

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université a. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des procédés
Laboratoire des Matériaux Polymères Avancés

Mémoire

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie des Polymères

Présenté par

Mr. YAHIAOUI Atmane

Mr. YAHIAOUI Zaid

Thème

Elaboration et caractérisation de composites à base de polypropylène/fibres de Diss

Soutenue le 04/07/2022

Devant le jury composé de :

| Nom et Prénom | Grade | | |
|----------------|---------|----------------------|-----------|
| ZEMBOUAI Idris | MCA | Université de Bejaia | Président |
| ZAIDI Lynda | Docteur | Université de Bejaia | Examineur |
| TOUATI Naima | Docteur | Université de Bejaia | Encadrant |

Année Universitaire : 2021/2022

REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué au sein du Laboratoire des Matériaux Polymères Avancés (LMPA) sous la direction du professeur KACI Mustapha, nous lui adressons nos remerciements de nous avoir donné l'autorisation d'y accéder.

Nous tenons à remercier nos encadrants le Docteur TOUATI Naima, le Docteur ZEMBOUAI Idris et le Docteur ZAIDI Lynda pour leur encadrement de qualité, pour leur temps et pour les précieux conseils qu'ils nous ont prodigués, ainsi que de nous avoir fait l'honneur de juger notre travail.

Nous exprimons notre gratitude et nos remerciements au doctorant Monsieur REMILA Brahim pour sa collaboration, sa disponibilité et sa gentillesse, sans oublier toute l'équipe du laboratoire LMPA : Arezki, Smail et Amel.

Ce travail n'aurait pas eu lieu sans les membres de nos familles, nous adressons nos profonds respects et remerciements à eux pour leur soutien que ce soit moraux, financiers ou physiques.

Nous remercions Monsieur REZGUI Farouk du Laboratoire des Matériaux Organiques (LMO) pour son aide et ses conseils.

Nous remercions également le professeur MAKHLOUFI Laid pour ses conseils et son aide précieuse.

Nos remerciements pour Madame BRADAI pour sa gentillesse et sa confiance lors de la réalisation des tests FTIR.

Nous remercions également Monsieur BENMEKIDECHE Hakim de l'université de Sétif et Monsieur AIT HACENE Saïd de l'université de Boumerdes.

Et pour finir, nous remercions l'équipe du laboratoire de Bejaia Emballage (BJE) : Farid, Slimane et Salima, ainsi que toutes les personnes du hall de production qui nous ont accueillis avec gentillesse, leur conseils et disponibilité nous ont été utiles.

Dédicaces

Je dédie ce travail :

A la personne la plus importante et la plus chère pour moi, celle qui a été et qui est toujours là pour moi sans attendre quelque chose en retour "ma mère ». Tous mes respects et remerciements pour elle.

A mon père.

A mes frères, particulièrement "Bellal" et leurs enfants.

A mes sœurs et leurs enfants.

A mes cousins et cousines avec lesquels j'ai passé mon enfance.

A tous mes amis et toutes mes amies.

*A mes enseignants et enseignantes que je n'oublierai jamais : Mme **KACI**, Mr et Mme **BENSADI**, Mr **ALLAOUA** et Mr **GNANA**.*

A mon binôme et sa famille.

A toutes les bonnes personnes qui m'ont aidé et encouragé pour réaliser ce travail.

Atmane

Dédicaces

A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études,

A mes chères sœurs Sissa, Dalila et Fairouz pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral,

A mon cher frère Dadou pour son appui et son encouragement,

A tous mes amis Léa, Kenza, Mazigh, Mouh, Soraya, Yasmina, Thiziri pour leur soutien, leur générosité et leur modestie tout au long de mon parcours universitaire,

A mon binôme Atmane et sa famille,

A mes nièces Lina, Médina et mon neveu Badis,

A toute ma famille en particulier mes grands-parents à qui je souhaite une longue vie,

Que ce travail soit l'accomplissement de vos vœux tant allégués, et le fruit de votre soutien infallible,

Merci d'être toujours là pour moi

Zaid

Liste des abréviations

Θ : Angle de contact formé entre la goutte liquide et la surface solide

σ : Contrainte

PP+DT : Composites (polypropylène et fibres de Diss traités)

PP+DNT : Composites (polypropylène et fibres de Diss non traités)

C° : Degré Celsius

DRX : Diffraction des Rayon X

ε : Déformation

DNT : Fibres de Diss non traités

DT : Fibres de Diss traités

g : Gramme

h : Heure

Kg : Kilogramme

KJ : Kilojoule

m² : Mètre carré

ml : Millilitre

MPa : Méga pascal

E : Module d'élasticité

G : Masse de l'échantillon

PP : Polypropylène

an : Résilience

IRTF : Spectroscopie Infrarouge a Transformé de Fourier

t : Temps

Tc : Taux de cristallinité

TC : Taux de cendres

TH : Taux d'humidité

Wi : Taux de l'échantillon (i)

Liste de figures

| | |
|--|----|
| Figure I.1 : Structure d'une fibre végétale | 4 |
| Figure I.2: Structure chimique de la cellulose..... | 6 |
| Figure I.3 : Structure chimique de l'hémicellulose (xylogucanes) | 7 |
| Figure I.4 : Exemple de structure chimique de la lignine..... | 8 |
| Figure I.5 : Structure d'une chaîne de pectine (acide polygalacturonique)..... | 8 |
| Figure I.6 : Mécanisme d'adhérence entre fibre et matrice à l'interface | 12 |
| Figure I.7 : Réaction d'acétylation des groupes hydroxyle des fibres..... | 13 |
| Figure I.8 : Greffage de silanol sur squelette cellulosique | 14 |
| Figure I.9 : Plante de Diss | 15 |
| Figure I.10 : Pyramide des thermoplastiques | 16 |
| Figure I.11 : Structure des matières plastiques..... | 17 |
| Figure I.12 : Le marché des polymères | 18 |
| Figure I.13 : Formule développée du polypropylène | 19 |
| Figure I.14: Principaux constituants d'un matériau composite | 20 |
| Figure I.15 : Les différents types de renforts | 22 |
| Figure I.16 : Composants du bâtiment en composites thermoplastiques renforcés de fibres végétales | 26 |
| Figure I.17 : Eolienne verticale en composites renforcés de fibres de Lin..... | 26 |
| Figure II.1 : Tiges de Diss après découpage | 31 |
| Figure II.2 : Rouissage biologique (à gauche) et l'extraction mécanique des fibres (à droite)..... | 32 |
| Figure II.3 : Traitement alcalin des fibres de Diss | 34 |
| Figure II.4 : Blanchiment des fibres de Diss..... | 35 |
| Figure II.5 : Plastographe de marque Brabender | 36 |
| Figure II.6 : Presse hydraulique de marque CARVER (à gauche) et les éprouvettes obtenues (à droite) | 37 |
| Figure II.7 : fibres de Diss avant et après la combustion | 39 |
| Figure II.8 : appareil de compression des fibres de Diss pour obtenir des pastilles..... | 40 |
| Figure II.9 : Etalement des fibres de Diss pour l'absorption de l'humidité | 41 |

| | |
|--|----|
| Figure II.10 : Essai de choc..... | 42 |
| Figure II.11 : Essai de traction sur une éprouvette du PP | 43 |
| Figure II.12 : Spectrophotomètre a transformée de Fourier..... | 44 |
| Figure II.13 : Etalement des éprouvettes (composites) pour l'absorption de l'humidité | 44 |
| Figure II.14 : Absorption de l'eau par les éprouvettes PP, PP+DNT et PP+DT | 45 |
| Figure III.1 : Analyse par Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier des fibres de Diss | 50 |
| Figure III.2 : Taux d'absorption d'humidité des fibres DT et DNT | 51 |
| Figure III.3 : Diffractogrammes des fibres de Diss traitées et non traitées | 52 |
| Figure III.4 : Analyse par Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier des fibres de Diss | 54 |
| Figure III.5 : Taux d'humidité des composites PP+DNT, DT comparés au PP vierge | 55 |
| Figure III.6 : Taux d'absorption d'eau du PP vierge et des composites PP+DNT et PP+DT | 57 |
| Figure III.7 : Angles de contact du PP vierge et des composites PP+DNT et PP+DT | 58 |
| Figure III.8 : Résistance au choc des composites PP+DT et PP+DNT comparés au PP vierge | 61 |
| Figure III.9 : Diffractogrammes du PP et des composites PP+DT et PP+DNT | 62 |

Liste des tableaux

| | |
|---|----|
| Tableau I.1 : Compositions chimiques de quelques fibres végétales | 9 |
| Tableau I.2 : Propriétés physiques et mécaniques de différentes fibres naturelles | 10 |
| Tableau I.3: Paramètres du traitement alcalin | 12 |
| Tableau I.4 : Caractéristiques mécaniques des composites renforcés par des fibres végétales | 23 |
| Tableau I.5 : Les Avantages et les inconvénients des matériaux composites | 24 |
| Tableau I.6 : Exemples de pièces en composite à renfort naturel utilisées par certains constructeurs automobiles | 25 |
| Tableau II.1: propriétés du polypropylène utilisé pour nos manipulations | 30 |
| Tableau II.2: produits chimiques utilisés | 31 |
| Tableau II.3 : Conditions utilisées pour la réalisation d'un traitement alcalin à 3% | 33 |
| Tableau II.4 : Conditions utilisées pour la réalisation d'un traitement de blanchiment..... | 34 |
| Tableau II.5 : Composition des formulations matrice+ fibre | 36 |
| Tableau III.1 : Composition chimique des fibres de DISS..... | 48 |
| Tableau III.2 : Résultats obtenus pour la mesure de la densité des fibres de DISS | 49 |
| Tableau III.3 : Les taux de cristallinité des fibres de DISS..... | 53 |
| Tableau III.4 : Résultats des tests de traction du PP, PP+DNT et PP+DT..... | 59 |
| Tableau III.5 : Les taux de cristallinité du PP vierge et des composites PP+DNT et PP+DT. | 63 |

Sommaire

Liste des abréviations

Liste de figures

Liste des tableaux

| | |
|--|----------|
| INTRODUCTION | 1 |
| CHAPITRE I RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES..... | 3 |
| I Fibres naturelles végétales | 3 |
| I.1 Introduction | 3 |
| I.2 Structure et morphologie des fibres végétales..... | 3 |
| I.3 Composition chimique | 4 |
| I.3.1 Cellulose..... | 5 |
| I.3.2 Hémicellulose..... | 6 |
| I.3.3 Lignine..... | 7 |
| I.3.4 Pectine | 8 |
| I.3.5 Extractibles..... | 8 |
| I.4 Propriétés..... | 10 |
| I.5 Méthodes d'extraction..... | 10 |
| I.5.1 Rouissage biologique | 10 |
| I.5.2 Rouissage biotechnologique..... | 11 |
| I.5.3 Rouissage chimique..... | 11 |
| I.6 Modification chimique | 11 |
| I.6.1 Traitement alcalin..... | 12 |
| I.6.2 Traitement par acétylation..... | 13 |
| I.6.3 Traitement par les silanes | 13 |

| | |
|---|----|
| I.6.4 Traitement aux permanganates..... | 14 |
| I.7 Fibre de DISS (<i>ampelodesmos mauritanicus</i>) | 14 |
| II Notions sur les polymères | 15 |
| II.1 Définition d'un polymère | 15 |
| II.2 Classification des polymères | 15 |
| II.2.1 Thermoplastiques | 16 |
| II.2.2 Thermodurcissables | 16 |
| II.3 Propriétés et applications | 17 |
| II.4 Mise en œuvre | 18 |
| II.5 Polypropylène | 18 |
| III Matériaux composites..... | 19 |
| III. 1 Introduction | 19 |
| III.2 Historique | 19 |
| III.3 Définition..... | 20 |
| III.4 Classification des matériaux composites | 21 |
| III.4.1 Classification suivant la nature des constituants..... | 21 |
| III.4.1.1 Composites à matrice organique (CMO) | 21 |
| III.4.1.2 Composites à matrice métallique (MMC)..... | 21 |
| III.4.1.3 Composites à matrice céramique(CMC)..... | 21 |
| III.4.2 Classification suivant la forme des constituants | 21 |
| III.4.2.1 Composites à fibres | 22 |
| III.4.2.2 Composites à particules | 22 |
| III.5 Renfort | 22 |
| III.6 Propriétés mécaniques des composites à fibres végétales | 23 |

| | |
|--|-----------|
| III.7 Avantages et inconvénients des matériaux composites | 23 |
| III.8 Domaines d'application des matériaux composites à fibres végétales | 24 |
| III.8.1 En automobile | 24 |
| III.8.2 Applications dans les industries du bâtiment | 25 |
| CHAPITRE II PROTOCOLES EXPERIMENTALES | 30 |
| II.1 Présentation des matériaux utilisés | 30 |
| II.1.1 Polypropylène | 30 |
| II.1.2 Fibres de DISS | 30 |
| II.1.3 Produits chimiques..... | 31 |
| II.2 Méthode d'extraction des fibres..... | 32 |
| II.3 Méthode de modification chimique des fibres de DISS | 33 |
| II.3.1 Traitement alcalin | 33 |
| II.3.2 Blanchiment | 34 |
| II.4 Mise en œuvre des composites | 35 |
| II.5 Caractérisation des fibres de DISSII.5.1Composition chimique | 37 |
| b/Détermination du taux de l'hémicellulose..... | 37 |
| c/Détermination du taux de la lignine | 38 |
| d/Détermination du taux de la cellulose | 38 |
| e/Détermination du taux de cendres | 38 |
| II.5.2 Détermination de la densité | 39 |
| II.5.3 Spectroscopie Infrarouge à Transformé de Fourier (IRTF) | 40 |
| II.5.4 Taux d'humidité..... | 40 |
| II.5.5 Diffraction des Rayons X | 41 |
| II.6 Caractérisation des compositesII.6.1Test de choc | 41 |

| | |
|--|-----------|
| II.6.2 Test de traction..... | 42 |
| II.6.3 Spectroscopie Infrarouge à Transformé de Fourier (IRTF) | 44 |
| II.6.4 Taux d'humidité..... | 44 |
| II.6.5 Taux d'absorption d'eau | 45 |
| II.6.6 Angle de contact | 46 |
| II.6.7 Diffraction des Rayons X | 46 |
| CHAPITRE III RESULTATS ET DISCUSSION | 47 |
| III.1 Composition chimique des fibres de DISS | 48 |
| III.2 Densité des fibres de DISS | 49 |
| III.3. Analyse IRTF des fibres de DISS | 49 |
| III.4 Taux d'humidité des fibres de DISS | 51 |
| III.5 Analyse DRX des fibres de DISS | 52 |
| III.6 Analyse IRTF du PP vierge et composites PP+DNT, PP+DT | 53 |
| III.2.1 Taux d'humidité du PP vierge et composites PP+DNT et PP+DT | 55 |
| III.2.2 Taux d'absorption d'eau du PP vierge et composites PP+DNT et PP+DT | 56 |
| III.2.3 Angle de contact du PP vierge et composites PP+DNT et PP+DT | 58 |
| III.7 Test de traction du PP vierge et composites PP+DNT et PP+DT..... | 59 |
| III.9 Analyse DRX du PP vierge et composites PP+DNT et PP+DT | 62 |
| CONCLUSION | 64 |
| Références bibliographiques | 66 |

INTRODUCTION



INTRODUCTION

La recherche sur les polymères composites à base de fibres lignocellulosiques connaît un essor considérable depuis quelques années. L'objectif principal est de remplacer les fibres de verre et de carbone abondamment utilisées par les industriels pour la fabrication d'articles de sport, de contenants, de matériaux de construction, de pièces d'automobiles, d'avion, etc. Notons que les fibres de Diss sont de plus en plus utilisées par l'industrie, face au défi de développer des technologies durables et de fabriquer des matériaux écologiquement plus acceptables. Les fibres lignocellulosiques possèdent plusieurs avantages par rapport aux fibres synthétiques : faible masse spécifique, faible coût, abondance, biodégradabilité, absence de toxicité, taux de remplissage possiblement élevé, bonnes propriétés mécaniques et peu d'effets abrasifs sur les équipements lors de la mise en œuvre.

En revanche, les défis dans l'utilisation des fibres lignocellulosiques comme renfort des polymères sont nombreux. La plupart des polymères commercialement utilisés sont non polaires alors que les fibres de cellulose sont hydrophiles. Cette incompatibilité résulte en une faible mouillabilité des fibres par la matrice polymère, une mauvaise distribution et dispersion des fibres, la présence d'agglomérats et une faible adhésion fibre-matrice polymère. D'autres problèmes sont liés à la variabilité des propriétés en fonction de la source des fibres lignocellulosiques et à leur caractère hydrophile, entraînant une tendance à absorber de fortes quantités d'eau lors des applications, en particulier pour l'automobile. D'où la nécessité de faire des traitements de surface des fibres ou de les fonctionnaliser. Finalement, les éléments constitutifs se décomposent à des températures relativement faibles, ce qui limite la mise en œuvre des thermoplastiques chargés de fibres lignocellulosiques à environ 200 °C, d'où un choix restreint de thermoplastiques à faible point de fusion, tels le polyéthylène, le polypropylène, le polychlorure de vinyle et le polystyrène.

L'objectif de ce mémoire est l'élaboration et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à matrice polymère renforcé par les fibres végétales Diss. Plus précisément notre démarche repose sur la connaissance du comportement des fibres de Diss brutes et traitées (traitement alcalin par la soude) afin de déterminer les modifications qu'elles engendrent sur le comportement mécanique de tels composites.

Notre plan de travail est fondé sur trois chapitres, le premier est basé sur des rappels bibliographiques divisé en trois parties : la première s'agit de généralités sur les fibres végétales (composition chimique, propriétés, méthodes d'extraction et modification

chimique), la deuxième partie présente des notions sur les polymères utilisés comme matrices et une dernière partie qui englobe la classification, les propriétés et les applications des matériaux composites.

Le deuxième chapitre est une combinaison de l'ensemble des protocoles expérimentales utilisés pour la réalisation de nos composites à base de polypropylène et les fibres de Diss. Cette partie traite la méthode utilisée pour l'extraction des fibres de Diss et le traitement chimique employé pour éliminer certains de leurs composants, ensuite la mise en œuvre des composites et leur caractérisation ainsi que celle des fibres.

Le troisième et dernier chapitre est une extraction et interprétation des résultats obtenus, que ce soit pour les fibres de Diss ou les composites polypropylène/Diss non traité et polypropylène/Diss traité à 20% massique de fibres de Diss.

CHAPITRE I
RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

CHAPITRE I

RAPPELS BIBLIOGRAPHIQUES

I Fibres naturelles végétales

I.1 Introduction

Les fibres végétales ont été utilisées pour la première fois il y a 3000 ans dans des systèmes composites dans l'Égypte ancienne, où la paille et l'argile étaient mélangées pour construire des murs. Au cours de la dernière décennie, les composites polymères renforcés de fibres naturelles ont fait l'objet d'une attention croissante tant dans le monde universitaire que dans diverses industries [51]. Il existe une grande variété de fibres, celles qui peuvent être utilisées comme renfort et d'autres comme charges.

L'utilisation des fibres végétales a pour but futur de remplacer les fibres artificielles telles que les fibres de verre, les fibres de carbone ou encore les fibres d'aramide, comme le Kevlar, pour arriver à des matériaux biodégradables dans la plupart des domaines.

Ces fibres sont extraites de plusieurs parties du végétal, soit de la tige « fibres libériennes », des graines, de feuilles, du tronc, ou encore de l'enveloppe du fruit.

I.2 Structure et morphologie des fibres végétales

Les fibres une fois isolées, entrent dans une deuxième étape de transformation pour la réalisation du composite. Si l'on se focalise sur les procédés d'extrusion pour la fabrication de pièces injectés, il est nécessaire de savoir quelles sont les caractéristiques les plus pertinentes de la fibre pour qu'elle soit performante, mais vu du côté du composite cette fois-ci, en complément du défibrage.

À ce niveau deux critères essentiels vont avoir un impact direct sur la fonction de renfort de la fibre dans le composite : Sa morphologie et ses états de surface, à différentes échelles, en plus des propriétés mécaniques des fibres.

Le paramètre de la morphologie de la fibre sur la qualité du composite est connu de la longue date, et en particulier celui du facteur de forme L/D , qui est le rapport entre la longueur de la fibre L et son diamètre D . Plus son rapport est grand dans le composite, meilleures seront ses performances mécaniques, notamment si les fibres sont individuelles et dispersées.

Cette morphologie est observée grâce à un microscope à balayage électronique sur des coupes transversales et est pour but d'effectuer une modélisation réaliste d'une fibre végétale [2].

I.3 Composition chimique

Une fibre végétale est essentiellement composée de cellulose, d'hémicellulose et de lignine comme le montre la figure I.1. On y trouve également de petites quantités de pectine et d'extractibles.

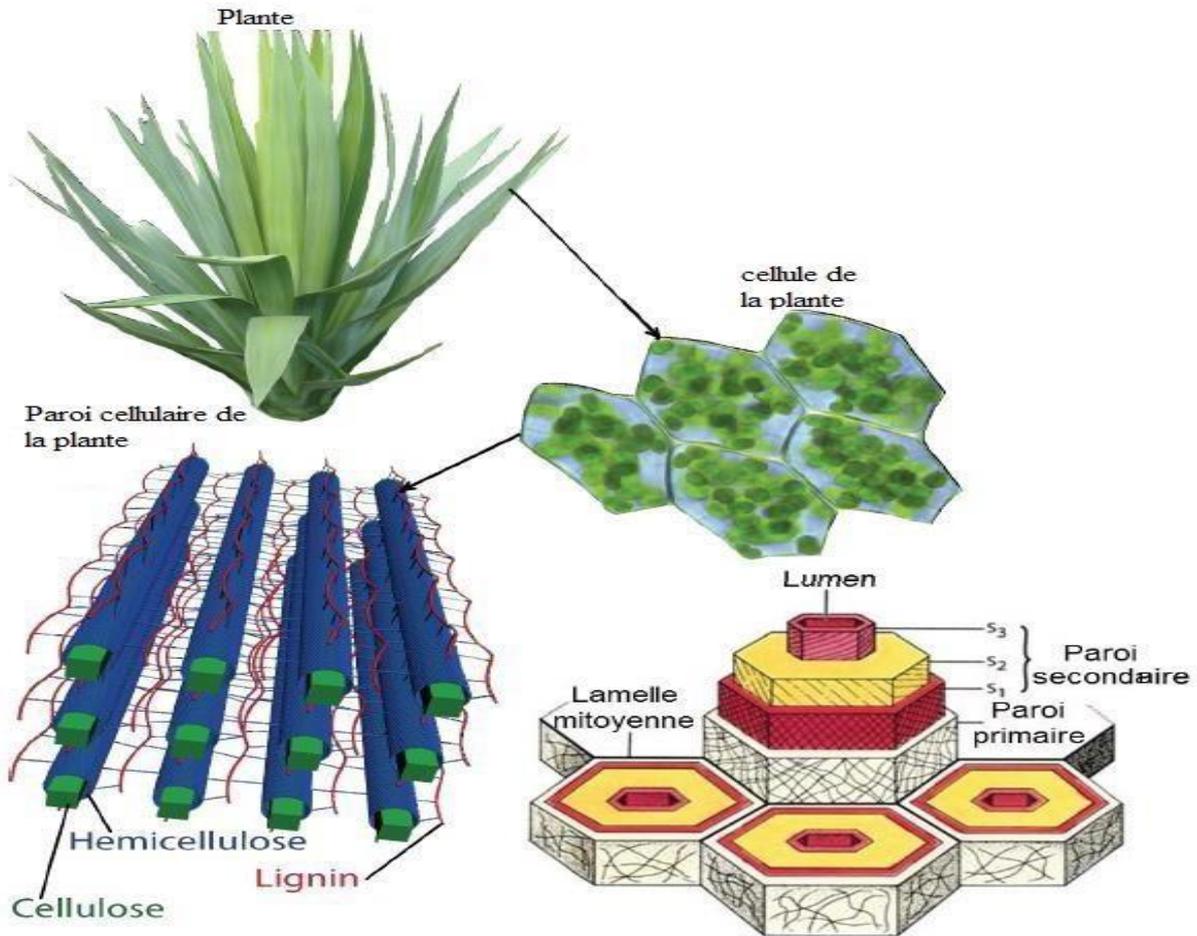


Figure I.1 : Structure d'une fibre végétale [1].

