

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



UNIVERSITE A. MIRA DE BEJAIA

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCÉDES



### *Mémoire de fin de cycle*

Pour l'obtention du diplôme de Master

Filière : Génie des Procédés

Option : Génie des polymères

### **Thème**

---

Mise en œuvre et Caractérisation des Composites à base  
de Polypropylène et fibres de Genêt d'Espagne

---

**Réalisé par :**

IFFIS Adel  
KHALDI Hichem

*Soutenu le 04/07/2022 devant un jury composé de :*

Dr Lynda ZAIDI  
Dr Naima Touati  
Dr Idris ZEMBOUAI

Présidente  
Examinatrice  
Encadrant

*Promotion 2022*

# **Remerciements**

*Après avoir rendu grâce à Dieu le Tout puissant et Miséricordieux,*

*Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements et notre profonde gratitude à notre promoteur Monsieur **I .ZEMBOUAI** pour son aide, sa disponibilité et ses bons conseils. Soyez assuré de notre sincère reconnaissance et veuillez trouver ici l'expression de notre profonde et respectueuse gratitude.*

*Nos vifs remerciements vont également aux membres de jury **M<sup>me</sup> L.ZAIDI** pour nous avoir fait l'honneur de présider le jury, et **M<sup>me</sup> N.TOUATI** pour l'honneur qu'elle nous a accordé pour avoir examiné ce travail.*

*Merci à tous les membres du laboratoire LMPA pour les différentes aides qu'ils m'ont prodigué. Notamment pour Monsieur **B.REMILA**, qui m'a aidé de réaliser la mise en œuvre des biocomposites.*

*Nous tenons à remercier chaleureusement nos familles, notamment nos chers parents pour leur patience, leurs encouragements et leur soutien inestimable.*

*Enfin, nous remercions toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à l'accomplissement de ce travail.*

# *Dédicace*

*C'est avec une immense joie que je dédie ce mémoire de fin d'études à mes chers parents en signe de reconnaissance pour leur soutien, que Dieu leur préserve bonne santé et longue vie.*

*A mes sœurs, mon frère Tayeb , ma tante, et mon oncle.et mes cousins Fares ,Kousseila et mon Beau-frère Takfarinas.*

*A mes nièces Lina Rima et Arine sans oublier leur père Chafaa.*

*A tous mes amis surtout mes copains de chambre ,youva ,Djamel ,Yacin ,H.Fares ...*

*A mes enseignants et tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail, qu'il trouve ici un témoignage de ma gratitude et de ma reconnaissance.*

*Enfin, je remercie également mon binôme Hichem , et toute personne qui a contribué directement ou indirectement à la réalisation de ce travail.*

*Adel*

# Sommaire

REMERCIEMENTS  
Dédicace  
SOMMAIRE  
LISTE DES FIGURES ET DES TABLEAUX

## ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

### Chapitre I: Généralités sur les matériaux composites à charges végétales

**INTRODUCTION GENERALE ..... 1**

I.1 Matériaux composites ..... 3

I.1.1 Définition ..... 3

I.1.2 Caractéristiques générales des matériaux composites ..... 3

I.1.3 Classification des matériaux composites ..... 5

I.1.4. Domaines d'utilisation des matériaux composites ..... 5

I.1.5. Avantages et inconvénients des composites..... 6

I.1.6 Composants ..... 7

I.1.7. La matrice..... 7

I.2. Définition d'un polymère ..... 8

    ➤ a.Thermoplastiques..... 8

    ➤ b.Elastomères ..... 8

    ➤ c.Thermodurcissables ..... 9

I.2.1. synthèse des polymères ..... 9

    ➤ a.La polycondensation ..... 9

    ➤ b.Polymérisation en chaine..... 9

---

I.2.2. Propriété des polymères .....	9
I.2.2.1. Propriétés chimiques .....	9
I.2.2.2. Propriétés mécaniques.....	9
I.2.2.3. Propriétés physiques.....	9
I.2.2.4. Propriétés thermiques .....	10
I.3. Le polypropylène .....	10
I.3.1. Définition .....	10
I.3.2. Propriétés du polypropylène .....	10
I.3.2.1. Propriétés physiques et mécaniques .....	10
➤ a.Rigidité.....	11
➤ b.Résistance au choc .....	11
➤ c.Caractéristiques en traction et en flexion répétée .....	11
I.3.2.2. Propriétés chimiques.....	12
I.3.2.3. Propriétés thermiques .....	12
I.3.3. Applications du polypropylène .....	12
➤ a. Textile.....	12
➤ b.Emballage .....	12
➤ c.Automobile.....	12
I.4. Les renforts.....	12
I.3.1.D.....	10
➤ a.Renfort en fibres discontinues .....	14
➤ b.Renfort continu .....	14
I.5. Généralités sur les fibres végétales .....	15
I.5.1. Définition .....	15
I.5.2. Origine des fibres végétales .....	16

---

I.5.2.1. Selon l'organe de la plante dont elles sont issues .....	16
I.5.2.2. Selon leur teneur en cellulose, en hémicellulose et en lignine .....	16
I.5.2.3. Selon leur longueur .....	16
I.5.3. Structure et morphologie des fibres végétales .....	17
I.5.3.1. Structure des fibres végétales.....	17
I.5.4. Morphologie des fibres végétales .....	18
I.5.5. Composition chimique des fibres végétales.....	18
I.5.5.1. La cellulose .....	18
➤ a.Structure .....	19
➤ b.Cristallinité de la cellulose.....	19
I.5.5.2. Les hémicelluloses.....	20
➤ a.Structure des hémicelluloses.....	20
I.5.5.3. La lignine .....	21
I.5.5.4. Les pectines.....	22
I.5.5.5. Les cires.....	22
I.5.5.6. Les extractifs .....	22
I.5.6. Propriétés usuelles des fibres végétales.....	23
I.5.6.1. Propriétés mécaniques.....	23
I.5.6.2. Propriétés hydrophiles.....	25
I.5.7. Performance d'isolation thermique.....	25
I.5.7.1. Résistance thermique.....	25
I.5.8. Techniques d'extraction des fibres végétales.....	25
➤ a. Rouissage microbiologique.....	26
➤ b. Rouissage enzymatique.....	28
➤ c. Rouissage mécanique .....	28
➤ d.Rouissage chimique.....	28

---

I.5.9. Modification chimique des fibres végétales.....	29
➤ a.Traitement par acétylation .....	29
➤ b.Traitement au permanganate .....	29
➤ c.Traitement au silane .....	29
➤ d.Traitement alcalin.....	30
I.6. Genêt d’Espagne .....	31
I.6.1. Introduction .....	31
I.6.2. Habitat .....	31
I.6.3. Description de la plante.....	31
I.6.4. Culture .....	32
I.6.5. Utilisations .....	32
I.7. Rappels bibliographiques .....	33

## **PROTOCOLE EXPERIMENTAL**

### **Chapitre III : Matériaux utilisés et techniques expérimentales**

II.1. Matériaux utilisées.....	37
II.1.1 Polypropylène (PP) .....	37
II.1.2. La fibre de Genêt d’Espagne .....	38
II.1.3. Réactifs.....	38
II.2. Mode opératoire.....	39
II.2.1. Extraction des fibres de Genêt d’Espagne .....	39
II.2.2. Traitement des fibres.....	39

---



II.2.2.1. Traitement avec NaOH .....	39
II.2.2.2. Blanchiment .....	40
II.2.3. Mise en œuvre des biocomposites PP/fibres de Genêt d’Espagne .....	41
II.3. Techniques de caractérisation .....	42
II.3.1. Détermination de la composition chimique de la fibre .....	44
➤ a.Détermination du taux des extractibles .....	42
➤ b.Détermination du taux d’hémicellulose .....	42
➤ c.Détermination du taux de la lignine .....	43
➤ d.Détermination du taux de cellulose .....	43
➤ e).Détermination du taux de cendres .....	43
II.3.2. Détermination de la densité de la fibre de Genêt d’Espagne .....	44
II.3.3. Mesure du taux d’humidité .....	45
II.3.4. Absorption d'eau .....	45
II.3.5. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) .....	46
II.3.6. Diffraction des Rayons X (DRX) .....	46
II.3.7. Mesure de l’angle de contact .....	47
II.3.8. Tests de traction .....	48
II.3.9. Tests de chocs (Izod) .....	49

## **Chapitre IV : Résultats et Discussions**

III.1. Composition chimique des fibres de Genêt d’Espagne .....	50
III.2. Analyse par IR-TF .....	51
III.3. Densité des fibres de Genêt d’Espagne .....	53
III.4. Taux d’humidité .....	54
III.5. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) .....	55
III.6. Absorption d’eau .....	56

---

III.7. Angle de contact.....	57
III.8. Résistance aux chocs.....	58
III. 9. Tests mécaniques en traction.....	59
Conclusions.....	62
Perspectives .....	63
Références bibliographiques	



# Liste des tableaux

## CHAPITRE I

<b>Tableau I.1</b> : Exemples de matériaux composites, pris au sens large.....	4
<b>Tableau I.2</b> : Propriétés mécaniques des polypropylènes.....	10
<b>Tableau I.3</b> : Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales.....	18
<b>Tableau I.4</b> : Teneur en cellulose de quelques espèces végétales.....	19
<b>Tableau I.5</b> : Composition des fibres végétales .....	23
<b>Tableau I.6</b> : Propriétés mécaniques et masses volumiques de quelques fibres végétales et synthétiques .....	24
<b>Tableau I.7</b> : Caractéristiques générales des fibres de Genêt d’Espagne .....	32
<b>Tableau 8</b> : Propriétés de traction des composites PP/Chanvre et PP/Chanvre/PP-g-GMA .....	35
<b>Tableau I.9</b> : Propriétés mécaniques de composite PP chargé avec 20 wt% de fibres de chanvre.....	35
<b>Tableau I.10</b> : Propriétés thermiques de PP et PP/Genêt d’Espagne .....	36

## CHAPITRE II

<b>Tableau II.1</b> : Propriétés physico-mécaniques et thermiques du Polypropylène (LubanHP1102K) .....	37
<b>Tableau II.2</b> : Différents produits chimiques utilisés.....	38
<b>Tableau II.3</b> : Codes des différentes formulations .....	41

## CHAPITRE III

<b>Tableau III.1</b> : Résultats de la détermination de la densité de la fibre de Genêt d’Espagne.....	58
---	----

# Liste des figures

## CHAPITRE I

<b>Figure I.1 :</b> Matériau composite .....	3
<b>Figure I.2 :</b> Exemples d'applications des biocomposites, (a) : emballage alimentaire, (b) : valise,(c) : lunettes, (d) : panneaux de portières de voitures, (e) : lavabo .....	6
<b>Figure I.3 :</b> Différents constituants d'un matériau composite .....	7
<b>Figure I. 4 :</b> Classification des matrices .....	8
<b>Figure I.5 :</b> Différents applications du polypropylène (PP) .....	13
<b>Figure I.6 :</b> Les différents types de renfort de base .....	14
<b>Figure I.7 :</b> Techniques de rouissage .....	26
<b>Figure I.8:</b> Rouissage à l'eau, effectué dans : (a) une rivière, (b) une cuve .....	27
<b>Figure I.9:</b> Rouissage au champ des fibres de lin .....	27
<b>Figure I.10:</b> Extraction des fibres de sisal (a) et séchage (b) .....	28
<b>Figure I.11:</b> Acétylation avec ou sans catalyseur acide .....	29
<b>Figure I.12:</b> Image tiges (a) et des fleurs du Genêt d'Espagne (b) .....	32
<b>Figure I.13 :</b> Modules de traction des composites PP/lin et PLA/lin .....	34

## CHAPITRE II

<b>Figure II.1 :</b> Les granulés du PP vierge .....	37
<b>Figure II.2 :</b> Genêt d'Espagne .....	38
<b>Figure II.3 :</b> Illustration du protocole d'extraction des fibres de Genêt d'Espagne :a la plante de Genêt d'Espagne ,b : Immersion des tiges dans un bac d'eau, c : Séchage des tiges à l'aire libre pendant 24h,d : extraction des fibres Genêt d'Espagne .....	39
<b>Figure II.4 :</b> Les étapes du traitement avec NaOH .....	40
<b>FigureII.5 :</b> Etapes de blanchiment des fibres de Genêt d'Espagne,a :debut de blanchiment ,b :au milieu de blanchiment ,c : Fibres de GE obtenues après étuvage .....	41
<b>Figure II.6 :</b> Mélangeur interne de type Brabender .....	42
<b>Figure II.7 :</b> Photo originale du four à moufle .....	43

<b>Figure II.8 :</b> Etapes pour déterminer la densité de la fibre Genêt d’Espagne	
a : pycnomètre + Ethanol, b : pycnomètre + fibres GE , c : pycnomètre + Ethanol + fibre GE.....	44
<b>Figure II.9 :</b> Etapes pour déterminer Taux d’absorption d'eau de la fibre Genêt d’Espagne .....	45
<b>Figure II.10 :</b> Illustration d’un appareil IRTF .....	46
<b>Figure II.11 :</b> Illustration d’un diffractomètre de type EMPYREAN .....	47
<b>Figure II.12 :</b> Principe de la mesure d'angle de contact .....	47
<b>Figure II.13 :</b> Machine de traction mécanique .....	48
<b>Figure II.14 :</b> Eprouvette a) avant le test de traction et b) après le test de traction.....	48
<b>Figure II.15.</b> A:appareil de marque Ceast, type Resil Impactor, B:Schéma des désignations décrivant la direction de percussion .....	49

### **CHAPITRE III**

<b>Figure III.1 :</b> Composition chimique des fibres de Genêt d’Espagne .....	54
<b>Figure III.2 :</b> Spectres IRTF des fibres de Genêt d’Espagne (FGET) et (FGENT).....	55
<b>Figure III.3 :</b> Spectres IRTF des biocomposites du PP/FGET, PP/FGENT et PP vierge .....	57
<b>Figure III. 4 :</b> Résultats de la détermination de Taux d’humidité de la fibre de Genêt d’Espagne.....	59
<b>Figure III.5:</b> Diagrammes de diffraction des rayons X du PP et de biocomposite PP/FGET et PP/FGENT .....	59
<b>Figure III.6 :</b> Spectre UV-visible du PP et de biocomposite PP/FGET et PP/FGENT .....	60
<b>Figure III.7 :</b> Variations du taux d'absorption d'eau du PP et des biocomposites PP/FGET et PP/FGENT en fonction du temps.....	60
<b>Figure III.8 :</b> Résultats de l'angle de contact de l’eau du PP et des biocomposites PP/FGET et PP/FGENT.....	61
<b>Figure III.9 :</b> Variation de la résistance au choc du PP, et des biocomposites PP/FGENT et PP/FGET .....	62

<b>Figure III.10</b> : Variation de module d'Young du PP, et des biocomposites PP/FGENT et PP/FGET .....	64
<b>Figure III.10</b> : Variation de Déformation à la rupture (%) du PP, et des biocomposites PP/FGENT et PP/FGET .....	65
<b>Figure III.11</b> : Variation de la contrainte à la rupture du PP, et des biocomposites PP/FGENT et PP/FGET .....	66

## **Liste des schémas**

### **CHAPITRE I**

<b>Schéma I.1</b> : Structure d'une fibre végétale.....	15
<b>Schéma I.2</b> : Classification des différentes fibres végétales en fonction de leurs origines .....	16
<b>Schéma I.3</b> : Schémas d'organisation des parois cellulaires dans les fibres végétales.....	17
<b>Schéma I.4</b> : Représentation de la chaîne de cellulose .....	19
<b>Schéma I.5</b> : Liaisons hydrogène inter et intramoléculaires au sein de la fibre de cellulose .....	19
<b>Schéma I.6</b> : Structure d'un type de xyloglucane .....	21
<b>Schéma I.7</b> : Représentation des trois unités composant la lignine.....	21
<b>Schéma I.8</b> : Principales unités glucidiques constituant les pectines.....	22

## ***INTRODUCTION GENERALE***

Durant ces dernières années, les composites à base de fibres naturelles font l'objet de beaucoup d'intérêt pour au moins deux raisons essentielles: la première est justifiée par le souci de protection de l'environnement et la deuxième concerne la valorisation des matières naturelles renouvelables en remplacement des fibres synthétiques, comme les fibres d'aramide, les fibres de carbone ou les fibres de verres. Les marchés actuels et les prévisions laissent à penser que l'importance économique des composites à fibres naturelles sera en augmentation constante dans les années qui viennent.

L'introduction de fibres végétales dans les matrices polymériques s'est développée continûment et a permis de diminuer les impacts environnementaux. Les composites renforcés de fibres végétales sont actuellement en forte expansion. Ces fibres présentent une excellente alternative aux fibres synthétiques d'un point de vue environnemental en raison de leur faible coût, leur densité peu élevée, leur biodégradabilité et leur disponibilité.

Toutefois, l'utilisation des fibres végétales pour l'application composite soulève un certain nombre de défis scientifiques. Le principal verrou de ces fibres naturelles est leur caractère hydrophile, conduisant à une faible compatibilité avec de nombreuses matrices polymères apolaires et une grande sensibilité à l'eau, une variation de l'humidité relative peut conduire à un gonflement ou une rétractation des fibres générant une décohésion de l'interface et une modification des propriétés fonctionnelles du matériau. Une augmentation de l'affinité entre les deux constituants est donc souvent recherchée pour améliorer l'adhésion interfaciale fibre/matrice et limiter la formation d'agrégats de fibres dans le matériau composite. Pour surmonter ces difficultés, plusieurs approches sont proposées en littérature scientifique, entre autres la modification chimique ou physique des fibres, l'ajout d'un agent de couplage, la nanotechnologie, etc.

Dans ce contexte, cette étude vise à développer de nouveaux matériaux composites dont les constituants sont: le Polypropylène comme matrice et les fibres de génie d'Espagne comme charges de renfort. Nous nous sommes intéressés aux fibres extraites de la plante de génie d'Espagne qui constitue l'une des richesses végétales abondantes en Algérie et qui, jusqu'à nos jours, reste peu exploitée dans le domaine des composites.

Ce manuscrit comporte trois chapitres :

Le premier chapitre consiste en une étude bibliographique. Il rappellera dans un premier temps les enjeux du développement des composites, des fibres végétales, quelques définitions ainsi que les différentes propriétés des composites.

Le deuxième chapitre est consacré à la présentation des matériaux et des techniques expérimentales utilisés au cours de ce travail. Puis, les différentes méthodes d'extraction, de traitement des fibres de génie d'Espagne, et les différents procédés de mise en œuvre employés lors de cette étude seront décrits. Enfin, les techniques de caractérisation physico- chimiques et mécaniques seront également présentées.

Le troisième chapitre concernera les résultats obtenus de l'étude. Les différentes relations structure-propriétés et l'effet du traitement chimique des fibres sur les propriétés des composites Polypropylène /fibres de génie d'Espagne seront abordées.

Enfin, les conclusions générales et les perspectives de ces travaux seront exposées.



# Chapitre I

## Etude bibliographique

### I.1 Matériaux composites

#### I.1.1 Définition :

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes. Leur association est complémentaire et permet d'aboutir à un matériau dont les performances recherchées seront supérieures à celles des composants pris séparément. Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase discontinue, appelée renfort ou matériau renforçant, est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue appelée matrice. [5]

#### I.1.2 Caractéristiques générales des matériaux composites :

Dans le cas de plusieurs phases discontinues de natures différentes, le composite est dit hybride. La phase discontinue est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue.

La phase continue est appelée la matrice. La phase discontinue est appelée le renfort ou matériau renforçant. [6] (Figure I.1).

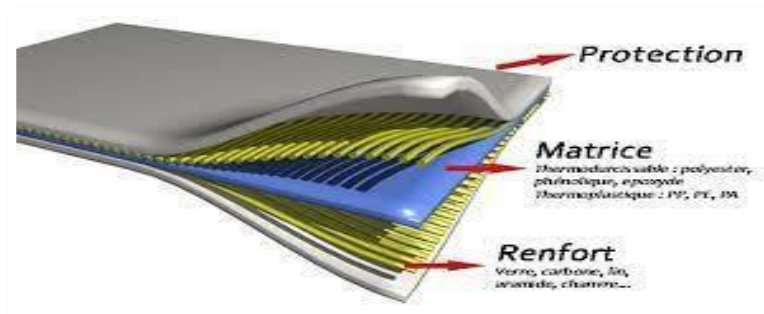


Figure I.1 : Matériau composite. [6]

Ces propriétés dépendent de beaucoup de facteurs qui résultent

- Des propriétés, de la nature, et de la quantité des constituants,
- De leur distribution géométrique,
- De leurs interactions, etc.... [6].

**Tableau I.1** : Exemples de matériaux composites, pris au sens large. [6]

<b>Type de composite</b>	<b>Constituants</b>	<b>Domaines d'application</b>
1. Composites à matrice Organique(CMO) Papier, carton Panneaux de particules Panneaux de fibres Toiles enduites Matériaux d'étanchéité Pneumatiques Stratifiés Plastiques renforcés	Résine/charges/fibres cellulosiques Résine/copeaux de bois Résine/fibres de bois Résines souples/tissus Elastomères/bitume/textiles Caoutchouc/toile/acier Résine/charges/fibres de verre,de carbone, etc.Résines/microsphères	Imprimerie, emballage, etc. Menuiserie Bâtiment Sports, bâtiment Toiture, terrasse, etc. Automobile Domaines multiple
2. Composites à matrice Minérale Béton Composite carbone-carbone Composite céramique	Ciment/sable/granulats Carbone/fibres de carbone Céramique/fibres céramiques	Génie civil Aviation, espace, sports, biomédecine, etc. Pièces thermomécaniques
3. Composites à matrice Métallique	Aluminium/fibres de bore Aluminium/fibres de carbone	Espace
4. Sandwiches Peaux Ames	Métaux, stratifiés, etc. Mousses, nids d'abeilles, balsa, plastiques renforcés, etc.	Domaines multiples

### **I.1.3 Classification des matériaux composites**

Selon la nature de la matrice, on distingue trois grandes classes de composites, considérées ici par ordre croissant de tenue en température :

- ✓ Les composites à matrice polymère (CMP)
- ✓ Les composites à matrice métallique (CMM)
- ✓ Les composites à matrice céramique (CMC)

Les matériaux utilisés comme renforts présentent de bonnes propriétés mécaniques intrinsèques (carbone, alumine, silice, bore, kevlar, acier, nitrure et carbure de silicium...). Les renforts continus ou fibres longues procède un diamètre qui varie selon leur nature, entre quelques micromètres et une centaine de micromètres.

Selon l'application envisagée, l'assemblage de ces fibres longues peut être unidimensionnel (plis unidirectionnels). Bidimensionnel (plis tissés, mats à fibres coupées de quelques centimètres ou à fibres continues) ou tridimensionnel (tissus multidimensionnels).

