

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université de Biskra

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Génie Mécanique

Filière : Génie Mécanique

Option: conception mécanique et productique

Réf:.....

Mémoire de Fin d'Etudes

En vue de l'obtention du diplôme de:

MASTER

Thème

**Différents traitements des fibres
des biomatériaux**

Présenté par :

Zaki CHERADID

soutenu le :31 mai 2017

Devant le jury, composé de :

Mr. mabrok HASINI

Mr. Semch Eddine DERFOUF

Mr.Lakhdar S1DIRA

Mr.Ramdane BENTAHAR

Professeur

Maitrede de conférence A

Maitrede de conférence A

docteur

Président

Encadreur

Examineur

Conencadreur

Promotion : Juin 2017

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



Remerciement

Remercîment aux bon dieux

D'avoir terminer le travail

Avec tout mes respect, je remercie mes professeurs d'encadrements « Dr: Semch Eddine Derfouf » et « Dr: Ramdane bentahar » qui ont donnés tous les donnée scientifique idées, opinions et conseils dans tout les étapes de cette étude depuis qu'il était idée jusqu'à se qu'elle devienne un projet finale et sans oublier tout les professeurs de l'université de Mouhamed khidere Biskra et particulièrement la faculté de science technique.

Un grand remerciement a tout s'eux que je porte dans mon coëre et que mes ligne non pas porté.

Tout les remerciement a tout mon honorable famille qui a veiller pour mont conforte et mont bien être et qui ma offerte tout les outille nécessaire pour arrivé la ou je suis maintenant.

Veillez acceptés mes sincère remerciement les plus distinguer.



Dedicace

*En signe d'amour, de gratitude et de respect, je dédie ce
modeste travail*

*A mes très chers parents « Abderrazzak » et « Saida ».
A mes frères « Baha elddin , Osama , sifo », et A ma soeurs
« Chifa ».*

*A mes oncles et leurs femmes en particulier la femme de
mon oncle « Wided » , A toute ma grande famille..*

*Pour un être humain a une place particulière dans mon
cœur « Asma ».*

*A tous mes amis d'étude (Moad, Zakaria, Bouba, Jimi...) ,
mes amis de chambre de résidence (Khiro, Sifou, Himou.) et
spécialement*

A tous mes chers Amis au City Zaoualia.

*Je tiens enfin à dédier ce travail à tous ceux qui mon aider
a terminé Ce travaille.*

Que dieu accepte notre travail.

Cheradid Zaki

Table des Matières

Liste des figures :	i
Liste des tableaux :	vi
Nomenclature :	vii
Introduction générale	1
Chapitre I : Les composites à fibres végétales	
Introduction	3
I.1. Généralités.....	3
I.2. Les fibres naturelles.....	3
I-3. Les Fibres Végétales.....	4
I-3-1. Introduction.....	4
I-3-2. Classification des Fibres Végétales.....	4
A. Les Fibres de Feuilles.....	4
B. Les Fibres de Tiges.....	5
C. Les Fibres de Bois.....	5
D. Les Fibres de Surface.....	6
I.3.3. Morphologie de la fibre végétale.....	6
I. 3.4. Structure de la fibre végétale.....	7
I. 3.5. Composition chimique des fibres végétales.....	9
I.3.5. 1. Cellulose.....	10
I.3.5.2. Hémicelluloses.....	10
I. 3. 5. 3. Pectines.....	11
I. 3. 5. 4. Lignine.....	12
I.3.5.5. La cire.....	13
I. 3.5. 6. Extractibles.....	13
I. 3. 6. Propriétés mécaniques de la fibre végétale.....	14

I.3.7. Application des composites à base des fibres végétales.....	17
I.4. Conclusion.....	20

Chapitre II : Présentation des fibres étudiées

Introduction.....	21
II.1. Agave.....	21
II.1.2. Les fibres d'Agave.....	22
II.1.3. Utilisation de la Plante d'Agave.....	22
II.2. Diss (Imperata cylindrica, poale – poacées).....	23
II.2.2. Les fibres de Diss.....	24
II.2.3. Utilisation de Diss.....	24
II.3. Halpha (Stipa tenacissima L.).....	24
II.3.2. Les fibres Halfa.....	27
II.3.3. les modes d'utilisation de Halfa.....	27
II.4. Luffa (Luffa cylindrica).....	29
II.4.2. Fibre.....	30
II.4.3. Utilisation de Luffa.....	31
VI. Conclusion	32

Chapitre III : Préparation des fibres végétales .

III. Introduction.....	33
III.1 Matériaux et matériel utilisés.....	34
III.2 Choix de la méthode d'extraction.....	36
III.3 Plan de travail expérimentale.....	37
III.4 préparation des fibres.....	39
III.5 Méthodes d'observation.....	40
III.5.1. Technique Microscopique optique.....	40
III.5.1.1 Utilisation Microscope optique	42
III.5.2. Technique du microscope optique à digitale.....	42

III.5.2.1.Utilisation microscope optique à digitale	43
III.5.3. Faisceaux de fibres.....	44
III.5.4. Observation microscopie Avant le traitement.....	44
III.6.1. traitement alcalins.....	46
III.6.1.1. Caractérisations chimiques.....	47
III.6.1.2. Traitement par sodium NaOH.....	48
III.6.Résultat et discussion.....	50
III.6.1. Observation microscopie après le traitement.....	50
III.6.2.L'analyse des résultats de l'observation microscopique.....	54
III.6.3. la pesée :.....	57
III.6.4.Conclusion.....	58
III.7.Matrices pour bio-composite.....	59
III.7.1.La matrice	59
III.7.2.Les propriétés mécanique et chimique.....	62
III.7.3.Caractérisations physiques	62
III.7.3.1.la densité.....	62
III.7.3.2.Calcul de la masse volumique.....	63
III.8.Préparation des éprouvettes.....	64
III.8.1.Méthode et matérielles.....	64
III.8.2..Moulage au contact.....	65
 Chapitre VI : resultats et interpretations	
VI.1.Moyens expérimentaux utilisés.....	68
VI.2.Préparation des éprouvettes testées.....	68
VI.3.Matière bio-composite « luffa-résine ».....	70
VI.4.CONCLUSIONS.....	74
Conclusion générale.....	75

Références bibliographique	i
---	----------

Nomenclature

Symboles	Définitions	Unités
D	Diamètre	[m]
L	Longueur	[m]
d	Densité	[m ² .K/W]
S	Surface	[m ²]
T	Température	[°C] ou [K]
V _T	désigne le volume totale	[m ³]

Symboles <i>Grecs</i>	Définitions	Unités
ρ	Masse volumique	[kg/m ³]
E	Module de Yonge (module d'élasticité)	[MPa]
ϵ_r	Déformation à la rupture	[mm/mm]
σ_r	contrainte à la rupture	[N/m ²]
V_f	le pourcentage volumique de fibre	%
ρ_f	la masse volumique de fibre	g/cm ³
ρ_m	la masse volumique de matrice	g/cm ³
A	Allongement rupture	%
ν	Coefficient de poisson	

Abréviations	Définitions
NaOH	L'hydroxyde de sodium
MOB	Microscope optique à broyage
MOD	Microscope optique à digital

LISTE DES FIGURES

Chapitre I : Les composites à fibres végétales

Figure (II-1) :Classification des fibres naturelles et quelques exemples.....	4
Figure (II. 2): Variation du diamètre le long de la fibre de lin.....	6
Figure (II. 3): Photographie en microscopie électronique à balayage d'une fibre de Coton....	7
Figure (II.4): Structure du bois (observations multi échelles).....	8
Figure (II.5) : Modèle de description de la structure d'une fibre végétale.....	8
Figure (II. 6): Représentation schématique d'une fibre de bois.....	9
Figure (II. 7) : Représentation de la chaîne de cellulose, n : degré de polymérisation	11
Figure (II-8).Structure d'un type de xyloglucane.....	11
Figure (II.9) : Principaux glucides constituant les hémicelluloses.....	11
Figure (II.10) : Structure d'une chaîne d'acide polygalacturonique et formation d'un coude par la présence de rhamnose.....	12
Figure (II.11) : Motifs élémentaires de la lignine.....	12
Figure (II-12). Représentation schématique de l'agencement des différents composants des fibres végétales à l'échelle micrométrique	13
Figure (II.13): Exemple de défaut structural sur une fibre de lin	13
Figure (II-14). :Schématisation des fibres végétales	16
Figure (II-15) :Variation de la résistance en fonction du % de cellulose	16
Figure (II-16). :Variation de la résistance en fonction de l'angle spiral.....	17
Figure (II.17) :Quelque application des fibres végétales.....	17
Figure (II.18):Application des composites à base des fibres végétales.....	19
Chapitre II : Présentation des fibres étudiées.	
Figure (II.1) –La plante Agave.....	21
Figure (II.2) : Feuille d'Agave americana et ces fibres.....	22
Figure (II.3) : Plante Diss Imperata cylindrica.....	23
Figure (II.4)(a) Ensemble de fibres de Diss,(b)Fibres de Diss broyées et bouillies le désert commence.....	24

Figure (II.5) : Présentation de la plante Halfa pendant les différentes saisons de développement.....	25
Figure (II.6) : Nappe alfatière. (cliché Meriem Kaid-Harche) Inflorescences d'Alfa.....	26
Figure (II.7) : les petites fleurs blanches sont celles d'une Crucifère qui pousse mêlée A Halfa	26
Figure (II.8) : Illustrations de la pâte d'Alfa commercialisée par la SNCPA.....	27
Figure (II.9) : Morphologie de la plante Halfa.....	27
Figure (II.10) : Des exemples d'artisanat Halfatière(a).....	28
Figure (II.11): (a)Luffa cylindrica , (b)Fruit sec de Luffa cylindrica.....	29
Figure (II.12) :(a) Luffa sec et b) broyer.....	30
Figure (II.13) :Utilisation du Luffa comme produit de toilette.....	31
Figure (II.14) : Farine de Luffa.....	31
Chapitre III : Préparation des fibres végétales.	
Figure (III.1) :Certains des produits utilisés dans le traitement(d'eau distilléeet le sodium)...	34
Figure III.2) : balance électronique.....	35
Figure III.3) quelque outils traditionnelsutilisés dans l'extraction des fibres végétales.....	37
Figure (III.4) : Plane de travail expérimentale première partie.....	37
Figure (III.5) : Plan de travail expérimental, deuxième partie.....	38
Figure (III.6) :Récoltées des fibres Diss.....	39
Figure (III.7) : Extraction des fibres de Diss par peignage.	39
Figure (III.8) : Écrasement fibre d'halfa.....	40
Figure (III.9) séparation des fibres tamisée.	40
Figure (III.10) : Extraction manuelle des fibres d'Agave.....	40
Figure (III.11) :autreméthode d'extraction des fibres d'gave.....	40
Figure (III.12)La séparation de la paroi extérieure de la pâte.....	41
Figure (III.13) :(a) Fibre de Luffa dans un état Natural.....	41
Figure (III.14) : Microscopie optique(OLYMPUS CX40).....	41

Figure (III.15) : microscope optique à digitale(QX5).....	42
Figure (III.16) :Procédé de montage : microscope optique à digitale.....	43
Figure (III.17) :observation Luffa a) echelle 10x; b) echelle 60x; c) echelle 200x.....	44
Figure (III.18) : observation Halfa a) echelle 10x; b) echelle 60x; c) echelle 200x.....	44
Figure (III.19) : observation Diss a) echelle 10x; b) echelle 60x; c) echelle 200x.....	45
Figure (III.20) : observation La gave a) echelle 10x; b) echelle 60x; c) echelle 200x.....	45
Figure.(III.21)Traitement des fibres par une solution de soude.....	46
Figure(III.22) : Procédé d'extraction de cellulose, d'hémicellulose et de lignine (NF T12 011).....	47
Figure (III.23) : (a) poids de sodium ;(a) préparation du solution de sodium.....	48
Figure (III.24) : participation du fibre par trois des échantillon.(a) halfa ; (b) luffa ; (c) la gave ;(d) diss.....	49
Figure Fig(III.25) : traitement alcalin pour NAOH.....	49
Figure (III.26) : Observation microscopie pour 2 jours (a) échelle 60X mm ; (b)échelle 200 X um.....	50
Figure (III.27) : Observation microscopie pour 4 jours (a) échelle 60X mm ;(b)échelle 200 X um.....	50
Fig(III.28) :Observation microscopie pour 6 jours (a) échelle 60X mm ; (b)échelle 200 X um.....	51
Figure (III.29) : Observation microscopie pour 2 jours (a) échelle 60X mm ; (b)échelle 200 X um.....	51
Figure (III.30) : Observation microscopie pour 4 jours (a) échelle 60X mm ; (b)échelle 200 X um.....	51
Figure (III.31) : Observation microscopie pour 6 jours (a) échelle 60X mm ; (b)échelle 200 X um.....	52
Figure (III.32) : Observation microscopie pour 2 jours (a) échelle 60X mm ; (b)échelle 200 X um.....	52
Figure (III.33) : Observation microscopie pour 4 jours (a) échelle 60X mm ; (b)échelle 200 X um.....	52

Figure (III.34) : Absorption microscopie pour 6 jours (a) échelle 60X mm ; (b)échelle 200 X um.....	53
Figure (III.35) : Observation microscopie pour 2 jours (a) échelle 60X mm ; (b)échelle 200 X um.....	53
Figure (III.36) : Absorption microscopie pour 4 jours (a) échelle 60X mm ; (b)échelle 200 X um.....	53
Figure (III.37) : Observation microscopie pour 6 jours (a) échelle 60X mm ; (b)échelle 200 X um.....	54
Figure(III.38) : Différents types de matrices utilisées dans les composites.....	60
Figure (III.39) : Cycle de polymérisation d'une résine polyester pré-accélérée insaturé (a)et temps de gel (b).....	61
Figure(III.40) : Procédé de moulage.....	65
Figure (III.41) : Dimensions du modèle d'utilisateur pour compléter le composite réalisée par logiciel SolidWorks.....	66
Figure (III.42): les petites coupes de fibres. (a) fibre d'Agave, (b) fibre de Halfa.....	66
Figure (III.43) : Comment ajouter de la résine à la fibre Diss.....	67
Figure (III.44) : quelques plaques du biocomposite qu'on utilise.....	67
Chapitre VI : resultats et interpretations.	
Figure (IV. : Machine de traction.....	68
Figure (IV.2) Eprouvette ISO 3167.....	68
Figure (IV. 3) : Coupage des éprouvettes.....	68
Figure (IV.4): les éprouvettes réalisées.....	79
Figure IIV.5: procédé du test de traction.....	79
Figure (IV.6): échantillons obtenus après le procédé de traction.....	79
Figure (IV.7) : allure de la courbe de l'essai de traction de la résine pure.....	71
Figure (IV..8) : allure de la courbe de l'essai de traction de la résine + Fibre de Luffa.....	71
Figure (IV.9) : allure de la courbe de l'essai de traction de la résine + Fibre de Luffa.....	71

Figure (IV.10) : allure de la courbe de l'essai de traction de la résine + Fibre de Luffa.....	72
Figure (IV.11) : allure de la courbe de l'essai de traction de la résine pure.....	72
Figure (IV.12): allure de la courbe de l'essai de traction de la résine + Fibre d'Agave.....	73
Figure (IV.13) : allure de la courbe de l'essai de traction de la résine + Fibre d'Agave.....	73
Figure (IV.14) : allure de la courbe de l'essai de traction de la résine + Fibre d'Agave.....	73

liste de figure

Liste de tableaux :

chapitre I : Les composites à fibres végétales

Tab (I.1) : Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales.....	7
Tab (I.2) : Composition chimique de quelques plantes à fibres.....	9
Tab (I.3) : Propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec des fibres de renforcement conventionnelles.....	15

chapitre II : Présentation des fibres étudiées

Tab (II.1) : classification scientifique de la plante.....	33
---	----

chapitre III : Préparation des fibres végétales .

Tab (III.1) : Subdivision des fibres en poids en fonction des durés traitement (02j,04j, 06j).....	48
Tab (III.2) : La masse globale avant et après le prétraitement.....	50
Tab (III.3) : poids de chaque fibre séparément après le traitement par NaOH.....	57
Tab (III.4) : La différence dans le poids total de tous les types étudiés.....	57
Tab (III.5) : Quelque propriétés mécanique et chimique d'une résine polyester.....	62
Tab (III.6) : Les avantages et les inconvénients d'une résine polyester	62
Tab(III.7) : La densité du matériau utilisé dans ce travail.....	62
Tab (III.8) : Les résultats de calcul de la masse et du volume.....	64
Tab (III.9) : les caractéristiques principales	65

Introduction Générale

Introduction générale :

L'apparition des nouveaux matériaux en résine renforcée par des fibres naturelles est une innovation dans le domaine des matériaux. ces derniers sont appelés les composites ou plutôt bio-composites , c'est des matériaux assez développés et bien impliqués dans de plusieurs secteurs industriels telles que l'aérothermique, l'automobiles, le bâtiment.

Toutefois, face à des exigences environnementales et économiques sévères, l'usage de renforts ligno-cellulosiques (fibres végétales) dans les composites à matrice organique apparaît aujourd'hui comme une bonne alternative. L'intérêt pour ces fibres réside dans leurs bonnes propriétés physiques et biologiques: abondance, biodégradabilité, renouvelable et faible coût de revient. Certain nombre de produits commencent à immergés sur le marché (balustrades, bardage, palettes, fenêtres ...). Ces dernières années, la recherche est dirigée pour comprendre les mécanismes qui les gèrent afin d'anticiper de nouvelles applications et des composites plus performants.

Plusieurs fibres naturelles sont proposées comme substituts aux fibres classiques, parmi lesquelles le chanvre, le lin, le jute (en Europe) ou encore le palmier dattier en Algérie, l'halfa et le palmier nain (en Afrique). Nous nous intéresserons dans ce mémoire aux fibres des plantes les plus abondantes dans notre pays. L'Algérie est parmi les pays qui disposent de ressources inépuisables en fibres végétales (Fibres de Palmier, d'halfa, de Luffa ...). Leur valorisation dans le domaine pratique, entre autres, dans les matériaux de construction, est encore peu exploitée. En effet, les travaux annuels d'entretien des palmiers produisent des quantités importantes de déchets composés essentiellement de palmes de palmiers dattiers et d'autres fibres végétales qui peuvent être utilisés comme renfort fibreux dans les composites. Nous tenterons par notre étude de valoriser ces fibres. d'améliorer leurs propriétés par des traitements mécaniques et chimiques et de proposer leur utilisation comme renfort dans les biomatériaux composites à base de polymère.

Les phénomènes à l'interface fibre/matrice sont particulièrement importants : par exemple, il existe un problème récurrent de compatibilité, a priori, entre les fibres végétales hydrophiles et la plupart des matrices qui sont généralement hydrophobes. Les propriétés rhéologiques et mécaniques des composites étant fortement liées aux propriétés à l'interface, une mauvaise interface aura des conséquences néfastes sur les performances du matériau. Pour modifier et contrôler cette interface, il est possible d'agir soit sur la matrice polymère,

Introduction Générale

soit sur les fibres, au moyen de méthodes physiques ou chimiques. Ce mémoire se scinde en quatre chapitres :

Le premier, « Les composites à fibres végétales », est entièrement consacré à la recherche bibliographique. Il présente les notions fondamentales des composites renforcés par des fibres végétales, à savoir les propriétés des principaux types de fibres qui pourraient s'utiliser en Algérie dans les domaines de la fabrication.

Le deuxième chapitre « Présentation des fibres étudiées » traite les différentes fibres choisies pour notre étude.

Le troisième et dernier chapitre « Préparation des fibres végétales », quant à lui, contient des études expérimentales de fibres comprenant les techniques et les procédés d'extraction des fibres concernées et des matrices appropriées à leur composition. Il contient des observations microscopiques riches sur ces différentes fibres.

Le quatrième et dernier chapitre « Résultats & interprétations », contient des courbes qui résumes l'ensemble des tests expérimentales réalisés avant et après traitement chimiques par de la soude dans le but de voir une comparaison réelle pour ces multiples matériaux composites créés.

The page features a decorative graphic consisting of three overlapping circles in shades of blue, arranged vertically. Two thin blue lines intersect at the top left and extend diagonally across the page, framing the central text. The circles are positioned in the upper right and lower right areas of the page.

Chapitre I

Les composites à fibres
végétales

Introduction :

Un matériau composite est constitué d'un ensemble de fibres résistantes noyées dans une matrice dont les propriétés mécaniques sont nettement plus faibles. Les fibres jouent le rôle de renfort tandis que la matrice assure la cohésion du composite et le transfert des efforts aux fibres [1].

I.1. Généralités

L'utilisation de fibres naturelles, et en particulier de fibres végétales comme renfort de matériaux composites, présente deux principaux avantages. Tout d'abord, ces fibres sont largement disponibles à faible coût et leur utilisation en construction constitue de nouveaux débouchés pour les matières agricoles. D'autre part, la valorisation des fibres végétales permet la réduction des impacts environnementaux par rapport aux composites conventionnels puisque ce sont des matières premières renouvelables, biodégradables, neutres vis-à-vis des émissions du dioxyde de carbone CO₂ et demandant peu d'énergie pour être produites [2].

Aujourd'hui, la transition vers une économie durable et plus respectueuse de l'environnement s'effectue tout d'abord par un changement dans les cultures des plantes, la consommation alimentaire, la production d'énergie, la quête de ressources renouvelables, ainsi que l'incitation aux cultures non vivrières, afin de réduire la production pétrochimique et l'émission des gaz à effet de serre. C'est dans cette perspective que l'intérêt pour les fibres ligno-cellulosiques provenant de tissus végétaux s'est accru, tenant compte du fait qu'elles constituent des ressources renouvelables. Ces dernières se voient ainsi très prometteuses pour la transition vers une économie durable [3].

I.2. Les fibres naturelles

Les fibres naturelles peuvent être classées selon leur origine. Il est donc possible de distinguer trois grandes familles [2]:

- Les fibres végétales: elles se subdivisent elles-mêmes selon leur provenance. On peut donc citer les fibres libériennes qui sont extraites de tiges de plantes (Chanvre, Lin, Ramie, Jute), les fibres dures qui sont extraites de feuilles, de troncs ou d'écorces de fruits (Sisal, Chanvre de manille, Noix de Coco), et les fibres qui proviennent des poils séminaux de graines (Coton, Kapok);
- Les fibres animales: elles peuvent émaner des poils (Toison animale) ou encore des sécrétions (Soie);
- Les fibres minérales (Amiante).

La Figure I-1 illustre la classification des fibres naturelles.

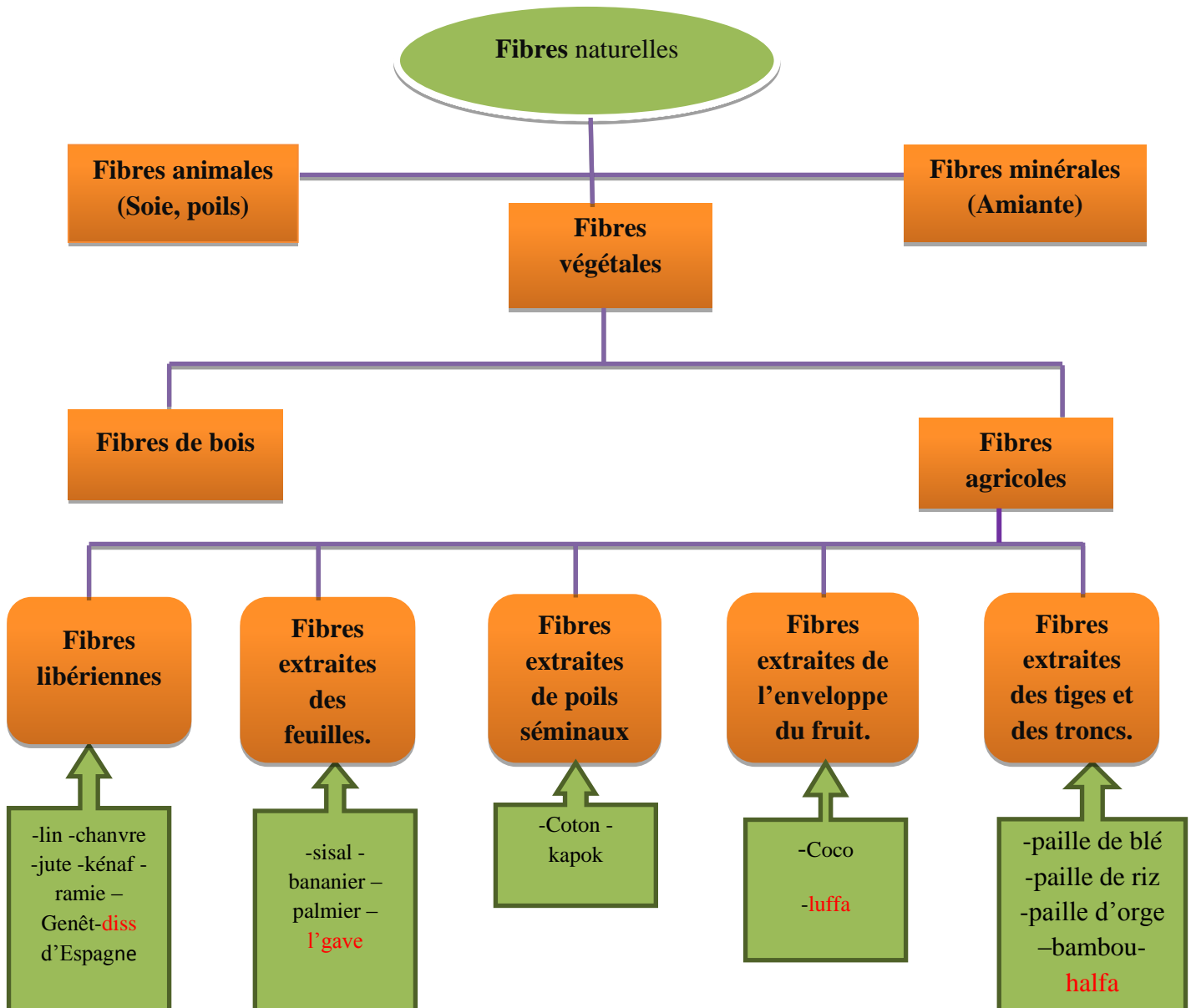


Figure (I-1). Classification des fibres naturelles et quelques exemples [4].

I-3. Les Fibres Végétales

I-3-1. Introduction

L'utilisation des fibres naturelles d'origine végétales dans la construction remonte aux années où l'on fabriquait des briques renforcées par la paille ou des roseaux. Dans le temps

moderne (depuis l'année 1970), le premier composite liant avec les fibres végétales était le plâtre. De ce fait, plusieurs ouvrages sont réalisés avec le plâtre renforcé de fibres végétales [5,6].

Actuellement le monde connaît de récents développements dans le domaine de renforcement du ciment et béton avec des fibres végétales. Suite aux problèmes de santé posés par les fibres d'amiante, plusieurs axes de recherches sont orientés vers la substitution de celles-ci par les fibres végétales [6,7].

I-3-2. Classification des Fibres Végétales

Les fibres végétales sont classées en quatre groupes suivant leur provenance. A s'avoir : les fibres de feuille, de tiges, de bois et de surface.

A. Les Fibres de Feuilles

Ces fibres sont obtenues grâce au rejet des plantes monocotylédones. Les fibres sont fabriquées par chevauchement de paquet qui entoure le long des feuilles pour les renforcer ces fibres sont dures et rigides. Les types de fibres de feuilles les plus cultivées sont la fibre de sisal, de Henequen et d'Abaca [6]. De ces fait, plusieurs chercheurs tel que : Nillson [8], Ayyar et al [9] ont montré l'efficacité du renforcement du ciment par les fibres de feuilles.

B. Les Fibres de Tiges

Les fibres de tige sont obtenues dans les tiges des plantes dicotylédones. Elles ont pour rôle de donner une bonne rigidité aux tiges de plantes. Les fibres de tige sont commercialisées sous forme de paquet de cor et en toute longueur. Elles sont par la suite séparées individuellement par un processus de défilage. Les fibres, une fois séparées, sont utilisées dans la fabrication des cordes ou de textile ou bien dans le renforcement du ciment et béton.