I.3.1 Cellulose

La cellulose est l'élément le plus important dans la paroi des fibres végétales puisqu'elle compose les microfibrilles, qui sont à l'origine des propriétés exceptionnelles des fibres Végétales. La molécule de cellulose, montrée sur la Figure I.2 est un polymère monotoneuniquement constitué de cellobiose. On la trouve sous forme d'un polysaccharidehomopolymère linéaire $(C_6H_{10}O_5)_n$ constitué de successions d'unités D-anhydroglucose connectées entre elles par des liaisons β -1,4-glycosidiques.

Il existe deux formes de cellulose :

- □ Cellulose I : c'est la cellulose naturelle obtenue directement à partir des plantes, et qui sera traitée dans cette partie ;
- □ Cellulose II ou cellulose régénérée : elle est obtenue par dissolution dans différents solvants.

Dans la cellulose pure, la structure moléculaire est presque parfaitement régulière, car elle ne contient que peu de défauts, environ une unité sur mille. Après des analyses cristallographiques sur la cellulose I, deux types de structures cristallines I α et I β ont été découverts. Ces deux structures sont la cellulose cristalline et la cellulose amorphe présentes dans les chaînes cellulosiques. La cellulose amorphe représente les défauts de la cristallinité et les zones paracristallines qui correspondent à la partie la plus désordonnée de la cellulose. Les groupes hydroxyles (OH) sont susceptibles d'être impliqués dans la formation de liaisons intra et inter chaînes de cellulose et confèrent à celle-ci ses propriétés mécaniques (rigidité et résistance). De plus, les liaisons hydrogènes entre ces chaînes ont une forte densité permettant une orientation des zones cristallines et empêchant la pénétration de solvants. Le taux de cristallinité constaté dans la cellulose est assez aléatoire. De nombreuses études ont été menées pour le connaître. Il serait estimé entre 54% et 88%, selon le type de source. Tout comme les propriétés mécaniques, le pourcentage de cristallinité dans les microfibrilles dépend de diverses conditions telles que la zone de récolte, la méthode d'extraction des fibres végétales, ou encore les divers traitements thermiques et chimiques qui lui sont appliqués [3, 30, 31, 32].

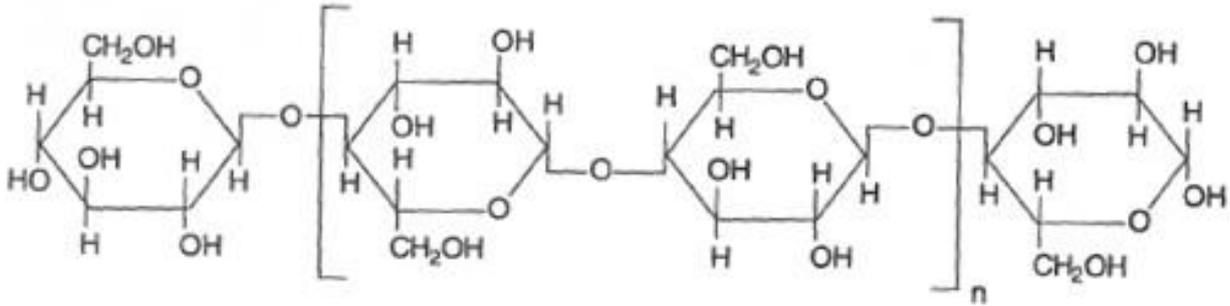


Figure I.2: Structure chimique de la cellulose [7].

I.3.2 Hémicellulose

L'hémicellulose est un composant chimique des fibres végétales qui est constitué de polysaccharides tels que la D-xylopyranose, la D-glocopyranose ou encore la D-galactopyranose pour n'en citer que quelques-uns. Ces polysaccharides sont présents sous forme de chaînes courtes et hautement ramifiées. Contrairement à la cellulose, l'hémicellulose a une multiple variété de saccharides constituant ce polymère qui diffèrent d'un type de végétal à un autre. De plus, le degré de polymérisation dans l'hémicellulose est inférieur à celui de la cellulose. Ce rapport peut aller de 20 à 300. L'hémicellulose à une structure présentant un nombre considérable de ramifications de chaînes. Cette particularité est unique à l'hémicellulose, la cellulose étant un polymère ayant une structure linéaire. Aussi, l'hémicellulose se présente peu sous forme cristalline et se caractérise par sa solubilité dans des solutions alcalines et par son insolubilité dans l'eau. Ces dernières caractéristiques ont pour conséquence d'augmenter le risque de la dégradation de la fibre sous l'effet des agents extérieurs (bactéries, acides..., etc.). La xyloglucanes présentées en figure I.3 est la classe d'hémicellulose la plus courante [33].

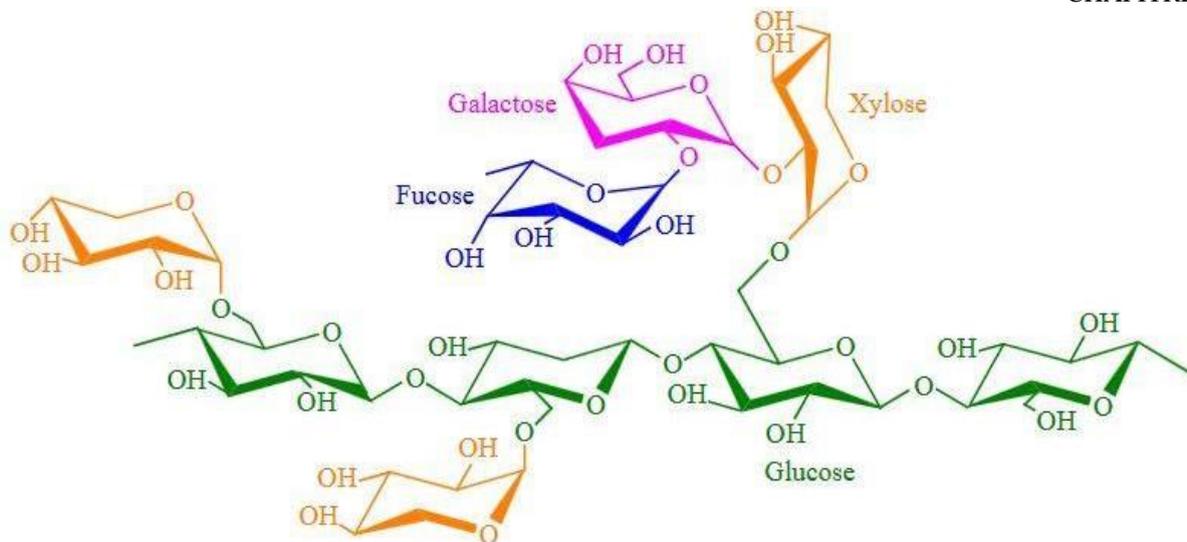


Figure I.3 : Structure chimique de l'hémicellulose (xylogucanes) [69].

I.3.3 Lignine

La lignine est un polymère hydrocarboné ayant une structure très complexe en trois dimensions et est constituée d'éléments aliphatiques et aromatiques, comme le montre la figure 1.4. La lignine, jouant le rôle de gaine entourant les microfibrilles, améliore la résistance à la compression de la fibre végétale. La lignine joue le rôle de matrice et permet aux plantes d'avoir une structure. La lignine est répartie à travers les parois cellulaires primaires et secondaires. Et c'est dans la lamelle mitoyenne que la concentration de lignine est la plus forte. La lignine, grâce à sa structure, fait barrage à l'eau, limitant ainsi sa pénétration à travers les parois cellulaires.

L'élimination de la lignine devient donc souhaitable pour obtenir les fibres unitaires et ainsi, avoir de meilleures propriétés mécaniques pour les matériaux composites à base de ces fibres. La lignine est considérée comme un polymère thermoplastique, présentant une température de transition vitreuse de l'ordre de 90°C et une température de fusion d'environ 170°C. La lignine est aussi sensible aux UV ainsi qu'aux agents chimiques. Avec certains traitements d'élimination de l'eau dans les parois cellulaires des fibres, comme le séchage, la lignine peut être éliminée [34, 35,36].

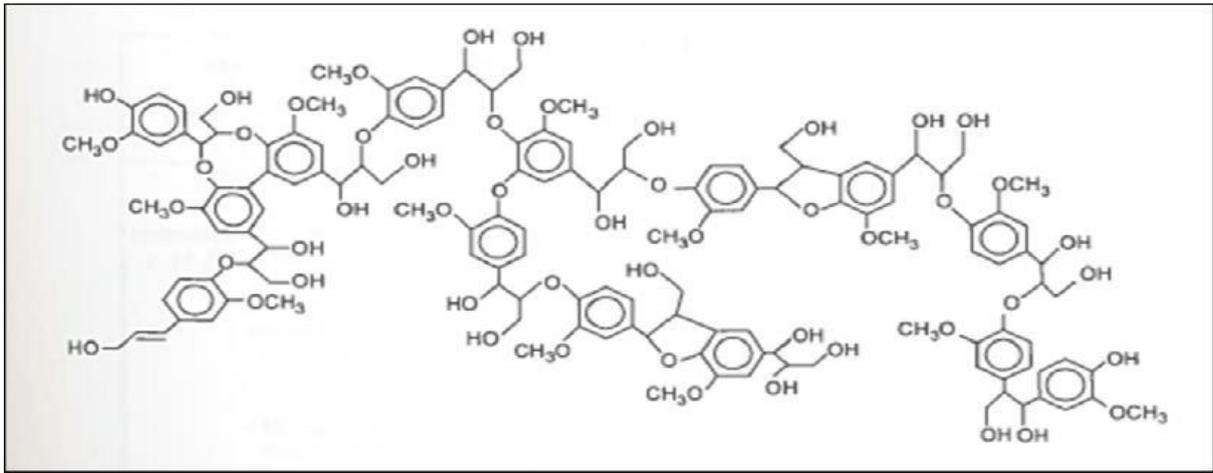


Figure I.4 : Exemple de structure chimique de la lignine [7].

I.3.4 Pectine

La pectine est un composant chimique regroupant les hétéropolysaccharides se situant généralement dans la paroi cellulaire primaire des fibres végétales, à l'exception des fibres de bois. En raison de la présence de groupes acide carboxylique, la pectine est le composant le plus hydrophile dans les fibres végétales. La structure de la pectine va dépendre de l'espèce où sont extraites les fibres végétales. Les proportions de celle-ci diffèrent en fonction de leur position dans la paroi cellulaire [76]. La figure I.5 présente un exemple de la structure de la pectine.

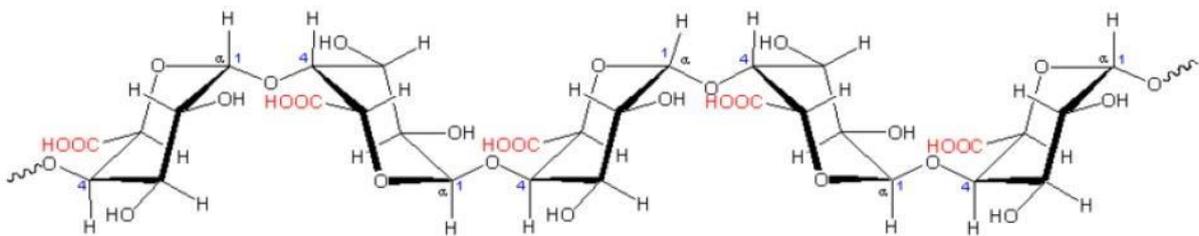


Figure I.5 : Structure d'une chaîne de pectine (acide polygalacturonique) [7].

I.3.5 Extractibles

Ce sont des molécules de faible masse molaire qui remplissent la lumière des cellules. Ils représentent 2 à 5 % de la masse sèche. La plupart de ces extractibles sont solubles dans l'eau ou dans les solvants organiques. Ils constituent les membranes cellulaires telles que la graisse, les acides gras, les alcools gras, les terpènes, les stéroïdes, les résines et les cires. Ils peuvent être des monomères, dimères et polymères [4].

Le tableau I.1 montre les compositions chimiques de quelques fibres végétales, les fibres de

jute et de DISS dévoilent un taux de cellulose très intéressant, contrairement aux autres fibres végétales, ce qui incite les chercheurs à s'intéresser aux performances de ces plantes. La cellulose n'est pas le seul composant des fibres végétales qui suscite un intérêt, la lignine également présente en excès dans le sucre, le Sabai, le lin et le jute est un élément essentiel pour la production de la vanilline (arôme naturel de la vanille) [70].

Tableau I.1 : Compositions chimiques de quelques fibres végétales [5].

| Type de fibres | | Cellulose (%) | Hémicellulose (%) | Lignine (%) | Autres (%) |
|--------------------|-----------------|---------------|-------------------|-------------|------------|
| Fibres de pailles | Blé | 28 – 36 | 23 - 28 | 12 – 16 | 9 - 14 |
| | Riz | 29 – 35 | 27 | 16 – 21 | 11 – 23 |
| cannes à sucre | Bambou | 32 – 44 | 22 | 19 – 24 | 6 – 8 |
| | Sucre | 26 – 43 | 15 | 21 – 31 | 9 – 35 |
| Fibres d'herbes | DISS | 44,1 | 27 | 16,8 | 12,1 |
| | Alfa(Esparto) | 33 – 38 | 27-32 | 17 – 19 | 6 - 8 |
| | Sabai | 22 | 24 | 23,9 | 6 |
| Fibres libériennes | Lin | 43 – 47 | 16 | 21 – 23 | 13 – 20 |
| | Kenaf | 31 – 39 | 19 | 15 – 19 | 23 – 35 |
| | Jute | 45 – 53 | 15 | 21 – 26 | 5 – 11 |
| Fibres Centrales | Kenaf | 31-44 | (18-24) | 15-21 | 2-4 |
| | Jute | 41 | (18-22) | 24 | 6-10 |
| | Jute | 61-71 | - | - | - |
| Fibres de feuilles | Abaca (Manilla) | 60,8 | 20 | 8,8 | 11 |
| | Sisal (agave) | 43 – 56 | 12 | 7 – 9 | 6 – 10 |
| | DISS | 44.1 | 27 | 16.8 | 12.1 |

I.4 Propriétés

Selon l'origine et le mode de fabrication, les fibres de cellulose ont un diamètre allant de 15 à 30 μm . Elles sont très rigides et sont considérées comme de bons isolants thermiques et acoustiques. Elles sont également de bons adsorbants. La conformation spatiale de la cellulose détermine ses propriétés physiques et chimiques. Leurs principales caractéristiques physiques sont les suivantes :

Tableau I.2 : Propriétés physiques et mécaniques de différentes fibres naturelles [71].

| Fibres | Densité (g/cm³) | Elongation (%) | Module d'Young (GPa) | Résistance à la traction (MPa) |
|----------------|---------------------------------------|---------------------------|---------------------------------|---|
| Coton | 1,5-1,6 | 3-10 | 287-597 | 5,5-12,6 |
| Chanvre | | | | |
| Jute | 1,48 | 1,6 | 550-900 | 70 |
| Lin | | | | |
| Coco | 1,3-1,46 | 1,5-1,8 | 393-800 | 10-30 |
| Sisal | | | | |
| | 1,4-1,5 | 1,2-3,2 | 345-1500 | 27,6-80 |
| | 1,2 | 15-30 | 175-220 | 4-6 |
| | 1,33-1,5 | 2-14 | 400-700 | 9-38 |

I.5 Méthodes d'extraction

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

I.5.1 Rouissage biologique

Le rouissage est la méthode la plus utilisée pour le prétraitement des fibres végétales, elle

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

Après cette étape, les faisceaux seront prêts à subir une sollicitation mécanique pour réaliser le défibrage [17].

I.5.2 Rouissage biotechnologique

Pour un accès à des quantités supplémentaires de fibres, de nouvelles méthodes sont mise en place comme le rouissage biotechnologique basé sur les enzymes agissant sur les polysaccharides non cellulosiques, dont les pectines. Cette méthode permet d'obtenir une régularité, une finesse intéressante des fibres et empêche la dégradation de la cellulose [18, 19].

I.5.3 Rouissage chimique

Cette technique a déjà été testé sur le chancre et sur le lin avec des succès certains. Elle repose sur l'imprégnation à la vapeur (haute pression) en présence d'alcalis ou d'acides pendant un certain temps, suivie d'une dépressurisation rapide, qui vaporise l'eau dans les tissus et provoque leur déstructuration ainsi que l'extraction des composants hydrolysés et dépolymérisés pendant le temps de rétention [2].

I.6 Modification chimique

Le traitement de la surface des fibres végétales permet d'atteindre une meilleure adhésion fibre-matrice. Ce qui induit donc à de meilleures performances des biocomposites qui en résultent.

Les matériaux composites sont composés de fibres et d'une matrice qui se lient pour former une structure unique avec des interfaces identifiables à multi-échelles pour obtenir des propriétés supérieures à celles de ses constituants. Les fibres sont généralement les éléments porteurs de charge, tandis que la matrice polymère assure l'intégrité transversale et transfère la charge sur les fibres [7].

L'interface fibre-matrice sert à transférer les charges appliquées au matériau. Ainsi, pour que ce dernier puisse conférer une bonne résistance mécanique, il est nécessaire de contrôler l'adhésion de la fibre à la matrice. Une mauvaise adhésion est due à de faibles interactions entre les deux phases. Pour y remédier, différentes méthodes de comptabilisation, visant à diminuer le caractère hydrophile de la fibre, sont dénombrées [8].

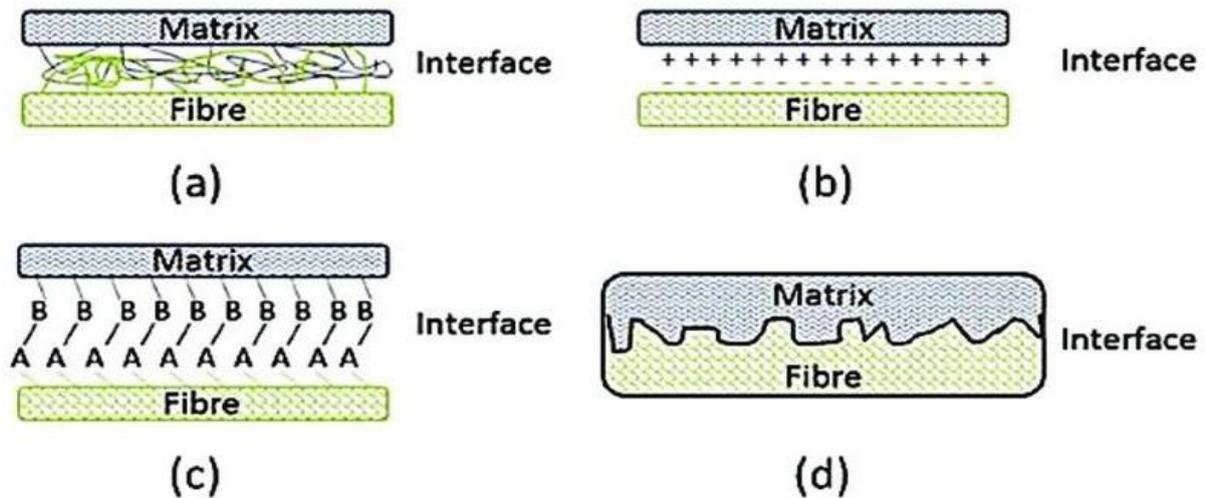
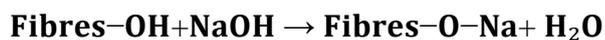


Figure I.6 : Mécanisme d'adhérence entre fibre et matrice à l'interface : (a) par enchevêtrement moléculaire ; (b) par attraction électrostatique ; (c) par réaction chimique ; (d) par inter-diffusion d'éléments [9].

I.6.1 Traitement alcalin

Ce type de traitement est réalisé en utilisant une base telle que le NaOH, l'objectif principal est d'éliminer la liaison hydrogénée présente dans les fibres cellulosiques, en augmentant la rugosité de la surface des fibres, Il permet aussi de dégrader une partie importante de la lignine et l'hémicellulose.



Les conditions du traitement alcalin sont variables en fonction de l'objectif visé par l'étude. Les paramètres les plus utilisés par les chercheurs sont présentés dans le tableau I.3.

Tableau I.3: Paramètres du traitement alcalin [34, 55].

| Temps (h) | Concentration (%) | Température (°C) |
|-----------|-------------------|------------------|
| 2-72 | 2-10 | 25-200 |

En général, le traitement alcalin a deux effets majeurs sur la surface des fibres cellulosiques :

- Il augmente la rugosité de surface ce qui permet un meilleur accrochage mécanique ;
- Il accroît la quantité de cellulose exposée sur la surface des fibres en augmentant les sites de réactions possibles fibres-matrices [10].

I.6.2 Traitement par acétylation

Dans cette méthode, il est nécessaire que les fibres soient trempées dans de l'anhydride acétique. Cependant, l'anhydride acétique n'est pas un bon agent gonflant des fibres [11]. Par conséquent, dans cette étude, les fibres prétraitées par la solution alcaline, ont tout d'abord été trempées dans de l'acide acétique, puis le même volume d'anhydride acétique y a été ajouté progressivement. Quelques gouttes d'acide sulfurique ont également été utilisées comme catalyseur pour accélérer la réaction. Le mélange est maintenu quelques heures à 70°C. Le processus est décrit dans l'équation chimique suivante :

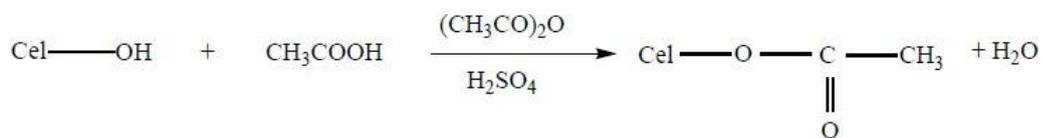


Figure I.7 : Réaction d'acétylation des groupes hydroxyles des fibres.

Les fibres sont ensuite lavées avec une solution de NaOH diluée, puis avec de l'eau distillée jusqu'à obtenir un pH de 7 [12, 13].

I.6.3 Traitement par les silanes

Parmi les divers agents de couplage, ceux de type silane sont efficaces dans la modification de la nature d'interface fibre-matrice. Le Silane de greffage est basé sur l'utilisation des réactifs qui portent des groupes de terminaisons réactifs capables de réagir avec la matrice, sur une extrémité, et avec les groupes hydroxyles de la fibre à l'autre extrémité. Les groupes alkoxy ou éthoxy sont des groupes de terminaison qui peuvent former des liaisons covalentes stables réagissant avec le groupe hydroxyle de la fibre comme illustré en figure I.9. Les groupes terminaisons qui peuvent réagir avec la matrice varient en fonction du type de la matrice polymère.

Le but de ce traitement est d'améliorer la résistance à l'humidité et à l'eau, une augmentation de l'effet barrière à l'eau a été observée dans les composites à base de fibre traitée en comparaison avec ceux des composites à fibre non traitée. Ce phénomène était lié à la réduction de la solubilité de l'eau et à une diminution de la diffusivité de l'eau dans les composites à base de fibres traitées.

