

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
École Nationale Polytechnique
Département du Génie de l'Environnement
Laboratoire des Sciences et Techniques de l'Environnement



MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME
D'INGENIEUR D'ETAT EN GENIE DE L'ENVIRONNEMENT
THEME :

EUDE DU TRAITEMENT ALCALIN D'UN DECHET
SOLIDE :
FIBRE DE JUTE

Présenté par : Melle KHELASSI AMINA

Soutenu le : 22/06/2014 devant le jury suivant :

Président : Mr. R .KERBACHI

Professeur, ENP

Examineur : Mr Y.KERCHICH

MCB, Université de Médéa

Promotrice : Mme N.BELHANECHÉ

Professeur, ENP

Co promotrice : Mme B.BOUBEKEUR

MAA, Université de Boumerdes

Promotion: Juin 2014

ملخص:

يتناول هذا العمل طريقة العلاج الكيميائي للنفايات الصلبة ألياف الجوت و للقيام بذلك تمت معالجة الألياف بالصودا خلال فترات متعاقبة من الزمن تمتد من ساعتين الى ثماني ساعات تم فيها رصد تغيرات الكتلة الحجمية تبعاً للزمن و كذا التغيرات التي طرأت على الألياف محل الدراسة (كثافة . تركيبة كيميائية . امتصاص الماء و الرطوبة) .

كما تم إجراء تصنيف عن طريق الرصد الطيفي بالأشعة تحت الحمراء لتحويل فوريبه وهذا تبعاً لمدة المعالجة الكيميائي

اظهرت النتائج ان المعالجة المتبعة قد اثرت على جميع الخصائص المدروسة

مصطلحات هامة . جوت . معالجة كيميائية . صودا . فقدان الكتلة .

Résumé :

Le présent travail porte sur le traitement chimique d'un déchet solide : fibre de jute .Pour cela, les fibres ont été traitées par la soude pendant différents intervalles de temps allant de 2 à 8 heures. L'évolution de la perte de masse a été suivie en fonction du temps, de même l'évolution des caractéristiques des fibres traitées (densité, composition chimique, absorption d'eau et prise d'humidité)

Une caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier a été effectuée en fonction du temps de traitement chimique.

Les résultats ont montré que le traitement suivi affecte toutes les propriétés étudiées

Mots clés : fibre de jute, traitement chimique, soude, perte de masse, propriétés.

Abstract:

This work focuses on the chemical treatment of solid waste. Jute fiber, To do this, the fibers were treated with sodium hydroxide during different time intervals from one to eight hours . The evolution of the mass loss was monitored according to time, same as the changing characteristics of the treated fibers (density, chemical composition, water absorption and moisture uptake)

Characterization by infrared Fourier transform spectroscopy was performed according to the time of chemical treatment.

The results showed that the treatment followed affects all properties studied.

Keywords: jute fiber, chemical treatment, soda, mass loss properties.

Dédicaces

À mon père qui m'a tout donné et qui a su avec de ses précieux conseils m'inspirer le sens de la dignité, le courage et le travail sans rebrousser chemin, qu'il trouve ici l'accomplissement de tous ses vœux...

À ma mère en témoignage de mon affection et mon admiration, pour son courage et sa patience et à qui je ne trouverai jamais les mots pour qualifier cette étoile et à qui je ne saurai jamais exprimer toute ma reconnaissance...

À mes frères, Mahmoud Othmane et Madjid, à qui je souhaite tellement de succès et de réussites, bonne chance dans votre vie, que la vie vous sourira

À tous les enseignants qui ont participé de loin ou de près à ma formation.

À tous mes amis Mimi, Hadjer, Imen, Samiya, Fatima et camarades, en témoignages de mes plus profondes amitiés et ma sincère sympathie.

À tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Khelassi Amina

Remerciements

Dieu merci de m'avoir donné la force et la volonté d'accomplir ce mémoire. Merci de m'avoir aidé de manière irréprochable à franchir les nombreux obstacles dressés dans mon chemin, merci de m'avoir donné la détermination quand tout semblaient perdus.

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde reconnaissance et mes chaleureux remerciements à madame N. BELHANECHÉ, professeur à L'ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE, qui m'a guidé et orienté tout au long de la réalisation de mon travail en prodiguant ses conseils précieux et ses encouragements.