Les fibres de tige les plus utilisées sont les fibres de jute, de lin, de ramie de Sunn, de Kennaf, d'Urena et de Chanvre [10]. Nilsson [8] rapporte que les fibres de tige, les plus utilisées dans le renforcement du ciment, sont celles de Sunn, de Chanvre et de Jute.

C. Les Fibres de Bois

Les fibres de bois proviennent du broyage des arbres tels que les Bambous ou les Roseaux. Elles sont généralement courtes. Plusieurs chercheurs [6,11] ont montré l'efficacité de ces fibres dans le renforcement des ciments.

D. Les Fibres de Surface

Les fibres de surface entourent en général la surface de la tige, de fruits ou de grains. Les fibres de surface des grains constituent le groupe le plus important dans cette famille de fibres. Nous citons entre autre le Cotton et la noix de Coco (Coco). Les fibres de Coco ont donné de bons résultats pour la résistance à la flexion du ciment de fibre [12].

I.3.3. Morphologie de la fibre végétale

Sur le plan morphologique, la fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de son origine. En effet, les dimensions des fibres végétales dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale (Fig. II.2) [13].

La fibre végétale se caractérise aussi par la variabilité de l'épaisseur de sa paroi cellulaire qui découle de celle de la porosité des fibrilles [14].

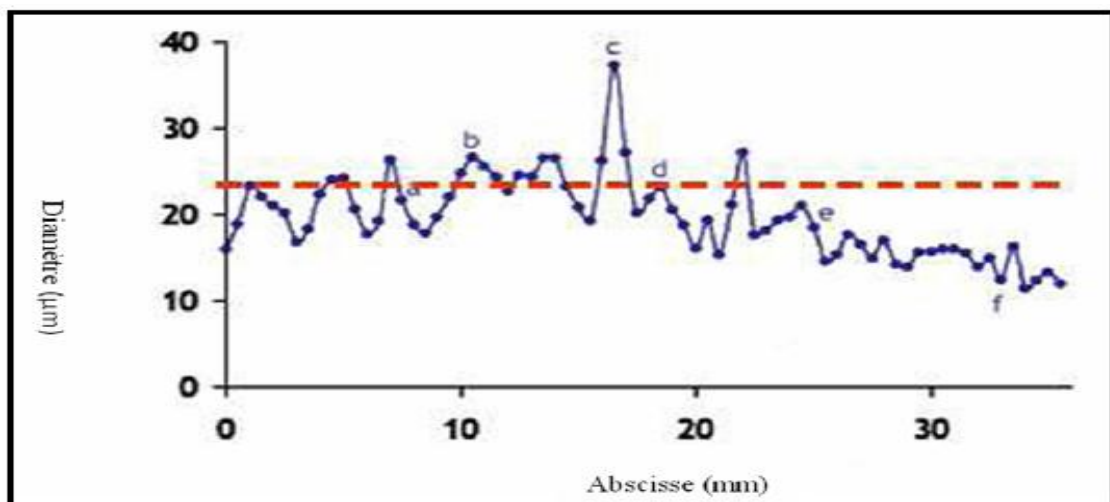


Figure (I. 2): Variation du diamètre le long de la fibre de lin [13].

Fibres	Longueur de la fibre (mm)	Diamètre de la fibre (µm)	Angle micro fibrillaire(°)	Référence
Cotton	35	10-45	-	36
Lin	4-77	5-76	10	13
Chanvre	5-55	10-51	6.2	24
KénaF	2.2-4.5	14-33	-	16

Jute	2.5	5-25	8	16
Sisal	900	8-50	20	36
Rami	900-1200	20-80	7.5	36
Noix de coco	03-1	12-24	45	13

Tab (I.1) : Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales.[37]

Le tableau ci-dessus (Tab. I.1) qui présente la variation des propriétés morphologiques de quelques fibres végétales montrant un nombre de type de fibre qui existe dans l'environnement.

La morphologie des fibres végétales peut constituer une donnée importante pour bien appréhender les transferts de contrainte aux interfaces fibre-matrice. La Figure I.3 présente à titre d'exemple la structure torsadée d'une fibre de coton. D'autres fibres ont des morphologies, encore plus tourmentées. La géométrie des fibres végétales est donc un problème important et difficilement surmontable pour ce qui concerne la micromécanique des composites renforcée par de telles fibres [15].

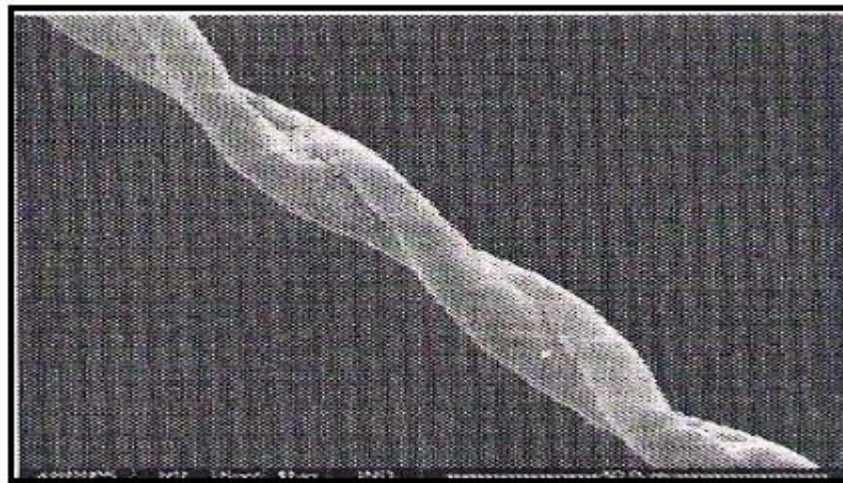
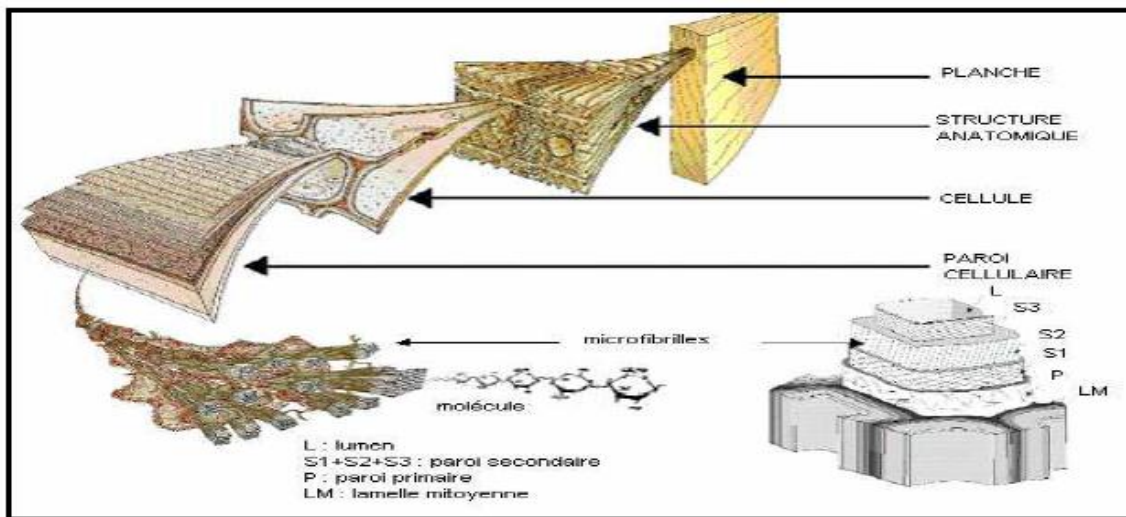


Figure (I. 3): Photographie en microscopie électronique à balayage d'une fibre de Coton [15].

I. 3.4. Structure de la fibre végétale

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de microfibrille cellulosiques en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine [12].

La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de microfibrilles (S1, S2 et S3) (Fig. II. 4) [34].



Figure(I.4): Structure du bois (observations multi échelles) [16].

Les microfibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle micro fibrillaire (MAF) dont la valeur varie d'une espèce à l'autre (Fig. I.5). L'orientation des microfibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres, plus que l'angle des microfibrilles augmente, le module de Young (une mesure de la rigidité) décroît, tandis que l'extensibilité des parois augmente [17].

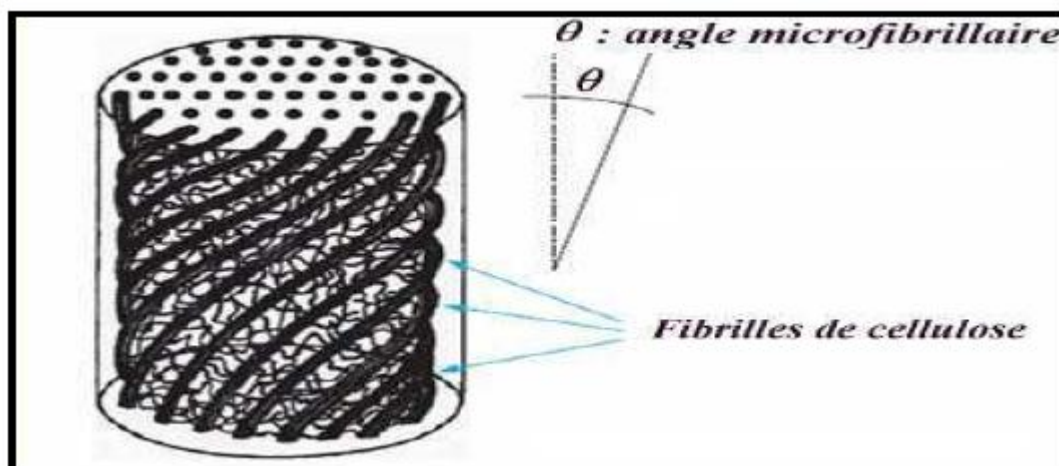
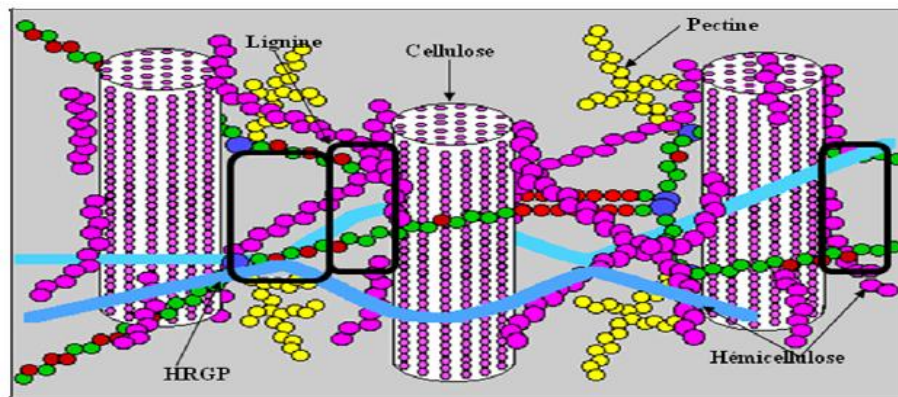


Figure (I.5) : Modèle de description de la structure d'une fibre végétale [12].

I. 3.5. Composition chimique des fibres végétales

La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale. Comme nous l'avons vu précédemment les composées les plus majoritaire sont la cellulose, l'hémicellulose les pectines et les lignines. Ces différents constituants sont agencés de manière très complexe.

Dans le bois, la cellulose est concentrée à l'intérieur de la fibre (Fig. I. 6). Les parois extérieures de la fibre sont composées principalement de lignines et d'hémicelluloses et les lamelles de jonction inter fibres sont composées presque uniquement de lignine. Un réseau supplémentaire de pectines (polymères de polysaccharides acides) augmente la complexité de la matrice. Le réseau polysaccharidique peut également être solidifié par un réseau secondaire de protéines HRGP (Hydroxyproline Rich GlycoProteins).



Fig(I. 6) : Représentation schématique d'une fibre de bois [18].

Le tableau I.2 présente la composition chimique de quelques plantes à fibres.

Types de fibre	Cellulose	hémicellulose	lignine
Cotton	82.7	5.7	.
Jute	64.4	12.0	11.8
Zoster	57	28	5
Ramie	68.6	13.1	0.6
Sisal	65.8	12.0	9.9
Chanvre	57-77	14-17	9-13
Kénafe (écorce)	44-60.8	20.3-23	10-19
Kénafe (bois)	37-49	18-24	15-21
résineux	48.0	15.0	25.3

Tab (I.2) : Composition chimique de quelques plantes à fibres [23, 24, et12].

I. 3.5. 1. Cellulose

La cellulose est le constituant qui assure la protection et le soutien dans les organismes végétaux. Elle se situe dans la paroi des fibres et constitue la substance organique la plus abondante dans la nature puisqu'on estime sa production mondiale à environ $1,3 \cdot 10^{10}$ tonne par an. A l'échelle d'un arbre cela correspond à la formation de 10 g de cellulose par jour. La cellulose est un homopolysaccharide composé d'unités β -D-glucopyranose liées entre elles par une liaison glycosidique β [26]. D'un point de vue chimique, la cellulose est une molécule formée de longues chaînes dont le motif de base est le glucose (Fig. I.7). Les molécules cycliques de glucose adoptent la conformation «chaise», qui est plus stable que la conformation «bateau» [27].

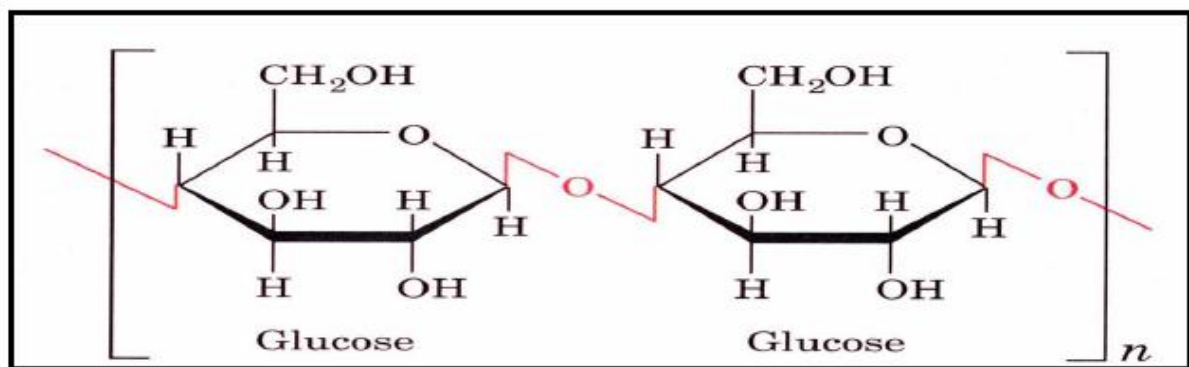


Figure. (I. 7) : Représentation de la chaîne de cellulose, n : degré de polymérisation [19].

Le nombre de monomères de glucose, ou degré de polymérisation (DP), varie selon l'espèce végétale. Il est par exemple de 10000 pour le coton, de 9000 pour le chanvre, le lin et le ramie, ou encore de 8000 pour l'épicéa. La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant le module d'élasticité le plus élevé, soit environ 136 GPa à comparer à la fibre de verre. Cette rigidité provient de la structure cristalline qui suit un agencement supramoléculaire hélicoïdal très ordonné [28].

I.3.5.2. Hémicelluloses

On désigne par hémicellulose tout polysaccharide soluble dans l'eau et pouvant être extrait de la paroi des cellules végétales par des solutions acides.

Les hémicelluloses sont une classe de polymères très variés (de nombreux monomères et de nombreux branchements différents). Elles sont donc assez mal définies. Dans leurs états naturels, leur structure est fonction de l'espèce végétale. Elles ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300. La Figure I.9 montre les unités monosaccharidiques les plus représentatives des différentes familles d'hémicelluloses. Ce sont des polysaccharides dont la chaîne principale linéaire est constituée respectivement de xylose, de mannose et de galactose [20,18]. La Figure I.8 présente un type de polysaccharide.

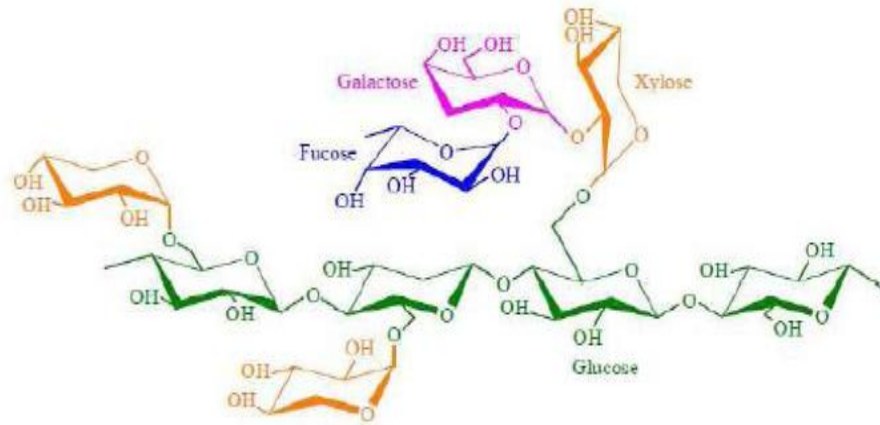


Figure (I-8). Structure d'un type de xyloglucane [27].

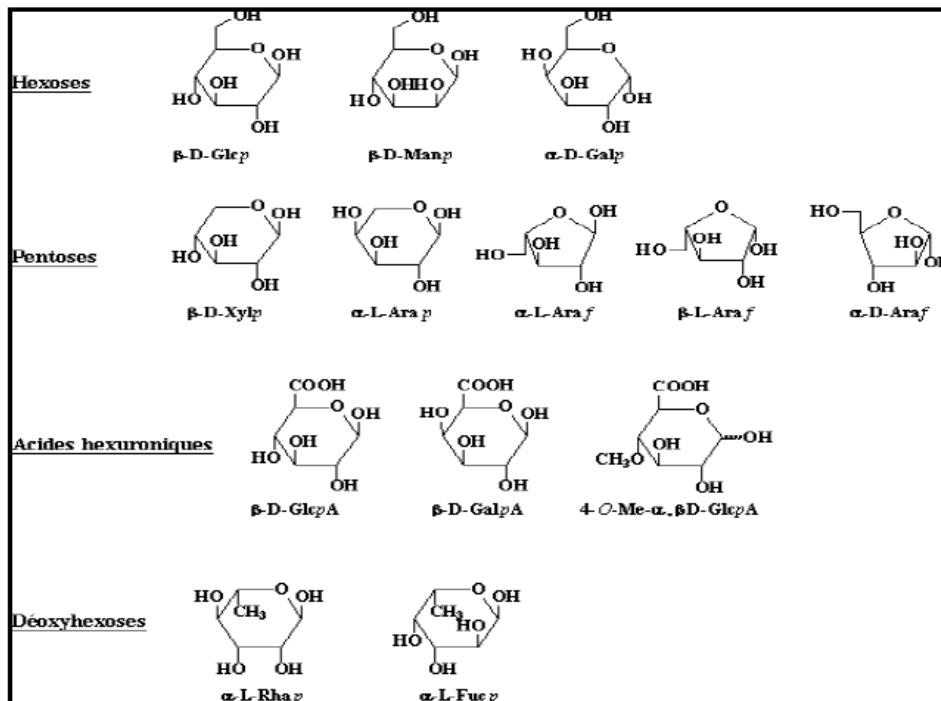


Figure.(I. 9) : Principaux glucides constituant les hémicelluloses [20].

I. 3.5.3. Pectines

Les pectines sont des polysaccharides acides dont la chaîne principale est composée de monomères d'acide uronique liés en 1-4 (figure I.10).

Régulièrement, des molécules de rhamnose s'intercalent entre ces monomères par des liaisons 1-2 et 1-4. Certaines de ces unités rhamnose portent des chaînes latérales composées d'oses neutres parmi lesquels le galactose et l'arabinose sont les plus abondants. Ce type de liaison entre les molécules d'acide uronique et de rhamnose forme des coudes. La macromolécule de pectine

ressemble à un zig-zag. Cet agencement lui confère des propriétés particulières. Elle procure une certaine flexibilité aux plantes [38].

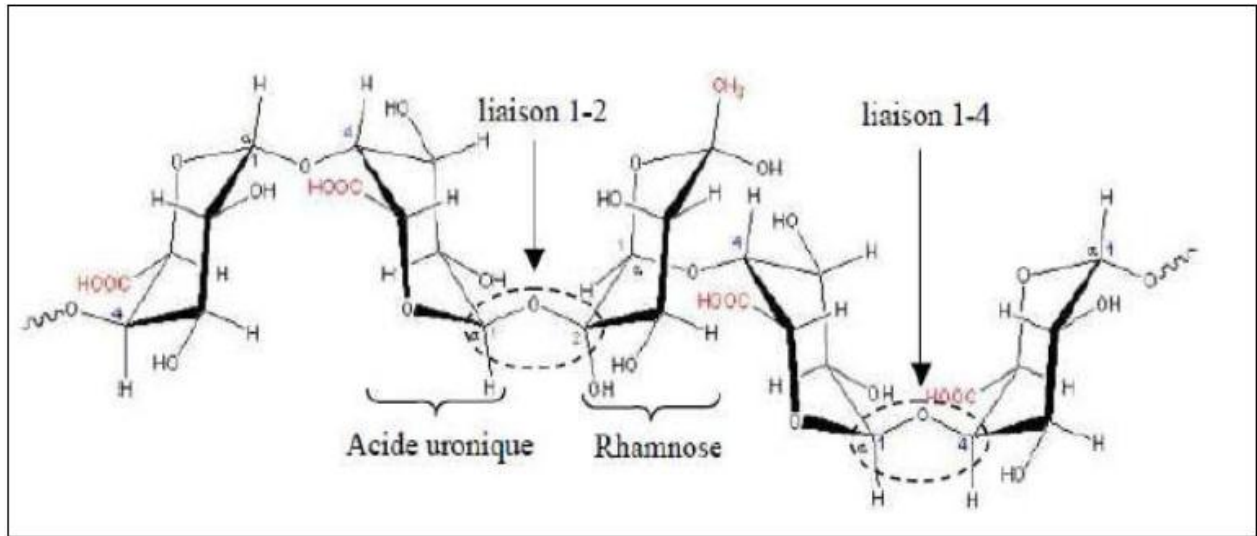


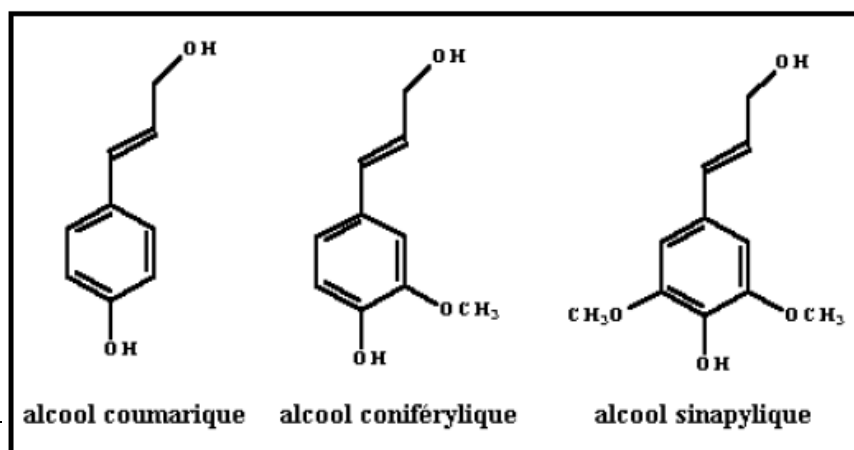
Figure (I.10) : Structure d'une chaîne d'acide polygalacturonique et formation d'un coude par la présence de rhamnose [38]

I. 3.5.4. Lignine

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable et la plus abondante à la surface terrestre. La lignine originelle ou "protolignine" constitue la plus importante fraction non saccharique des fibres végétales. C'est la matière "incrustante" de la cellulose.

La lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant trois unités différentes de type pénylopropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique [21].

Parce qu'il est impossible d'isoler la lignine native du bois sans la dégrader, sa masse moléculaire reste encore inconnue. Nous pouvons trouver des masses moléculaires approximatives dont les valeurs moyennes sont de 5000 à 10000 g/mol pour les bois durs (des feuillus), et de 20000 g/mol pour les bois tendres (des résineux). La Figure I. 11 présentes les motifs élémentaires de la lignine [35].



Figure(I. 11) : Motifs élémentaires de la lignine [18].

La lignine est peu sensible à la dégradation biologique et contribue à la protection naturelle des végétaux contre certaines attaques parasitaires [18].

I.3.5.5. La cire

La cire est une partie des fibres qui peut être extraite avec une solution organique. Elle est constituée de différents types d'alcools, qui sont insolubles dans l'eau et se gonflent dans plusieurs acides [12].

La Figure I-12 c'est une présentation schématique de l'agencement des différents composants des fibres végétales à l'échelle micrométrique et positionnement des sucres (Cellulose, hémicelluloses) et les pectines sur les fibres.

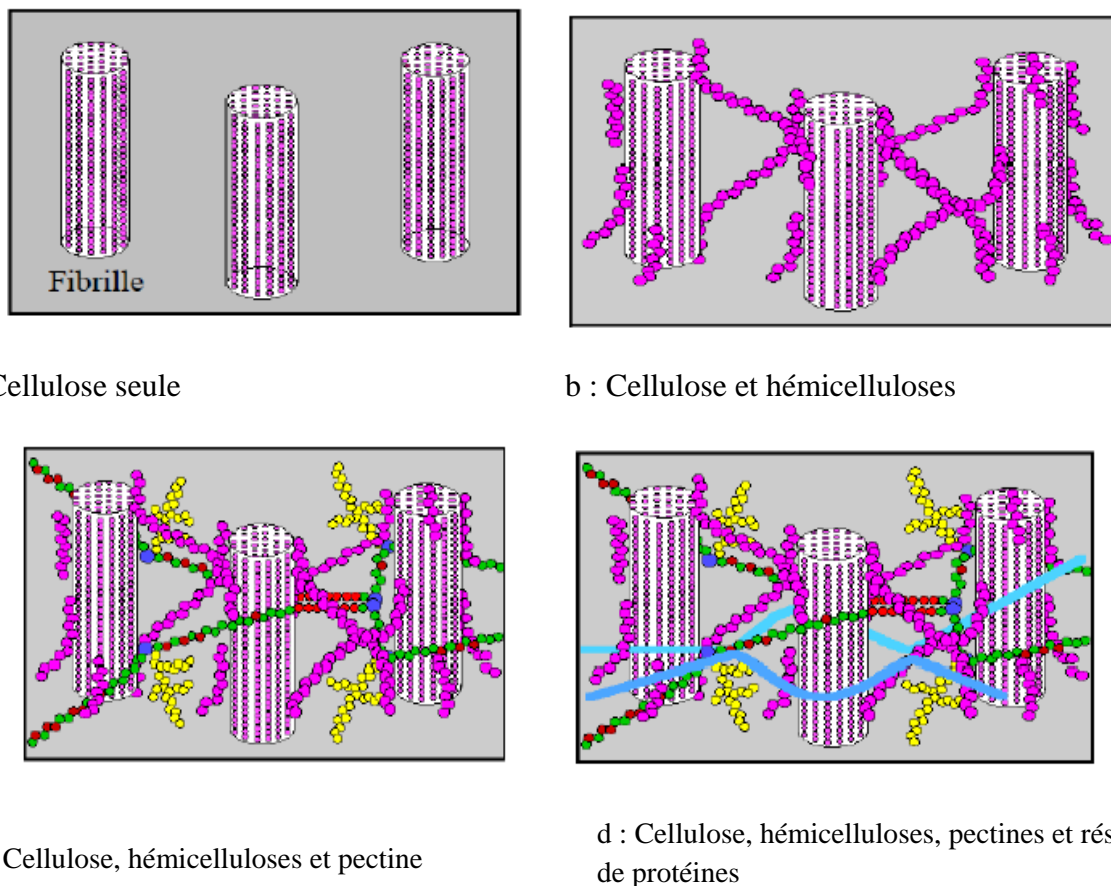


Figure (I-12). Représentation schématique de l'agencement des différents composants des fibres végétales à l'échelle micrométrique [27].

