

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

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du diplôme de Master en :

Génie des Procédés

Option : Génie des polymères

THEME

Caractérisation des fibres végétales locales

Réalisé par :

Lynda BENGORIR & Asma BALOUL

Soutenu le 23 septembre 2021.

Les membres des jurys :

- ❖ Présidente : Dr Nora HAMOUR
- ❖ Examinatrice : Dr Chadia IHEMOUCHENE
- ❖ Promotrice : Dr Dalila HAMMICHE
- ❖ Co-promotrice : Mme Lisa KLAAI

Promotion 2021

Remerciement

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire de chimie organique du département de génie des procédés de l'université Abderrahmane Mira – Bejaïa.

En premier lieu on remercie **le bon dieu** de nous avoir donné la force et la volonté pour finaliser ce travail.

On adresse nos plus vifs remerciements à **nos parents**, pour tous les efforts et sacrifices qu'ils ont faits afin de nous voir réussir.

Nous remercions également notre encadreur Madame **HAMMICHE Dalila** et notre Co - encadreur **KLAAI Lisa** pour leur aide.

On tient à exprimer notre reconnaissance envers ceux qui nous ont fait l'honneur de juger notre travail, madame **HAMOUR Nora** pour avoir accepté de présider les jurys de soutenance et madame **IHEMOUCHENE Chadia** pour avoir accepté d'examiner notre mémoire.

On remercie aussi tous les ingénieurs et techniciens du laboratoire de génie des procédés de l'université de Bejaïa.

Enfin, on tient à remercier tous(es) ceux qui ont contribué de près ou de loin à notre réussite.

BALOUL .A & BENGORIR .L

Dédicace

Avec un cœur plein d'amour et de fierté que je dédie ce modeste travail

A mes chers **parents** je ne saurais exprimer ma gratitude et ma reconnaissance. Vous avez su m'inculquer le sens de la responsabilité, de l'optimisme et de la confiance en soi face aux difficultés de la vie. Vos conseils ont toujours guidé mes pas vers la réussite. Votre patience sans fin, votre compréhension et vos encouragements sont pour moi le soutien indispensable que vous aviez toujours su m'apporter. Je vous dois ce que je suis aujourd'hui, ce que je serai demain et je ferai toujours de mon mieux pour rester votre fierté et ne jamais vous décevoir. Que Dieu le tout puissant vous accorder santé, bonheur et longue vie afin que je puisse vous combler à mon tour.

A la mémoire de ma **Tata**, toujours présente dans mon cœur et me manque tellement. J'aurai voulu que tu assistes à l'aboutissement de ces années de dur labeur, Dieu en a décidé autrement, que le paradis soit ta demeure éternelle.

A khali **Hamid** toujours présent pour moi, Je ne trouverai jamais l'expression forte pour exprimer mon affection. Trouvez ici l'assurance de mon profond respect et de mon fidèle attachement.

A Mes chers frères **Bachir** et **Yahia** mes adorable sœurs **Louisa** et **Aya** vous êtes les êtres qui me sont les plus chers au monde, Ces quelques lignes, ne sauraient traduire le profond amour que je vous porte. Merci pour votre soutien, vos encouragements tout au long de mes années d'étude, votre amour et vos affections, ont été pour moi l'exemple de persévérance merci d'être toujours présent. Que Dieu vous accorde santé, succès et bonheur.

A mon très cher **Zazak** à qui Je ne saurais exprimer ma profonde reconnaissance pour le soutien continu dont tu as toujours fait preuve. Tu m'as toujours encouragé, incité et tiré vers le haut Je te dédie ce travail ainsi qu'à tata **Nora** avec mes vœux de prospérité, santé et de bonheur.

A toutes mes tantes précisément **Chafia**, **Nadia** et **na Fatima** (Paix a son âme).

A mes cousin et cousines.

A mes copines **chicha**, **Salima** et **Meriem** en souvenir des moments heureux passés ensemble. Merci de supporter mes folies mes changements d'humeur, merci pour vos encouragements.

A Mon binôme **Lynda** compagne de cette aventure pédagogique. Partager ces moments d'étude et de travail fut mémorable et recueille une amitié sincère.

Enfin, mes gratitudes a tous mes amis **Nadia**, **Lynda**, **Siham**, **Mayssa**, **Amel**, **Tinhinane**, **Taous**, **Amira**, **Fatima**, **cherif**, **idir**, **achour** pour leurs encouragements permanents.

Asma

Dédicace

Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie ce travail à ceux qui, quels que soient les termes embrassés, je n'arriverais jamais à leur exprimer mon amour sincère.

A mon idéal père Saïd

Ma précieuse offre du dieu qui a sacrifié avec tous ses moyens et possibilités pour avoir accompli ma réussite. Pourriez vous trouver dans ce travail le fruit de toutes vos peines et tous de vos efforts.

A ma magnifique mère Yasmina

La source inépuisable de tendresse, de patience et de sacrifice. La femme qui a souffert sans me laisser souffrir, qui n'a jamais dit non à mes exigences et qui n'a épargné aucun effort pour me rendre heureuse.

« Que dieu tout puissant vous garde et vous procure santé, bonheur et longue vie inch'Allah »

A ma très chère sœur Ryma

Une sœur comme on ne peut trouver nulle part ailleurs, Puisse Allah te protéger, garder et renforcer notre fraternité. Je te souhaite tout le bonheur du monde.

Et particulièrement

A la personne qui n'a cessé jamais de me soutenir et de m'épauler, qui me voulais toujours le meilleur, Je te remercie de ne m'avoir jamais déçu et je remercie le bon dieu qui a croisé nos chemins « Fares » .

A mes adorables copines Anissa et Fatima qui m'avais toujours soutenu et encouragé durant toutes mes années d'études, Naoual et Aldjia qui me manquent trop et enfin Fatima et Yousra.

Sans oublier mon binôme Asma pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce travail.

A tout ceux qui me sont chères et que je n'ai pas pu les cités.

Lynda

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Caractéristiques morphologiques de quelques fibres végétales.....	15
Tableau I.2 : Avantages et inconvénients des fibres végétales	16
Tableau II.3 : Produits utilisés dans l'extraction des extractibles	25
Tableau II.4 : Produits utilisés dans l'extraction de l'hémicellulose	26
Tableau II.5 : Produits utilisés dans l'extraction de la lignine.....	27
Tableau II.6 : Produit utilisé pour l'analyse spectroscopique infrarouge.....	31
Tableau III.7 : Composition chimique des trois fibres en %	33
Tableau III.8 : Résultats ATG et DTG des fibres : ND, CNA, GO	38

Liste des figures

Figure I.1 : Classification des fibres naturelles	4
Figure I.2 : Classification des fibres végétales.....	5
Figure I.3 : Schématisation de la structure fine d'une fibre ligno-cellulosique.....	6
Figure I.4 : Disposition de fibrilles, de micro-fibrilles et de cellulose dans les parois cellulaires d'une fibre végétale.....	7
Figure I.5 : Composition d'une fibre végétale	8
Figure I.6 : Représentation de la chaîne de cellulose.....	9
Figure I.7 : Structure de la microfibrille de cellulose.....	9
Figure I.8 : Structure moléculaire de l'hémicellulose	10
Figure I.9 : Composés phénylpropanes, principaux constituants de la lignine (I : motif H, II : motif G, III : motif S)	11
Figure I.10 : Différents types de liaisons se retrouvant dans la lignine	11
Figure I.11 : Répartition de la production mondiale de fibres végétales hors coton et bois.....	13
Figure I.12 : Différents gisement de fibres végétales en Algérie.....	14
Figure I.13 : Différents domaines d'application des fibres végétales	18
Figure I.14 : Noyau de datte.....	19
Figure I.15 : Production de dattes en Algérie entre 2000 et 2017 en Kg.....	19
Figure I.16 : Grignon d'olive	20
Figure I.17 : Quantité de grignon d'olive produit en Algérie en tonne	21
Figure I.18: Coques de noix d'arganier.....	22
Figure II.19 : Différents étapes de la préparation de la poudre de la fibre ND.....	24
Figure II.20 : Ddifférentes étapes de la préparation de la poudre de la fibre de grignon	

d'olive.....	25
Figure II.21 : Différentes étapes de la préparation de la poudre de coques de noix	
d'arganier.....	25
Figure II.22 : Présentation d'appareil d'extraction par la méthode de soxhlet.....	26
Figure II.23 : Montage d'extraction de l'hémicellulose.....	27
Figure II.24 : Montage d'extraction de la lignine.....	28
Figure II.25 : Montage de filtration sous vide.....	28
Figure II.26 : Photographie de l'appareil FT-IR utilisée.....	30
Figure II.27 : Préparation de la pastille fibre/KBr.....	30
Figure II.28 : Montage de la presse hydraulique.....	31
Figure II.29 : Photographie de l'appareil de l'ATG utilisée.....	32
Figure III.30 : Résultats de la spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FT-IR) des trois fibres.....	34
Figure III.31 : Thermogramme ATG des fibres : CNA, GO, ND.....	36
Figure III.32 : Thermogramme DTG des fibres : CNA, GO, ND.....	37

Liste des abréviations

ATG : Analyse Thermogravimétrique

DTG : Differential thermal analysis
(analyse thermogravimétrique
différentielle)

FT-IR : Spectroscopie infrarouge à
Transformée de Fourier (FT-IR)

ND : Noyaux de dattes

CNA : Coques de noix d'arganier

GO : Grignon d'olive

TMM : Taux de matière minérale

Th : Taux d'humidité

GPa : Giga pascalle

Ikea : Marque d'ameublement
international

MPa : Méga pascalle

MET : Microscopie électronique en
transmission

PLA : Polylactic acid

PBAT : Polybutyrate adipate-co-
terephthalate

TGV : Train a grand vitesse

KN : Kilo newton

Kt : Kilotonne

Kg : kilogramme

g : Gramme

mm : Millimètre

nm : Nanomètre

µm : Micromètre

cm³ : Centimètres cube

L : Longueur

d : Densité

h : Heur

°C : Degré Celsius

T_d : Température de dégradation

T_{maxd} : Température maximale de
dégradation

V_{maxd} : Vitesse maximale de
dégradation

Sommaire

Introduction générale.....1

Chapitre I : Généralités sur les fibres végétales

I.1.Introduction.....3

I.2.Définition des fibres naturelles3

I.3.Classification des fibres naturelles.....3

I.4.Fibres végétales.....4

I.4.1.Définition d'une fibre végétale.....4

I.4.2.Classification des fibres végétales4

I.4.3.Structure générale d'une fibre végétale.....5

I.4.4.Composition chimique d'une fibre végétale7

a).Cellulose8

b).Hémicellulose10

c).Lignine10

d).Protéines et les extractibles12

e).Inorganiques12

I.4.5.Répartitions géographiques des fibres végétales12

a).Dans le monde12

b).En Algérie.....13

I.4.6.Méthodes d'extraction des fibres végétales14

I.4.7.Propriétés des fibres végétales15

I.4.8.Avantages et inconvénients des fibres végétales.....16

I.4.9.Application des fibres végétales	17
NOS FIBRES	19
1. Noyaux de dattes	19
Propriétés /Utilisations	20
2. Grignons d'olives	20
Propriétés /Utilisations	21
3. Coques de noix d'arganier.....	22
Propriétés/Utilisations	22
Conclusion	23

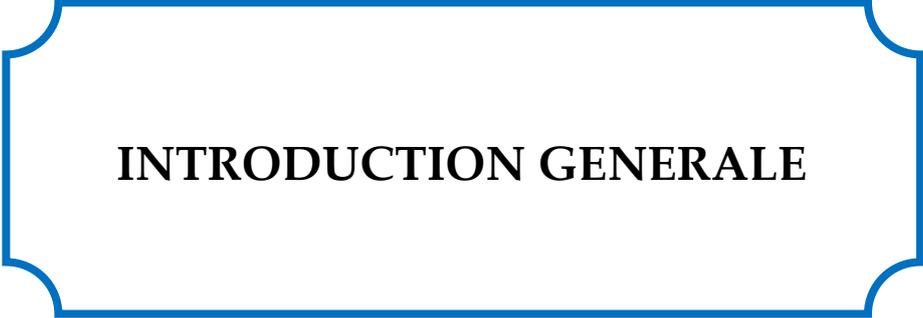
Chapitre II : Matériels et méthodes d'analyse

II.1.Introduction.....	24
II.2.Matières premières utilisé	24
II.3.Composition chimique des fibres	25
II.3.1.Extraction des extractibles	25
II.3.2.Extraction de l'hémicellulose.....	26
II.3.3.Extraction de la lignine	27
II.3.4.Taux d'humidité	29
II.3.5.Taux de matière minérale	29
II.4.Techniques de caractérisation des fibres	29
II.4.1.Caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier(FT-IR).....	29
II.4.2.Caractérisation par analyse thermogravimétrique ATG/DTG.....	31

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1.Introduction	33
III.2.Composition chimique des trois fibres	33

III.3.Caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier(FT-IR).....	34
III.4.Caractérisation par analyse thermogravimétrique ATG/DTG.....	36
III.4.1.Themrmogramme ATG des fibres : ND, CNA et GO.....	36
III.4.2.Thermogramme DTG des fibres : ND, CNA et GO.....	37
Conclusion générale	39



INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

De nos jours, la nécessité de préserver l'environnement et d'économiser l'énergie est devenue plus que nécessaire, elle est vitale. En effet, le réchauffement climatique ou le dérèglement climatique et la pollution constituent des éléments qui peuvent compromettre l'avenir des futures générations. C'est pour ce danger que les scientifiques ont donné de l'intérêt à trouver des énergies propres, des méthodes et procédés divers et des matériaux respectueux de l'environnement [1].

Depuis la prise de conscience écologique mondiale, la science et l'industrie s'intéressent au nouveau biomatériau comme la cellulose, l'incorporation de celle-ci dans un mélange des polymères par exemple améliore les propriétés de la matrice et par la même valoriser des déchets cellulosique et polymériques [2].

Les fibres végétales peuvent permettre aux industries des matériaux de réduire leur dépendance vis-à-vis du pétrole, grâce à leurs propriétés mécaniques, leur faible densité, leur résistance thermique, leurs propriétés de surface, et leur biodégradabilité [3].

L'Algérie est parmi les pays qui disposent d'extraordinaires ressources en fibres végétales (palmier, Alfa Abaca, Chanvre, Cotton, grignon d'olive ...etc), malheureusement, leur valorisation dans les domaines pratiques est encore peu exploitée.

L'objectif de ce mémoire est l'étude de la composition chimique des fibres ligno-cellulosiques qui sont : Noyaux de dattes, Grignons d'olives et Coques de noix d'Arganier, et la comparaison entre ces fibres par rapport aux taux de cellulose, d'hémicellulose, lignine, taux de matière minérale et taux d'humidité. Avec une étude de la caractérisation spectroscopique infrarouge a transformée de Fourier (FT-IR), et la caractérisation thermogravimétrique ATG/DTG.