Je tiens à remercier vivement Madame B. BOUBEKEUR, MAA, Université de Boumerdes qui, en tant que co-promotrice, d'avoir accepté d'encadrer ce travail, pour tous les précieux conseils qu'elle m'a donné, pour sa disponibilité tout au long de la réalisation de ce mémoire et pour l'aide et le temps qu'elle a bien voulu me consacrer.

Je voudrais adresser mes vifs remerciements aux membres du jury de thèse :

Monsieur R. KERBACHI, pour l'honneur qu'Il m'a fait en acceptant de présider le jury de ma soutenance.

Monsieur Y. KERCHICH d'être parmi les membres de jury et de me faire l'honneur d'examiner ce travail.

Mes sincères remerciements à Dr S. KHELASSI, université de Boumerdes. Mr M. BENMOUNAH directeur de l'unité de recherche UR-MPE de l'université des SCIENCES DE L'INGÉNIEUR de BOUMERDES de m'avoir autorisé à réaliser mes analyses au sein de leur laboratoire de recherche. Mme S. BELHOUSSE qui m'a aidé à faire mes analyses au Centre De Recherche Nucléaire, pour sa disponibilité et sa gentillesse.

Je remercie toute personne avec qui, j'ai partagé des moments agréables au laboratoire de RECHERCHE du GENIE DE L'ENVIRONNEMENT et ailleurs, merci à Ahlem l'ingénieure de laboratoire, merci aux doctorantes Lili et Sihem, merci à Hamida \$ notre secrétaire.

Liste des Figures :

Figure 1 : Photographie au microscope électronique à balayage d'une fibre de coton	4
Figure 2 : Structure du bois (observations multi échelles)	5
Figure 3: Fibre dans les parois de la cellule végétale	6
Figure 4: Modèle de description de la structure d'une fibre végétale	7
Figure 5: Représentation schématique d'une fibre de bois	8
Figure 6: Représentation de la chaîne de cellulose	9
Figure 7 : Liaisons hydrogènes O-H-3' intramoléculaires	9
Figure 8: Liaison hydrogène inter et intramoléculaires au sein de la fibre de cellulose	10
Figure 9 : Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre cellulosique	10
Figure 10 : Représentation schématique de l'alternance des zones cristallines et désorganisées le long d'une microfibrille	11
Figure 11: Principaux glucides constituant les hémicelluloses	12
Figure 12 : Structure de la pectine	13
Figure 13: Structure des monolignols et des acides hydroxycinnamiques précurseurs	14
Figure 14: Exemple de défaut structural sur une fibre de lin	16
Figure 15 : le jute	19
Figure 16: Les différents usages du jute	23
Figure 17: Solubilité de la cellulose de pulpe de bois en fonction du DP	30
Figure 18: Indice de gonflement de la cellulose dans la soude pour différentes températures en fonction de la concentration en soude	31
Figure 19: Les interactions de Na ⁺ avec la chaîne cellulosique	33
Figure 20: Mécanisme possible de la mercerisation	34
Figure 21: La conformation des hélices des sodas celluloses I et II	35
Figure 22: Fibres de jutes découpées.....	37
Figure 23: Protocole de mesure de la densité par la méthode du pycnomètre	39
Figure 24:Schéma d'une micro-enceinte de conditionnement.....	39
Figure 25:Compartiment de l'ordinateur du spectrophotomètre à transformé de Laplace.....	42
Figure 26:Bac optique du spectrophotomètre à transformé de Laplace	43
Figure 27:Appareil de traction.....	44
Figure 28: Effet du temps du traitement (5% NaOH) des fibres sur la perte en masse	46
Figure 29: Densité des fibres brutes et fibres traitées par la soude pendant respectivement 2h, 4h et 6h	47
Figure 30: Spectre infrarouge d'une fibre brute.....	48
Figure 31: Spectre infrarouge des fibres traitées par NaOH (5%) pendant 2h,4h,6h, et 8h.	50
Figure 32: a) Constitution des microfibrilles b) changements structuraux par traitement Alcalin	52
Figure 33: Evolution de l'absorption d'eau des fibres brutes et traitées par la soude	52
Figure 34:Taux d'humidité absorbé par les fibres brutes et traitées pendant différents temps (2h, 4h, 6h et 8h)	53
Figure 35 : Contrainte à la rupture de la fibre de jute brute et traitée	54