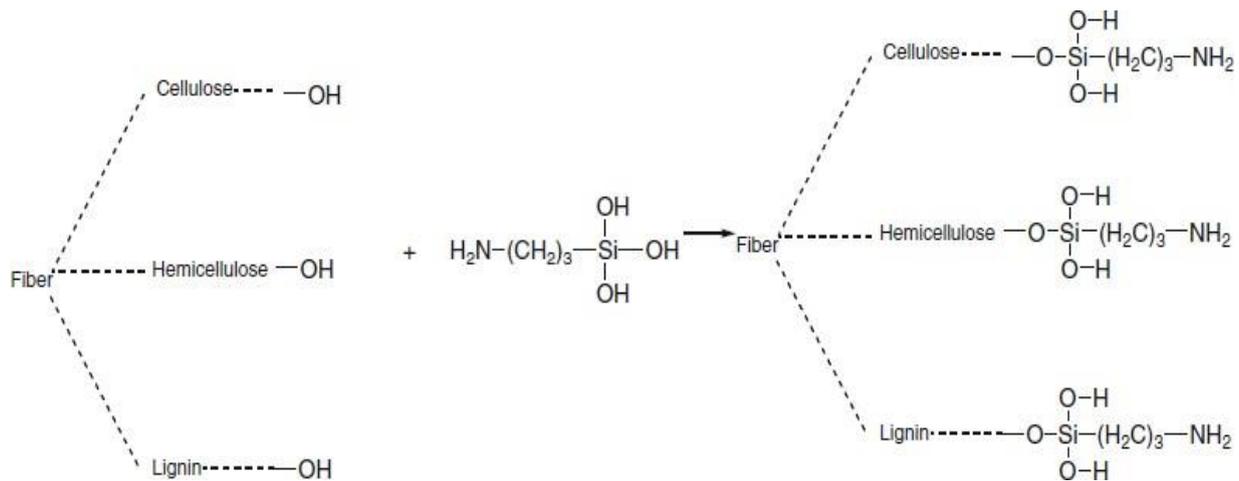


Figure I.8 : Greffage de silanol sur squelette cellulosique [15].

I.6.4 Traitement aux permanganates

Les effets du traitement de surface à l'aide de permanganate de potassium ont montré que la rugosité de surface et les groupes contenant de l'oxygène à la surface des fibres modifiées ont été effectivement augmentés. Les fibres traitées ont augmenté le module et la contrainte de traction, la résistance à la déchirure et la dureté des composites [16].

Ces traitements sont réalisés par immersion des fibres dans des solutions de permanganate de potassium (KMnO_4) dilué dans l'acétone avec des concentrations de 0.1 à 0.5% pendant 1 à 10 minutes [2].

I.7 Fibre de DISS (*ampelodesmos mauritanicus*)

Le DISS (Figure I. 9) est une plante sauvage méditerranéenne, très fibreuse, renfermant un pourcentage élevé de silice à l'état amorphe. Cette herbe pousse mieux dans des sols sableux, caillouteux ou argileux qui sont modérément humides. Sa hauteur peut atteindre 3 mètres environ. Les fibres sont extraites à partir des feuilles de la plante avec une longueur comprise entre 80 et 100 cm et une largeur comprise entre 0,5 et 0,6 cm, avec une teneur en humidité d'environ 8,2 % à 25°C. Les principaux constituants des fibres avec leurs proportions pondérales sont l' α -cellulose (44,1 %), hémicelluloses (27 %), lignine (16,80 %), extraits (9 %) et cendres (3,1%). L'utilisation de cette herbe dans les composites permet de préserver les ressources non renouvelables et d'ouvrir de nouveaux marchés [22,24].

La fibre présente des caractéristiques mécaniques très importantes, elle a une résistance à la traction de l'ordre de 270 MPa, et une structure épineuse (0.2 mm de longueur), une surface rugueuse et un diamètre des faisceaux de $(89 \pm 22 \mu\text{m})$ ce qui offre une forte adhésion des fibres à la matrice. Sa légèreté (une densité égale à 0,93 g/cm³) offre une qualité importante pour le composite. Néanmoins, le traitement à l'eau bouillante modifie la morphologie des

fibres, et provoquant ainsi un changement à l'interface fibre/matrice, par la disparition de certaines épines présentes dans le DISS [20, 21,23].



Figure I.9 : Plante de DISS [23].

II Notions sur les polymères

II.1 Définition d'un polymère

Parmi les composés organiques, les polymères (ou macromolécules) se différencient fortement des molécules de faible masse molaire par leurs propriétés physiques et chimiques. Un polymère est une molécule constituée d'une chaîne de molécules semblables et répétitives, appelées monomères. Les matériaux ont des propriétés uniques, en fonction du type de molécules liées et de la manière dont elles sont liées. Ils proviennent soit d'une origine naturelle (polysaccharides, ADN), artificielle, ils sont obtenus par modification chimique d'un polymère naturel (acétate de cellulose, méthylcellulose) ou synthétique préparées par polymérisation de molécules monomères (polystyrène, polyisoprène synthétique).

Les polyoléfines comme le polyéthylène et le polypropylène, constituent la plus importante famille de polymères. Ces matériaux sont devenus l'élément essentiel d'un nombre très important d'objets de la vie courante, dans lesquels ils ont souvent remplacé les substances naturelles. Ils sont présents dans de nombreux domaines industriels [25,26].

II.2 Classification des polymères

On se demande souvent comment un polymère se distingue-t-il d'un métal ou d'une

céramique, pour répondre à cette question, un chauffage est nécessaire, et on constate deux catégories principales :

II.2.1 Thermoplastiques

Ce type de matériaux se ramollissent par élévation de la température, leur module d'élasticité diminue, ils se déforment et présentent des viscosités décroissantes, et reviennent à leur état initial en enlevant cette source de chaleur. Dans la figure I.10, trois types de thermoplastiques sont représentés : les polymères de hautes performances (polyétherimides, polyéthersulfone, polysulfone, polysulfure de phénylène et le polyéther éther cétone), leur coût dépasse 100 euro le kilogramme parce qu'ils possèdent des résistances particulières comme leur résistance à la chaleur (plus de 300°C), la deuxième catégorie c'est les polymères techniques (polyéthylène téréphtalate, polycarbonates, polyamides,...), leur résistance à la température est aux environs de 150°C et leur coût dépassent 10 euro le kilogramme, les polymères les moins chers (ne dépassent pas 2 euro le kilogramme) et moins résistants à la température (aux environs de 100°C) sont les polymères standards comme le polypropylène, polyéthylène, polychlorure de vinyle et l'acrylonitrile butadiène[26].

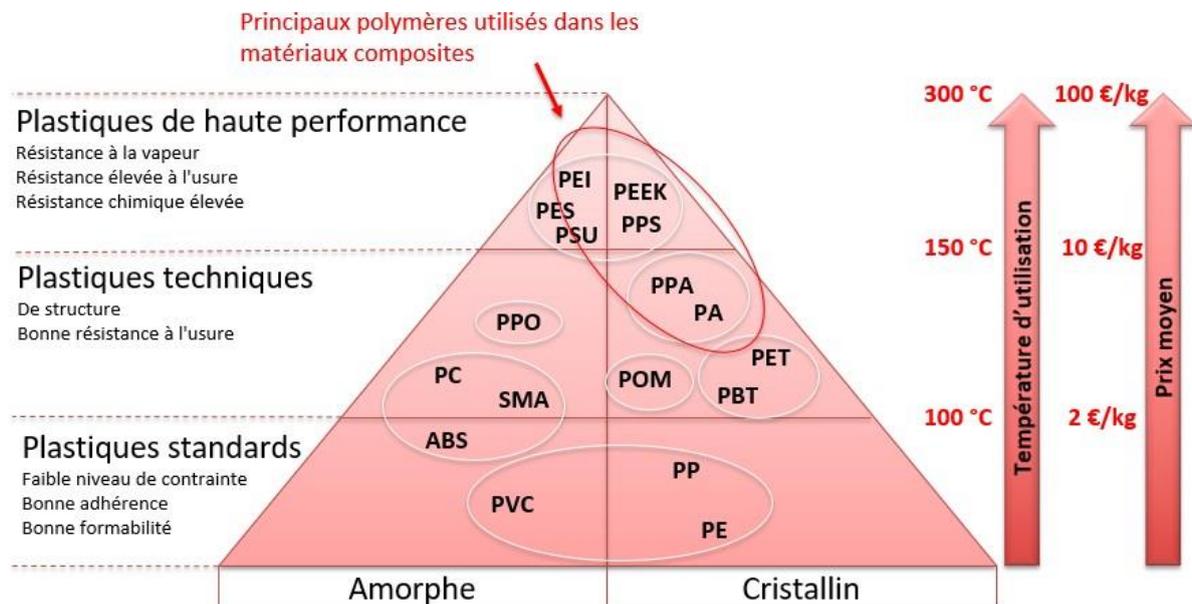


Figure I.10 : Pyramide des thermoplastiques [10].

II.2.2 Thermodurcissables

Contrairement aux thermoplastiques, les thermodurcissables ne reviennent jamais à l'état initial quand la source de chaleur est éliminée, leur transformation est irréversible. Comme les thermoplastiques, une élévation de la température entraîne une diminution du module d'élasticité et de la viscosité. Les polyuréthanes, les polyimides, les silicones, les polyesters,

les époxydes, les phénoplastes et les aminoplastes font partie de cette catégorie [26].

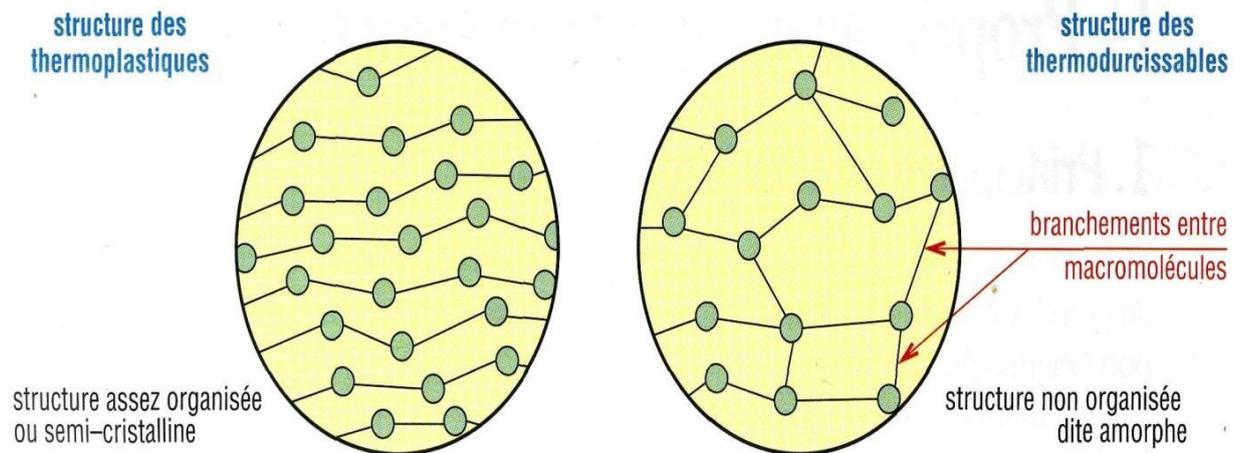


Figure I.11 : Structure des matières plastiques [5].

Comme le montre la figure I.11, les thermoplastiques dévoilent une structure assez organisée ou semi-cristalline, ce qui leur confère des températures de fusion plus basses que celles des thermodurcissables grâce au peu liaisons intermoléculaires (liaisons hydrogène) qu'ils possèdent, et cela les rend maniables et recyclables, par contre les thermodurcissables deviennent solides et irrécupérables au contact de la chaleur à cause des liaisons fortes (liaisons covalentes) entre les chaînes macromoléculaires[26].

II.3 Propriétés et applications

Le marché des polymères est devenu plus important ces dernières années, on les trouve dans plusieurs domaines : électronique, transport, médical, ...etc.

Ce marché n'arrête pas de grimper grâce aux propriétés de ces matériaux énumérées ci-dessous :

- ✓ L'opacité ou la transparence
- ✓ Faible conductivité électrique
- ✓ Combustibles
- ✓ Solubles dans plusieurs solvants organiques
- ✓ Recyclables
- ✓ Faible densité
- ✓ Résistance aux milieux agressifs (produits chimiques, rayonnements, ...) [27].

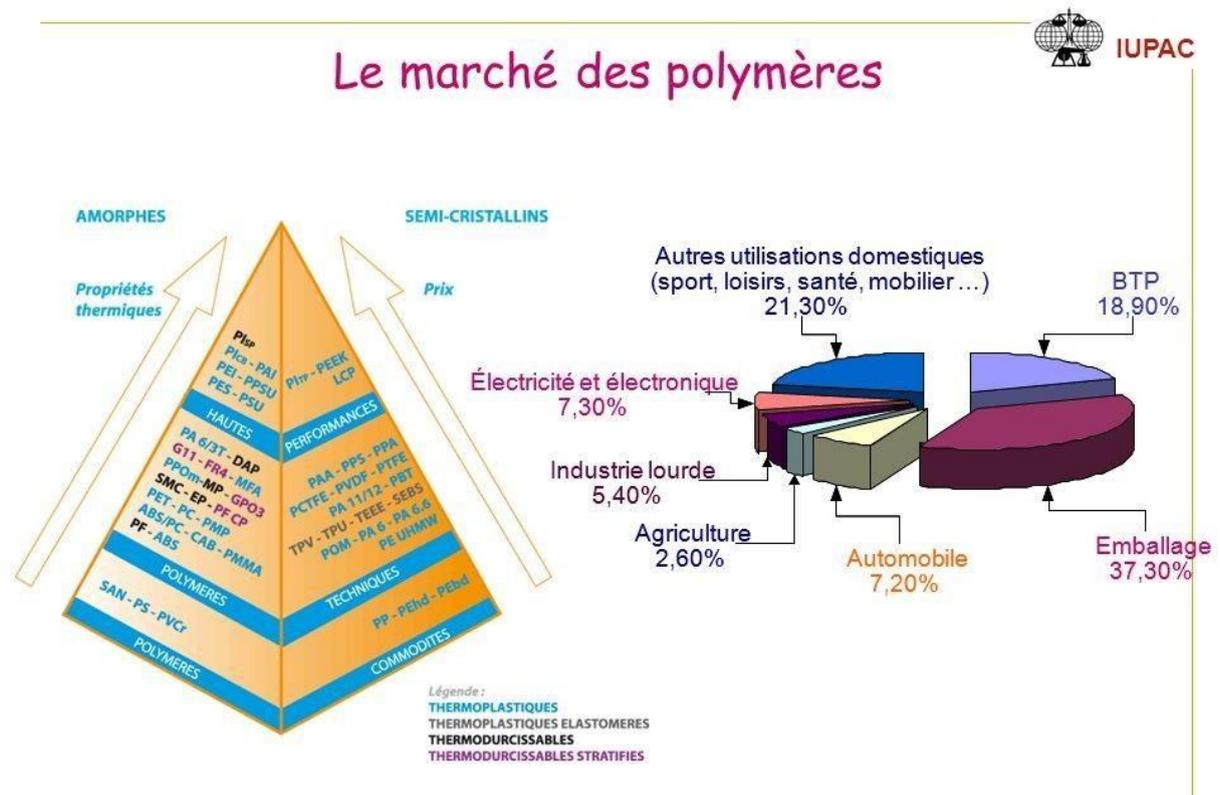


Figure I.12 : Le marché des polymères [28].

II.4 Mise en œuvre

La nature chimique des polymères conditionne leur mode d'élaboration : polymérisation d'addition, où rien n'est éliminé lors de la construction de la chaîne macromoléculaire contrairement à la polycondensation où les molécules d'eau ou d'alcool sont éliminées.

Les thermoplastiques, il faut partir d'une masse fondue. Lorsque celle-ci est mise en forme de façon continue, on parle d'extrusion, et d'injection quand la mise en forme est discontinue. Pour les thermodurcissables, des opérations successives sont nécessaires pour que la solidification ne se produise pas, à cause d'un avancement excessif de la réaction chimique, si ça arrive, les carottes d'injection qui restent attachées à la pièce pourraient être rebroyées mais non refondues.

D'autres systèmes de mise en forme des thermoplastiques sont employés comme le gainage, le moulage par rotation, le calandrage, la coulée, le revêtement, le formage et le forgeage. Le pressage à partir de poudres ou de granulés, la mise en forme des préimprégnés et l'imprégnation de préformes sont aussi utilisés pour les thermodurcissables [27].

II.5 Polypropylène

Le polypropylène est un thermoplastique, semi-cristallin de formule $(C_3H_6)_n$ illustrée en

figure I.13, utilisé dans l'automobile (batteries, vases d'expansion), l'emballage des margarines et des crèmes glacées, en corderie, tissus pour l'ameublement et les vêtements de sport [27,29].

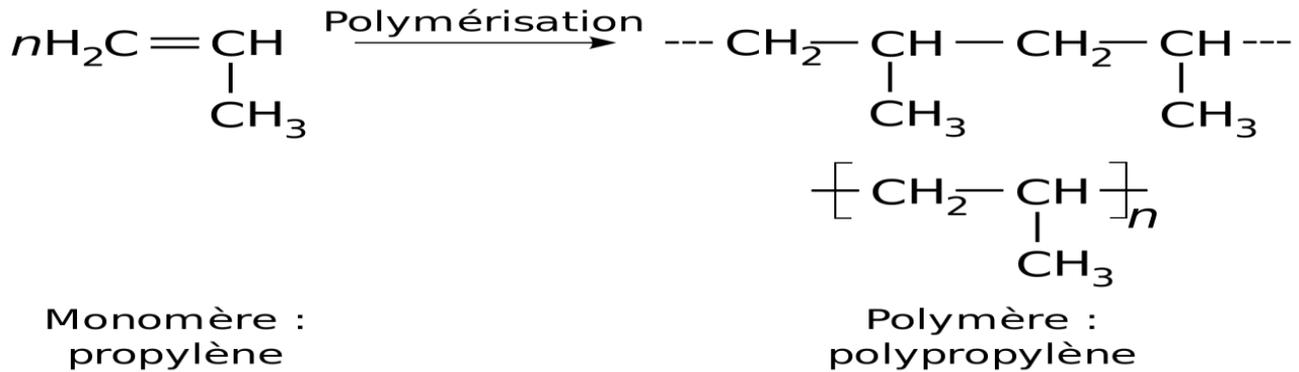


Figure I.13 : Formule développée du polypropylène [29].

Les caractéristiques essentielles de ce polymère sont la résistance aux produits chimiques, à la chaleur et à la corrosion, par contre ils ont une faible résistance à l'abrasion et fragile à basse température [27].

III Matériaux composites

III. 1 Introduction

Dans cette partie, nous présenterons des généralités sur les matériaux composites. Tout d'abord, nous examinerons l'histoire de ces matériaux et leur définition, ainsi qu'une explication détaillée de leurs constituants, leurs classifications, et leur essentielle structure. Finalement nous exposerons les avantages, les limites et quelques domaines d'application.

III.2 Historique

L'idée de combiner plusieurs composants pour produire de nouveaux matériaux (matériaux composés) avec de nouvelles propriétés n'est pas nouvelle, car la première utilisation de ces matériaux remonte à 1500 avant JC lorsque les Égyptiens et les premiers Mésopotamiens ont utilisé un mélange d'argile et de paille pour créer des bâtiments solides et durables plus tard et en 1200 après JC, inventé Premier arc à poulies des Moghols. Utilisant une combinaison de bois, d'os et de colle animale, ces bretelles sont très solides et très précises et compactes grâce à la technologie, ce fut l'arme la plus puissante de l'arme au sol jusqu'à l'invention de la poudre à canon [38].

Bien que les matériaux composites soient connus sous diverses formes à travers l'histoire de l'humanité, l'histoire des composés modernes est apparue au XVIII^e siècle, lorsque l'utilisation des matériaux composites s'est étendue à la plupart des domaines industriels.

III.3 Définition

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux (voir figure I.14), le produit fini ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. On appelle maintenant de façon courante "matériaux composites" des arrangements des fibres ou des renforts noyés dans une matrice dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible [41].

L'association de ces matériaux élémentaires (renforts et matrices) aux caractéristiques complémentaires permet de conférer au matériau composite un ensemble original de propriétés à l'échelle macroscopique.

Les composites polymères renforcés par les fibres naturelles, les matrices thermodurcissables et thermoplastiques les plus utilisées dans l'industrie sont les polyesters insaturés, les résines époxy, les résines phénol-formaldéhyde et les résines vinylester, ainsi que les polypropylènes (PP) et les polyéthylènes (PE) [45]. Grâce à leur recyclabilité, les matrices thermoplastiques présentent un meilleur choix pour un matériau écologique. Cependant, il est possible que la dégradation des fibres se produise si la température de la fusion de ces matrices est plus importante que celle de la dégradation des fibres végétales (200°C) [47]. Cela limite la gamme des matrices utilisées. Le choix de la matrice se fait en tenant compte de l'application du composite.

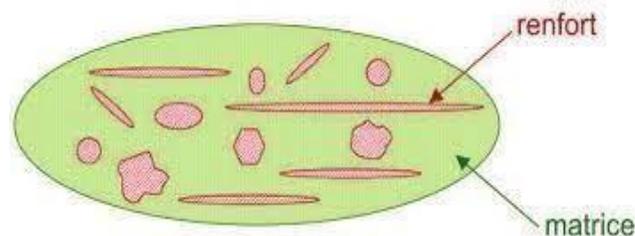


Figure I.14: Principaux constituants d'un matériau composite [39].

III.4 Classification des matériaux composites

La classification des composites peut être effectuée selon deux façons. Une manière consiste à les classer selon la nature de la matrice et un autre selon les formes des renforts.

III.4.1 Classification suivant la nature des constituants

Selon la nature des constituants (nature de la matrice), les composés peuvent être divisés en trois grandes classes, considérées ici par ordre croissant de tenue en température : Composites à matrice organique (pour une utilisation $T < 300 \text{ C}^\circ$), Composites à matrice métallique (pour une utilisation à $T < 600 \text{ C}^\circ$) et Composites à matrice céramique (pour une utilisation à $T < 1000 \text{ C}^\circ$) [48].

III.4.1.1 Composites à matrice organique (CMO)

Les composites à matrice organique sont les plus courants à l'échelle industrielle, se constitués d'une résine polymère renforcée par des fibres (fibre de verre, de carbone, de d'aramide etc...). Ils sont caractérisés par une faible densité, une résistance mécanique relativement faible, et une grande déformation à rupture. Ce type de composites a été développé surtout pour les applications aéronautiques où la réduction de poids est essentielle [49].

III.4.1.2 Composites à matrice métallique (MMC)

Dans ces composites, la matrice est un métal ou un alliage léger tel que l'aluminium, le magnésium ou le titane [48]. Ils sont renforcés par des renforts généralement non métalliques, souvent des céramiques. Les composites à matrice métallique ne sont pas aussi largement utilisés que leurs homologues en organiques, très coûteux, ils caractérisés par une haute résistance, fracture la ténacité, résister à une température élevée. Leurs applications dans les moteurs d'automobile sont bien établies [47].

III.4.1.3 Composites à matrice céramique (CMC)

S'agit d'une matrice de céramique renforcée de fibres courtes ou de filaments. Matrice et renforts sont tous deux constitués de matériaux tels que le carbure de silicium, le carbone ou l'alumine [49]. Ce type des composites sont caractérisé par un points de fusion élevés, bon résistance à la corrosion, stabilité aux températures élevées et haute résistance à la compression, beaucoup plus coûteux, utilisé dans des environnements sévères et réservé aux applications de très haute technicité comme dans les moteurs de fusées, les boucliers thermiques, ou les turbines à gaz [50].

III.4.2 Classification suivant la forme des constituants

En fonction de la géométrie des constituants (géométrie des renforts), nous pouvons diviser

les matériaux composites en deux grandes classes : les matériaux composites à fibres et les matériaux composites à particules.