I. 3.5.6. 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 des solvants organiques, d'où leur dénomination. La composition en extractibles varie en fonction

de l'essence considérée et influe sur la couleur et l'odeur. Il s'agit de tanins, de pectines, de sucre et d'autres composés [22].

I. 3.6. Propriétés mécaniques de la fibre végétale

Il est très difficile de présenter un tableau qui répertorie toutes les propriétés des fibres lignocellulosiques. La grande variabilité constitutive et anatomique de la fibre végétale implique une variabilité de leurs propriétés mécaniques.

La faiblesse de la masse volumique des fibres végétales (1,2 à 1,5 g/cm³) confère à ces matériaux des propriétés mécaniques spécifiques intéressantes. Les fibres longues ont des contraintes en traction plus faibles que les fibres courtes, du fait que les premières ont de plus grandes probabilités de contenir des défauts de déformation. La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant un module d'élasticité relativement plus élevé de 90 à 137 GPa, comparé à celui de la fibre de verre qui est de 75 GPa. Ainsi un index de cristallinité de la cellulose d'une fibre élevé est indicateur de propriétés mécaniques élevées [34].

Les fréquents défauts structuraux (Fig. I. 113) observés de la surface des fibres sont des conséquences de la grande variabilité de morphologie, de composition chimique, de structure et de comportement mécanique spécifique de ces fibres [34].

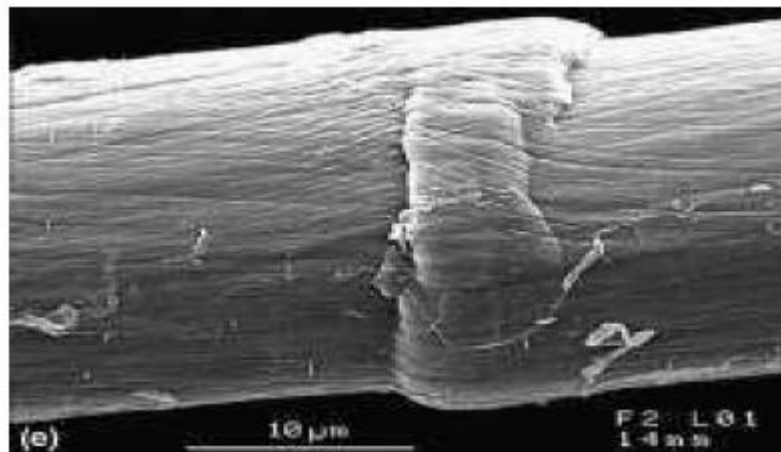


Figure.(I.13): Exemple de défaut structural sur une fibre de lin [13].

L'angle micro fibrillaire explique en partie la déformation élastique de la fibre végétale et dès lors son allongement à la rupture en traction. En effet, sous l'action de forces de traction relativement faibles, la fibre lignocellulosique subit une déformation réversible du fait de l'alignement progressif des microfibrilles cellulosiques avec l'axe de la fibre et une déformation élasto-viscoplastique des polymères amorphes [13].

Si la sollicitation de la fibre est plus forte, la déformation de celle-ci entre dans une phase irréversible qui peut se poursuivre jusqu'à la rupture. Un angle micro fibrillaire élevé suppose une déformation élastique plus importante pour une sollicitation de la fibre en traction faible [37]. Le tableau (I. 3) ci-dessous présente les propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec certaines fibres de renforcement conventionnelles.

fibre	Densité (g/cm ³)	Allongement (%)	Résistance à la traction(Mpa)	Module de young(Gpa)
Cotton	1.5-1.6	7.0-8.0	287-597	5.5-12.6
Jute	1.3	1.5-1.8	393-773	26.5
Lin	1.5	2.7-3.2	345-1035	27.6
Chanvre	-	1.6	690	-
Ramie	-	3.6-3.8	400-935	61.4-128
Sisal	1.5	2.0-2.5	511-635	6.4-22.0
Coco	1.2	30.0	175	4.0-6.0
Verre E	2.5	2.5	2000-3500	70.0
Verre S	2.5	2.8	4570	86.0
Aramide	1.4	3.3-3.7	3000-3150	63.0-67.0
carbone	1.4	1.4-1.8	4000	230.0-240.0

Tab(I.3) : Propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec des fibres de renforcement conventionnelles [12].

A titre d'exemple La Figure I-14 schématise une fibre végétale et montre les spirales des filaments des fibres. Tandis que, les figures (I-15) et (I-16) donnent la variation de la résistance à la traction en fonction de la teneur en cellulose et de l'angle spirale des filaments.

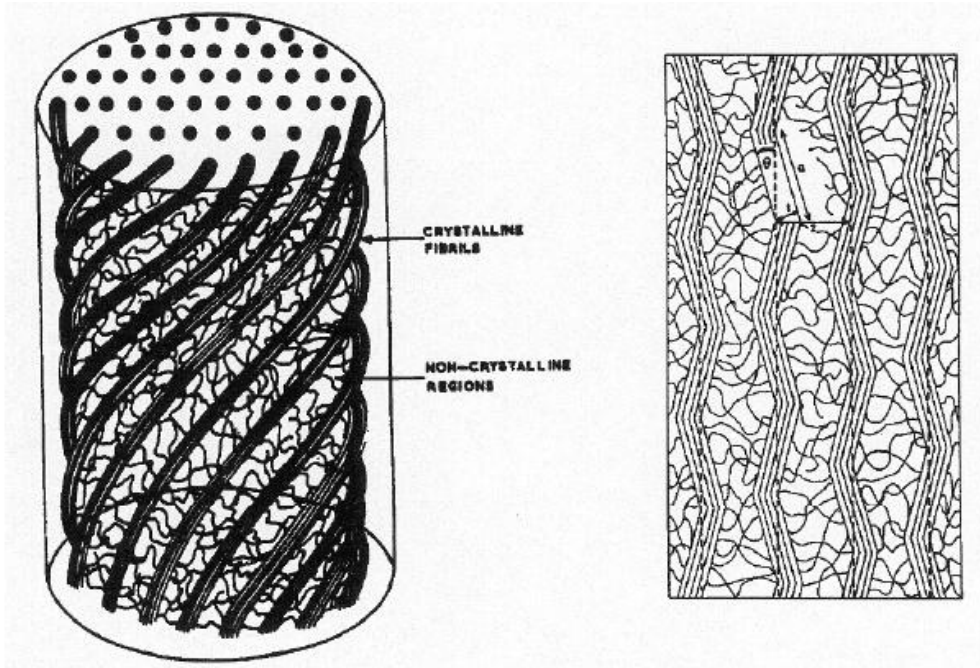


Figure (I-14). : Schématisation des fibres végétales [12]

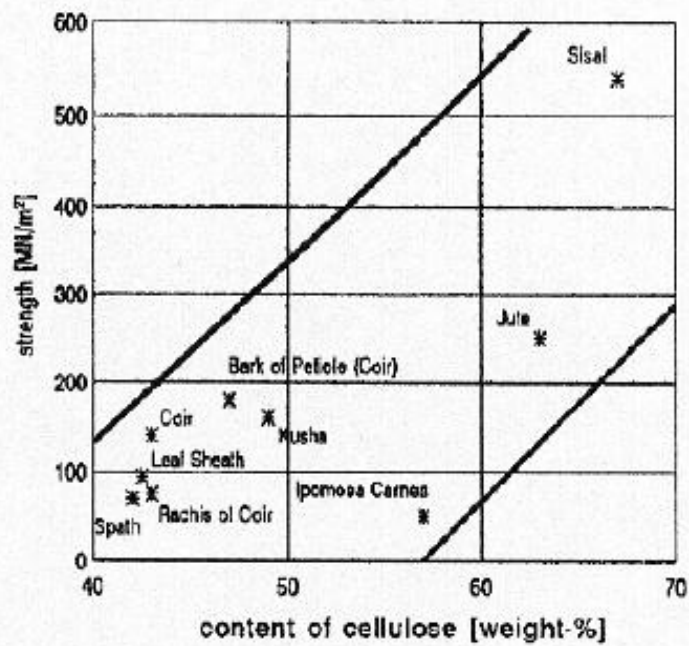


Figure (I-15) : Variation de la résistance en fonction du % de cellulose [1]

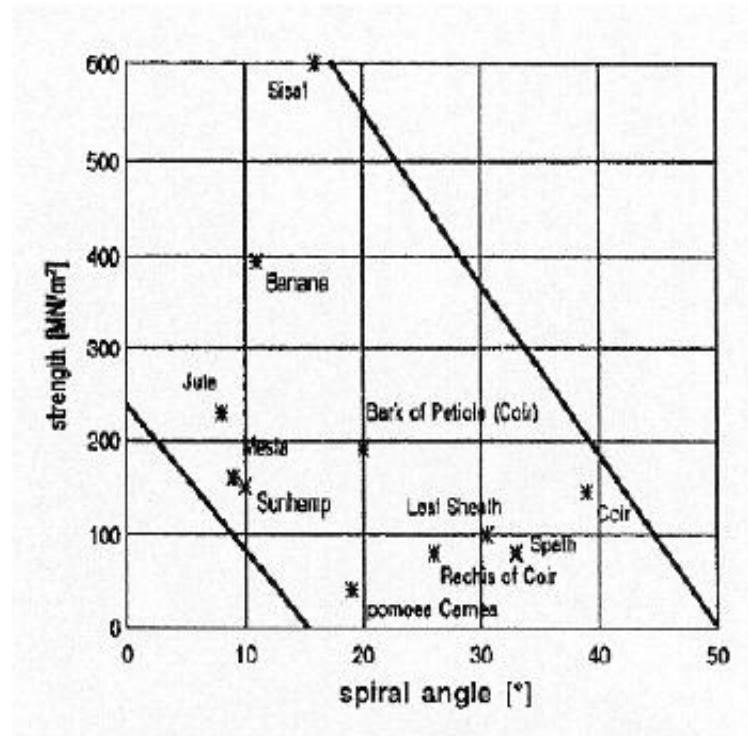


Figure (I-16). : Variation de la résistance en fonction de l'angle spiral [1]

I.3.7 Application des composites à base des fibres végétales

L'utilisation des matériaux composites s'inscrit dans une démarche d'éco-conception. On note enfin le développement de granulés thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles végétales est utilisé dans différents domaines (cosmétique, automobile, horticulture, électroménager, mobilier urbain, outillage...) [31].



Figure(I-17) : Quelques applications des fibres végétales [36].

a) En automobile

L'utilisation des fibres naturelles dans les matériaux composites est de plus en plus courante, notamment, chez l'équipementier automobile Faurecia, le projet de recherche Nafi (Natural fiber for injection), lancé en 2008, a permis de mettre au point des pièces en composites de lin ou en chanvre avec un gain de masse de 25%. Aussi que Alstom Transport équipera en 2014 ses nouvelles rames TGV de panneaux et de cloisons en lin composite et en 2016 le « nez » des locomotives sera fabriqué à partir du même matériau, avec d'autres éléments extérieurs [32].

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

Mercedes-Benz à Bayer, utilisait des composites à fibres de lin et de sisal pour les garnitures intérieures des portières de la Mercedes classe.

Mégane: Les constructeurs Français présentent la tablette arrière de la Mégane, les panneaux de portes de l'habillage du coffre de la Xantia.

AUDI: Dossier de siège, panneaux des portières latérales et arrières, garnitures de coffre, revêtement de roue de secours dans les modèles suivants : A3, A4, A6, A8, A4.

BMW: Panneaux de portière, garnitures de pavillon, garnitures de coffre, dossiers de siège dans les modèles suivants: séries 3, 5 et 7.

Volkswagen: Panneaux de portières, dossiers de siège, panneau de finition du couvercle du coffre, garnitures de coffre dans les modèles suivants: Golf, Passat, Bora.

OPEL GM: Panneaux de pavillon, panneaux de portières, panneau de revêtement des montants, groupe d'instruments, dans les modèles suivants: Vectra, Astra.

Ford: Panneaux de portières, montant central, garnitures de coffre dans les modèles suivant Mondeo, Focus, Zafira.

Fiat: Punto, Brava, Marea, Alfa Romeo 146, 156.

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

c) **Autres applications** Les palettes, le mobilier (table de camping Lafuma ou chaise IKEA), et FUTURAMAT, une société Française, produit des pièces techniques en résine thermoplastique renforcée de fibres de bois (ainsi que des matériaux biodégradables à base de farines céréalières). La recherche porte sur la caractérisation des fibres, la capacité à les utiliser à des conditions économiques comme renforts de composites structuraux tels que des hublots d'avion, et les moyens permettant d'améliorer l'interaction entre les fibres et la matrice dans laquelle elles sont noyées [33].



Figure (I-18): Application des composites à base des fibres végétales [36]

Image ci-au-dessus montre quelques utilisations dans le domaine de renforcement des fibres végétales qui est un poids léger exigences, à faible coût, cependant, à son tour, fabrique coupe CO2 De chaque industrie à accorder plus d'attention de matières premières renouvelables. L'utilisation de fibres naturelles

Il offre la possibilité de remplacer la grande tranche de fibres de verre et des charges minérales est beaucoup plus faible coût.

Les panneaux de porte sont fabriqués, et les sièges arrière (flèche dans le tableau se réfère à lui), des colonnes, des plateaux et des conteneurs, des armoires de commande, des tuyaux en polyester Thermoplastique renforcée par des fibres ou d'une résine thermoplastique

I.4. Conclusion

Le présent chapitre met l'accent sur la ressource lignocellulosique employée comme charge ou renfort dans un matériau composite à base de matrice polymère. Cette ressource végétale constitue une ressource renouvelable, naturellement biodégradable, et dispose de nombreuses qualités techniques élevées. La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale. Dans le cas de la tige de Genêt, au sein de sa paroi, quatre composés majoritaires se distinguent: la cellulose, les hémicelluloses, les pectines et la lignine. L'incorporation de fibres végétales à base de cellulose (Coton, lin, Chanvre, Jute, Ramie, Sisal, Kenaf, Coco, Abaca, bois...) dans des matériaux thermoplastiques ou thermodurcissables en remplacement des fibres de verre est un concept déjà industrialisé et commercialisé. On trouve ces composites dans des objets aussi variés que des pièces d'habillage intérieures d'automobiles, des coques de bateau, des meubles, des pièces de capotage, des bardages, etc. Cependant, les propriétés mécaniques des matériaux composites à charges végétales sont très sensibles à différents paramètres notamment: la nature et la quantité des constituants, leur morphologie, le taux de fibres, ainsi que leur orientation et leur état de dispersion dans la matrice, en plus de l'humidité et de la température [35].

Références :

- [1] Faulstich de Paiva JM., Frollini E., Unmodified and Modified Surface Sisal Fibers as Reinforcement of Phenolic and Lignophenolic Matrices Composites: Thermal Analyses of Fibers and Composites Macromol, Material and Engineering, 291, 405-417, 2006.
- [2] Alvarez VA., Vázquez A., Influence of fiber chemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of MaterBi-Y/sisal fiber composites, Composites: Part A, 37, 1672-1680, 2006.
- [3] Sreekala MS., Kumaran MG., Seena J., Maya J., Oil Palm Fibre Reinforced Phenol Formaldehyde Composites: Influence of Fibre Surface Modifications on the Mechanical Performance, Applied Composite Materials, 7, 295-329, 2000.
- [4] J.E.G.Van Dam et H.L. Bos, «**Consultation sur l'impact environnemental des fibres naturelles dans les applications industrielles**», Congrès de Food and Agriculture Organization(FAO), Rome, 2004, 263p.
- [5] KHENFER, M. M. ?Caractérisation structurale et rhéologique des ciments et des plâtres renforcés de fibres cellulosiques?. Thèse de docteur, université de Bordeaux, Juin 1990.
- [6] SWAMY, R. H. S, AHUJA, B. M, KRISHAMOORTHY, S., ?Behavior of concrete reinforced with jute, coir, bamboo fibers?. The international journal of cement composite and light weight concrete, volume 5, p 13 N°1, 1984.
- [7] SAVASTANO, Jr.H., AGOPYAN,V., ? Transition zone studies of vegetable cement paste composites ?.cement and concrete, composites , 21 pp.49-57, 1999.
- [8] NILSON, L., ? Reinforced Concrete with Sisal and other vegetable fiber?. Swedish Council for Building Research, document D14, 1975.
- [9] AYYAR, T.S.R. and MIRIHAGALLA, P.K.,?Elephant grass fibers and reinforcing fiber?.Magazine of Concrete Research , Vol. 28, pp.162-67,1976.
- [10] COUTTS, R.S.P., ? Flax fibers as a reinforcement in cement mortar ?, the international journal of cement composites and lightweight concrete, vol.5 N°4, pp 257-262, 1983.
- [11] KRIKER. A., ?Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec ?.Thèse de doctorat d'état, ENP, Alger, 2005. pp.221-274, 1999.
- [12] K.Charle, C.morvan, J.Bréard, JP.Jernot, M.Gomina, ''Etude. morphologique d'un composite naturel la fibre de lin'' revue des composites et des matériaux avancés, Vol16, pp11-24,2006.
- [13] C.Ververis, K.Georghiou, N.Christodoulakis, P. Santas, R.Santas.'' Fiber dimensions, lignin and cellulose content of various plant materials and their Suitability for paper production. Industrial Crops and Products 19: 245-254, 2004.
- [14] M.Nardin, ''interface fibre-matrice dans les matériaux composites application aux fibres végétales'', revue des composites et des matériaux avancés, Vol 16, pp 49-61, 2006.
- [15] A.K Bledzki, j. Gassan, ''Composites reinforced with cellulose based fibres'', Prog. Polym. Sci.24 221-274, 1999.
- [16] F. Michaud, ''Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post formage'' thèse Phd, univ Laval,2003.
- [17] F.Laurans, A.Déjardin, J.Pilate, ''Physiologie de la formation des parois de fibres de bois'', composites et matériaux avancés, Vol.16, pp.27-39,2006.

- [18] C Couhert. Pyrolyse flash à haute température de la biomasse lignocellulosique et de ses composés - production de gaz de synthèse'', Thèse de pour obtenir le de Doctorat de l'Ecole des Mines de Paris Energétique.2007.
- [19] N.Joly, ''synthèse et caractérisation de nouveaux films plastiques obtenues par acylation et réticulation de la cellulose'', thèse doctorat de l'université de Limoges, chimie des substances Naturelles, 2003.
- [20] D, Hatsch, ''Interaction hôte/pathogène : étude du modèle Cumulus lupulusFusariumgraminearum. Identification, génomique et transcriptomique du pathogène,'', thèse de doctorat de l'université de Louis Pasteur Strasbourg I, Science du Vivant – Aspects moléculaires et cellulaires de la biologie.2004.
- [21] S,Thiebaud, ''Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux'', thèse de doctorat, Institut National polytechnique De Toulouse, Sciences des Agroressources, 1995
- [22] P,Boustingorry, ''Élaboration d'un matériau composite à matrice gypse renforcé par bois fragmenté -amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqué en gypse,'', thèse de doctorat de l'école Nationale Supérieure des Mine de Saint E tienne, Génie des procédés, 2002.
- [23] P.Davies, C.Morvan, O.Sire, C.Baley, '' propriétés de fibres extraites de phanérogames marines (ZOSTERA marina)'', revue des composites et des matériaux avancées, Vol 16, pp41-48,2006.
- [24] A.Y. Nenonene, ''Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kéraf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage'', thèse de doctorat de l'université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agroressources, 2009.
- [25] B.R. Sharma, Naresh L., N.C. Dhuldhoya, S.U. Merchant and U.C.Merchant Lucid ''Colloids Limited Jodhpur''-342005, Rajasthan, India,2006.
- [26] R. Sharma, Naresh L., N.C. Dhuldhoya, S.U. Merchant and U.C.Merchant Lucid ''Colloids Limited Jodhpur''-342005, Rajasthan, India,2006.
- [27] A. Sbiai. «Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier Dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres». Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale Matériaux de Lyon, France, 2011, 236p. [En ligne], disponible sur <http://hal.archives-ouvertes.fr/docs/00/73/88/14/PDF/these.pdf> .
- [28] D. Sedan. « Etude des Interactions Physico-Chimiques aux Interfaces Fibres de Chanvre/Ciment. Influence sur les Propriétés Mécaniques du Composite ». Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges, France, 2007, 129 p.[En ligne], disponible sur <http://epublications.unilim.fr/theses/2007/sedan-david/sedan-david.pdf> .
- [29] S. Ikhlef. « Etude du comportement de composites PEBD/farine de Genêt d'Espagne avant et après traitement ». Mémoire de Magister, Faculté de Technologie, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, 2011, 168 p.
- [30] « Cellulose »Microsoft ® Encarta ® 2007. Microsoft Corporation, 1993-2006.
- [31] A. Wachowski. « Les Parois de Cellules Végétales», [en ligne], 2006. disponible sur <http://www.lycees.ac-rouen.fr/lgcorneille/SPIP/IMG/DS206.pdf> (Consulté le 15/12/2013).
- [32] C. Baley. **Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites**. Technique de l'ingénieur, traité génie des procédés, Vol. AM5, 2004, pp. 130.

- [33] C. Zamprogno et P. Hourçourigaray, «**Nautisme et Composites BioSourcés**», [en ligne], 2012. 31p, disponible sur http://www.eurolarge.fr/wp-content/uploads/2012/12/Lettre-deVeille6_nautismeetcomposites-12.pdf (Consulté le 04/12/2013)
- [34] S. A. Paul, A. Boudenne, L. Ibos, Y. Candau, K. Joseph et S. Thomas. « **Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite materials**», Compos. Part A: Applied. Science and Manufacturing., Vol.39, 2008, pp. 1582–1588.
- [35] YAHIAOUI, Lamia. ETUDE DU COMPORTEMENT A LA RUPTURE DE COMPOSITE A FIBRES VÉGÉTALE. Diss. Université Ferhat Abbas De Sétif.
- [37] FADEL Ahlem. memoire En vue de l'obtention du diplôme de MAGISTER Option : Génie des Polymères , theme « Influence des diverses modifications du Genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique ». Soutenu le: 28/12/2014.

The page features a decorative graphic consisting of three blue circles of varying sizes, each with a gradient from dark blue in the center to light blue on the outside. These circles are arranged vertically on the right side of the page. Two thin, light blue lines intersect at the top left and extend diagonally across the page, framing the circles and the text.

Chapitre II

Présentation des fibres
étudiées

Introduction :

Dans ce chapitre on va étudier quatre fibres végétales l'Agave, Luffa, Diss et Halfa. Dans l'objectif de les définir en lui-même et de connaître leur utilisation dans différentes applications (artisanale, médicale etc.).

L'intérêt pour ces fibres réside notamment dans leurs bonnes propriétés spécifiques : biodégradabilité, abondance, caractère renouvelable et faible coût. La recherche sur le sujet s'est ainsi fortement dynamisée au cours de ces dernières années et un certain nombre de produits commencent à apparaître sur le marché (balustrades, bardage, palettes, fenêtres...). De nouvelles applications et des composites plus performants sont déjà anticipés, mais les connaissances restent insuffisantes et des études doivent être menées afin de mieux comprendre certains mécanismes [1].

II.1. Agave (*Agave Americana*) :



Figure (II.1) La plante Agave.

L'Agave est une plante succulente vivace présentant des rosettes basales (24m de large) de feuilles épaisses, figure (II.1). Les feuilles sont de couleur vert-bleuté à glauque, dures, succulentes, épineuses sur les bords et au sommet atteignant jusqu'à 2 m de long. Les extrémités sont recourbées vers le bas. La hampe florale atteint couramment 5 à 9 mètres de hauteur et porte des panicules floraux elliptiques de part et d'autre de la tige. Cette dernière se prolonge sous terre sous-forme d'un rhizome très profond. La floraison, unique, jaune et verte, en épis se produit en été au bout de dix à vingt ans et dure près d'un mois, attirant de nombreux insectes. La tige s'effondre alors au vent par épuisement de la plante, qui meurt mais laisse, comme tout au cours de sa vie, de nombreux rejetons (drageons). Le fruit produit est une capsule de 45cm de long. La grande quantité de graines produites dans le fruit se fait grâce à l'utilisation des réserves sucrées accumulées dans la plante [2].



Figure(II.2) : Feuille d'Agave americana et ces fibres.

II.1.2. Les fibres d'Agave

L'agave permet la production de fibres pour fabriquer notamment cordes et ficelles, mais aussi du papier et des nattes. Ce sont des fibres qui présentent une bonne résistance à la tension et une certaine extensibilité. De couleur claire, lustrées, ces fibres mesurent de 60 à 200 cm de long pour un faible diamètre. On appelle « pite » la matière textile extraite de ces fibres.

II.1.3 Utilisation de la Plante d'Agave

Ornement : Espèce largement commercialisée en France (sur pépinière et internet) à destination des jardiniers pour ses qualités ornementales (résistance à la sécheresse).

Aménagement : Espèce utilisée pour contrôler l'érosion au Mexique.

Médical : Espèce utilisée en pharmacopée traditionnelle et cosmétique au Mexique.

Autres usages :

- Espèce utilisée comme fibre végétale au Mexique et dans les Antilles
- Pour l'alimentation et en tant que fourrage (Mexique).
- En tant que combustible (Mexique) [2].

II.2.Diss (*Imperatacylindrica*, poale – poacées)



Figure (II.3) : Plante Diss *Imperatacylindrica*

Le Diss (*Imperatacylindrica*, poale - poacées) est une herbe très répandue dans l'Afrique du Nord et les régions sèches de la Grèce à l'Espagne. Cette herbe est utilisée dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécaniques et hydriques [3].

C'est une espèce vivace à rhizome longuement rampant. Les tiges sont hautes de 30 à 80 cm. Les feuilles sont étroites, raides et aigues. L'inflorescence est cylindrique, dense et blanche/soyeuse. Les épillets groupés par deux, l'un sessile et l'autre pédonculé. Les glumes sont rougeâtres et portent de longs poils soyeux, glumelles inégales sans arêtes, 2 étamines, stigmates allongés et violacés

Le Diss n'est pas suffisamment étudié. Il y a peu de références bibliographiques traitant cette herbe. Les fibres Diss présentent une surface rugueuse, à relief très irrégulier avec la présence d'épines ou de crochets (0.20mm de longueur). A l'intérieur, la fibre est constituée d'un certain nombre de cavités. Le traitement à l'eau bouillie n'affecte pas la structure extérieure de la fibre, puisque les épines restent intactes [4].

Le tableau II.1 regroupe la classification scientifique de la plante:

Genre	Espèce	Sous-famille	Famille	Ordre
Ampelodesmos	A.mauritanicus	Stipoideae	Poaceae	Poales

Tab(II.1) : classification scientifique de la plante [4].

II.2.2. Les fibre de Diss



Figure(II.4) (a) Ensemble de fibres de Diss , (b) Fibres de Diss broyées et bouillies [39].

La fibre Diss (*Ampelodesmos mauritanicus*), est une herbe vivace. Il existe en abondance à l'état sauvage sur le pourtour du bassin méditerranéen et l'Asie occidentale et au sud-ouest de l'Amérique du Nord. Il est utilisé auparavant dans la réalisation des habitations anciennes en raison de ses qualités mécaniques et hydriques et en tant que fibre pour la fabrication de tapis. Cette herbe pousse mieux dans des sols sableux, caillouteux ou argileux qui sont modérément humides. Sa hauteur peut atteindre 3 mètres environ (Figure II.3). L'utilisation de cette herbe dans les composites permet de préserver les ressources non renouvelables et d'ouvrir de nouveaux marchés [4].

II.2.3. Utilisation de Diss

Le Diss est une herbe très répandue dans l'Afrique du Nord et les régions sèches de la Grèce à l'Espagne. Cette herbe est utilisée dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécaniques et hydriques. Les feuilles de l'herbe de Diss utilisées sont récoltées à la main en fin de maturité dans la région nord de Sétif [5].

II.3. Halfa (*Stipa tenacissima* L.)

Halfa (*Stipa tenacissima* L.) est une plante herbacée (Graminées) d'Afrique du Nord et d'Espagne (ou spart) utilisée pour la fabrication de cordages, d'espadrilles, de tissus grossiers, de papier, tapis, paniers. D'une façon générale, la fabrication d'objets en fibres végétales se nomme sparterie.



(a) La plante Halfa en période de printemps



(b) La plante Halfa dans la période d'été



(c) Les tiges de Halfa après extraction sous forme de botte.