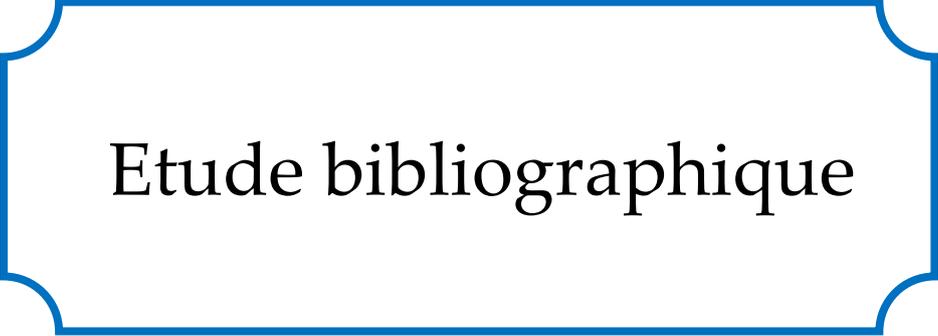
- Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique sur les fibres naturelles et particulièrement les fibres végétales (ligno-cellulosique), leurs définitions, classifications, structures, compositions chimiques, avantages et inconvénients et en fin leurs applications dans les différents domaines. Dans une autre part nous abordons nos

Introduction générale

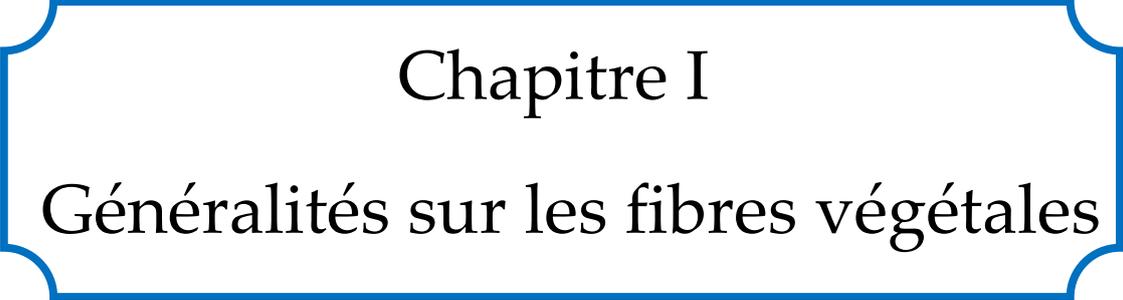
trois fibres utilisées dans ce travail, et nous nous sommes intéressés à leurs propriétés et leurs utilisations.

- Dans le deuxième chapitre on présentera les protocoles expérimentaux utilisés pour l'extraction des différents composants des fibres. Ainsi qu'une présentation des différentes méthodes de caractérisation (spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) et la thermogravimétrie ATG/DTG).
- Enfin, le dernier chapitre aborde l'ensemble des résultats obtenus et leurs discussions.

Nous terminerons ce travail par une conclusion générale.



Etude bibliographique



Chapitre I

Généralités sur les fibres végétales

CHAPITRE I

GENERALITES SUR LES FIBRES VEGETALES

I.1.INTRODUCTION

Depuis une dizaine d'années, les industries montrent un intérêt croissant pour les fibres naturelles. Ces fibres ne manquent pas d'atouts pour la fabrication de matériaux composites alliés aux polymères et trouvent de nouvelles applications dans la plasturgie, le bâtiment et dans l'automobile.

Ce chapitre présente une recherche bibliographique sur les fibres naturelles, précisément les fibres végétales, leurs classifications, structures et compositions chimique, propriétés physiques et mécaniques et leurs applications.

De nos jours, plusieurs types de ces fibres végétales sont utilisés dans différents domaines tels que les grignons d'olives, les noyaux de dattes et les coques des noix d'arganier.

I.2. DEFINITION DES FIBRES NATURELLES

Le terme « fibre naturelle » comprend plusieurs types de fibres qui se différencient en fonction de l'origine de la fibre. Ainsi, une fibre naturelle peut-être d'origine végétale comme le lin, animale comme la soie ou encore minérale comme l'amiante [4].

I.3.CLASSIFICATION DES FIBRES NATURELLES

La plupart des fibres naturelles sont d'origine végétale, animale ou minérale.

- Végétale : extraite de plantes, de fruits et d'arbres comme le coton, le lin, le jute, le chanvre, etc.
- Animale : extraites de poils d'animaux comme le mouton, la chèvre, le lama,... etc.
- Minérale : on trouve dans la nature des minéraux dont la texture fibreuse s'agit d'une matière toxique, comme l'amiante [4].

La figure I.1 montre les trois classes des fibres naturelles.

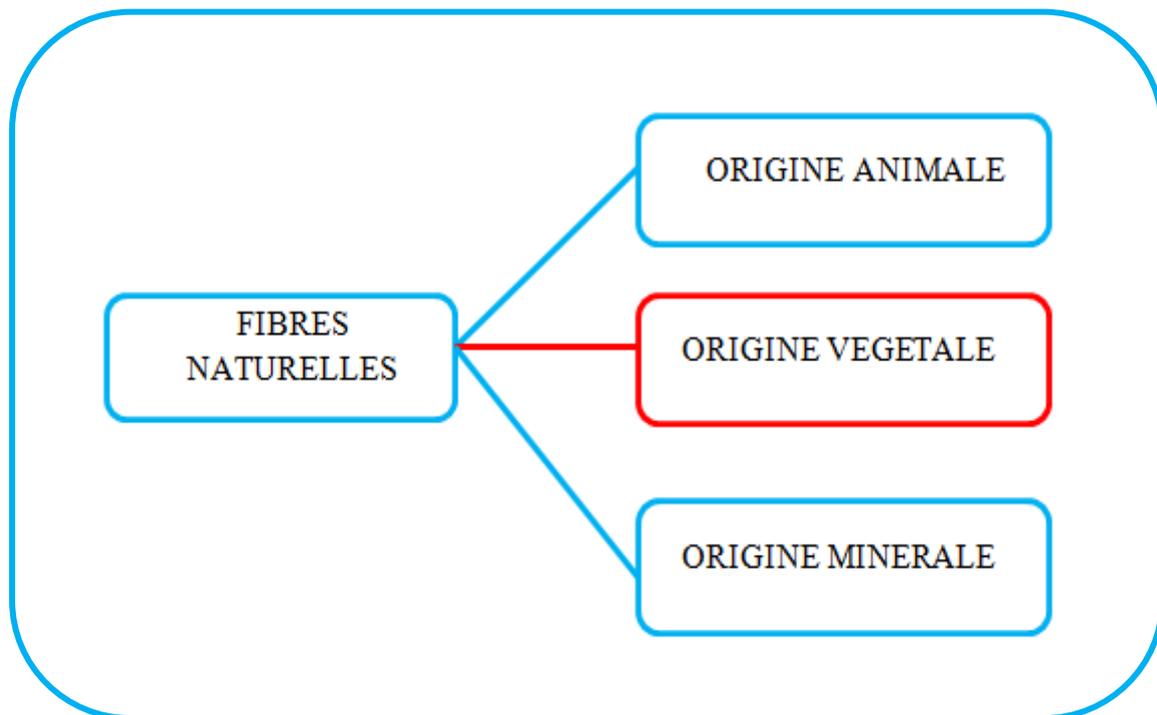


Figure I.1 : Classification des fibres naturelles

I.4. FIBRES VEGETALES

I.4.1.DEFINITION D'UNE FIBRE VEGETALE :

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 [5].

I.4.2. CLASSIFICATION DES FIBRES VEGETALES

Les fibres végétales sont divisées en quatre groupes suivant leur provenance à s'avoir : les fibres de feuille, de tiges, de bois et de surface [6].

Elles sont représentées sur la figure I.2.

- **Fibres de feuilles** : ces fibres sont obtenues grâce au rejet des plantes monocotylédones. Les fibres sont fabriquées par chevauchement de paquet qui entoure le long des feuilles pour les renforcer, ces fibres sont dures et rigides les types de fibres de feuilles les plus cultivées sont les fibres de sisal et d'abaca.

- **Fibres de tiges :** les fibres de tiges proviennent des tiges des plantes dicotylédones. Leur fonction est de donner une bonne rigidité aux tiges de plantes. Elles sont commercialisées sous forme de paquet de cor et en toute longueur. Les fibres de tige les plus utilisées sont les fibres de jute, lin, ramie, kénaf et de chanvre.
- **Fibres de bois :** Les fibres de bois proviennent du broyage des arbres tels que les bambous ou les roseaux. Elles sont généralement courtes.
- **Fibres de surfaces :** les fibres de surfaces entourent généralement la surface de la tige, fruits ou de grains. Les fibres de surfaces de grains constituent le groupe le plus important dans cette famille de fibres. Nous citons entre autre le coton et la noix de coco.

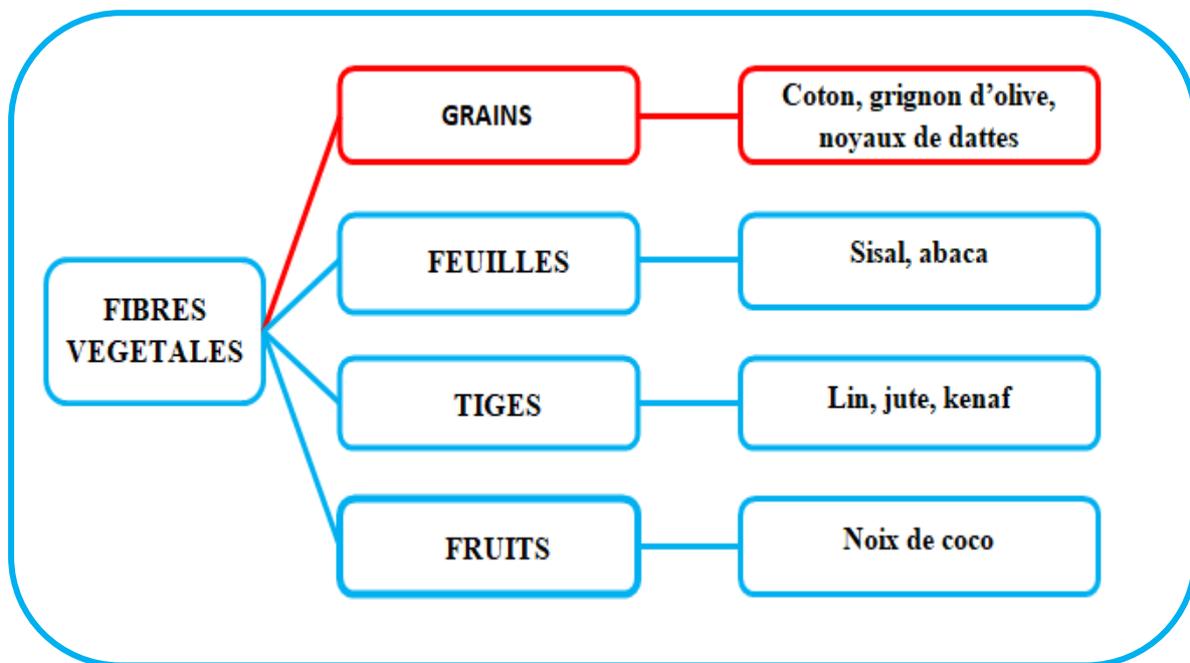


Figure I.2 : Classification des fibres végétales

I.4.3. STRUCTURE GENERALE D'UNE FIBRE VEGETALE

Une fibre végétale unique ou élémentaire est une cellule unique typiquement d'une longueur de 1 à 50 mm et d'un diamètre d'environ 10-50 μm [7].

A l'échelle macroscopique, les fibres cellulosiques ont toutes une paroi cellulaire composée de plusieurs couches. Cependant uniquement trois d'entre elles ont été identifiées

par microscopie électronique, Les fibres végétales sont comme des tubes microscopiques, c'est-à-dire des parois cellulaires entourant un vide appelé lumen central qui contribue au comportement d'absorption d'eau des fibres végétales.

La représentation schématique de la structure fine d'une fibre ligno-cellulosique est présentée sur la figure I.3. La fibre se compose de plusieurs parois cellulaires qui sont formées à partir d'une microfibre de cellulose, semi-cristalline de renforcement orienté, semé dans une matrice hémicellulosique-lignine de composition variable. Les parois cellulaires sont divisées en deux sections, la paroi cellulaire primaire mince (notée P ayant une épaisseur généralement comprise entre $0,1\mu\text{m}$ et $0,5\mu\text{m}$) et secondaire épaisse qui représente généralement 80 % de la section de la fibre. La paroi cellulaire primaire contenant un réseau régulier de microfibrilles de cellulose, qui sont étroitement emballées. La paroi secondaire est composée de trois couches distinctes et éloignées S1 (couche externe $0,5\mu\text{m}$ à $2\mu\text{m}$ d'épaisseur), S2 (couche intermédiaire $5\mu\text{m}$ à $10\mu\text{m}$ d'épaisseur) et S3 (couche interne $0,5\mu\text{m}$ à $1\mu\text{m}$ d'épaisseur). La couche S2 est la plus épaisse et la plus importante qui détermine les propriétés mécaniques.

En fait, elle possède une série de microfibrilles cellulaires enroulées en hélice, créées à partir de molécules de cellulose à longue chaîne. Elles sont composées de 30 à 100 molécules de cellulose avec un diamètre compris entre 10 et 30 nm [8]. Les microfibrilles de cellulose font un angle avec l'axe de la fibre appelé angle microfibrillaire.

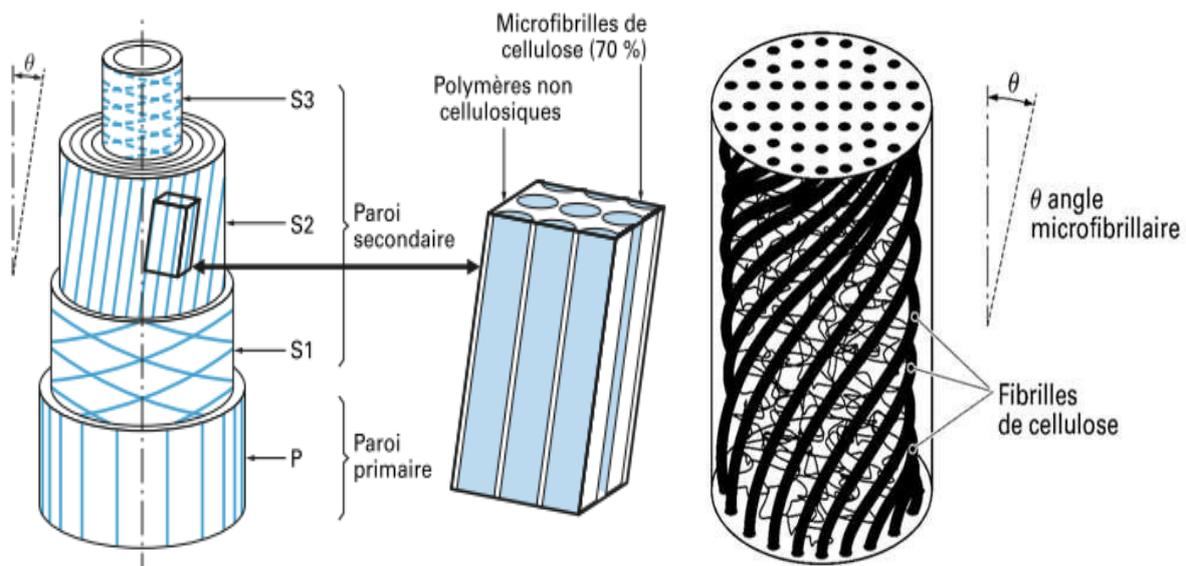


Figure I.3 : Schématisation de la structure fine d'une fibre ligno-cellulosique [9].