III.4.2.1 Composites à fibres

On peut dire que le matériau composite est un matériau composé à fibre si le renfort se trouve sous forme de fibres, c'est à dire qu'il possède une direction privilégiée. L'arrangement des fibres, leur orientation définissent les propriétés souhaitées et peuvent rendre le matériau fortement anisotrope ou fortement isotrope dans un plan [51]. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues (fibres longues), soit sous forme de fibres discontinues (fibres courtes).

III.4.2.2 Composites à particules

On peut dire que le matériau composite est un matériau composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Le renfort est considéré comme une particule si toutes ses dimensions sont approximativement égales et petites devant les autres dimensions du matériau. Les particules dures sont dispersées aléatoirement dans la matrice moins rigide [47]. Ces particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc. [51].

III.5 Renfort

Les renforts contribuent à améliorer la résistance mécanique à la traction et la rigidité des matériaux composites et se présentent sous forme filamentaire (des fibres organiques ou inorganiques) [52].

La figure ci-dessous représente les types de renforts les plus courants.

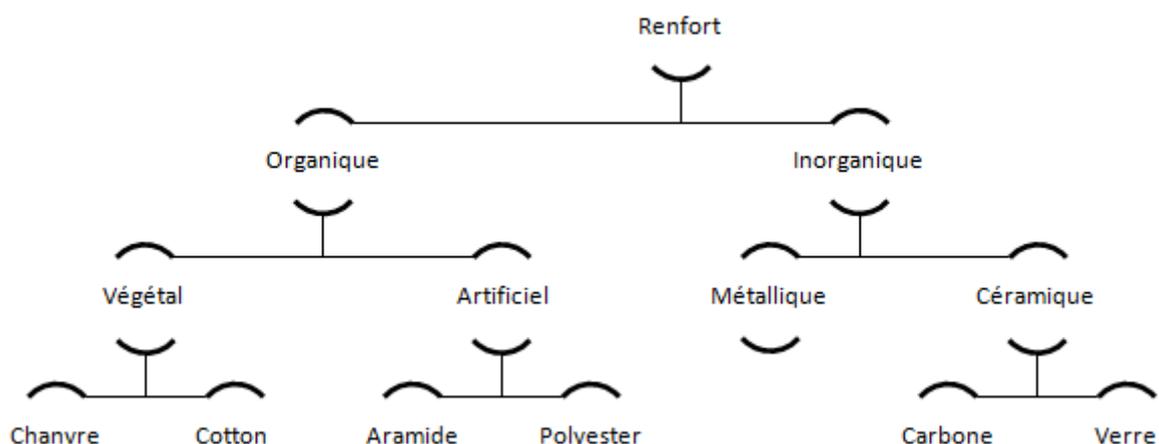


Figure I.15 : Les différents types de renforts

III.6 Propriétés mécaniques des composites à fibres végétales

Depuis les années 1980, de nombreux travaux concernent les composites renforcés par des biofibres (des fibres végétales, par exemple) et d'un polymère, pour réaliser des pièces mécaniques. Les fibres se présentent soit en fibres courtes de longueur calibrée, soit sous forme de nappes (unidirectionnel, mat et tissu). Les polymères renforcés par des fibres végétales présentent des propriétés mécaniques spécifiques importantes (au moins pour certaines d'entre elles) et de nombreux atouts si on s'intéresse aux impacts environnementaux. Les propriétés mécaniques du composite renforcé par différentes fibres végétales sont regroupées dans le tableau I.4.

Tableau I.4 : Caractéristiques mécaniques des composites renforcés par des fibres végétales[46].

| Composites | Résistance (MPa) | Module d'Young (GPa) | Allongement (%) |
|------------------------------|------------------|----------------------|-----------------|
| Polypropylène /Chanvre | 37.8 | 1.215 | 5.21 |
| Epoxy/Chanvre | 106.3 | 12.69 | 1.18 |
| Epoxy/Lin | 153.6 | 15.97 | 1.34 |
| Polypropylène / Tournesol | 51.5 ± 2.1 | 1.57 ± 0.09 | - |
| Epoxy/Jute | 83.9±5.25 | 3.24±0.3 | - |
| Polyester/Jute | 13.73±4.34 | 47.27±3.53 | 5.57±1.83 |
| Polypropylène/Sisal | 44.40 | 1.040 | 8.33 |
| Polystyrène/Sisal | 45.06 | 45.06 | 7.00 |

III.7 Avantages et inconvénients des matériaux composites

Les matériaux composites présentent de nombreux avantages et quelques inconvénients, sont résumés dans le tableau ci-dessous.

Tableau I.5 : Avantages et inconvénients des matériaux composites [42, 43].

| Avantages | Inconvénients |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"> ➤ Intégration de fonctions des composants élémentaires (propriétés améliorées) ➤ Longue durée de la vie ➤ L'adaptabilité ➤ Absence de corrosion ➤ Tenue aux agents chimiques (résistance chimique) ➤ Résiste au feu ➤ Gain de masse (la réduction du poids) ➤ Grande résistance à la fatigue ➤ Très bonne légèreté et souplesse ➤ La possibilité de fabriquer des grandes ainsi que des petites pièces sous différentes formes (formes complexes) ➤ Peut être utilisé dans un large éventail d'applications ➤ Résistance élevée aux chocs | <ul style="list-style-type: none"> ➤ Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication. ➤ Sensibilité aux agents atmosphériques (eau, rayons UV, humidité, température...) ➤ Difficulté à réparer ➤ Matériaux très sensibilité à la chaleur |

III.8 Domaines d'application des matériaux composites à fibres végétales

La diversité de propriétés des matériaux à fibres végétales promet une large gamme d'applications, notamment dans l'automobile et dans le domaine de la construction et d'autres secteurs de niches.

III.8.1 En automobile

Mercedes-Benz, utilise pour son modèle « **Classe A** », un composite renforcé par des fibres de lin et de sisal afin de réaliser les garnitures intérieures de portières, dossiers de sièges, support de moquette, habillage de coffre, etc.

Les constructeurs français présentent également de belles avancées, comme la

tablette arrière de la **Mégane**, les panneaux de portes de la **406**, l'habillage du coffre de la **Xantia**...

La plupart de ces produits sont réalisés par thermoformage de mélanges intimes fibres de PP/mat de fibres naturelles (lin, chanvre, jute ou mixtes) ou par compression de résinesphénoliques ou polyuréthane/mat de fibres naturelles.

Opel AG utilise des composites en polypropylène renforcé par fibres de lin pour les garnitures intérieures des portières de la modèle « Astra ».

Audi : Les panneaux intérieurs de la modèle A2 sont faits en polyuréthane renforcées par des fibres naturelles (lin, le sisal ou de chanvre) [54].

Tableau I.6 : Exemples de pièces en composite à renfort naturel utilisées par certains constructeurs automobiles [55].

| Constructeur auto/modèle | Pièces | Fibre végétale utilisée |
|-------------------------------------|--|-----------------------------------|
| Brazilian trucks | Garniture, coussins de sièges | Jute, Coco |
| Mercedes Benz (Classe E) | Panneaux intérieurs de portes | Sisal/lin |
| Mercedes Benz (Classe C) | Panneaux de lunette arrière | Sisal, Coton |
| Mercedes Benz (Classe S) | Panneaux intérieurs de portes | Chanvre |
| Chevrolet Impala | Garniture de panneaux | Lin |
| Daimler Chrysler (MB Travego Coach) | Couverture du moteur et de la transmission | Sisal, Lin, Coco, Chanvre, Cotton |
| Toyota | Tablette de coffre | Kenaf |

III.8.2 Applications dans les industries du bâtiment

D'autres applications dans les industries du bâtiment, ont montré que les bonnes propriétés des éléments à paroi mince tels que la haute résistance à la traction et à la compression. Les composite renforcé de fibres de sisal, lui donner une large zone d'application, par exemple, les membres du bâtiment structurel, permanent coffrage, réservoirs, façades, éléments de toiture à longue portée et tuyaux de renforcement des structures existantes [43].

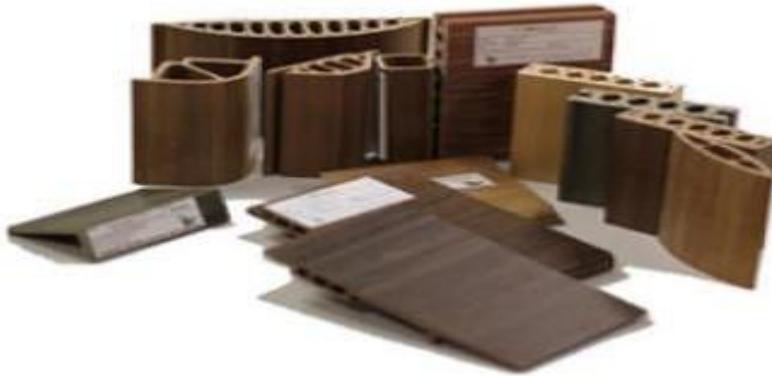


Figure I.16 : Composants du bâtiment en composites thermoplastiques renforcés de fibres végétales [46].

D'autre application concerne les éoliennes verticales de nouvelle génération (Figure I.17), qui sont en phase de test, sont destinées notamment à alimenter les systèmes d'éclairage public, par l'intégration de renforts fibres de lin. Dans ce cas, les pales exigent une résistance efficace du matériau : outre leur faible densité, les renforts de fibres de lin offrent une rigidité convenable [46].



Figure I.17 : Eolienne verticale en composites renforcés de fibres de Lin [46].

III.9 Etude bibliographique

Dans cette partie nous allons exposer différents articles traitant la valorisation de la fibre de

Diss et l'élaboration de composites à composition partielle de cette dernière.

H.Zergane et al [46] Leur travail a été fait sur des nanofibrilles de cellulose et des nanocristaux isolés à partir d'une ressource renouvelable abondante, les fibres d'*Ampelodesmos mauritanicus*. Les nanocristaux de cellulose CNC ont été isolés des fibres par hydrolyse acide tandis que les nanofibrilles de cellulose (CNF) ont été isolées par combinaison d'oxydation méditée par TEMPO et de cisaillement mécanique à l'aide d'un homogénéisateur haute pression. La composition chimique des fibres d'*Ampelodesmos mauritanicus* a été analysée avant l'isolement des différents substrats de nanocellulose afin d'optimiser leurs processus d'extraction. La morphologie, la géométrie et la distribution des nanoparticules cellulosiques ont été réalisées par microscopie électronique à balayage (SEM) et microscopie électronique à transmission (TEM), et la structure cristalline et la taille des cristallites ont été évaluées par diffraction des rayons X (XRD). La charge de surface des CNC et le degré d'oxydation des CNF ont été examinés par potentiel Zeta et titrage conductométrique. Les substrats de nanocellulose extraits des fibres d'*Ampelodesmos mauritanicus* présentent un diamètre de $5,64 \pm 1,5$ nm et une longueur de $108,95 \pm 13,7$ nm pour les CNC et de $6,1 \pm 1,5$ nm et quelques micromètres pour les CNF.

Les analyses de composition chimique ont démontré que l'*Ampelodesmos mauritanicus* contient environ 32,33 % de cellulose, ce qui en fait une source potentielle de fibres de cellulose dans les zones de culture par rapport aux autres plantes « sœurs ». Après avoir été purifié par purification chimique séquentielle étapes, une hydrolyse acide contrôlée a été utilisée pour extraire les CNC tandis qu'une combinaison d'oxydation méditée par TEMPO suivie d'une oxydation mécanique une homogénéisation sous haute pression a été appliquée pour isoler les CNF. Les CNC et CNF extraits présentent un diamètre moyen autour $5,64 \pm 1,5$ nm et $6,1 \pm 1,5$ nm et longueur de $108,95 \pm 13,7$ nm et quelques micromètres, respectivement. Avec un rapport hauteur/largeur aussi élevé et cristallinité relativement élevée, les deux substrats nanocellulosiques peuvent être potentiellement considérés comme un bon nanorenforcement pour les biocomposites compte tenu des propriétés mécaniques exceptionnelles et de la grande surface. D'autres applications sophistiquées peuvent également être envisagées, ce qui ouvre la voie moyen de valoriser fortement cette abondante biomasse.

F. Luzi et al [90] Leur recherche était basée sur la revalorisation d'*Ampelodesmos Mauritanicus* (Diss), une graminée africaine largement présente sur le territoire algérien. Les tiges diss ont été sélectionnées comme matériau végétal natif pour l'extraction de nanocristaux de cellulose (CNC). Deux différents des étapes de prétraitement ont été réalisées pour extraire

la CNC des tiges d'*Ampelodesmos Mauritanicus* et la suivant la procédure d'hydrolyse acide a permis d'extraire / d'obtenir des nanocristaux de cellulose dans une solution aqueuse suspension. L'effet des deux prétraitements différents, basés essentiellement sur des produits chimiques ou traitements enzymatiques, ont été étudiés en profondeur et leurs propriétés comparées. Émission de champ microscopie électronique à balayage (FESEM), analyse thermogravimétrique (TGA), transformée de Fourier la spectroscopie infrarouge (FTIR) et la diffraction des rayons X (XRD) ont été prises en compte pour la caractérisation de matière première, de tiges de Diss traitées chimiquement ou enzymatiques et de CNC extraites à la fois de produits chimiques et la cellulose prétraitée enzymatique.

L'étude morphologique des fibres traitées a montré que les deux traitements ont agi positivement sur la réduction de la taille du diamètre des fibres et, en combinaison avec le traitement acide, ils ont pu extraire la CNC à l'échelle nanométrique. Résultats de la diffraction des rayons X ont montré la présence, dans le cas des CNC extraites de fibres traitées enzymatiquement, de pics supplémentaires bien définis, par rapport aux CNC extraites de fibres traitées chimiquement, attribuée à la formation de nouveaux domaines cristallins issus de la dégradation enzymatique de cellulose I. Les C-CNC se caractérisent par une taille réduite par rapport aux E-CNC, en particulier les C-CNC ont montré des valeurs moyennes de diamètre et de longueur inférieures à celles de l'E-CNC. Les résultats indiquent que l'utilisation du Diss, à savoir une matière première attrayante qui peut pousser sur des terres moins fertiles ou marginales, nécessitant une gestion modeste des ravageurs et des maladies, peut être exploitée dans divers domaines où une valeur élevée de produits ajoutés sont demandés.

S.Fertikh et al [20] ont fait une étude sur l'examen des potentialités de l'utilisation de fibres de diss broyé, dans une matrice cimentaire, en vue de l'utilisation du composite dans le domaine d'application des bétons légers. Par ailleurs, l'ajout de matières lignocellulosiques entraîne une inhibition de la réaction d'hydratation du ciment, due au relargage de substances hydrosolubles renfermées dans le végétal. Ce phénomène se manifeste par un retard dans la prise, qui affecte le durcissement du composite. Pour pallier cet effet inhibiteur, les fibres de diss ont subi un traitement thermique, et ce afin de neutraliser le relargage des sucres et des constituants hydrosolubles renfermés dans le végétal. Ce phénomène d'incompatibilité du végétal avec des matrices argileuses n'a pas été observé. Des essais comparatifs entre les composites à base de diss naturel et de diss bouilli à matrice cimentaire ont été réalisés pour déterminer les résistances mécaniques.

La raison de cette recherche est l'avantage environnemental perçu des fibres naturelles, de leur abondance et de leur coût. Cette étude a pour objectif d'améliorer les propriétés mécaniques des matériaux composites fabriqués à de fibres naturelles de la région d'Annaba. Nous avons pu déjà trouver que les composites de fibres de diss à matrice cimentaire sont plus économiques, puisque les fibres n'ont pas besoin de traitement thermique, elles peuvent être utilisées après simple broyage pour en dispenser de fibres très fines, qui adhèrent bien à la matrice.

Comme toutes les fibres naturelles, les fibres de diss traitées pour des matrices cimentaires, et naturelles pour les matrices argileuses offrent au composite une très bonne ductilité en plus de la légèreté, caractéristiques importantes pour les remplissages des structures soumises aux charges sismiques. Les composites de fibres de diss à matrices cimentaires ont donné des variations dimensionnelles extrêmes de l'ordre 1.8 mm/m, acceptables pour des matériaux de remplissages. Les caractéristiques mécaniques des composites à base de diss à matrice argileuse peuvent aussi être améliorées par l'ajout de proportions de fibres, et même aussi par l'ajout de différentes proportions de chaux éteinte dans la matrice.

CHAPITRE II

PROTOCOLES EXPERIMENTALES

CHAPITRE II

PROTOCOLES EXPERIMENTALES

Dans cette partie, nous allons voir les différents matériaux et produits utilisés en premier lieu, ensuite la méthode utilisée pour extraire les fibres de DISS, puis les traitements utilisés afin d'obtenir des fibres avec des propriétés améliorées, et nous allons terminer par les techniques expérimentales employées pour l'élaboration des composites PP/fibre de DISS et leur caractérisation.

II.1 Présentation des matériaux utilisés

II.1.1 Polypropylène

La constitution majoritaire de nos composites est le polypropylène, il vient de BEJE (Bejaia Emballage), ses propriétés principales sont données dans le tableau II.1.

Tableau II.1: Propriétés du polypropylène utilisé pour nos manipulations

| Propriétés | Valeur |
|---|--------|
| Densité (g/cm) | 0.91 |
| Température de fusion (°C) | 163 |
| Température de transition vitreuse (°C) | -10 |
| Module d'élasticité (MPa) | 1500 |

II.1.2 Fibres de DISS

La partie minoritaire introduite dans le composite est une charge naturelle, il s'agit de la fibre de DISS. la plante de DISS utilisée dans nos protocoles provient de la région ASSIF OUMASSIN dans la commune de FERAOUN (W. BEJAIA) au nord Algérien (figure II.1).



Figure II.1 : Tiges de DISS après découpage

II.1.3 Produits chimiques

Pour la réalisation des protocoles appliqués sur les fibres de DISS, nous avons utilisés les produits cités dans le tableau II.2.

Tableau II.2: Produits chimiques utilisés

| Produits | Formule | Pureté (%) | Masse molaire (g /mol) | Société |
|--------------------------|------------------------------------|------------|------------------------|------------|
| <u>Acides :</u> | | | | |
| Acide acétique | CH ₃ COOH | 99.7 | 60.05 | LOBACHEMIE |
| Acide sulfurique | H ₂ SO ₄ | 95-97 | 98.08 | HONEYWELL |
| <u>Bases :</u> | | | | |
| Hydroxyde de sodium | NaOH | 98 | 40 | BIOCHEM |
| <u>Sels :</u> | | | | |
| Hypochlorite sodium | NaClO | 3.5 Cl | | PROLABO |
| <u>Solvants :</u> | | | | |
| Ethanol | CH ₃ CH ₂ OH | 96 | 46 | SPECILAB |
| Benzène | C ₆ H ₆ | ≥99 | 78.12 | FLUKA |
| Peroxyde | H ₂ O ₂ | 34.5-36.5 | 34.01 | HONEYWELL |

| | | | | |
|-------------|--|--|--|--|
| d'hydrogène | | | | |
|-------------|--|--|--|--|

II.2 Méthode d'extraction des fibres

La méthode utilisée pour l'extraction des fibres de DISS (figure II.2) est le rouissage biologique, c'est-à-dire la mise en cuve fermée remplie d'eau tiède, en ajoutant quelques quantités d'eau chaude de temps à autre pour accélérer la réaction, et cela pendant une durée deux mois environ.

Après avoir retiré les tiges de la cuve on passe au défibrage, autrement dit, on exerce une force mécanique pour chaque tige à l'aide d'une brosse métallique pour récupérer les faisceaux de fibres et éliminer la partie non fibreuse.

Les faisceaux obtenus sont lavés à l'eau distillée et séchés à l'air libre pour être enfin prêts à subir les traitements.



Figure II.2 : Rouissage biologique (à gauche) et l'extraction mécanique des fibres (à droite)

II.3 Méthode de modification chimique des fibres de DISS

Pour avoir une bonne adhésion entre la fibre de DISS et la matrice, nous devons éliminer certaines quantités des composants de la fibre. Cela peut se faire en suivant les protocoles cités dans le premier chapitre, que ce soit un seul traitement ou plusieurs combinés.

En ce qui concerne notre fibre, elle a subi un traitement alcalin et un autre de blanchiment, les détails sont exposés ci-dessous, les protocoles sont tirés des travaux de **A. MAGHCHICHE [86]**.

II.3.1 Traitement alcalin

Ce traitement a pour objectif de modifier la surface de la fibre. Autrement dit, après ce traitement une partie de la lignine, de l'hémicellulose, de la cire et de la pectine sera éliminée. Après le séchage des fibres dans l'étuve à 60 °C durant 24h, on les introduit dans un bécher contenant de l'eau distillée et l'hydroxyde de sodium selon les paramètres indiqués dans le tableau II.3.

Tableau II.3 : Conditions utilisées pour la réalisation d'un traitement alcalin à 3%

| Facteur | Valeur |
|---|-------------|
| Masse de l'hydroxyde de sodium utilisée | 8.19 g (3%) |
| Volume d'eau distillé | 273 ml |
| Masse de la fibre | 13.65 g |
| Température du système | 60 °C |
| Temps de traitement | 2 h |

Après le traitement, on enlève la fibre et on la lave jusqu'à neutralisation du PH avec l'eau distillée puis une mise à l'air libre et on termine avec une mise à l'étuve à 60 °C pendant 24h, la figure II.3 montre les changements qu'a subit la fibre.

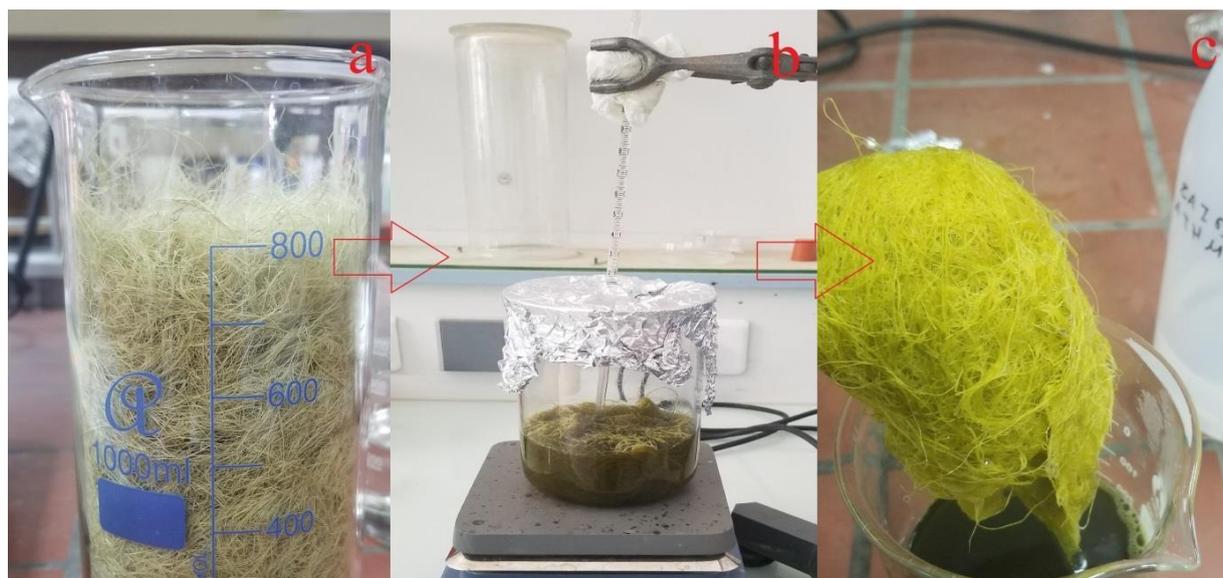


Figure II.3 : Traitement alcalin des fibres de DISS

- a) Fibres brutes lavées et séchées ; b) Immersion des fibres dans la solution de NaOH ;
c) Fibres traités

II.3.2 Blanchiment

Ce traitement permet de supprimer les colorations indésirables des fibres végétales et de les désinfecter en éliminant les micro-organismes, supprime également les hémicelluloses, les cires et la lignine en utilisant différents agents comme l'eau oxygénée et l'hypochlorite de sodium.