Figure (II.5) : Présentation de la plante Halfa pendant les différentes saisons de développement.

Halfa est une herbe vivace typiquement méditerranéenne, elle pousse en touffes d'environ 1m à 1.2 m de haut formant ainsi de vastes nappes. Elle pousse spontanément notamment dans les milieux arides et semi arides, elle délimite le désert, là où Halfa s'arrête, le désert commence (Figure II.5) [6].

Par ailleurs, c'est l'une des espèces xérophiles qui caractérise le mieux les milieux arides méditerranéens à l'exclusion des secteurs désertiques. Sa terre d'élection est l'Afrique du Nord, et tout particulièrement les hauts plateaux de l'Algérie et du Maroc. Mais cette espèce est présente aussi en Espagne, au Portugal, aux Baléares, et elle s'étend vers l'est jusqu'en Égypte en passant par la Tunisie et la Libye. En France, elle serait présente uniquement dans le département du Var. Au sud et à l'est, la limite naturelle de Halfa est déterminée par la sécheresse en bordure du Sahara. En revanche, au nord et à l'ouest, c'est l'humidité croissante

du climat qui l'élimine de la flore, elle est beaucoup plus rare dans les étages subhumide et surtout humide [7-8].

La répartition territoriale connue à ce jour est estimée à [6] :

- Algérie: 4.000.000 ha
- Maroc: 3.186.000 ha
- Tunisie: 600.000 ha
- Lybie: 350.000 ha
- Espagne: 300.000 ha



Figure (II.6) : Nappe alfatière. (cliché Meriem Kaid-Harche) Inflorescences d'Alfa.



Figure (II.7) : les petites fleurs blanches sont celles d'une Crucifère qui pousse mêlée à Halfa.

En Algérie, Halfa est abondante dans la région oranaise, depuis le littoral jusqu'aux monts des Ksour, sur les hauts plateaux de la région de Ksar Chellala, Djelfa, autour de Boussada, jusqu'aux montagnes d'Ouled Nail et autour de Laghouat. A l'est, elle se répartit surtout dans les régions ouest et sud de Setif, les Bibans, Boutaleb et Maadi. Elle couvre également une partie importante des versants de montagnes du massif des Aurès [9].

II.3.2. Les fibres Halfa :



Figure (II.8) : Illustrations de la pâte d'halfa commercialisée par la SNCPA [10].

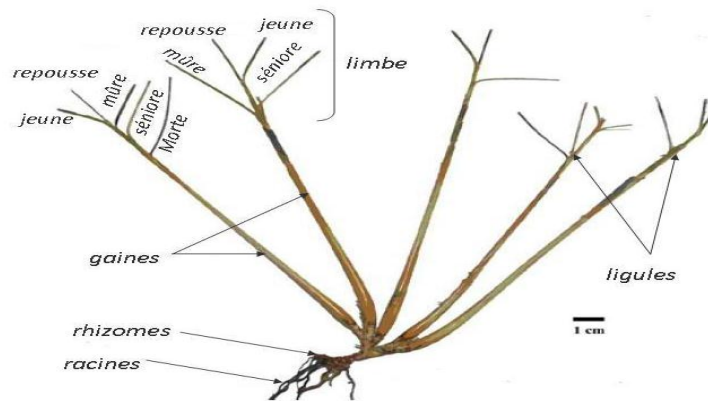


Figure (II.9) : Morphologie de la plante Halfa [10].

Le figure (II.9) représente la composition complète de plante halfa et il est Les tiges peuvent atteindre une hauteur d'un mètre, et les racines une profondeur de plus d'un mètre. Entre les deux se trouve le rhizome. [11]

II.3.3. les modes d'utilisation de Halfa

La pâte à papier : A la fin du 19ème siècle, le papier d'halfa est apparu, c'est un papier de bonne qualité qui met bien en évidence la valorisation de cette plante et lui donne une grande importance économique. La pâte à papier représente la branche qui consomme le plus d'Halfa. La Société Nationale de Cellulose et de Papier Halfa (SNCPA – Tunisie) produit 25.000 tonnes de papier et 12.000 tonnes de pâte par an) (Figure II.8) [45]. Cette pâte est essentiellement utilisée dans la fabrication du papier à noble usage, du papier cigarette, du papier filtre et du papier condensateur (diélectrique).

Non tissés : Des travaux ont été effectués afin de remplacer des fibres de verre et de carbone, qui ont un coût élevé influençant le prix de revient du produit fini. Les non tissés sont utilisés comme couche de renfort pour des emboitures dans le domaine orthopédique par exemple [6].

Composites : Analogiquement, des études ont été réalisées pour développer des composites à base de fibres Halfa dans une matrice de polypropylène, de polyester ou de PVC. Ce recours aux fibres naturelles se produit de plus en plus de nos jours afin de réaliser des composites biodégradables avec des bonnes performances mécaniques et acoustiques et avec moins d'impact sur l'environnement. Mais ce type d'application connaît quelques difficultés pour la mise en œuvre telles que des problèmes de cohésion avec la matrice utilisée [12-13].

Par ailleurs, la feuille d'halfa fournit également des sous-produits puisqu'elle possède des acides gras insaturés, notamment l'acide oléique et l'acide linoléique, pouvant être valorisés dans le domaine diététique et des cires utilisées pour les cosmétiques.

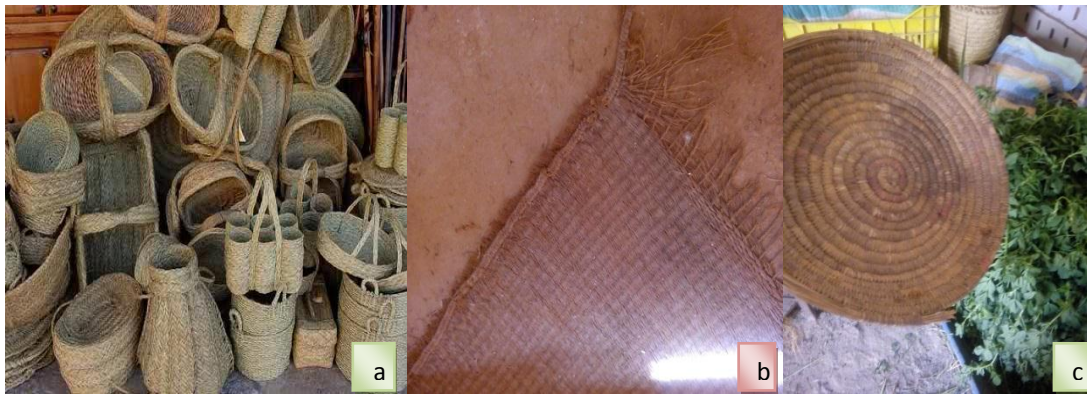


Figure (II.10) : Des exemples d'artisanat Halfatière (a) [10]

Applications artisanales : Ces tiges, une fois filées ou tressées, s'emploient pour la fabrication de cordages et d'objets de sparterie (tels que : des tapis, des paniers, des paillasons, des plateaux, des ficelles ...). L'utilisation artisanale par les riverains qui habitent dans les régions Halfatières peut être évaluée à 50 kg/ménage/an (Figure II.10).

Pâturage : Les nappes Halfatières constituent un espace pastoral de réserve tant pour le bétail (bœufs, moutons, chameaux...) que pour la faune sauvage (gazelle...). Du fait qu'elle est relativement délaissée par les animaux en présence d'autres ressources pastorales plus appétentes. Vu sa faible valeur alimentaire, elle constitue un énorme stock qui permet la survie des animaux pendant les années de disette.

Combustible : Le pouvoir calorifique supérieur de l'Halfa varie de 4666 Kcal/kg pour les brins de 1 an et de 5160 et 5163 Kcal/kg pour les brins âgés de 2 ans et de 3 ans respectivement, ce qui lui confère un usage énergétique important sous forme de briquettes combustibles en remplacement ou d'appoint au bois de feu [6].

II.4.Luffa (*Luffa cylindrica*)



Figure (II.11) : (a) *Luffa cylindrica* , (b)Fruit sec de *Luffa cylindrica* [14].

La Luffa est une courge végétale, originaire des pays orientaux. Ses fibres séchées possèdent des propriétés absorbantes de première qualité, elle est :

- 100% naturel, il est biodégradable et non toxique pour la santé
- Absorbe liquides et odeurs.
- Il est une ressource renouvelable.

Après 9 mois de maturation, le luffa est récolté, lavé et séché. Avec le tissu de fibres obtenu, on fabrique des poudres et farines hautement absorbantes [15].

Le Luffa ou Loofah, appelé encore éponge végétale, orne de façon originale une tonnelle ou une clôture. Les fruits verts allongés, consommables à l'état jeune, prennent par la suite une consistance fibreuse qui sert à la confection d'éponges (Figure II.11) [16].

II.4.2.Fibre



Figure (II.12) : a) Luffa sec et b) broyer.

La Luffa est un végétal fibreux non comestible. L'intérieur est composé de fibres résistantes entremêlées en réseau dense. Doux, souple, hydrophile et durable, le luffa est reconnu pour ses qualités absorbantes exceptionnelles (figure II.112) [1].

Une firme canadienne a développé depuis plus de dix ans, un savoir-faire unique pour la transformation de ces fibres végétales. Elle offre désormais cette nouvelle matière comme alternative à tous les manufacturiers de produits absorbants [1].

C'est un réseau de fibres interconnectées composées principalement de cellulose (66%), d'hémicellulose (17%) et de la lignine (15%) [17] formant des microcanaux avec un diamètre de 10-20 μm et des macropores allant jusqu'à 800 μm [18]. La porosité de ces fibres est entre 79-93%, densité (0,02- 0,04 g/cm^3) et le volume poreux spécifique est de 21-29 cm^3/g . La stabilité de Luffa cylindrica à des pH de 1 à 14 et après 5 cycles d'autoclavage à 120°C pour 20 min est étudiée [19] et montre sa résistance comme matériau pouvant être utilisé en biotransformation. De ce fait, le fruit sec de Luffa cylindrica a été étudié ces dernières années pour l'immobilisation de différents types des cellules [20].

II.4.3. Utilisation de Luffa



Figure II.13 Utilisation du Luffa comme produit de toilette [21].



Figure (II.14) : Farine de Luffa [15].

L'immobilisation de microalgues *Chlorella sorokiniana* sur *Luffa cylindrica* pour la décontamination des eaux polluées en métaux lourds a été étudiée par l'équipe de Akhtar et al [1]. Les microalgues immobilisées fixent 97,9% de cadmium (10 mg/L) contre 92,7% avec les microalgues libres [22]. La bio-sorption du nickel (II) dans l'eau par *Chlorella sorokiniana* augmente de 48,08 mg/g_{biomasse} à 60,38 mg/g_{biomasse} lorsque les cellules sont immobilisées. Il faut noter que la présence de Luffa seule participe à une biosorption de 6,1 mg/g [23].

L'immobilisation de la levure *Saccharomyces cerevisiae* et du champignon *Rhizopus oryzae* pour la production de bioéthanol est réalisée en utilisant *Luffa cylindrica* comme support d'immobilisation. Luffa assure une productivité volumétrique de 14 g/L.j contre 7,57 g/L.j avec les cellules libres [24]. Par contre, la production du bioéthanol par les cellules immobilisées s'arrête après 3 jours à cause de la diminution du contact entre les cellules et l'amidon à transformer. Il faut ajouter que les fibres de Luffa sont constituées de cellulose et donc sont sujettes elles-mêmes à l'action de la cellulase d'où les travaux de Hiden et al., 2007 sur l'acétylation de Luffa [25]. Le greffage de fonctions acétyles sur la

cellulose protège *Luffa cylindrica* contre l'action des cellulases sécrétées par les champignons. Dans la production de glucoamylase par des cellules de *Thermomucorindicaeudaticae*, l'immobilisation sur *Luffa* assure une accumulation de 18,5 U/mL par comparaison à 22,7 U/mL obtenue avec les cellules immobilisées dans des billes d'alginate [26]. Une autre application de *Luffa* est l'immobilisation de consortiums pour la biodégradation de certains herbicides et fongicides polluants. Par rapport aux cellules planctoniques, l'immobilisation du consortium sur *Luffa* réduit à moitié le temps de biodégradation de ces polluants environnementaux [27].

Au niveau de bactéries, l'immobilisation de *Zymomonasmobilis* sur *Luffa* fait doubler la production de sorbitol par rapport au système à cellules libres [28]. *Luffa cylindrica* a également prouvé son efficacité dans l'immobilisation de *Streptomycesclavuligerus* pour la production d'acide clavulanique [29].

D'autres applications de *Luffa cylindrica* concernent l'immobilisation de cellules végétales ou animales. La biomasse immobilisée de cellules de *Coffea arabica* est évaluée à 0,42 g_{cellules}/g_{Luffa} [64]. Pour les hépatocytes de rat, une estimation de 1×10^7 cellules/cm³ *Luffa* est observée [18].

De ce qui précède, le fruit sec de *Luffa cylindrica* est un support poreux prometteur pour l'immobilisation de bactéries dans la biotransformation de substances lipophiles solides [20].

II.5.Conclusion :

L'utilisation de fibres végétales naturelles pour renforcer le composite et nous a mis en face d'un grand nombre d'options étant donné la diversité naturelle des espèces et des caractéristiques.

Nous avons choisi ces plantes dans notre étude en raison de plusieurs des fonctions tels que les différences dans le type (feuille, tige, fruit, libériennes) et la densité, l'état de surface et la morphologie de structure (pectines, lignine, hémicellulose et cellulose).

Cette plante est très présente dans notre environnement et facile à obtenir. Comme il est la plus grande résistance à la fibre aux autres.

- [1] Akchiche O. Messaoud Boureghda K., Esparto Grass (*Stipa Tenacissima* L.), raw material of papermaking. First Part, *Chimija rastitel'no go syr'ja*, 4, 2007, 25-30.
- [2] Fertikh, Salah, Et Al. "CARACTÉRISTIQUES MÉCANIQUES DES COMPOSITES À BASE DE FIBRES DE DISS DANS DIFFÉRENTES MATRICES." *Annales Du Bâtiment Et Des Travaux Publics*. No. 6. Editions ESKA, 2012.
- [3] Merzoud, Mouloud, And Mohamed Fouzi Habita. "Elaboration De Composite Cimentaire A Base De Diss «*Ampelodesma Mauritanica*»." *Afrique Science: Revue Internationale Des Sciences Et Technologie* 4.2 (2008).
- [4] L Watson, Dallwitz MJ. 2008. Les genres d'herbe du monde: descriptions, illustrations, l'identification et la récupération des informations, y compris les synonymes, la morphologie, l'anatomie, la physiologie, la phytochimie, cytologie, la classification, les agents pathogènes, du monde et de distribution locale et des références.
- [5] YAHIAOUI, Lamia. ETUDE DU COMPORTEMENT A LA RUPTURE DE COMPOSITE A FIBRES VÉGÉTALE. Diss. Université Ferhat Abbas De Sétif.(2011).
- [6] Guzmán Giménez, Ginés. "Aportaciones A La Química Del Esparto Español." Universidad, Servicio de Publicaciones (1954). [info:eu-repo/semantics/article](http://info.eu-repo/semantics/article).
- [7] Rhanem, Mustapha. "L'alfa (*Stipa Tenacissima* L.) Dans La Plaine De Midelt (Haut Bassin Versant De La Moulouya, Maroc)–Éléments De Climatologie." *Physio-Géo. Géographie, Physique, Et Environnement* Volume 3 (2009): 1-20.
- [8] Le Houérou, Henry Noël. "Considérations Biogéographiques Sur Les Steppes Arides Du Nord De l'Afrique." *Science Et Changements Planétaires/Sécheresse* 6.2 (1995): 167-182.
- [9] Saida MEDJAHED Coordinateur national : Zoheir SEKKAL Agence Nationale pour la Conservation de la Nature B.P. 115.
- [10] Dallel, Mohamed. Evaluation Du Potentiel Textile Des Fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.): Caractérisation Physico-Chimique De La Fibre Au Fil. Diss. Université De Haute Alsace-Mulhouse, 2012.
- [11] Akchiche O., Messaoud Boureghda K., Esparto Grass (*Stipa Tenacissima* L.), raw material of papermaking. First Part, *Chimija rastite l'nogo syr'ja*, 4, 2007, 25-30.
- [12] Brahim, Sami Ben, And Ridha Ben Cheikh. "Influence Of Fibre Orientation And Volume Fraction On The Tensile Properties Of Unidirectional Alfa-Polyester Composite." *Composites Science And Technology* 67.1 (2007): 140-147.
- [13] Vermeulen, B. "Réalisation De Prothèses Orthopédiques En Fibres Naturelles: Des Matériaux Composites De Fibres De Verre Substitués Par Des Composites De Fibres d'Alfa." *Le Journal De l'Ecole Nationale Supérieure Des Arts Et Industries Textiles, Fil d'Ariane* 24 (2008).

- [14] Saab, Hamid Bou. Bioconversion Eco-Compatible De Triterpénoïdes Par Des Bactéries Immobilisées Sur *Luffa Cylindrica*. Diss. Université De Haute Alsace-Mulhouse, 2011.
- [15] Katouchka , Fiche Technique LE LUFFA Datasheet.
- [16] <https://jardinage.ooreka.fr/plante/voir/1070/luffa> .
- [17] Guimarães, J. L., Frollini, E., Da Silva, C. G., Wypych, F., Et Satyanarayana, K. G. (2009). Characterization Of Banana, Sugarcane Bagasse And Sponge Gourd Fibers Of Brazil. *Industrial Crops And Products* 30, 407-415.
- [18] Chen, J.-P., Et Lin, T.-C. (2006). High-Density Culture Of Hepatocytes In A Packed-Bed Bioreactor Using A Fibrous Scaffold From Plant. *Biochemical Engineering Journal* 30, 192-198.
- [19] Ogonna, J. C., Liu, Y.-C., Liu, Y.-K., Et Tanaka, H. (1994). Loofa (*Luffa Cylindrica*) Sponge As A Carrier For Microbial Cell Immobilization. *Journal Of Fermentation And Bioengineering* 78, 437-442.
- [20] Hamid BOU SAAB Thèse de doctorate « Bioconversion éco-compatible de triterpénoïdes par des bactéries immobilisées sur *Luffa cylindrica* ». l'université de haute alsace 2011.
- [21] <https://www.google.dz/search?q=ليف&sa=X&hl=ar-DZ&tbm=isch&imgil>.
- [22] Akhtar, N., Saeed, A., Et Iqbal, M. (2003b). *Chlorella Sorokiniana* Immobilized On The Biomatrix Of Vegetable Sponge Of *Luffa Cylindrica*: A New System To Remove Cadmium From Contaminated Aqueous Medium. *Bioresource Technology* 88, 163-165.
- [23] Akhtar, N., Iqbal, J., Et Iqbal, M. (2003a). Microalgal-*Luffa* Sponge Immobilized Disc: A New Efficient Biosorbent For The Removal Of Ni(II) From Aqueous Solution. *Letters In Applied Microbiology* 37, 149-153.
- [24] Chen, J.-P., Wu, K.-W., Et Fukuda, H. (2008). Bioethanol Production From Uncooked Raw Starch By Immobilized Surface-Engineered Yeast Cells. *Applied. Biochemistry And Biotechnology* 145, 59-67.
- [25] Hiden, A., Ogonna, J. C., Aoyagi, H., Et Tanaka, H. (2007). Acetylation Of Loofa (*Luffa Cylindrica*) Sponge As Immobilization Carrier For Bioprocesses Involving Cellulase. *Journal Of Bioscience And Bioengineering* 103, 311-317.
- [26] Kumar, P., Et Satyanarayana, T. (2006). Production Of Thermostable And Neutral Glucoamylase Using Immobilized *Thermomucor Indicae-Seudaticae*. *World Journal Of Microbiology And Biotechnology* 23, 509-517.
- [27] Pattanasupong, A., Nagase, H., Sugimoto, E., Hori, Y., Hirata, K., Tani, K., Nasu, M., Et Miyamoto, K. (2004). Degradation Of Carbendazim And 2,4-Dichlorophenoxyacetic Acid By Immobilized Consortium On Loofa Sponge. *Journal Of Bioscience And Bioengineering* 98, 28-33.

- [28] Vignoli, J. A., Celligoi, M. A. P. C., Et Silva, R. S. F. (2006). Development Of A Statistical Model For Sorbitol Production By Free And Immobilized Zymomonas Mobilis In Loofa Sponge Luffa Cylindrica. *Process Biochemistry* 41, 240-243.
- [29] Saudagar, P. S., Shaligram, N. S., EtSinghal, R. S. (2008). Immobilization Of Streptomyces Clavuligerus On Loofah Sponge For The Production Of Clavulanic Acid. *BioresourceTechnology* 99, 2250-2253.

The page features a decorative graphic consisting of three overlapping blue circles of varying sizes, arranged in a vertical line. The circles are positioned in the upper right and lower right areas of the page. Two thin, light blue lines intersect at a point near the top center, forming a large 'V' shape that frames the central text.

Chapitre III

Préparation des fibres végétales

Introduction

Après l'étude générale des fibres végétales et en particulier les fibres d'Agave, Luffa, HALFA et Diss. Ensuite, on procède à la description de méthodes employées pour la préparation des fibres et le matériel utilisé, dès le début de l'extraction des fibres, la préparation et finalement au traitement alcalin (10% de la solution de NaOH). Durant ces opérations, une observation microscopique multi-échelles est élaborée avant et après le traitement, afin de décrire la morphologie des fibres traitées et les modifications qui apparaissent.

Au cours de ces dernières années, l'utilisation des fibres végétales comme renfort dans les matériaux composites a connu un essor considérable [1- 4]. Ce gain d'intérêt provient de la combinaison de plusieurs avantages tels que : faible coût, faible densité, non-toxicité, hautes propriétés spécifiques, aucune abrasion pendant le traitement, et la possibilité de recyclage. Cependant, il y a un certain nombre de difficultés associées à l'intégration de ces fibres dans les matrices polymères, en particulier l'incompatibilité fibre matrice.

L'adhérence fibre-matrice peut être améliorée par la modification de la topologie de la surface de la fibre. De divers traitements permettent la modification de la surface des fibres. Ces traitements améliorent la mouillabilité de la fibre avec la matrice et créent un lien fort à l'interface fibre-matrice. Une bonne adhérence à l'interface contribue à son tour, à l'amélioration du transfert de charges entre les fibres et la matrice et par conséquent de meilleures propriétés mécaniques sont accrues [5].

Plusieurs techniques de modification de surface des fibres naturelles ont fait l'objet de nombreuses citations dans la bibliographie [1, 6 et 7]. La technique la plus utilisée est le traitement alcalin [1-5]. Le processus d'alcalinisation affecte les fibres naturelles et apporte une nette performance vis à vis la qualité de l'adhérence fibre-matrice. Ce traitement augmente la surface de contact fibre/résine. Certains auteurs préconisent que cette amélioration est due à l'élimination des composés non cellulosiques (couches cuticules cireuses, huiles et impuretés) de la surface. Ainsi, il conduit à une amélioration de la liaison interrassiale entre la fibre et la matrice [1-5]. Le traitement alcalin est souvent pratiqué pour extraire la lignine résiduelle, l'hémicellulose, et à éliminer les impuretés naturelles et artificielles. Il permet aussi promouvoir la fibrillation des faisceaux [4]. La concentration de l'alcalin, la température et le temps de traitement des fibres sont des paramètres essentiels du processus de traitement. L'optimisation de ces paramètres contribue à l'amélioration des

propriétés mécaniques du matériau composite [8]. En revanche, le traitement alcalin peut avoir un effet néfaste sur les fibres végétales. Par conséquent, il y a des risques d'endommagement des fibres une fois que les conditions de traitement ne sont pas optimisées [9].

L'objectif principal de ce chapitre est d'évaluer l'effet du traitement alcalin (10% de la solution NaOH) sur la morphologie des fibres traitées.

III.1 Matériaux et matériels utilisés

➤ Sodium Na

L'hydroxyde de sodium (NaOH), également appelé soude caustique, est une base forte qui se présente, à température ambiante, sous forme solide. Il est constitué de cations sodium (Na^+) et d'anions hydroxyde (OH^-). Il est très soluble dans l'eau. Sa solution aqueuse est transparente et souvent appelée soude. Concentrée, elle est, tout comme l'hydroxyde de sodium à l'état solide, particulièrement corrosive. [10]

La quantité utilisée de NaOH dans le traitement est égale à 120 g. Cette quantité sera divisée sur les douze échantillons.

La figure III.1 présente des bouteilles de volume 1,5 litres qui seront remplies par la solution NaOH avec les fibres à traiter.

- 12 flacons de volume 1.5 litres
- 15 flacons d'eau distillée, 12 pour le traitement alcalin et 3 pour lavage.



Figure(III.1) : Certains des produits utilisés dans le traitement (d'eau distillée et le sodium).

Outils de mesure

- **Balance Electronique de pesée:** figure (III.2)

Nom: Radwag balances and scales.

Model: PS 600. R2

Version: r3.1.1.

Sensitivity

- Tolérances de mesure 0.003 g pour 500 g.
- Tolérance de centricity 0.001g pour 200g.

Précision : 10^{-3} Grammes



Figure (III.2) : Balance électronique

- **Becher10 g**
- **Bouteilles de l'eau distillé 1 litre.**

Les outils traditionnels :

Tamis, kardach, peigne métallique **Figure (III.3).**

Outils d'observations :

- **Microscopique optique (MOB)**

Nom : Microscopique universel électrique.

Précision : 10X mm, 20X mm

- **microscope optique à digital (MOD) :**

Nom : QX5 Digital Blue Microscope

Précision : Ce modèle a des grossissements de 10x mm, 60xmm et 200x um



(a) outils traditionnelle kardach. (b) tamis et outil d'écrasement (c) outils du mesure Becher 50 g.

Figure (III.3) quelque outil traditionnel utilisé dans l'extraction des fibres végétales

III.2 Choix de la méthode d'extraction

- **Le rouissage**, essentiellement utilisé pour des fibres longues est une technique d'extraction longue qui nécessite l'action combinée de rosée, de pluie, du vent et du soleil, favorisant ainsi l'action de micro-organismes qui détruisent le ciment pectiques. Le temps nécessaire à cette opération, la taille des particules, et la fermentation facile des fibres sont les principaux éléments qui motivent le refus de cette technique dans l'extraction de fibres techniques [11]
- **L'extraction enzymatique** (assez proche du rouissage), sont préférentiellement développé pour l'obtention de pulpe. Considérant la volonté première de conserver les dimensions des fibres au plus près de la structure d'origine [11]
- **Le peignage** est une action mécanique qui permet de dénouer et d'aligner des faisceaux de fibres, il est possible d'utilisée avec les fibres des dimensions des particules : la longueur, assortiment, avec la stabilité de section pour une même particules/fibres.
- **L'action mécanique** de battage des particules en vue de les réduire en fibres, dégrade les particules en les cassant, puisque la structure fibreuse présente des points de faiblesses (à cause de la première action mécanique dans l'unité d transformation) [11].
- **L'extraction chimique** emploie bien souvent des successions de solvants (acide sulfurique, acide chloridrique, sulfate de sodium, procédé bisulfite, etc...) pour extraire un maximum d'éléments non cellulosiques présents dans les fibres. De la multitude de solvants existants, sera utilisé dans cette étude l'hydroxyde de sodium, car il est le solvant le plus efficace dans l'extraction de la lignine [11].