Liste des Tableaux :

Tableau 1:Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales.	3
Tableau 2: Composition chimique de quelques plantes à fibres	15
Tableau 3: Propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec des fibres de renforcement conventionnelles	17
Tableau 4: Récapitulatif des désignations des fibres selon leur traitement	38
Tableau 5: Composition chimique de la fibre de jute	48
Tableau 6:principales bandes au spectre infrarouge de la fibre brute	49
Tableau 7:principales bandes d'absorption infrarouge du bois et dérivés cellulosiques	49

Liste des Annexes :

Annexe 2 : perte de masse des fibres de jute traitées par la soude	63
Annexe 3:Evaluation de l'absorption d'eau par trois échantillons de fibres brutes.....	63
Annexe 4: Evaluation de l'absorption d'eau par trois échantillons de fibres traitées par la soude pendant 2h.....	63
Annexe 5:Evaluation de l'absorption de l'eau par trois échantillons de fibres	64
Annexe 6:Evaluation de l'absorption de l'eau par trois échantillons de fibres traitées par la soude pendant 6h.....	64
Annexe 7:Evaluation de l'absorption de l'eau par trois échantillons de fibres traitées par la soude pendant 8h.....	64
Annexe 8: récapitulatif des valeurs moyennes de l'absorption d'eau des fibres brutes et traitées par la soude	65
Annexe 9:Prise d'humidité des fibres brute et traitées après 15 jours dans l'enceinte d'humidité.....	65
Annexe 10:Densité des fibres butes et traitées par la soude pendant respectivement 2h ,4h et 6h	65

Liste des principales abréviations :

°C : Degré Celsius

G : Gramme.

FO : Fibre de jute brute

F2H : Fibre de jute traitée par la soude pendant 2 heures

F4H: Fibre de jute traitée par la soude pendant 4 heures

F6H: Fibre de jute traitée par la soude pendant 6 heures

F8H : Fibre de jute traitée par la soude pendant 8 heures

GPa : Giga pascal.

h : heure

IR : infrarouge

mn : Minute

Table des matières :

Introduction générale	1
-----------------------------	---

CHAPITRE I: Généralités sur les fibres végétales

I .1 : Introduction	2
I .2 : Définition de la fibre végétale	2
I .3 : Classification des fibres végétales	2
I .4 : Morphologie de la fibre végétale	3
I .5 : Structure de la paroi cellulaire végétale	4
I .6 : Les principaux constituants de la paroi végétale	7
I .6.1 : La cellulose	8
I .6.2 : Les hémicelluloses	11
I .6.3 : Les pectines	12
I .6.4 : Les lignines	13
I .6.5 : Extractibles	15
I.7. : Propriétés mécaniques de la fibre végétale	15
I.8 : Conclusion	17

CHAPITRE II: Le jute

II .1 : Présentation du jute	19
II .2 : Description de la fibre de jute	19
II .3 : Historique	20
II .4 : Processus d'élaboration	20
II .5 : Les usages du jute	21
II .5.1 : Textile	21
II .5.2 :Géotextile	22
II .5.3 : Plastiques	22
II .5.4 :Substitut du bois	22
II .6 : Production et commerce	23
II .7 : Perspectives du marché	23
II .8 : Développement de la filière	24
II .9 : Avantages pour l'environnement	24

CHAPITRE III: Traitement de la fibre de jute

III.1 :	Introduction	27
III.2 :	Méthodes physiques de modification de la surface	27
III.2. 1 :	Agents dispersifs	27
III.2.2 :	Traitements par décharges électriques (corona, plasmas froids)	28
III.3 :	Méthodes chimiques de modification de la surface	28
III.3.1 :	Traitement au Silane	28
III.3.2 :	Traitement Alcalin	29
III.4 :	Le comportement de la cellulose dans la soude	29
III.4.1 :	Le gonflement et la solubilisation	29
III.4.2 :	La mercerisation	33
III.4.3 :	La dégradation	35

CHAPITRE IV: Matériels et Méthodes utilisés

IV.1 :	Découpage des fibres.....	37
IV.2 :	Traitements alcalin des fibres de jute	37
IV.3 :	Mesure de la densité	38
IV.4 :	Evolution du taux d'absorption d'humidité	39
IV.5 :	Evolution d'absorption d'eau par les fibres	40
IV.6 :	Caractéristiques chimiques des fibres	41
IV.7 :	Caractérisations structurale par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	42
IV.8 :	Caractérisation mécanique	43