Notre protocole est basé sur l'immersion des fibres traitées par NaOH dans une solution de blanchiment, les détails sont donnés dans le tableau II.4.

Tableau II.4 : Conditions utilisées pour la réalisation d'un traitement de blanchiment

| Facteur | Valeur |
|--|--------|
| Masse de l'hydroxyde de sodium utilisée | 2.7 g |
| Volume d'eau distillé | 100 ml |
| Volume de l'hypochlorite (solution tampon) | 100 ml |
| Volume de l'acide acétique | 7.5 ml |
| Volume du peroxyde d'hydrogène | 200 ml |
| Masse de la fibre | 11 g |
| Température du système | 60 °C |
| Temps de traitement | 2 h |

Après le traitement, on enlève la fibre et on la lave jusqu'à neutralisation du PH avec l'eau distillée puis une mise à l'air libre et on termine avec une mise à l'étuve à 60 °C pendant 24h, la figure II.4 montre les changements de couleur de la fibre.

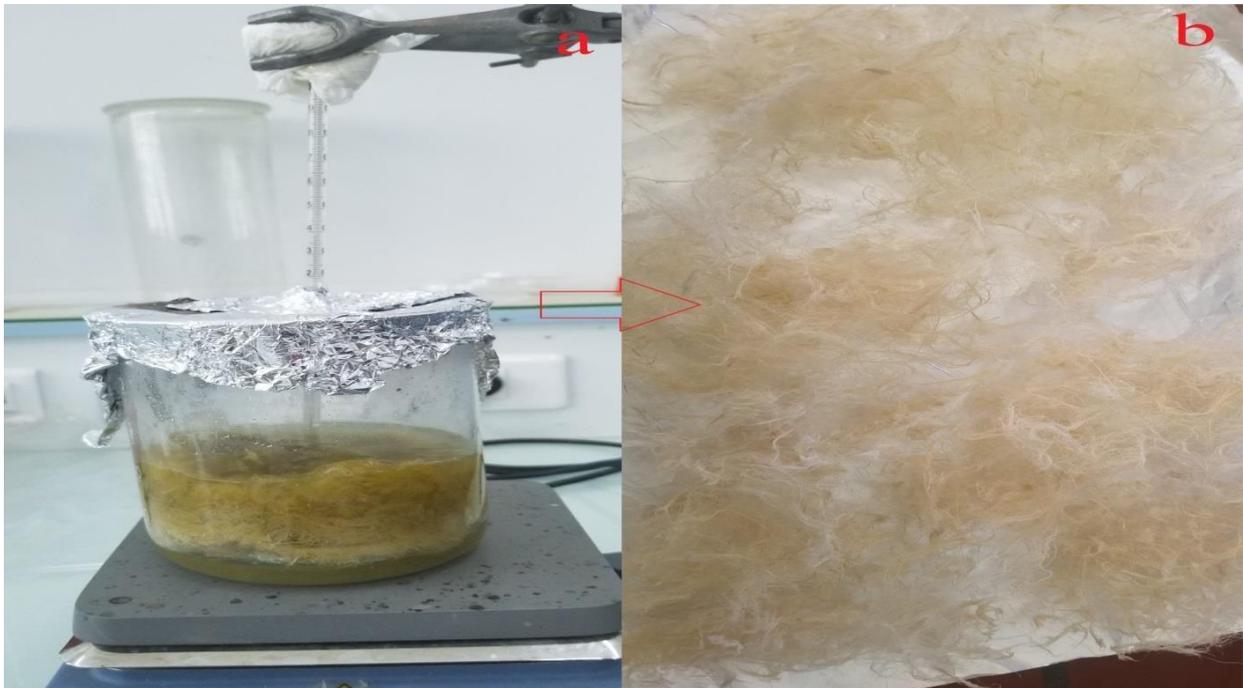


Figure II.4 : Blanchiment des fibres de DISS

a) Immersion des fibres dans la solution de blanchiment ($H_2O_2/NaClO$) ; b) Fibres blanchies et séchées

II.4 Mise en œuvre des composites

Afin d'obtenir les extrudats des composites PP/Fibre de DISS, un plastographe de marque BRABENDER (figure II.5) est utilisé. Chaque formulation y passe cinq minutes à l'intérieur, mélangée par les deux rotors d'une vitesse de 50 tr/min à l'aide d'une température de 180 °C.

La masse totale de chaque formulation doit être inférieure ou égale à 42g ce qui est parallèle à 55 cm³ (le volume de la chambre). Pour une formulation de 80% de la matrice et 20% de la fibre, des quantités de 32g et 8.8g respectivement ont été introduites, et ces masses peuvent être variables d'une fibre à l'autre et d'une matrice à l'autre tout en dépendant de la densité des échantillons.



Figure II.5 : Plastographe de marque Brabender

Les extrudats obtenus ont subi un découpage manuel après refroidissement, puis une mise à moule pour être introduits dans une presse hydraulique (figure II.6) à température égale à 180°C avec un temps de préchauffage de 5 minutes, dégazage 3 fois et un temps de compression de 3 minutes et on enlève le moule, on laisse refroidir pendant 5 à 10 minutes et on récupère les éprouvettes nécessaires pour les tests mécaniques.

Tableau II.5 : Composition des formulations matrice+ fibre

| formulation | Pourcentage (%) |
|--------------------|------------------------|
| PP | 100 |
| PP+DNT | 80/20 |
| PP+DT | 80/20 |



Figure II.6 : Presse hydraulique de marque CARVER (à gauche) et les éprouvettes obtenues (à droite)

II.5 Caractérisation des fibres de DISS

II.5.1 Composition chimique

À fin de révéler la composition chimique des fibres de DISS, un protocole proposé par **A. K. VARMA** et **P. MONDAL** a été suivi [50], dont la procédure détaillée est comme suivie :

a/Détermination du taux d'extractibles

Un échantillon séché de la fibre de masse G_0 a été introduite dans un bécher avec un mélange de benzène/éthanol. Ce dernier a été porté à une température de 60°C pendant 3h. Les échantillons ont ensuite été filtrés et séchés à 105°C afin d'obtenir une masse constante. Après, le résidu (G_1) est pesé.

Le taux d'extractibles est calculé suivant la relation II.1.

$$W_1(\%) = \frac{G_0 - G_1}{G_0} \times 100 \dots\dots\dots \text{II.1}$$

b/Détermination du taux de l'hémicellulose

Le résidu (G_1) est mis dans une solution de NaOH (20g. l^{-1}) et bouilli pendant 3.5 heures. Puis, l'échantillon est filtré et lavé plusieurs fois. Il est ensuite séché à 105°C jusqu'à

atteindre une masse constante, à la fin l'échantillon (G_2) est pesé.

Le taux d'hémicellulose suivant la relation II.2.

$$W_2 (\%) = \frac{G_1 - G_2}{G_0} \times 100 \dots\dots\dots \text{II.2}$$

c/Détermination du taux de la lignine

Un échantillon d'environ 2g a été pris du résidu séché G_1 . Il est plongé dans un bécher qui contient 45 ml d'acide sulfurique à 72% avec 15g de glaçons, ensuite le mélange est mis dans un réfrigérateur à une température d'environ 8°C pendant 24h. Le contenu du bécher est ensuite dilué avec 600 ml d'eau distillé et porté à l'ébullition pendant 1 heure. Ensuite il est rincé et filtré jusqu'à la disparition des ions de sulfate et séché. L'échantillon (G_3) est pesé.

Le taux de la lignine est calculé suivant la relation II.3.

$$W_3 (\%) = \frac{|G_3(1-W_1)|}{G_1} \times 100 \dots\dots\dots \text{II.3}$$

d/Détermination du taux de la cellulose

Par déduction le taux de la cellulose est calculé suivant la relation II.4.

$$W_4 (\%) = 100 - (W_1 + W_2 + W_3) \dots\dots\dots \text{II.4}$$

e/Détermination du taux de cendres

Pour déterminer le taux de cendres des fibres, le protocole suivi a été effectué comme suit :

- 2g de la fibre ont été mis dans un creuset.
- Etuvage des à 80°C pendant 24h.
- Mettre le creuset dans un four, chauffé jusqu'à 500°C pendant 2h.
- Refroidissement des échantillons à température ambiante.
- Le résidu est pesé afin de déterminer variation de masse des échantillons.



Figure II.7 : Fibres de DISS avant et après la combustion

La détermination du taux de cendres est calculée selon la relation II.5.

$$TC(\%) = \frac{m_i - m_f}{m_i} \dots\dots\dots II.5$$

m_i : Masse initiale de la fibre

m_f : Masse finale de la fibre

II.5.2 Détermination de la densité

La détermination de la densité de la fibre de DISS est déterminée selon la méthode psychométrique, suivant les étapes ci-dessous :

- Peser le pycnomètre vide (m_0)
- Peser 1g de la fibre de DISS et l'introduire dans le pycnomètre, puis tarer la balance et peser le pycnomètre et l'échantillon ensemble (m_1)
- Tarer la balance et ajouter de l'éthanol au pycnomètre contenant la fibre, ensuite peser le tout (m_2)
- Vider le pycnomètre, tarer la balance puis remplir le pycnomètre avec l'éthanol

et prendre la masse (m_3) lorsque ce protocole est réalisé, la mesure de la densité des fibres de DISS est déterminée selon la relation II.6.

$$\text{Densité } (d) = \frac{(m_1 - m_0)}{(m_3 - m_0) - (m_2 - m_1)} * d' \dots \dots \dots \text{II.6}$$

II.5.3 Spectroscopie Infrarouge à Transformé de Fourier (IRTF)

Les spectres infrarouges (IR) ont été obtenus à l'aide d'un spectrophotomètre à transformé de Fourier de modèle IRAffinity⁻¹ (SHIMADZU). Les spectres ont été enregistrés en mode transmittance dans le domaine 4000 cm⁻¹ à 400 cm⁻¹.

Les fibres à analyser sont broyées et mélangées avec le bromure de potassium (0.02 mg et 0.08mg respectivement). Ensuite ce mélange est compressé (figure II.8) pour prendre une forme de pastilles obtenue sous une pression de l'ordre de 80 KN.



Figure II.8 : Appareil de compression des fibres de DISS pour obtenir des pastilles

II.5.4 Taux d'humidité

Les fibres ont été séchées à une température de 70°C pendant 24h, ensuite pesés afin de mesurer les cinétiques d'absorption d'humidité à température ambiante, cette méthode consiste à suivre l'évolution de masse des échantillons au cours du temps, mesurée à un intervalle régulier sur une période totale de 08 jours.



Figure II.9 : Etalement des fibres de DISS pour l'absorption de l'humidité

II.5.5 Diffraction des Rayons X

La fraction cristalline des fibres est évaluée à l'aide d'un diffractomètre Panalytical X'Pert Pro MPD configuré en mode réflexion et utilisant une source au $CuK\alpha$ (longueur d'onde $\lambda=1.54 \text{ \AA}$) générée à 45kV et 45mA. Le diffractogramme a été enregistré à température ambiante pour un angle 2θ allant de 5 à 80° avec un pas de 0.039° et un temps de comptage de 16s. Une fente programmable a été utilisée comme optique primaire permettant d'irradier une surface d'environ 10mmx10mm. En parallèle, un détecteur PIXcel (Panalytical) a été utilisé comme optique secondaire afin de mesurer l'intensité diffractée.

L'indice de cristallinité du matériau est défini comme étant le rapport entre la masse (ou la surface) de la phase cristalline sur la masse (ou la surface) totale de l'échantillon. L'indice de cristallinité est alors déterminé à l'aide de la méthode de Segal et al. [85].

II.6 Caractérisation des composites

II.6.1 Test de choc

Ce test a été réalisé grâce à un appareil de marque CEAST, type RESILIMPACTOR, avec un marteau de 7,5 kg (figure II.10) selon la norme EN ISO 180 :2000.

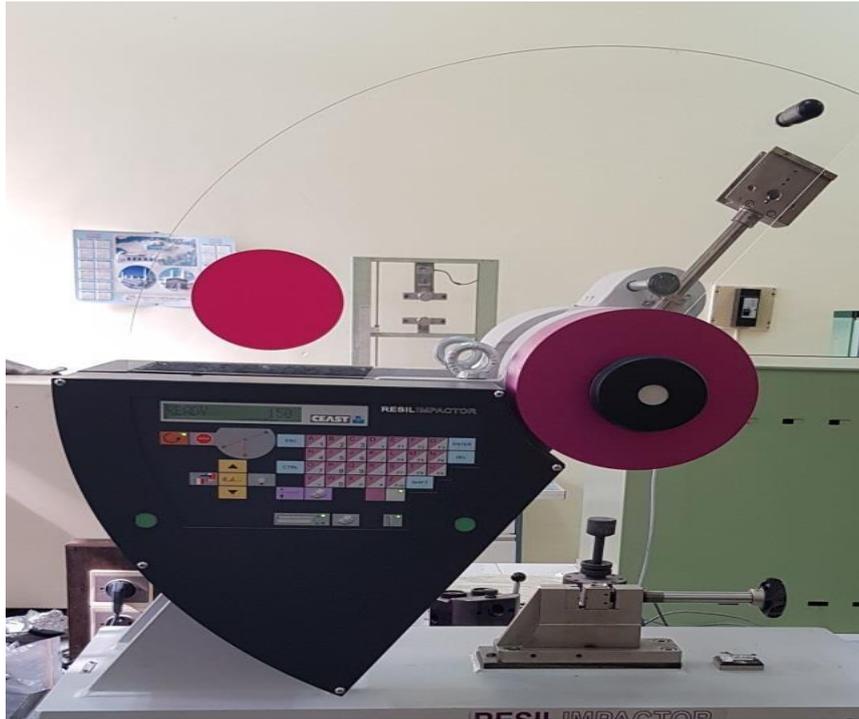


Figure II.10 : Essai de choc

L'éprouvette de largeur ($b=12.5\text{mm}$) et d'épaisseur ($h=2\text{mm}$) étant fixé à distance verticalement, et le percuteur est lancé afin de la rompre puis enregistrer l'énergie cinétique pour le calcul de la résilience selon la relation II.7.

$$a_n = \frac{A_n}{b.h} \dots \dots \dots \text{II.7}$$

a_n : Résilience de l'éprouvette sans entaille (J/mm^2)

A_n : Energie cinétique pour rompre l'éprouvette sans entaille (Joule)

b : Largeur de l'éprouvette (mm)

h : Épaisseur de l'éprouvette (mm)

II.6.2 Test de traction

Cet essai (réalisé à l'aide d'une machine de traction de marque Zwick) est basé sur l'allongement de l'éprouvette le long de son axe principal à une vitesse constante ($2\text{mm}/\text{min}$) jusqu'à sa rupture. la charge exercée sur l'éprouvette de largeur ($b=5\text{mm}$) et d'épaisseur ($h=2\text{mm}$) et son allongement sont mesurés et tirés sous forme d'un tableau à partir d'un graphe donnant la variation de la contrainte en fonction de la déformation.

La figure II.11 montre l'éprouvette de traction avant et après rupture.

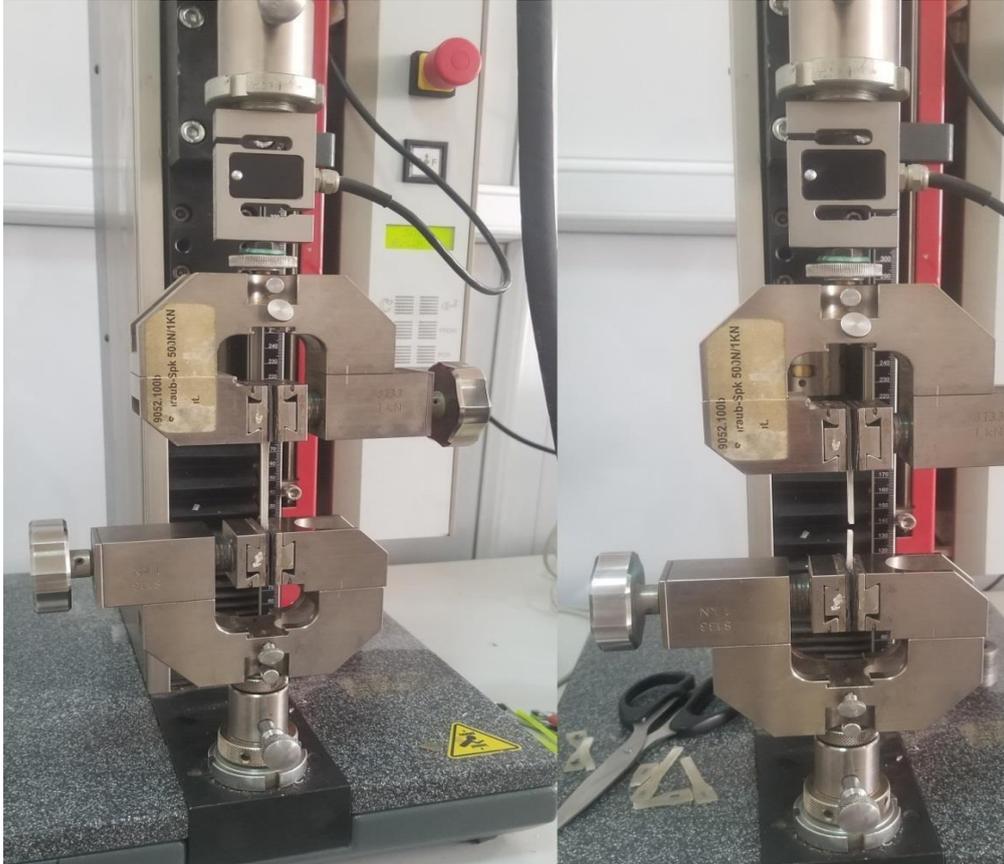


Figure II.11 : Essai de traction sur une éprouvette du PP

- La contrainte à la rupture en (N/m²) est donnée par la relation II.8.

$$\sigma_r = \frac{F_r}{S} \dots \dots \dots \text{II.8}$$

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

S : Section initiale (m²)

- L'allongement à la rupture en (%) est déterminé en suivant II.9.

$$\epsilon_r = \frac{\Delta l_r}{l_0} \dots \dots \dots \text{II.9}$$

$\Delta l_r = l - l_0$: Déformation à la rupture (mm)

l_0 : Longueur initiale de l'éprouvette (mm)

l : Longueur finale de l'éprouvette (mm)

- Le module d'élasticité en (N/m²) est déduit selon la relation II.10.

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \dots \dots \dots \text{II.10}$$

σ : Contrainte (N/m²)

ε : Allongement (%)

II.6.3 Spectroscopie Infrarouge à Transformé de Fourier (IRTF)

Le même protocole est utilisé pour obtenir les spectres IR (figure II.12) des composites PP+DNT et PP+DT est le même que celui des fibres sauf que pour les composites des films fins ont été employés.

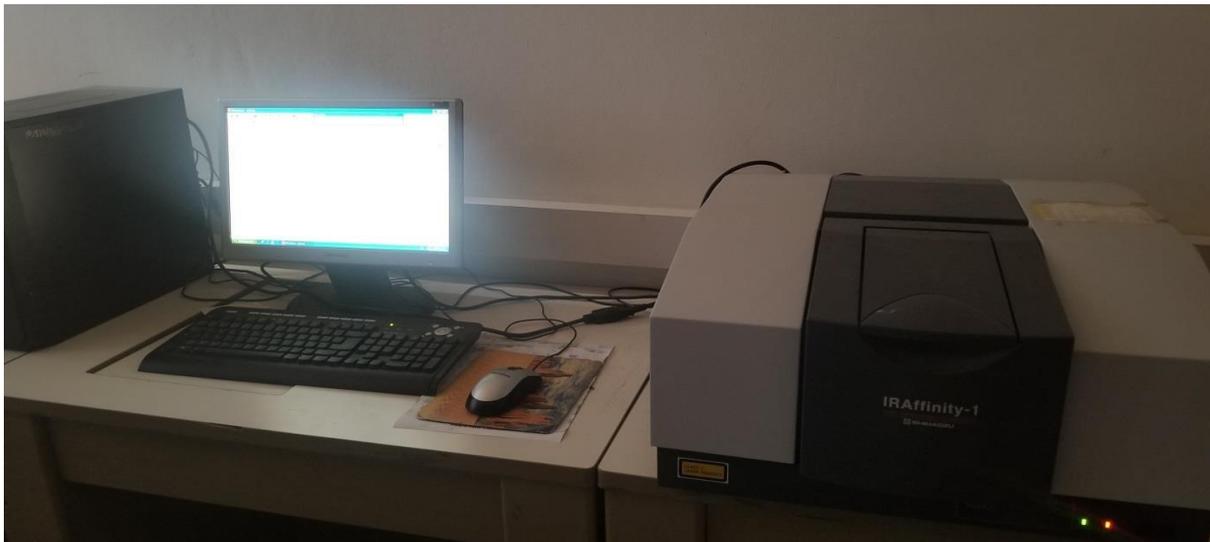


Figure II.12 : Spectrophotomètre a transformée de Fourier

II.6.4 Taux d'humidité

Les éprouvettes des composites (figure II.13) ont subi le même protocole que celui des fibres pour déterminer le taux d'humidité.



Figure II.13 : Etalement des éprouvettes (composites) pour l'absorption de l'humidité

Le taux d'humidité est déterminé selon la relation II.11.

$$TH(\%) = \frac{m_t - m_0}{m_0} * 100 \dots \dots \dots II.11$$

m_0 : Masse initiale de l'échantillon

m_t : Masse de l'échantillon à l'instant t

II.6.5 Taux d'absorption d'eau

Les éprouvettes de 2,5 mm d'épaisseur sont étuvées durant 12h à 70°C ensuite refroidis dans un dessiccateur, puis pesés immédiatement après (m_0), immergés dans l'eau distillée à pH= 6 et à une température ambiante. Selon la norme ASTM D570.

Un suivi périodique de la variation du poids est réalisé (m_t). Avant d'effectuer chaque pesée, la quantité d'eau en excès est éliminée en essuyant l'échantillon.



Figure II.14 : Test d'absorption de l'eau par les éprouvettes PP, PP+DNT et PP+DT

Le taux d'absorption d'eau est déterminé par la relation II.12

$$WA(\%) = \frac{m_t - m_0}{m_0} * 100 \dots \dots \dots II.12$$

m_0 : Masse initiale de l'éprouvette

m_t : Masse de l'éprouvette à l'instant t

II.6.6 Angle de contact

L'angle de contact représente l'aptitude d'un liquide à s'étaler par mouillabilité sur une surface. La méthode consiste à mesurer l'angle de la tangente du profil d'une goutte déposée sur le substrat. Elle permet de mesurer l'énergie de surface du liquide ou du solide et leurs composantes polaire et apolaire, ce qui permet de déduire le caractère hydrophile ou hydrophobe d'une surface.

Les angles de contact sont mesurés sur un appareil Digidrop (GBX, *Romans*) équipé d'une caméra vidéo, une goutte de (0,50 µL) est déposée sur la surface à analyser et interprété grâce à un logiciel d'exploitation. La photographie de la goutte est prise 0.09s après son dépôt. Les mesures ont été réalisées à 23°C en les répétant une quinzaine de fois pour chaque couple eau/échantillon.

II.6.7 Diffraction des Rayons X

Le taux de cristallinité des composites est évaluée avec la même méthode et les mêmes conditions que les fibres de DISS et le taux est donné dans la relation II.13.

$$TC(\%) = \frac{S_{cristalline}}{S_{totale}} \dots\dots\dots II.13$$

S_{cristalline} : Surface de la phase cristalline

S_{totale} : Surface totale de l'échantillon

CHAPITRE III
RESULTATS ET DISCUSSION

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSION

Dans ce dernier chapitre, nous allons exposer et commenter les résultats des tests et analyses obtenus en se basant sur les modes opératoires détaillés dans le chapitre précédent. Nous allons commencer par la caractérisation des fibres de DISS puis des composites chargés de fibres à 20 % en poids.