III.3 Plan de travail expérimental

Organigramme générale :

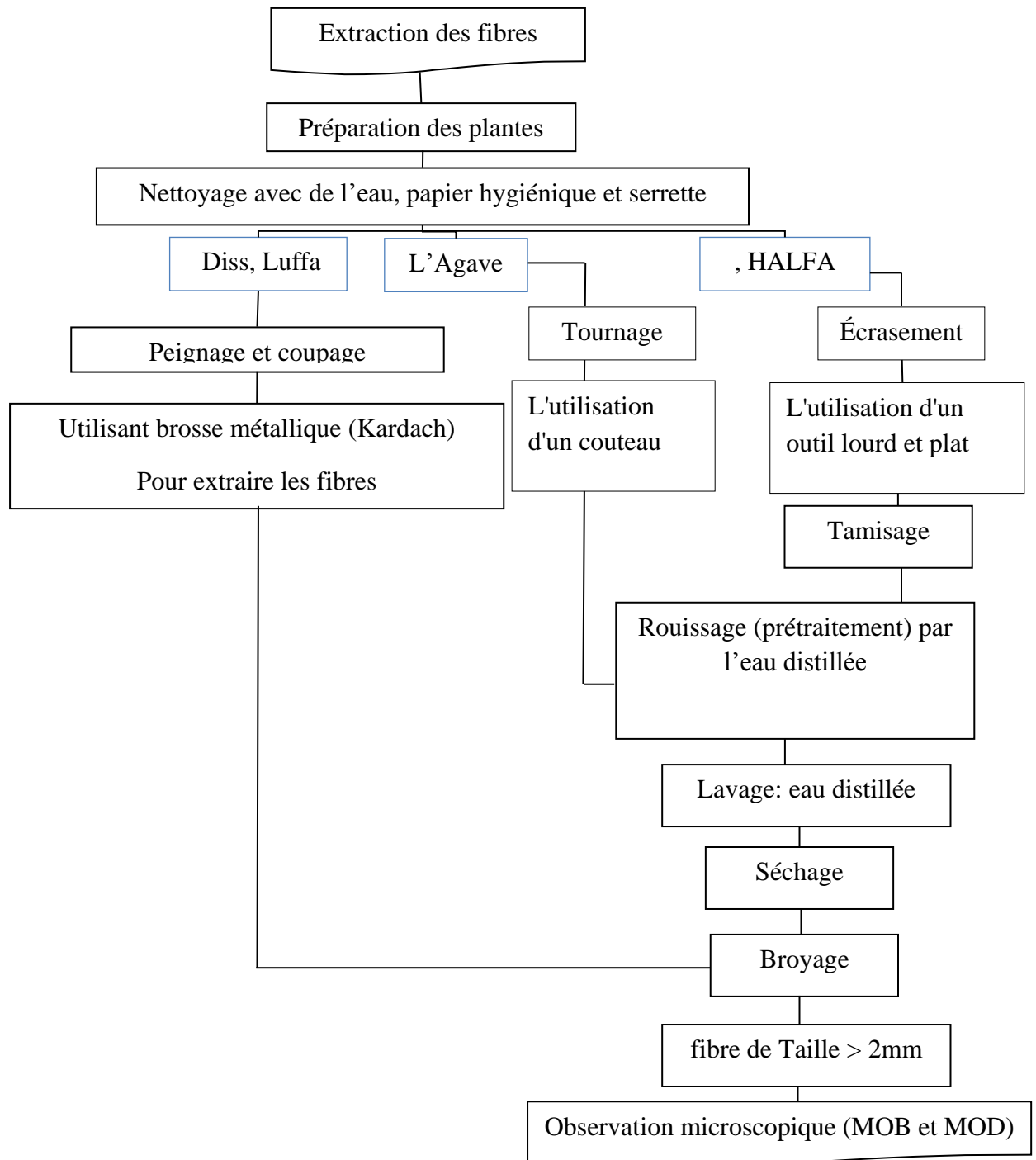


Figure (III.4) : Plan de travail expérimental (première partie)

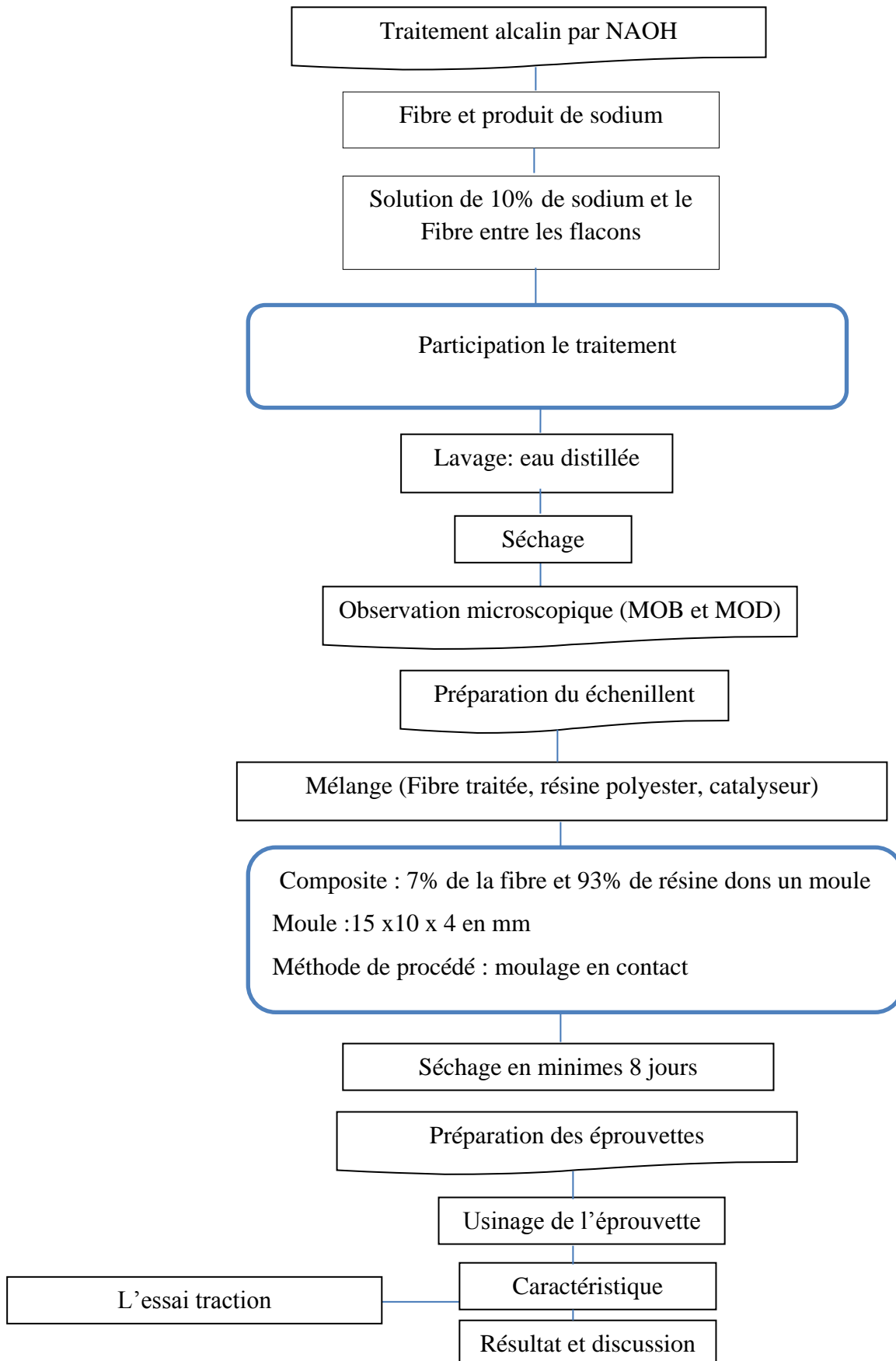


Figure (III.5) : Plan de travail expérimental (deuxième partie)

III.4 Préparation des fibres :

- **La fibre de Diss :**

La préparation des fibres de Diss est effectuée en suivant quatre étapes : le rouissage, le teillage et le peignage.

Pour le rouissage (traitement à l'eau), on a suivi le protocole décrit par A. Bourmaud et al. [12]. Les faisceaux des fibres fraîchement récoltées sont extras des feuilles de Diss par un léger battage manuel suivi d'un rouissage à l'eau pendant 3 jours et à température ambiante (23-25°C). Une alternance toutes les 24 heures des périodes de "sec" et d'humidité est effectuée pour favoriser la dégradation des ciments pectiques [13]. Les fibres sont ensuite séchées à l'air ambiant pendant 8 jours. Le teillage sert à extraire les fibres contenues dans les tiges par battage des faisceaux. Cette opération est suivie d'un peignage à la carde.



Figure (III.6) : Récoltées des fibres Diss



Figure (III.7) : Extraction des fibres de Diss par peignage

Dans ce travail, nous négligeons le traitement d'eau en raison du faible pourcentage de cellulose et hémicelluloses.

- **La fibre de halfa :**

Les fibres de HALFA récoltées sont lavées avec de l'eau (24 h) pour éliminer les contaminants et la saleté adhérente. Par la suite, elles sont séchées à l'air libre pendant 72 heures et à température ambiante. Ensuite elles sont coupées en longueur de 6cm. Cette opération est suivie d'un broyage. Le principe de broyage consiste à écraser les fibres de HALFA sans détruire les fibrilles. Les fibres obtenues sont ensuite tamisées pour l'enlèvement des composés organiques volatils. Enfin, elles sont cardées pour être douces et séparées.

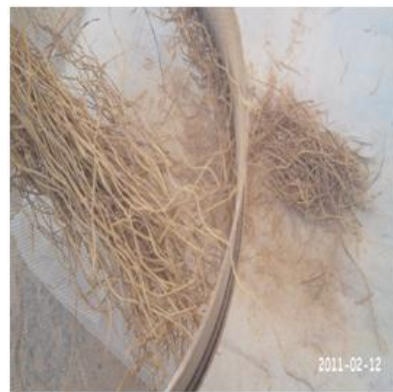


Figure (III.8) : Écrasement fibre d' HALFA **Figure (III.9)** séparation des fibres tamisée.

- **La fibre d'Agave :**

La méthode d'extraction de la fibre d'Agave consiste à épluchées (enlèvement de la partie extérieure) les feuilles pour séparer la fibre. Pour ce faire, nous utilisons des méthodes simples telles que l'utilisation d'un outil tranchant .Pour grattée la couche externe et appliquée de battage mécanique et finalement Nous pouvons obtenir les fibres fig (III.9). Dans le processus d'extraction, les feuilles ont été immergées dans l'eau pendant 1 ou2 jours pour séparée les pectines et hémicelluloses. Nous appelons cette étape prétraitement.



Figure (III.10) : Extraction manuelle des fibres d'Agave.



Figure (III.11) : autre méthode d'extraction des fibres d'Agave.

- **La fibre de Luffa :**

Dans cette étude expérimentale, de nombreuses structures de fibre de Luffa ont été utilisées. Ces fibres peuvent être extraites de la paroi externe de l'éponge ou de son noyau, on trouve sa dans la figure (III.12). Les fibres de Luffa de paroi externe ont été utilisées comme réseau fibreux vasculaire ou fibres découpées et coupées. Nous avons utilisé un couteau pour faciliter le processus de séparation.



Figure (III.12) : La séparation de la paroi extérieure de la pâte.



Figure (III.13) : Fibre de Luffa dans un état Natural [14].

III.5 Méthodes d'observation

III.5.1. Technique de la microscopie optique :

Le microscope optique utilise la lumière. Il est doté de deux lentilles :

- l'objectif, pour agrandir l'objet que l'on souhaite observer (il existe plusieurs grossissements)
- l'oculaire pour que les rayons arrivent à l'œil de manière parallèle, ce qui permet à l'œil de se reposer.

Des instruments supplémentaires permettent de régler la quantité de lumière (le diaphragme) ou la mise au point (molettes liées à un système de crémaillère) pour affiner l'observation de l'échantillon placé sur la platine porte-échantillon. La résolution des microscopes optiques ne peut être supérieure à 0,2 micromètre, cette résolution étant limitée par la diffraction de la lumière. Des techniques permettent de s'approcher de cette limite : l'utilisation d'un objectif à immersion (dans l'huile), ou en diminuant la longueur d'onde de la lumière (toutefois limitée au visible). [15]



Figure (III.14) : Microscopie optique (OLYMPUS CX40)

III.5.1.1 Utilisation microscope optique :

Le microscope optique permet de visualiser des objets vivants (bactéries, levures, organismes unicellulaires) ou fixés (coupes de tissus) à l'échelle cellulaire. Il s'applique aussi à la physique des matériaux ou à la géologie.

Les objets illuminés deviennent très clairs et il est souvent nécessaire de procéder à des colorations des tissus afin de les observer. Ces techniques de coloration permettent aussi de distinguer des objets précis, ou de différencier deux organismes proches (coloration de Gram pour les bactéries), car tous les tissus ne fixent pas la coloration de la même façon. De nombreuses variantes basées sur la microscopie optique sont aujourd'hui utilisées (contraste de phase, fond noir, lumière polarisée, fluorescence, confocal...).[15]

III.5.2. Technique du microscope optique à digitale [16] :

Le microscope informatisé QX5 a été créé pour remplacer le QX3.

Ce modèle a pris les innovations de son prédécesseur à un nouveau niveau, tout en conservant l'accessibilité financière.

Ce modèle a des grossissements de 10x, 60x et 200x.

Le QX5 a des améliorations significatives par rapport au microscope numérique précédent. Le QX5 fonctionne à 640x480, une résolution plus élevée qui permet d'obtenir des images et des vidéos plus détaillées.

Comme pour QX3, le QX5 peut prendre des images numériques; Ceux-ci peuvent être encore des prises de vue, des vidéos et des films temporisés.

Le logiciel de manipulation de photos se développe sur la version précédente, sans perdre les fonctions bien-aimées.

L'utilisateur peut prendre des mesures de l'échantillon, ajouter du son et des effets spéciaux, modifier les images avec des outils de dessin et de peinture et affiner les images. [16] comme indiqué sur la figure (III.15).



Figure (III.15) : microscope optique à digitale (QX5).

III.5.2.1. Utilisation microscope optique à digitale

La conception de base et le principe de fonctionnement d'un microscope n'ont pas changé jusqu'à la fin du siècle 19. Lorsque les ordinateurs sont devenus plus compacts et que des capteurs optiques de précision ont été créés, le microscope à plate-forme standard est entré dans un nouvel âge.

En utilisant des capteurs CCD, des appareils de couplage chargés, les microscopes numériques ne dépendent plus uniquement des lentilles optiques.

L'ère numérique a incorporé des pixels sensibles à la lumière pour capturer des images qui, lorsqu'ils sont compilés par un logiciel informatique, permettent d'agrandir une image, visualisée en temps réel, mesurée en 2D et 3D et même pour afficher des images 3D.



Fig(III.16) Procédé de montage : microscope optique à digitale [16].

La vitesse à laquelle les capteurs CCD capturent des images peut être contrôlée. Ces appareils sont réglés de la même manière qu'un temporisateur de lumière est réglé uniquement à des vitesses plus rapides.

Le microscope est connecté à l'ordinateur via un câble USB, sauf si le microscope a son propre écran de vue. [16]

En outre, dans certains cas, une caméra de microscope devra être achetée séparément pour être mise en place sur le microscope afin de capturer les images. [16]

III.5.3. Faisceaux de fibres

Après les premières opérations d'extraction des fibres (Teillage, écrasement, peignage et broyage), on remarque qu'une majorité de celles-ci se présente sous forme de faisceau (fibre technique). Il s'agit de plusieurs fibres élémentaires agglutinées les unes aux autres par la pectine (les fibres dans l'échelle 60 X). Il subsiste généralement aussi des résidus de cortex à la périphérie des faisceaux (les fibres dans l'échelle 200X).

III.5.4. Observation microscopique avant le traitement :





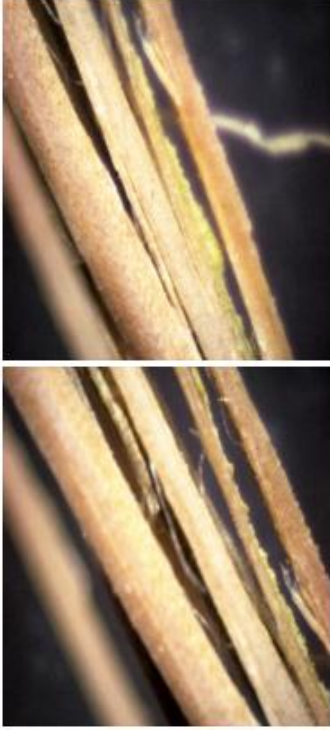

Fibre	Echelle 10 x /a	Echelle 60 x /b	Echelle 200 x /c
<p>Luffa Figure(III.17)</p>			
<p>HALFA Figure (III.18) :</p>			



Fig. (III.21) Traitement des fibres par une solution de soude

III.6.1. Traitement alcalin :

La majorité des traitements connus (acétylation, benzylation...) sont précédés par un prétraitement dans une solution alcaline. Les fibres sont traitées avec une solution de NaOH (10%) durant une heure. Elles sont ensuite lavées avec de l'eau pour éliminer l'excès de NaOH. Le dernier lavage se fait avec de l'eau distillée contenant un peu d'acide acétique, les fibres sont séchées à l'air. Ce traitement améliore les caractéristiques adhésives de la surface des fibres en éliminant les impuretés naturelles et artificielles [17].



Taha et al. [18] ont traité les fibres de palmier dattier dans une solution de soude (2% à 5%) à 23°C pendant 2, 4, 6 et 24h pour l'incorporation dans des composites à base de polymères. Cette modification a permis un lavage des impuretés de surface des fibres et d'une partie des hémicelluloses qui influe sur les propriétés d'absorption notamment celle de l'humidité. En effet, la réduction des hémicelluloses dans ces fibres réduit la capacité d'absorption d'eau dans la fibre [18].

Pour optimiser l'interface fibre de lin/résine polyester insaturé dans des composites, Balnois et al. [19] ont traité les fibres de lin par des traitements successifs : à base de soude (10g/l), d'anhydride acétique et d'acide formique. La modification apporte une augmentation des propriétés d'adhésion entre la fibre et la matrice polymère. De plus, le traitement des fibres de lin par ce procédé rend la surface des fibres plus lisse et diminue sa rugosité [19].

Joshy et al. [20] ont traité les fibres d'Isora par 1% d'une solution alcaline à 30°C pendant 4h pour les utiliser comme renfort dans une matrice polyester. Les propriétés mécaniques des composites formés sont meilleures avec les fibres traitées qu'avec les fibres employées à l'état brut. Le traitement alcalin des fibres d'Isora donne naissance à un matériau composite avec des modules E' et E'' élevés. De plus, le taux en fibres traitées dans le composite peut atteindre 66% en volume pour seulement 45 % dans le cas des fibres non traitées [20].

III.6.1.1. Caractérisations chimiques

La composition chimique des fibres est déterminée selon la norme française (T 12 011). Il s'agit de l'extraction des trois principaux constituants : cellulose, lignine et hémicellulose. Le procédé d'extraction est schématisé par la **figure (III.22).**[21]

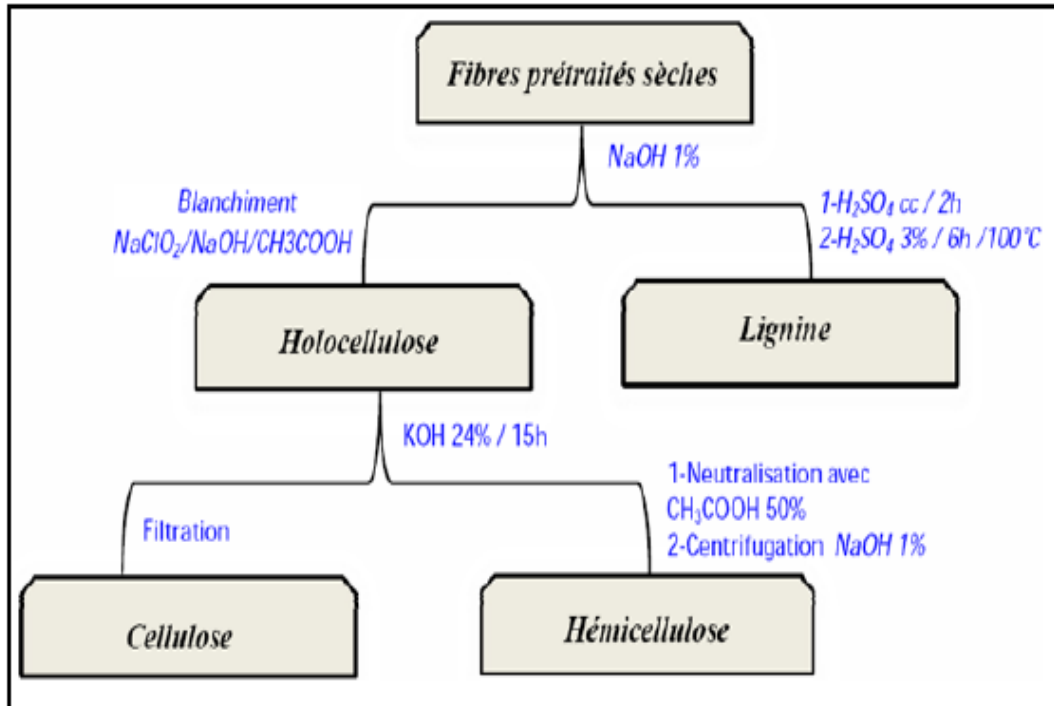


Figure (III.22) : Procédé d'extraction de cellulose, d'hémicellulose et de lignine (NF T12 011)[21]

III.6.1.2. Traitement par sodium NaOH :

Après la préparation des plantes et l'extraction des fibres, Nous remarquons la présence de dépôts de pectines, cellulose et hémicellulose, c'est pour cela que l'on a proposé le traitement chimique de Sodium pour nettoyer ces fibres.

- Les fibres de **Diss** sont coupées d'une longueur de 5 cm et sont mis dans une enceinte à $65\% \pm 2\%$ d'humidité relative et à la température de $23 \pm 2^\circ\text{C}$ pendant 24 h[22]
- La même chose pour Les fibres **Halfa**. Nous gardons un peu de long entre (10 et 12)cm.
- Couper le réseau de fibres **Luffa** à une pièce rectangulaire de taille moyenne pour faciliter le traitement et le contrôle dans le processus de fibre.
- En raison de la nature des fibres de L'Agave d'inter verrouillage de petite taille et nous les avons gardés car ils retardent le processus de coupe de post-traitement.

On fait dessuent 10 g de poudre de sodium dans un litre d'eau distillée pour chaque fibre pour avoir une solution 10 % de NaOH voir figure (III.23).

Les concentrations d'hydroxyde, de 7 à 10%, cela signifie que la quantité maximale de cellulose qui peut être dissous dans les solutions de NaOH / eau est de 10%.

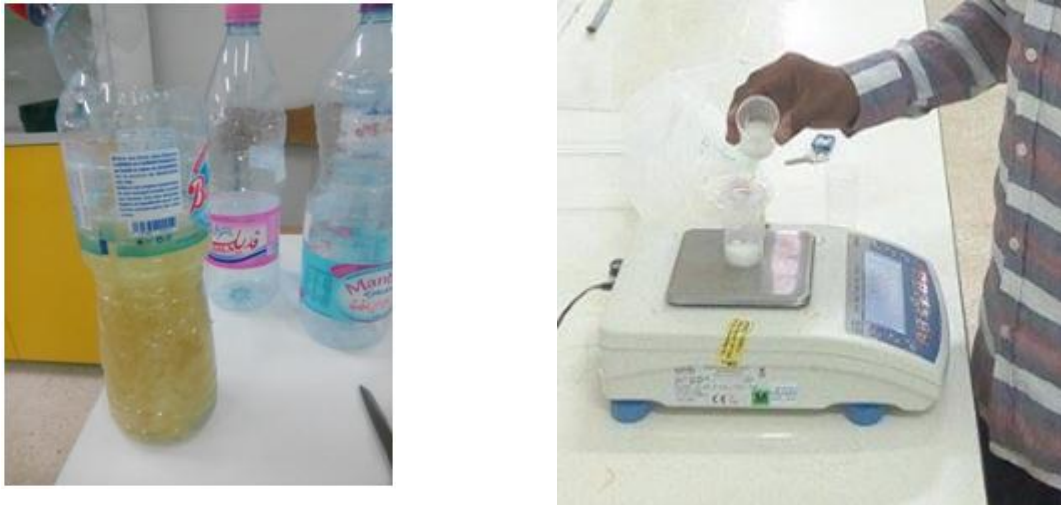


Figure (III.23) : (a) poids de sodium ;(a) préparation du solution de sodium

✓ Après connaissant le poids de chaque fibre nous divisons chaque type en trois parties égaux, puis le traitement chimique de telle sorte que nous avons mis la première partie de chaque type dans la solution de sodium pendant deux jours et la deuxième partie pendant une période de quatre jours, mais pour le troisième six jours (les détails de ce processus sont présentés sur le tableau (III ,1) et la figure (III.24).

	La mass	En	gramme
Fibre de l'échantillon	02 jours	04 jours	06 jours
Luffa	10.60	10.58	10.57
HALFA	18.366	18.631	18.6
Diss	10.56	10.53	10.53
Agave	7.268	7.186	7.181

Tab (III.1) : Subdivision des fibres en poids en fonction des durés traitement (02j, 04j, 06j).



Figure (III.24) : participation des fibres par quatre échantillon.(a) HALFA ; (b) Luffa ; (c) Agave ;(d) Diss .

On commence le processus de traitement par mettre des échantillons dans des flacons de la solution de sodium (10%) selon le protocole mentionné précédemment. Régler la date et le moment du début du processus. Figure (III.25).

Ensuite les fibres se sont filtrées puis lavée à l'eau distillée plusieurs fois pour éliminer les lignines solubilisées jusqu'à une transparence proche de l'eau de rinçage. Enfin les fibres sont séchées à la température ambiante.



Figure (III.25) : traitement alcalin pour NaOH.

Nous pesons les fibres après chaque traitement (tableau ci-dessous).

Les fibres	prétraitement 'traiter par de l'eau' en gramme	
	Avant	Après
Luffa	37.015	/
HALFA	58.590	55.895
Diss	31.62	/
Agave	31.451	21.566

Tab(III.2) : La masse globale avant et après le prétraitement.