La figure I.4, montre la disposition de fibrilles, de micro fibrilles et de cellulose dans les parois cellulaires d'une fibre végétale. Les microfibrilles sont hélicoïdalement organisées le long de l'axe des fibres et forment finalement des couches annulaires dans la section transversale de la fibre [10]. Les molécules d'hémicellulose dans une paroi cellulaire sont liées par l'hydrogène à la cellulose et agissent comme une matrice de cimentation entre les microfibrilles de cellulose. Cela forme un réseau cellulose/hémicellulose qui est considéré comme le principal composant structural des cellules fibreuses. D'autre part, les lignines hydrophobes agissent comme un ciment et augmente la rigidité du composite cellulose/hémicellulose. Les propriétés mécaniques de la fibre dépendent de la teneur en cellulose, de l'angle de microfibre et du degré de polymérisation. L'angle spiral ou l'angle de microfibre diffère selon le type de la fibre végétale. Le degré de polymérisation dépend également de la partie de la plante à partir de laquelle la fibre est obtenue [11].

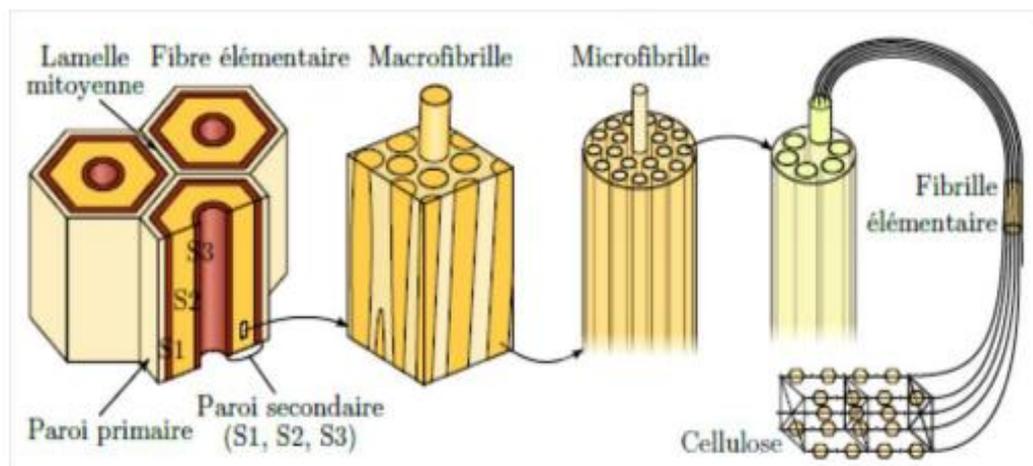


Figure I.4 : Disposition de fibrilles, de micro-fibrilles et de cellulose dans les parois cellulaires d'une fibre végétale [4].

I.4.4.COMPOSITION CHIMIQUE D'UNE FIBRE VEGETALE

Les fibres végétales sont principalement constituées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Elles contiennent également en faibles quantités des protéines extractibles et des composés inorganiques.

Chaque fibre apparaît comme un matériau composite multicouche dans lequel la lignine et l'hémicellulose servent de matrice à la cellulose, qui est une structure rigide [12].

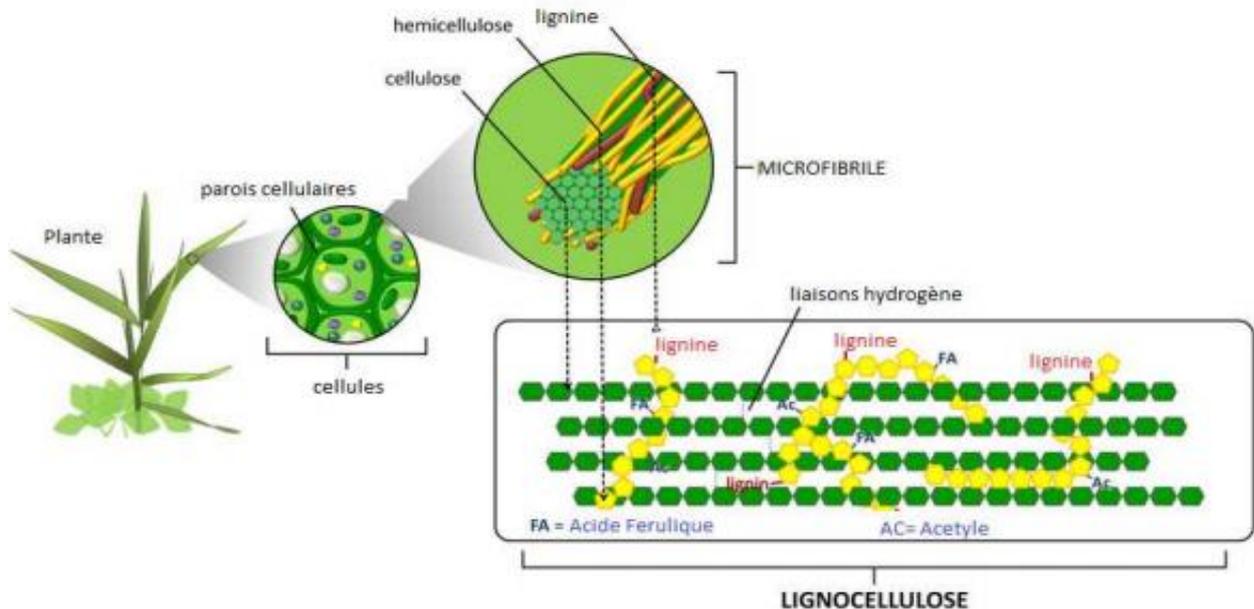


Figure I.5 : Composition d'une fibre végétale [13].

a). Cellulose :

La cellulose est la molécule organique la plus abondante sur la terre. Ce homopolymère naturel est le constituant principal de la paroi cellulaire de nombreux végétaux, notamment les plantes et les arbres. La teneur en cellulose est de 15 % à 99 %. C'est une source de matière première utile à la production de biomatériaux [14].

La cellulose est un des composants polysaccharidiques des parois des cellulaires végétales de formule empirique $(C_6H_{10}O_5)_n$. La cellulose est le constituant principal des fibres naturelles. On le trouve abondamment dans le bois, le coton et d'autres matériaux fibreux, ce qui en fait le matériau organique le plus abondant sur terre représentant plus de 50% de la biomasse. La cellulose est un polymère linéaire à base de monomère de glucose lié entre eux par des liaisons β -(1→4) (Figure I.6) d'où son autre appellation poly (β -1,4-glucopyranosyl).

Le degré de polymérisation de la cellulose varie fortement selon son origine, mais elle varie généralement entre 300 et 1000 mais peut atteindre 15 000 molécules de glucoses par macromolécule. Sa masse molaire varie par conséquent entre 540 000 et 1 800 000g/mol [15].

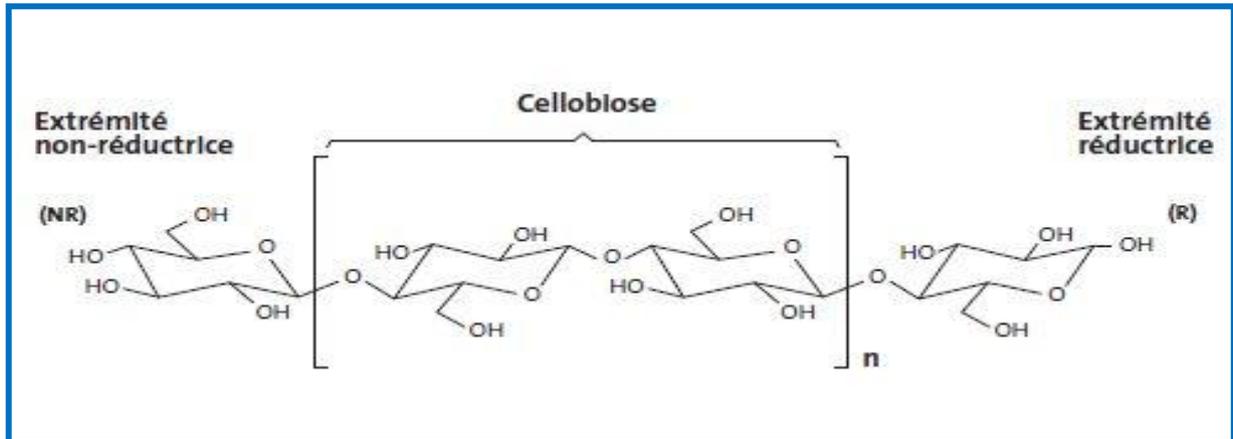


Figure I.6 : Représentation de la chaîne de cellulose

La structure moléculaire de la cellulose détermine ses propriétés caractéristiques : hydrophile, dégradable et réactivité chimique. Elle est également le siège d'un très grand nombre de liaisons hydrogènes qui lui confèrent une structure fibreuse partiellement cristalline. Par conséquent, les chaînes de cellulose peuvent être liées les unes aux autres. Elles constituent des microfibrilles de taille variable. Certaines régions de ces dernières sont hautement ordonnées (zones cristallines) tandis que d'autres le sont moins (zones amorphes) [15].

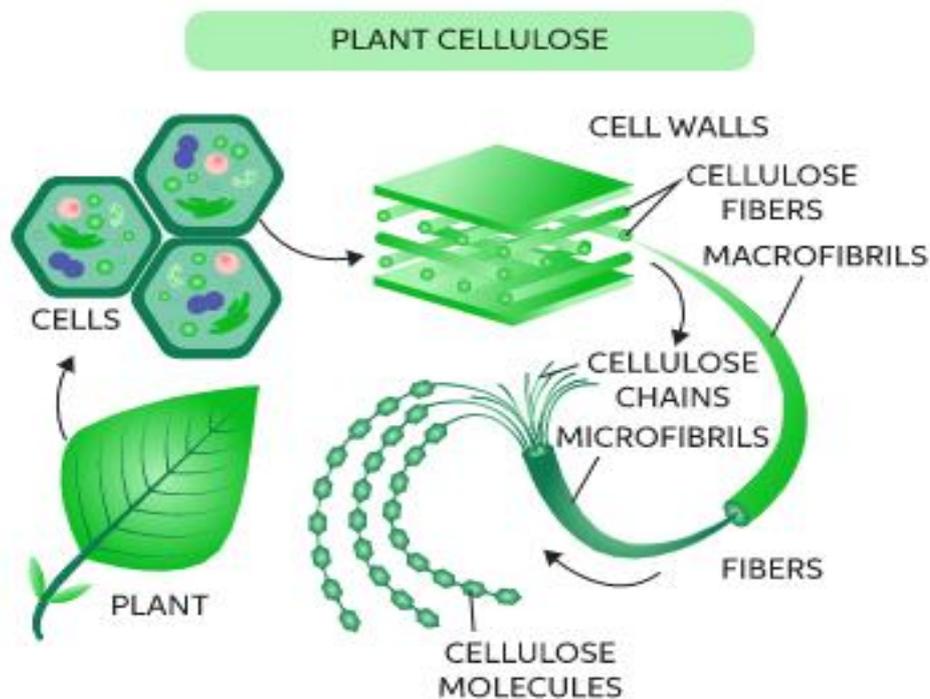


Figure I.7 : Structure de la microfibrille de cellulose [16]

b). Hémicellulose

L'hémicellulose n'est pas une forme de cellulose, comme son nom l'indique. Ce sont des polysaccharides composés d'une combinaison de 5 et 6 cycles carbonés.

L'hémicellulose forme la matrice porteuse des microfibrilles de cellulose, il diffère de la cellulose par trois aspects : d'abord, elle est constituée de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques alors que la cellulose ne contient que des unités 1,4- β -D-glucopyranose. Deuxièmement, elle présente un degré significatif de ramification latérale en raison de sa nature non cristalline. Enfin à l'état naturel, elle a un degré de polymérisation compris entre 50 et 300, tandis que celui de la cellulose native est 10-100 fois plus élevé. Elles sont hydrophiles et ont tendance à gonfler au contact de l'eau, ce qui les rend responsables de l'instabilité dimensionnelles [17].

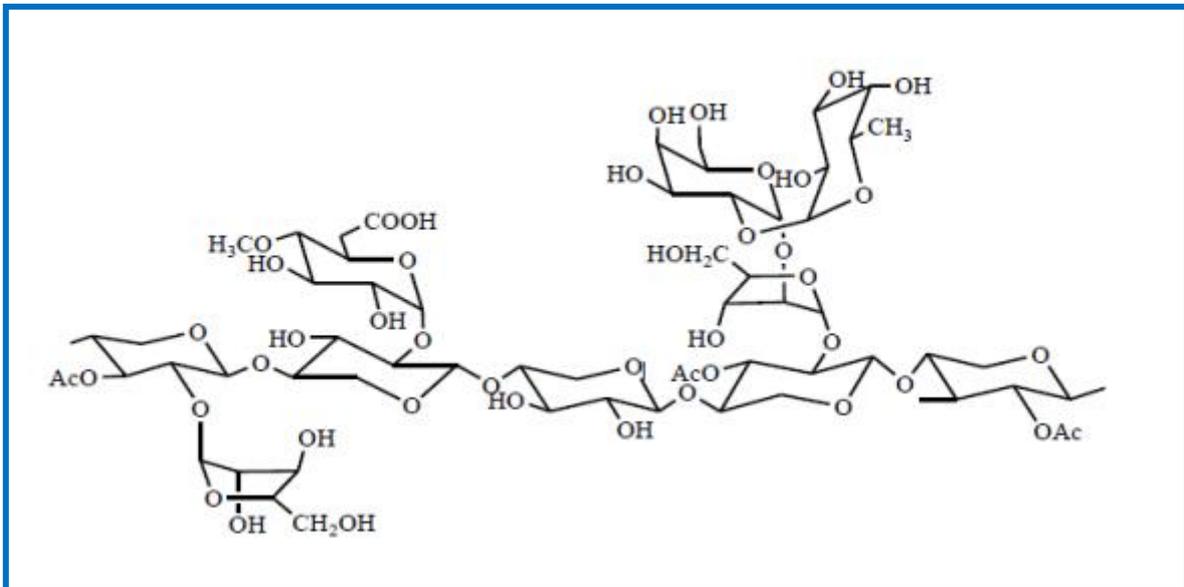


Figure I.8 : Structure moléculaire de l'hémicellulose [17].

c). Lignine :

La lignine est un copolymère tridimensionnel complexe constitué de composés aromatiques et aliphatiques de poids moléculaire très élevé. Elle est complètement amorphe et de nature hydrophobe.