III. Caractérisation de la fibre de Diss

III.1 Composition chimique des fibres de DISS

La composition chimique des fibres de DISS brutes en cellulose, hémicellulose, lignine, extractibles et cendres est donnée dans le tableau III.1.

Tableau III.1 : Composition chimique des fibres de DISS

| Composants | Fraction massique (%) | Fraction massique (%) | Fraction massique (%) |
|---------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| | Fibre de DISS brute | fibre de DISS traitée | Fibre de DISS [46] |
| Cellulose | 32.04 | 48.36 | 32.33 |
| Hémicellulose | 35.9 | 22.43 | 27.70 |
| Lignine | 19.21 | 18.17 | 22.37 |
| Extractibles | 11.9 | 9.03 | 6.49 |
| Cendres | 0.95 | 2.01 | 3.33 |

Les résultats ci-dessus sont proches de ceux trouvés par **H.Zergane et al.** [46] et ceux de **May et Moussa** [47]. Cette différence des taux des constituants dans les fibres végétales est due à la période de récolte, la zone géographique, les méthodes d'extraction et les nutriments présents dans le sol [48]. Après traitement alcalin on constate une diminution des taux de lignine, hémicellulose et extractibles ainsi qu'une augmentation du taux de cellulose. Ce résultat est attribué à la dissolution partielle de l'hémicellulose (carbohydrates et polysaccharides) ainsi qu'à une détérioration partielle de la lignine, pectine et hémicellulose par le traitement alcalin [85].

III.2 Densité des fibres de DISS

Le tableau III.2 montre les résultats de la densité des fibres de DISS, obtenus par la méthode pycnométrique.

Tableau III.2 : Résultats obtenus pour la mesure de la densité des fibres de DISS

| N° d'essai | FDNT | FDT |
|------------|-----------------|-----------------|
| 1 | 1.42 | 1.39 |
| 2 | 1.44 | 1.40 |
| 3 | 1.43 | 1.38 |
| Moyenne | 1.42 ± 0.01 | 1.39 ± 0.01 |

En comparant les résultats du tableau III.2 à celles des autres fibres végétales comme le Jute (1.38–1.40) et le sisal (1.45) [23], nous concluons que la densité des fibres de DISS est proche de celles des autres fibres utilisées dans le domaine des composites (jute et sisal).

En ce qui concerne les fibres traitées à la soude, leur densité est diminuée de 2 %, ce qui s'explique par la disparition des produits solubles (pectines et extractibles) qui sont absorbés par la soude [5].

III.3. Analyse IRTF des fibres de DISS

La spectroscopie IRTF est une méthode d'analyse qui a été employée dans le présent travail afin d'examiner tout changement apparu sur la structure chimique des fibres de DISS après leurs traitements. La figure III.1 présente les spectres IRTF des fibres de DISS non traitées (DNT) et traitées (DT).

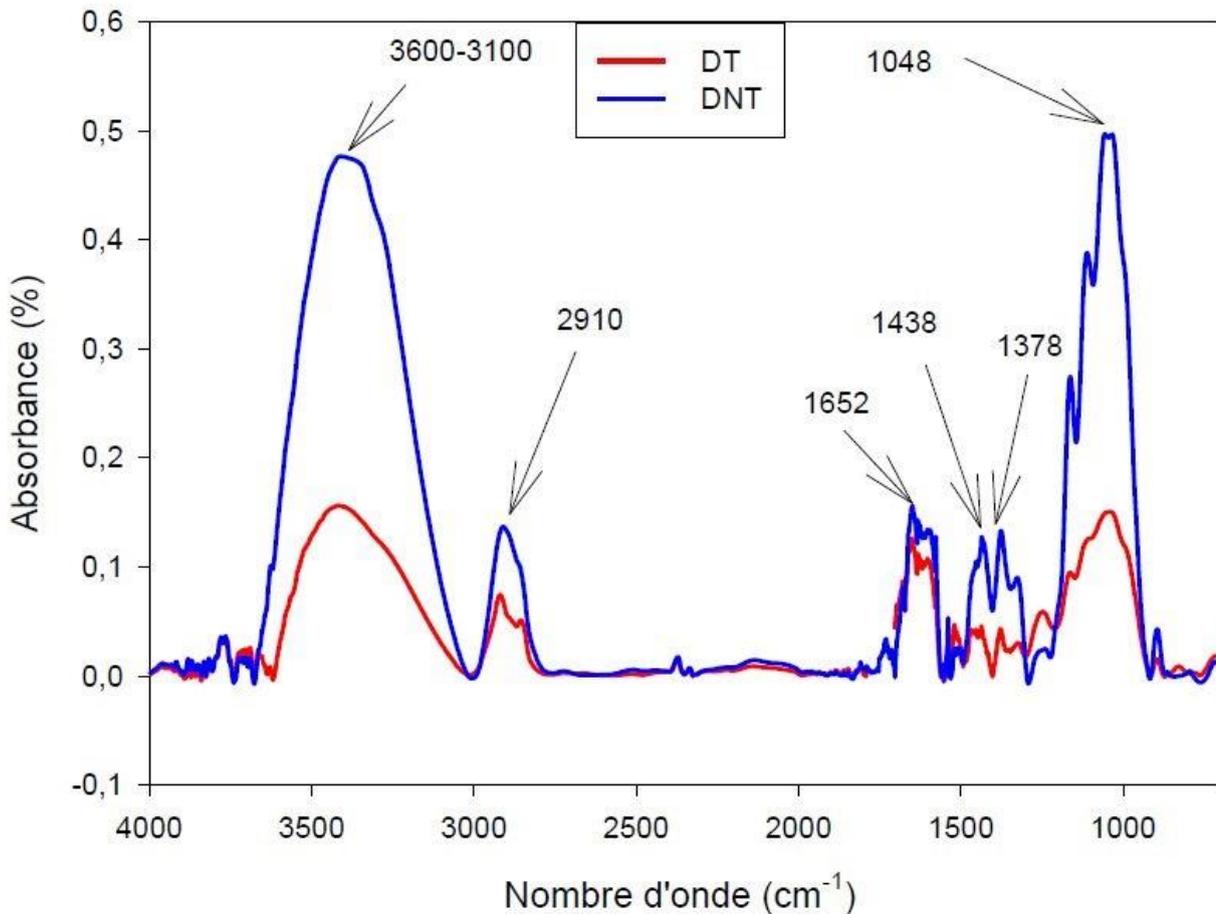


Figure III.1 : Spectres IRTF des fibres de Diss non traitées (DNT) et traitées (DT)

D'après la figure III.1, les spectres IRTF des fibres de DISS brutes et traitées (DNT et DT) montrent la présence de plusieurs bandes d'absorption :

- Une large bande de forte intensité entre $3600 - 3100 \text{ cm}^{-1}$ représente l'apparition des liaisons hydrogènes du réseau inter et intramoléculaire de la cellulose, ainsi que les groupements hydroxyles libres (O-H) de la cellulose et de l'hémicellulose.
- Une bande large d'intensité moyenne centrée à 2910 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation des liaisons C-H des groupements CH et CH₂ de la cellulose et de l'hémicellulose.
- Un petit pic à 1742 cm^{-1} correspondant aux groupements carbonyles C=O des fonctions esters de la lignine et hémicellulose.
- Deux faibles pics à 1580 et à 1450 cm^{-1} provenant des vibrations des liaisons C=C des cycles aromatiques.
- Un autre pic se manifeste à 1642 cm^{-1} et correspond l'absorption d'eau.

- Deux pics sont observés à 1242 et 1378 cm^{-1} représentés les vibrations de déformations des liaisons C-H des groupements CH_2 dues à la présence de la cellulose et l'hémicellulose.
- Une large bande entre 920-1220 cm^{-1} centrée à 1055 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongations des liaisons C-O-C des groupements hydroxyles et éthers de la cellulose. (Alcools primaires)

Ces résultats sont en accords à ceux trouvés dans littérature par C. May et al. [79] et A. Célineo et al. [80].

Dans le cas de la fibre de DISS traitée, l'intensité des bandes centrées à 3420, 2910 et 1055 cm^{-1} diminuent significativement. De plus, l'intensité des pics localisés à 1378, 1442, 1742, 1660, 897, et 565 cm^{-1} diminuent après traitement alcalin des fibres. Ce résultat est attribué à une dissolution partielle de l'hémicellulose dans la solution alcaline ainsi qu'à l'élimination partielle de la lignine. Ce résultat est en accord avec ceux de la composition chimique et également observé par S.Alaswad et al. [88].

III.4 Taux d'humidité des fibres de DISS

Le graphe dans la figure III.2 représente la variation du taux d'humidité des fibres de DISS non traités et après traitement avec NaOH.

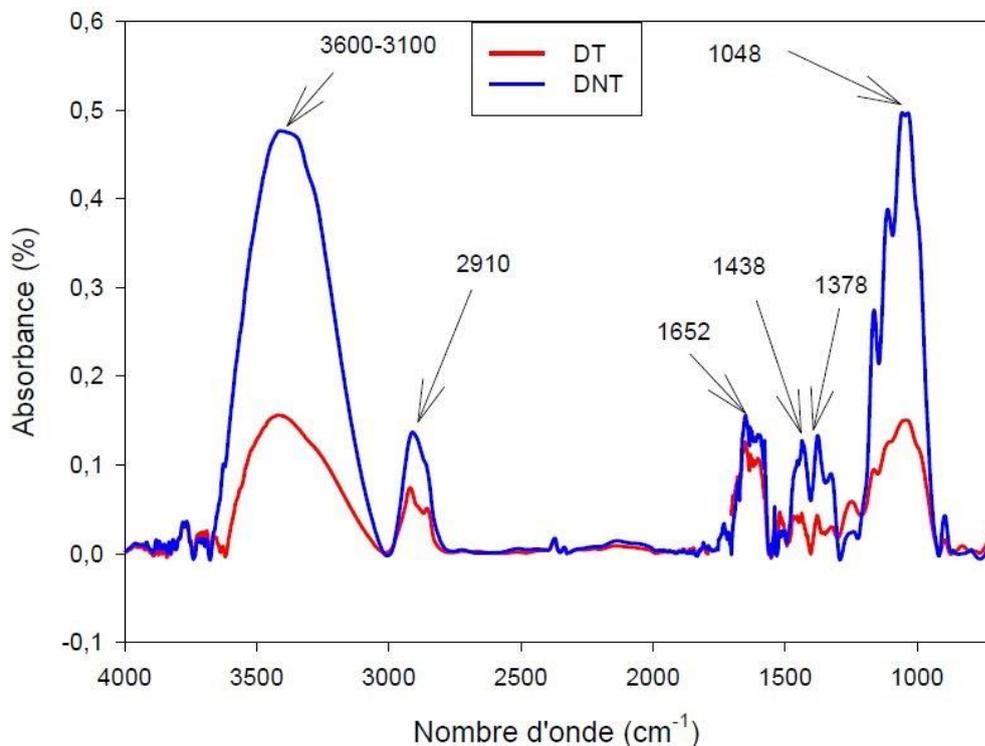


Figure III.2 : Taux d'absorption d'humidité des fibres de DISS traitées et non traitées

On remarque que les fibres de DISS non traitées absorbent plus d'humidité (8.12%) par rapport aux fibres traitées (7.26 %) avec une différence de 0.86 %. Ces résultats obtenus sont en accord avec celles des fibres de chanvre et de coco qui est de 8 % chacune [50] et ceux de M.Bourahli (8.20%) qui concerne les fibres de DISS [24]. Selon Hill, Norton et Newman (The Influence of Chemical and Thermal Treatments on the DISS Fiber Hygroscopic Behaviors Mustapha Nouri), la capacité d'absorption d'eau augmente avec l'accessibilité aux groupes (-OH) et du taux de lignine des fibres. Ceci s'explique par la capacité du réseau de lignine à se déformer pour recevoir les molécules d'eau à l'intérieur des cellules.

La diminution du taux d'absorption des fibres de DISS traitées s'explique par la réduction des groupements hydroxyles comme le montre les spectres IRTF de la figure III.1. Plus la teneur en groupements hydroxyles est faible, plus le taux d'humidité à l'équilibre diminue [49].

III.5 Analyse DRX des fibres de DISS

La figure III.3 représente les Diffractogrammes des fibres de DISS traitées et non traitées.

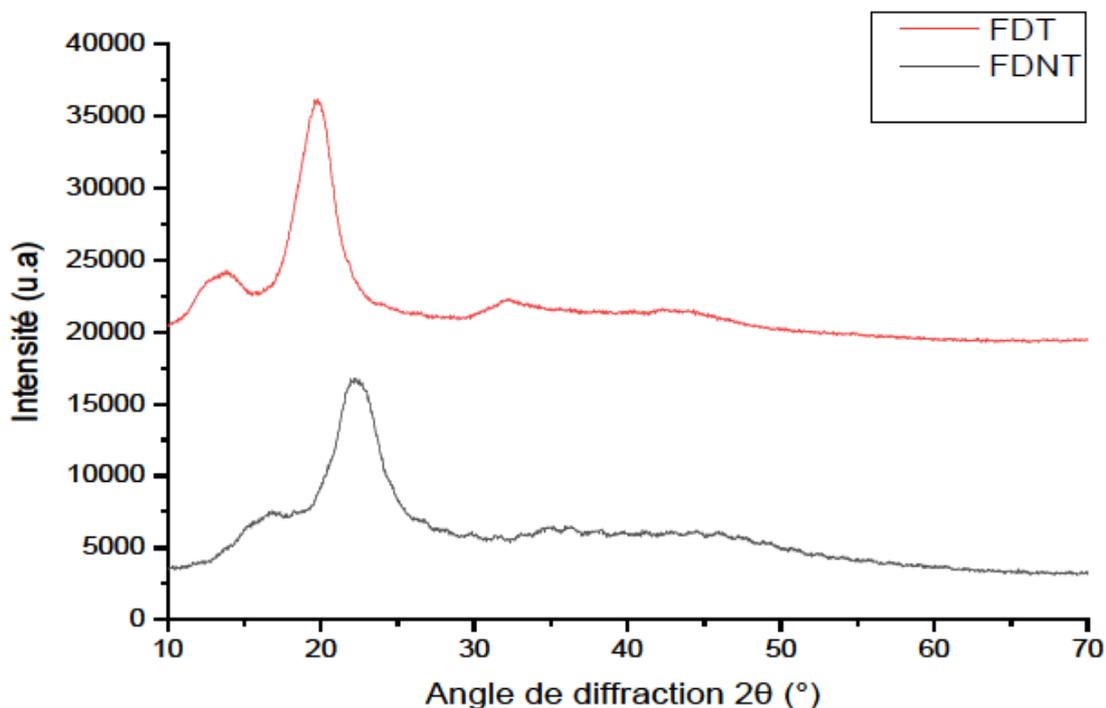


Figure III.3 : Diffractogrammes des fibres de DISS traitées et non traitées

D'après les spectres on constate que tous les deux spectres contiennent deux pics qui sont particulièrement bien définis pour les fibres végétales. La présence de ces pics de diffraction montre

que les fibres traitées et non traitées sont semi-cristallines. Ces deux pics situés à $2\theta = 13.96^\circ$ et $2\theta = 20^\circ$ peuvent être attribués à la cellulose I. On observe aussi qu'après le traitement, ces deux pics deviennent plus intenses que ceux de la fibre de palmier dattier non traitée, ce qui est attribué à la dissolution d'une partie des matériaux amorphes recouvrant la fibre.

L'analyse de ces diffractogrammes nous a permis de déterminer le taux de cristallinité de divers composites élaborés par la méthode **Segal** [85]. Ces résultats sont résumés dans le tableau III.3.

Tableau III.3 : Taux de cristallinité des fibres de DISS avant et après le traitement

| Échantillons | FDNT (%) | FDT (%) |
|---------------------------|----------|---------|
| Taux de cristallinité (%) | 39 | 45 |

D'après les résultats du tableau, on observe que le taux de cristallinité de la fibre de DISS a augmenté avec le traitement. On note aussi une augmentation de la taille des cristallites de la fibre traitée par rapport à celle non traitée, ceci peut être expliqué par la réduction de la quantité de composants amorphes présents dans la fibre (solubilisation des hémicelluloses, graisses et cires).

Ces résultats sont en accord avec ceux de K.Bledzki et al. [89] et ceux de A.Maghchiche et al. [86].

III.6 Analyse IRTF du PP vierge et composites PP+DNT, PP+DT

Les spectres IRTF du PP et des composites obtenus avec des fibres de DISS brute et traitée à 20% en poids sont présentés dans la figure III.4.

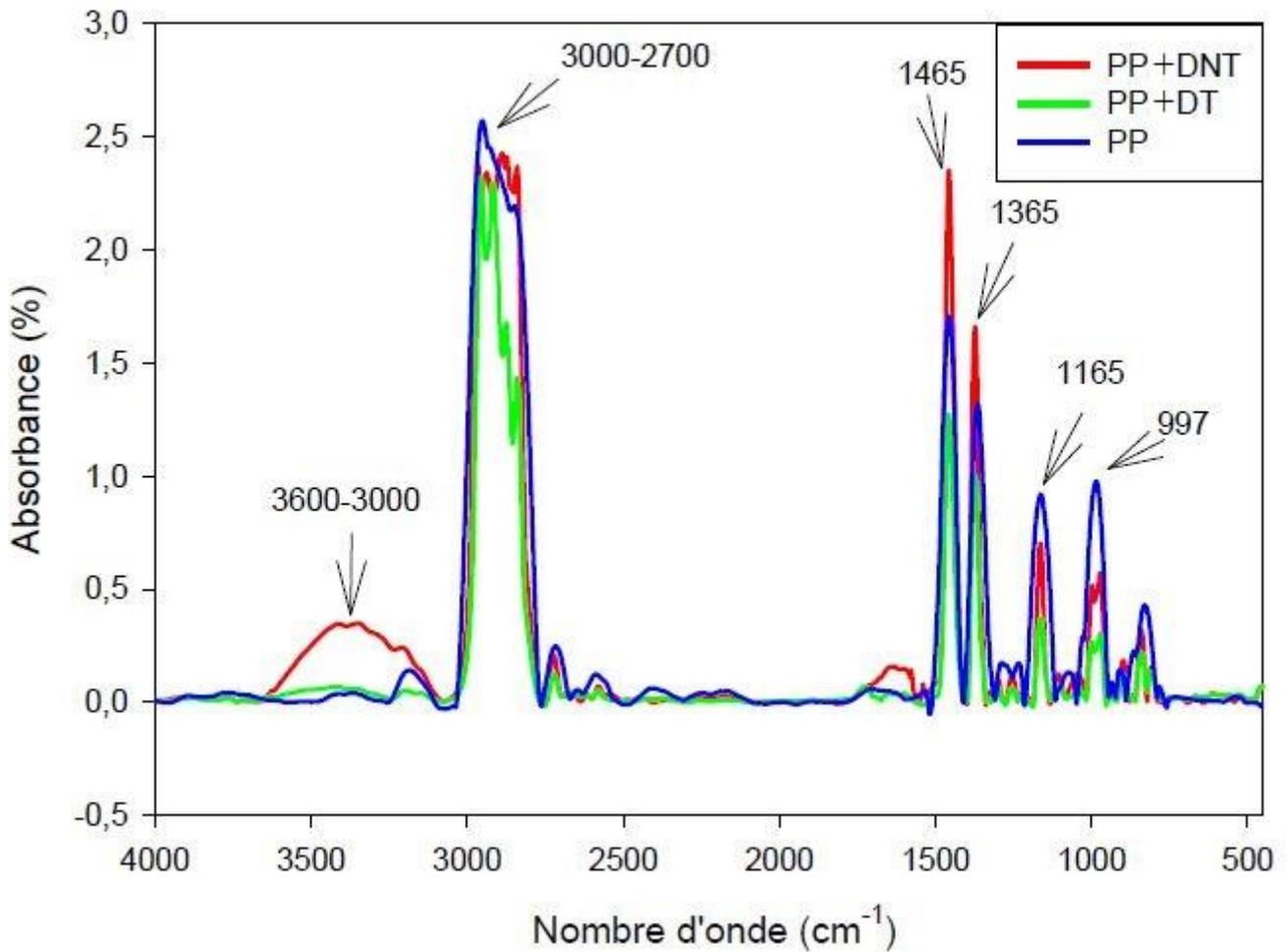


Figure III.4 : Spectres IRTF du PP et des composites PP+DNT et PP+DT

Les spectres IRTF du PP (figure III.4) montre des bandes caractéristiques du PP et des composites.

- Une bande large et intense entre 3000 et 2700 cm^{-1} attribuée aux vibrations d'élongation des groupements CH , CH_2 et CH_3 symétriques et asymétriques du PP.
- Un pic intense localisé à 1465 cm^{-1} dû vibrations de déformation des groupements CH_2 et CH_3 asymétriques du PP.

- Un autre pic se manifeste à 1365 cm^{-1} liée à la déformation asymétrique des CH_3 .
- Un pic à 1165 cm^{-1} dû aux vibrations de valence des liaisons C-C et d'élongation des groupements CH.
- Un pic à 997 cm^{-1} correspond à la déformation des CH hors plan.

Ces résultats sont proches à ceux apportés de A. Boukerrou et al [82] et ceux de Catto et al [83]. Avec l'ajout des fibres on note l'apparition des bandes d'absorption relatives à cette dernière et localisés à 3400 cm^{-1} et 1635 cm^{-1} . Ces deux bandes sont plus intenses en présence des fibres de DISS non traitées.

III.2.1 Taux d'humidité du PP vierge et composites PP+DNT et PP+DT

La figure III.5 montre la cinétique d'absorption d'humidité du PP vierge et les composites en fonction du temps.