III.6 Résultats et discussions

III.6.1. Observation microscopique après le traitement

- Luffa :

Observation microscopique pour 02 jours :

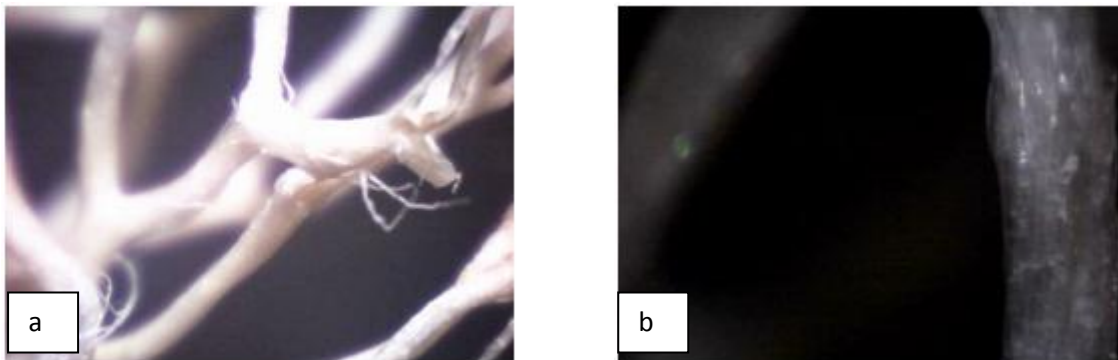


Figure (III.26) : Observation microscopique pour 02 jours (a) échelle 60X mm, (b) échelle 200 X mm

Observation microscopique après 04 jours :

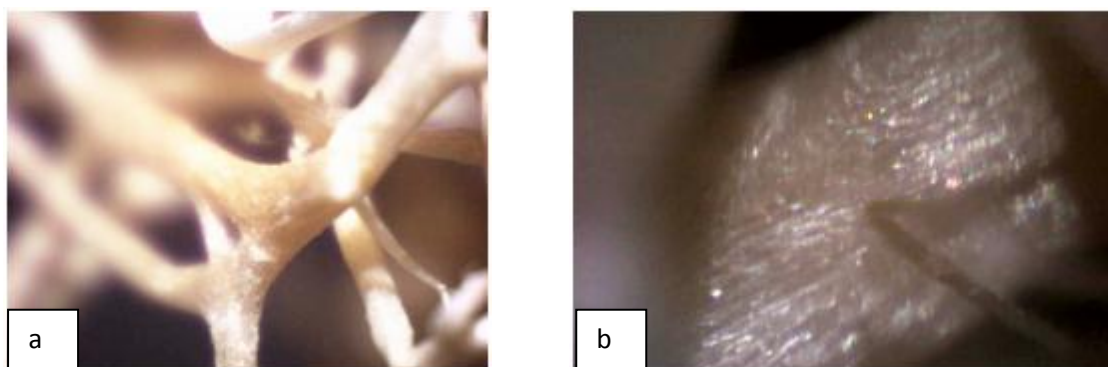


Figure (III.27) : Observation microscopique pour 4 jours (a) échelle 60X mm, (b) échelle 200X mm

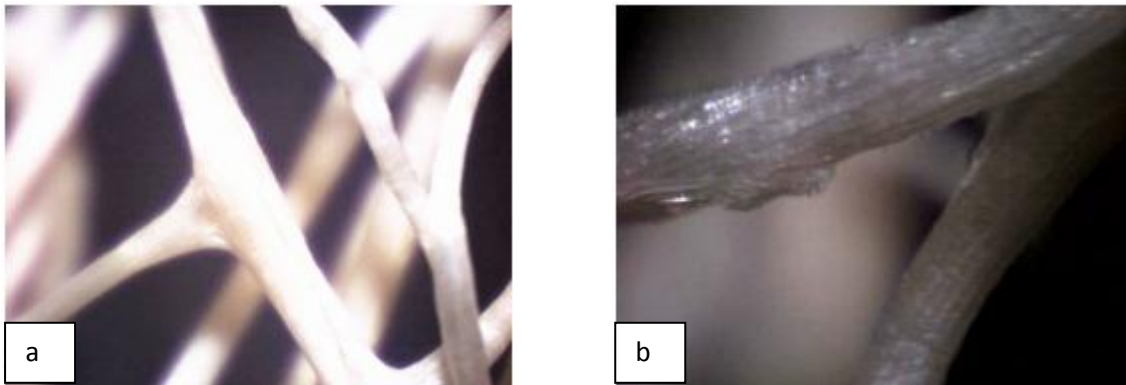
Observation microscopique pour 06 jours :

Figure (III.28) : Observation microscopique pour 6 jours (a) échelle 60X mm, (b) échelle 200X mm

- **HALFA :**

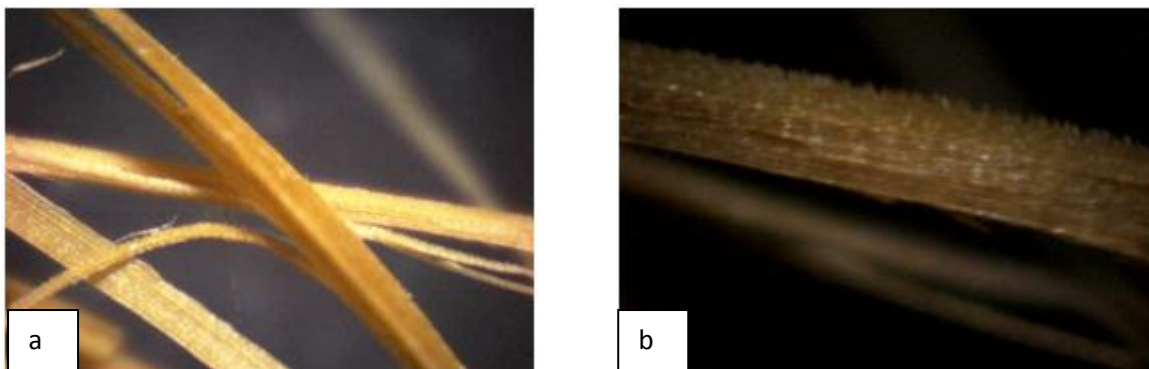
Observation microscopique pour 02 jours :

Figure (III.29) : Observation microscopique pour 02 jours (a) échelle 60X mm, (b) échelle 200X mm

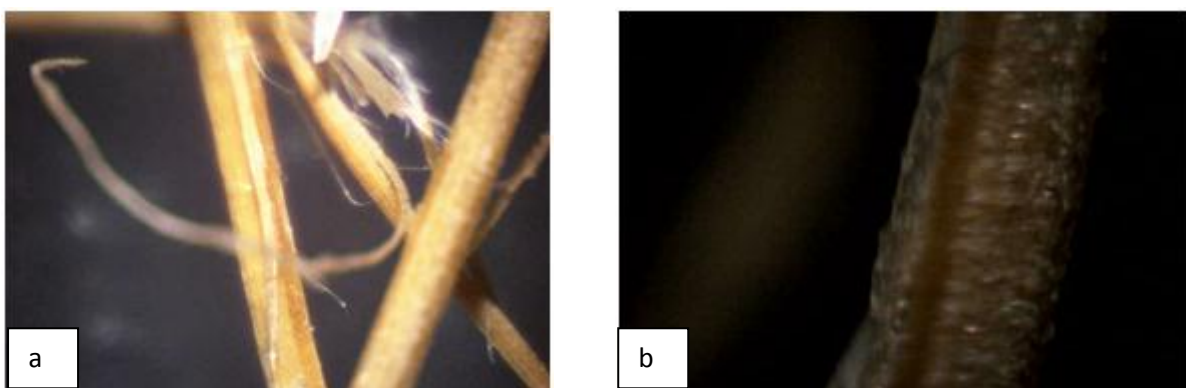
Observation microscopique pour 04 jours :

Figure (III.30) : Observation microscopique pour 04 jours (a) échelle 60X mm, (b) échelle 200X mm

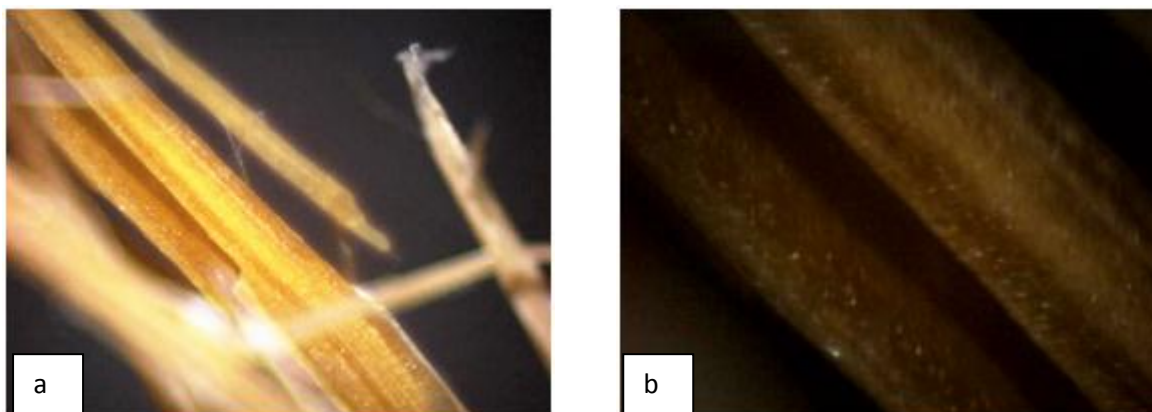
Observation microscopique pour 06 jours :

Figure (III.31) : Observation microscopique pour 06 jours (a) échelle 60X mm, (b) échelle 200 X mm

- Diss

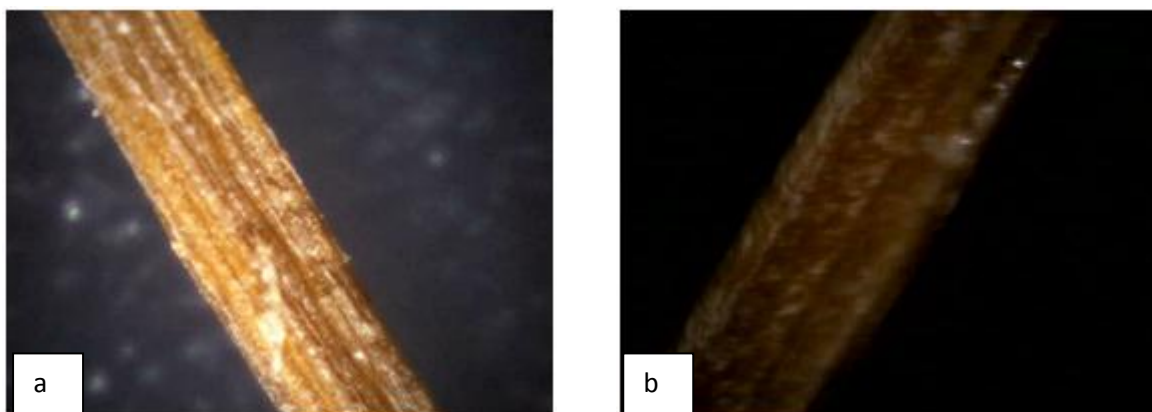
Observation microscopique pour 02 jours :

Figure (III.32) : Observation microscopique pour 02 jours (a) échelle 60X mm, (b) échelle 200 X mm

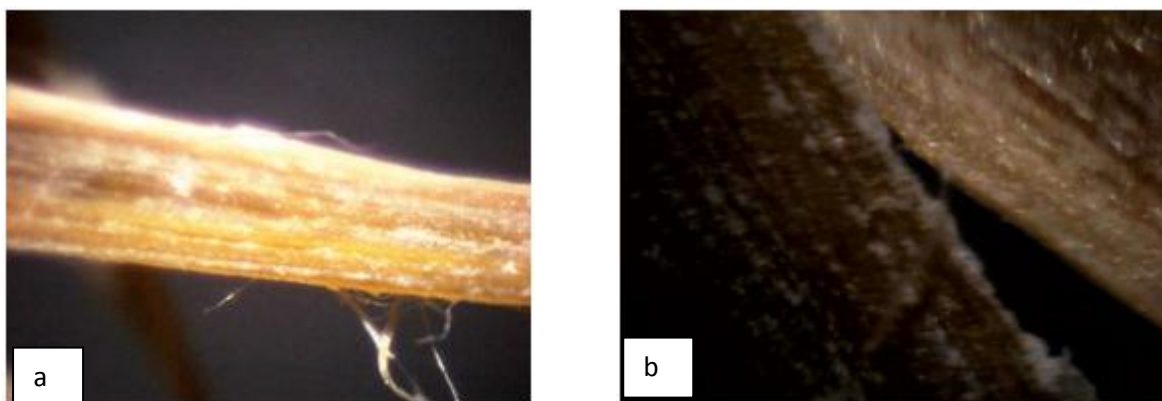
Observation microscopique pour 04 jours :

Figure (III.33) : Observation microscopique pour 04 jours (a) échelle 60X mm, (b) échelle 200X mm.

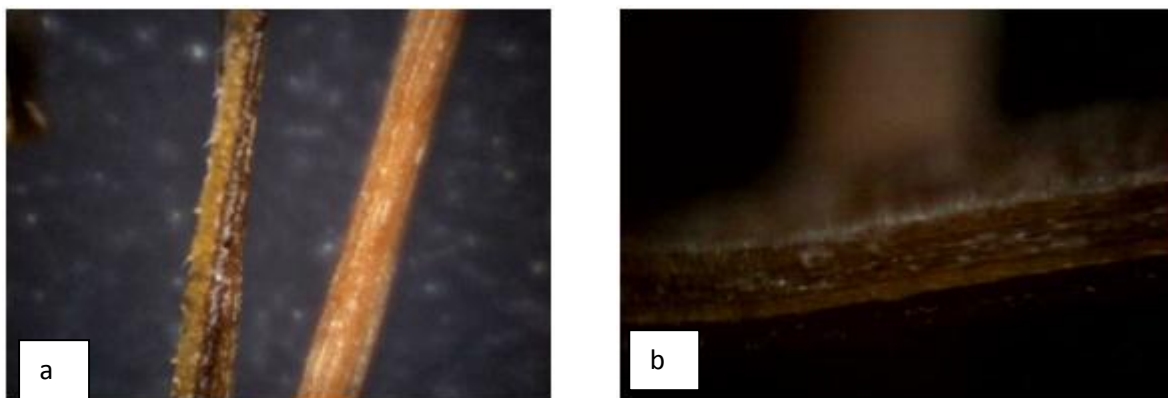
Observation microscopique pour 06 jours :

Figure (III.34) : Observation microscopique pour 06 jours (a) échelle 60X mm, (b) échelle 200X mm

- Agave :

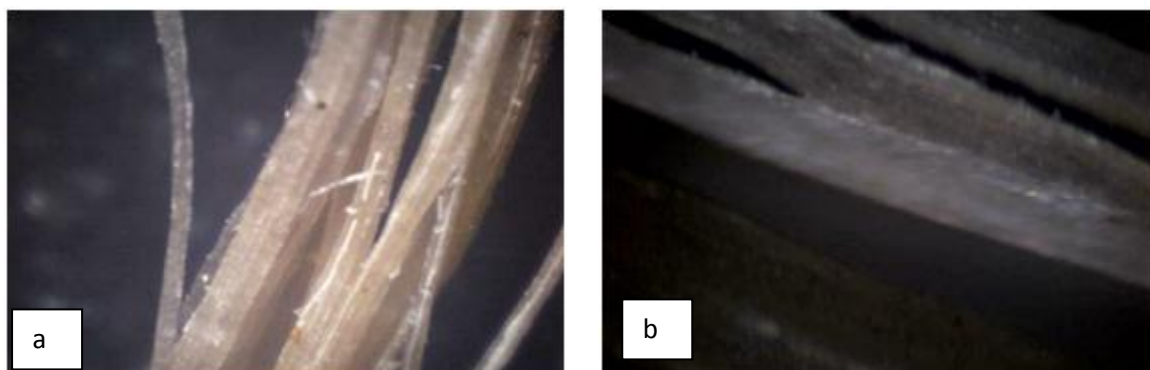
Observation microscopique pour 02 jours :

Figure (III.35) : Observation microscopique pour 02 jours (a) échelle 60X mm, (b) échelle 200X mm

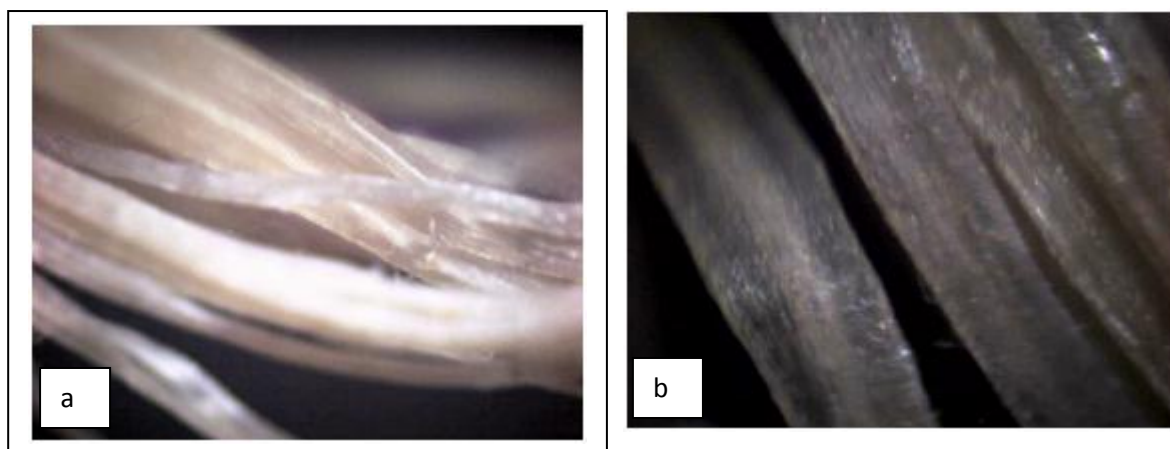
Observation microscopique pour 04 jours :

Figure (III.36) : Observation microscopique pour 04 jours (a) échelle 60X mm, (b) échelle 200X mm

Observation microscopique pour 06 jours :

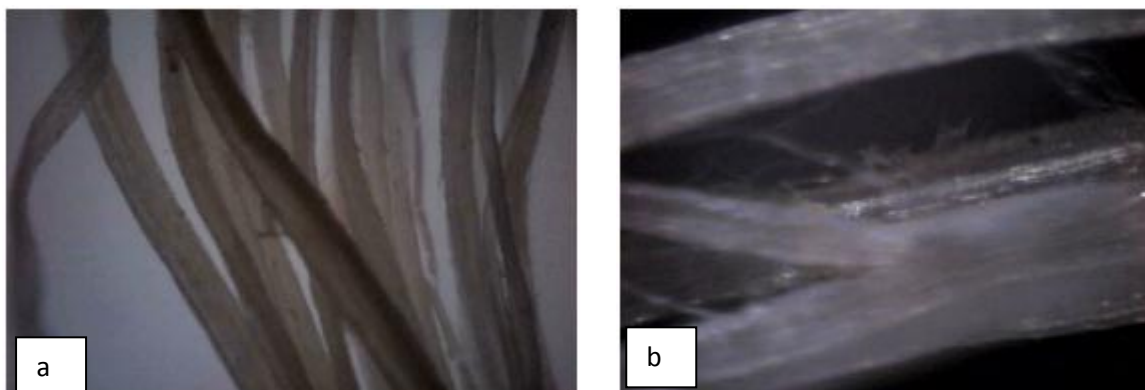


Figure (III.37) : Observation microscopique pour 06 jours (a) échelle 60X mm, (b) échelle 200 X mm

III.6.2.L'analyse des résultats de l'observation microscopique :

- **Luffa :**

La Figure (III. 26a) présente l'ultra-structure de Luffa cylindrique qui est constituée d'un réseau de fibres interconnectées entre elles avec de grands espaces d'où sa faible densité (0,02-0,04 g/cm³). Le diamètre de ces fibres évalué à partir des photos (Figure III.17B, 27a) est leur surface est relativement rugueuse (Figure III.17c). C'est impossible de mesurer le diamètre directement à partir d'images. [28].

La Fig. (III.17c) présente des micrographies de la surface Morphologie de luffa. On constate que les fibres montrent un Aspect homogène, avec une surface rugueuse et un extérieur Couche riche en lignine autour des fibres [29].

La manipulation de fibres non traitées a révélé un aspect plus rugueux par rapport aux fibres traitées par NaOH lisses. L'aspect visuel a également montré une nuance différente de beige [30].

En fin , Le traitement alcalin aide à éliminer les impuretés et les couches de cire de la peau en plus d'une grande partie des sucres accumulés sur la surface de la fibre, en plus le traitement alcalin peut être nocif et peut causer des dommages à la fibre. Bien qu'il semble que la surface de la fibre traitée avec 10% d'hydroxyde de sodium pendant une période de six jours est fortement affectée.

On peut dire que l'hypothèse est proposé d'utiliser la concentration de 10% de la solution de sodium a été très efficace.

- **HALFA :**

Avoir des résultats satisfaisants doivent se débarrasser de la couleur jaune dans la fibre parce que le blanchiment des fibres Halfa moyens de se débarrasser de la pectine ou lignine. Grâce à notre observation d'échantillons de traitement a constaté que Les fibres rigides contiennent encore des composants non-cellulosiques, ce qui est clairement visible sur les photos (Figure30.b). Les filaments celluloses ne sont pas libérés complètement mais couvertes d'une couche de matière non-cellulosique (Figure29.b). Il est constaté que cette couche n'est pas lisse et plus ou moins épaisse à certains endroits. Cela signifie que la soude ne réagit pas de façon homogène tout au long des tiges. Une explication possible est que les tiges sont pliées dans les biberons, d'où une accessibilité réduite dans les plis pour la soude. Il faut donc étaler les tiges le plus parallèlement possible dans les biberons.[27]

Les fibres souples ne contiennent pas beaucoup de matière non-cellulosique et les fibres deviennent visibles (Figure 31.a). En revanche, ces filaments et donc ces fibres sont en même temps dégradés. Elles se présentent sous forme parallèle (Figure 31.b).[27]

Si cela n'est pas le cas, la rigidité est due à la présence de lignine et de pectines résiduelles, d'où la conclusion que les traitements n'étaient pas assez efficaces.[27]

- **Diss**

La figure (III.32a) présente des micrographies de fibres de Diss avec un traitement alcalin. Lors du traitement alcalin on constate un changement notable de la couleur et de la morphologie des fibres Diss. En effet, avec la prolongation du temps de traitement, dans notre cas, ces résultats semblent peu à peu moins de temps de traitement (deux jours) et se manifestent dans le traitement pendant six jours. Ce traitement a éliminé le principale composé chez les plantes autotrophes c'est la matière verte ou bien des chlorophylle au niveau des cellules.

La couleur a tendance à devenir jaunâtre (Fig. III.33a). La surface de la fibre traitée dent relativement plus rugueuse (Fig. III.33.b). La surface rugueuse obtenue après traitement alcalin contribue à l'amélioration de l'adhérence à l'interface fibre-matrice [21].

Toutes ces modifications peuvent être attribuées à la lixiviation des substances cireuses [21] et à la dissolution d'une majeure partie des composants de cimentation comme

l'hémicellulose et la lignine par la soude caustique. Ils ont pour conséquence aussi une certaine perte en masse des fibres Diss après le traitement alcalin. On rapporte aussi que le traitement chimique réduit le rayon des fibres par l'élimination partielle des cires, des impuretés et les substances assurant la cohésion des micro-fibrilles de cellulose [23, 24].

Toute prorogation du temps d'immersion, entraîne d'avantage de réduction des composants de cimentation et l'affaiblissement de la consolidation entre les fibrilles. Par conséquent, la séparation des fibres individuelles devient de plus en plus facile. Le traitement alcalin conduit à la fibrillation des fibres et la ventilation des faisceaux (Fig. III.34.a). Cela augmente la surface effective de contact avec la matrice; donc une amélioration des propriétés mécaniques des composites est accrue [25, 26].

- **L'Agave :**

En examinant les fibres Agave Americana avec un MOD, on peut observer des stries longitudinales caractéristiques des longues fibres végétales. La fibre a une structure composite. Les fibres ultimes (Figure III.20c) sont maintenues ensemble par des substances collantes et cireuses telles que la lignine, la pectine et les hémicelluloses. La surface de la fibre est également recouverte de ces substances. En raison de ce revêtement naturel, les fibres Agave Americana présentent une résistance élevée lorsqu'elles sont exposées à l'influence de certains facteurs externes comme des agents chimiques faibles comme les acides et les alcalis. Les fibres Agave Americana se produisent comme une fibre technique, ayant des sections ovales et irrégulières. Le diamètre moyen est très faible par rapport aux autres fibres naturelles comme le lin, le sisal et l'Halfa. Cette structure particulière sera utilisée pour expliquer le comportement mécanique des fibres techniques [32, 31].

La couleur de la fibre Agave varie americana de l'extérieur du blanc à jaunâtre, qui dépend du temps de la technologie et de traitement de traitement utilisé pour extraire la fibre (figure III.20b) fibre noire était sombre, ce qui peut changer de couleur brun clair de couleur aspect naturel, qui est due à l'action bactérienne. [33]

Après le traitement, nous trouvons devenir plus transparente et la pureté de cela est dû à la disparition de la pectine, la lignine et les hémicelluloses significativement figure (III .36)

Nous constatons que le traitement chimique approprié de fibre de cactus est la limite de 04 jours parce que le traitement des fibres pour la détérioration i jours dans la surface afficher mon figure (III.37).

Semi-mat de fibres en une apparence a des raisons de croire que ceci est dû au fait qu'ils ont une surface irrégulière et une forme en coupe transversale. Fibre avec une section transversale d'une squatter irrégulière lumière dans toutes les directions, ce qui entraîne une apparence terne avec quelques hautes lumières. Alors que la fibre extraite semble bien mate [33].

III.6.3. la pesée :

Le but du traitement est de nettoyer les fibres et d'étudier la différence dans le poids de la fibre avant et après traitement.

Le tableau (III.3) suivant présente le poids de chaque fibre séparément après le traitement alcalin par sodium.

Fibres	Masse des fibres en gramme			
	Avant le traitement	02 jours	04 jours	06 jours
Luffa	37.015	8.698	8.905	8.680
Halfa	55.895	14.119	15.981	11.825
Diss	31.62	8.144	6.843	7.251
Agave	21.566	6.263	6.318	6.269

Tab(III.3) : poids de chaque fibre séparément après le traitement par NaOH.

Grâce à notre étude des résultats du traitement chimique, nous avons clairement remarqué que la fibre est affectée. Si en moyenne le rapport poids diminue de 25%, Cela montre que le traitement a été très efficace. expliquer les résultats obtenus dans le tableau suit. (III.4)

La mass du traitement par NaOH en gramme			
Les fibres	Avant	Après	pourcentage de la réduction
Luffa	37.015	26.283	30
Halfa	55.895	41.925	26
Diss	31.62	22.238	26
Agave	21.566	18.85	14

Tab(III.4) : La différence dans le poids total de tous les types étudiés

III.6.4. Conclusion

Nous avons étudié dans ce chapitre la plus importante étape de préparation dans le cycle de préparation de fibres est un traitement chimique avec de l'hydroxyde de sodium.

Il nous a permis de noter plusieurs points positifs pour aider à une meilleure adhérence avec la matrice comme :

- Le traitement chimique était plus efficace dans la densité des fibres
- L'efficacité du traitement est en relation avec l'augmentation du temps
- La structure des fibres après traitement par NAOH à amélioré la fibre de par les dégradations relatives des composés pectine d'abord, puis la cellulose et de la lignine jusqu'à hémicellulose, ce gradient est dû à la structure des fibres et d'adopter à la suite de l'isolement de ces sucres sur l'épaisseur de chaque couche comprenant la concentration de Sodium (NAOH).
- En observant les images microscopiques, on à trouvé une structure fibreuse fixe qui nécessite une exploration pour déduire son influence sur la variation des propriétés physiques et mécaniques.

La présence de ces bonnes caractéristiques ne signifie pas qu'il n'y a pas de contre indications, donc l'augmentation de la concentration de sodium implique l'augmentation du temps de traitement et cela peut endommager la fibre et même provoqué la perte de leurs propriétés.

Dans ce qui suit, nous exposons le procédé de fabrication des échantillons du composite de fibres de l'Agave, Diss, HALFA et Luffa, qui ont fait l'objet de nos expérimentations.

Nous avons montré également les fibres végétales qui ont fait l'objet de notre étude en réalisant trois caractéristiques des opérations de base :

Tout d'abord, l'étude théorique de ces plantes, en particulier des fibres.

Ensuite, le traitement chimique et par lequel nous interprétons la structure interne de la fibre.

En troisième lieu, et nous avons microscopique entre l'observation de la situation dans laquelle la surface de la fibre et l'efficacité du traitement chimique.

Maintenant, offrant différents échantillons (résine composite à base de fibre) ont étudié des techniques expérimentales et analytiques. Dans le cadre de nos travaux, consistant en un composé de résine de polyester renforcée par des fibres naturelles.

Nous préparons des échantillons Aiza pour extraire les propriétés mécaniques par l'essai de traction.

III.7. Matrices pour bio-composites

Forme des composites, apparence de surface, environnement la tolérance et la durabilité globale sont dominées par la matrice alors que le renfort fibreux porte la plupart des charges structurelles, fournissant ainsi une macroscopie rigidité et force. Le marché des polymères est dominé par matières plastiques de base avec 80% de matières consommant basé sur des ressources pétrolières non renouvelables. Gouvernements, les entreprises et les scientifiques sont amenés à trouver un matrice alternative au pétrole conventionnel Par la sensibilisation du public à l'environnement, au climat changement et ressources limitées en combustibles fossiles. Donc Les plastiques à base de biologie, qui consistent en ressources renouvelables.[34].

III.7.1. La matrice

L'une des classifications des composites est la nature de la matrice utilisée. Dans le domaine de la mécanique, on distingue (**Fig.III.38**):

- Les composites à matrice organique qui constituent aujourd'hui la très grande majorité des composites industriels.
- Les composites à matrice céramique qui sont utilisés dans des applications de haute technicité pour des conditions extrêmes (haute température).
- Les composites à matrice métallique. [35]

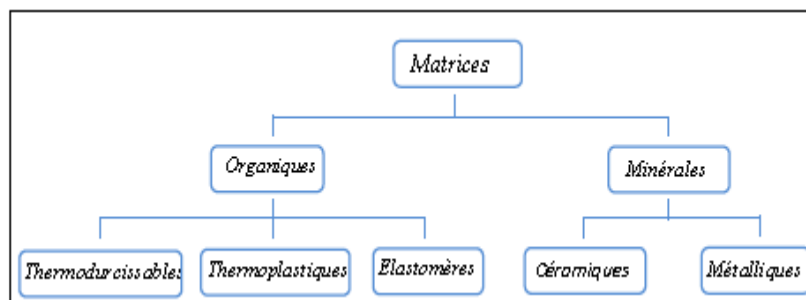


Figure. (III.38) : Différents types de matrices utilisées dans les composites.[35]

Dans ce qui suit, on s'intéresse plus particulièrement qu'aux matrices organiques «plastiques».