Selon les espèces, le taux de lignine varie de 15 à 35%. Son rôle est de renforcer la paroi végétale. Il n'existe pas une structure unique de la lignine. Même au sein d'une espèce, la lignine peut présenter des différences. Cependant, une unité de base se retrouve au sein de

Chapitre I : Généralités sur les fibres végétales

la lignine peut être différente. Cependant, une unité de base se retrouve au sein de toutes les lignines : le phénylpropane. Les carbones du noyau aromatique sont numérotés de 1 à 6, et ceux de la chaîne propane sont appelés $C\alpha$, $C\beta$ et $C\gamma$ comme représenté sur l'unité I de la Figure I.9. Il existe trois motifs différents de phénylpropane : le motif guaiacyle (G), le motif syringyle (S) et le motif p-hydroxyphényle (H) [18].

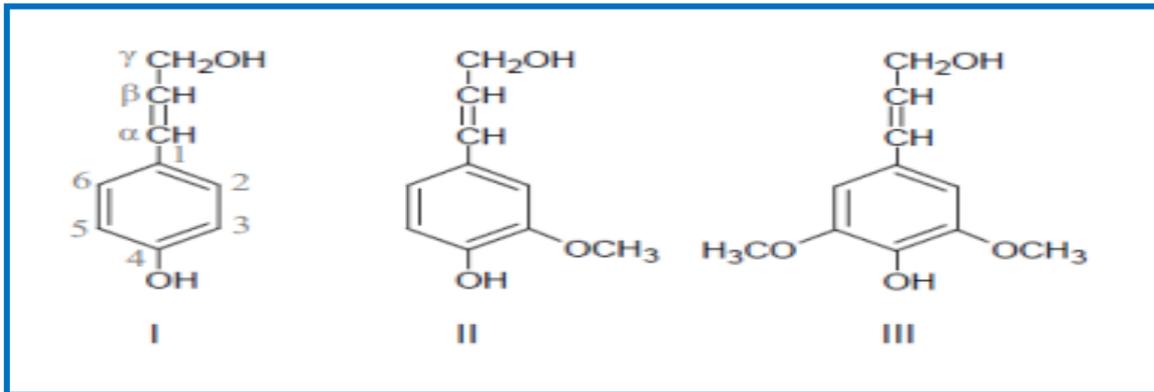


Figure I.9 : Composés phénylpropanes, principaux constituants de la lignine (I : motif H, II : motif G, III : motif S) [18].

Les molécules de lignine sont formées par l'association de plusieurs de ces motifs. Elles sont souvent très ramifiées et donc très complexes. Les liaisons formées entre ces motifs sont principalement des liaisons éthers représentant 60 à 70% des liaisons entre les unités phénylpropanes, la plus fréquente étant la liaison β -O-4. Mais d'autres types de liaisons existent, comme les liaisons α -O-4 ou les liaisons C-C. Concernant ces dernières, il s'agit principalement de liaisons 5-5, β -5 ou β - β' [18].

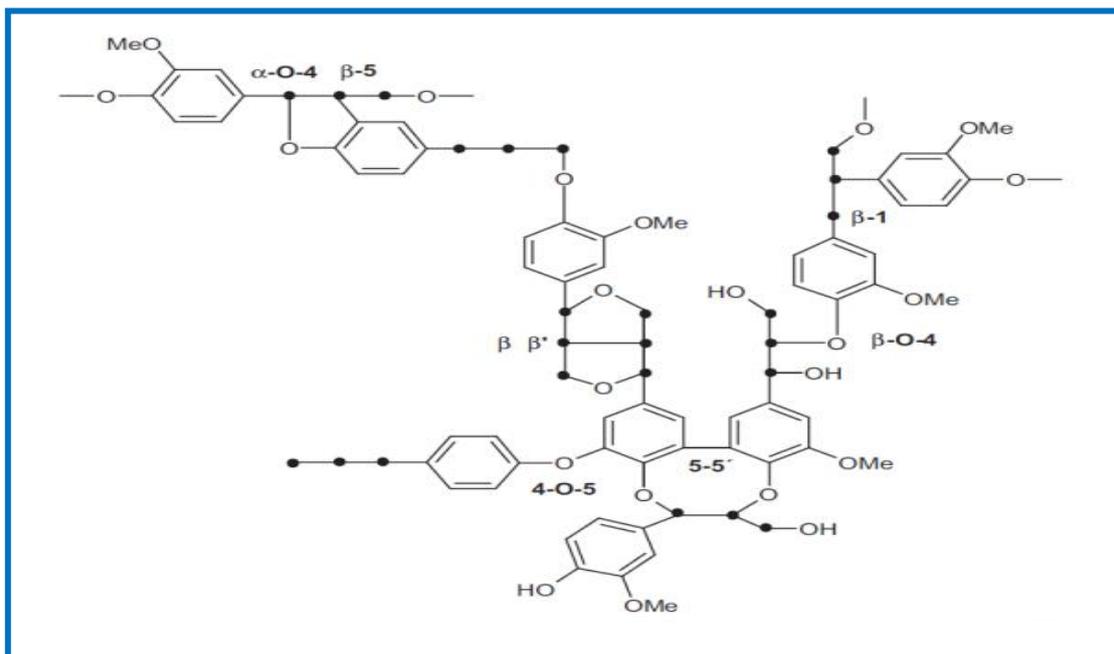


Figure I.10 : Différents types de liaisons se retrouvant dans la lignine [18].

d). Protéines et les extractibles

Les protéines sont des polymères d'acides aminés y compris des enzymes et les toxines. Souvent, la quantité des protéines est considérée comme étant une partie du contenu de la lignine puisque les deux sont séparées par la même procédure.

Les extractibles représentent en général entre 0,3 et 3% de la masse des fibres naturelles. Ils constituent les membranes cellulaires telles que les graisses, les acides gras, les alcools gras, les terpènes, les stéroïdes, les résines et les cires. Ils peuvent être des monomères, des dimères et polymères [19].

e). Inorganiques

La quantité de matière inorganique peut être connue d'après la quantité de cendres obtenue après la dégradation des fibres à une température de 575 ± 25 °C sous air. Ce sont des sels minéraux et d'autres matières inorganiques. Dans les plantes qui contiennent beaucoup de silice, leur teneur est généralement élevée [20]. Les fibres de lin, kénaf, coton et sisal sont pauvres en inorganiques (entre 0,8 et 5 % en masse), tandis que la teneur en minéraux des différentes variétés de miscanthus est comprise entre 2 et 6 % [21].

I.4.5. REPARTITIONS GEOGRAPHIQUES DES FIBRES VEGETALES

a). Dans le monde :

La production mondiale annuelle de fibres végétales est actuellement de l'ordre de 6 200 Kt hors coton (22 600 Kt) et bois [22].

Elles varient évidemment en fonction du climat. Par exemple, nous avons trouvé du sisal en Amérique du Sud, du jute en Inde, du kénaf en Chine, du lin et du chanvre en Europe.

La France est le principal producteur de lin. Elle représente plus de 80% de la production européenne, suivie de la Belgique et des Pays-Bas. La douceur du climat normand est propice à la croissance du lin, et constitue le premier bassin de production de cette plante, comme le montre la Figure I.11 [22].

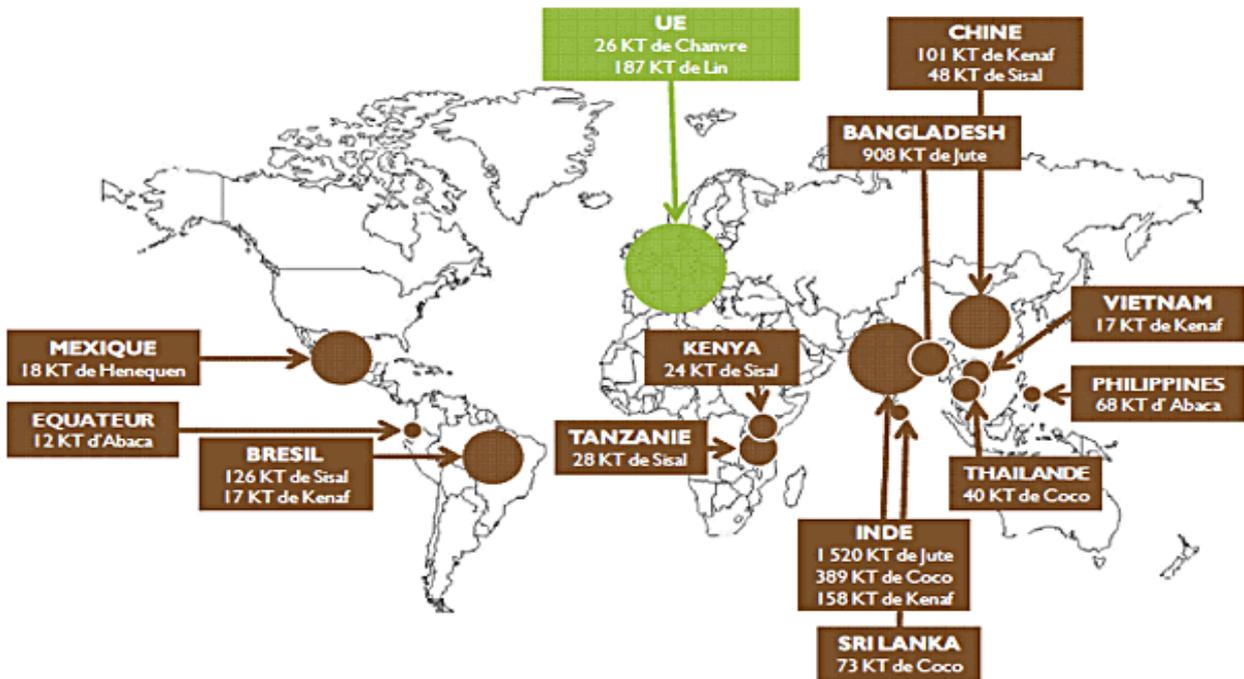


Figure I.11 : Répartition de la production mondiale de fibres végétales hors coton et bois [22].

b). En Algérie

L'Algérie possède une quantité importante de fibres végétales non valorisées qui peuvent être largement utilisées comme une ressource potentielle. Les fibres végétales sont réparties dans tout le pays et leur répartition dans les zones côtières est bien plus importante que dans les zones intérieures, comme le montre clairement la Figure I.12.

L'utilisation privilégiée de ces fibres végétales pour concevoir des bio-composites peut réduire les impacts sur l'environnement et contribuer au développement des activités économique [23].

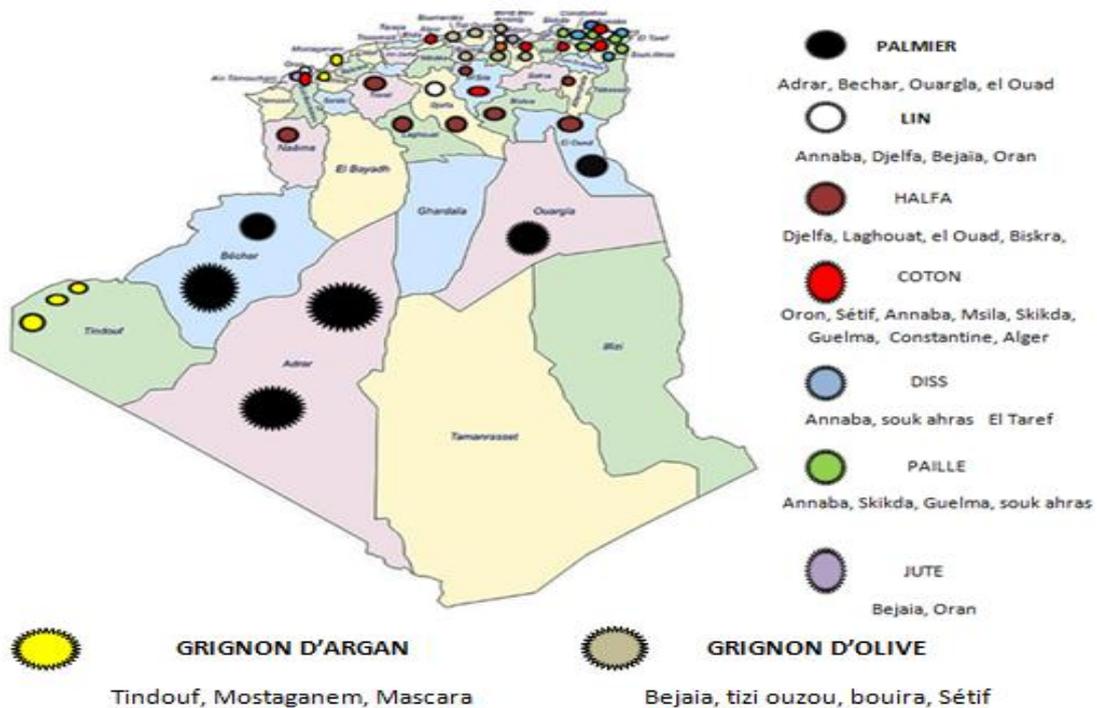


Figure I.12 : Différents gisement de fibres végétales en Algérie [23].

I.4.6.METHODES D'EXTRACTION DES FIBRES VEGETALES :

Le processus de séparation ou d'extraction de la fibre a un impact majeur sur le rendement en fibre et la qualité finale de la fibre. Il affecte la structure, la composition chimique et les propriétés des fibres [23]. Les procédures peuvent être divisées en procédés de séparation suivant :

a).Procédés d'extraction mécanique :

L'extraction mécanique consiste à faire passer des matériaux fibreux dans une ou plusieurs machines pour détruire la matière non cellulosique et dégrader les fibres. Les matières premières utilisées dans ce procédé, doivent être sèches ou légèrement rouie [24].

b).Procédés d'extraction chimique :

L'extraction chimique des fibres végétales consiste à traiter la matière fibreuse dans une solution contenant un ou plusieurs agents chimiques dans des conditions bien définies. L'extraction consiste à dissoudre la lignine, l'hémicellulose et toutes autres matières

extractibles qui lient les fibres les unes aux autres. Plusieurs produits chimiques peuvent être utilisés pour cet effet qui constitue des solvants pour les matières liantes des fibres dans les plantes [23].

c). Procédés d'extraction biologique :

Le traitement biologique consiste à dégrader la matière liante de la fibre à l'aide des microorganismes qui se développent dans le milieu du traitement (bain de rouissage) ou bien en utilisant des enzymes qui activent la dégradation de ces matières (traitement enzymatique) [25].

d). Procédés d'extraction combinés :

Autres que les méthodes d'extraction simples, il existe également des processus d'extractions combinées qui nécessitent une succession des traitements [23].

