloglu Polylactide/ organically modified montmorillonite composites; effects of organic modifier on thermal characteristics. *Polymer Degradation and Stability* 2016;134:87-96.
- [3] M. Persson, GS. Lorite, HE. Kokkonen, S-W. Cho, PP. Lehenkari, M. Skrifvars, et al. Effect of bioactive extruded PLA/HA composite films on focal adhesion formation of preosteoblastic cells. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* 2014;121:409-16.
- [4] AV. Janorkar, AT. Metters, DE. Hirt. Degradation of poly (L-lactide) films under Ultraviolet-induced photografting and sterilization conditions. *Journal of Applied Polymer Science* 2007;106:1042-7.
- [5] M. Barczewski, D. Matykiewicz, A. Krygier, J. Andrzejewski, K. Skórczewska. Characterization of poly (lacticacid) biocomposites filled with chestnut shell waste. *Journal of Material Cycles and Waste Management* 2017:1-11.
- [6] H. Ibarahim, D. Hammiche, A. Boukerrou, C. Delaite. Enhancement of biocomposites properties using different dispersing agents. *Journal of Material Today* 2020: <https://doi.org/j.matpr.2020.05.120>.
- [7] Yu Dong, Arvinder Ghataura ,Hitoshi Takagi , Hazim J. Haroosh , Antonio N. Nakagaito, Kin-Tak Lau , Polylacticacid (PLA) biocomposites reinforced with coir fibres : Evaluation of mechanical performance and multifunctional properties, *journal composites* , Vol 63, p0-82, 2014.
- [8] Xie, F. Pollet, E..Halley, P.J. & L. Avérous, , 2013. Starch-based nano-biocomposites. *Progress in 468 Polymer Science*, 38 (10-11), 1590-1628
- [9] S. F. Wang *et al.*, “Biopolymer chitosan/montmorillonite nanocomposites: Preparation and characterization,” *Polym. Degrad. Stab.*, vol. 90, no. 1, pp. 123–131, 2005.
- [10] C. Ihemouchene : « Effet du traitement de surface sur les propriétés physico-mécaniques et thermiques des composites polyéthylène haute densité / farine de grignon d’olive ». Mémoire magister, université A. Mira Bejaia, 06 / 2009.
- [11] M. Beztout : « Etude de l’effet du traitement chimique de la cellulose sur les propriétés physico-mécaniques des composites pvc/cellulose ». Mémoire magister, université A. Mira Bejaia, 11/2010

Conclusion générale

Conclusions

L'étude réalisée dans ce travail avait pour objectif l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau biocomposite à base de poly(acide lactique) PLA renforcé avec des fibres végétales alfa qui ont été traité avec un agent dispersant (BYK W-980).

Nous avons étudié l'évolution des propriétés structurales, thermiques et l'effet d'absorption d'eau des composites PLA/alfa en fonction du traitement de la surface de la fibre par l'ajout d'un agent de dispersion BYK W-980 à une teneur de 2% et 3,3% (en poids) respectivement.

Au regard des résultats obtenus, on peut tirer les conclusions suivantes :

Suite à la caractérisation effectuée par IRTF, les composites PLA/Alfa traitée par 2%BYK W-980, ont montré une diminution plus importante des groupements hydroxyle par rapport aux composites traités par 3.3%BYK W-980, donc le traitement est efficace.

L'analyse thermogravimétrique (ATG), a montré clairement que l'amélioration de la stabilité thermique des composites PLA/Alfa/BYK W-980 est attribuée à la meilleure dispersion de la fibre Alfa et à la formation d'interactions entre la matrice et les fibres qui ont retardé le processus de dégradation des composants des composites. Cependant, l'ajout de 3.3% de BYK W-980 a amélioré la stabilité thermique des composites élaborés par rapport au 2% de BYK W-980.

L'incorporation d'un agent dispersant BYK W-980 a réduit le taux d'absorption d'eau des composites. Cependant, la concentration de l'agent dispersant à (2%) est plus efficace.

L'ensemble des résultats obtenus permet de conclure que l'introduction d'un agent dispersant semble cruciale. Toutefois, à la vue des résultats, il faut noter que l'étude comparative a montré que la meilleure adhésion à l'interface est obtenue avec un taux de 2% BYK-980 qu'avec un taux de 3.3% BYK-980.

Résumé

La cohésion entre les fibres végétales et la matrice polymère demeure un des verrous technologiques du développement des matériaux composites. En effet, les fibres végétales sont généralement pas ou peu compatibles avec les matrices thermoplastiques. De nombreuses études ont donc porté sur l'amélioration de ces propriétés, notamment par le traitement physique ou chimique des fibres. A ce titre, le présent travail a pour objectif, l'utilisation de la biomasse (fibre d'alfa) pour la fabrication des composites. L'amélioration de la compatibilité entre la fibre d'alfa et la matrice PLA a été réalisée, par le traitement de surface de fibre avec un agent dispersant de type BYK W-980. Les biocomposites élaborés par voie fondue (extrusion-compression) ont été caractérisés par différentes techniques d'analyses (IRTF, ATG/ DTG et l'absorption d'eau). Les résultats obtenus confirment l'efficacité de l'utilisation du dispersant (BYK W-980) dans la fibre en améliorant les propriétés thermiques et en limitant le taux d'absorption d'eau des biocomposites PLA/alfa.

Mots clés : Biocomposite, poly (acide lactique) (PLA), alfa, BYK W-980.

Abstract

The cohesion between the plant fibre and the polymer matrix remains one of the technological obstacles in the development of composite materials. Indeed, plant fibers are generally not or hardly compatibles with thermoplastic matrices. Numerous studies have therefore focused on improving these properties, in particular by the physical or chemical treatment of the fibers. As such, the objective of this work is the use of biomass (alfa fiber) for the manufacture of composites. The improvement of the compatibility between the alfa fiber and the PLA matrix has been achieved by treating the fiber surface with a dispersing agent of the BYK W-980 type. The biocomposites produced by the melt process (extrusion-compression) were characterized by different analysis techniques (FTIR, ATG/DTG and water absorption). The results obtained confirm the effectiveness of the use of the dispersant (BYK W-980) in the fiber by improving the thermal properties and limiting the water absorption rate of the PLA/ alfa biocomposites.

Keywords : Biocomposite, poly (lactic acid) (PLA), alfa, BYK W-980.