CHAPITRE V: Résultats et Interprétations

V.1 :	Evolution de la Perte en masse	46
V.1 :	Evolution de la composition chimique de la fibre de jute	47
V.2 :	Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	48
V.3 :	Evolution de l'absorption d'eau	52
V.4 :	Evaluation de la prise d'humidité par les fibres	53
V.5 :	Essai de traction sur les fibres	54
VI :	Conclusion générale	56
	Références bibliographiques.....	57
	ANNEXES.....	63

Introduction générale :

La prise de conscience actuelle face aux problèmes de pollution et la nécessité de protéger l'environnement ont focalisé sur l'utilisation des produits biodégradables, issus de sources renouvelables tels que les fibres naturelles. L'industrie consommant le plus de fibres végétales comme renforts de polymères est l'industrie automobile, principalement les équipementiers. Au cœur de leurs stratégies, on trouve le développement durable et la protection de l'environnement. L'utilisation de matériaux « verts » leur permet de produire des véhicules plus écologiques avec une baisse de la masse du matériau, qui a une conséquence sur la consommation de carburant. Les principales parties d'un véhicule qui sont fabriquées à partir de fibres végétales sont : la plage arrière, les panneaux de porte, les tableaux de bord, les caches de roue de secours mais aussi des pièces plus techniques comme des déflecteurs sous le réservoir à carburant, ou des écrans sous le moteur. En plus de l'industrie automobile consommatrice de fibres végétales, d'autres secteurs industriels sont concernés : le textile, le bâtiment et l'agriculture [1]

Les fibres végétales cumulent de nombreux atouts : ressources renouvelables et abondantes, faible coût, non toxicité, faible densité et possibilité de recyclage. C'est l'ensemble de ces qualités qui justifient leur utilisation comme renforts dans les matériaux composites. Cependant, il y a un certain nombre de difficultés associées à l'intégration de ces fibres dans la matrice polymérique, en particulier, l'incompatibilité fibre /matrice. L'adhérence fibre/matrice peut être améliorée par la modification de la surface de la fibre grâce à des traitements qui améliorent la mouillabilité et créent un lien fort à l'interface fibre matrice.

Plusieurs techniques de modification de la surface des fibres naturelles ont fait l'objet de nombreux travaux. La technique la plus utilisée est le traitement alcalin. Le processus d'alcalisation affecte la fibre naturelle et apporte une nette performance vis-à-vis de la qualité de l'adhérence fibre/matrice. Ce traitement alcalin dépend de la concentration d'alcali, de la température et du temps.

L'objectif principal de ce travail est de valoriser un déchet solide ; fibre de jute fourni par la Société Algérienne « Tapis d'Or » en vue de l'utiliser comme renfort de nouveaux matériaux composites biodégradables.

Pour cela un traitement alcalin par la soude aqueuse a été effectué

L'Influence du temps de traitement alcalin a été suivie (évolution de la perte de masse, densité, composition chimique, absorption d'eau et prise d'humidité).

Introduction générale

Le présent mémoire comporte cinq chapitres. Les trois premiers traitent, respectivement, de généralités sur les fibres végétales, le jute et les traitements appliqués.

Le quatrième chapitre regroupe les matériels et méthodes utilisés tandis que le dernier est consacré aux résultats et interprétations.

Enfin, une conclusion est donnée.

Chapitre I :
Généralités sur les fibres
végétales

I.1 Introduction :

D'un point de vue historique, l'utilisation des végétaux a toujours existé comme, par exemple, dans la construction ou bien dans le textile. Cet intérêt pour les matériaux agro-sourcés a doublé d'intensité ces dernières décennies dans l'industrie du composite. C'est pour cela que les fibres végétales ont commencé à être utilisées afin de fabriquer des matériaux composites plus respectueux de l'environnement.

L'objectif de ce chapitre est de présenter des généralités qui permettent aux personnes étrangères au monde des fibres végétales d'acquérir le vocabulaire nécessaire et les notions de base sur ces matériaux [1].

I.2 Définition de la fibre végétale :

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine avec une proportion relativement faible d'extractibles non azotés, de matière protéique brute, de lipides et de matières minérales. Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [2, 3].