I.4.7. PROPRIÉTÉS DES FIBRES VÉGÉTALES

a). Propriétés physiques des fibres végétales :

Les fibres végétales sont caractérisées physiquement par leur longueur, leur diamètre, et leur densité.

Fibre	Longueur (mm)		Diamètre (μm)		L/d
	Intervalle	Valeur	Intervalle	Valeur	
Lin	4-80	33	5-76	19	1500
Jute	0,8-6	3	15-25	20	150
Chanvre	5-55	25	10-51	25	1000
Ramie	40-250	120	16-126	50	2400
Coton	15-56	18	12-25	20	900
Noix de coco	0,3-1	0,7	12-24	20	350

Tableau I.1 : Caractéristiques géométriques de quelques fibres végétales [26].

La variabilité des paramètres géométriques tels que la longueur et le diamètre des fibres végétales et leur compositions chimiques s'explique de la même, c'est-à-dire qu'ils sont

affectés par une variété de facteurs sur leur développement agricole et aussi sur leur transformation industriel [26].

b). Propriétés mécaniques des fibres végétales :

Les propriétés mécaniques des fibres végétales sont déterminées par les caractéristiques intrinsèques de ces fibres (composition chimique, cellulose, hémicellulose, lignine et pectines, structure de la fibre section, porosité, angle micro-fibrillaire, facteur de forme, rapport longueur/diamètre, etc...), par des caractéristiques anthropiques ou par des caractéristiques indépendantes et variables (taux d'humidité, localisation des fibres dans la tige, défauts naturels, conditions de croissance, etc...). Les propriétés mécaniques tel que le module de Young (GPa), contrainte à la rupture (MPa), l'allongement à la rupture (%), et les sources sont influencées par de nombreux facteurs, notamment l'origine et la variété, la croissance et la récolte des plantes [27].

I.4.8. AVANTAGES ET INCONVENIENTS DES FIBRES VEGETALES

AVANTAGES	INCONVENIENTS
Faible coût.	Absorption d'eau.
Biodégradabilité.	Faible stabilité dimensionnelle.
Neutre pour l'émission de CO₂.	Mauvaise tenue en vieillissement.
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres.	Faible tenue thermique (200 à 230 °C max).
Pas de résidus après incinération.	Fibres anisotropes.
Ressource renouvelable.	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo...
Demande peu d'énergie pour être produite.	Pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock.
Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité).	Renfort discontinu.
Bonne isolation thermique et acoustique.	--
Non abrasif pour les outillages.	--

Tableau I.2 : Avantages et inconvénients des fibres végétales [28].

I.4.9. APPLICATIONS DES FIBRES VEGETALES

Les ligno-cellulosiques sont utilisés pour diverses applications, en fonction de leur compositions et de leurs propriétés physiques.

❖ Dans l'automobile :

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

Les principales applications sont les suivantes: garnissage des coffres, revêtements pour plancher, revêtement pour paroi intérieur (habillage des toits d'habitacle par la technique de contre collage/compression), revêtement pour avant et arrière, revêtement pour passage de roue, revêtements de garnissage pour plage arrière, habillage de sièges, garnitures, housse, rembourrages en mousse, filtre à huile (pour la transmission), moquette de garnissage des panneaux de portières, capitonnage des panneaux de portières routières et ferroviaires, tableaux de bord (injection de granulés) [29].

❖ En construction :

Les fibres végétales sont utilisées comme renfort de matériaux, notamment d'isolation, de produits en ciment [29].

❖ Dans l'aéronautique

Un projet de coque de siège d'avion en composite lin a été exposé au salon JEC composites à Paris en 2014, qui présente de nombreux avantages pour l'industrie aéronautique. En effet, la coque de siège en panneaux de fibres de lin est plus légère que son équivalente en fibre de verre.

❖ Autres applications :

Les palettes, le mobilier (table de camping Lafuma ou chaise IKEA), et FUTURAMAT, une société Française qui produit des pièces techniques en résine thermoplastique

Chapitre I : Généralités sur les fibres végétales

renforcée par des fibres de bois (ainsi que des matériaux biodégradables à base de farines céréalières) [30].

Les figures ci-dessous représentent certains domaines d'application des fibres végétales.



Automobile



Construction (isolation)



Aéronautique

Figure I.13 : Différents domaines d'application des fibres végétales

Nos fibres :

1. NOYAUX DE DATTES (ND)

Les noyaux de palmier dattier sont des déchets de nombreuses industries de transformation, ils sont dans la plupart des pays producteurs de dattes jetés ou partiellement mélangé à l'alimentation animale, Leur valorisations dans l'alimentation humaine reste très faiblement explorée en dehors de quelques applications traditionnelles [31].

Les noyaux de dattes (ou grains) sont de forme allongée et de tailles variables. Leur poids moyen est environ d'un gramme, ils représentent 7 à 30 % du poids de la datte. Le noyau de datte, enveloppé dans l'endocarpe membraneux, est constitué d'un albumen corné d'une consistance dure protégé par une enveloppe cellulosique [32].

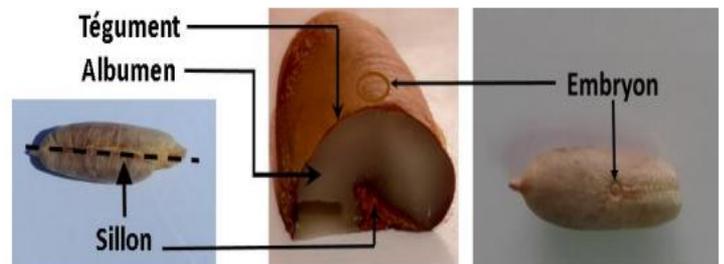


Figure I.14 : Noyau de datte

L'Algérie est le troisième producteur mondial de dattes, compte d'ailleurs plus de 1000 variétés de ce fruit dont une centaine, rien que dans la wilaya de Biskra [33]. Ce qui résulte un taux important de noyaux, cette fibre végétale peut donc être exploitée dans plusieurs domaines industriels, le taux de production des dattes en Algérie est représenté sur la Figure I.15.

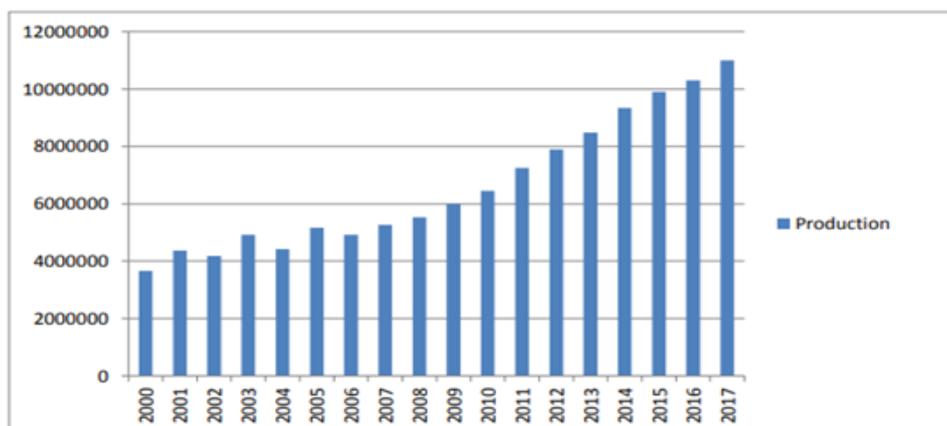


Figure I.15 : Production de dattes en Algérie entre 2000 et 2017 en Kg [34]

❖ Propriétés :

- Vu leur richesse en antioxydants, les ND ont des propriétés anti-oxydantes et anti radicalaires, ils aident à protéger le corps contre les dommages dus au stress oxydatif [35].
- Dans le domaine des bio-composites les chercheurs ont examiné les propriétés rhéologiques des biocomposites à base de farine de noyaux de dates et deux types de biopolyesters le PLA et le PBAT. Il a été démontré d'une part, que le comportement rhéologique des biocomposites étudiés est dominé par un comportement visqueux et d'autre part que le module de conservation et celui de perte augmentent en fonction du taux de charges présent dans le mélanges en passant de 0 à 40 % m. Dans les cas des biocomposites à base PLA et à des taux de charges élevés (30 et 40%) ces modules sont significativement plus importants pour que les autres mélanges. Les auteurs ont expliqué ce phénomène par la présence d'agrégats de charges, ce qui a été confirmé par les clichés du MET ainsi que par l'absence d'interactions entre la matrice PLA et la farine de noyaux de dates [36].

❖ Utilisation :

- De nombreux travaux de recherche consacrés à la valorisation des noyaux de dattes sous forme d'acide acétique, de charbon actif, alimentation de bétail , crème cosmétique à base de noyaux de dattes.

1. GRIGNON D'OLIVE (GO)

Les grignons sont les résidus solides issus de la première pression de l'olive. Ils sont formés de la pulpe et noyaux d'olives. Le poids de grignons représente environ un tiers du poids des olives fraîches triturées. Ces déchets contiennent en moyenne 28,5% d'eau, 41,5% de coque, 21,5% de pulpe et 8,5% d'huile [37].



Figure I.16 : Grignon d'olive

Chapitre I : Généralités sur les fibres végétales

L'Algérie fait partie des principaux pays méditerranéens producteur d'huile d'olive. Les grignons d'olives sont un sous produit du processus d'extraction d'huile d'olive, cependant la production de l'huile d'olive est proportionnelle avec la quantité des grignons.

La quantité de grignon d'olive produit en Algérie en tonne est représentée sur la figure ci-dessous.

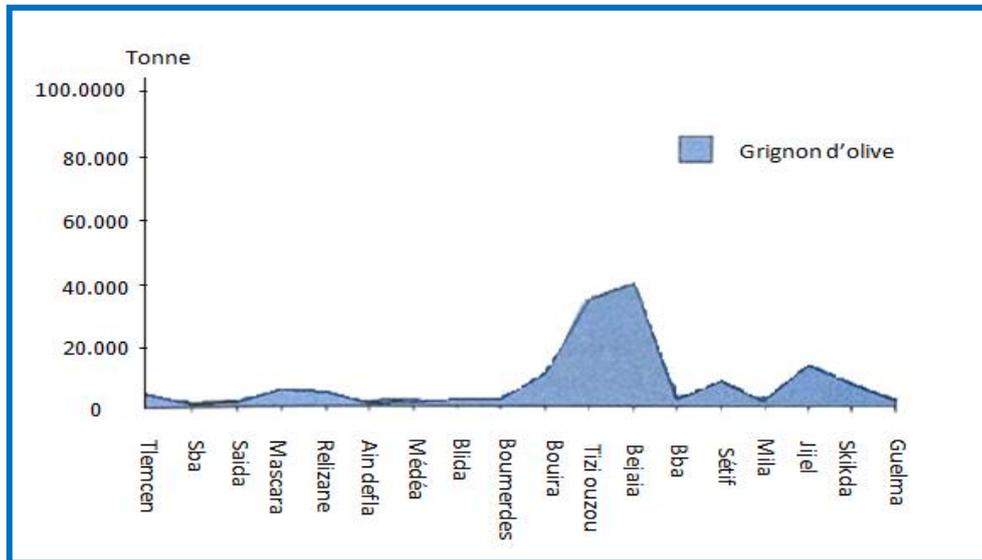


Figure I.17 : Quantité de grignon d'olive produit en Algérie en tonne [38].

❖ Propriétés :

- Dans les bio-composites la farine de grignon d'olive est un inhibiteur de dégradation thermique puisque il retarde la décomposition du composite [39].

❖ Utilisation :

- Utilisation des grignons d'olives pour la fertilisation des terres agricoles et l'amélioration de la productivité des cultures.
- incorporation comme charge dans la fabrication des bio-composites
- Utilisation des grignons dans les matériaux de construction : La réutilisation des grignons d'olives en tant que matière première dans l'industrie du bâtiment, permettra non seulement de réduire les déchets issus de l'industrie oléicole, mais aussi de compenser le coût des matières premières. Effectivement c'est un moyen écologique et durable toute en préservant les ressources naturelles.

2. COQUES DE NOIX D'ARGANIER (CNA) :

L'arganier est l'essence forestière essentielle du grand sud-ouest marocain et nord-ouest algérien. Il peuple l'essentiel de ses paysages arides aux brumes fréquentes et lui imprime une physionomie bien particulière.

La coque de noix d'arganier c'est la coque qui entour l'amande huileuse a l'intérieur du fruit d'arganier. Elle se caractérise par la présence d'hémicellulose avec des pourcentages variables (10%-30%), de la lignine et de la cellulose dans des pourcentages de 20% à 50% respectivement ce qui assure que la cellulose est le composé majeur dans les Bio-Renfort [40].



Figure I.18: Coques de noix d'arganier

Les coques de noix d'arganier (CNA) ont une section ovale traversée dans le sens de la longueur par une fente, de couleur brune, elles contiennent des petites fibres à leur face interne, et les CNA se caractérisent par des propriétés mécaniques spécifiques importantes telles que la rigidité et la résistance, ces propriétés donnent une grande valeur à cette matière en lui donnant un large accès à des nouvelles applications [40].

❖ Propriétés :

- Dans le domaine de bio-composites les CNA entraînent une amélioration cruciale dans l'ensemble des propriétés (structurales, thermiques, mécaniques et rhéologiques) la rigidité augmente et le caractère rigide des CNA influence sur le comportement des bio-composites[41].

❖ Utilisation :

- nanocharge pour le renforcement des nanocomposites.
- Gommage de visage : permet la libération de l'épiderme des cellules mortes.

CONCLUSION :

Dans cette étude bibliographique, nous nous sommes intéressés aux fibres végétales dans leur globalité, puis aux fibres GO, CNA et ND en particulier.

Ces dernières sont des ressources naturelles renouvelables, abondantes et locales en région. Leur production s'avère être moins polluante que celle des fibres synthétiques par exemple, ce qui en fait des renforts potentiels de choix pour les matériaux composites. De plus, ces fibres végétales se distinguent par des propriétés mécaniques spécifiques.

Cependant, elles présentent également quelques faiblesses telles qu'une mauvaise teneur à la chaleur, une forte sensibilité à l'humidité et une forte dispersion des caractéristiques physiques et des propriétés mécaniques.

Partie expérimentale

Chapitre II

Matériels et méthodes d'analyse

CHAPITRE II

MATERIELS ET METHODES D'ANALYSE

II.1.INTRODUCTION :

Ce chapitre est consacré à la présentation des matériaux et matériels utilisés dans le cadre de cette étude, ainsi l'ensemble des techniques et méthodes mise en œuvre pour la caractérisation des fibres et leurs compositions chimiques élaborées.

Dans un premier temps, nous présenterons les protocoles d'extraction des composants de nos fibres.

Dans un second temps, nous allons les caractériser par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) et par analyse thermogravimétrique ATG/DTG.

II.2.MATIERES PREMIERES UTILISEES :

Les fibres ont été broyées en utilisant un broyeur du type **ZM 200** avec un diamètre de broyage qui est inférieur à 100 μ m avec une vitesse de 600 tr/mn.