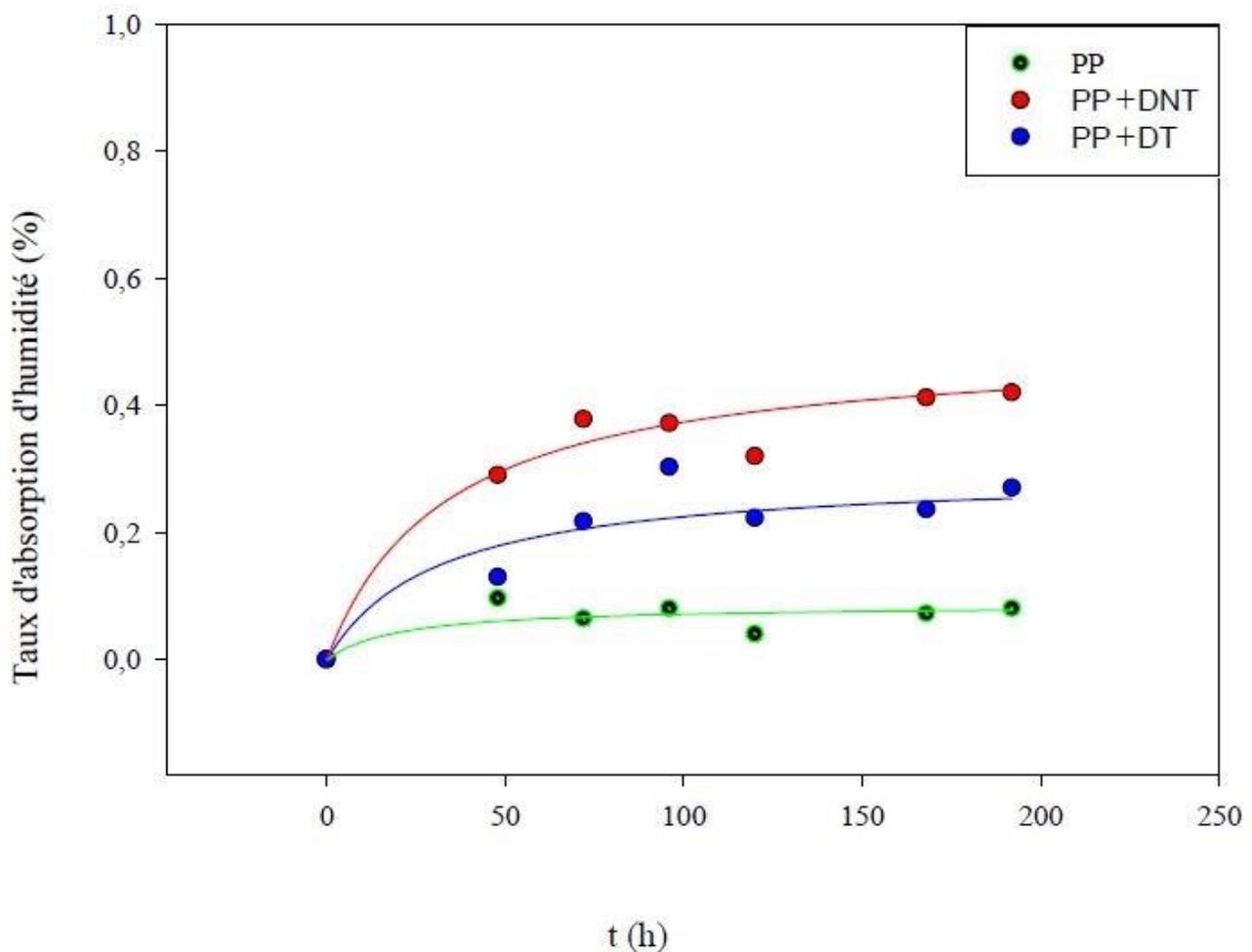


Figure III.5 : Taux d'humidité des composites PP+DNT, PP+DT comparés au PP vierge

On observe que le PP a le plus faible taux absorption d'humidité. Ceci explique sa faible capacité hygroscopique. On constate également que les courbes du taux d'absorption d'humidité des composites PP+DNT et PP+DT présentent la même allure. Cette allure montre une infiltration rapide au stade initial, l'humidité pénètre principalement entre les vides et les microfissures préexistantes. Après environ 120 heures de son exposition à l'air libre et à température ambiante jusqu'à la fin d'expérience (200 heures), la courbe devient quasiment constante. La raison de l'augmentation de l'absorption d'humidité des composites par rapport au PP vierge est due à la nature hydrophile des fibres DISS.

De plus, la capacité d'absorption des composites PP+DT est inférieure à celle des composites PP+DNT. Ceci indique que le traitement alcalin a un effet positif sur l'hydrophilie du polymère par l'élimination des composants non cellulose et la diminution des groupes hydroxyle [85].

III.2.2 Taux d'absorption d'eau du PP vierge et composites PP+DNT et PP+DT

La figure III.6 représente les résultats d'absorption de l'eau de la matrice polymère et les composites en fonction du temps.

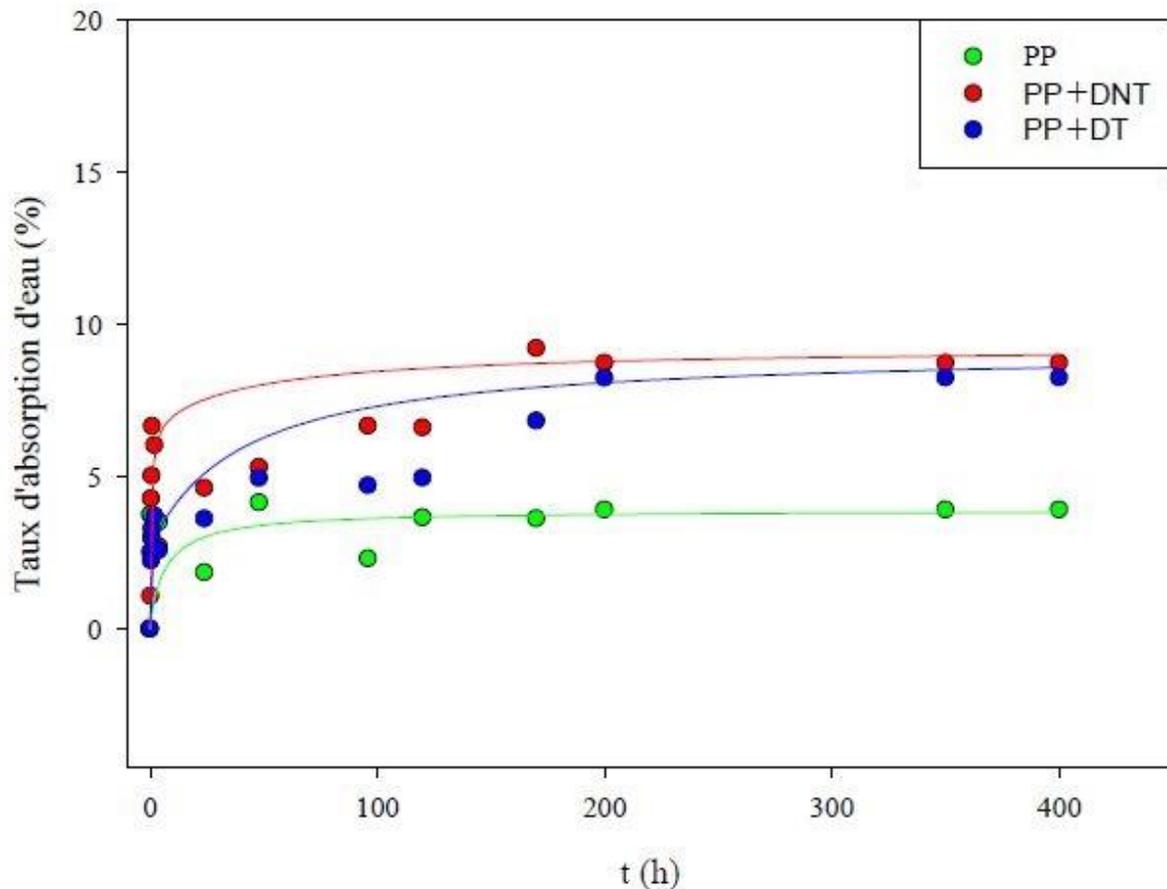


Figure III.6 : Taux d'absorption d'eau du PP vierge et des composites PP+DNT et PP+DT

La figure III.6 montre après immersion du PP, PP+DNT et PP+DT dans l'eau une augmentation du gain de poids des échantillons avec l'augmentation de la période d'immersion. On remarque que le polymère brut absorbe moins que les composites.

La courbe d'absorption d'eau des composites (PP+DNT et PP+DT) indique que la pénétration rapide se produit au stade initial où l'eau pénètre principalement entre les vides et les microfissures préexistantes. Cette courbe devient presque constante après une durée d'immersion d'environ 200 heures jusqu'à la fin de la durée (450 heures) à température ambiante. Elle implique une augmentation significative du taux d'absorption puis une stabilisation au sein du matériau à l'approche de la saturation qui peut être attribuée à un gonflement des composants lorsque l'équilibre final est atteint. Le responsable de cette augmentation en comparant avec celui de PP vierge est le caractère hydrophile de la fibre de DISS. Il est admis que dans un environnement humide, les molécules d'eau pénètrent rapidement dans l'interphase des composés entre la fibre et le polymère à cause du phénomène de capillarité.

En outre, L'absorption du composite PP+DT est plus faible que celle du composite PP+DNT. Cela, indique que le traitement agit positivement sur l'hydrophilie du polymère. Ce résultat suggère également une meilleure adhésion interfaciale entre les fibres traitées et la matrice PP ce qui induit une diminution du nombre de sites accessibles à l'eau.

Ces résultats sont tout à fait proches à ceux rapportés dans littérature par B. Redjel et al [84].

III.2.3 Angle de contact du PP vierge et composites PP+DNT et PP+DT

La figure III.7 représente les angles de contact de la matrice PP vierge et ceux des composites PP+DNT et PP+DT produits en étalant une goutte d'eau sur chacun de ces échantillons.

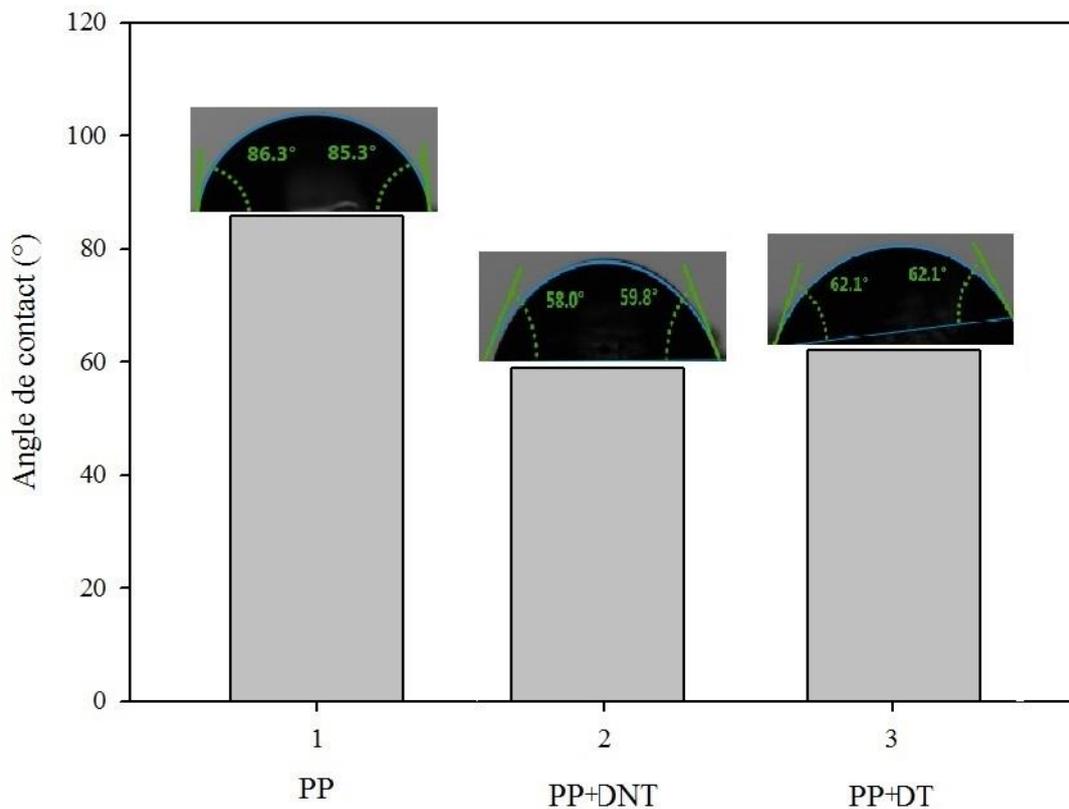


Figure III.7 : Angles de contact du PP vierge et des composites PP+DNT et PP+DT

D'après la figure III.7, on constate que le polymère possède un caractère hydrophobe ($\Theta = 85,8^\circ$). Cependant, l'ajout de la fibre non traitée a diminué son hydrophobie ($\Theta = 62,1^\circ$) ce qui est dû au caractère très hydrophile de cette dernière. On remarque aussi que la fibre traitée au NaOH baisse d'avantage l'angle de contact ($\Theta = 58,9^\circ$) ce qui est en cohérence avec les résultats du test d'absorption d'eau.

L'explication adéquate à ce phénomène d'après les travaux de Wink et Van den Akker [86] qui montrent que la rugosité affecte énormément le mouillage ou le non mouillage d'un système est qu'on augmentant la rugosité, l'angle de contact augmente également par la présence de bulles d'air hydrophobes, et puisque les fibres de DISS sont naturellement rugueuses et cette rugosité augmente après le traitement [87] cela explique la diminution de l'angle de contact en passant du PP vierge au PP+DNT et ensuite celui du PP+DT.

III.7 Test de traction du PP vierge et composites PP+DNT et PP+DT

Le tableau III.4 montre les résultats des tests de traction exercés sur les éprouvettes de la matrice et les composites. Les modules de Young, les contraintes à la rupture ainsi que les déformations à la rupture sont tirés à partir des graphes de la contrainte en fonction de l'allongement.

Tableau III.4 : Résultats des tests de traction du PP, PP+DNT et PP+DT

| Formulations | Module de Young (MPa) | Contrainte à la rupture (MPa) | Déformation à la rupture (%) |
|--------------|-----------------------|-------------------------------|------------------------------|
| PP | 814 ± 82 | 29,5± 1,1 | 13,87 ± 1,8 |
| PP+DNT | 974 ± 172 | 32± 1,1 | 5,48 ± 0,8 |
| PP+DT | 1048 ± 157 | 26,30± 1,3 | 5,855 ± 0,4 |

D'après les résultats du tableau III.4, nous constatons que le module de Young a augmenté de 16% pour le composite PP+DNT et 22% pour le PP+DT comparés au PP vierge et cela est dû à l'incorporation des fibres de DISS à 20% en poids dans la matrice polypropylène. La rigidité des composites PP+DT est plus élevée que celle des composites PP+DNT. Le traitement alcalin élimine certains matériaux amorphes comme la lignine et l'hémicellulose ce qui améliore la cristallinité du matériau [55] et par conséquent sa rigidité. Ces résultats sont en accord avec les résultats obtenus par de nombreux auteurs pour des composites

polypropylènes et fibres végétales [56, 57, 58].

Pour les contraintes à la rupture, nous remarquons une baisse de celle-ci dans le PP+DNT par rapport au PP vierge et une augmentation dans le PP+DT, et cela comme l'ont mentionné certains auteurs [59, 60, 61] n'est pas la cause du traitement, mais plutôt la taille des fibres et leur répartition dans la matrice, ils ont constaté que la contrainte augmente en fonction de la taille des fibres. L'amélioration du module de Young accompagnée d'une légère amélioration de la contrainte à la rupture pour les composites PP+DT est un résultat intéressant qui permettra des applications potentielles de ces composites dans divers domaines.

La déformation à la rupture, quant à elle, plus importante dans le PP vierge et faible pour le PP+DT et encore plus faible dans le PP+DNT, ce qui est tout à fait normal parce que la présence de fibres rigides provoque des problèmes d'interfaces au niveau des composites ce qui conduit à la rupture précoce de ces derniers.

III.8 Test de choc (Izod) du PP vierge et composites PP+DNT, PP+DT

L'histogramme de la figure III.8 nous donne la résistance au choc pour le PP vierge et celles des composites PP+DNT et PP+DT.

Cette figure dévoile une baisse de la résistance au choc après l'ajout de la charge végétale au polypropylène et baisse encore pour le composite chargé de fibres traités.

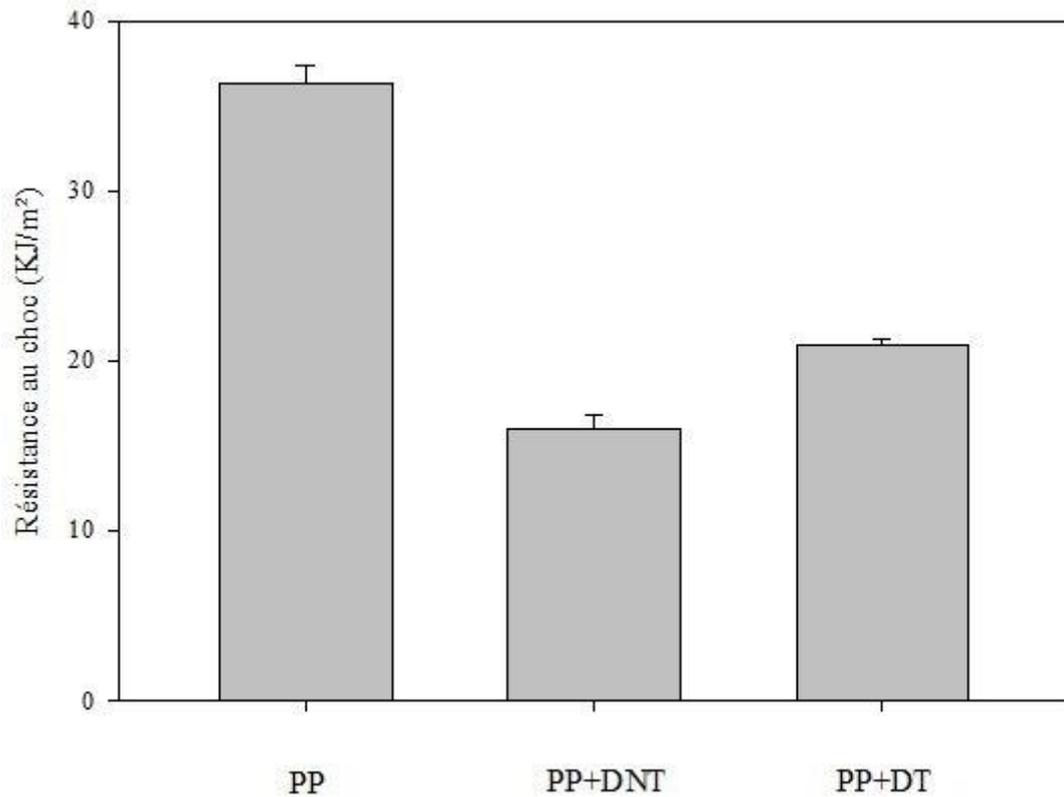


Figure III.8 : Résistance au choc des composites PP+DT et PP+DNT comparés au PP vierge

Le PP vierge présente une résistance à la traction ($a_n=36.38 \text{ KJ/m}^2$), celle du PP+DNT est de l'ordre de ($a_n=20.93 \text{ KJ/m}^2$), quant à celle du PP+DT, elle est plus faible que les deux autres ($a_n=15.98 \text{ KJ/m}^2$). Les résultats du polypropylène sont en accord avec les travaux de C. Domínguez [63], et ceux des composites avec les travaux de M. Khalid et al [65].

Pour améliorer ces propriétés mécaniques, l'ajout d'un agent de couplage est nécessaire afin d'améliorer les interactions interfaciales entre la matrice et la fibre végétale [56], le taux de fibres peut également influencer sur cette propriété, un excès de matières végétales fragilise la matrice [66, 67]. Un autre phénomène peut nuire aux performances mécaniques, certains auteurs l'attribue à la présence d'humidité dans les matériaux composites qu'il est nécessaire d'éliminer partiellement ou totalement [64].

III.9 Analyse DRX du PP vierge et composites PP+DNT et PP+DT

La figure III.9 présente les diffractogrammes du PP et des composites PP+DT et PP+DNT.

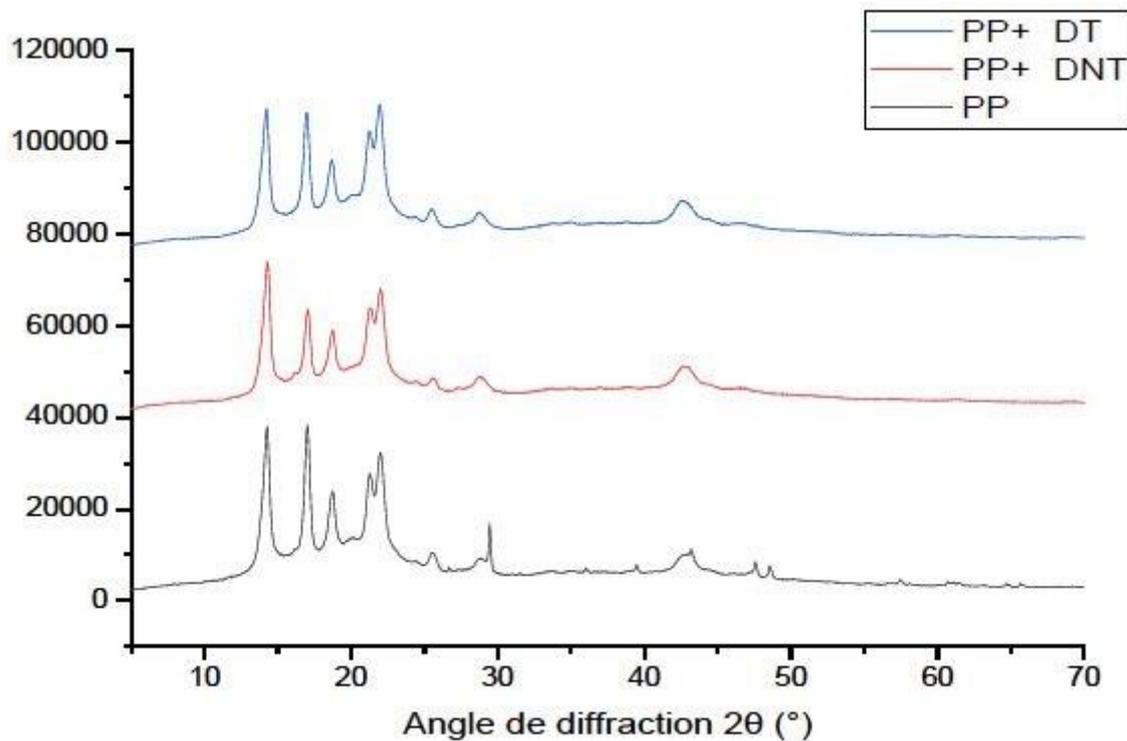


Figure III.9 : Diffractogrammes du PP et des composites PP+DT et PP+DNT.

Les courbes de diffraction des rayons X (DRX) de la matrice PP et les composites élaborés sont représentées sur la figure (III.9) le polypropylène possède quatre formes cristallographiques. En effet, nous constatons ces pics sur les courbes de DRX. La α -forme peut être localisée vers les angles de diffraction $\alpha_1 : 14.1^\circ$, $\alpha_2 : 16.9^\circ$, $\alpha_3 : 18.5^\circ$, $\alpha_4 : (21.3^\circ \text{ et } 21.8^\circ)$ correspondant à des plans de diffraction de 110, 040, 130, 111, 131 respectivement avec une configuration monoclinique.

Les pics ont les mêmes angles de diffraction la différence est sur le $2\theta = 29,4^\circ$ et $2\theta = 39,4^\circ$ pour les composites, ce sont des pics attribués à la fibre, l'intensité du spectre PP/FNT est PP/FT est moins importante que le PP vierge.

L'analyse de ces diffractogrammes nous a permis de déterminer le taux de cristallinité des différents composites, l'ensemble des résultats est résumé dans le tableau III.5.

Tableau III.5 : Taux de cristallinité du PP vierge et des composites PP+DNT et PP+DT.

| Échantillons | PP vierge | PP+DNT | PP+DT |
|---------------------------|-----------|--------|-------|
| Taux de cristallinité (%) | 61.64 | 57.35 | 59.73 |

D'après les résultats du tableau III.5 On observe que le taux de cristallinité des composites PP+DT et PP+DNT a diminué par rapport la matrice PP. Ceci est peut être expliqué par l'augmentation de la proportion de la phase amorphe dans la fibre de DISS. En d'autres termes, la fibre de DISS utilisée dans cette étude a une proportion significative dans l'hémicellulose et la lignine qui se présentent à l'état amorphe dans la fibre.

Ces résultats sont proches à ceux rapportés dans littératures par B.Amar et Al. [81].

CONCLUSION

CONCLUSION

L'objectif de notre travail consiste à élaborer des composites à base de polypropylène renforcé de fibres de Diss à 20% massique, pour la réalisation de ce projet une nécessité de faire des prétraitements et traitements sur les fibres de Diss ont été mises en œuvre.

Afin d'éliminer la liaison hydrogénée dans les fibres cellulosiques et augmenter la rugosité de la surface des fibres de Diss, nous avons employé un traitement chimique en utilisant une base qui est l'hydroxyde de sodium à 3% suivi d'un blanchiment à l'eau oxygéné mélangé avec l'hypochlorite de sodium pour la désinfection et la suppression de certaines colorations indésirables. Ces deux traitements éliminent également une partie de la lignine, de l'hémicellulose, de la cire et de la pectine.