I.3 Classification des fibres végétales :

Il existe plusieurs critères de différenciation des fibres:

- suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (Kéna, jute, lin, ramie), et de feuilles (Sisal, Abaca, paille de graminée) [3].
- Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigides provenant de matériels ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois et les fibres non ligneuses (douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que le kenaf, le chanvre, le sisal, le jute et le lin) [3].
- Suivant leur longueur, les fibres végétales peuvent être groupées en deux catégories : fibres longues, dites libériennes, provenant des tiges et d'écorces de tiges de plantes annuelles. Elles sont douces, tandis que les fibres longues issues de feuilles ou de

troncs d'arbre sont plus durs et plus rigides à cause de leur richesse en lignine et fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues [2].

I.4 Morphologie de la fibre végétale :

Sur le plan morphologique, la fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de son origine. En effet, les dimensions des fibres végétales dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale [4]. Le tableau 1 regroupe les propriétés morphologiques de quelques fibres végétales.

Tableau 1: Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales.

Fibres	Longueur de la fibre (mm)	Diamètre de la fibre (μm)	Angle micro fibrillaire ($^\circ$)
Cotton	35	10-45	-
Lin	4-77	5-76	10
Chanvre	5-55	10-51	6.2
Kénaf	2.5-4.5	14-33	-
Jute	2.5	5-25	8
Sisal	900	8-50	20
Rami	900-1200	20-80	7.5
Noix de coco	03-1	12-24	45

La morphologie des fibres végétales peut constituer une donnée importante pour bien appréhender les transferts de contraintes aux interfaces fibre-matrice. La figure 1 présente, à titre d'exemple, la structure torsadée d'une fibre de coton.

D'autres fibres ont des morphologies encore plus tourmentées. La géométrie des fibres végétales est donc un problème important et difficilement surmontable pour ce qui concerne la micromécanique des composites renforcées par de telles fibres [5].

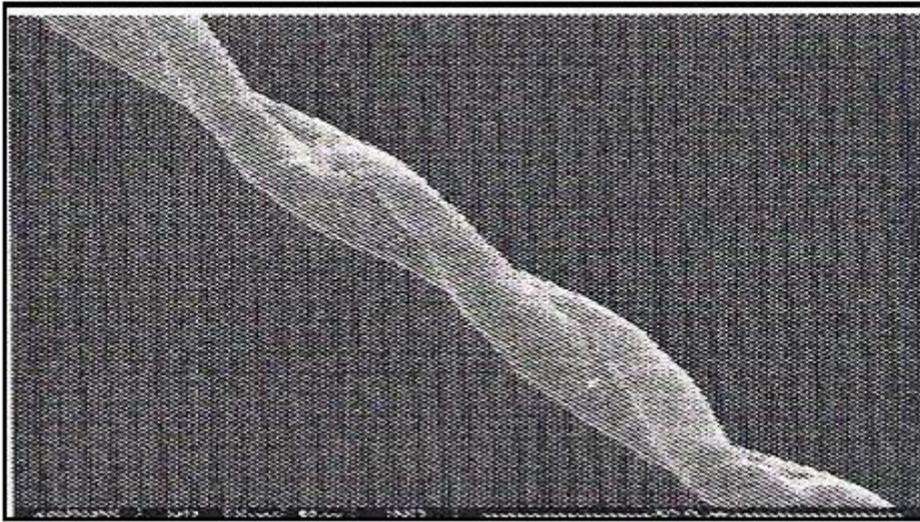


Figure 1 : Photographie au microscope électronique à balayage d'une fibre de coton [5].

I .5 Structure de la paroi cellulaire végétale :

La paroi des cellules végétales est considérée aujourd'hui comme un organe à part entière, de structure complexe variant en fonction des espèces, de l'âge et des tissus. Elle est composée de polymères dont la structure et a fortiori les voies de biosynthèse sont parmi les plus complexes connues dans la nature. De par sa position, la paroi fait le lien entre le milieu extérieur et le plasmalemme. C'est une structure rigide micro fibrillaire enrobée d'une matrice hydrosoluble et gélifiante. Différents niveaux d'organisation vont lui conférer son aspect dynamique et rigide. En effet, elle doit être « modelable » au rythme de la croissance chez les cellules jeunes, tout en restant « ferme » afin d'assurer son rôle de barrière protectrice et permettre la cohésion des cellules. Elle doit s'opposer aux chocs osmotiques, à la dessiccation, aux rayons ultraviolets tout en permettant les échanges intercellulaires et le passage des substances nécessaires au métabolisme cellulaire. Ces exigences à la fois antagonistes et complémentaires, sont à l'origine de la complexité de la paroi cellulaire végétale.