Noyaux de dattes

Noyaux de dattes concassés

Noyaux de dattes broyés

Figure II.1 : Différentes étapes de la préparation de la poudre des noyaux de dattes



Grignons d'olive



Grignons d'olive concassés



Grignons d'olive broyés

Figure II.2 : Différentes étapes de la préparation de la poudre des grignons d'olive



Coques de noix d'arganier(CNA)



CNA broyés

Figure II.3 : Différentes étapes de la préparation de la poudre des coques de noix d'arganier

II.3.COMPOSITION CHIMIQUE DES FIBRES :

❖ Elimination des extractibles :

a).Produits utilisés dans cette étape :

Produits	Formules chimiques	Masse molaire (g/mol)	Pureté (%)
Acétone	C ₃ H ₆ O	58.08	--
Ethanol	C ₂ H ₆ O	46.07	96

Tableau II.1 : Produits utilisés dans l'élimination des extractibles

b).mode opératoire :

Dégraisser la fibre obtenue par élimination dans un soxhlet en utilisant un mélange d'un solvant polaire et apolaire pendant 48h. Cette étape a pour but d'éliminer les extractibles, les cires, etc....).

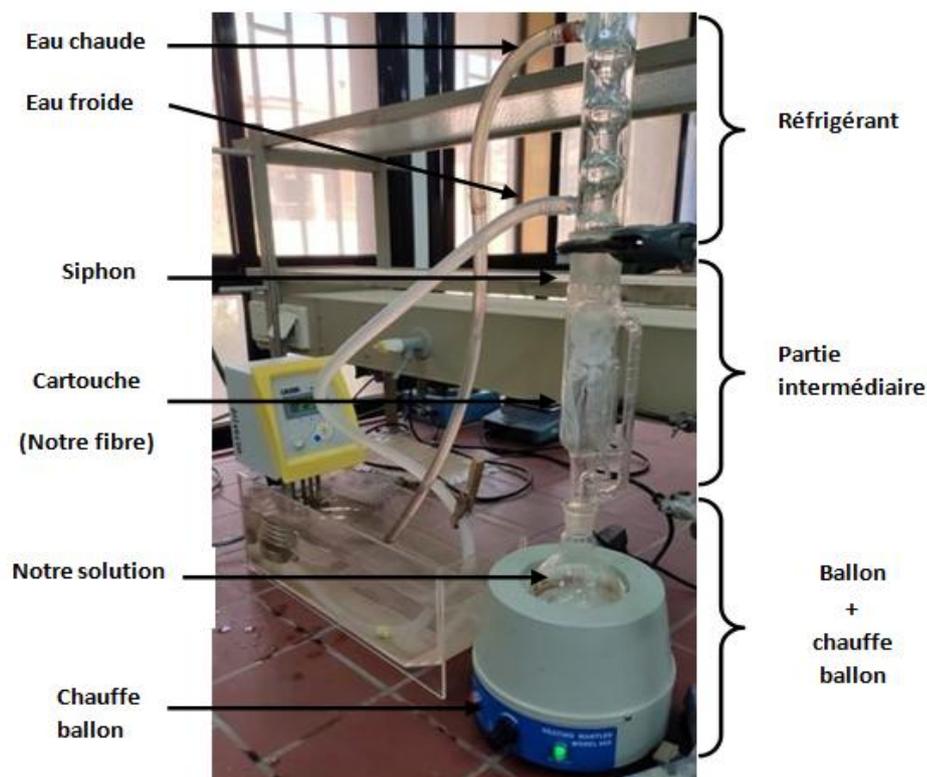


Figure II.4 : Présentation d'appareil d'élimination par la méthode de soxhlet

❖ **Elimination de l'hémicellulose**

a).Produits utilisés :

Produits	Formules chimiques	Masse molaire (g/mol)	Pureté (%)
Hydroxyde de sodium	NaOH	40	98

Tableau II.2 : Produits utilisés dans l'élimination de l'hémicellulose.

b).mode opératoire :

Dans un ballon on met une solution de NaOH (20%), on ajoute notre fibre, on le place dans un bain marie à 80°C pendant 2h de temps.



Figure II.5 : Montage d'élimination de l'hémicellulose

Elimination de la lignine :

a).Produits utilisés :

Produits	Formules chimiques	Masse molaire (g/mol)	Pureté (%)
Acide sulfurique	H_2SO_4	98,07	96-98
Acide acétique	CH_3COOH	60,05	99-100
Hydroxyde de sodium	NaOH	40	98
Chlorure de sodium	$NaCl_2$	106,44	98

Tableau II.3 : Produits utilisés dans l'élimination de la lignine

b).mode opératoire:

Le reste de la fibre séché a été introduit dans un ballon avec un ménage de solution composé de NaCl_2 , NaOH , H_2SO_4 et CH_3COOH , on la plonge dans un bain d'huile à 120°C pendant 2h de temps.

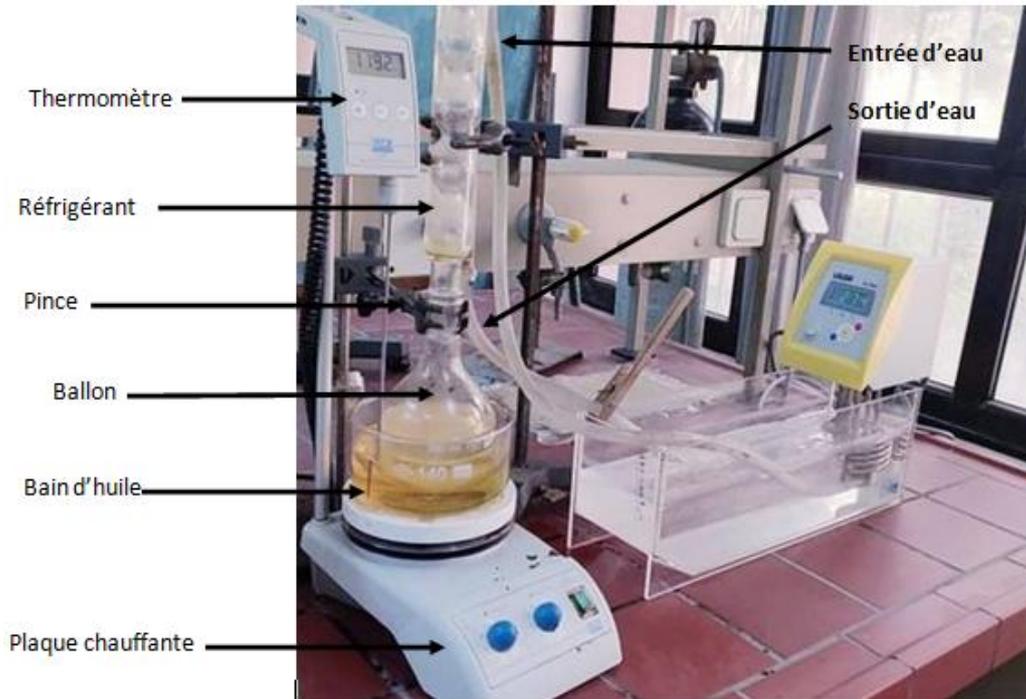


Figure II.6 : Montage d'élimination de la lignine

- Après 2h on retire notre ballon, on le filtre et on le rince dans un entonnoir Büchner, on récupère notre échantillon.

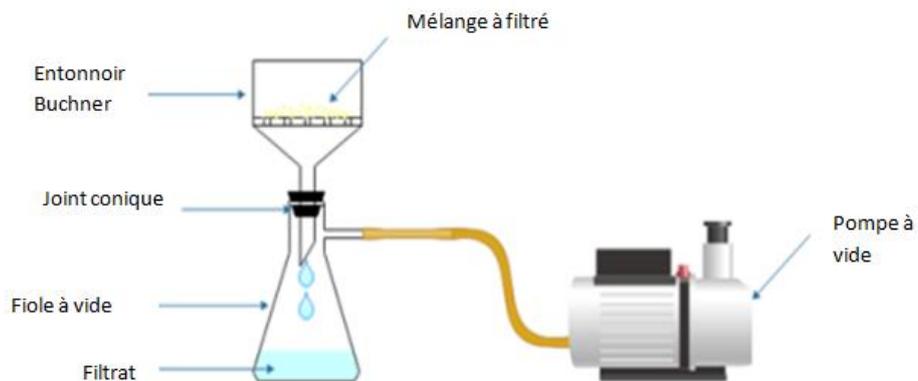


Figure II.7 : Montage de filtration sous vide

- Après séchage de l'échantillon on récupère notre résidu et on le pèse.

❖ Taux d'humidité (Th) :

La teneur en eau est l'un des paramètres importants à déterminer. Plusieurs méthodes ont été proposées, la plus simple étant celle de la perte de masse après passage à l'étuve à 105°C. On effectue une double pesée avant et après un passage d'une durée suffisante à l'étuve

Mode opératoire:

Peser la boîte pétrie vide ; noter sa masse p en g. Peser avec précision notre prise d'essai dans la boîte pétrie noter la masse exacte de l'échantillon en g; Placer l'échantillon dans l'étuve à 105°C ; après 48h faire sortir l'échantillon, le refroidir au dessiccateur, on pèse à nouveau la boîte; noter sa masse (g).

❖ Taux de matière minérale « TMM » :

Quantification de la composition minérale de l'échantillon par incinération dans un four à plus de 800°C.

II.4. TECHNIQUES DE CARACTERISATION DES FIBRES :

II.4.1. Caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) :

La spectroscopie FT-IR est l'une des méthodes les plus efficaces pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. En effet le rayonnement IR, excite des modes de vibration (déformation, élongation) spécifique de liaisons chimiques.

L'analyse a été faite à l'aide d'un spectromètre de type **SHIMADZU FTIR-8400 S** avec une résolution de 4 cm^{-1} .

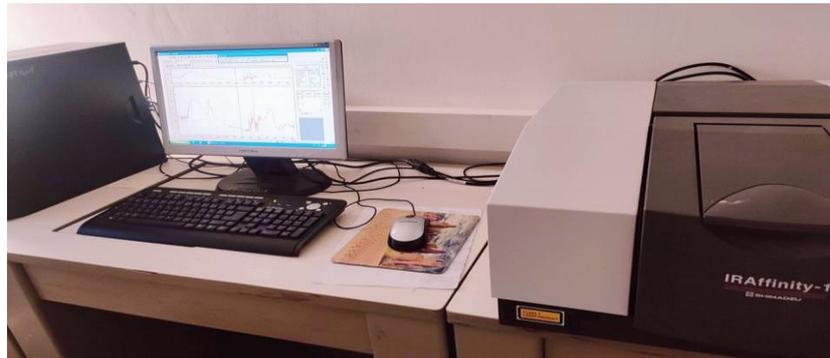


Figure II.8 : Photographie de l'appareil FT-IR utilisée

Mode opératoire :

Pour appliquer cette technique il est nécessaire de mélanger une petite quantité de la fibre broyée à un composé transparent dans le domaine spectral étudié (4000 cm^{-1} à 400 cm^{-1}) qui est le bromure de potassium (KBr).

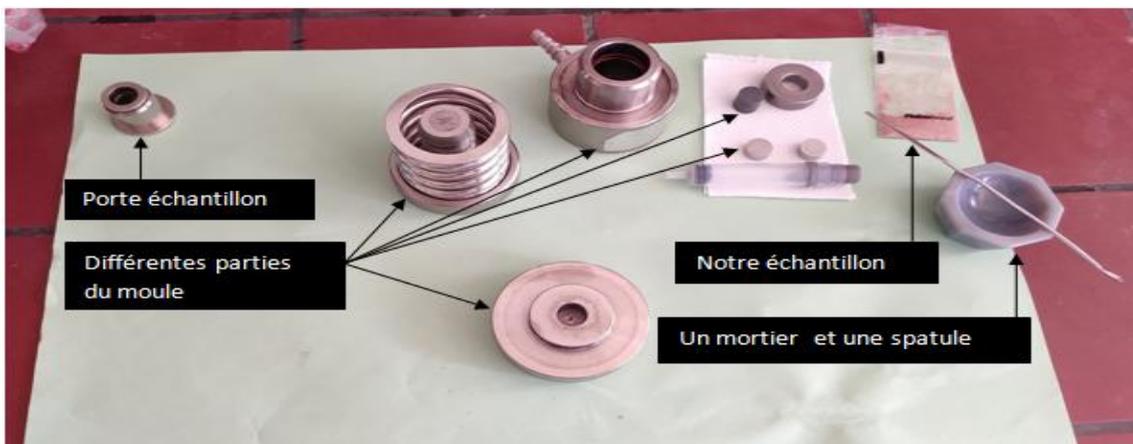


Figure II.9 : Préparation de la pastille fibre/KBr

Les échantillons à analyser sont préparé sous forme de pastilles en mélangeant 20% de la fibre avec 80% de KBr sous une pression de l'ordre de 80kN.



Figure II.10 : Montage de la presse hydraulique

A l'aide d'une spatule on enlève la pastille du moule et on la place dans un porte échantillon. Et le placé dans l'appareil de la spectroscopie infrarouge.

Produits utilisés :

Produits	Formules chimiques	Masse molaire (g/mol)	Pureté (%)
Bromure de potassium	KBr	119	99

Tableau II.4 : Produit utilisé pour l'analyse spectroscopique infrarouge

II.4.2. Caractérisation par Analyse thermogravimétrique ATG/DTG :

L'analyse thermogravimétrique est une méthode d'analyse quantitative utilisée pour mesurer de très faible variation de masse sous l'action d'un gradient de température. Différents gradients de température peuvent être utilisés pour observer les cinétiques de dégradation unique de chaque composant. Elle est utilisé pour évaluer la perte de quantité ou le changement de phase des matériaux lorsqu' il se décompose, se déshydrate ou s'oxyde. Elles renseignent également sur la stabilité thermique des [42].

Chapitre II : Matériels et méthodes d'analyse

Les analyses thermogravimétriques (ATG) sont réalisées à l'aide d'un appareil thermogravimétrique de type **SETARAM TG/DTA92**. Toutes les caractérisations sont menées sur des échantillons des composites avec une vitesse de montée en température °C/min, de 10°C à 700°C et sous atmosphère inerte (azote N₂). Cette méthode permet de déterminer la température de dégradation des matériaux et donc la stabilité thermique des composites.



Figure II.11 : Photographie de l'appareille de l'ATG utilisé

Chapitre III

Résultats et discussions

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSION

III.1.INTRODUCTION :

Dans ce dernier chapitre, nous présenterons les résultats d'analyses obtenus lors de notre travail.

Dans un premier temps nous allons faire une comparaison de la composition chimique des trois fibres (noyaux de dattes, coques de noix d'arganier, grignon d'olive).

Ensuite on procédera à l'analyse des échantillons par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR), suivi par l'analyse thermogravimétrique ATG/DTG.

III.2. COMPOSITION CHIMIQUE DES TROIS FIBRES :

Les résultats obtenus montrent que les trois fibres sont constituées de trois composants majoritaires : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Le reste de la composition comprend les extractibles, les hydrosolubles et les cendres.