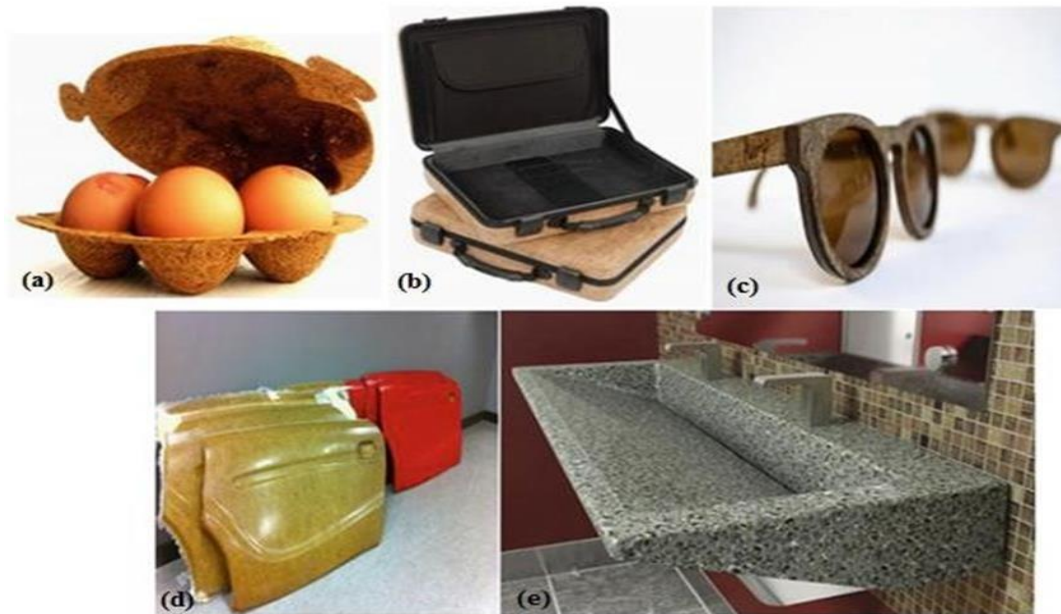
Les matrices polymères renforcées par des fibres de verre, sont employées dans les produits de grande diffusion, et possède une grande importance. Les fibres de carbone et de kevlar sont utilisées dans pour des applications plus spécifiques de hautes performances telles que l'aéronautique et l'aérospatiale. D'autres types de renforts sont employés tels que des billes (verre, élastomère ...) et des charges (fibres broyées, écailles, poudres...). L'utilisation des (CMP) reste limitée au domaine de températures inférieures à 200°C, [7].

### **I.1.4. Domaines d'utilisation des matériaux composites**

Les matériaux composites de nos jours prennent une place prépondérante dans différents domaines de par leur simplicité d'élaboration, leur légèreté ainsi que leurs caractéristiques mécaniques. Contrairement aux matériaux classiques qui présentent des caractéristiques mécaniques intrinsèques, les matériaux composites peuvent répondre aux exigences des différents types de contraintes à partir d'une élaboration et d'un choix judicieux de matrice et renfort, et ceci, dans différents domaines.

Les matériaux composites ont été introduits progressivement dans les automobiles, à la suite des matériaux polymères dont certains sont utilisés comme matrices.

De nos jours, les matériaux composites ont pris une place importante dans divers domaines : aéronautique, transport, bâtiment, loisirs etc. Du point de vue écologique, les fibres naturelles utilisées comme renforts dans les composites prennent une place croissante et sont de nouveau d'actualité



**Figure I.2:** Exemples d'applications des biocomposites, (a) : emballage alimentaire, (b) : valise, (c) : lunettes, (d) : panneaux de portières de voitures, (e) : lavabo. [7]

### I.1.5. Avantages et inconvénients des composites

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

- Leur légèreté
- Grande résistance à la fatigue
- Faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion
- Insensibilité aux produits chimiques
- Possibilité de prendre plusieurs formes (pièces complexes)
- Bonne tenue au feu (attention aux dégagements toxiques)

Cependant certains inconvénients freinent leur diffusion :

- Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication
- La sensibilité à la chaleur
- La gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte. [14]

## I.1.6 Composants

Les principaux constituants sont le renfort et la matrice. Le renfort a pour rôle d'apporter au matériau composite ses performances mécaniques élevées. La matrice qu'on appelle aussi liant, son rôle est de transmettre aux fibres les sollicitations mécaniques extérieures et de Protéger les fibres vis-à-vis des agressions extérieures. [8]

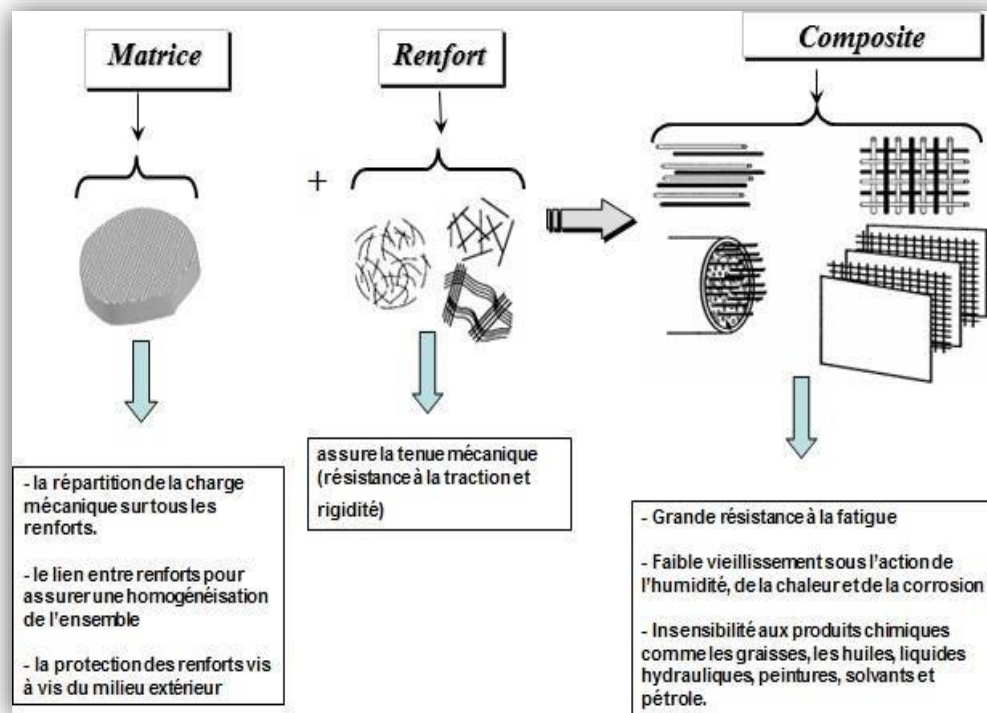
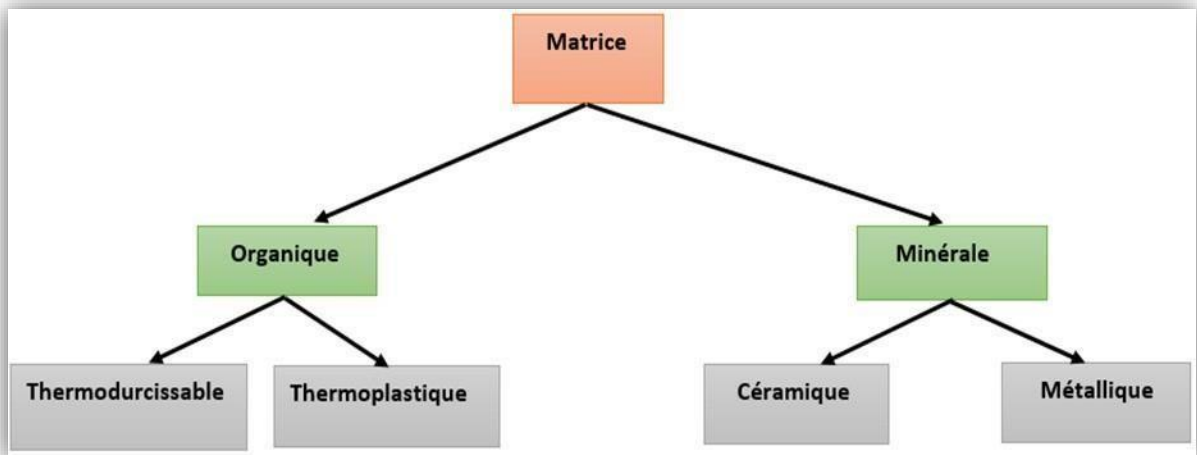


Figure I.3 : Différents constituants d'un matériau composite. [8]

## I.1.7. La matrice

Cette phase est indispensable à la liaison des divers éléments constitutifs, est composée d'une résine (polyester, époxyde, etc....) et d'une charge (carbonate de calcium, graphite, etc). Leur rôle est de lier les renforts, de répartir les charges (contraintes, résistance à la traction et rigidité) et d'assurer la protection chimique contre les agents agressifs extérieurs tels que (acides, humidité, corrosion...) et donne la forme au produit réalisé; pour les composites plastiques, elle est par définition un polymère ou une résine organique. Le choix de la matrice dépend de l'utilisation à laquelle est destinée le matériau composite.

La figure I.4 présente les différentes familles de matrice.



**Figure I. 4 :** Classification des matrices.

## **I.2. Définition d'un polymère**

Un polymère est appelé aussi macromolécules, c'est-à-dire d'entités moléculaires de grande taille, issues de l'assemblage covalent d'un grand nombre d'unités répétitives plus communément appelées unités (ou motifs) monomères. Les édifices macromoléculaires ainsi définis ont des dimensions moléculaires (caractérisées par leur masse molaire) très supérieures à celles des molécules simple, il en résulte, pour le polymère résultant, des propriétés nouvelles utilisables, en particulier, dans le domaine des matériaux structuraux. On distingue trois grandes familles de polymères, les thermoplastiques, les élastomères et les thermodurcissables [10].

### **a. Thermoplastiques**

Sont des polymères composés de chaînes macromoléculaires linéaires ou avec ramifications, ils se ramollissent et deviennent plastiques sous l'effet de la chaleur sans subir de modification chimique. Par exemple: polyéthylène (PE), polypropylène (PP), polystyrène (PS), polycarbonate (PC), polychlorure de vinyle (PVC), polyamides (PA), polyéthylène téréphtalate (PET) et transformé réversible et recyclable.

### **b. Elastomères**

Un élastomère est un composé naturel ou synthétique, présentant l'élasticité du caoutchouc à sa température d'utilisation, en générale proche de la température ambiante. Cette famille de polymère possède une température de transition vitreuse inférieure à la température ambiante [12]. Par exemple : polybutadiène (BR), polychloroprènes (CR), polyacrylates (ACM), polyuréthane élastomère.

### **c. Thermodurcissables**

Ce sont des polymères formés d'un réseau tridimensionnel de chaîne macromoléculaires. Ils sont durs, rigides et infusibles sous l'effet de la chaleur en subissant une modification de leur structure moléculaire. Par exemple : polyuréthanes (PUR), polyesters insaturés, phénoplastes (PF), aminoplastes (MF).

#### **I.2.1. synthèse des polymères**

On distingue deux méthodes de synthèse des polymères, la polycondensation et la polymérisation en chaîne.

##### **a. La polycondensation**

Est une réaction obtenue par la condensation d'un grand nombre de molécules, cette réaction s'effectuant avec l'élimination d'une petite molécule, en général l'eau.

##### **b. Polymérisation en chaîne**

Est une réaction obtenue par l'enchaînement d'un grand nombre de molécules monomères si ces molécules sont identiques on obtient un homopolymère, par contre si les monomères sont différents (en général deux) on obtient un copolymère.

#### **I.2.2. Propriété des polymères**

Les polymères comptent plusieurs propriétés dont on cite :

##### **I.2.2.1. Propriétés chimiques**

Globalement, les polymères sont résistants aux acides et aux bases tandis qu'ils sont sensibles aux solvants. L'action de l'eau sur les polymères à la température ambiante est faible. La majorité des solvants des polymères se situe dans cette catégorie de produit chimique. La tenue à l'oxygène des matériaux polymères est un élément essentiel de leur durabilité, la dégradation de ces matériaux polymères se fera par rupture des liaisons covalentes caténaire [13].

##### **I.2.2.2. Propriétés mécaniques**

Les propriétés mécaniques des matériaux polymères dépendent de la température expérimentale par rapport aux températures caractéristiques qui sont celles de fusion et de la transition vitreuse. Ces dernières sont traitées en général à la température ambiante [14].

##### **I.2.2.3. Propriétés physiques**

Beaucoup de propriétés physiques sont modifiées par l'architecture moléculaire : densité, température de fusion, température de transition vitreuse et autre. Il est intuitivement aisé de comprendre que la ramification des molécules diminue la densité, le point de fusion et la

cristallinité d'un polymère, en élargissant la distance entre les chaînes principales. On regroupe dans les propriétés physiques, des propriétés optiques et diélectriques [15].

#### I.2.2.4. Propriétés thermiques

L'ajout de charges minérales dans une matrice polymère permet d'accroître sa stabilité thermique. Les améliorations de la température de dégradation ont été attribuées à l'effet de barrière qui ralentit la diffusion de l'oxygène nécessaire à la dégradation, ainsi que les molécules qu'elle produit. La stabilité thermique est généralement évaluée par l'analyse thermogravimétrique sous atmosphère inerte.

### I.3. Le polypropylène

#### I.3.1. Définition

Les polypropylènes sont des matériaux thermoplastiques semi-cristallins obtenus par la polymérisation du propylène avec, éventuellement en quantité mineure, un ou plusieurs Co monomères [21]. Les polypropylènes existent sous les trois formes suivantes qui dépendent de la disposition des groupes méthyles par rapport au plan contenant la chaîne carbonée principale :

#### I.3.2. Propriétés du polypropylène

##### I.3.2.1. Propriétés physiques et mécaniques

Le polypropylène est l'un des plus légers thermoplastiques usuels avec une masse volumique comprise entre 0.89 et 0.915 g/cm<sup>3</sup>. Le taux de cristallinité qui varie entre 60 et 70% est influencé par la structure moléculaire et les traitements thermiques. La perméabilité dépend essentiellement du taux du polymère tactique car la pénétration des gaz se produit essentiellement au niveau de la phase amorphe. [21]

**Tableau I.2. :** Propriétés mécaniques des polypropylènes [21].

Propriétés	Unités	PP Homopolymère Isotactique		PP Copoly mère séque nc é		PP Copolymè re Statistique	PP* Homopolymère Syndiotactique	
		Min	Max	Mi n	Max		Min	Max
Masse volumique	g/cm <sup>3</sup>	0.900	0.915	0.89	0.904	0.900	0.87	0.88



Indice de fluidité (230C° ; 2.16kg)	dg/min	1	1000	0. 150 8	1-10	1	25
Contrainte à la traction au seuil d'écoulement	Mpa	31	44	28 38	17-30		
Allongement a la Rupture	%	10	600	40 900 0	10-600	300	500
Module d'élasticité en traction	Mpa	1200	2400	80 1400 0	500-1500	450	550
Température de fragilité à froid	C°	20	20	- 10 35	0-20	0	5
Résistance à l'impact izod (23C°)	Kj/m <sup>2</sup>	2	4	5 70	2-20	20	60
Température Vicat A (1kg)	C°	150	158	12 150 0	110-150	100	
Température de ramollissement sous contrainte de 0.44 Mpa	C°	107	130	80 105	70-110	60-70	

**a. Rigidité** : les polypropylènes homopolymères représentent une rigidité élevée à la température ambiante [21].

**b. Résistance au choc** : le comportement au choc du polypropylène dépend de sa composition de sa composition, de sa masse moléculaire de l'orientation moléculaire et du degré de cristallinité.

La résistance au choc d'un polypropylène augmente avec sa masse moléculaire et varie dans le même sens que la température. La tendance à la fragilité apparaît d'autant plus vite que la masse moléculaire est faible [21].

**c. Caractéristiques en traction et en flexion répétée**

La cristallinité élevée du polypropylène lui confère de bonnes propriétés en traction. Le comportement du polypropylène est fortement influencé par la vitesse d'étirage [21].

### **I.3.2.2. Propriétés chimiques**

Les polypropylènes possèdent une très grande stabilité chimique. À des températures inférieures à 60°C, ils sont pratiquement insolubles. Ils ne sont attaqués ni par les acides, ni par les bases, ni par les solutions de sels. Ils sont insolubles dans l'eau et sont reconnus utilisables pour des applications alimentaires. Ils présentent une excellente résistance à la fissuration sous contrainte en présence de savons, détergents, alcools [21].

### **I.3.2.3. Propriétés thermiques**

Le polypropylène isostatique obtenu par catalyse metallocène fond entre 145°C et 160°C, une température plus basse que celle de son homologue à cause des régio-defauts et du niveau d'isotacticité intramoléculaire compris entre 95% et 99%.

Le polypropylène syndiotactique : commercial, dont la tacticité est de 80% fond entre 130°C et 135°C tandis que le polymère 100% syndiotactique fondrait à une température proche de 160°C à 170°C, la température de fusion théorique est de l'ordre de 220°C[21].

## **I.3.3. Applications du polypropylène**

**a. Textile** : Sous forme de fibres et de filaments, la principale application est celle des moquettes. Les autres applications concernent les tissus d'ameublement, linge de maison, les vêtements de sport et de loisirs [21].

Sous la forme de non-tissés et d'ouate, le polypropylène est utilisé dans le secteur de l'hygiène. Le secteur de géotextiles est en développement dans diverses applications de travaux publics.

**b. Emballage** : Dans le domaine d'emballage, le polypropylène est présent sous forme de films extrudés, de récipients à parois minces injectés, de barquettes thermoformées ou de corps creux.

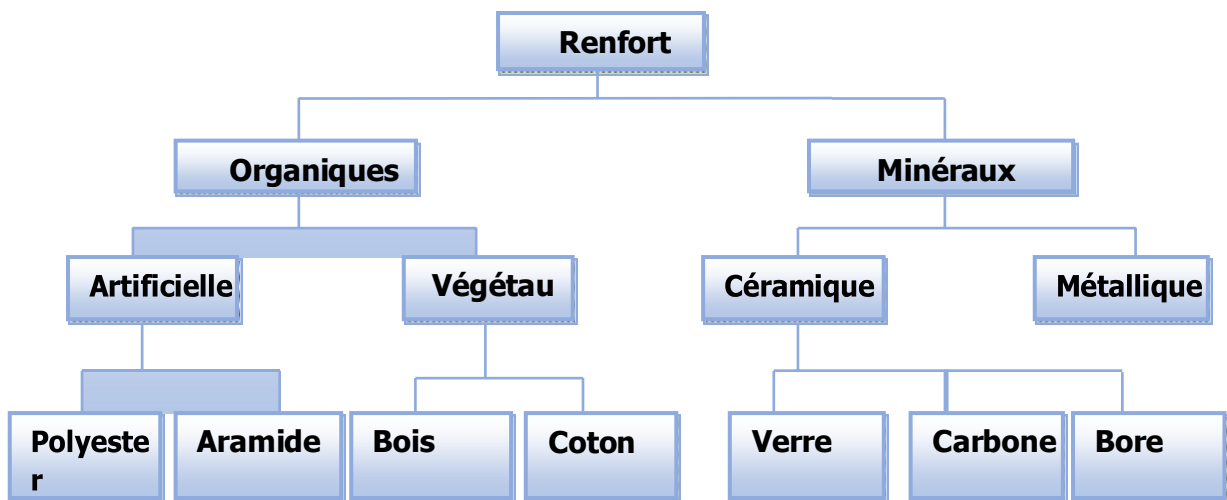
Sous la forme de films bi-orientés simples est de plus en plus co-extrudés il est utilisé pour l'emballage des denrées alimentaires en raison de sa faible perméabilité à la vapeur d'eau.

Le film non orienté trempé est employé pour l'emballage des produits textiles (chemises...) pour lesquels l'aspect visuel et la rigidité priment sur toute autre considération. Ce type de film est thermoscellable [21].

**c. Automobile** : Dans la carrosserie, le polypropylène est adopté pour les pare-chocs, les panneaux de protection latéraux.

Sous le capot : il est utilisé pour les bacs d'accumulateur en copolymères séquencés, les conduits de





**Figure I.6 :** Les différents types de renfort de base. [25]

Les propriétés physiques et mécaniques sont fortement influencées par la nature des fibres.

La forme du renfort est fonction de l'application et du volume de pièces à réaliser, elle permet de distinguer deux grandes familles.

- a. **Renfort en fibres discontinues** : des fibres courtes, ou particules (charges sous forme de microbilles, de fibres broyées, d'écailles ou de poudre), permettent d'améliorer certaines propriétés de la matrice (résistance à l'usure, propriétés thermiques, poids). Celle-ci reste l'élément de base et on obtient alors un « polymère renforcé ».
- b. **Renfort continu** : sous forme de fibres longues qui sont généralement utilisées pour des composites HP. Cette forme fibreuse offre une résistance à la rupture et souvent un module d'élasticité beaucoup plus élevée que ceux du même matériau massif, avec une augmentation de la longueur de 10000 fois, ou bien pour le même volume, la surface est multiplié par 100 dans le cas des fibres de verre [26]

Ces renforts ont le rôle d'assurer la bonne tenue mécanique des composites et sont disposés au sein du matériau en fonction des propriétés recherchées. Pour créer une structure résistante adaptée aux contraintes mécaniques, il existe plusieurs architectures de renforts : unidirectionnelle (nappes ou roving), bidirectionnelle (tissus ou complexes 2D), tridimensionnelle (fibres orientées suivant trois directions).

## I.5. Généralités sur les fibres végétales

Le marché des fibres végétales est en pleine expansion avec de nombreux débouchés industriels. Aujourd'hui, les fibres végétales sont recherchées pour les nombreux avantages environnementaux, techniques, économiques et médicaux dont les industries pourraient tirer partie : matière première renouvelable, biodégradabilité, faible densité, économie d'énergie, souplesse, faible coût, etc [27].

Les fibres végétales sont cultivées comme plantes agricoles dans différentes régions du monde, ce qui les caractérise par une grande richesse d'usage. En revanche si elles ont été de tout temps utilisées dans les secteurs traditionnels tels que le textile pour la fabrication des cordes, des tapis, des sacs et de l'industrie papetière, elles le sont aujourd'hui dans de nouveaux secteurs comme l'automobile, la construction et les géotextiles [23, 28].

En effet, sur des applications spécifiques, les fibres végétales permettent aux industriels d'obtenir des matériaux dotés de performances techniques supérieures à celles des matériaux traditionnels [28].

### I.5.1. Définition :

La fibre végétale est une structure biologique fibrillaire composée de cellulose, hémicellulose et de lignine et avec une proportion relativement faible d'extractible non azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matière minérale. Le rapport de ces constituants dépend en grande partie de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [28].

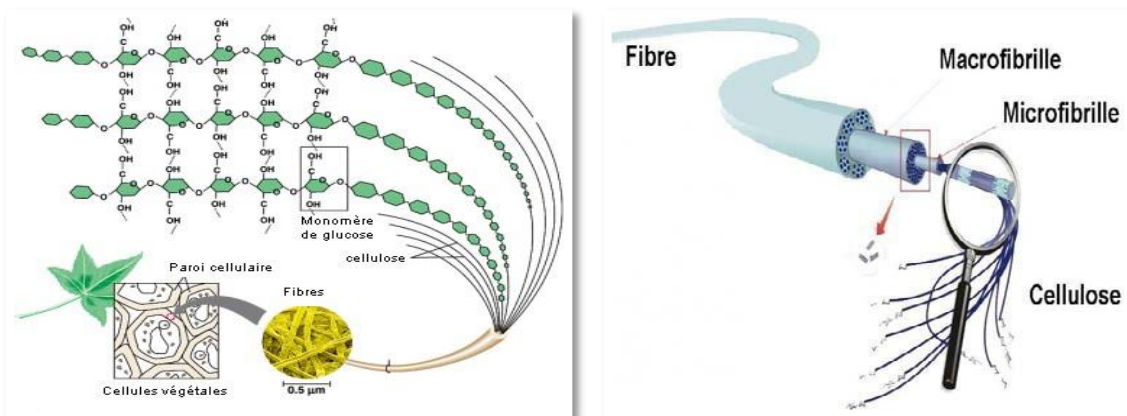


Schéma I.1. Structure d'une fibre végétale [23].

## I.5.2. Origine des fibres végétales

La classification des fibres végétales se fait selon plusieurs critères.

### I.5.2.1. Selon l'organe de la plante dont elles sont issues

Les fibres végétales produites dans le monde sont abondantes et très variées. Elles proviennent de 4 grandes origines dans les plantes, ainsi elles peuvent être classées en fibres de tiges ou troncs (Kénafe, Jute, Lin, Ramie, etc.), de feuilles (Sisal, Abaca, etc.), de fruits (Noix de Coco) et de graines (Coton, Kapok, etc.) [23, 29, 30].