Du point de vue anatomique (figure 2), certaines caractéristiques permettent de définir un modèle général de la paroi cellulaire végétale, se décomposant en trois zones distinctes, de l'extérieur vers l'intérieur de la cellule :

- La lamelle moyenne, partie commune située entre deux cellules voisines dont le rôle est d'assurer la cohésion entre les cellules. Son épaisseur varie de 0,2 à 1 μm . Cette paroi, dépourvue de cellulose, est riche en pectines (figure 3).

- La paroi primaire, plus mince (0,1-0,2 μm), constitue la seule enveloppe fibrillaire des cellules en croissance et montre donc une grande plasticité. Elle présente une structure biphasique où les microfibrilles de cellulose sont dispersées dans une matrice amorphe fortement hydratée composée de substances pectiques, d'hémicelluloses et de protéines.

- La paroi secondaire, très épaisse (1 à 5 μm) est ajoutée à la paroi primaire lorsque la cellule a cessé de croître. Elle est constituée d'un réseau fibrillaire de cellulose cristalline et d'hémicelluloses. En fonction de l'orientation des fibrilles de cellulose, trois régions distinctes sont définies (S1, S2 et S3). Ces fibrilles de cellulose ont une orientation déterminée qui change rythmiquement et varie d'une strate à l'autre.

En fin de croissance cellulaire, l'ensemble de la paroi (notamment au niveau des tissus conducteurs tels que les vaisseaux du xylème ou des tissus de soutien tel que le sclérenchyme) va s'imprégner d'un polyphénol, la lignine, la faisant ainsi évoluer d'une structure plastique et élastique à une structure rigide non déformable.

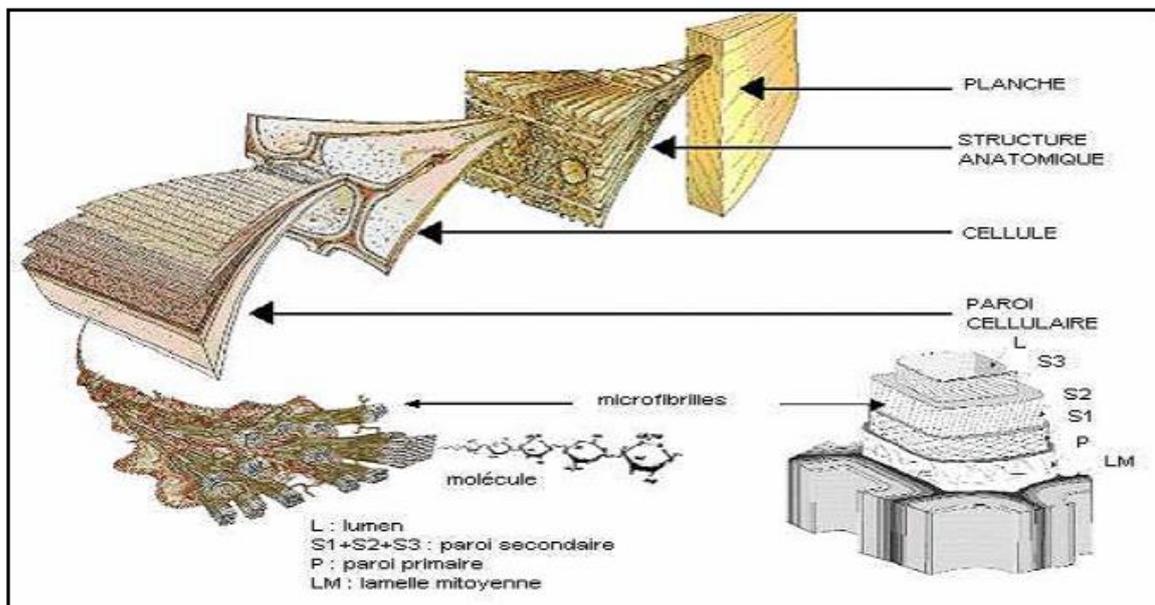


Figure 2 : Structure du bois (observations multi échelles) [5].