La composition chimique des trois fibres a été déterminée au niveau du laboratoire de chimie organique, université de Bejaia. Les différents résultats sont représentés dans le tableau III.7.

Composition chimique	taux de la cellulose (%)	taux de l'hémicellulose (%)	Taux de la lignine (%)	Taux d'extractibles (%)	TMM(%)	Taux d'humidité (%)
Grignons d'olives	48	16	30	5,64	0,36	6,1
coques de noix d'arganier	34	26	30	3,15	6,85	8,58
Noyaux de dattes	5	50,2	37,9	5,8	1,1	9,86

Tableau III.7 : La composition chimique des trois fibres en %

La cellulose, l'hémicellulose et la lignine sont les trois constituants majoritaires dans toutes les fibres végétales.

Le taux de cellulose est plus élevé pour GO (48%) suivi du CNA (34%), tandis que dans les noyaux de dattes il est de l'ordre de 5%. Pour le taux de l'hémicellulose est trouvé plus élevé dans ND avec 50,2% par rapport à CNA (26%) et GO (16%). Pour la lignine, son pourcentage est de 37,9 % pour ND et 30% pour chacun des GO et CNA.

III.3.CARACTERISATION PAR SPECTROSCOPIE INFRAROUGE A TRANSFORMEE DE FOURIER (FT-IR)

La figure ci-dessous montre les spectres FT-IR de nos échantillons. Les spectres ont été enregistrés en transmittance. Cette technique permet de caractériser les groupements fonctionnels dans les fibres végétales étudiés.

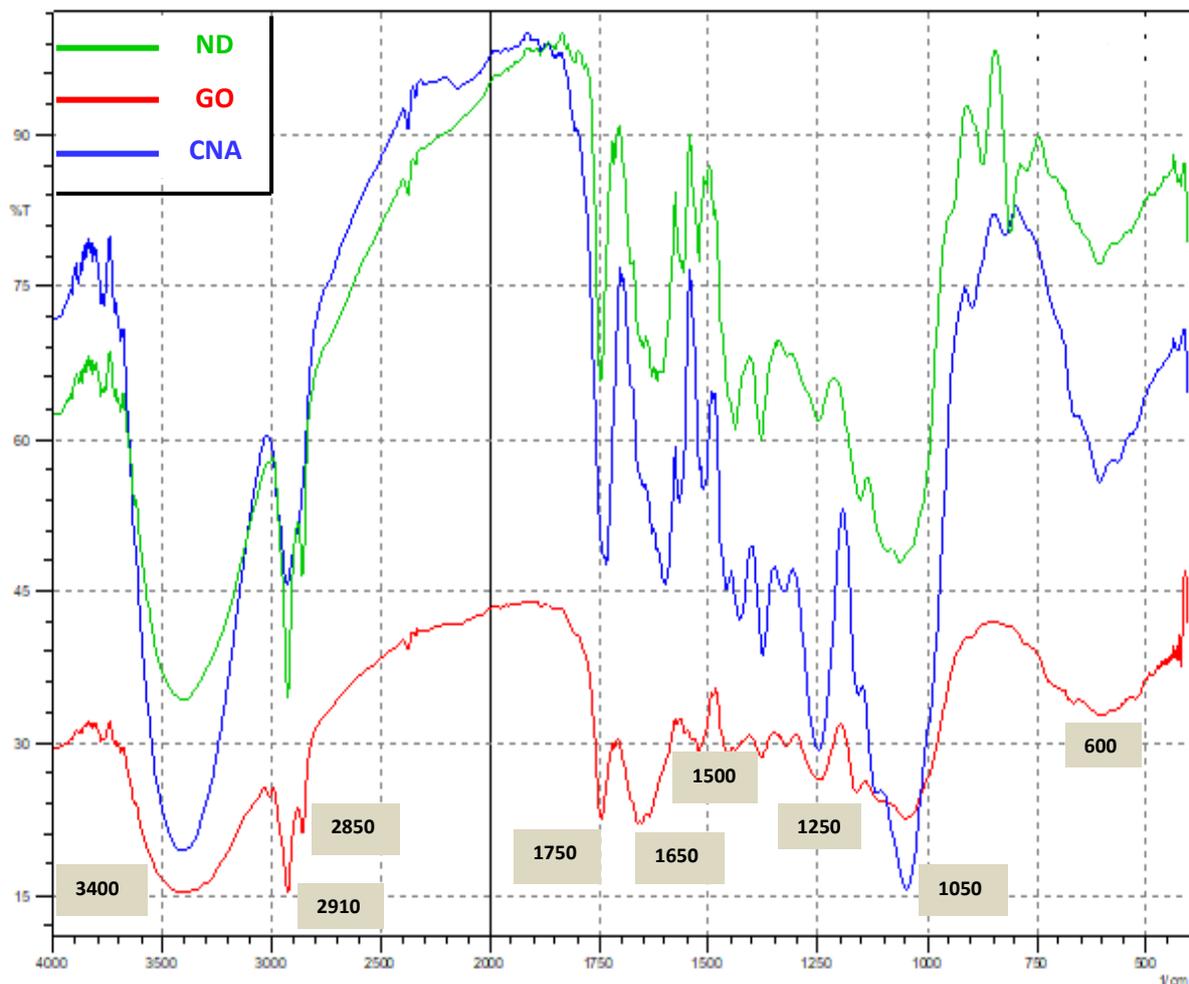


Figure III.30 : Résultats de la spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FT-IR) des trois fibres

En examinant les spectres infrarouges des trois fibres (GO, CNA, ND), nous constatons que les pics de tous les spectres se trouvent aux mêmes fréquences avec une différence d'intensité.

A masse constante de l'échantillon analysé, la différence de hauteur ou d'intensité des pics peut être interprétée comme une augmentation ou diminution de nombres de groupement détecté et donc nous pouvons analyser quantitativement ces spectres sinon, comme pour notre cas, ces spectres ne sont évalués que qualitativement et la seule information qu'on peut tirer est la présence ou non d'un type de liaison atomique selon la localisation des pics.

D'après la figure III.30, les spectres FT-IR des trois fibres révèle la présence de plusieurs bandes d'absorption, on cite notamment :

- ◆ Une large bande d'absorption vers 3400 cm^{-1} caractéristique de vibration d'élongation des liaisons O-H du groupement hydroxyle de la cellulose et l'hémicellulose.
- ◆ Une bande sous forme de deux pics situés à 2850 et 2910 cm^{-1} attribués respectivement, aux vibrations d'élongation asymétrique et symétrique du groupement CH₂.
- ◆ Un pic centré à 1750 cm^{-1} , attribuées à l'absorption des groupements carbonyles (C=O) des esters présents dans l'hémicellulose
- ◆ Une large bande centrée à 1650 cm^{-1} pour GO et 1570 cm^{-1} pour CNA et ND, correspond à la vibration de H₂O absorbée.
- ◆ Un pic intense à 1500 cm^{-1} qui correspond aux vibrations asymétriques du CH₃ et C-H
- ◆ Un pic intense à 1250 cm^{-1} correspond aux vibrations des liaisons C-O de groupes acétyles de la lignine et de l'hémicellulose.
- ◆ Une bande forte aux alentours de 1050 cm^{-1} correspond a la vibration d'élongation antisymétrique C-O-C issu de la cellulose et de l'hémicellulose.
- ◆ Une bande large située en environs de 600 cm^{-1} correspond aux vibrations des C-H aromatique des cycles benzéniques de la lignine.

III.4. CARACTERISATION PAR ANALYSE THERMOGRAVIMETRIQUE (ATG/DTG) :

L'analyse thermogravimétrique ATG/DTG est une des techniques thermiques d'analyse employées pour mesurer la variation de la masse et de la décomposition thermique de l'échantillon

III.4.1. Thermogramme ATG des fibres : ND, CNA et GO

La figure ci-dessous montre l'évolution de la perte de masse des trois fibres (ND, CNA, GO) en fonction de l'évolution de la température.

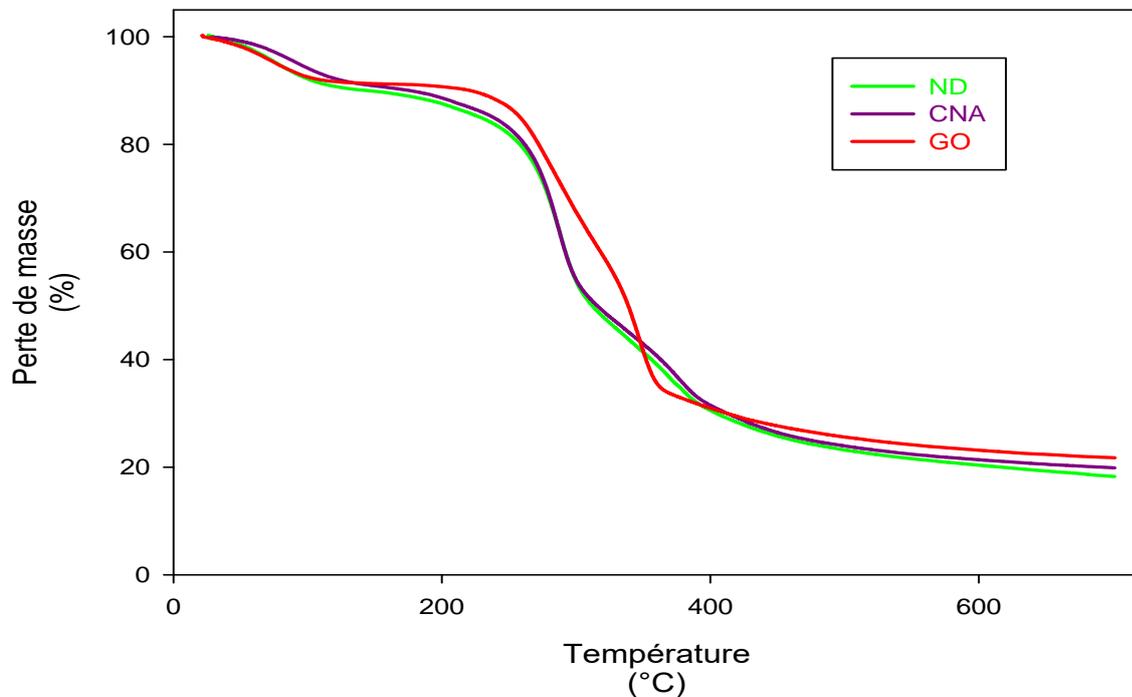


Figure III.31 : Thermogramme ATG des fibres : ND, CNA, GO

Le thermogramme ATG montre trois intervalles de température de dégradation qui sont :

- ◆ Un palier de perte de masse situé aux alentours de 100°C attribué à l'évaporation de l'eau, avec une faible perte de masse (5 à 6%)
- ◆ Un autre palier est enregistré pour la dégradation des deux composants qui sont la cellulose et l'hémicellulose aux environs de 250 °C pour les trois fibres avec une différence de perte de masse (40% pour GO et 49% pour ND et CNA).

- ◆ Le troisième palier de dégradation est attribué à la dégradation de la lignine à près de 305°C.

En effet la cellulose possède dans sa structure des liaisons rigides a cause de ca structure cristalline qui aident la fibre à se comporter comme une macromolécule thermorésistante, la stabilité thermique doit être plus élevée dans l'échantillon contenant une grande quantité de cellulose [43].

- ◆ Enfin, la dernière dégradation c'est entre 350°C pour GO et 400°C pour CNA et ND, elle est attribuée aux résidus.

III.4.2. Thermogramme DTG des fibres : ND, CNA et GO

Le Thermogramme DTG des trois fibres (ND, CNA, GO) est illustré sur les figures ci-dessous

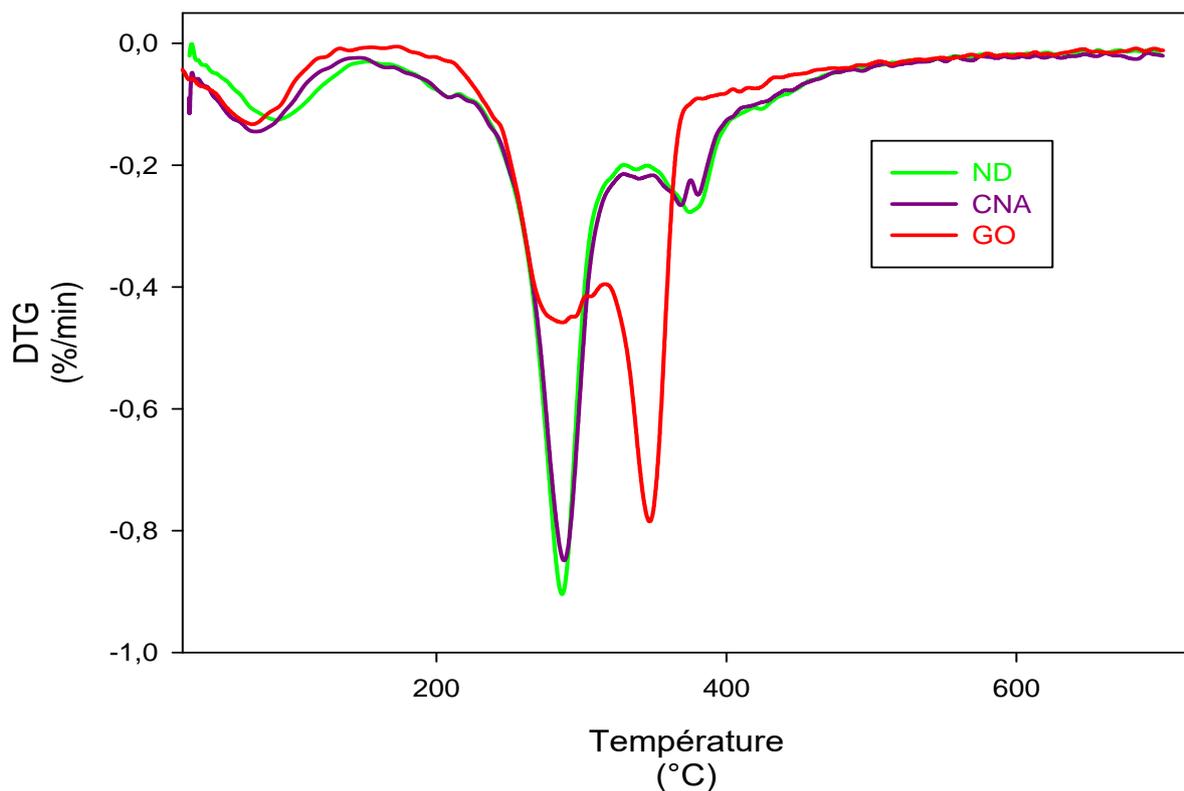


Figure III.12 : Thermogramme DTG des fibres : ND, CNA, GO

D'après le thermogramme DTG illustré sur la figure III.32 on aperçoit trois pics endothermiques

- ◆ Le premier pic est localisé entre 70°C et 100°C du à l'évaporation d'eau.
- ◆ Le seconde pic est plus intense, enregistré aux alentours de 297°C attribués à la décomposition des celluloses et des hémicelluloses. Avec une vitesse de décomposition de 0,47%/min pour les GO, 0,91%/min pour les CNA et 0,95%/min pour les ND.
- ◆ Le troisième pic est situé à 350°C pour GO, et 375°C pour CNA et ND.