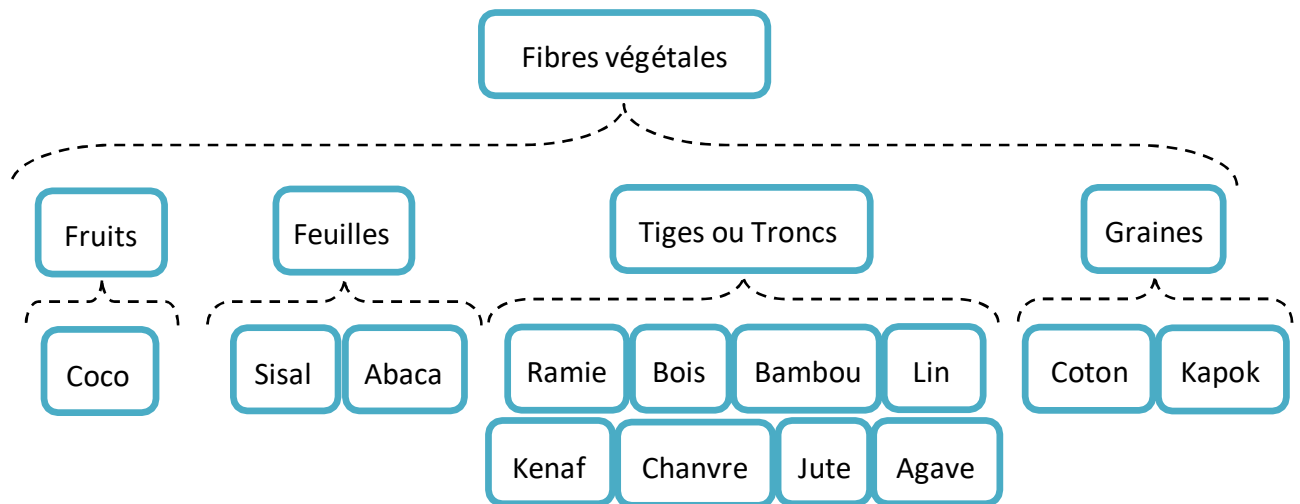


Schéma I.2. Classification des différentes fibres végétales en fonction de leurs origines[31].

### I.5.2.2. Selon leur teneur en cellulose, en hémicellulose et en lignine

On distingue deux types de fibres :

1. les fibres ligneuses : elles sont dures et rigides provenant de matériels ligneux tels que le Bois d'œuvre, résidus d'industrie du Bois, etc ;
2. les fibres non ligneuses : elles sont douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que Kénafe, Chanvre, Sisal, Jute, Lin, etc [29].

### I.5.2.3. Selon leur longueur

Les fibres végétales se caractérisent par leur finesse et leur forme allongée par rapport à leur diamètre. La plupart mesurent entre 10 et 150mm de long pour un diamètre de 10 à 50 $\mu$ m, soit un report longueur sur un diamètre (L/D), compris entre 10 et 100 [32].

Les fibres végétales peuvent être classées en deux catégories : les fibres longues et les fibres courtes. Les fibres longues, provenant de tiges et d'écorces de tiges de plantes annuelles sont douces. Par contre, les fibres longues ligno-cellulosiques issues de feuilles, de tronc d'arbres, d'enveloppe de fruits, etc., sont plus dures et rigides du fait de leur richesse en lignine. Les fibres courtes ou étoupes sont des fibres ligno-cellulosiques qui sont associées aux fibres longues [29].

### I.5.3. Structure et morphologie des fibres végétales

#### I.5.3.1. Structure des fibres végétales

Les parois des fibres sont de véritables réseaux pluristratifiés composés d'une matrice amorphe pectine-lignine-hémicellulose enrobant et incrustant une armature fibrillaire organisée de cellulose. La disposition et l'orientation des microfibrilles de cellulose par rapport à l'axe de la cellule permettent de définir, en partant de la zone la plus externe de la cellule vers son centre (le lumen), trois couches intimement associées :

1. la lamelle moyenne, qui est commune à deux cellules voisines ;
2. la paroi primaire, souple et extensible, qui permet l'allongement cellulaire dans la cellule jeune ;
3. la paroi secondaire, mise en place à la fin de l'allongement cellulaire, qui est constituée de trois sous-couches pariétales S1, S2 et S3.

Les types cellulaires rencontrés sous le terme de fibres se caractérisent par la prédominance de parois secondaires rigides. Toutefois, l'épaisseur, la composition et l'architecture des différentes couches pariétales sont variables de la cellule et de la plante [33].

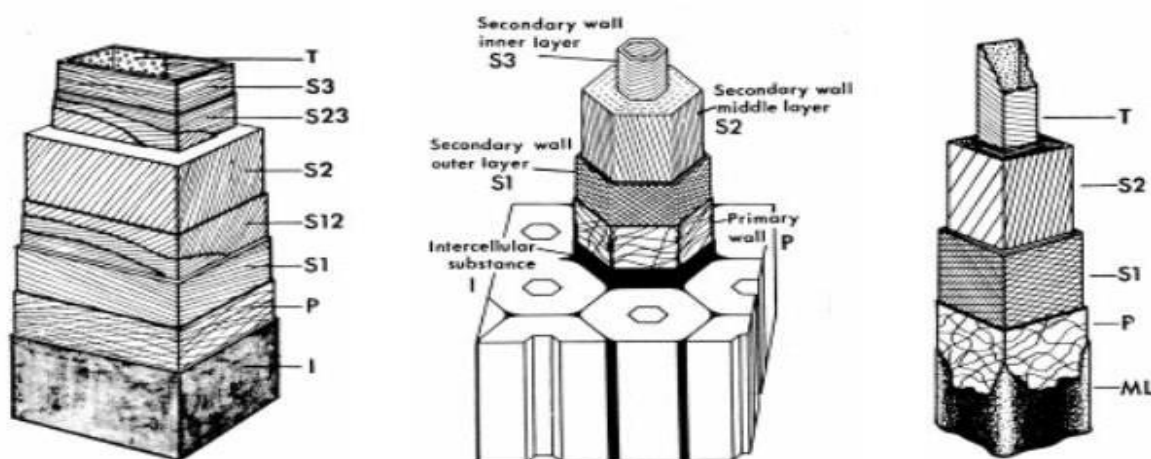


Schéma I.3 : Schémas d'organisation des parois cellulaires dans les fibres végétales

## I.5.4. Morphologie des fibres végétales

Sur le plan morphologique, les fibres végétales présentent une variabilité très importante en fonction de leur origine. En effet, les dimensions des fibres végétales dépendent de l'espèce (tableau II.2) et au sein de la même espèce, de l'état de maturité aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale [29].

**Tableau I.3.** Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales [29].

Nature des fibres	Longueur (mm)	Diamètre (µm)	Angle microfibrillaire(°)	apport (L/D)
Lin	4-77	5-76	10	1687
Chanvre	5-55	10-51	6,2	960
Ramie	40-250	16-126	7,5	3500
Kénaïf (bois)	0,4-1,1	18-37	-	20
Jute	-	25-200	8	110
Sisal	0,8-8	7-74	20	100
Noix de coco	0,3-1	12-24	45	35

## I.5.5. Composition chimique des fibres végétales

La matière ligno-cellulosique, la source de carbone renouvelable la plus abondante de la planète, est constituée de trois éléments majeurs qui sont imbriqués dans un réseau pariétal complexe. Ces éléments sont présents dans des proportions différentes et dépendent de l'âge, de l'origine exacte et des conditions d'extraction de la biomasse. La cellulose, le déterminant principal des propriétés mécaniques des matières ligno-cellulosiques, est étroitement associée aux hémicelluloses, molécules structurellement et chimiquement hétérogènes, qui sont à leur tour en contact avec les lignines, véritables ciments de la paroi végétale [43, 35].

### I.5.5.1. La cellulose

La cellulose est le constituant chimique le plus abondant à travers le monde, qui influence largement les propriétés mécaniques, l'aspect économique et la production de la fibre. C'est une source de matière première utile à la production de matériaux biocompatibles, et le principal constituant de toutes les fibres végétales. La cellulose présente un rôle structural premier plan vis-à-vis des parois végétales, son taux varie de 17% à 99% [35, 36, 37, 38].

**Tableau I.4** Teneur en cellulose de quelques espèces végétales [39, 40].



Espèce végétale	Genêt d'Espagne	Coton	Lin	Bambou Blé	Mais	Jute	Sisal	Ramie	Bois
(paille)									
Teneur en cellulose (%)	44,5	95-99	70-75	40-50	17-20	64,4	65,8	68,6	45

### a. Structure

La cellulose est une macromolécule à très longue chaîne stéréo-régulière formée essentiellement que par des maillons glucose. C'est un polysaccharide de la série  $\beta$ -D- glucanes. Ces biopolymères ont en commun la présence d'une liaison glycosidique de type  $\beta$  entre des maillons unitaires glucidiques qui ont généralement la conformation chaise type  $4C_1$  [30]. La conformation linéaire est stabilisée grâce à l'établissement de liaisons hydrogènes entre les oxygènes en position 3 et 5 de deux résidus glucose contigus [33].

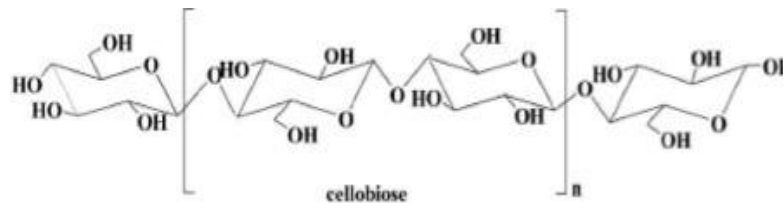


Schéma I.4 Représentation de la chaîne de cellulose [36].

### b. Cristallinité de la cellulose

Par l'intermédiaire de liaisons hydrogènes intramoléculaires entre deux résidus glucose successives, les chaînes de cellulose adoptent des structures en ruban très stables qui s'associent entre elles via des liaisons hydrogènes intermoléculaires. Ces dernières favorisent l'organisation des chaînes en domaine cristallin de taille importante et confèrent ainsi aux structures cellulosiques une rigidité et une résistance chimique exceptionnelle [33].

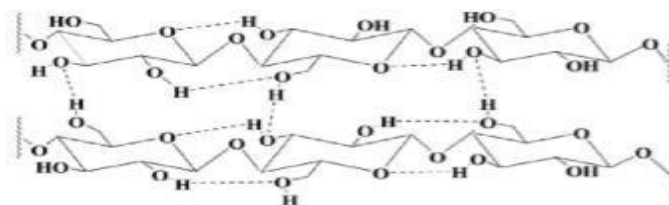


Schéma I.5. Liaisons hydrogène inter et intramoléculaires au sein de la fibre de cellulose [36].



Dans la matière végétale, ces domaines, composés de plusieurs molécules de cellulose, s'associent dans des microfibrilles dans lesquelles les régions cristallines alternent avec des régions dites amorphes. Ces dernières, moins ordonnées, sont plus susceptibles aux attaques enzymatiques. Finalement, les microfibrilles s'associent en fibrilles qui forment des unités constitutives de la fibre de cellulose. Le degré de cristallinité de la cellulose, moins important dans la paroi primaire que dans la paroi secondaire, dépend de l'arrangement des microfibrilles et de la composition de la matrice pariétale [33].

La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant le module d'élasticité le plus élevé, soit environ 136 GPa à comparer au 75 GPa de la fibre de verre. Cette rigidité provient de la structure cristalline qui suit un agencement supramoléculaire hélicoïdal très ordonné [36].

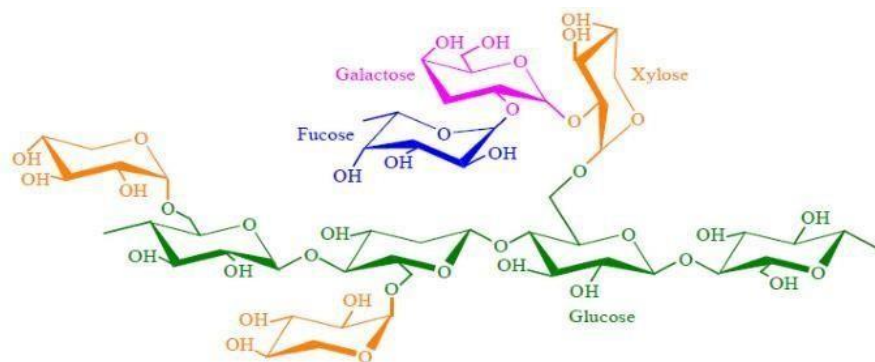
### **I.5.5.2. Les hémicelluloses**

Les hémicelluloses sont des polysaccharides complexes de faible poids moléculaire soluble en milieu alcalin. Par extension, on appelle également hémicellulose tout polysaccharide présent dans la paroi végétale n'étant ni cellulose, ni substance pectine. Ils se répartissent en différentes familles selon le type de paroi et l'origine botanique. Parmi eux, on retrouve les xylanes, les mannanes, les arabinanes, les galactanes, et les glucanes [39, 41]. L'hémicellulose diffère de la cellulose en trois aspects importants :

1. l'hémicellulose contient plusieurs unités de sucres différentes, alors que la cellulose contient que l'unité de 1,4-  $\beta$ -D glucopyranose ;
2. elle présente un débranchement considérable de la chaîne, l'hémicellulose est amorphe. Par contre la cellulose est un polymère linéaire à structure cristalline ;
3. le degré de polymérisation de la cellulose native est de 10 à 100 fois supérieur à celui de l'hémicellulose [36, 41].

#### **a. Structure des hémicelluloses**

Les hémicelluloses ont une structure chimique très différente selon l'origine végétale, le type cellulaire, la localisation dans la paroi ou bien encore l'âge des tissus. Parmi les hémicelluloses les plus communes dans la paroi des cellules des fibres végétales, se trouvent les familles des xylanes, des mannanes et des galactanes. Ce sont des polysaccharides dont la chaîne principale est constituée respectivement de xylose, de mannose et de galactose. Ces chaînes peuvent être soit ramifiées par le greffage d'autres unités de sucres ou des groupements acétyles, soit entrecoupées par l'incorporation de sucres dans la chaîne linéaire [42].

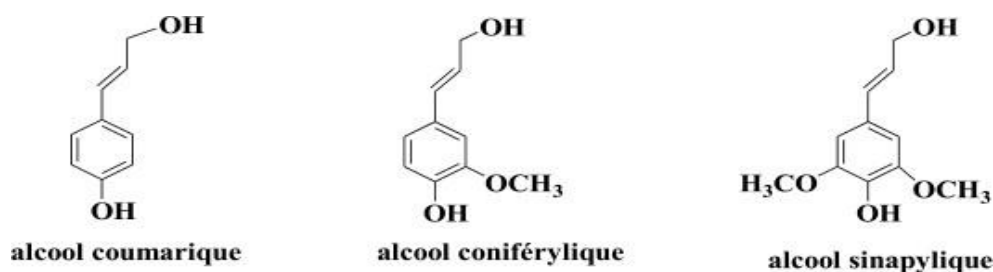


**Schéma I.6.** Structure d'un type de xyloglucane [42].

### I.5.5.3. La lignine

La lignine est une macromolécule extrêmement hétérogène composée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant trois unités différentes: l'alcool coumarique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique (schéma II.7). Elle représente, après les polysaccharides, le polymère naturel le plus abondant sur terre. Elle participe à la rigidité structurale des parois cellulaires [36].

A l'inverse de la cellulose, la lignine ne comporte pas des motifs répétitifs et possède une grande diversité de liaisons intermonomériques [42].



**Schéma I.7.** Représentation des trois unités composant la lignine [43].

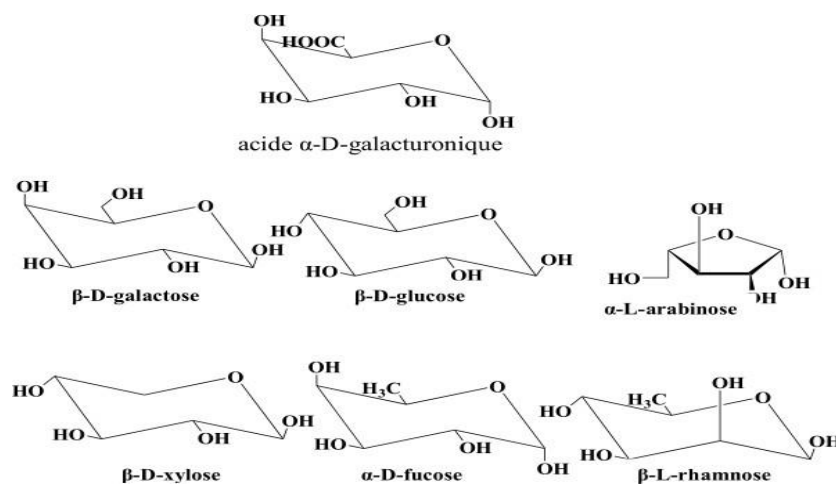
La lignine permet de répartir les contraintes, d'apporter la tenue chimique de la fibre et de lui donner sa forme. La lignification des fibres conduit à l'imperméabilisation et à la rigidité de la structure. Certaines études semblent indiquer que la lignine joue également un rôle de cohésion entre les fibres unitaires. Ainsi, plus le taux de lignine est important, plus la cohésion des faisceaux est bonne [44].

En effet, la teneur en lignine des fibres influe sur leurs propriétés, morphologie, flexibilité et taux d'hydrolyse. Autrement dit, les fibres ayant une forte teneur en lignine seront plus fines et plus flexibles ; de même celles ayant une faible teneur en cellulose auront une plus grande quantité

de lignine. La lignine peut varier de soluble dans l'eau (ligno-sulfonate) à insoluble (lignine kraft) et même dans des solvants organiques généraux tels que l'acétone [35].

#### I.5.5.4. Les pectines

Les substances pectiques sont présentes dans des proportions variées dans la plupart des végétaux supérieurs, jouent le rôle de ciment intercellulaire et contribuent à la cohésion des tissus végétaux [34]. Les pectines sont des macromolécules glucidiques composées essentiellement de l'acide galacturonique. Cependant, d'autres sucres sont également présents tels que le  $\beta$ -D – galactose, le  $\beta$ -D–glucose, le  $\alpha$ -L–arabinose, le  $\beta$ -D–xylose, le  $\alpha$ - D–fucose et le  $\beta$ -L–rhamnose (schéma II.8) [36].



**Schéma I.8.** Principales unités glucidiques constituant les pectines [36].

#### I.5.5.5. Les cires

Les cires sont des lipides qui se trouvent dans une fine couche à l'extérieur des tiges. Les cires ont plusieurs fonctions, comme la protection physique contre des conditions environnementales défavorables et des insectes. Les structures peuvent être très complexes, mais parmi les lipides les plus courants se trouvent les hydrocarbures ( $C_{21}$ - $C_{35}$ ), les esters de cire, les cétones, les alcools et les acides gras. La structure et la composition de la couche des cires peuvent varier tout au long de la plante et de la tige [45].

#### I.5.5.6. Les extractifs

Les extractifs ne font pas partie intégrante de la paroi cellulaire. Ils sont facilement éliminés par des solvants naturels. Ils comprennent plusieurs substances chimiques différentes comme certaines graisses, composés aromatiques, huiles volatiles, alcools à haut poids moléculaire et acides gras. Les extractifs ne contribuent pas aux propriétés mécaniques des fibres, bien qu'ils s'ajoutent au poids de

la matière végétale à l'état brute. Les extractifs pigmentent les fibres parfaites et leur donnent un parfum ; ils sont toxiques et augmentent la résistance des fibres parfaites à la pourriture et contre-attaquent les insectes [35].

La composition de certaines fibres végétales est présentée dans le tableau II.4 [4].

**Tableau I.5.** Composition des fibres végétales [4].

Nature des fibres	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicellulose (%)	Pectine (%)	Cendre (%)
<b>Fibres de tiges :</b>					
<b>Bambou</b>	46-58	20-22	16-20	8-10	-
<b>Kéna</b>	37-49	15-21	18-24	-	2-4
<b>Jute</b>	41-48	21-24	18-22	-	0,8
<b>Fibres d'écorce :</b>					
<b>Fibres de lin</b>	71	2,2	18,6-20,6	2,3	-
<b>Kéna</b>	31-57	15-19	21,5-23	-	2-5
<b>Jute</b>	45-71,5	12-26	13,6-21	0,2	2-5
<b>Chanvre</b>	55-57	3,7-13	14-22,4	0,9	0,8
<b>Ramie</b>	68,6-91	0,6-0,7	5-16,7	1,9	-
<b>Fibres de feuillage :</b>					
<b>Abaca</b>	56-63	7-9	15-17	-	3
<b>Sisal</b>	47-78	7-11	10-24	10 0,6-1	

## I.5.6. Propriétés usuelles des fibres végétales

### I.5.6.1. Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des fibres végétales sont induites par leurs caractéristiques (composition chimique, structure, type de défibrage, taux d'humidité, localisation des fibres dans la tige, défauts naturels, conditions de croissance, etc.). Globalement, même s'il existe des variations inter-espèces, le module d'Young des fibres végétales est similaire à celui des fibres de verre et les propriétés spécifiques rapportées à la densité sont meilleures que celles du verre [44].

Le tableau I.6 regroupe différentes valeurs de propriétés mécaniques de fibres végétales et de fibres synthétiques relevées dans la littérature. A partir de ce tableau, on constate tout d'abord

que la fibre de lin se situe parmi les fibres végétales les plus résistantes (au même niveau que les fibres de chanvre et d'ortie) avec un module d'élasticité d'environ 50 GPa et une contrainte à la rupture généralement supérieure à 1000 MPa. Par contre, son allongement à la rupture est particulièrement faible, comme dans le cas des fibres de jute, de ramie et de chanvre, qui ont des angles microfibrillaires comparables à celui des fibres de lin. Il semble que les fibres présentant des microfibrilles très obliques (comme celles du coton ou de la noix de coco) soient les moins résistantes et les moins rigides, mais les plus déformables.

**Tableau I.6 :** Propriétés mécaniques et masses volumiques de quelques fibres végétales et synthétiques

		$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$ (%)	E (GPa)	$\rho$ (g.cm <sup>-3</sup> )
végétales	lin	400 - 2000	1,2 - 3	30 - 110	1,5
	lin (faisceau)	600 - 700		50 - 60	1,5
	coton	300 - 600	7 - 8	6 - 13	1,5
	sisal	600 - 700	2 - 3	28 - 38	1,3
	noix de coco	220	15 - 25	6	1,3
	jute	400 - 800	1,8	10 - 30	1,5
	ramie	550	2	44	1,5
	chanvre	550 - 1100	1,6 – 1,8	60 - 70	1,5
	ortie	370 - 2200	1,3 – 2,9	25 - 105	1,5
synthétiques	verre-E	2300 - 2500	3,2 – 3,5	72 - 74	2,5
	Kevlar 49	2900	2,3	130	1,5
	aramide	3620	2,9	124	1,4
	carbone	2500 - 3200	0,6 - 1,3	230 - 390	1,8

### **I.5.6.2. Propriétés hydrophiles**

Les hémicelluloses, la cellulose et la pectine présentent de nombreux groupements hydroxyles attribuant aux fibres végétales ce caractère hydrophile qui favorise l'absorption d'eau. Le taux d'humidité des fibres végétales est une caractéristique importante à prendre en compte puisqu'il peut modifier les propriétés de la fibre et perturber les procédés de mise en forme [44].