Actuellement, deux types de résines plastiques sont utilisés. Ce sont les résines thermoplastiques (TP) et les résines thermodurcissables (TD).

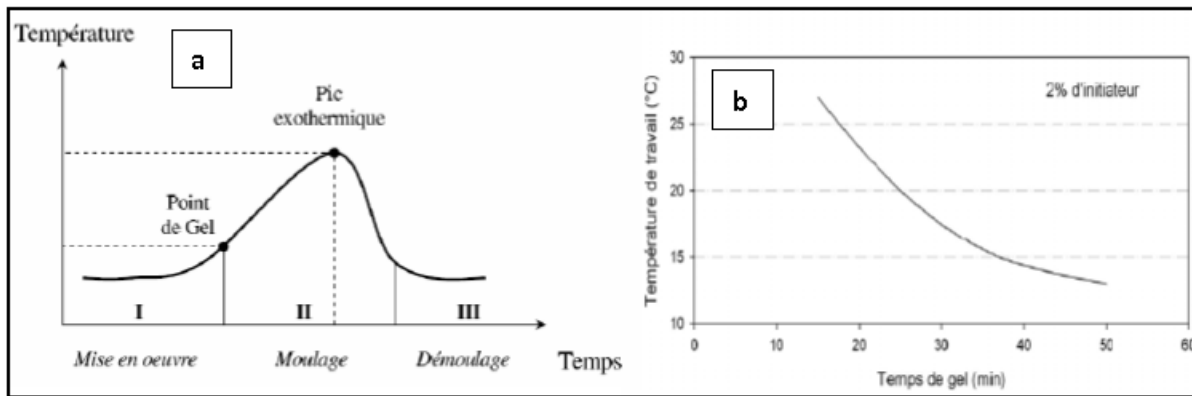
Il est important de bien situer les différences fondamentales de ces deux types de matrices. La structure des TP se présente sous forme de chaînes linéaires. La transformation des TP est réversible. Les TD ont un réseau tridimensionnel qui se pont (double liaison de polymérisation) pour durcir en forme de façon définitive. La transformation est donc irréversible.[35]

- **Polyesters insaturés :**

C'est la résine la plus utilisée dans l'application des composites de grande diffusion. La résine de polyester insaturé est constituée d'un monomère (généralement le styrène). Elle est réticulée à température ambiante par addition d'un catalyseur de type peroxyde organique et d'un accélérateur. Elle passe successivement de l'état liquide visqueux initial à l'état de gel, puis à l'état de solide infusible. L'apport d'un amorceur radicalaire à la résine UP en présence d'un accélérateur, conduit à la formation de matériaux réticulés, infusibles et insolubles dans les solvants [5]. Nous le voyons dans la relation suivante :

Résine polyester liquide accélérée + catalyseur  **Résine durcie.**

La figure (III.39-a) présente l'évolution de la température de la réaction exothermique de la résine UP. Le durcissement est d'autant plus rapide que la courbe de température en fonction du temps se rapproche davantage de la verticale (Fig. III.39-b.) La réaction de durcissement dépend de la réactivité de la résine, de la forme de l'objet fabriqué (épaisseur, etc.), de la nature et du dosage du système catalytique. [35]



Figure(III.39) : Cycle de polymérisation d'une résine polyester pré-accélérée insaturé (a)et temps de gel (b). [35].

- **Le catalyseur**

Le catalyseur est du Peroxyde de méthyléthycétone, plus connue sous les initiales MEC. Il s'agit d'un liquide incolore qui doit être manipulé avec précaution, il peut en effet provoquer des réactions allergiques avec la peau, mais il est surtout dangereux pour les yeux. En cas d'accident, se rincer abondamment puis appliquer de l'acide ascorbique (vitamine C) qui est un antidote du MEC.[36]

Le catalyseur rajouté à une résine pré-accélérée dans une proportion de 3%, lui donne une vie en pot de 30 minutes à 25°C. Par temps chaud, ou pour obtenir une durée de vie en pot plus longue, on peut descendre le % du MEC à environ 1%. Inversement par temps froid ou pour accélérer le durcissement, il est possible de monter la proportion du MEC à 5%. [3]

PS: il ne faut jamais mélanger ensemble l'accélérateur et du catalyseur, il s'en suivrait une réaction très vive qui élève considérablement la température et peut aller jusqu'à déclencher une explosion. [36]

III.7.2.Les propriétés mécanique et chimique :

Matrices TD	Mass Volumique (kg.m ³)	Module de délasticité Longitudinal (mpa)	Module cisaillement (Mpa)	Coefficient de poisson	Coefficient de rupture (traction) (Mpa)	Allongement rupture %	Coefficient de dilatation thermique °C ⁻¹
	ρ	E	G	ν	σ_r	A	a
Epxyde	1200	4500	1600	0.4	130	2	11.10 ⁻³
phénolique	1300	3000	1100	0.4	70	2.5	1.10 ⁻³
Polyester	1200	4000	1400	0.4	80	2.5	8.10 ⁻³

Tab(III.5) : Quelques propriétés mécaniques et chimiques d'une résine polyester. [4]

Il existe différents types de résines :

- Orthophtalique : la plus courante
- Isophtalique : qui donne une meilleure tenue à l'humidité
- Chlorée : apportant une auto extingüibilité
- Bisphénol : possédant de bonnes caractéristiques chimiques et thermiques.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> • accroche sur fibres de verre • Translucidité • Bonne résistance chimique • Mise en œuvre facile • Tenue en température (> 150 °C) • Prix réduit 	<ul style="list-style-type: none"> • Inflammabilité (sauf résines chlorées) • Tenue vapeur et eau bouillante • Retrait important (6 à 15 %) • Durée de conservation en pot limitée • Emission de styrène

Tab (III.6) : Les avantages et les inconvénients d'une résine polyester[37] .

III.7.3.Caractérisations physiques

III.7.3.1.la densité :

	La densité	Référence
Résine polyester	1.2	[37]
Luffa	0.56	[38]
HALFA	0.89	[39]
Diss	0.825	[40]
Agave	1.36	[41]

Tab(III.7) : La densité du matériau utilisé dans ce travail

III.7.3.2. Calcul de la masse volumique (En utilisant méthode de Pourcentage volumique):

Pour effectuer d'autres calculs d'ingénierie (masse, taille, etc.) nous avons besoin de connaître la relation entre la masse et le rapport de la taille des fibres. On peut ainsi déterminer la taille d'une partie de ce rapport, puis en déduire la taille de la matrice et la masse. Comme indiqué ci-dessous, il est à travers l'installation de rapport et de fibres voir la taille totale (de renfort et matrice) établit la taille des fibres.

Installation de rapport de matrice de fibres devient rapport connu.

Dans la démonstration qui suit, Nous considérons que le volume total comprend à la fois la matrice et des fibres ensemble.

Si :

$V_f \%$ = le pourcentage volumique de fibre

ρ_f = la masse volumique de fibre en g/cm^3

ρ_m = la masse volumique de matrice en g/cm^3

Alors, par définition :

$$V_f \% = \frac{V_f}{V_f + V_m} \quad (1)$$

où V désigne le volume, M la masse, et les indices f et m sont relatifs à la fibre et à la matrice.

$$\rho = \frac{M}{V} \quad (2)$$

$$V_f = \frac{M_f}{\rho_f} \quad (3)$$

$$V_m = \frac{M_m}{\rho_m} \quad (4)$$

où V_T désigne le volume totale et Représentant de la relation suivante :

$$V_f \% = \frac{V_f}{V_T} \quad \text{et} \quad V_T = V_f + V_m \quad (5)$$

Mesure de volume

$$\left\{ \begin{array}{l} V_f = V_f \% \times V_T \\ V_m = V_T - V_f \end{array} \right. \begin{array}{l} \longrightarrow \\ \longrightarrow \end{array} \left\{ \begin{array}{l} M_f = V_f \times \rho_f \\ M_m = V_m \times \rho_m \end{array} \right.$$

Mesure de la masse

On pose :

- le pourcentage volumique de fibre est : 07 %
- le volume total est de 60 cm³

Raccourcir les résultats obtenus dans le tableau suivant :

Echantillon	pourcentage de la Fibre	La masse volumique Des fibres g/cm ³	La masse des fibres g	Volume Des fibres Cm ³	pourcentage de la Résine	La masse volumique De la résine g/cm ³	La masse des fibres g	Volume De la résine Cm ³
Prouvait	0	0	0	0	100	1.2	66.96	55.8
Luffa	7	0.56	2.35	4.2	93	1.2	66.96	55.8
HALFA	7	0.89	3.73	4.2	93	1.2	66.96	55.8
Diss	7	0.825	3.465	4.2	93	1.2	66.96	55.8
Agave	7	1.36	5.71	4.2	93	1.2	66.96	55.8

Tab (III.8) : Les résultats de calcul de la masse et du volume.

III.8.Préparation des éprouvettes :

III.8.1.Méthode et matérielles :

- **Matières premières**

- Renforts : broyage des fibres des Diss, HALFA, Luffa et Agave .
- Résines : polyesters.
- Divers : catalyseur.

- **Matériel**

- Moule : Composé de plusieurs éléments simples comme des morceaux de bois et d'autres
- Outillages à mains : la règle, Ruban adhésif et le papier, filme alimentaire, papier génique, balance électrique, des gobelets et cuillères goutable, cutteur, ciseaux.

- **Choix de méthode :**

De différentes techniques sont utilisées pour la mise en œuvre des composites à renfort végétale. Ces dernières incluent le moulage au contact, la pultrusion, l'enroulement, l'extrusion, le moulage par injection, etc. Dans ce qui suit le procédé par moulage au contact sera détaillé [35].

III.8.2. Moulage au contact :

Le moulage au contact consiste à déposer sur la forme à mouler une succession de couches ou plis composites (**Fig. III.40**). Les séquences d'empilement sont préalablement définies. Une première couche (gel-coat) est déposée pour protéger la pièce et faciliter le démoulage. Ensuite, les plis sont stratifiés et imprégnés à l'aide d'une résine liquide (polyester, époxy,...). Un ébulage est indispensable pour le dégagement des bulles d'air[35].

- **Principe**

Procédé manuel tant la réalisation de pièces à partir de résines thermodurcissables, à température ambiante et sans pression. Les renforts sont déposés sur le moule et imprégnés de résine liquide, accélérée et catalysée, pour être mis en forme progressivement au moyen d'ébulleurs et de pinceaux. Après durcissement de la résine, la pièce est démoulée et détournée [37]. voir à figure (V.3).

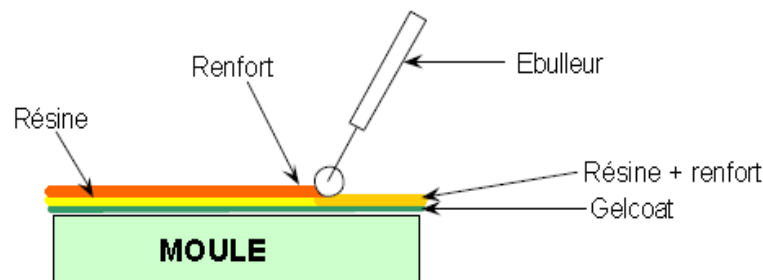


Figure (III.40) : Procédé de moulage [37]

- **Cas d'utilisation**

- Procédé pour petites séries : de 1 à 1000 pièces / an
- Pièces de grandes à très grandes dimensions
- Revêtement sur supports divers et in situ

- **Caractéristiques principales**

Avantages	Limites
Très larges possibilités de forme	Une seule face lisse
Pas de limite dimensionnelle	Nécessité de finition (détourage, perçage...)
Une surface lisse gelcoatée (aspect, tenue à la corrosion)	Qualité tributaire de la main d'œuvre
Propriétés mécaniques moyennes à bonnes	Faible cadence de production par moule

Investissements spécifiques très faibles Moules simples, peu onéreux, rapides à réaliser en interne	Espace de travail important Conditions de travail médiocres
--	--

(Tab III.9) : les caractéristiques principales [37]

- **Dimensions du moule :**

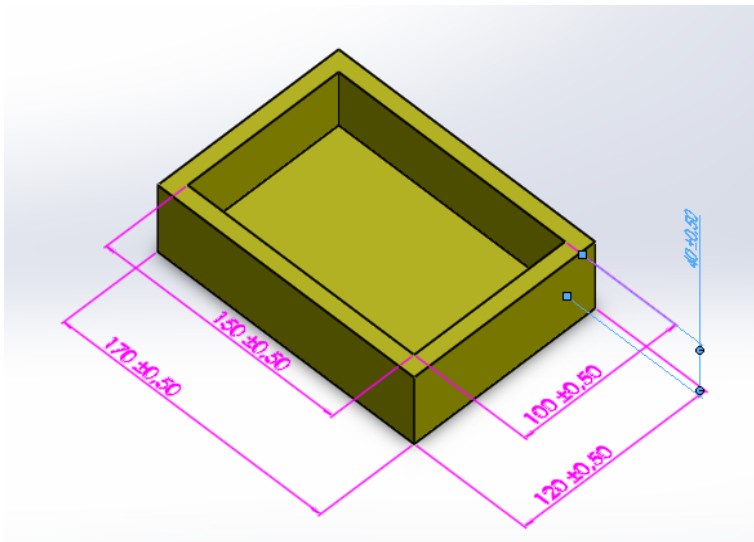


Figure (III.41) : Dimensions du modèle d'utilisateur pour compléter le composite réalisé par logiciel SolidWorks.

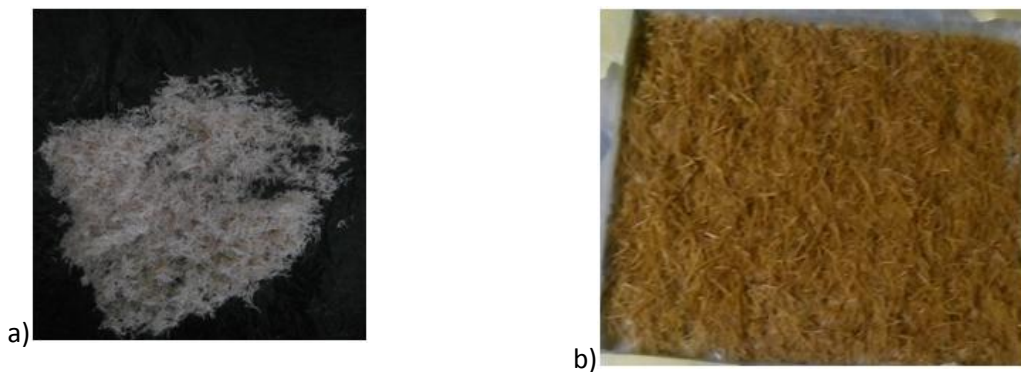


Figure (III.42): les petites coupes de fibres. (a) fibre d'Agave, (b) fibre de halfa

Maintenir la quantité de la résine dans une coupe selon le tableau précédent, et ensuite ajouter des gouttes de catalyseur (10 ml) et bien mélanger le mélange et avec prudence.

Dans la dernière étape, on verse le mélange (résine et catalyseur) sur la fibre de façon ondulée de telle sorte que la fibre couvrir complètement. On trouve une explication dans l'image suivante.



Figure (III.43) : Comment ajouter de la résine à la fibre Diss.

Nous continuons à réaliser ces étapes dans tous les échantillons et puis mis le mélange dans une situation convenable (température, humidité et la zone ...) à sécher et prend une forme de pleine dureté, il est recommandé moins période de séchage de 06 jours en temps normal.

La figure III.44, montre les composés obtenus après le procédé de déshydratation et dénudés à partir des restes du moule.



Figure (III.44) : quelques plaques du biocomposite qu'on utilise.

- [1] Faulstich de Paiva JM., Frollini E., Unmodified and Modified Surface Sisal Fibers as Reinforcement of Phenolic and Lignophenolic Matrices Composites: Thermal Analyses of Fibers and Composites *Macromol, Material and Engineering*, 291, 405-417, 2006.
- [2] Alvarez VA., Vázquez A., Influence of fiber chemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of MaterBi-Y/sisal fiber composites, *Composites: Part A*, 37, 1672–1680, 2006.
- [3] Sreekala MS., Kumaran MG., Seena J., Maya J., Oil Palm Fibre Reinforced Phenol Formaldehyde Composites: Influence of Fibre Surface Modifications on the Mechanical Performance, *Applied Composite Materials*, 7, 295–329, 2000.
- [4] Al-Khanbashi A., Al-Kaabi K., Hammami A., Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: Fiber Characterization, *Polymer Composites*, 26, 486-497, 2005.
- [5] Al-Kaabi K., Al-Khanbashi A., Hammami A., Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: DPF/Polyester Composite properties, *Polymer Composites*, 26, 604-613, 2005.
- [6] Rout J., Misra M., Tripathy SS, Nayak SK., Mohanty AK., The influence of fibre treatment on the performance of coir-polyester composites, *Composites Science and Technology*, 61, 1303–1310, 2001.
- [7] Bledzki AK., Reihmane S., Gassan J., Properties and Modification Methods for Vegetable Fibers for Natural Fiber Composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 59, 1329-1336, 1996.
- [8] Gassan J., Bledzki AK., Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxy composites by alkali treatment of fibres, *Composites Science and Technology*, 59, 1303-1309, 1999.
- [9] Eichhorn SJ., Baillie CA., Zafeiropoulos N., Mwaikambo LY., Ansell MP., Dufresne A., Entwistle KM., Herrera-Franco PJ., Escamilla GC., Groom L., Hughes M., Hill C., Rials TG., Wild PM., Review Current international research into cellulosic fibres and composites, *Journal of Materials Science*, 36, 2107–2131, 2001.
- [10] <http://www.futura-sciences.com/sciences/definitions/chimie-hydroxyde-sodium-15036/>
- [11] :Davina Michel ingénieur textiles et fibres theme evaluation du potentiel fibreux et textile de la canne a sucre (*saccharum officinarum l.*) l'universite de haute alsace pour l'obtention du titre de docteur en mécanique.
- [12] : Bourmaud A, Morvan C, and Baley C, 2010, Importance of fiber preparation to optimize the surface and mechanical properties of unitary flax fiber"; *Industrial Crops and Products*, 32, 3: p.662-667
- [13]. A. Brauman , M. Machicout, S. Treche , 1995, Étude préliminaire d'une technique de rouissage des racines de manioc en sac étanche sans ajout d'eau ; Transformation Alimentaire du Manioc, éditions ORSTOM (éd) O.
- [14] : © L'intégralité du contenu de cette fiche est la propriété intellectuelle du Comptoir des graines - www.comptoir-des-graines.fr La reproduction totale ou partielle est interdite. L'usage de cette fiche est strictement réservé aux clients du Comptoir des graines pour les aider à manipuler et faire germer les semences acquises sur le site.

- [15] : <http://www.futura-sciences.com/sante/definitions/biologie-microscope-electronique-balayage-7783/> (T 12 011). *NF T12 011*)
- [16] <http://www.microscopemaster.com/digital-blue-microscope.html>
- [17] Hamada, H., Ikuta, N., Nishida, N., Maekawa, Z. Effect of interfacial silane network structure on interfacial strength in glass fibre composites, *Composites*, 1994, v.25, p.512.
- [18] Taha, I., Steuernagel, L., Ziegmann, G. Optimization of the alkali treatment process of date palm fibres for polymeric composites. *Composite Interfaces*, 2007, v.14, n.7-9, p.669-684.
- [19] Balnois, E., Busnel, F., Baley, C., Grohens, Y. An AFM study of the effect of chemical treatments on the surface microstructure and adhesion properties of flax fibres. *Composite Interfaces*, 2007, v.14, n.7-9, p.715-731.
- [20] Joshy, M. K., Mathew, L., Joseph, R. Studies on interfacial adhesion in unidirectional isorafibre reinforced polyester composites. *Composite Interfaces*, 2007, v.14, n.7-9, p.631-646.
- [22] D1776-04, Standard Practice for Conditioning and Testing Textiles. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, USA. (2004).
- [23] Gassan J., Bledzki AK., 1999, Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxy composites by alkali treatment of fibres, *Composites Science and Technology*, 59, 1303-1309.
- [24] Bessadok A., Marais S., Gouanvé F., Colasse L., Zimmerlin I., Roudesli S., Métayer M., 2007, Effect of chemical treatments of Alfa (*Stipatenacissima*) fibres on water-sorption properties, *Composites Science and Technology*, 67, 685–697.
- [25] Saha, P, Manna, S., Roy Chowdhury, S., Sen, R., Roy, D., Adhikari, B., 2010, Enhancement of tensile strength of lignocellulosic jute fibres by alkali-steam treatment. *Bioresour. Technol.* 101, 3182–3187.
- [26] Faulstich de Paiva JM., Frollini E, 2006, Unmodified and Modified Surface Sisal Fibers as Reinforcement of Phenolic and Lignophenolic Matrices Composites: Thermal Analyses of Fibers and Composites *Macromol, Material and Engineering*, 291, 405-417.
- [27] dr. Paul Kiekens Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'Alfa (Espartograss) en vue d'applications textiles Eva Rogge Tuteurs Année universitaire 2009 – 2010.
- [28] Hamid BOU SAAB, En vue d'obtenir le grade de docteur de l'université de haute alsace « Bioconversion éco-compatible de triterpénoïdes par des bactéries immobilisées sur *Luffa cylindrica* », 2011.

- [29] C.A. Boynard, J.R.M. D'almeida, Morphological characterization and mechanical behavior of sponge gourd (*Luffa cylindrica*)—polyester composite materials, *Polym.-Plast. Technol. Eng.* 39 (3) (2000) 489–499.
- [30] Sandro C. Amicoa, Material Characterisation A comprehensive characterization of chemically treated Brazilian sponge-gourds (*Luffa cylindrica*), Federal University of Parana, P.O. Box 19011, 81531 990, Curitiba PR, Brazil, 2004
- [31].Kadole, P.; Hulle, A. *Agave Americana Fibres: Extraction, Characterization, Applications*; LAP Lambert Academic Publishing: Saarbrucken, Germany, 2014.
- [32].Msahli, S.; Sakli, F.; Drean, J.Y. Study of textile potential of fibres extracted from tunisian *Agave Americana* L. *AUTEX Res. J.* 2006, 6, 9–13.
- [33] :Ashish Hulle, *Agave Americana Leaf Fibers* ,Department of Textiles, D.K.T.E. Society's Textile and Engineering Institute, 2015.
- [34]: Omar Faruka , « Biocomposites renforcées de fibres naturelles » .article Progrès dans la science des polymères ,Journal h om epage: www.elsevier.com/locate/ppolysci:: 2000-2010.
- [35] :Mohamed El Hadi BOURAHLI . « Caractérisation d'un composite verre / époxy » .these de doctorat, universite ferhat abbas-setif ,12014
- [36] :<http://clubdevoilemontceaublanzy.e-monsite.com/pages/moulages-reparations/le-catalyseur-les-resines-polyester.html>
- [37]:GLOSSAIRE DES MATERIAUX COMPOSITES - CARMA - Actualisation décembre 2004.
- [38] :Ehrentein, Gottfried W. Montagne, Fabienne. 2000, *Matériaux polymères, structure, propriétés et application*. Hermès science publication, Paris, pp.124-157.
- [39] :M. ROKBI, aartichel , « L'effet des traitements de surface des fibres sur les propriétés mécaniques de composites Polyester-fibres Alfa » Laboratoire des Matériaux Non Métalliques (LMNM), UFAS, SETIF 19000, Algérie.2014.
- [40] : Negoudi Abdelhakim « Etude de comportement mécanique des composites biosourcés ». mémoire master acadimique en 2015.
- [41] :determination of fibre properties of agave americanaleaves as a textile fibre from baruk, nakuru district gladwell w mbugua (msc) h60/12575/2005 a research thesis submitted in partial fulfilment for the degree of masters of science in fashion design and marketing in the school of applied human sciences at kenyatta university.

Chapitre VI
RESULTATS ET
INTERPRETATIONS

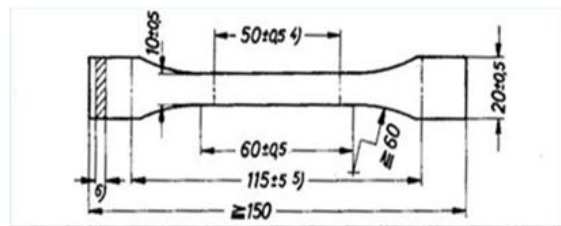


VI.1.Moyens expérimentaux utilisés

Les essais de traction ont été effectués avec des éprouvettes obtenues selon la norme ISO sur une machine de la marque INSTRON. Les éprouvettes ont été testées à la température ambiante à la vitesse de déplacement de 10 mm/min. Les propriétés en traction (module d'élasticité (E), contrainte à la rupture σ_r , déformation à la rupture ϵ_r) sont évaluées à partir des courbes contrainte- déformation.[1]



Figure IV. 1 : Machine de traction.



Figure(IV.2) Eprouvette de référence .

VI.2.Préparation des éprouvettes testées :

Nous avons coupé des éprouvettes à partir des échantillons réalisés précédemment par l'éprouvette proposée.

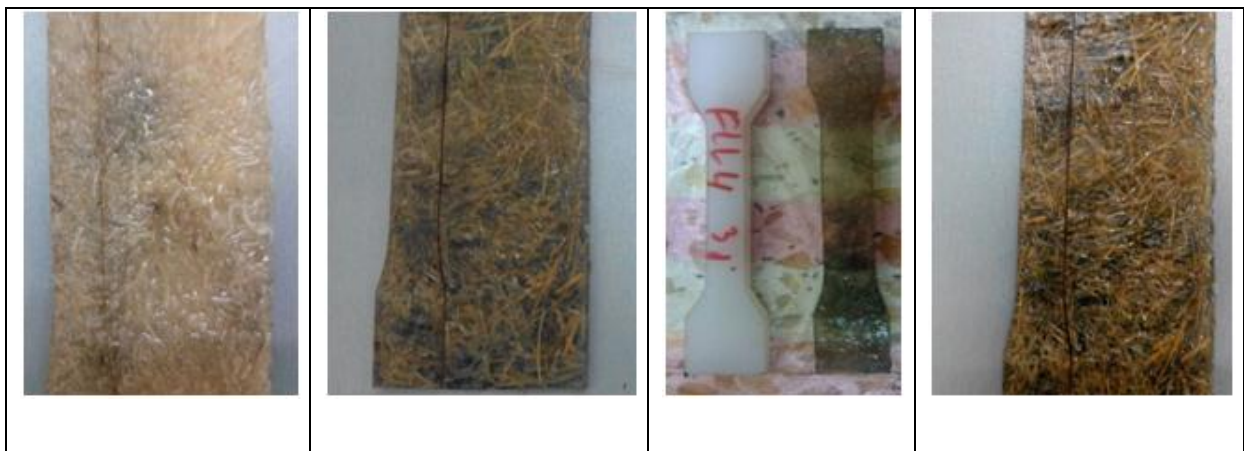


Figure (IV. 3) : Decoupage des éprouvettes



Figure (IV.4): les éprouvettes réalisées

Nous faisons la traction comme montrer dans le processus d'image :



Figure IIV.5: procédé du test de traction



Figure (IV.6): échantillons obtenus après le procédé de traction

Dans ce chapitre nous allons exposer l'essentiel des résultats obtenus sur le comportement mécanique de notre matière conçue et réalisé dans nos laboratoires de génie mécanique de Biskra.