Au-delà de 490 °C, on remarque un palier stable correspondant aux résidus (cendres).

Le tableau III.8 représente les résultats obtenus dans l'analyse thermogravimétrique ATG/DTG

	T_d (10%) (°C)	T_d (50%) (°C)	T_{max d} (°C)	V_{max d}
Noyaux de dattes	143,9	311,9	290	0,04
Coques de noix d'arganier	175,7	316,1	290	0,04
Grignons d'olives	221	338,8	350	0,07

Tableau III.8 : Les résultats ATG et DTG des fibres : ND, CNA et GO



CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Les fibres végétales présentent un certain nombre de propriétés supérieures à celles des fibres synthétiques, ce qui engendre l'intérêt des chercheurs, comme en témoigne le nombre de publications ces dernières années sur le thème des fibres végétales.

Dans ce mémoire, nous avons exposé les fibres végétales et en particulier les fibres de Noyaux de dattes (ND), Grignons d'olive (GO) et Coques de noix d'arganier (CNA), leurs compositions chimiques, leurs propriétés d'usage et les différentes techniques de leurs extractions.

En premier lieu, nous avons fait la composition chimique des fibres de ND, GO et CNA pour déterminer le pourcentage de leur compositions chimique telle que la cellulose, l'hémicellulose, la lignine ainsi le taux de la matière minérale, taux d'humidité et les extractibles, les résultats obtenus nous ont permis de constater que le taux de cellulose est minime pour le ND moyen pour GO et plus élevé pour CNA, tant dis que le taux de l'hémicellulose varie d'un sens contraire, et pour la lignine elle est pratiquement la même pour les trois fibres.

Différentes techniques de caractérisations structurales et thermiques nous ont permis d'évaluer les propriétés de nos fibres.

- ♦ une spectroscopie FTIR a été utilisée pour détecter les groupements fonctionnels des fibres, On constate que les spectres de ND, GO et CNA présentent les mêmes groupements fonctionnels avec différentes intensités.
- ♦ Les propriétés thermiques des fibres ont été déterminés par la méthode de thermogravimétrie (ATG / DTG). On a pu suivre l'évolution de la dégradation des fibres en fonction de l'évolution de la température, ou on a constaté que la valeur de la température maximale de dégradation de 350°C pour le GO avec une vitesse maximale de dégradation de 0.07 %/min suivi par le NA et CNA avec une température maximale de dégradation de 290°C et une vitesse maximale de dégradation de 0.04%/min.

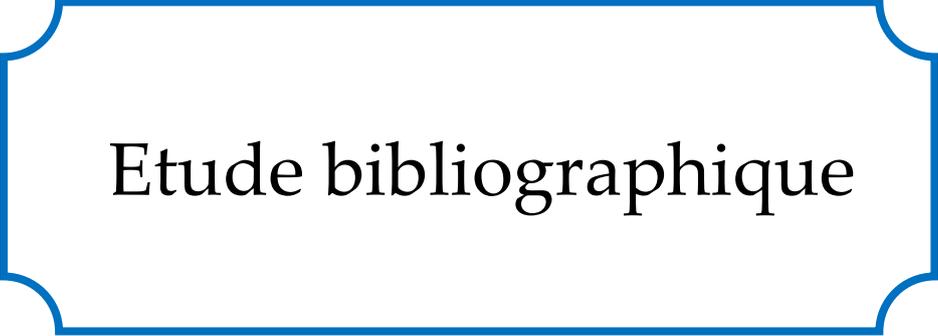
A travers l'analyse thermogravimétrique ATG/DTG on a constaté que les grignons d'olive sont les plus stable thermiquement suivie des coques de noix d'arganier et pour finir les noyaux de dattes.

Conclusion générale

En raison des circonstances que nous avons traversées dans ces derniers mois à cause de la pandémie, nous n'avons pas pu mener ce travail à terme dans de bonnes conditions.

Comme perspectives, il est intéressant de compléter le travail avec une étude qui consiste à élaborer des systèmes biocomposites à base de nos trois fibres dans l'objectif de pouvoir étudier l'adhésion Fibre/matrice

Nous recommandons aussi de compléter la caractérisation par des tests de : DRX pour déterminer Les taux de cristallinité, Les tests de traction pour déterminer les modules de Young.



Etude bibliographique

BIBLIOGRAPHIE

- [1] ABIR, M. Etude de la production et de la caractérisation de composites bois-plastiques. Mémoire de maîtrise en Génie chimique. Québec, p : 10-83, 2013.
- [2] J.E.Puig and G.Canche, "Preparation and Characterization of Henequen Cellulose Grafted with Methyl Methacrylate and Its Application in composites", journal of applied polymer science, vol. 66, 339-346, 1997.
- [3] F.YAHI, « Caractérisation physique d'une fibre végétale (le DISS) », Université Mohamed Boudiaf - Msila, 2016.
- [4] Omiri imen Yamina, « l'effet du traitement des fibres naturelles sur l'endommagement d'un béton polymère », mémoire master, unuversitie du m'sila ,2014/2015.
- [5] Yahiaoui Lamia, « caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales DISS », option mécanique applique, université de Sétif, 2011.
- [6] Mostar Abdessamed, « influence des ajouts de fins minérales sur les performances mécaniques des bétons renforcé de fibre végétales de palmier dattier », université de Kasdi Merbah Ouargla option génie civil, novembre, 2006.
- [7] Bismarck, A., S. Mishra and T. Lampke .Plant fibers as reinforcement for green composites. Natural fibers, biopolymers, and biocomposites, CRC Press, 2005.
- [8] Baley, C., Le Duigou, A., Bourmaud, A., et Davies, P.. Influence of drying on themechanical behaviour of flax fibres and their unidirectional composites. Composites parta : Applied Science and Manufacturing, 43 , 1226–1233, 2012.
- [9] C. Baley, "Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites," Techniques de l'ingénieur, vol. 42142210, no. am5130, pp. 1–17, 2013.
- [10] Samui, A. B., S. Sundararajan, V. Kumar and P. S. Kulkarni. Cellulose modification for impartings martness: thermoregulation, self-cleaning, solar cell and electroactuation. Cellulose and Cellulose Composites: Modification, Characterization and Applications. M. D. Ibrahim and I. H. Mondal. New York Nova Science Publishers, Inc. : 3-33. 2015.

Bibliographie

- [11] Bismarck, A., S. Mishra and T. Lampke. Plant fibers as reinforcement for green composites. Natural fibers, biopolymers, and biocomposites, CRC Press, 2005.
- [12] D. Sedan. « Etude des Interactions Physico-Chimiques aux Interfaces Fibres de chanvre/Ciment. Influence sur les Propriétés Mécaniques du Composite ». Thèse de doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges, France, 129 p, 2007 .
- [13] P. Bajpai, « Pretreatment of Lignocellulosic Biomass for Biofuel Production » SpringerBriefs in Green Chemistry for Sustainability, 2016.
- [14] Klemm D., Schmauder H. P., Heinze T, Dans: Biopolymers, vol. 6. Eds. E. Andamne, S. De Beats, A. Steinbüchel, Wiley-VCH, Weinheim. 290-292, 2002.
- [15] Bledzki, A. K., and Jochen Gassan. "Composites reinforced with cellulose based fibres." Progress in polymer science 24.2: 221-274, 1999.
- [16] Siqueira G, Bras J, Dufresne A; «Cellulosic Bionanocomposites: A Review of Preparation, Properties and Applications »; Polymers 2: 728-765, 2010.
- [17] M. Saiful Islam. The influence of Fibre Processing and Treatments on Hemp Fibre/Epoxy and Hemp Fibre/PLA Composites. PhD Thesis-University of Waikato, Hamilton, New Zealand, 2008.
- [18] Monot, Claire. Contribution à l'étude des complexes lignine-hydrates de carbone (LCC) dans le bois. Etude de l'impact des différentes étapes d'un procédé de bioraffinerie sans soufre sur les LCC. S.l. : université Grenoble Alpes, 2015.
- [19] Dehouche N, Idres C, M Kaci, Zembouai I, S Bruzard, . Effects of various surface treatments on Aloe Vera fibers used as reinforcement in poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyhexanoate) (PHBHHX) biocomposites Polymer Degradation and Stability, 175, 109131, 2020.
- [20] Gaudin, Solène, et al. "Durabilité de composites bois-polymères biodégradables." 2006.
- [21] Scaffaro R, Maio A, Gulino E, Bartolomeo M, Composites Part B, doi.org/10.1016/j.compositesb.12.025.2018.
- [22] Hilaire, Bewa. Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France. Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie (ADEME). [En ligne] 2011.

Bibliographie

- [23] W. P., Ivens J., Verpoest I., "Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics ?" *Composites Science and Technology*, 63, 1259-1264, 2003.
- [24] Dallel Mohamed, "Thèse de doctorat: Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*):Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil," Université de Haute Alsace (Laboratoire de Physique et Mécanique Textiles), Mulhouse, France.
- [25] Thomas S., Paul S. A., Pothan L. A., and Deepa B., "Natural Fibres: Structure, Properties and applications," in *Cellulose Fibers: Bio- and Nano-Polymer Composites*, Springer, Ed. Berlin, Heidelberg et New York : Springer: Springer Berlin Heidelberg, 2011.
- [26] Imed Ben Marzoug, "Thèse de doctorat: Caractérisation et modification des fibres d'alfa en vue de leur utilisation en application textile," L'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir, Tunisie, 2010.
- [27] Martin N.A.M, 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.
- [28] Talal, B. Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites Bois/Plastiques _'WPC _'. Thèse de doctorat de l'université de Pau et des pays de l'Adour, 2011.
- [29] Rouam, kamila. Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles. S.l. : UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA - BOUMERDES, 2014.
- [30] Nicolas Dujardin. UN MATERIAU BIOSOURCE DE CHOIX : LES FIBRES NATURELLES. CARACTÉRISATIONS ET APPLICATIONS. 25èmes Journées Scientifiques de l'Environnement - L'économie verte en question, Créteil, France, 2014.
- [31] Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique de la matière grasse du noyau des dattes: essai d'incorporation dans une crème cosmétique de soin. Boumerdés: Université m'hamed Bougara.LECHEB, F, 2010.
- [32] Effet de l'incorporation de noyaux de dattes sur les caractéristiques technologiques et fonctionnelles de la farine de blé tendre. Dans M. KHALI. Algérie.BOUSSENA, Z., KHALI, M., & BOUTAKERBET, L, 2013.

Bibliographie

- [33] Adsorption des polluants organiques et inorganiques sur des substances naturelles : Kaolin, racines de *Calotropis procera* et Noyaux de dattes. Lorraine: École doctorale Ressources procédés Produits environnement (RP2E).MEROUFEL. B, 2015.
- [34] DSA, la direction des services agricole statistique agricole, 2016.
- [35] Al-Farsi M., Alasalvar C., Al-Abid C.M., Al-Shoaily K., Mansorah Al-Amry., Alrawahy F., Compositional and functional characteristics of dates, syrups, and their by-products. *Food Chemistry*. 104: 943–947, 2007.
- [36] V. Mittal, E L. Boril Chernev Nadejda B. Matsko Bio-polyester–date seed powder composites: Morphology and component migration, *Journal Polymer Engineering and Science*, 55, 4, 877-888, 2015.
- [37] Amic. A, Dalmasso. C, « Unité de valorisation complète de déchets oléicoles par lombricompostage : Production de produits à haute valeur ajoutée : lombricompost, savon, collagène et lombrics », Thèse du doctorat, Université Aix-Marseille(AMU), Faculté des sciences et techniques Saint-Jérôme, 2013.
- [38] L. BACCIONI « Valorisation des sous-produits issus de l'extraction de l'huile d'olives » Société Alfa Laval Spa, Italie 2010.
- [39] Djilali, Nouara et Djidjelli, H. Étude et valorisation du grignon d'olive dans le domaine des composites. S.I. : Bejaia, Université Abderrahmane Mira, 2008.
- [40] M. Rashid, S.A. Samad, M.A. Gafur, R. Qadir, A.M.S. Chowdhury, Effect of Reinforcement of Hydrophobic Grade Banana (*Musa ornata*) Bark Fiber on thephysicomechanical Properties of Isotactic Polypropylene, 2016.
- [41] H.Essabir, Bio-composites à base de coque de noix d'arganier : Mise en oeuvre, caractérisation et modélisation du comportement mécanique, thèse, Université Ibn Zohr, 2015.
- [42] Guemaz Nora « Préparation et étude de stabilité thermique des polyurethanes » mémoire magistère, L'université ferhate abbasse » 24 / 05 / 2012.
- [43] Van de Weyenberg I., Truong Chi T., Vangrimde B., Verpoest I., Improving the properties of UD flax fibre reinforced composites by applying an alkaline fibre treatment, *Composites Part A*, 37, 1368-1376 ,2006.

RESUME :

Afin de protéger l'environnement et de valoriser les ressources végétales, Les industriels s'intéressent de plus en plus à l'utilisation des fibres naturelles. Cette locution fait référence à des fibres d'origine végétale, animale ou minérale.

Ce mémoire aborde la première famille des fibres naturelles en présentant leurs classifications, propriétés, répartitions géographiques, applications, avantages et inconvénients... etc.

Les fibres végétales sont fréquemment utilisées, étant donné qu'elles sont les plus disponibles. Les fibres végétales décrites dans ce thème sont les noyaux de dattes, les grignons d'olive et les coques de noix d'arganier; leurs propriétés et leurs utilisations sont aussi présentées.

Dans cette étude, nous avons effectué une comparaison des compositions chimiques des trois fibres, en outre les caractérisations thermiques et morphologiques ont été réalisées afin de déterminer les températures de début de dégradation des fibres utilisées ainsi que leurs groupements fonctionnelles.

Mots clé : fibres végétales, noyaux de dattes, grignons d'olive, coques de noix d'arganier, composition chimique, comportement thermiques.

ABSTRACT:

In order to protect the environment and enhance the value of plant resources, the industrialists are increasingly interested in the natural fibers using. This expression refers to fibers which are originally from plant, animal or mineral.

This thesis broaches the first family by introducing their classifications, properties, geographical distribution, applications, advantages and inconveniences ... etc.

The vegetable fibers are commonly used because they are the most available. The vegetable fibers described in this topic are those of date core, olive husk and the shells of organ nuts, their properties and uses are introduced as well.

In this study, we made a comparison of the chemical composition of the three fibers, moreover, thermal and morphological characterizations were carried out to determine the beginning's temperatures degradation of the used fibers as well as their functional groups.

Keywords: vegetable fibers, date stones, olive husk, organ nut shells, chemical composition, thermal behavior.