### **I.5.7. Performance d'isolation thermique**

Concernant la conductivité thermique, aucune n'a été réalisée sur les performances d'isolation propre à chaque fibre végétale. En revanche, des résultats mettent en évidence un lien existant entre la porosité des fibres et leurs propriétés thermiques. La notion de résistance thermique est importante car elle traduit les performances d'isolation d'un matériau. Il a été constaté des niveaux de résistance thermique très intéressants pour les matériaux isolants à base de fibres végétales [44].

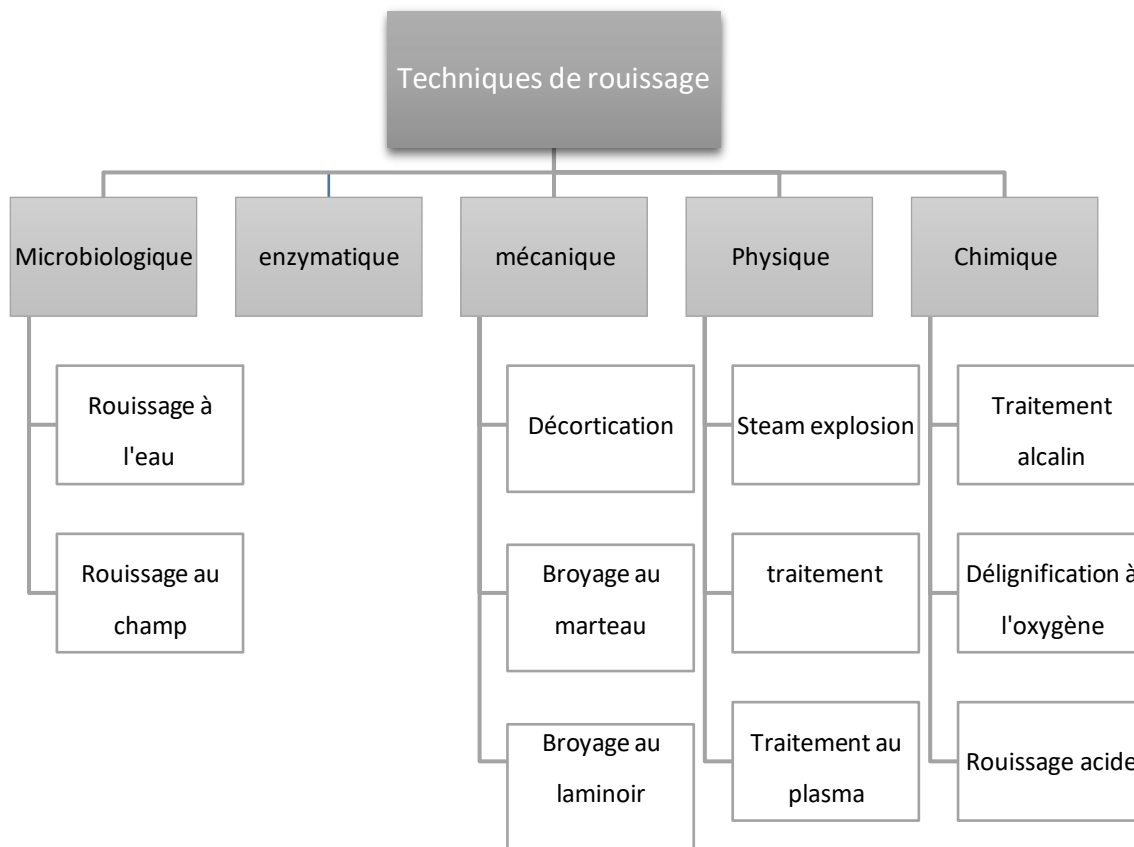
#### **I.5.7.1. Résistance thermique**

La dégradation thermique est induite par augmentation de la température qui va modifier la composition chimique des fibres végétales et qui va affecter leurs performances. Les facteurs de variation de cette dégradation sont la température et la durée d'exposition. La faible stabilité thermique (<200°C) des fibres végétales est une caractéristique intrinsèque importante à prendre en compte pour leur utilisation [44].

### **I.5.8. Techniques d'extraction des fibres végétales**

On désigne par le mot rouissage tout technique visant à séparer les faisceaux de fibres du restes des constituants des plantes (pectine, lignine...). Ceci représentant la première étape du processus naturel de leur biodégradation. Plusieurs types de rouissage existent. Le plus ancien étant le rouissage microbiologique. D'autres types ont également été mis au point dont on peut citer : le rouissage mécanique, le rouissage chimique ou encore le rouissage enzymatique. Ce dernier représente une approche très prometteuse mais assez limitée.[31,32] Le schéma ci-dessous regroupe ces différents types.





**Figure I. 7:** Techniques de rouissage.[32]

Dans ce qui suit, certaines de ces techniques seront brièvement développées.

### **a. Rouissage microbiologique :**

Cette technique consiste à utiliser les bactéries et champignons présents dans l'environnement afin de dégrader les extractibles et libérer les faisceaux de fibres. En fonction de l'environnement dans lequel est placée la plante, on distingue les deux types de rouissage suivants :

**a.1. Rouissage à l'eau :** réalisé traditionnellement au sein des rivières et étangs, cette technique a ensuite été développée. Elle est réalisée à présent dans de larges cuves où le contrôle des conditions du rouissage est plus aisé (**figure I.11**). Ainsi, l'eau pénètre à l'intérieur de la fibre et une prolifération de micro-organismes a lieu. On est alors en présence d'une première phase effectuée dans des conditions aérobies. S'en suit une deuxième phase sous des conditions anaérobies caractérisée par une fermentation et une production d'acides organiques. Ces deux phases durent entre 7 et 14 jours au bout desquels des fibres de bonnes qualités sont produites. Cependant, les grandes quantités d'eau utilisées et la pollution engendrée limitent l'utilisation de cette technique. [65,66]



**Figure I.8:** Rouissage à l'eau, effectué dans: (a) une rivière, (b) une cuve.[66]

**a.2. Rouissage au champ :** cette approche se fait après la récolte des plantes. Telle que, ces dernières vont être dispersées en fines couches sur les champs pour une durée de 2 à 10 semaines (**figure I.12**). Durant ce temps, les effets alternés de la pluie, l'humidité, le soleil et la chaleur vont induire la croissance d'un grand nombre de micro-organismes très variés. Il est donc nécessaire de retourner ces plantes de temps à autres pour assurer un rouissage homogène. La qualité des fibres produites est moins bonne que celle des fibres produites par rouissage à l'eau. Néanmoins, c'est la méthode la plus utilisée sur le plan industrielle. Elle a comme principal inconvénient, la limitation des zones géographiques où le climat serait propice au bon développement des micro-organismes. [65,66]



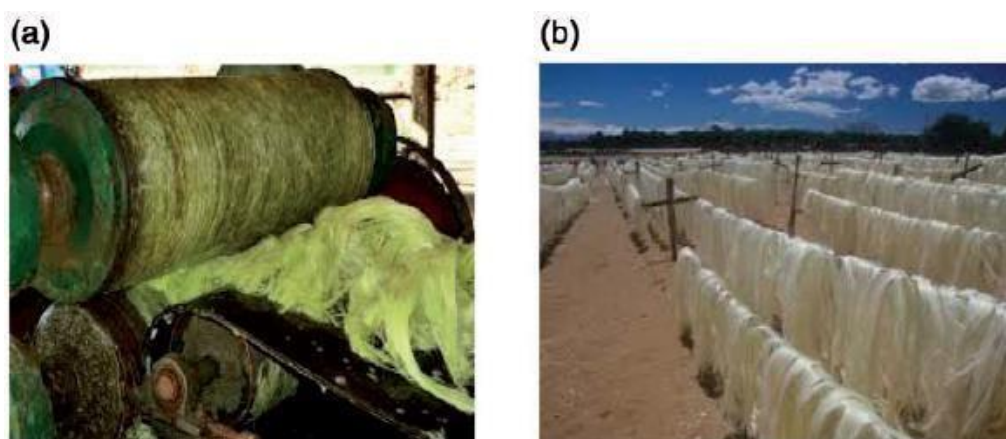
**Figure I.9:** Rouissage au champ des fibres de lin.[65]

### **b. Rouissage enzymatique :**

L'extraction des fibres par cette méthode repose sur l'utilisation d'enzymes spécialisées. A la différence du rouissage microbiologique, ici les plantes sont directement mises en contact avec les enzymes au sein de cuves ou de bioréacteurs. Cela dure de 8 à 24h et permet donc de réaliser un gain de temps considérable. De plus, elle ne génère aucune pollution. Toutefois, l'énergie nécessaire pour le contrôle des conditions adéquates à son bon fonctionnement fait que son coût est trop important. [66,67]

### **c. Rouissage mécanique :**

Cette technique consiste à séparer les fibres des autres constituants de la plante à l'aide de diverses machines. Des tambours rotatifs, des rouleaux cannelés ou encore des broyeurs (à marteau ou au laminoir) vont servir à décortiquer la plante. Les fibres sont donc isolées sans pour autant que leur composition ou structure soit altérée. [67] la figure I.13 montre à titre d'exemple l'extraction des fibres de sisal par voie mécanique.



**Figure I.10:** extraction des fibres de sisal (a) et séchage (b). [68]

### **d. Rouissage chimique :**

Au moyen de cette méthode, les fibres sont extraites par immersion des plantes dans des solutions aqueuses. Le plus souvent ce sont des solutions alcalines, solution de soude concentrée à 1%- 25% par exemple. Des solutions d'acides doux (sulfurique ou oxalique) peuvent aussi être utilisées. Même si les fibres obtenues présentent de meilleures propriétés de surface, les résultats restent controversés car certaines propriétés mécaniques et la stabilité thermique se retrouvent amoindries. [66, 68]

## I.5.9. Modification chimique des fibres végétales

Les fibres végétales doivent être traitées afin d'améliorer leur accrochage et leur dispersion dans les matrices polymères. Les différents traitements qui peuvent être appliqués sont généralement classés en deux catégories : chimiques et physiques. On s'intéresse dans cette partie plutôt au traitement chimique qui permet de nettoyer la surface de la fibre, de modifier sa composition chimique, d'abaisser la rétention de l'humidité, d'augmenter sa rugosité, de modifier les propriétés mécaniques et d'améliorer sa stabilité thermique.

### a. Traitement par acétylation

L'acétylation est une technique d'estérification des fibres naturelles. Les fibres sont acétylées avec l'acide acétique ou l'anhydride acétique en présence ou non d'un catalyseur acide pour greffer des groupements acétyles sur la cellulose. Le groupement acétyle ( $\text{CH}_3\text{CO}$ ) remplace le groupement hydroxyle ( $\text{OH}$ ) hydrophile de la fibre. Ainsi, la nature hydrophile de la fibre diminue.

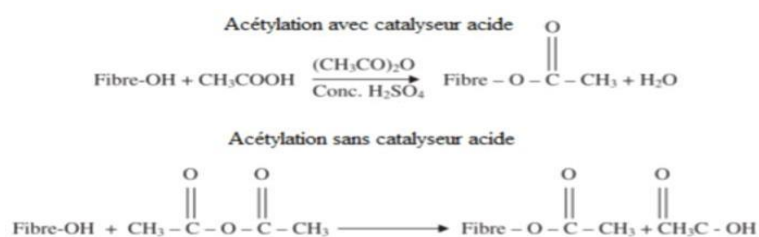


Figure I.11: Acétylation avec ou sans catalyseur acide.

### b. Traitement au permanganate

Le principe du traitement au permanganate consiste en l'élaboration de sites radicalaires dans la cellulose des fibres naturelles, ce qui va permettre l'augmentation de sa réactivité avec les matrices polymères.

Ce type de traitement est réalisé en utilisant le permanganate de potassium ( $\text{KMnO}_4$ ) en solution (dans l'acétone) à différentes concentrations avec une durée de trempage de 1 à 3 minutes, après un prétraitement.

### c. Traitement au silane

Les silanes sont des composés chimiques de formule  $\text{Si}_n\text{H}_{2n+2}$ , comme les alcoxydes de silicium. Ils sont de nature hydrophile avec différents groupements associés au silicium tels qu'une extrémité va interagir avec la fibre hydrophile et l'autre avec la matrice, ils jouent ainsi le rôle d'agent de pontage entre les phases du composite. L'absorption de silane dépend de plusieurs facteurs, comme la température et le pH, le temps d'hydrolyse et la fonctionnalité.

#### **d.Traitement alcalin**

Le processus de traitement alcalin est largement utilisé pour modifier de nombreux types de fibres cellulosiques. C'est un traitement de surface bien connu pour les fibres utilisant une solution alcaline, avant la formation du composite. La plupart des composants non cellulosiques (les constituants pariétaux tels que lignines, pectines, substances cireuses qui recouvrent la surface externe de la paroi cellulaire de la fibre) et une partie de la cellulose amorphe peuvent être éliminée par le traitement alcalin [46, 49]. Ce traitement favorise la formation de fibrilles et donne une surface rugueuse à la fibre.

**Prasad** et col. [50] ont montré, que le traitement alcalin de fibres de jute conduit à une élimination des lignines et des hémicelluloses, ce qui affecte le comportement mécanique en traction des fibres. En effet, lors de l'élimination de la lignine, la lamelle moyenne devient plus plastique. Une modification du taux de cristallinité peut également se produire lors du traitement alcalin. L'élimination des ciments pariétaux conduit à un meilleur arrangement des chaînes de cellulose. La soude entraîne un changement de la structure fine de la cellulose native I en cellulose II, selon un procédé de mercerisation. En général, elle augmente la proportion de zones amorphes. Ce traitement augmente la résistance de la fibre au niveau des zones faibles et l'accessibilité aux produits chimiques [48].

**Tri** et **Villoutreix** [51] ont étudié le rôle du processus de traitement de surface sur les propriétés mécaniques du composite PP/fibres de bambou. Les résultats de ces travaux ont montré que la concentration en NaOH a une influence sur le pourcentage de perte en masse des fibres de bambou pendant 24 heures à la température ambiante. Ils indiquent que le pourcentage des composants extraits dépend fortement de la concentration en NaOH, plus on augmente la concentration en NaOH, plus le pourcentage des composants extraits est important. Ces derniers augmentent de 7,5 % à 11,5 % lorsque la concentration en NaOH passe de 0,05 M à 0,5 M avant de se stabiliser pour une concentration supérieure à 0,5 M. Egalement, le temps de traitement d'une solution alcaline a un effet sur le pourcentage de perte en masse de fibres de bambou. Ils ont constaté que l'évolution du pourcentage de perte en masse est progressivement importante au cours des 12 premières heures de traitement puis elle commence à se stabiliser après une durée de traitement de 24 heures. Ces résultats ont indiqué que le temps de traitement de 24 heures n'est pas forcément optimisé. D'autres études ont montré que le traitement alcalin modifie le caractère hydrophilique des fibres [47, 51, 52].

**Ikhlef** et col. [47] se sont intéressées à la caractérisation des composites polyéthylènes base densité/farine du Genêt d'Espagne. La farine GE a été traitée avec une solution d'hydroxyde de sodium (1,25 N) à différents temps et à différentes températures. L'évolution du pourcentage de perte en masse est progressivement importante au cours des 48 premières heures de traitement, puis elle

commence à se stabiliser après une durée de traitement de 48 heures. L'étude des propriétés mécaniques (traction) a montré que la contrainte et l'allongement à la rupture des composites diminuent avec l'augmentation du taux de farine. Mais il y a une certaine amélioration de ces derniers par le traitement. Le module d'élasticité croît progressivement. L'augmentation de la température de traitement a provoqué une diminution des propriétés en traction.

**Barreto** et col. [53] se sont intéressés à l'étude de l'effet du traitement par NaOH à différentes concentrations 5 % et 10 % massique des fibres de sisal sur les propriétés des composites à matrice phénolique renforcée par de fibres de sisal. Les résultats trouvés ont montré que le traitement a amélioré la stabilité thermique du processus de perte de masse; pour le sisal traitée par 5 % de NaOH est approximativement de 12 °C et pour le sisal traitée par 10 % de NaOH est de 18 °C comparable aux fibres de sisal non traitée. Il a aussi été observé une variation de 15 °C en comparant les composites renforcés par les fibres de sisal non traitées avec les composites renforcés par les fibres de sisal traitées par 10 % de NaOH. D'après **Dominkovics** et col. [54], la surface de la farine de bois utilisée comme renfort dans le composite PP/farine de bois a été modifiée par une solution de NaOH avec une concentration de 20 % (en masse) à 105 °C.

Différents temps de traitement ont été réalisés

(entre 5 et 360 minutes). Les résultats ont montré que l'augmentation du temps de traitement n'a pas influencé sur les propriétés mécaniques des composites. Une diminution considérable d'absorption d'eau due à la réduction de la tension superficielle, qui a été attribuée aux changements significatifs de toutes les interactions entre la farine de bois et la matrice polymérique.

## **I.6. Genêt d'Espagne**

### **I.6.1. Introduction**

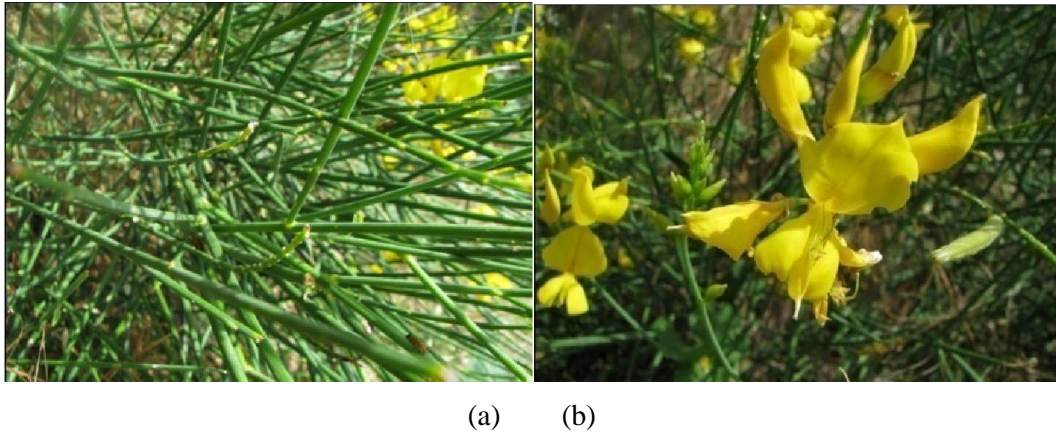
Le Genêt d'Espagne (*spartium junceum*), fait partie des arbustes d'ornement, et a la particularité de n'avoir presque pas de feuilles. Elles poussent sur les nouvelles pousses et tombent par la suite. Cette plante se trouve dans l'Afrique du nord, l'Europe Méridionale et l'Asie du sud-ouest [56].

### **I.6.2. Habitat**

Le Genêt d'Espagne est une essence méditerranéenne de la série du Chêne pubescent, il s'accommode de tous les sols s'ils ne sont pas trop humides. Les maquis, garrigues, friches et coteaux secs sont ses terrains de prédilection, surtout s'ils sont calcaires [57]. Il se contente d'un sol pauvre, sableux, bien drainé et apprécie une exposition ensoleillée [58].

### I.6.3. Description de la plante

Arbrisseau pouvant atteindre de 2 à 4 mètres de hauteur, au port en boule étalée, le Genêt d'Espagne appartient à la famille légumineuse papilionacée. Dans cette famille, la corolle est plus nettement irrégulière; Ses rameaux sont des tiges vertes dressées, striées et flexibles [55, 57].



**Figure I.12.** Image tiges (a) et des fleurs du Genêt d'Espagne (b)

**Tableau I.7.** Caractéristiques générales des fibres de Genêt d'Espagne [56].

<b>Fibre</b>	<b>Longueur de la Fibre technique (mm)</b>	<b>Diamètre (µm)</b>	<b>Module de Traction (GPa)</b>	<b>Déformation maximale (%)</b>
<b>Genêt d'Espagne</b>	50-120	5-10	22	2.5-12

### I.6.4. Culture

Le Genêt d'Espagne accommodant se plait en sol léger et bien drainé, pauvre aux matières organiques. Il a besoin de beaucoup de lumière. C'est un arbuste pour climat chaud ou doux. Taillé après la floraison pour régénérer et le maintenir compact. Sa culture est facile, elle se produit par semi ou bouturage [56].

### I.6.5. Utilisations

Le Genêt d'Espagne était une plante marginale récoltée par les paysans pour leurs propres besoins en toile domestique [60] ; ils emploient ses rameaux en grise de liens et d'osier, ils en tressent des corbeilles et même des chaussures ; écorcés ils en font des cabas à presser les olives [56].

Les fibres qu'ils contiennent servaient, dans l'antiquité et servent encore aujourd'hui dans diverses régions côtières, à fabriquer des filets, des cordages à remplacer le crin dans les matelas et coussins à tisser, etc [56].



De nouvelles perspectives se sont ouvertes devant l'industrie du Genêt d'Espagne [56]. Autrefois ce dernier était utilisé pour fabriquer la pâte à papier artisanale. Il est actuellement exploité en domaine médical, en engrais vert et en ornement près des routes et autoroutes [56].

#### ➤ **En médecine**

Le Genêt d'Espagne est une plante mellifère dont les graines ont des vertus médicinales [60] ; ses fleurs peuvent être utilisées pour fabriquer un médicament (diurétique), pour traiter la maladie d'œdème [56].

De plus, l'eau aromatique extraite des fleurs a un caractère cytotoxique contre une série de cellules cancéreuses lignées humaines (melanoma (cancer de la peau) : RPMI7932 ; leucémie (cancer du sang) : K562 ; cellules de cancer du sein : MCF7-Bart et MCF7-icl, adénocarcinome de deux points (cancer du côlon) : SW480). En effet le Genêt d'Espagne peut désormais être utilisé comme agent antitumoral pour le traitement et/ou la prévention contre le cancer [62].

#### ➤ **En engrais vert**

Le Genêt a une relation symbiotique avec des bactéries présentes dans le sol [56], il est capable grâce aux nodosités sur ses racines, de fixer l'azote atmosphérique et d'enrichir le sol en produits azotés [58]. Cet engrais naturel sera ensuite utilisé par le genêt ou par les plantes poussant aux alentours [53].

## **I.7. Rappels bibliographiques**

Cette section résume quelques travaux antérieurs sur des matériaux composites à matrice polymères renforcés par des fibres végétales. Essentiellement, les travaux ayant utilisé le Polypropylène et les fibres de Genêt d'Espagne.

Dans la littérature scientifique, plusieurs fibres végétales ont été étudiées pour renforcer le polypropylène, comme par exemple le lin, le chanvre, le palmier, le jute, le coton, le bois, le kénaf, le sisal, le coco, etc.

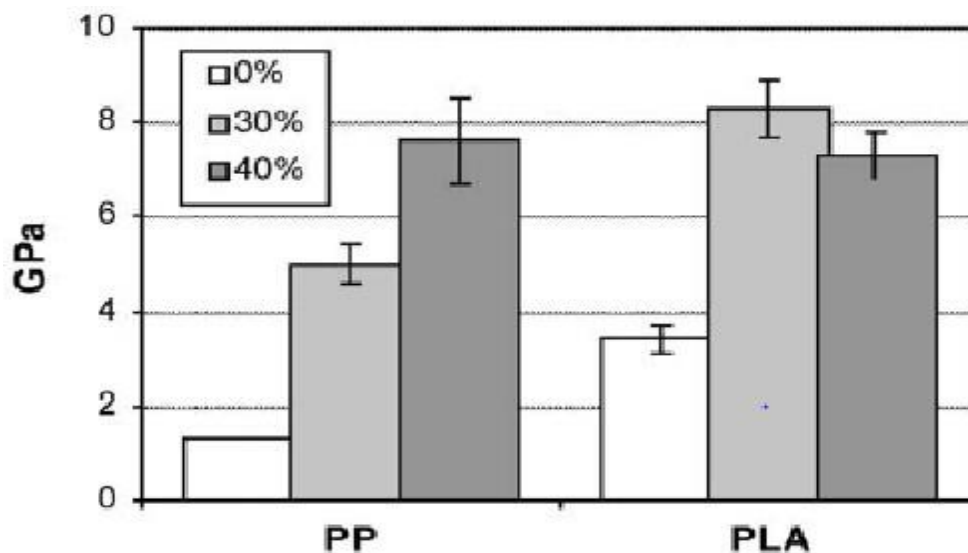
D'après les travaux antérieurs portant sur les matériaux composites à base de PP et fibres végétales, les effets des fibres sur les propriétés d'un composite à matrice PP dépendent de leur morphologie, du taux de fibres, et du traitement chimique (agent de couplage) subi par les fibres. De plus, Le traitement des fibres végétales est très important, car il permet de créer une adhésion entre les fibres et la matrice.