Le choix de fibres comme précédemment mentionné c'est approprié sur les fibres disponibles dans notre région semi-aride est qui sont :

1. La luffa
2. L'Agave
3. Le Diss
4. La Halfa

Suite aux essais de traction réalisés sur la machine de traction dont notre département dispose l'éprouvette de référence composé de résine et de la fibre **Halfa** et celle composé de la résine et de la fibre **Diss** non pas donné de résultats satisfaisant raisons des glissements surgissant au départ du test de traction. Donc nous nous sommes limité à exposer les résultats des matériaux bio-composite composé de résine et des fibres Agave et Luffa

VI.3.Matière bio-composite « luffa-résine »

Les résultats relatifs aux essais de traction (de la figure IV.7 à la figure IV.10) représentent le comportement des éprouvettes lors de ces essais, nous remarquons que pour les différentes éprouvettes une réponse linéaire qui reflète un comportement purement élastique des matériaux de ces éprouvettes, suivi d'une réponse à allure différente de la première, cette partie s'appelle le palier élasto-plastique et enfin nous retrouvons une troisième réponse qui est à elle aussi différente des deux autres premières et celle-ci représente la zone plastique.

Lorsque le renfort végétal est ajouté à la matrice résine composite, cette présence est reflétée par un comportement non-linéaire jusqu'à la rupture. Une amélioration de la valeur de la résistance se remarque très clairement parce que celle-ci se multiplie par ce qui rend la présence de cette fibre dans cet état très intéressant.

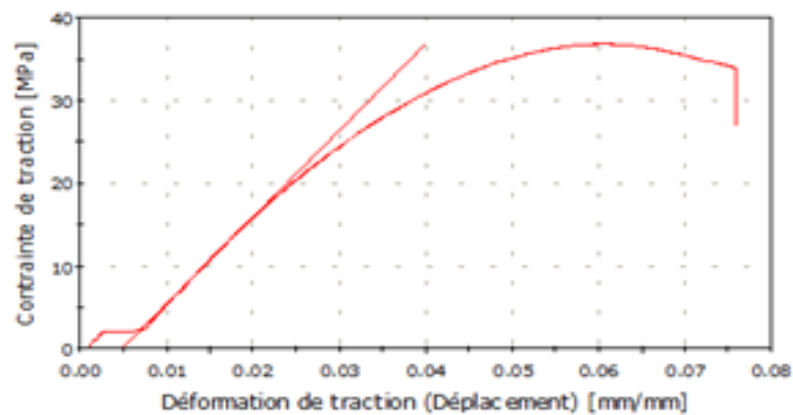
Essai de traction résine de référence

Figure (IV.7) : allure de la courbe de l'essai de traction de la résine pure

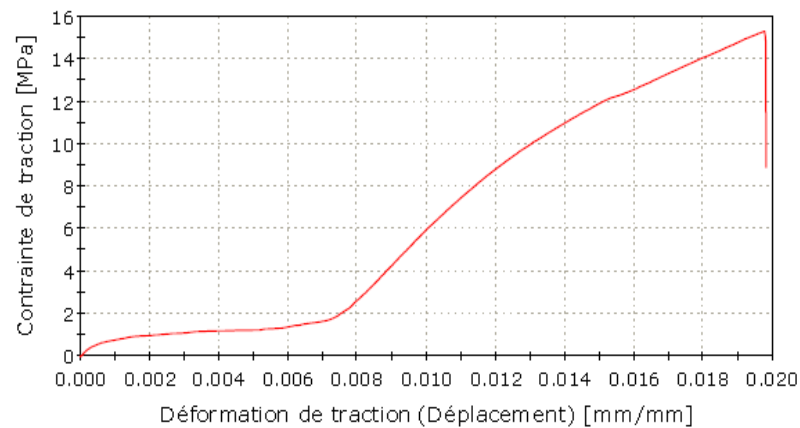
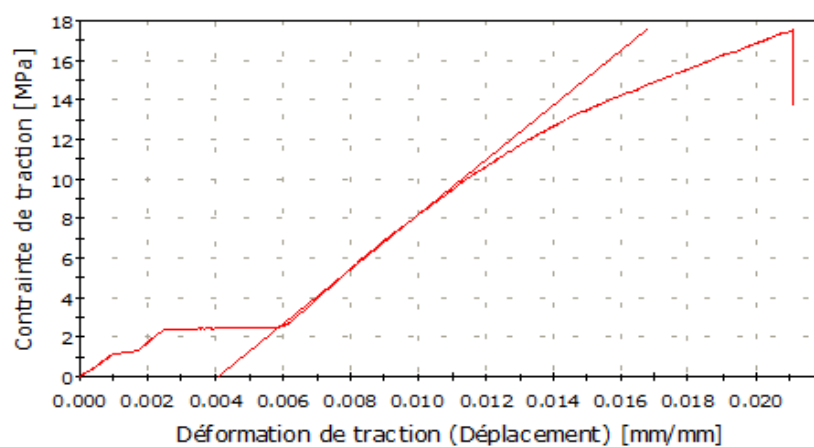
Pour la fibre de Luffa :essai de traction de l'éprouvette bio-composite (Résine + fibre de Luffa)

Figure (IV..8) : allure de la courbe de l'essai de traction de la résine + Fibre de Luffa

essai de traction de l'éprouvette bio-composite (Résine + fibre de Luffa)après traitement chimique de 02 jours 2nd essai

Figure(IV.9) : allure de la courbe de l'essai de traction de la résine + Fibre de Luffa

essai de traction de l'éprouvette bio-composite (Résine + fibre de Luffa)
après traitement chimique de 06 jours 2nd essai

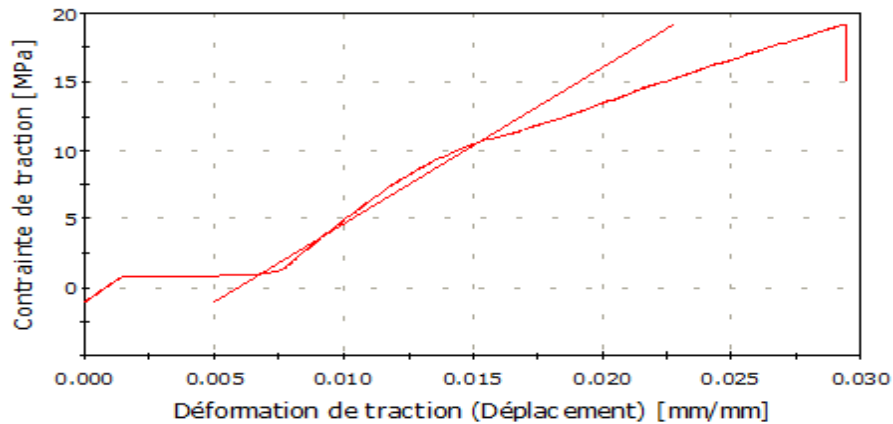


Figure (IV.10) : allure de la courbe de l'essai de traction de la résine + Fibre de Luffa

Fibres « Agave Americana »

Les résultats de traction (figures IIV.11 à IIV.14) représentent le comportement des composite renforcé par fibres de l'agave americana lors des essais de traction, nous remarquons pour les différentes éprouvettes une réponse linéaire élastique suivi d'une partie de réponse qui reflète un comportement non-linéaire jusqu'à la rupture. Le nombre de saut dans les courbes représente la cassure successive des filaments au moment de l'essai.

Une nette amélioration des valeurs de résistance se démarque pour chaque augmentation de nombres de filaments.

Pour la fibre de d'Agave

essai de traction de l'éprouvette bio-composite (Résine + fibre d'Agave)

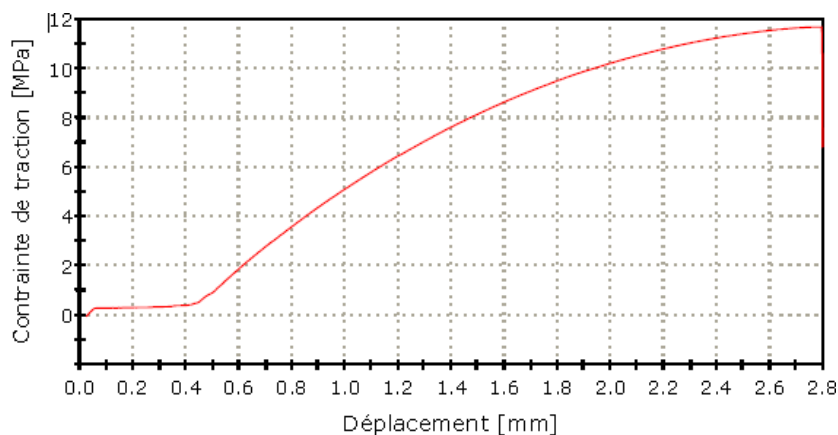


Figure (IV.11) : allure de la courbe de l'essai de traction de la résine pure

essai de traction de l'éprouvette bio-composite (Résine + fibre d'Agave)

après traitement chimique de 02 jours 1^{er} essai

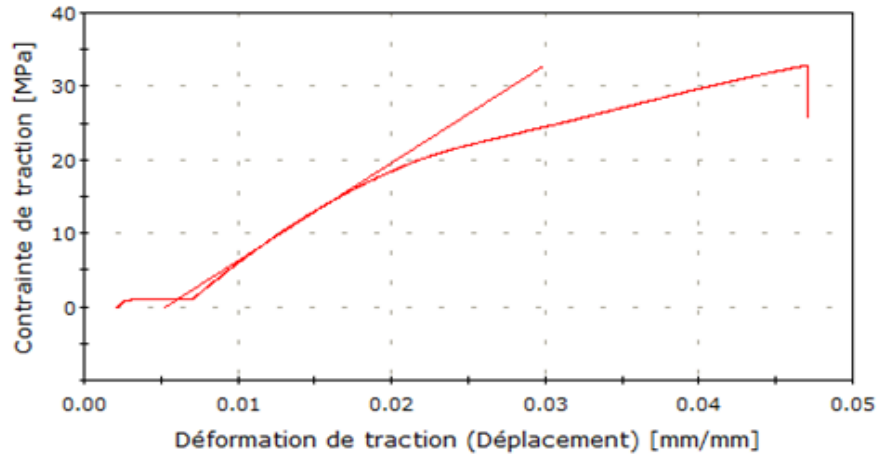


Figure (IV.12): allure de la courbe de l'essai de traction de la résine + Fibre d'Agave

essai de traction de l'éprouvette bio-composite (Résine + fibre d'Agave)

Après traitement chimique de 04 jours 2^{ème} essai

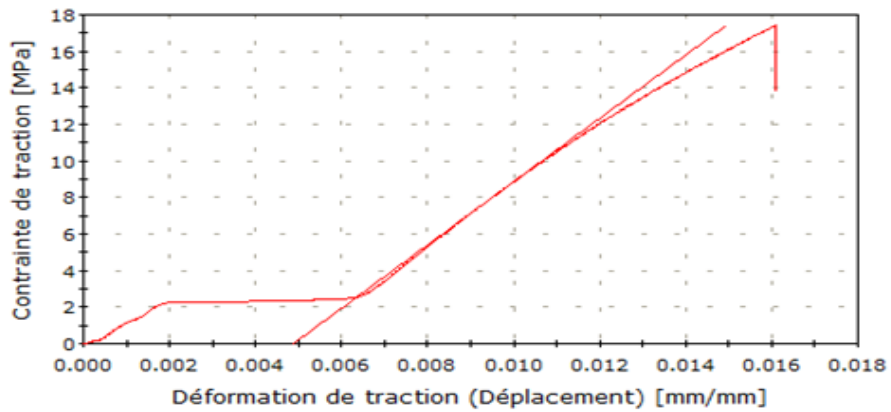


Figure (IV.13) : allure de la courbe de l'essai de traction de la résine + Fibre d'Agave

essai de traction de l'éprouvette bio-composite (Résine + fibre d'Agave)

après traitement chimique de 06 jours 1^{er} essai

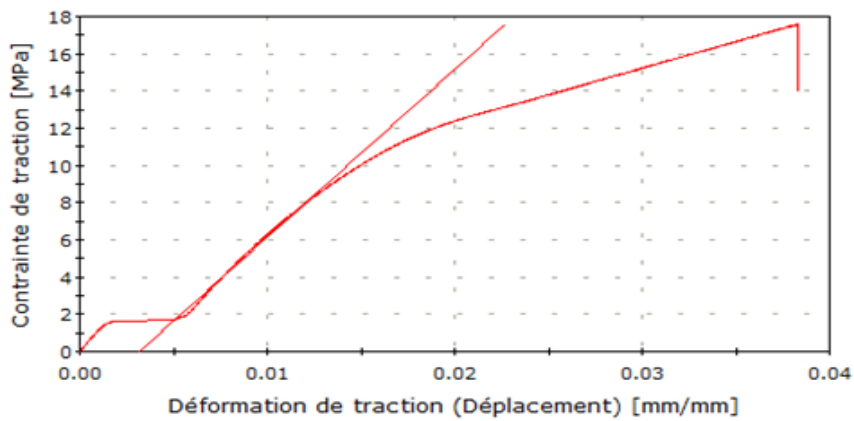


Figure (IV.14) : allure de la courbe de l'essai de traction de la résine + Fibre d'Agave

VI.4.CONCLUSIONS

Dans cette investigation plusieurs conclusions s'imposent :

Le renfort avec la fibre végétale le luffa donne un apport extrêmement important à la résistance mécanique du matériau bio-composite relativement comparé à la résistance de la résine pure de celui-ci.

Le mode d'usage de la fibre Luffa est aussi important car dans notre cas elle à permis de doubler la valeur de la résistance et si on propose l'usage de cette fibre à son état découpée ou même superposée les résultats seront certainement différents, cela sera objet de nos futur manipulation dans le domaine du comportement mécanique de ce bio-composite. Cela permettra d'enrichir et de donner naissance à une base de données dans ce domaine.

Les résultats sur l'usage des nombres de filaments d'agave americana relativement aux résistances appropriés. Aussi de prévoir le mode d'usage de cette fibre si celle-ci doit contribuée au renforcement dans un polymère pour la construction d'un matériau bio-composite.

Ce qui est évident à retenir est que le nombre de fibres utilisées dans un même plan et dans un seul axe directionnel permet d'accroitre considérablement sa résistance et ces performances. Une étude actuelle sur le comportement de cette fibre avec une résine est en cours cela permettra d'enrichir peut être même de donner naissance à une autre génération de matériaux qui peuvent êtres conçues et proposées dans le domaine des bio-composites. A retenir que les résultats serviront à la création d'une base de données exploitable sur un système d'aide à la décision.

Conclusion générale

Conclusion générale

L'utilisation des fibres végétales pour renforcer le matériau composite permet le développement des véhicules dans façon générale. Cette variation morphologique a une relation proportionnelle avec leurs fibres et leurs caractéristiques.

En étudiant ce sujet et la connaissance des caractéristiques des fibres végétales de la morphologie et de la composition biologique, il est composé de quatre composés de base en commençant par de la pectine englobée par de l'hémicelluloses puis lignine et sur le cœur de la fibre de la cellulose.

Connaissant cet agencement structural des fibres on peu imaginer plusieurs façons d'isoler les fibres de sa cellulose et du reste des composants ceci étant le principal effort dans toutes les études et composant cible pour améliorer le composé a de nombreuses plantes utilisées. Dans ce but les fibres telles que (le coton, la halfa, le chanvre, le jute, la ramie, le sisal, la cactus, les paumes et les fibres de chanvre ...) présentent un champ d'action pour cette idée qu'adoptent de nombreuses entreprises dans le domaine de la conception et la réalisation de matériaux et de biomatériaux appelé aussi bio-composites pour la première fois à l'intérieur des voitures et l'exploitation continue dans un grand mouvement attire pour guider l'industrie moderne où l'on trouve ces véhicules dans beaucoup d'articles divers tels que des pièces de voiture l'intérieur et le parechoc, les coques de bateaux, les meubles et l'extension de secours, etc. revêtement,

L'isolement des sucres à partir de fibres de cellulose augmente la résistance de l'adhérence avec la matrice et provoque une réduction de la rupture, le traitement chimique de la fibre est une façon parmi nombreuses qui nous offre cet amélioration, généralement le Sodium répond aux spécificités souhaitées et une fois dépend la fibre plongée dans la solution de sodium avec une certaine concentration pour une période de temps bien donnée nous pouvons aboutir à notre amélioration physique de cette fibre.

- le traitement chimique est plus efficace lorsque la densité de fibres est faible.
- l'efficacité du traitement est liée à une déduction de temps opportun et le résultat dépend de l'épaisseur de sucres qu'il faut isoler chaque couche (travail qui touche les concentrations des solutions de sodium).

Conclusion générale

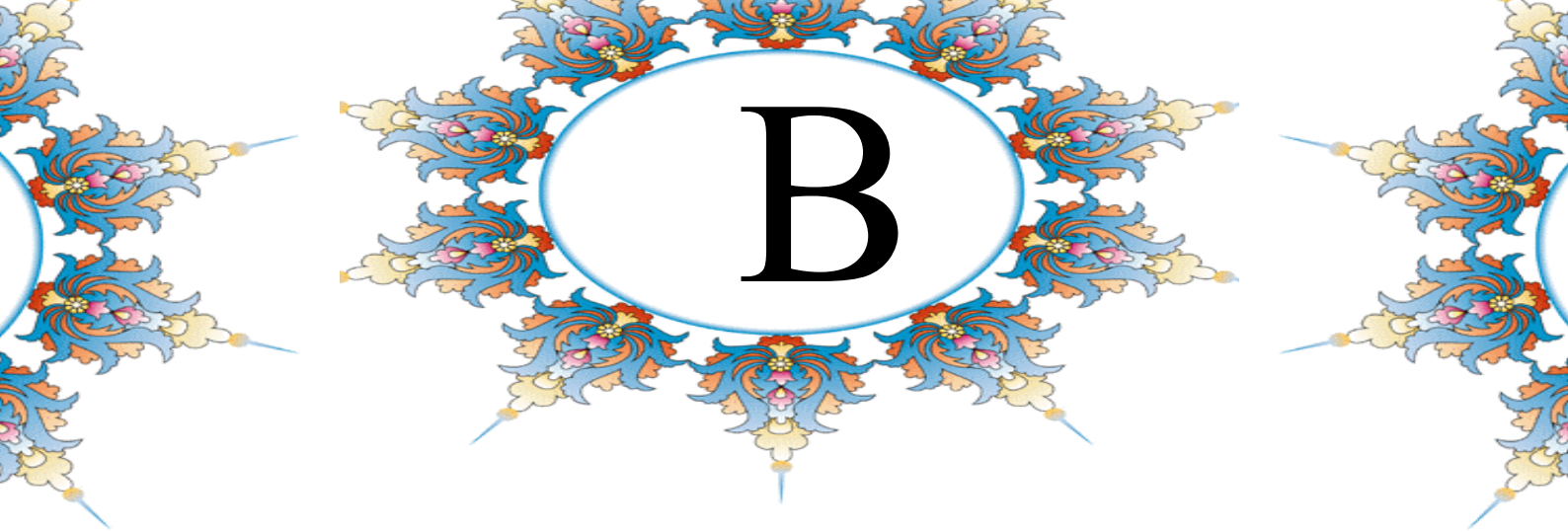
- observer rigoureusement les photos microscopiques qui montrent l'existence d'une structure fibreuse, mais avec des propriétés physiques et mécaniques variables. Par conséquent, des précautions doivent être pris en considération pour étudier les caractéristiques physiques de chaque type de fibre, parce que l'augmentation de la concentration de sodium ou de la période de traitement peu dégrader à savoir même détruire les propriétés des fibres.

Etant donné que les fibres végétales multicouches indiquent que les sucres sont éliminés par plusieurs traitement il faut donc isoler ces couches et de les traitées séparément. Ainsi, la sécurité de la fibre et à organisé un état de bonne surface avec la possibilité d'obtenir de meilleurs résultats.

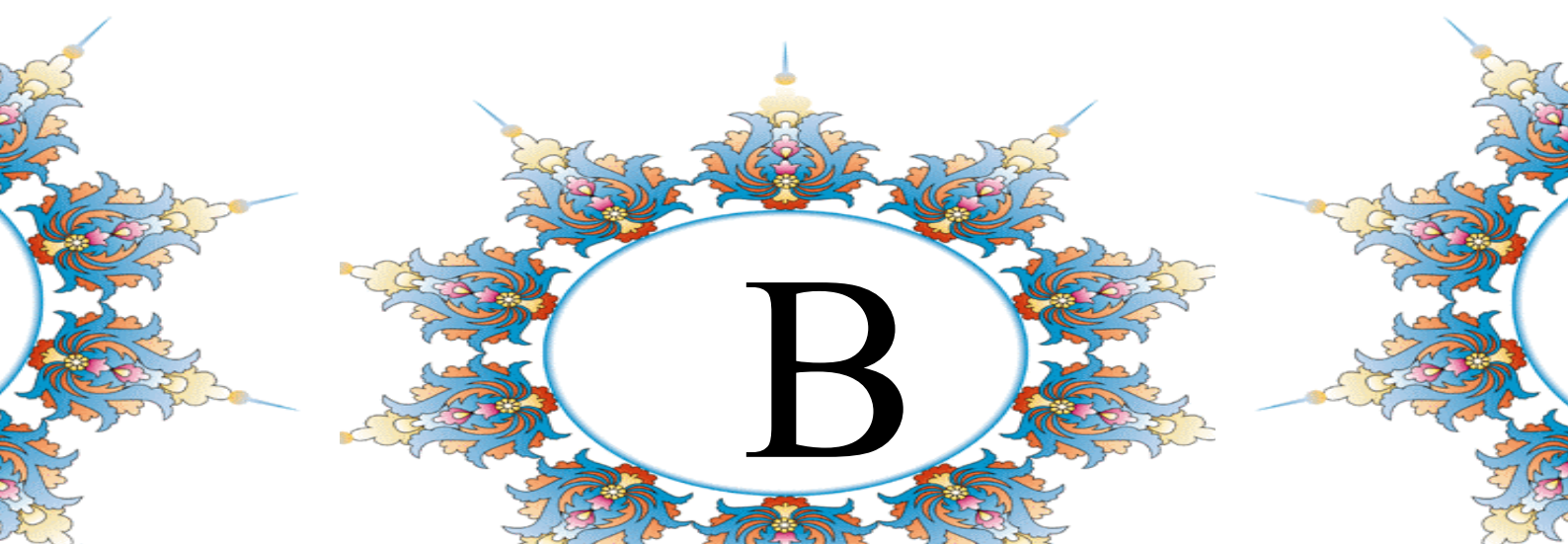
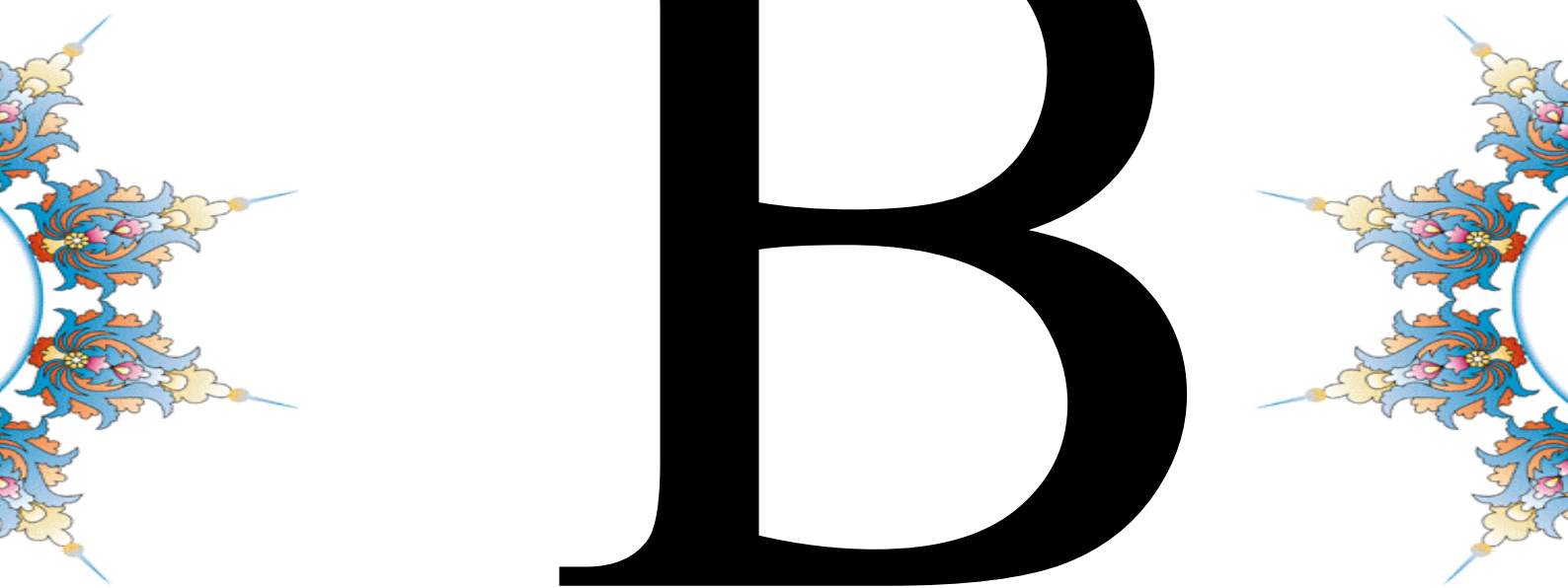
Le domaine des matériaux composites est très large et l'utilisation de la révolution des fibres végétales dans le domaine des industries composites j'augmenter les études de fibres végétales et des méthodes pour les extraire sans endommager la fibre et les conditions d'aide pour donner la pleine adhésion avec la matrice. La coopération biologique et mécanique est nécessaire pour fournir ces nouvelles industries.

Référence :

[1] FADEL Ahlem. memoire En vue de l'obtention du diplôme de MAGISTER Option : Génie des Polymères , theme « Influence des diverses modifications du Genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique ». Soutenu le: 28/12/2014.



B



B

المخلص .

يركز هذا العمل على دراسة الفرق في المعالجة الكيميائية لألياف مختلفة عبر فترات متفاوتة و تأثير ذلك على الخواص الميكانيكية والفيزيائية للألياف ونتائجها على المواد المركبة (الياف / مصفوفة).

اختيارنا ألياف (الديس / الحلفة / الصبار الأمريكي / اللوف (الخزم) في تعزيز المركب لكونها انواع مختلفة البنية المورفولوجيا. بالطبع استخراج هذه الألياف بطريقة سليمة اوجب علينا استعمال اساليب مختلفة حسب الخصائص الفيزيائية لكل نبتة بما في ذلك الطول الحجم الكثافة والخشونة وغيرها ...

تم علاج الألياف كيميائيا في تركيزات متساوية 10٪ من هيدروكسيد الصوديوم و ثبات في الوزن لكن في فترات زمنية مختلفة (يومان / اربعة ايام / ستة ايام). ولمعرفة النتائج قمنا بالملاحظة المجهرية للألياف.

المصفوفة المستخدمة مع الألياف لتكوين المركب هي راتنجات البوليستر وتم التجميع عبر عملية القولية.

عبر القيام باختبارات الشد للمركبات, أظهرت النتائج أن العلاج الكيميائي له تأثير كبير على الخصائص الفيزيائية والميكانيكية للمركب.

من خلال هذا العمل استنتجنا ان تركيز الصوديوم و فترة المعالجة الكيميائية عاملان اساسيان في تحسين نتائج المركب.

Les mots clés : biomatériaux, biocomposite, fibre végétaale,

Résumé :

Le but de ce travail est d'étudier l'influence du traitement chimique par de la solution NaOH pour de différentes fibres proposées comme renfort à des matériaux bio composites, l'impact sur les propriétés mécaniques et physiques des fibres et les biomatériaux (fibre / matrice) se voit très apparente.

Nos fibres après sélection sont [Diss / Hlafa / Agave / Luffa] Des méthodes de préparation à partir des plantes respectives sont exposées jusqu'à bien sûr leurs extraction.

Nous avons proposé un traitement chimiquement à la soude pour des concentrations 10% de d'hydroxyde de sodium et poids est constant mais différents intervalles de temps (02 j / 04 j / 06 j). Pour connaître les résultats, nous avons observé macroscopiquement et microscopiquement nos fibres.

La matrice utilisée avec la fibre pour former le composite est une résine de polyester est l'assemblage par le procédé de moulage.

En faisant des essais de traction des composés, les résultats ont montré que le traitement alcalin a un impact significatif sur les propriétés physiques et mécaniques du composé.

Grâce à ce travail, nous avons conclu que la concentration de sodium et la période de traitement chimique sont essentiels à l'amélioration des résultats composites.