L'élaboration des composites PP+DNT et PP+DT a été réalisé à l'aide d'un plastographe, leur caractérisation et celle des fibres de Diss ont donné les résultats suivants :

Les fibres de Diss montrent une faible densité par rapport aux fibres inorganiques (fibres de verre, carbone, métalliques, céramiques,...etc.).

La courbe d'absorption d'humidité montre que les fibres de Diss possèdent un caractère hydrophile comme l'a confirmé également l'analyse IRTF de ces fibres. Ce caractère diminue après le traitement alcalin ce qui explique la réduction des groupements hydroxyles responsables de l'hydrophilie des fibres végétales.

L'analyse IRTF des composites a montré les mêmes intensités que celles du PP vierge, cela revient au fait que la structure chimique de la matrice n'est pas altérée, à part la bande des hydroxyles qui apparaît toujours, cela peut être dû à la propagation irrégulière des fibres dans la matrice.

Les taux d'absorption d'eau et ceux d'humidité des composites ont révélé une augmentation d'absorption comparés au PP vierge, ceci indique que les fibres agissent sur l'hydrophilie des composites. L'angle de contact a tout à fait confirmé ces résultats.

Les tests mécaniques ont révélés l'augmentation de la rigidité des composites grâce aux bonnes propriétés mécaniques des fibres de Diss (module de Young, résistance à la traction). Par contre le test de choc a révélé exactement le contraire, la résilience des composites est

bien plus faible que celle de la matrice, l'explication adéquate à ce phénomène est que l'interface fibre-matrice n'est pas assez améliorée par les traitements utilisés, le taux de fibres également et la présence d'humidité sur la surface des composites jouent un rôle majeur dans la modification de l'interface fibre-matrice.

La DRX a montré une baisse de 2% du taux de cristallinité des composites PP+DT et de 4% pour les composites PP+DNT, ce qui peut être expliqué par une présence de phases amorphes (hémicellulose et lignine) dans les fibres de Diss, ce qui diminue le taux de cristallinité de la matrice.

Les analyses et les traitements effectués récemment n'ont pas donné suffisamment d'informations pour comprendre le comportement de ces composites. En outre des traitements par agents de couplage comme le traitement par les silane sont recommandés pour améliorer l'interface fibre-matrice, ainsi que des tests thermiques tel que la DSC et l'ATG pour comprendre le comportement physique des composites, en plus de l'analyse MEB pour voir la qualité de dispersion des fibres dans la matrice, et pour finir une variation du taux de charge dans la matrice est primordiale pour déterminer le taux de charge idéal à ajouter.

Références bibliographiques

- [1] Olivia Condassamy. Valorisation d'une lignine alcaline industrielle : vers le développement de nouveaux synthons et oligomères bio-sourcés issus de la lignine. Polymères. Université de Bordeaux, 2015. Français. NNT : 2015BORD0265
- [2] BERZIN, F. Composites Polymères et Fibres Lignocellulosiques, Lavoisier.; France.
- [3] Baillie C. (2004). *Green composites : Polymer composites and the environment*. Cambridge,UK : Woodhead Publishing Limited
- [4] Yahiaoui Lamia, « caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales DISS », option mécanique appliquée, université de Sétif, 2011.
- [5] BOURAHILI Mohamed El Hadi, «Caractérisation d'un composite verre / époxy», Option Optique et mécanique de précision, , université de Sétif, 2014.
- se T. Gurunathan, S. Mohanty, S.K. Nayak, A review of the recent developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives, Compos. Part Appl. Sci. Manuf. 77 (2015) 1–25.
- [8] P.A. Fowler, J.M. Hughes, R.M. Elias, Biocomposites: technology, environmental credentials and market forces, J. Sci. Food Agric. 86 (2006) 1781–1789.
- [9] Manh Tien Tran. Caractérisation expérimentale et modélisation numérique du comportement thermomécanique à haute température des matériaux composites renforcés par des fibres. Matériaux. Université de Lyon, 2019. Français. NNT : 2019LYSE1111
- [10] LAADILA MOHAMED AMINE, «DÉVELOPPEMENT DES BIO-COMPOSITES À PARTIR DES FIBRES CELLULOSIQUES ET DE L'ACIDE POLY-LACTIQUE (PLA) RECYCLÉ», option sciences de l'eau, université du QUÉBEC, 2016.
- [11] “Influence of MicroPCMs on thermal and dynamic mechanical properties of a biodegradable P3HB4HB composite”, Dazhu Chen , Yan Chen, Xing Ouyang, Jiandong Zuo, Xing Ye, Composites: Part B 56 (2014) 245–248.
- [12] Review of the history, properties and application of plant fibres” , Mwaikambo, L. Y., African Journal of Science and Technology (AJST), Science and Engineering Series Vol. 7, No. 2, pp. 120 – 133.
- [13] “Calculation of elastic properties of natural fibers”, Jochen Gassan, Andris Chate, Andrzej K. Bledzki, Journal of Materials Science 36 (2001) 3715 – 3720.
- [14] Alix. S, Lebrun. L, Morvan. C, Marais. S, « Study of water behaviour of chemically treated flax fibres-based composites: A way to approach the hydric interface » Composites Science and Technology, 71, 893-899, 2011.

- [15] Singha, A. S.; Rana, A. K. Effect of Aminopropyltriethoxysilane (APS) Treatment on Properties of Mercerized Lignocellulosic Grewia Optiva Fiber. *J Polym Environ* 2013, 21 (1), 141–150. <https://doi.org/10.1007/s10924-012-0449-y>.
- [16] Li, W.; Meng, L.; Ma, R. Effect of Surface Treatment with Potassium Permanganate on Ultra-High Molecular Weight Polyethylene Fiber Reinforced Natural Rubber Composites. *Polymer Testing* 2016, 55, 10–16.
- [17] Ribeiro A, Pochart P, et al. (2015). Microbial diversity observed during hemp retting. *Appl microbial Biotech*, 99: 4471-4484.
- [18] Evans JD, Akin DE, et Al. (2002). Flax-retting by polygalacturonase-containing enzyme mixtures and effects on fiber properties. *J Biotech*, 97: 223-231.
- [19] Foulk JA, Akin DE, et Al. (2008). Influence of pectinolytic enzymes on retting effectiveness and resultant fiber properties. *Bioresources*, 3: 155-169.
- [20] FERTIKH S, MERZOU M, BENAZZOUK A, DOUZANE O, LANGLET T «Elaboration et caractérisation de composites à base de fibres naturelles de diss à matrice argile/chaux » Récents Progrès en Génie des Procédés, Numéro 101 - 2011ISSN 1775-335X - ISBN 2-910239-75-6, Ed. SFGP, Paris, France
- [21] MERZOU M, HABITA M.F « Elaboration de composite cimentaire à base de diss « Ampelodesma Mauritanica », *Journal Afrique Science*, Vol 4 (2), 2008 pp.
- [22] Nicolas Tessier- Doyen, « Etude expérimentale et numérique du comportement Thermomécanique de matériaux réfractaires modèles », L'université de limoges, 2003.
- [23] Nouri, M.; Griballah, I.; Tahlaïti, M.; Grondin, F.; Beaugrand, J. Plant Extraction and Physicochemical Characterizations of Untreated and Pretreated Diss Fibers (*Ampelodesmos Mauritanicus*). *Journal of Natural Fibers* 2021, 18 (8), 1083–1093. <https://doi.org/10.1080/15440478.2019.1687062>.
- [24] Bourahli, M. E. H.; Osmani, H. Chemical and Mechanical Properties of Diss (*Ampelodesmos Mauritanicus*) Fibers. *Journal of Natural Fibers* 2013, 10 (3), 219–232. <https://doi.org/10.1080/15440478.2012.761115>.
- [25] Fontanille, M. *Chimie et Physico-Chimie Des Polymères*, DUNOD.; Malakoff, 2021; Vol. 4.
- [26] Jean Louis, H. *De La Macromolécule Au Matériau Polymère*, Belin.; Paris, 2006.
- [27] CARREGA, M. *Les Polymères, de La Molécules à l'objet*, EDP SCIENCES.; Paris, 1999.
- [28] Vincent Morizur. *Fonctionnalisation de polymères et applications dans les domaines de l'énergie, de la catalyse, de la cosmétique et de la santé*. Autre. Université Nice Sophia Antipolis, 2014. Français. NNT:2014NICE4102.
- [29] Biron, M. *Transformation des matières plastiques; Aide-mémoire de l'ingénieur; "L'Usine nouvelle"* Dunod: [Antony] Paris, 2010.

- [30] Perez, S., Stinga, N. C., et Samain, D. (2010). Structure et Ingénierie du Matériau Cellulose. Dans Poux, M., Gourdon, C., et Cognet, P., *Génie des procédés durables. Du concept à la concrétisation industrielle*, (pp. 413-442). Paris, France : Dunod.
- [31] Anglès, M. N. et Dufresne, A. (2001). Plasticized Starch/Tunicin Whiskers Nanocomposite Materials. 2. Mechanical behavior. *Macromolecules*, 34(9), 2921-2931.
- [32] Moon, R. J., Martini, A., Nairn, J., Simonsen, J. et Yougblood, J. (2011). Cellulose nanomaterials review : structure, properties and nanocomposites. *Chemical Society Reviews*, 40(7), 3941-3994.
- [33] Thygesen, A. (2006). *Properties of hemp fibre polymer composites : an optimisation of fibre properties using novel defibration methods and fibre characterisation*. (Thèse de doctorat, Risø National Laboratory, Roskilde, Danemark).
- [34] Eichhorn, S. J., Baillie, C. A., Zafeiropoulos, N., Mwaikambo, L. Y., Ansell, M. P., Dufresne, A., Entwistle, K. M., Herrera-Franco, P. J., Escamilla, G. C., Groom, L., Hughes, M., Hill, C., Rials, T. G. et Wild, P.M. (2001). Current international research into cellulosic fibres and composites. *Journal of Materials Science*, 36(9), 2107-2131.
- [35] Thomas, S., Paul, S. A., Pothan, L. A. et Deepa, B. (2011). Natural Fibres: Structure, Properties and Applications. Bans Kalia, S., Kaith, B. et Kaur, I., *Cellulose Fibers: Bio- and Nano-Polymer Composites*. (pp. 3-42). Berlin, Allemagne : Springer, Berlin, Heidelberg.
- [36] Kacik, F., Kacikova, D. et Bubenikova, T. (2006). Spruce wood lignin alterations after infrared heating at different wood moistures. *Cellulose Chemistry and Technology*, 40(8), 643-648.
- [37] Sakakibara, K. (1980). A structural model of softwood lignin. *Wood Science and Technology*, 14, 89-100.
- [38] R. Reddy Nagavally, «Composite materials - history, types, fabrication techniques, advantages, and applications», International Journal of Mechanical And Production Engineering, Volume- 5, Issue-9, 2017.
- [39] T.Achour, «Étude des techniques des réparations des structures composites endommagées», Mémoire de magister, Université Mentouri Constantine, 2011.
- [40] A. Elouaer, "Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales," Thèse de doctorat, Reims, France, 2011.
- [41] M. Ragoubi, "Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne," Thèse de doctorat, Nancy 1, 2010.

- [42] K. L. Pickering, M. G. A. Efenfy, et T. M. Le, « A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance », *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.*, vol. 83, p. 98-112, avr. 2016, doi: 10.1016/j.compositesa.2015.08.038.
- [43] P. Thori, P. Sharma, M. Bhargava, «An approach of composite materials in industrial machinery: advantages, disadvantage and application», *International Journal of Research in Engineering and Technology*, Volume: 02 Issue: 12, 2013.
- [44] M. Mrazova «Advanced composite materials of the future in aerospace industry », *Incas Bulletin*, Volume 5, Issue 3, 2013.
- [45] G. Gupta, A. Kumar, R. Tyagi, S. Kumar, « Application and Future of Composite Materials: A Review», *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, Vol. 5, Issue 5, 2016.
- [46] Zergane, H.; Abdi, S.; Xu, H.; Hemming, J.; Wang, X.; Willför, S.; Habibi, Y. *Ampelodesmos Mauritanicus a New Sustainable Source for Nanocellulose Substrates. Industrial Crops and Products* 2020, 144 , 112044. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.112044>.
- [47] May, C., Moussa, A., 2018. Chemical and structural analysis of lignocellulosic biomass of *ampelodesmos mauritanicus* (diss) and *stipa tenacissima*. *Tech. Rep. CRDLR US Army Chem. Res. Dev. Lab.* 63, 699–711.
- [48] C. Idres. « Elaboration et caractérisation de biocomposites à base de polyesters bactériens renforcés de fibres d’Aloe Vera ». *Mémoire de fin d’étude. Université de Bejaia*, 2019.
- [49] Bledzki K., Gassan J., 1999 *Composites reinforced with cellulose based fibres. Review Article” Progress in Polymer Science*, 24, 2, pp. 221-274.
- [50] Summerscales J., Dissanayake N., Virk ., Hall W., 2010, A review of bast fibres and their composites. Part 1. Fibres as reinforcements”. *Review Article” , Composites Part A*, 41,10, pp.1329 1335
- [51] Vi Vi Do Thi, « Matériaux composites `a fibres naturelles / polymère biodégradables ou non », *Université de Grenoble*, on 15 Déc. 2011
- [52] Sedan, D., (2007), *Étude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite.* (Thèse de doctorat, Université de Limoges, Limoges, France).
- [53] Berlin, et al., *Bioenergy Research: Advances and Applications*, 2014
- [54] Li Xue, Tabil LG., Panigrahi S., 2007; Chemical Treatments of Natural Fiber for Use in Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review, *Journal of Polymer Environment*, 15, 25–33.
- [55] Saheb DN et Jog J. 1999. Natural fiber polymer composites: a review. *Advances in polymer technology*, 18 : 351-363.

- [55] Badagliacco, D.; Sanfilippo, C.; Megna, B.; La Mantia, T.; Valenza, A. Mechanical and Thermal Properties of Insulating Sustainable Mortars with *Ampelodesmos Mauritanicus* and *Pennisetum Setaceum* Plants as Aggregates. *Applied Sciences* 2021, 11 (13), 5910. <https://doi.org/10.3390/app11135910>.
- [56] H. Demir, U. Atikler, D. Balköse, F. Tihminlioglu, 2006; The effect of fiber surface treatments on the tensile and water sorption properties of polypropylene–luffa fiber composites; *Composites: Part A* 37, 447-456.
- [57] A. C. Karmaker, J. A. Youngquist, 1996; Injection Molding of Polypropylene Reinforced with Short Jute Fibers; *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 62, 1147-1151.
- [58] Wulin Qiu, Farao Zhang, Takashi Endo, Takahiro Hirotsu, 2003; Preparation and Characteristics of Composites of High-Crystalline Cellulose with Polypropylene: Effects of Maleated Polypropylene and Cellulose Content; *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 87, 337-345.
- [59] Daniel González, Valentín Santosa, JuanCarlosParajó, 2011; Manufacture of fibrous reinforcements for biocomposites and hemicellulosic oligomers from bamboo; *ChemicalEngineering Journal* 167, 278-287.
- [60] P.V. Joseph, Kuruvilla Joseph, Sabu Thomas, 1999; Effect of processing variables on the mechanical properties of sisal-fiber-reinforced polypropylene composites; *Composites Science and Technology* 59, 1625-1640.
- [61] Hee-Soo Kim, Sumin Kim, Hyun-Joong Kim, Han-Seung Yang, 2006; Thermal properties of bio-flour-filled polyolefin composites with different compatibilizing agent type and content; *Thermochimica Acta* 451, 181-188.
- [62] Moe Moe Thwe, Kin Liao, 2002; Effects of environmental aging on the mechanical properties of bamboo-glass fiber reinforced polymer matrix hybrid composites; *Composites: Part A* 33, 43-52.
- [63] Domínguez, C.; Aroca, M.; Rodríguez, J. Izod Impact Tests of Polypropylenes: The Clamping Pressure Influence. *Polymer Testing* 2006, 25 (1), 49–55. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2005.09.006>.
- [64] Cheng, Q.; Wang, S.; Rials, T. G.; Lee, S.-H. Physical and Mechanical Properties of Polyvinyl Alcohol and Polypropylene Composite Materials Reinforced with Fibril Aggregates Isolated from Regenerated Cellulose Fibers. *Cellulose* 2007, 14 (6), 593–602. <https://doi.org/10.1007/s10570-007-9141-0>.
- [65] Khalid, M.; Ratnam, C. T.; Chuah, T. G.; Ali, S.; Choong, T. S. Y. Comparative Study of Polypropylene Composites Reinforced with Oil Palm Empty Fruit Bunch Fiber and Oil Palm Derived Cellulose. *Materials & Design* 2008, 29 (1), 173–178. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2006.11.002>.

- [66] N. Petchwattana, et S. Covavisaruch, « Effects of rice hull particle size and content on the mechanical properties and visual appearance of wood plastic composites prepared from Poly(vinyl chloride) ». *Journal of Bionic Engineering*, (2013), Vol. 10, pp. 110–117.
- [67] Y.T. Zheng, D.R. Cao, D.S. Wang et J.J. Chen, « Study on the interface modification of bagasse fibre and the mechanical properties of its composite with PVC ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, (2007), Vol. 38, pp. 20–25.
- [68] S. NEKKAA, « Etude des propriétés d'un nouveau matériau composite à base de polypropylène renforcé par des fibres végétales locale le genêt d'Espagne », Thèse de Doctorat, Département de Génie des Procédés, Faculté des Sciences de l'Ingénieur, Université Ferhat Abbas Sétif 1, (2007), 148 p.
- [69] M. RAGOUBI, « 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.
- [70] 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.
- [71] M. ABDELMOULEH et al., « Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: effect of silane coupling agents and fibres loading », *Composites Science and Technology*, (2007), Vol. 67, pp 1627-1639.
- [72] A. ASHORI et A. NOURBAKHS, « Reinforced polypropylene composites: effects of chemical compositions and particle size », *Bioresource Technology*, (2010), Vol.101, pp 2515–2519.
- [73] B. LIAO, Y. HUANG et G. CONG, « Influence of modified wood fibers on the mechanical properties of wood fiber-reinforced polyethylene », *Journal of Applied Polymer Science*, (1997), Vol. 66, pp 1561-1568.
- [74] J. SOUCY, « Potentiel d'utilisation des fibres de papier dans la conception de composites Bois-polymères par une technologie d'extrusion », Mémoire de Maîtrise en Ingénierie, Université du Québec (Canada), (2007), 149 p.
- [75] A. ESPERT, F. VILAPLANA et S. KARLSSON, « Comparison of water absorption in natural cellulosic fibres from Wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties », *Composites, Part A*, (2004), vol. 35, pp 1267-1276.
- [76] D. SCIDA, M. ASSARAR, R. AYAD et C. POILÂNE, « Effet de l'humidité sur le comportement mécanique des composites à fibres de lin », Association pour les Matériaux Composites (AMAC), 17èmes Journées Nationales sur les Composites (JNC 17), Poitiers-Futuroscope (France), (2011), pp 1-9.

- [77] M. TAKATANIL, H. ITO, S. OHSUGI, T. KITAYAMA, M. SAEGUSA, S. KAWAI et T. OKAMOTO, « Effect of lignocellulosic materials on the properties of thermoplastic polymer/Wood composites », *Holzforschung, International Journal of the Biology, Chemistry, Physics, and Technology of Wood*, (2000), vol. 54, pp 197-200.
- [78] S. BOUHANK, « Effet d'absorption d'eau sur le comportement mécanique des composites PP/ farine », *Mémoire de Master, Faculté de Technologie, Université Ferhat Abbas, Sétif 1 (Algérie)*, (2012), 56p.
- [79] May C, Moussa A. Structural, Anatomy Characteristics and Thermal Properties of *Ampelodesmos mauritanicus* (Diss). *Act Scie Agri*. 22 janv 2020 ;4(2) :01-6.
- [80] Céline A, Gonçalves O, Jacquemin F, Fréour S. Utilisation de la spectrométrie infrarouge pour une quantification rapide du taux d'humidité dans des fibres végétales. *Revue des composites et des matériaux avancés*. 30 avr 2014 ;24(1) :81-95.
- [81] Amar B, Salem K, Hocine D, Chadia I, Juan MJ. Study and characterization of composites materials based on polypropylene loaded with olive husk flour. *J Appl Polym Sci*. 15 oct 2011 ;122(2) :1382-94.
- [82] Catto AL, Dahlem Júnior MA, Hansen B, Francisquetti EL, Borsoi C. Characterization of polypropylene composites using yerba mate fibers as reinforcing filler. *Composites Part B : Engineering*. oct 2019;174:106935.
- [83] Pucci MF, Liotier PJ. Caractérisation de la mouillabilité de fibres – Application aux fibres naturelles. 2017 ;11.
- [84] Redjel B, Djeghader D, Grohens Y. Effet de l'immersion hydrique et du vieillissement dans l'eau douce sur le comportement mécanique en fatigue par flexion trois points de matériaux composites jute/polyester. 2019;11
- [85] L. Segal, J. J. Creely, A. E. Martin, and C. M. Conrad, "An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer," *Text. Res. J.*, vol. 29, no. 10, pp. 786–794, 1959.
- [85] *Journal of Natural Fibers*, 10:219–232, 2013 Chemical and Mechanical Properties of Diss (*Ampelodesmos mauritanicus*) Fibers M. El H. BOURAHLI and H. OSMANI.
- [86] MAGHCHICHE, A. EXTRACTION OF POLYSACCHARIDES FROM GRASS OF *Ampelodesmos Mauritanicus*. 2017.
- [86] Wink, W.A., Van den Akker, I.A. (1958). A new apparatus and procedure for determining the surface receptivity and roughness of paper as these relate to liquid film applications. *Tappi*, 40, 528-536.
- [87] Zergane, H.; Abdi, S.; Xu, H.; Hemming, J.; Wang, X.; Willför, S.; Habibi, Y. *Ampelodesmos Mauritanicus* a New Sustainable Source for Nanocellulose Substrates. *Industrial Crops and Products* 2020, 144, 112044.

[88] Alaswad SO, Lakshmi KB, Sudha PN, Gomathi T, Arunachalam P. Toxic heavy metal cadmium removal using chitosan and polypropylene based fiber composite. *International Journal of Biological Macromolecules*. déc 2020;164:1809-24.

[89] Bledzki K., Gassan J., 1999 Composites reinforced with cellulose based fibres. Review Article” *Progress in Polymer Science*, 24, 2, pp. 221-274.

[90] Luzi F, Puglia D, Sarasini F, Tirill`o J, Maffei G, Zuorro A, Lavecchia R, Kenny JM, Torre L, Valorization And Extraction Of Cellulose Nanocrystals From North African Grass: *Ampelodesmos Mauritanicus (Diss)*, *Carbohydrate Polymers* (2019), <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.01.048>

Résumé

L'utilisation de fibres lignocellulosiques comme renfort pour les matrices polymériques ne cesse de croître et cela grâce à leurs avantages (abondance, faible masse, faible coût, biodégradabilité,...). Bien que l'utilisation de ces matériaux soit présente dans plusieurs domaines, il n'en demeure pas moins qu'ils présentent toujours des pistes de développement et d'améliorations.

L'objectif de ce travail est de mettre en œuvre un nouveau composite à base de polypropylène et fibres de Diss avec une portion de 80% et 20% respectivement, pour cela nous avons traité les fibres de Diss avec une base (NaOH) à 3% massique, suivis d'un blanchiment à l'hypochlorite de sodium afin d'éliminer les substances amorphes ainsi que les groupements hydroxyles (OH) qui empêchent la coordination entre la fibre et la matrice.

Les résultats obtenus lors des analyses faites sur les composites PP/Diss ont montré certaines améliorations telles que l'hydrophobie, l'étalement et le module de Young mais pas suffisamment, pour avoir plus de performances il est recommandé de d'effectuer des traitements par des agents de couplages et de varier le taux de charge jusqu'à obtenir les qualités désirés.

Mots clés : Composite, polypropylène, fibres de Diss.