Mohammad [69] a étudié des composites polypropylène/fibres de kraft (de



10 à 60 % en poids de fibres) contenant du polypropylène modifié par l'anhydride maléique (MAPP) comme agent de couplage (de 1 à 4 % en poids). Le résultat optimal a été obtenu avec 50 % en poids de fibres et 3 % en poids de MAPP. La contrainte augmente avec la teneur en fibres jusqu'à 50 % en poids de fibres, mais une diminution est observée pour 60 % en poids de fibres, qui pourrait être expliquée par l'augmentation de la viscosité, résultant en une mauvaise répartition des fibres. Le module d'Young augmente avec la teneur en MAPP jusqu'à 4 % en poids.

Oksman et al. (2003) [70] ont étudié l'effet de l'ajout des fibres de lin dans le PP et le PLA. Une extrudeuse baxis a été utilisée pour disperser les mélanges contenant jusqu'au 40% en masse de fibres suivi par une opération de mise en forme à l'aide du moulage par compression. Les auteurs ont démontré que la rigidité en flexion du PP et PLA a augmenté avec l'ajout de 30 (%m) de fibres de lin.



**Figure I.13 :** Modules de traction des composites PP/lin et PLA/lin

Le travail qui a été fait par MOUHOUBI Sabira [22] consiste à étudier les propriétés des composites élaborées à base du polypropylène, et de fibres Alfa brutes, et traitées. Les résultats des composites à fibres Alfa non traitées montrent que la contrainte à la rupture et la résistance à la flexion passe par un maximum pour une fraction de longueur de fibre comprise entre 2 et 15 mm. Le composite élaboré présente une nette amélioration du module de Young, qui atteint les 23,6 GPa. Cette amélioration est pratiquement huit fois supérieure à celle du composite à fibres non traité.

D'après les travaux de Xue et al.[72] sur un composite polypropylène/tremble formulé par injection, les modules élastiques en traction et en flexion atteignent 6 GPa pour le

composite à 50 % de fibres.

Pracella et al.[74] ont étudié les propriétés de PP/chanvre . Le Tableau I. 7 regroupe les valeurs des propriétés en traction des différents matériaux. On observe une augmentation marquée dumodule d'Young E jusqu'à 2.9 GPa pour le PP/Chanvre comparé au PP vierge (1.8 GPa), alors que la résistance maximale et la déformation à la rupture ont diminué. En présence de PP-g-GMA une augmentation de la rigidité a été observée avec l'augmentation de la teneur en agent compatibilisant ceci pourrait être relié à une amélioration de l'adhérence interfaciale.

**Tableau 8** : Propriétés de traction des composites PP/Chanvre et PP/Chanvre/PP-g-GMA [74]

Matériau	E (GPa)	$\sigma_{max}$ (MPa)	$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$ (%)
PP	1.8 ± 0.2	31.8	19.8	18.0
PP/Chanvre 90/10	2.9 ± 0.3	27.0	25.4	4.0
PP/Chanvre 80/20	2.8 ± 0.2	25.7	24.8	2.8
PP/Chanvre/PP-g-GMA 90/10/10	3.1 ± 0.3	27.8	26.9	2.6
PP/Chanvre/PP-g-GMA 80/20/10	3.0 ± 0.5	25.7	25.3	2.3

L'intérêt du traitement des fibres sur les propriétés mécaniques des composites se manifeste aussi par l'augmentation de la valeur de la résistance à la traction par rapport à la fibre non traitée, qui est lié à une meilleure interface fibre /matrice. Ce cas d'exemple est illustré par Ragoubi et al. [92] dans l'étude du composite PP/chanvre avec des fibres ayant subi un traitement corona. Les fibres de chanvre et le polypropylène (PP) ont subi un traitement corona avant la préparation des composites. Lorsque les fibres ont été traitées, la résistance à la rupture en essais de traction des composites (20/80) a significativement augmenté (32 %) alors que la déformation à la rupture ne change pas. Inversement, lorsque le PP a été traité, la résistance à la rupture. Les propriétés mécaniques du composite avec différents états de traitement sont regroupées dans le Tableau ci-dessous.

**Tableau I.9** : Propriétés mécaniques de composite PP chargé avec 20 wt% de fibres de chanvre [92]

Composite PP/Chanvre	$\sigma_r$ (MPa)	$\epsilon_r$ (%)	E (MPa)
PP/FT	37.8	5.21	1215
PPT/FNT	31.55	6.54	982
PP/FNT	28.60	5.43	1079
100% PP	27.10	12.56	666

BOUHANK Salim [64] a étudié des composites à base de PVC/fibres de Genêt d'Espagne [64]. L'étude des propriétés mécaniques a montré que la résistance au choc, la contrainte et la déformation à la rupture diminuent avec l'augmentation du taux de fibres (GE), alors que le

module d'élasticité croit progressivement. Par ailleurs, une certaine amélioration des propriétés mécaniques des composites après la modification des fibres a été observée. Ceci confirme une amélioration de l'adhésion entre la matrice polymérique et les fibres GE avec le traitement.

S. Nekkaa et al [55] ont étudié les propriétés thermiques des composites à base de PP renforcés de fibres de génie d'Espagne. Les auteurs ont rapporté que l'enthalpie de fusion augmente significativement avec l'ajout des fibres de Génie d'Espagne. Les interactions matrice/fibre pourraient provoquer un léger retard à la fois pour le phénomène de fusion ou pour la cristallisation. En outre, les auteurs ont montré que le taux de cristallinité des composites augmente par rapport au PP, et cette augmentation est proportionnelle au taux de charge. Cela est assigné au fait que les fibres jouent un rôle nucléon. Les auteurs aussi ont observé une légère baisse pour la température de fusion du PP, indiquant que les comportements thermiques du PP influencés par la présence des fibres de GE.

**Tableau I.10** : Propriétés thermiques de PP et PP/Genêt d'Espagne

Samples	$T_m$ (°C) first scan	$T_m$ (°C) second scan	$\Delta H_m$ (J/g)	$X_c$ (%)
PP	171	168	76	55
PP/Fiber (90/10)	166	166	83	60
PP/Fiber (80/20)	167	166	84	60
PP/Fiber (70/30)	167	165	100	72
PP/Fiber (60/40)	167	164	110	79
PP/Fiber (50/50)	168	165	120	86

## CHAPITRE II

### PROTOCOLE EXPERIMENTAL

#### Introduction

L'utilisation des renforts non conventionnels (végétaux) pour l'élaboration de matériaux composites impose de bonnes connaissances des propriétés physiques et chimiques de ces matériaux.

Ce chapitre présente l'ensemble des techniques et méthodes mise en œuvre pour la caractérisation des fibres et les composites élaborés.

#### II.1. Matériaux utilisés

##### II.1.1 Polypropylène (PP)

Le polypropylène Luban est fabriqué à l'aide de la polymérisation en phase gazeuse verticale Novolen traiter. Luban HP1102K est un polypropylène homopolymère à faible transfert d'eau.



**Figure II.1 :** Les granulés du PP vierge.

Les principales propriétés de ce polypropylène, telle qu'elles sont présentées sur la fiche technique du fournisseur, sont résumées dans le tableau (II.1)

Tableau II.1 : Propriétés physico-mécaniques et thermiques du Polypropylène (Luban HP1102K).

Propriétés typiques	Norme	Unité	Valeur
<b>Propriétés physiques</b>			
Indice de fluidité (230°C, 2.16 kg)	ISO 1133	g/10 min	3.4
Densité	ISO 1183	g/cm <sup>3</sup>	0,9
<b>Propriétés mécaniques</b>			
Force traction	ISO 527-1,2 ISO 527-1,2	MPa	≥ 33 ≥27
Allongement à la traction	ISO 527-1,2	MPa	480%

Propriétés thermiques			
Point de fusion	DSC	°C	159± 5%

## II.1.2. La fibre de Genêt d'Espagne

Les fibres ont été extraites à partir des tiges de Genêt d'Espagne (**figure I. 2**) collectées dans la localité de Bejaia.



**Figure II.2 :** Genêt d'Espagne

## II.1.3. Réactifs

Les caractéristiques essentielles des produits chimiques utilisés au cours de cette étude sont présentées dans le tableau II.2.

**Tableau II.2:** différents produits chimiques utilisés.

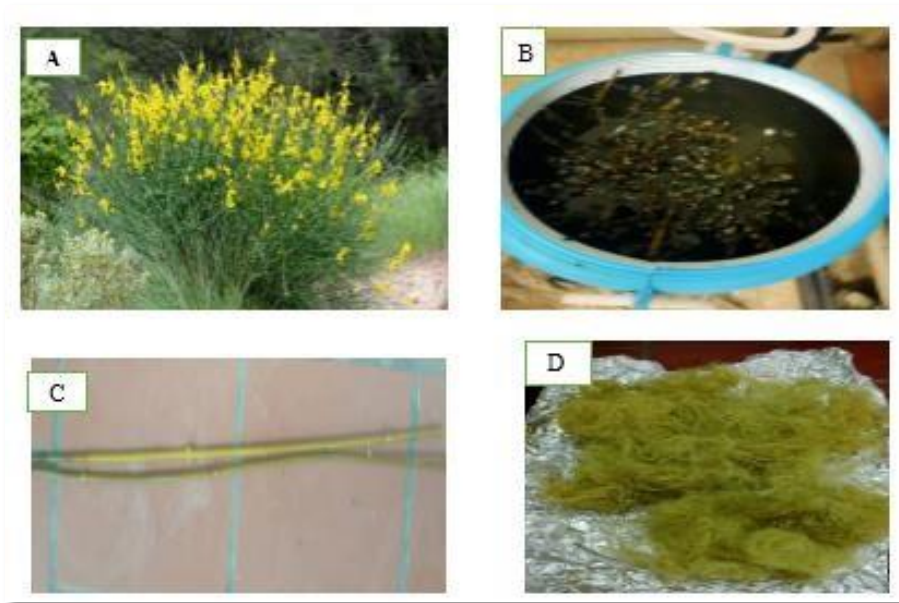
Produits	Formule	Pureté (%)	Masse molaire (g /mol)	Société
<b>Acide :</b> Acide acétique Acide sulfurique	CH <sub>3</sub> COOH H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	99.5 97.00	60.05 98.079	BIOCHEM Chemopharma
<b>Bases:</b> Soude	NaOH	98.00	40.00	LABOSI
<b>Sel:</b> Chlorite sodium	NaCl	–	58.44	LABOSI
<b>Solvant :</b> Ethanol Benzène	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	99.78 97.00	58.08 78.11	BIOCHEM Chemopharma

## II.2. Mode opératoire

### II.2.1. Extraction des fibres de Genêt d'Espagne

L'extraction s'est faite via un rouissage à l'eau suivant le protocole décrit comme suit :

- ✓ Immersion des tiges dans un bac d'eau durant 7 jours
- ✓ Lavage des tiges récupéré avec l'eau distillée
- ✓ Séchage des tiges à l'aire libre pendant 24h
- ✓ Brossage des tiges avec une brosse métallique ;afin d'extraire les fibres



**Figure II.3:** Illustration du protocole d'extraction des fibres de Genêt d'Espagne :a :la plante de Genêt d'Espagne ,b : Immersion des tiges dans un bac d'eau,c : Séchage des tiges à l'aire libre pendant 24h ,d : extraction des fibres Genêt d'Espagne

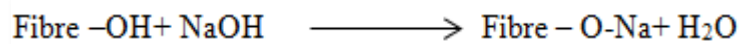
## II.2.2. Traitement des fibres

### II.2.2.1. Traitement avec NaOH

Les fibres de de Genêt d'Espagne sont préalablement étuvées à une température de 70°C pendant 24h. Ensuite, les fibres séchées sont traitées avec une solution NaOH (2% NaOH) durant 2h à 60°C. Les fibres récupérées sont lavées plusieurs fois avec de l'eau distillée et quelques gouttes de l'acide acétique pour neutraliser les traces de NaOH restant sur la surface des fibres de Genêt d'Espagne.

On a refait le rinçage des fibres de Genêt d'Espagne plusieurs fois jusqu'à avoir un pH neutre (pH=7). Enfin, les fibres obtenues sont étuvées à 70°C pendant 24h.

Le but de ce traitement chimique avec une solution NaOH est l'élimination d'une quantité de lignine et d'impuretés qui recouvrent la surface externe des fibres de Genêt d'Espagne . Le traitement par l'hydroxyde de sodium (2% NaOH) de la fibre favorise l'ionisation du groupe hydroxyde de l'alcoolat :



Le traitement alcalin influe directement sur les fibrilles et le degré de polymérisation de la cellulose. Il favorise aussi l'extraction de la lignine et l'hémicellulose.

La figure (II.4) illustre les différentes étapes du protocole de traitement chimique des fibres de de Genêt d'Espagne.

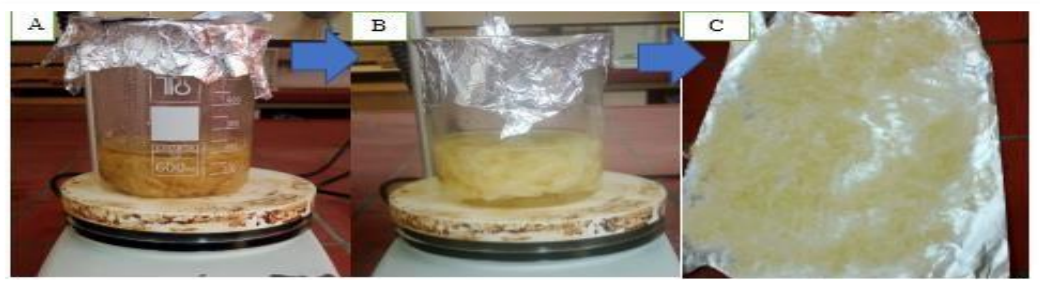


**Figure II.4 :** Les étapes du traitement avec NaOH

### II.2.2.2. Blanchiment

Les fibres de Genêt d'Espagne traitées avec NaOH ont été blanchies à l'aide de chlorite de sodium et d'une solution tampon acide. La pulpe a été mise dans une solution de (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/tampon acétique/NaCl) (3:1:1), Elle est traitée à une température de 70°C pendant 2 heures puis filtrée, lavée avec l'eau distillée jusqu'à l'obtention d'un pH.





**Figure II.5:** Etapes de blanchiment des fibres de Genêt d'Espagne, a : debut de blanchiment ,b :au milieu de blanchiment ,c : Fibres de GE obtenues après étuvage.

### II.2.3. Mise en œuvre des biocomposites PP/fibres de Genêt d'Espagne

Le polymère et la charge ont été préalablement séchés à 70°C pendant 24h. Le taux de charge de fibre de Genêt d'Espagne est fixé à 20% en masse. Le tableau ci-dessous résume les formulations élaborées et les codes utilisés dans notre étude .

**Tableau II.3 :** Codes des différentes formulations.

Formulations	Code	Percentage (%)
PP	–	100
PP /Fibres de Genêt d'Espagne non traitées	PP/FGENT	80/20
PP /Fibres de Genêt d'Espagne traitées	PP/FGET	80/20

#### II.2.3.1. Plastographe (Mesure du couple de malaxage)

Le plastographe joue le rôle d'appareil de base qui permet de faire de nombreux essais sur les propriétés de transformation des thermoplastiques, des thermodurcissables et des caoutchoucs [69]. L'utilisation du plastographe, rhéomètre à couple de torsion, est très utile pour le suivi de la fusion des mélanges plastiques entre autres le PP et la réaction de formation et d'expansion des structures cellulaires [70].

L'essai a été réalisé sur un plastographe Brabender de type EC ayant, une chambre d'un volume de 55 cm<sup>3</sup> et une déviation en torque de 0.15%. Les températures utilisées sont : 140°C, 150°C et 160°C, la vitesse des rotors est de 40tr/min, le temps de malaxage est de 4 min. La masse introduite dans la chambre du plastographe était de 45 g, cette masse a été déterminé en prenant en considération la densité du polymère utilisée qui est de 0.92 g/cm<sup>3</sup>.





Figure II.6 : un plastographe Brabender

## II.2.4. Techniques de caractérisation

### II.2.4.1. Détermination de la composition chimique de la fibre

La composition chimique de cette fibre a été déterminée suivant le protocole proposé par A. K. VARMA et P. MONDAL. [71] et dont la procédure détaillée est comme suit :

#### a). Détermination du taux des extractibles

Un échantillon séché de la fibre de Genêt d'Espagne brute de masse  $G_0$  (5 g) a été introduit dans un ballon avec un mélange de benzène/éthanol. Le tout a été porté à une température de  $60^{\circ}\text{C}$  pendant 3h. Ensuite, l'échantillon a été filtré puis séché à  $105^{\circ}\text{C}$  jusqu'à avoir une masse constante. Après refroidissement dans un dessiccateur le résidu est pesé ( $G_1$ ).

Le taux d'extractibles est calculé par la relation suivante :

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

#### b). Détermination du taux d'hémicellulose

Le résidu  $G_1$  est mis dans une solution de NaOH ( $2 \text{ g.ml}^{-1}$ ) et porté à ébullition pendant 3.5 heures. Puis, l'échantillon est filtré et lavé plusieurs fois. Ensuite, Il est séché à une température de  $105^{\circ}\text{C}$  jusqu'à stabilisation de la masse. Après refroidissement au dessiccateur, l'échantillon est pesé ( $G_2$ ). Le taux d'hémicellulose est calculé comme suit :

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

#### c). Détermination du taux de la lignine

Un échantillon d'environ 1g est pris du résidu  $G_1$ . Il est mis dans un ballon puis séché jusqu'à stabilisation de la masse. Une fois refroidi dans un dessiccateur, la masse est repesée ( $G_3$ ). 30 ml

d'acide sulfurique sont ajoutés. Puis le tout est mis dans un réfrigérateur (entre 8°C et 15°C) pendant 24 heures. Le contenu du ballon est ensuite dilué avec 300 ml d'eau distillée et porté à ébullition pendant 1 heure. Après cela, Il est filtré et rincé jusqu'à disparition des ions de sulfates. Après séchage et refroidissement, l'échantillon est de nouveau pesé ( $G_4$ ). Alors, Le taux de lignine est calculé par la relation suivante :

$$W_3(\%) = (G_4 (1-W_1) / G_3) \times 100 \quad (\text{II.3})$$

**d). Détermination du taux de cellulose :**

Par d'éduction le taux de cellulose est donné comme suit :

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

**e.Détermination du taux de cendres**

Le taux de cendres est déterminé par l'incinération du produit dans une atmosphère oxydante à une température de 550°C jusqu'à combustion complète de la matière organique (Norme AFNOR, 1981).

Le mode opératoire est déterminé en Figure II.7



**Figure II.7 :** Photo originale du four à moufle.

**Expression des résultats**

Le calcul du taux de cendres se fait alors comme suit :

$$TC\% = \frac{P_2 - P_0}{P_1 - P_0} \times 100 \quad (\text{II.5})$$

**Avec :**

$P_0$  = Poids du creuset vide ;

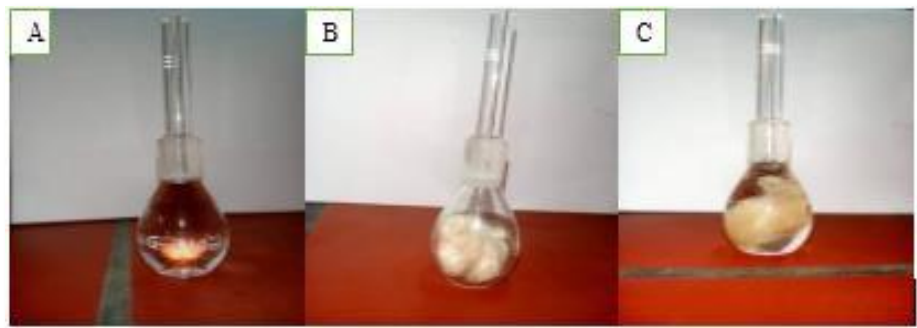
$P_1$  = Poids du creuset + échantillon séché à l'étuve 105°C ;

$P_2$  = Poids du creuset + résidu calciné.

### II.2.4.2. Détermination de la densité de la fibre de Genêt d'Espagne

Pour déterminer la densité de la fibre de Genêt d'Espagne , on a utilisé la méthode pycnométrique. Cette dernière est expliquée brièvement dans les étapes suivantes :

- ✓ Poser le pycnomètre sur la balance, faire le zéro ;
- ✓ Remplir le pycnomètre de liquide (Ethanol) jusqu'au borne puis peser son volume ( $m_0$ ) ;
- ✓ Vider le pycnomètre de Ethanol et y placer la matière à tester (la fibre), ensuite peser le lot ( $m_1$ );
- ✓ Compléter le remplissage du pycnomètre avec le liquide et peser l'ensemble eau + matière ( $m_2$ ).  
 $m_2 = m_1$  (masse échantillon) +  $m_3$  (masse Ethanol)



**Figure II.8 :**Etapes Pour déterminer la densité de la fibre Genêt d'Espagne : a : pycnomètre + Ethanol, b : pycnomètre+fibres GE , c : pycnomètre + Ethanol+fibre GE

La densité est calculée par la relation suivante :

$$d_{fibre} = m_1 / (m_0 - m_3) * 0.8 \quad (II.6)$$

### II.2.4.3. Mesure du taux d'humidité

Les fibres traitées et non traitées (dont la masse est de 5 grammes) et les éprouvettes à base de PP et de biocomposites (PP/FGENT et PP/FGET) ont été séchées à la température de 105°C dans une balance à humidité (humidimètre), jusqu'à l'obtention d'une masse constante (0% d'humidité), selon la norme NF V03 903. Puis, elles ont été laissées à l'air libre pendant 48h. Ensuite, les fibres ont été mises dans la balance dont le but, de déterminer le taux d'humidité.

### II.2.4.4. Absorption d'eau

Dans notre travail, les tests d'absorption d'eau ont été réalisés selon la norme ASTM D570-98. Des éprouvettes à base de PP et de biocomposites PP/fibres de Genêt d'Espagne FGENT et FGET été d'abord étuvés à 70°C jusqu'à stabilisation de leurs masses, puis pesés immédiatement à l'aide d'une balance (PAG OERLIKON AG CH-Zurich max 183gr dd=0.0001gr). Ensuite, les échantillons ont été immergés dans des béchers contenant de l'eau distillée. Après, les matériaux immergés ont été retirés, essuyés et pesés. Cette opération a été refaite à intervalles réguliers jusqu'à l'extrémité du taux d'absorption. Celui-ci étant calculé par l'équation suivante :

$$W_A = ((m_t - m_0) / m_0) \times 100\% \quad (\text{II.7})$$

$W_A$  : Taux d'absorption d'eau.

$m_0$  : Masse initiale de l'échantillon.

$m_t$  : Masse de l'échantillon à l'instant t après immersion.



**Figure II.9 :** Etapes Pour déterminer Taux d'absorption d'eau de la fibre Genêt d'Espagne

#### II.2.4.5. Spectroscopie infrarouge a transformée de Fourier (IRTF) :

Le principe de la spectroscopie infrarouge (IR) repose sur l'absorption de la lumière par la plupart des molécules dans la région de l'infrarouge du spectre électromagnétique et en convertissant cette absorption en vibration moléculaire. La spectroscopie IR est une méthode très efficace pour identifier et déterminer des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés spécifiques de liaisons chimiques. Pour comparer entre le rayonnement incident et transmis à travers l'échantillon suffit alors à déterminer les principales fonctions chimiques présentes dans l'échantillon.

Les mesures de spectroscopie infrarouge (I.R) des fibres brutes et traitées ainsi que du polymère vierge et des biocomposites sont réalisées sur un spectromètre à transformée de Fourier de modèle IRAffinity<sup>1</sup>, assisté par un microordinateur muni d'un logiciel de traitement. Les spectres ont été enregistrés en mode absorbance dans la région 4000 à 400 cm<sup>-1</sup>.

Les échantillons à analyser sont préparés sous forme de pastilles obtenue sous une pression de l'ordre de 80 KN d'un mélange d'une petite quantité 0.02 mg de fibres ou de polymère préalablement broyée (traitées, bouillies ou brutes) et de 0.08 mg de bromure de potassium (KBr).



Figure II.10: illustration d'un appareil IRTF.

#### II.2.4.6. Diffraction des Rayons X (DRX) :

La méthode de diffraction des rayons X est l'une des méthodes les plus intéressantes pour caractériser les structures cristallines.

Elle permet de déterminer des paramètres aussi importants que la conformation cristalline de la chaîne, le taux de cristallinité ; et avoir une estimation sur la taille des particules ou des grains [73].

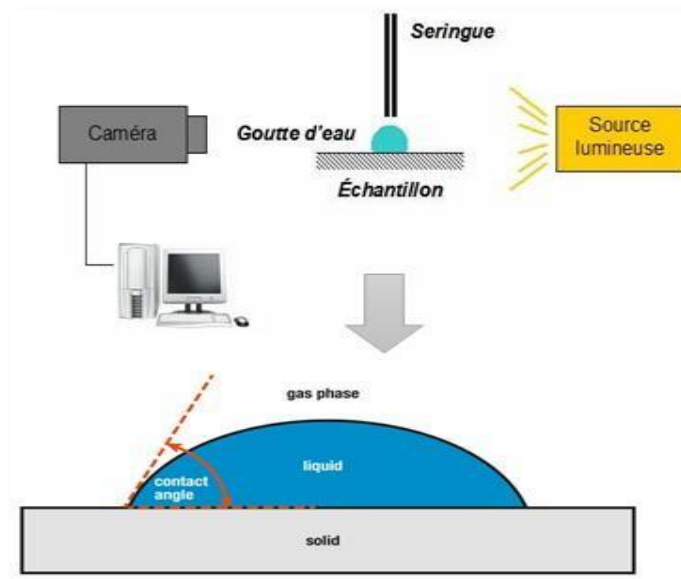
Les analyses de diffraction des rayons X de nos échantillons ont été effectuées sur un diffractomètre de type EMPYREAN .Le faisceau incident monochromatique est centré sur la raieK $\alpha$ 1 du cuivre (longueur d'onde du rayonnement incident  $\lambda= 1,54184 \text{ \AA}$ ). L'intensité présente est enregistrée en fonction de l'angle de diffraction  $2\theta$  compris entre 5 et 50°.



**Figure II.11:** illustration d'un diffractomètre de type EMPYREAN

### II.2.4.7. Mesure de l'angle de contact

Les angles de contact sont mesurés avec un appareil équipé d'une caméra vidéo, d'une dépose de goutte d'eau sur la surface à analyser et d'un logiciel d'exploitation. La photographie de la goutte est prise quelques secondes après son dépôt. Les mesures ont été obtenues par la répétition en plusieurs fois pour chaque couple eau/échantillon.



**Figure II.12 :** Principe de la mesure d'angle de contact



## II.2.4.8. Tests mécaniques

### II.2.4.8.1. Tests de traction

Les essais mécaniques de traction sont généralement réalisés en introduisant une éprouvette dans une machine de traction universelle. Cette machine consiste en une base plane et un piston hydraulique ayant un mouvement linéaire perpendiculairement à cette même base.

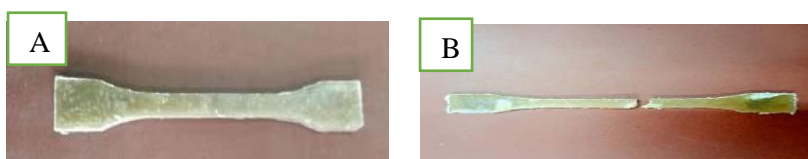
De plus, des mâchoires (hydrauliques ou manuelles) se trouvent sur le piston et la base. Ces dernières sont placées de manière à ce que leurs axes soient colinéaires avec celui du piston. Donc, dès que l'éprouvette insérée dans les mâchoires, le piston est déplacé verticalement et sont collées sur l'éprouvette pour mesurer les déformations intervenant dans le calcul des propriétés mécaniques.

Le test mécanique de traction consiste l'application d'une force  $F$  sur une éprouvette du matériau d'étude et à mesurer l'allongement correspondant  $\Delta l$ , ou bien l'inverse d'imposer l'allongement  $\Delta l$  et à mesurer la force  $F$ .

Dans cette étude les tests de traction ont été réalisés à l'aide d'une machine universelle Zwik au niveau de l'université de Boumerdes. Pour chaque formulation élaborée, des tests mécaniques de traction ont été réalisés sur des lots de 5 éprouvettes de 40 mm de longueur, 5 mm de largeur et de 2 mm d'épaisseur. Le pilotage se fait par le logiciel qui permet à la fois de consigner les paramètres d'essais, d'acquérir et de traiter les données. La figure II.11 montre la machine utilisée dans cette étude.



**Figure II.13:** Machine de traction mécanique.

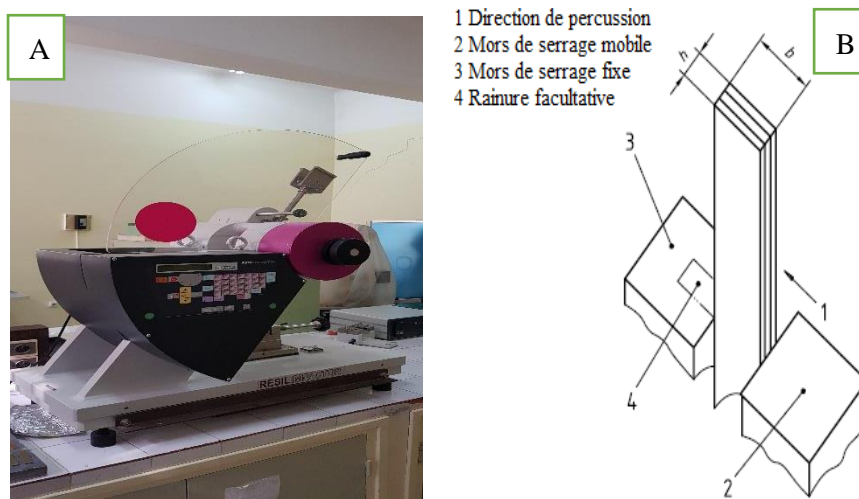


**Figure II.14 :** Eprouvette a) avant le test de traction et b) après le test de traction

## II.2.4.9. Tests de chocs (Izod)

Le choc est l'application d'une sollicitation mécanique à grande vitesse et à une énergie élevée produisant la rupture d'une éprouvette en une fraction de seconde. Il permet de déterminer la fragilité d'un matériau, cette dernière étant d'avantage synonyme de faible allongement que de faible énergie de rupture.

L'éprouvette, supportée comme une poutre en console verticale, est rompue par un seul choc de percuteur, la ligne de choc étant située à distance fixe du serrage de l'éprouvette. Le test a été réalisé à l'aide d'un appareil de marque Ceast, type Resil Impactor, avec un marteau de 7,5 Kg, selon la norme EN ISO 180:2000



**Figure II.15.** A: appareil de marque Ceast, type Resil Impactor, B: Schéma des désignations décrivant la direction de percussion.

La résistance au choc ou bien la résilience d'éprouvettes non entaillées est exprimée par la relation:

$$a_n = (A_n / b * h) \times 100 \text{ (KJ / m}^2\text{)} \quad \text{(II.8)}$$

$a_n$  : Résilience de l'éprouvette sans entaille;

$A_n$  : Energie cinétique pour rompre l'éprouvette sans entaille en joules;

$b$  : Largeur de l'éprouvette en millimètres;

$h$  : Épaisseur de l'éprouvette en millimètres.



## Chapitre III

### Résultats et discussions

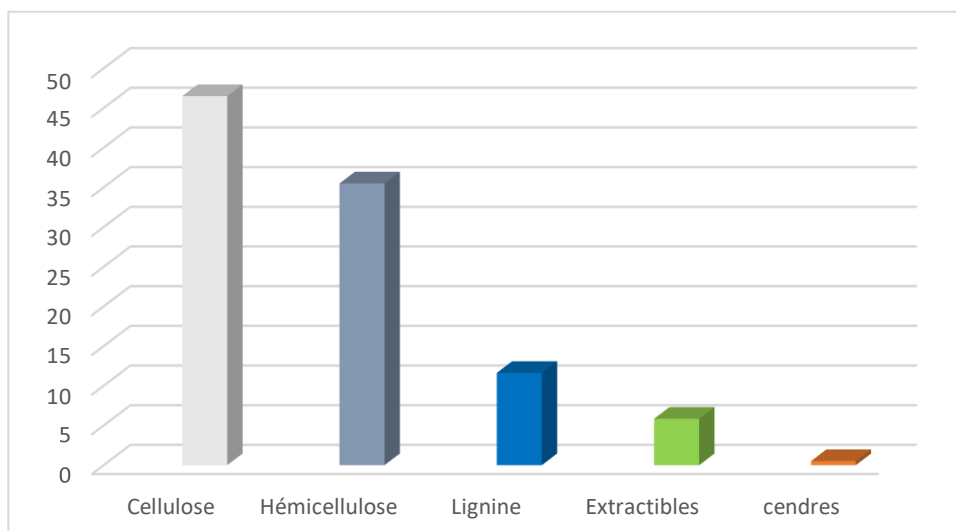
Dans ce dernier chapitre, nous présenterons les résultats obtenus lors de notre travail sur les fibres de Genêt d'Espagne, les matériaux à base de PP et PP chargés à 20 % massique en fibres de Genêt d'Espagne préparés par voie fondue. Dans un premier temps nous allons procéder à la caractérisation des fibres extraites de la plante de Genêt d'Espagne, Ensuite, on procédera à la caractérisation du PP et des biocomposites PP/fibres de Genêt d'Espagne afin d'étudier l'effet de l'ajout des fibres de Genêt d'Espagne traitées et non traitées sur les propriétés physicochimiques et mécaniques du PP.

### .III. Résultats et discussions

#### III.1. Composition chimique des fibres de Genêt d'Espagne

La figure III.1, présente les résultats de la composition chimique des fibres de Genêt d'Espagne, on note que la cellulose est le constituant majoritaire de la fibre de GE par un taux de l'ordre de 46.5%, puis les hémicelluloses (35.5%), alors que la teneur en lignine, en extractibles et de cendres sont de l'ordre de 11.63, et 5.85, 0.52 % respectivement.

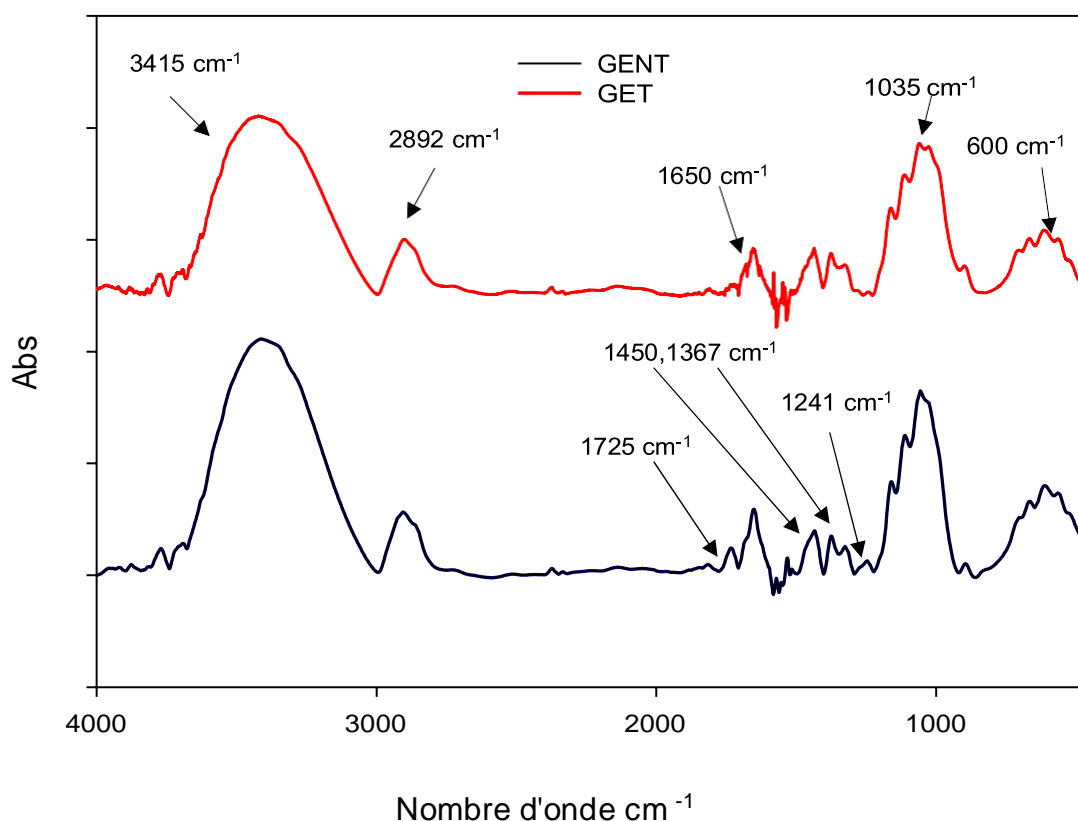
La teneur en cellulose du GE, telle qu'elle est donnée dans la littérature [75, 76], est de l'ordre de 44,5% et 52%. Ces variations sont liées à son origine géographique, à sa date de récolte, ainsi qu'aux techniques d'analyse qui diffèrent et qui ne sont pas toujours détaillées [77, 78].



**Figure III. 1** : Composition chimique des fibres de Genêt d'Espagne

### III.4. Analyse par IR-TF

Les analyses IRTF sont réalisées pour étudier l'effet du traitement sur la structure chimique des fibres de Genêt d'Espagne. La figure III.1 montre les spectres IR-TF des fibres de Genêt d'Espagne traitées (FGET) et fibres de Genêt d'Espagne non traitées (FGENT).



**Figure III. 2:** Spectres IRTF des fibres de Genêt d'Espagne (FGET) et (FGENT).

D'après la figure III.1, les spectres IR-TF de la FGENT et FGET révèlent la présence de plusieurs bandes d'absorption, on cite notamment :

- ✓ Une bande large avec un pic centré à  $3415\text{ cm}^{-1}$  correspond aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyle contenus dans la cellulose de la fibre. L'intensité de cette bande diminue dans le cas de la FGET. Cela, peut être expliqué par la diminution de la quantité des OH après le traitement ;
- ✓ Un pic situé à  $2892\text{ cm}^{-1}$  attribué aux vibrations d'élongation des CH aliphatiques contenus dans les composés organiques de la fibre (polysaccharides et aux graisses) ;
- ✓ Un pic situé à  $1725\text{ cm}^{-1}$  correspond aux vibrations d'élongation des groupements C=O présents dans l'hémicellulose et la pectine. Il disparaît du spectre de la FGET. Ce qui prouve l'élimination de ces deux constituants avec le traitement chimique de la fibre ;

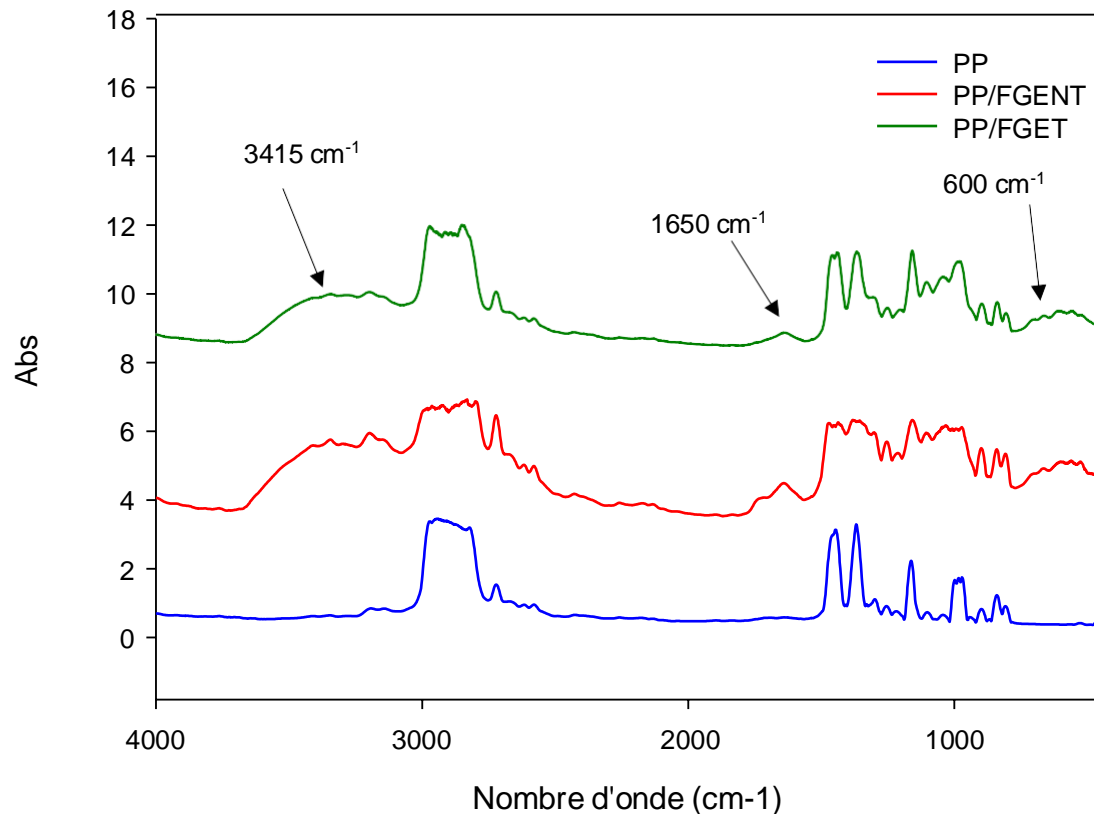
- ✓ Un pic situé à  $1650\text{ cm}^{-1}$  correspond à l'eau absorbée, due au caractère hydrophilique de la fibre cellulosique;
- ✓ Un pic à  $1450\text{ cm}^{-1}$  traduit l'élongation symétrique des liaisons (C=C) du cycle aromatique présent dans la lignine [79].
- ✓ La bande située vers  $1367\text{ cm}^{-1}$  est caractéristique de la déformation symétrique des groupements  $\text{CH}_3$  qui se trouvent au bout des chaînes.
- ✓ Un pic à  $1241\text{ cm}^{-1}$  est assigné à l'élongation des groupements éthers (C-O-C) de la lignine.
- ✓ une bande caractéristique à  $1035\text{ cm}^{-1}$  qui traduit les vibrations d'élongation des groupements (C-O) de la cellulose, et des alcools de la lignine et de la cire [80].
- ✓ un pic vers  $600\text{ cm}^{-1}$  lié à la rotation et la déformation du groupement (-OH) hors du plan.

Après le traitement alcalin, on observe la disparition de la bande à  $1732\text{ cm}^{-1}$  associée à la vibration d'élongation des groupements carbonyles (C=O) des esters ou des groupes acétyles des hémicelluloses, des pectines et des cires du GE [10-14]. On note également la disparition du pic à  $1241\text{ cm}^{-1}$  assigné à l'élongation des groupements éthers (C-O-C) de la lignine [81-82]. Ces disparitions essentiellement dues à la solubilisation de la lignine, des cires et des pectines dans l'hydroxyde de sodium. Le spectre obtenu montre aussi un abaissement des pics à  $1641\text{ cm}^{-1}$  (l'eau absorbée),  $1035\text{ cm}^{-1}$  (C-O) et  $3423\text{ cm}^{-1}$  qui correspond aux groupements hydroxyles (-OH). Cette diminution a été attribuée à la diminution des groupements hydroxyles (-OH) et la solubilisation de lignine.

La figure III.2 montre les spectres IR-TF du PP et de biocomposites PP/FGET et PP/FGENT. D'après la figure III.2, le spectre IR-TF du PP révèle la présence de plusieurs bandes d'absorption, on cite notamment:

- ✓ vibrations d'élongation symétrique et asymétrique des liaisons C-H du groupement  $-\text{CH}_2$  aliphatique et des groupements  $\text{CH}_3$  dans l'intervalle compris entre  $2981$  et  $2801\text{ cm}^{-1}$
- ✓ vibration de déformation symétrique du groupement  $-\text{CH}_2$  vers  $1450\text{ cm}^{-1}$
- ✓ La bande située vers  $1367\text{ cm}^{-1}$  est caractéristique de la déformation symétrique des groupements  $\text{CH}_3$  qui se trouvent au bout des chaînes.
- ✓ Une bande visualisée vers  $820\text{ cm}^{-1}$  est caractéristique des balancements des groupements méthylènes  $-(\text{CH}_2)-$  lorsque n est supérieure à 4 ( $-\text{CH}_2$ -polymériques) [83].
- ✓ La différence entre les spectres de PP et les composites obtenus est localisée dans la région spectrale  $3657\text{ cm}^{-1}$ , à  $3111\text{ cm}^{-1}$ , ou on remarque l'absence de la bande large avec un pic

centré à  $3415\text{ cm}^{-1}$  dans les spectres de PP qui correspond aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyle et qui a été indiqué dans les spectres des composites .Aussi on remarque l'absence de pic situé à  $1650\text{ cm}^{-1}$  dans les spectres de PP qui correspond à l'eau absorbée.et enfin l'absence du pic vers  $600\text{ cm}^{-1}$  lié à la rotation et la déformation du groupement (-OH) hors du plan.



**Figure III.3 : Spectres IRTF des biocomposites du PP/FGENT, PP/FGENT et PP vierge.**

### III.2. Densité des fibres de Genêt d'Espagne

La densité des fibres de Genêt d'Espagne a été déterminée par la méthode psychométrique, dont les résultats sont regroupés dans le tableau III.2

**Tableau III.1 : Résultats de la détermination de la densité de la fibre de Genêt d'Espagne**

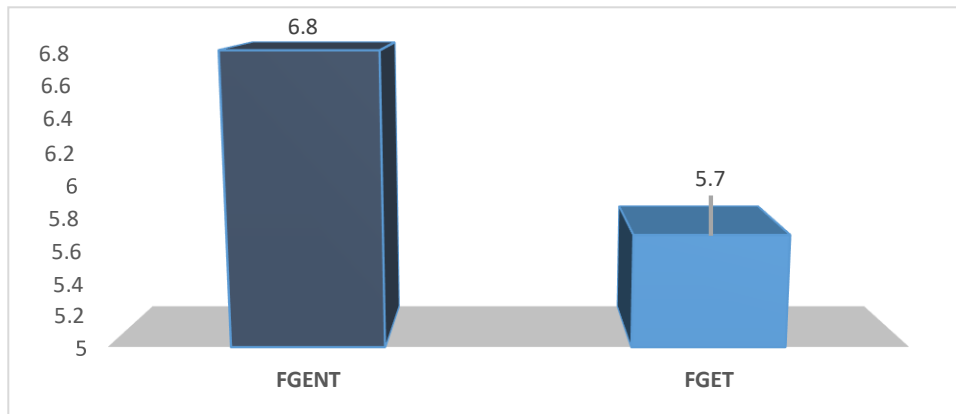
Nombre d'essais	Densité de GENT
Essai 1	1.021
Essai 2	1.019
Essai 3	1.022
Moyenne	<b>1.020±0.001</b>

D'après le tableau III.2, la densité des fibres de Genêt d'Espagne est au voisinage de 1.020 g/cm<sup>3</sup>. Cette valeur est relativement proche de celle rapportée par S. BOUHANK [84]. Cet auteur a rapporté que la densité des fibres de Genêt d'Espagne est de l'ordre de 1.03 g/cm<sup>3</sup>.

Les fibres de Genêt d'Espagne sont caractérisées par une faible densité par rapport aux autres fibres végétales connues, à savoir les fibres de Lin, Sisal, Alfa et Ramie ; etc. Par exemple, la densité des fibres de lin est de l'ordre de 1.5 g/cm<sup>3</sup> [85], et celle de fibres de Coton est de l'ordre de 1.6 g/cm<sup>3</sup>. En revanche, la densité des fibres de Genêt d'Espagne sont relativement proche de celle des fibres de chanvre qui se situe entre 0.9 et 1 g/cm<sup>3</sup> [85].

### III.3. Taux d'humidité

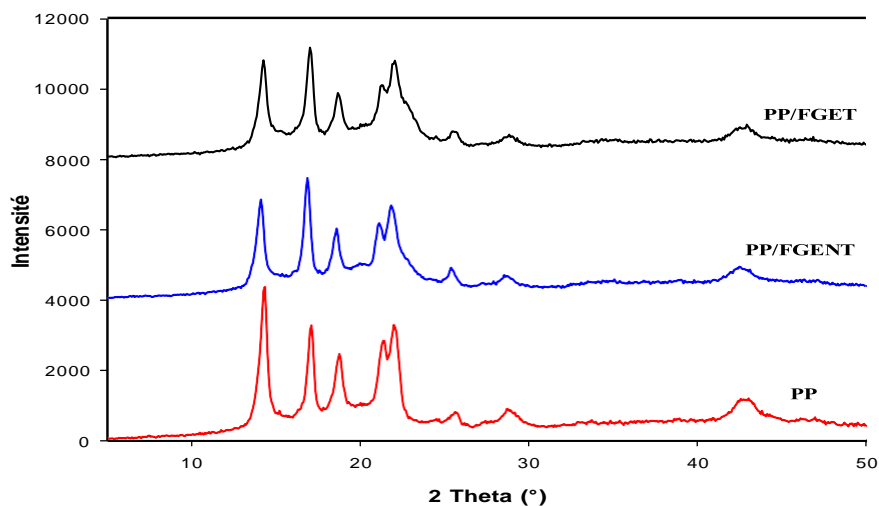
La figure III.3 présente l'évolution du taux d'humidité des fibres en fonction des traitements. D'après cette figure on remarque qu'il y a une diminution du taux d'humidité après le traitement. Ce comportement est clairement dû à la diminution des groupements hydroxyles après la modification chimique. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par **Joung-Man Park** et al. [86], qui ont étudié l'effet du traitement par NaOH et par le silane sur la variation du taux d'humidité des fibres du Jute, et qui ont montré une diminution avec les traitements (alcalin et silane). Le traitement alcalin permet d'éliminer les composants amorphes, comme les hémicelluloses, les cires et la lignine [86].



**Figure III. 4 :** Résultats de la détermination de Taux d’humidité de la fibre de Genêt d’Espagne.

### III.5. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

La figure III.3 présente les diagrammes de diffraction des rayons X du PP et de biocomposites PP/FGET et PP/FGENT. Le diagramme DRX du PP exhibe cinq pics de diffraction à  $2\theta$  de  $14,10^\circ$ ,  $16,87^\circ$ ,  $18,61^\circ$ ,  $21,16^\circ$  et  $21,86^\circ$ , correspondant, respectivement, aux plans lamellaires (110), (040), (130), (111) et (041) typiques de la structure cristalline monoclinique du PP [87]. Le spectre RX des composites PP /FGENT et PP/FGET est identique à celui du PP, ce qui indique que la forme cristalline des biocomposites est gouvernée par la forme cristalline du PP.

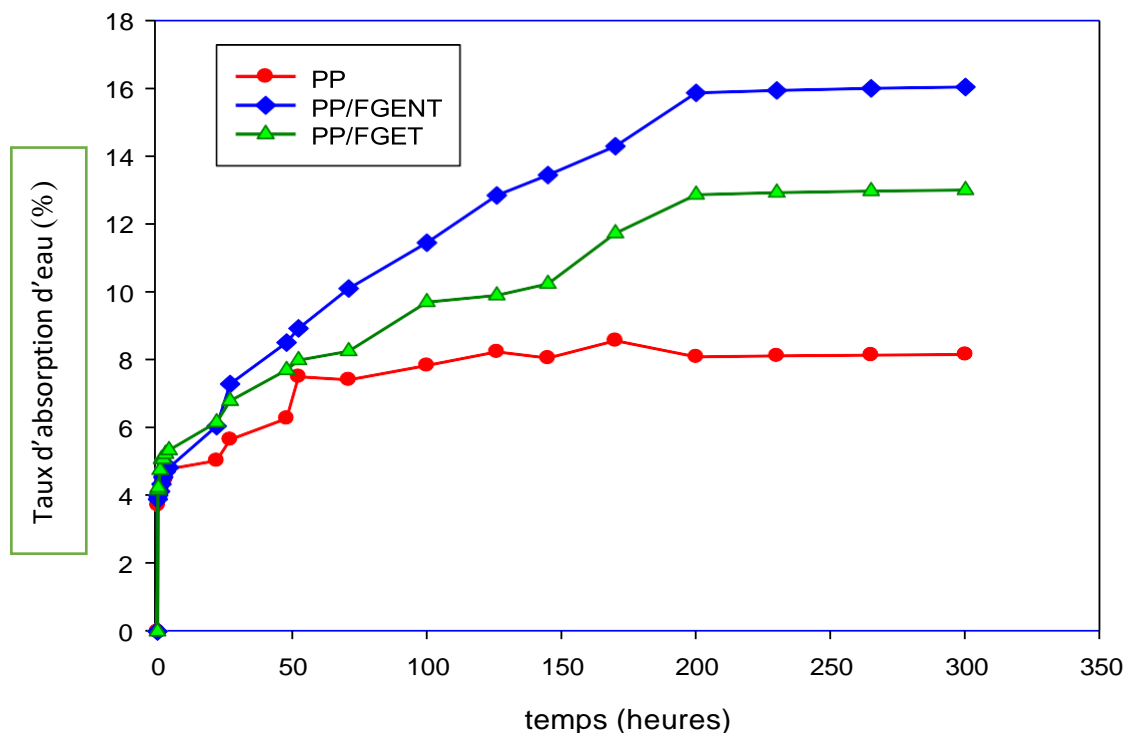


**Figure III.5:** Diagrammes de diffraction des rayons X du PP et de biocomposite PP/FGET et PP/FGENT

### III.6. Absorption d'eau

La figure III.5 présente les résultats des tests d'absorption d'eau en fonction du temps. Le taux d'absorption d'eau du PP est le plus faible, ce qui explique son faible pouvoir hygroscopique. On constate que tous les biocomposites PP/FGET et PP/FGENT présentent le même profil d'absorption. La vitesse d'absorption d'eau des biocomposites au début est rapide, puis elle diminue au fur et à mesure que le temps augmente jusqu'à la saturation après 200 heures d'immersion dans l'eau à 25°C où le taux d'absorption d'eau devient constant. Le caractère hydrophylque de la fibre de Genêt d'Espagne est responsable de l'augmentation du taux d'absorption des biocomposites comparativement à celui du polymère vierge.

Par ailleurs, le biocomposite à base de fibres traitées (FGET) présente le plus faible taux d'absorption par rapport au biocomposite PP/FGENT. Indiquant que le traitement utilisé agit positivement sur l'hydrophile du matériau. Ce qui est dû à l'élimination des constituants non cellulodiques et la diminution des groupements hydroxyles.



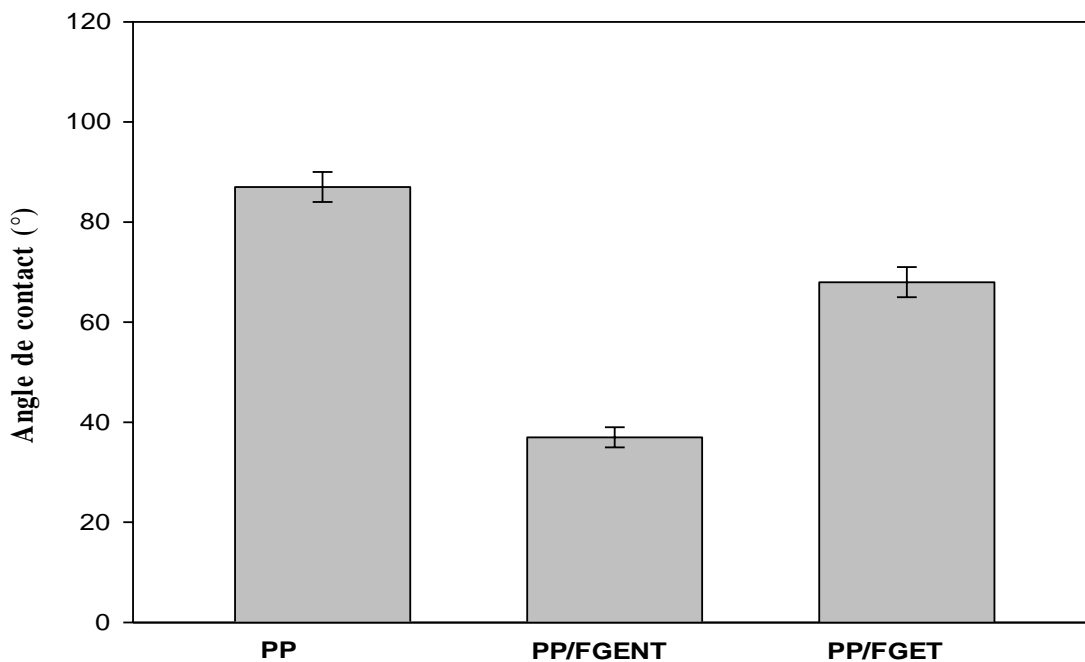
**Figure III.6 :** Variations du taux d'absorption d'eau du PP et des biocomposites PP/FGET et PP/FGENT en fonction du temps.

### III.7. Angle de contact

Les résultats de l'angle de contact de l'eau du PP et des biocomposites PP/FGET et PP/FGENT à 20% en masse, sont présentées dans la figure III.4.

D'après la figure III.6, on peut remarquer que l'incorporation des fibres de Genêt d'Espagne dans la matrice PP, induit une diminution des valeurs de l'angle de contact de l'eau par rapport à celui du PP vierge. Le PP possède un caractère hydrophobe. Cependant, l'ajout des fibres de Genêt d'Espagne traitées ou non traitées a diminué son hydrophobie. Ce qui est dû au caractère hydrophile des fibres de Genêt d'Espagne. On note également, que l'ajout des fibres de Genêt d'Espagne non traitées (FGENT) au PP abaisse d'avantage l'angle de contact par rapport au biocomposite PP/FGET.

Les fibres de Genêt d'Espagne traitées (FGET) induit une augmentation de l'angle de contact par rapport aux FGENT en raison de l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre la charge et la matrice, et la diminution du caractère hydrophile de la charge générée par le traitement chimique des fibres. Ces résultats sont en bon accord avec les données du test d'absorption d'eau.



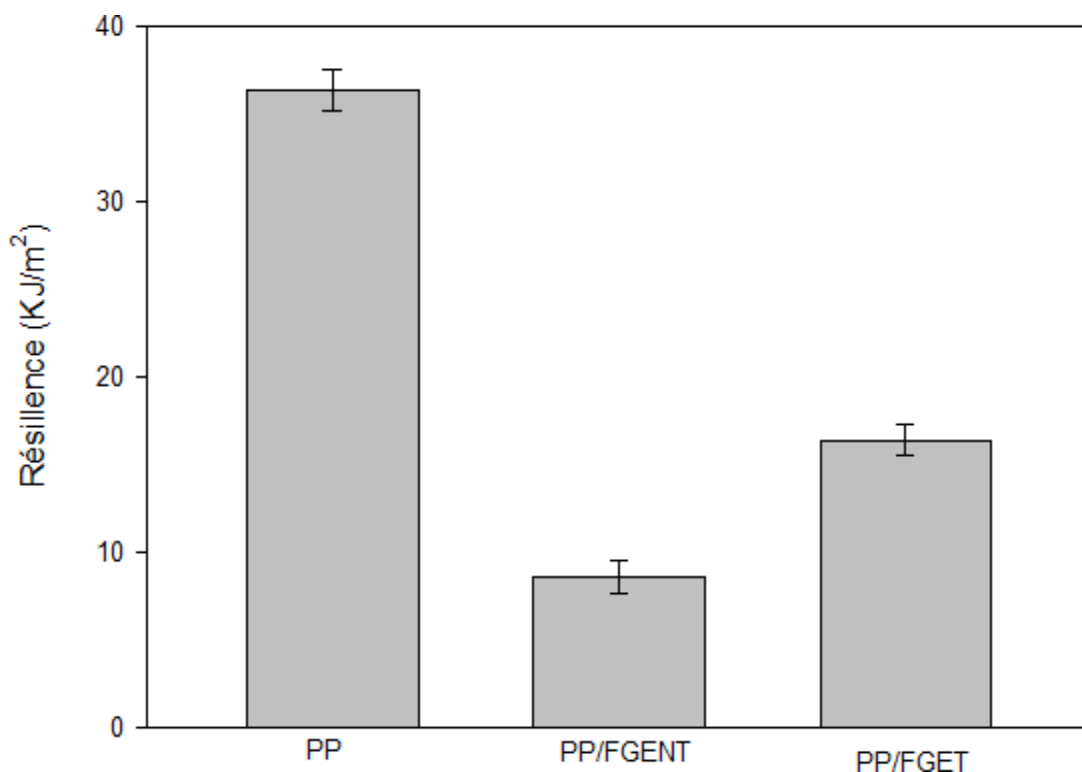
**Figure III.7 :** Résultats de l'angle de contact de l'eau du PP et des biocomposites PP/FGET et PP/FGENT



### III.8. Résistance aux chocs

Les résultats de résistance au choc sont présentés dans la figure III.5 sont obtenus en faisant la moyenne des mesures sur 5 essais pour chaque formulation. La résistance aux chocs dépend de divers facteurs comme de l'adhésion interfaciale entre les fibres et la matrice, la ténacité de la matrice et de la fibre, défauts aux interfaces fibre-matrice, morphologie cristalline, etc. [88].

Le PP vierge est beaucoup plus tenace que les biocomposites PP/FGET et PP/FGENT. En présence de fibres de Genêt d'Espagne traitées ou non, le PP perd de sa ductilité et le matériau devient fragile. Cette baisse de la résistance aux chocs dans les biocomposites PP/FGET et PP/FGENT était prévisible en raison de l'augmentation de rigidité du système, qui facilitent la formation et la propagation des fissures. On constate aussi que la modification de la surface de fibres de Genêt d'Espagne a amélioré la résilience du matériau biocomposite. Il faut noter que la résistance au choc est très influencée par l'interface matrice-fibre. En outre, l'interface entre la fibre de Genêt d'Espagne traité/PP absorbe une énergie au choc importante par rapport à l'interface fibre de Genêt d'Espagne non traité /PP. [88]



**Figure III.8 : Variation de la résistance au choc du PP, et des biocomposites PP/FGENT et PP/FGET.**

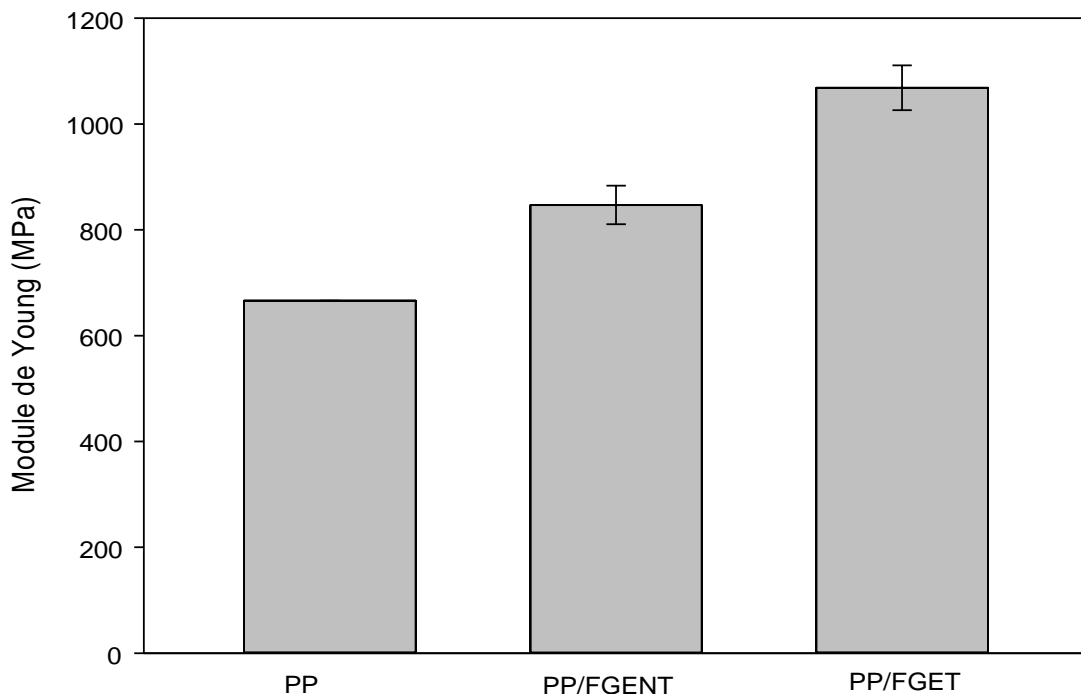
### III. 9. Tests mécaniques en traction

Les propriétés mécaniques en traction (contrainte à la rupture, déformation à la rupture et module d'Young) du PP et des biocomposites PP/FGET et PP/FGENT à 20 % en masse de fibres sont présentées dans les figures III.8 III.9. III.10

Les résultats regroupés dans le tableau III.3 montrent l'augmentation du module d'Young du PP avec l'incorporation des fibres Genêt d'Espagne. Le module d'Young augmente de 660 MPa pour le PP à 879 MPa et 1105 MPa pour les biocomposites PP/FGENT et PP/FGET, soit environ 33 et 67 % d'augmentation, respectivement.

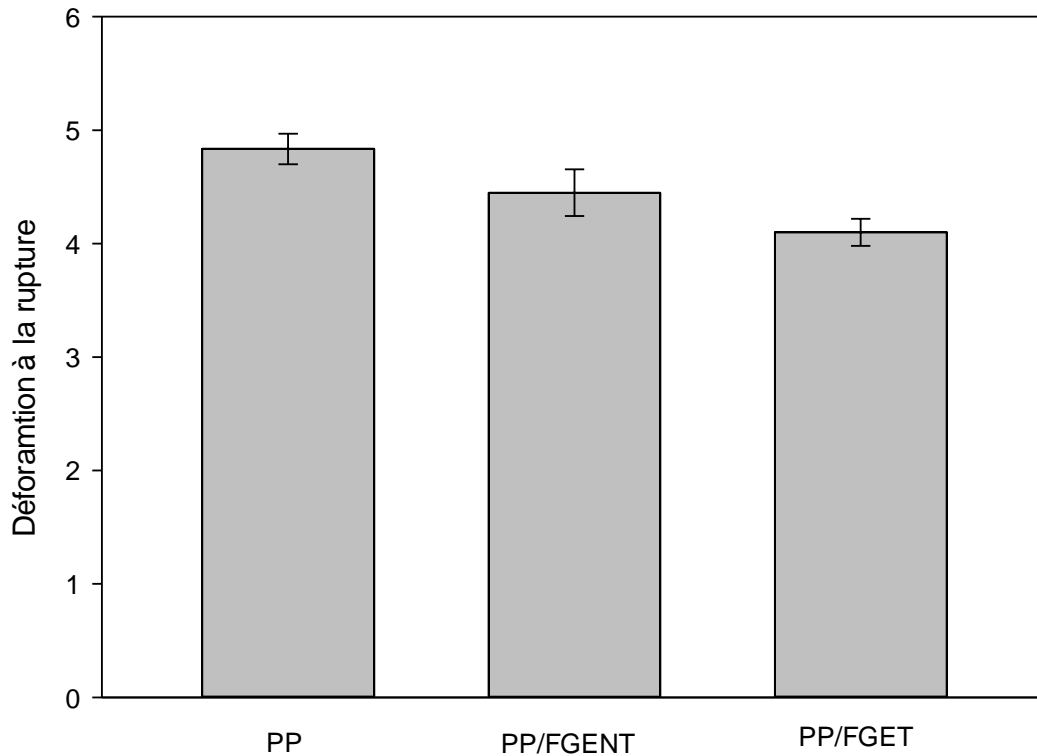
L'amélioration du module d'Young avec l'incorporation des fibres de Genêt d'Espagne, peut être due à la présence d'une phase rigide dans ces fibres qui confère une grande rigidité à la matrice polymère et pourrait être liée aussi à une meilleure dispersion des faisceaux de fibres sur la matrice PP. [89].

De plus, l'incorporation de FGET entraîne une nette augmentation du module de Young par rapport à la FGENT, cette augmentation est due à l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre les fibres de Genêt d'Espagne traitées et la matrice PP, générée par le traitement chimique des fibres et par conséquent une excellente adhésion fibre-matrice. [89].



**Figure III.9 : Variation de module d'Young du PP, et des biocomposites PP/FGENT et PP/FGET.**

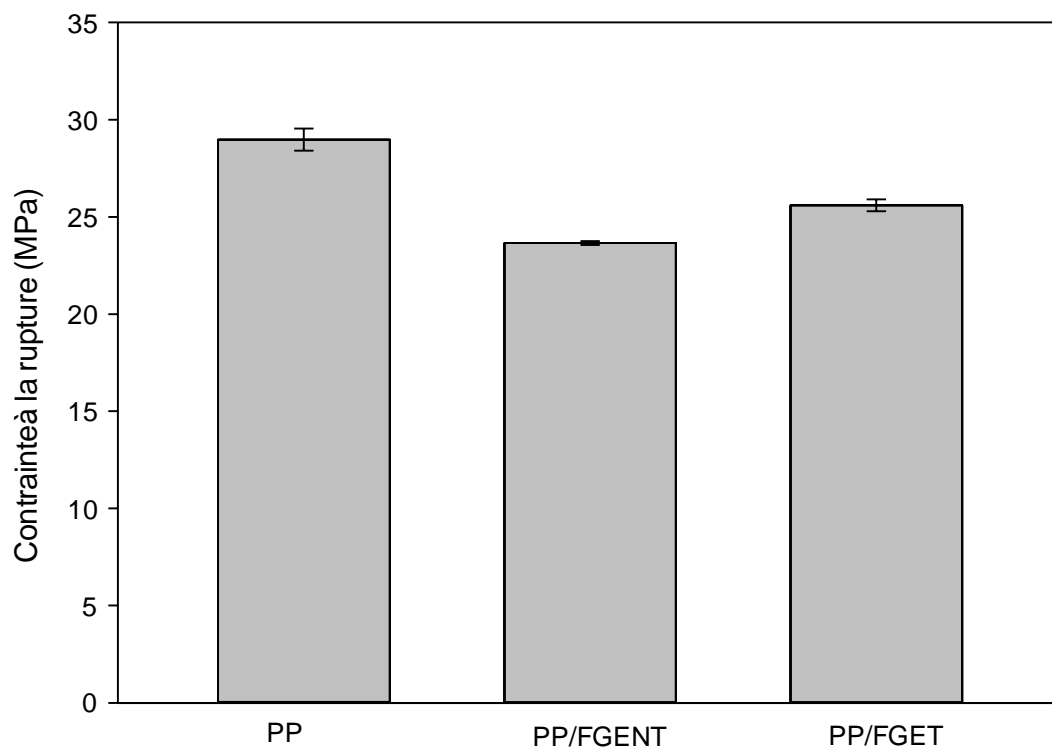
On note également une diminution de l'allongement à la rupture des biocomposites en présence des FGET ou FGENT. Ceci peut être attribué à la forte interaction entre le polymère et la charge entraînant une faible mobilité des chaînes macromoléculaires.



**Figure III.10 :** Variation de la déformation à la rupture du PP, et des biocomposites PP/FGENT et PP/FGET.

La contrainte à la rupture diminue légèrement pour le biocomposite PP/FGENT comparée à celle de la matrice PP. Ce comportement est probablement dû à l'existence de défauts aux interfaces fibre-matrice et par conséquent, à une légère diminution de la déformabilité de l'interface rigide entre les fibres et la matrice.

En revanche, l'ajout de FGET augmente cette contrainte à la rupture. On peut déduire que le traitement chimique des fibres conduit à une plus forte interaction entre la charge et la matrice. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par Herrera-franco et al [90] et Rokbi et al [91].



**Figure III.11 :** Variation de la contrainte à la rupture du PP, et des biocomposites PP/FGENT et PP/FGET.

## Conclusions

Au terme de conclusion pour cette étude, il peut être conclu les points suivants :

- ✓ La détermination de la composition chimique du Genêt d'Espagne a montré que la cellulose est le constituant majoritaire de la fibre de GE avec un de 46.5%. Cette dernière dépend de l'origine géographique, la date de récolte de l'arbuste et aux méthodes d'extraction.
- ✓ Les résultats en infrarouge ont montré que la structure de la fibre Genêt d'Espagne a changé après traitement. Cette modification a été montrée par la disparition des pics à  $1732\text{ cm}^{-1}$  et  $1241\text{ cm}^{-1}$  après le traitement alcalin. Tandis que sur les spectres des biocomposites, ont montré la disparition des pics  $3415\text{ cm}^{-1}$ ,  $1650\text{ cm}^{-1}$  et  $615\text{ cm}^{-1}$  indiquant que l'ajout des fibres de Genêt d'Espagne, quel que soit traités ou non traités ont un effet significatif sur la structure chimique du PP.
- ✓ Les fibres de Genêt d'Espagne sont caractérisées par une faible densité ( $1.020\text{ g/cm}^3$ ) par rapport aux autres fibres végétales connues, à savoir les fibres de Lin, Sisal, Alfa et Ramie et sont relativement proche de celle des fibres de chanvre qui se situe entre  $0.9$  et  $1\text{ g/cm}^3$  [85].
- ✓ Les résultats de taux d'absorption d'eau, et les résultats de taux d'humidité. Indiquant que le traitement alcalin agit positivement sur l'hydrophile du matériau. Ce qui est dû à l'élimination des constituants non cellulosiques et la diminution des groupements hydroxyles.
- ✓ Les résultats de l'angle de contact ont montré que La réduction de l'angle de contact est due aux interactions spécifiques entre l'eau et les groupes hydroxyle de la fibre de Genêt d'Espagne
- ✓ Les résultats de l'essai de choc et du test de traction, ont montré. l'incorporation de FGET conduit à l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre les fibres de Genêt d'Espagne traitées et la matrice PP, générée par le traitement chimique des fibres et par conséquent une amélioration des propriétés mécanique des composites

## Perspectives

Au terme de cette étude, il nous paraît utile de compléter ce travail par des essais qui permettront de soutenir les interprétations données et d'enrichir le thème par des données supplémentaires. Pour cela, nous avons proposé les perspectives suivantes :

- Effectuer l'analyse thermogravimétrique (ATG) des composites.
- Faire une étude morphologique par Microscope Electronique à Balayage (MEB).
- Effectuer une caractérisation structurale par : Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) et par Diffraction des Rayons X (DRX) des fibres de GE après chaque étape d'extraction

### Références bibliographiques

- [1] A. SBIAI, « Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de Palmier Dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres », Thèse de Doctorat d'Etat, Institut National des Sciences Appliquées (INSA), Lyon (France), (2012), 236 p.
- [2] N. EL HAJJ, R.M. DHEILLY, Z. ABOURA, M.L. BENZEGGAGH et M. QUENEUDEC, « Procédé de fabrication des composites 100% végétaux : effet de la granulométrie des étoupes de Lin et de l'ajout des bios liants », Association pour les Matériaux Composites (AMAC), 16ème Journées Nationales sur les Composites (JNC 16), Toulouse (France), (2009).
- [3] C. POUTEAU, « Matériaux composites à renforts fibres naturelles d'origine végétale », Pole Européen de Plasturgie, Supplément Technique n. 7, (2004), 4 p.
- [4] DO THI Vi Vi, « Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non », Thèse de Doctorat d'Etat, École Doctorale Science et Ingénierie des Systèmes de l'Environnement et des Organisations (SISEO), Grenoble (France), (2011), 189 p.
- [5] Bahlouli, N., « Comportement mécanique en température du pli élémentaire d'un stratifié carbone/époxy », 1994, Cachan, Ecole normale supérieure.
- [6] Jean Marie Berthelot, « matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures », 4ème édition, TEC & DOC, Le Mans Novembre 2010.
- [7] Damien Ducret, « Elasticité anisotrope et endommagement des matériaux composites, caractérisation ultrasonore et modélisation micromécanique » Thèse de doctorat, institut national des sciences appliquées, Lyon, 2000.
- [8] ROUAM Kamila, « Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles », Mémoire de Magister l'université M'HAMED BOUGARA – BOUMERDES ; 2013/2014.
- [9] Berthelot, J.M., « Matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures » Livre, éditions : Lavoisier, 2005.
- [10] M. fontanille, Y. ghanou, Chimie et physico-chimie des polymères, 3eme édition, ed : DUNOD 2013.
- [11] E. Encarta, M.C. Lounis, S.Nessakh, Etude d'un nanocomposite à base de polychlorure de vinyle/montmorillonite, mémoire d'ingénieur d'état en génie chimique, 2005.
- [12] M. fontanille, Yves ghanou, Chimie et physico-chimie des polymères, 2002.
- [13] Marc Carrega, Matériaux polymère Dunod, Paris, 2000.
- [14] P. Combette, I. Ernoult, Physique des polymères I. Structure, fabrication, emploi, tome I, 2005.
- [15] M. fontanille, J. P. Vairon, Polymérisation, technique de l'ingénieur.
- [16] B. Hassiba, mémoire DEUA, Université de Bejaia.

## Références bibliographiques

---

- [17] S. Patrich, Matériaux polymères organiques (I), Vocabulaire des matières plastiques, 2002.
- [18] G.Champetier, Chimie industriel, Dunod, Bordas, Paris, 1997.
- [19] S.Y Huang, D.W Lipp; Floculants (organics, overview), Polymère material encyclopedia, (CD-ROM), CRC Press Inc, 1996.
- [20] P.B. Bowden, R.J. Young, Deformation Mechanisms In Crystalline Polymers, Journal of materials science, Vol.9, p 2034-2051, 1974.
- [21] Y.HAMMACHE, « Préparation et caractérisation d'un nanocomposite polypropylène/ amidon plastifié/ Argile », Thèse Doctorale, Université de Ferhat ABBAS –Sétif-1, 2013, 59P.
- [22] MOUHOUBI Sabira, Magister «Caractérisation de l'interface d'un composite fibre végétale/polypropylène. » Université Ferhat Abbas, Sétif .p84,2008.
- [23] [https:// www.image sur les applications des polymères.](https://www.image-sur-les-applications-des-polymeres.com/)
- [24] CHOUAIB. Aribi, « Etude comparative du comportement des différents matériaux Composites (différentes matrices) », Mémoire de magister, université de M'hamed Bouguera, Boumerdes. Algérie.
- [25] A. AL-Maghribi, « Comportement des matériaux composites à fibres courtes : applications à l'impact basse vitesse », thèse de doctorat, l'université Paul Sabatier, 2008.
- [26] Marc Carrega, Matériaux polymères ,Dunod, Paris, 2000
- [27] Marc Carrega et coll, Matériaux polymères, 2ème édition (DUNOD),2007.
- [28] ADEME, « Etude de marché des nouvelles utilisations des fibres végétales », (2005), disponible sur : <http://www2.ademe.fr/servlet/getDoc?id=11433&m=3&cid=96> ., consulté le 04/04/2015.
- [29] N. FAALOUS, « Influence du traitement par mercerisation sur les propriétés physiques, mécaniques, structurale et morphologique des fibres de Genêt d'Espagne
- [30] « Fibres et renforts végétaux solutions composites », FRD–Troyes France, (2012), disponible sur : [http://www.f-r-d.fr/resources/File/catalogue2012\\_frd\\_v1.6.pdf](http://www.f-r-d.fr/resources/File/catalogue2012_frd_v1.6.pdf), consulté le 15/05/2015.
- [31] P. BONO, « Réalité des valorisations des fibres végétales en matériaux. L'enjeu de la structuration d'une filière fibre technique Chanvre et Lin », Le Catalogue Fibres et Renforts Végétaux Solutions Composites, Fibres Recherche et Développement (FRD), Troyes (France), (2013), 34 p.
- [32] A. LI, A-T. LE, A. GACOIN, T-H. MAI, M. LACHI, M. REBAY et C. MAALOUF
- [33] P. COLONNA, « La chimie verte », Edition Tec & Doc (Lavoisier) (Paris), (2006), 532 p.
- [34] R. BENAMARA, « Effet du traitement de la surface des fibres sur les propriétés du composite polypropylène/fibres de Genêt d'Espagne », Mémoire de Magister, Faculté de Technologie, Université Ferhat Abbas, Sétif 1 (Algérie), (2010), 66 p.
- [35] R. NTENGA, « Modélisation multi-échelles et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites », Thèse de Doctorat d'Etat, Université Blaise Pascal (UBP)-Clermont II (France), (2007), 184 p.
- [36] T.CERCHIARA, S.V.STRAFACE, G.CHIDICHIMO,E.L. BELSITO, A. LIGUORI, B. LUPPI, F. BIGUCCI et V. ZECCHI, « Spartium junceum aromatic water : chemical composition and antitumor activity », Natural Product Communications, (2012), vol. 7, pp 137-140.



## Références bibliographiques

---

- [37] R. SAFOU-TCHIAMA, « Caractérisation physico-chimique stabilité supramoléculaire et réactivité chimique de quelques essences tropicales », Thèse de Doctorat d'Etat, Université Bordeaux I (France), (2005), 213 p.
- [38] B. MONTIES, « Les polymères végétaux », Edition Bordas, Paris (France), (1980), 345 p.
- [39] B. GABRIELE, T. CERCHIARA, G. SALERNO, G. CHIDICHIMO, M.V. VETERE, A. ESPERT, F. VILAPLANA et S. KARLSSON, « Comparision of water absorption in natural cellulosic fibres from Wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical properties », Composites, PartA, (2004), vol. 35, pp 1267-1276.
- [40] T.CERCHIARA, S.V.STRAFACE, G.CHIDICHIMO,E.L. BELSITO, A. LIGUORI, B. LUPPI, F. BIGUCCI et V. ZECCHI, « Spartium junceum aromatic water : chemical composition and antitumor activity », Natural Product Communications, (2012), vol. 7, pp 137-140.
- [41] B. LY, « Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose », Thèse de Doctorat d'Etat, Institut National Polytechnique (INP) de Grenoble (France), (2008), 215p.
- [42] S. IKHLEF, « Etude du comportement de composites PEBD/farine de Genêt d'Espagne avant et après traitement », Mémoire de Magister, Faculté de Technologie, Université Ferhat Abbas, Sétif 1 (Algérie), (2011), 168 p.
- [43] G.A. BIBO et P.J. HOGG, « The role of reinforcement architecture on impact damage mechanisms and post-impact compression behaviour », Journal of Materials Science, (1996), vol. 31, pp 1115-1137.
- [44] ADEME, « Evaluation de la disponibilité et l'accessibilité de fibres végétale à usages matériaux en France», Paris (France), (2011), disponible sur : [www.ademe.fr/servlet/getDoc?cid=96&m=3&id=76290&p1=30&ref=12441](http://www.ademe.fr/servlet/getDoc?cid=96&m=3&id=76290&p1=30&ref=12441), consulté le 04/04/2015.
- [45] E. ROGGE, « Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'Alfa (Esparto grass) en vue d'applications textiles », Mémoire de Master, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud-Alsace (UHA), Mulhouse (France), (2010), 76 p.
- [46] S. BOUHANK et S. NEKKA, « Effects of chemical treatments on the structural, mechanical and morphological properties of poly(vinyl chloride)/Spartium junceum fiber composites ». Cellulose Chemistry and Technology, (2015), Vol. 49, N° 3-4, pp. 375- 385.
- [47] S. IKHLEF, S. NEKKA, M. GUESSOUM et N. HADDAOUI, «Effects of alkaline treatment on the mechanical and rheological properties of Low-Density Polyethylene/Spartium junceum flour composites» International Scholarly Research Network: Polymer Science, (2012), Vol. 2012, pp. 1 -7.
- [48] F. LE DIGABEL – HOULLIER, « Incorporation de co-produits de paille de blé dans des matrices thermoplastiques approche de la compatibilité Charge – Matrice et propriétés des composites ». Thèse de Doctorat, Université de Reims Champagne – Ardenne, France, (2004), 240p.
- [49] C. ALBANO, M. ICHAZO, J. GONZÁLEZ, M. DELGADO et R. POLEO, «Effects of filler treatments on the mechanical and morphological behavior of PP/wood flour and PP/sisal fiber ». Materials Research Innovations, (2001), Vol. 4, N° 5-6, pp. 284-293.
- [50] S. V. PRASAD, C. PAVITHRAN et P.K. ROHATGI, « Alkali treatment of cuir fibers for cuir-polyester composites ». Journal of Materials Science, (1983), Vol. 18, pp. 1443-1454.
- [51] P. N. TRI et G. VILLOUTREIX, « Rôle du processus de traitement de surface sur les propriétés mécaniques du composite PP/fibres de bambou vietnamienne ». Overseas Vietnamese Chemistry and Chemical Technology Conference, France, (2008), 27p.

## Références bibliographiques

---

- [52] D. RAY, B. K. SARKAR, A. K. RANA et N. R. BOSE, « The mechanical properties of vinyl ester resin matrix composites reinforced with Alkali-Treated Jute fibres ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, (2001), Vol. 32, pp. 119-127.
- [53] A. C. H. BARRETO, D. S. ROSA, P. B. A. FECHINE et S. E. MAZZETTO, « Properties of sisal fibers treated by alkali solution and their application into cardanol- based biocomposites ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, (2011), Vol. 42, pp. 492-500.
- [54] Z. DOMINKOVICS, L. DANVADI et B. PUKANSZKY, « Surface modification of wood flour and its effect on the properties of PP/wood composites ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, (2007), Vol. 38, pp. 1893-1901.
- [55] S. NEKKAA, « Etude des propriétés d'un nouveau matériau composite à base de polypropylène renforcé par des fibres végétales locale le Genêt d'Espagne », Thèse de Doctorat d'Etat, Faculté des Sciences de l'Ingénieur, Université Ferhat Abbas, Sétif 1 (Algérie), (2007), 148 p.
- [56] N. FAALOUS, « Influence du traitement par mercerisation sur les propriétés physiques, mécaniques, structurale et morphologique des fibres de Genêt d'Espagne », Mémoire d'Ingénieur d'Etat, Faculté de Technologie, Université Ferhat Abbas, Sétif 1 (Algérie), (2011), 65 p.
- [57] « Arbre et paysage », disponible sur : [http://www.arbre-et-paysage32.com/page10\\_genet\\_espagne.html](http://www.arbre-et-paysage32.com/page10_genet_espagne.html), consulté le 01/05/2015.
- [58] « Les arbres », disponible sur : <http://www.lesarbres.fr/genet.html>, consulté le 01/05/2015.
- [59] C. MAHYEUX, « Botaniste en herbe », disponible sur : <http://www.botaniste-en-herbe.net/liste/noms-latin/fiche-fleur/328/spartium-junceum.html>, consulté le 01/05/2015.
- [60] Wikipedia, « Spartium junceum », disponible sur : [http://fr.wikipedia.org/wiki/Spartium\\_junceum](http://fr.wikipedia.org/wiki/Spartium_junceum), consulté le 01/05/2015.
- [61] « Le Genêt d'Espagne », Répertoire des Sciences Méditerranéennes, disponible sur: <http://www.prevention-incendie66.com/syco>, consulté le 24/04/2015.
- [62] T. CERCHIARA, S. V. STRAFACE, G. CHIDICHIMO, E. L. BELSITO, A. LIGUORI, B. LUPPI, F. BIGUCCI et V. ZECCHI, « Spartium junceum aromatic water: chemical composition and antitumor activity », *Natural Product Communications*, (2012), vol. 7, pp 137-140.
- [63] KHITAS Nesrine, Pr. NEKKAA Sorya, « Influence du traitement de surface des fibres de Genêt d'Espagne (GE) sur les propriétés des composites PEBD/GE » Mémoire de master, Université Ferhat Abbas, Sétif 1, 80, p. 2015
- [64] S. BOUHANK « Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne: Formulations et caractérisations » Université Ferhat ABBAS – Sétif 1-2017, pp 121.
- [65] N. A. M. Martin, Contribution à l'étude de paramètres influençant les propriétés mécaniques de fibres élémentaires de lin: Corrélation avec les propriétés de matériaux composites, PhD Thesis, Université de Bretagne Sud, 2014.
- [66] L. Sisti, G. Totaro, M. Vannini, A. Celli, Retting process as a pretreatment of natural fibers for the development of polymer composites, in: *Lignocellul. Compos. Mater.*, Springer, 2018: pp. 97–135.
- [67] N. Le Moigne, B. Otazaghine, S. Corn, H. Angellier-Coussy, A. Bergeret, *Surfaces and Interfaces in Natural Fibre Reinforced Composites: Fundamentals, Modifications and Characterization*, Springer, 2018.

## Références bibliographiques

---

- [68] K.P. Kumar, A.S.J. Sekaran, Some natural fibers used in polymer composites and their extraction processes: A review, *J. Reinf. Plast. Compos.* 33 (2014) 1879–1892.
- [69] Mohammad Dalour Hossen Beg; The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites; Thèse de doctorat, University of Waikato, Hamilton, New Zealand, 2007.
- [70] K. Oksman, M. Skrifvars, et J.-F. Selin, « Natural fibres as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 63, no 9, p. 1317–1324, 2003.
- [71] A.K. Varma, P. Mondal, Physicochemical characterization and pyrolysis kinetic study of sugarcane bagasse using thermogravimetric analysis, *J. Energy Resour. Technol.* 138 (2016) 052205
- [72] Y. Xue, D. R. Veazie, C. Glinsey, M. F. Horstemeyer, and R. M. Rowell, "Environmental effects on the mechanical and thermomechanical properties of aspen fiber-polypropylene composites," *Composites Part B: Engineering*, vol. 38, no. 2, pp. 152-158, 2007.
- [73] J.P. Eberhart, « Analyse structurale et chimique des matériaux 1ère Edition ». France, (1989), 614p.
- [74] Mariano Pracella, Donatella Chionna, Irene Anguillesi, Zbigniew Kulinski, Ewa Piorkowska . *Composites Science and Technology*, Vol 66, 2218-2230, 2006.
- [75] B. Gabriele, T. Cerchiara, G. Salerno, G. Chidichimo, M. V. Vetere, C. Alampi, M. C. Gallucci, C. Conidi et A. Cassano, « A new physical–chemical process for the efficient production of cellulose fibers from Spanish broom (*Spartium junceum* L.) ». *Bioresource Technology*, (2010), Vol. 101, pp. 724–729.
- [76] B. Monties, « Les polymères végétaux, polymères pariétaux et alimentaires non azotés ». Edition Gauthier –Villards, Paris, 66, (1980).
- [77] D. Sedan, « Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite ». Thèse de doctorat, Université de Limoges, France, (2007), 137 p.
- [78] L. Yahiaoui, « Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss) ». Mémoire de magister, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, (2011) ,96p.
- [79] N. Cordeiro, C. Gouveia et M. Jacob John, « Investigation of surface properties of physico-chemically modified natural fibres using inverse gas chromatography ». *Industrial Crops and Products*, (2011), Vol. 33, pp. 108–115.
- [80] Y. Wang, B. Tong, S. Hou, M. Li et C. Shen, « Transcrystallization behavior at the poly(lactic acid)/sisal fibre biocomposite interface ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, (2011), Vol. 42, pp. 66–74.
- [81] T.P. Mohan et K. Kanny, « Chemical treatment of sisal fiber using alkali and clay method ». *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, (2012), Vol. 43, pp.1989–1998.
- [82] A. Ashori, M. Ornelas, S. Sheshmani et N. Cordeiro, « Influence of mild alkaline treatment on the cellulosic surfaces active sites ». *Carbohydrate Polymers*, (2012), Vol. 88, pp. 1293– 1298.

## Références bibliographiques

---

- [83] F. Michaud, « Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique ». Thèse de doctorat, Université Bordeaux1, France, (2003), 256 p.
- [84] S. BOUHANK , «Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne : Formulations et caractérisations» Université Ferhat ABBAS –Sétif 1-2017 ,pp 68.
- [85] C.Baley, E.Bodreos, ''Biocomposite à matrice PLLA renforcée par des mats de lin'' composite à fibres végétales, 16, 2006, pp 129-139
- [86] J.M. Park, P.G. Kim, J.H. Jang, Z. Wang, B.S. Hwang et K. L. D. Vries, « Interfacial evaluation and durability of modified Jute fibers/polypropylene (PP) composites using micromechanical test and acoustic emission ». *Composites Part B: Engineering*, (2008), Vol. 39, pp. 1042–1061.
- [87]: T.L.WON, Y.G.JEONG, « Enhanced electrical conductivity, mechanical modulus, and thermal stability of immiscible polylactide/polypropylene blends by the selective localization of multi-walled carbon nanotubes », *Composites Science and Technology*, 2014, pp78-84.
- [88] R. NARENDAR et K.P. DASAN, « Chemical treatments of coir pith : morphology, chemical composition, thermal and water retention behavior », *Composites Part B: Engineering*, (2014), vol. 56, pp 770-779.
- [89] D. PASQUINI, E. DE MORAIS TEIXEIRA, A.A. DA SILVA CURVELO, M.N. BELGACEM et A. DUFRESNE, « Surface esterification of cellulose : Processing and characterization of low-density polyethylene cellulose fibers composite », *Composites Science and Technology*, (2008), vol. 68, pp 193 - 201.
- [90] P. J. HERRERA-FRANCO et A.VLADEZ-GOUNZALEZ, « A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites », *Composites Part B: Engineering*, (2005), vol. 36, pp 597-608.
- [91] M. ROKB et I. H. OSMANI, « L'effet des traitements de surface des fibres sur les propriétés mécaniques de composites polyester-fibres Alfa », 20ème Congrès Français de Mécanique (CFM'11), Besançon (France), (2011).
- [92] Mohamed Ragoubi , «Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne» l'Université Henri Poincaré Nancy 1 , 14 Décembre 2010