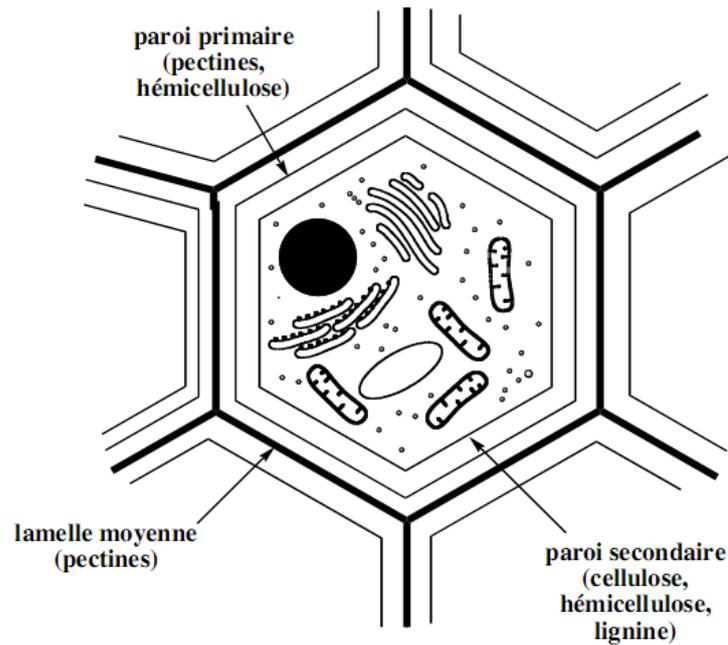


Figure 3: Fibre dans les parois de la cellule végétale [6].

Les microfibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle microfibrillaire (MAF) dont la valeur varie d'une espèce à l'autre (fig.4). L'orientation des microfibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres. Plus l'angle des microfibrilles augmente, plus le module Young (une mesure de la rigidité) décroît, tandis que l'extensibilité des parois augmente [6].

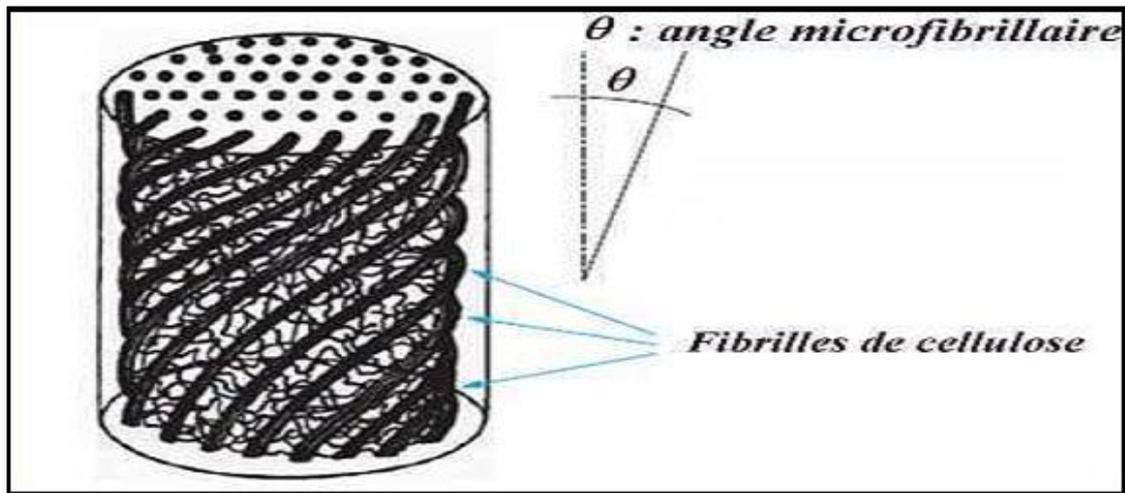


Figure 4: Modèle de description de la structure d'une fibre végétale [7].

La morphologie des fibres végétales peut constituer une donnée importante pour bien appréhender les transferts de contrainte aux interfaces fibre-matrice.

I.6 Les principaux constituants de la paroi végétale :

La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale.

Comme nous l'avons vu précédemment, les composés majoritaires sont la cellulose, l'hémicellulose, les pectines et les lignines. Ces différents constituants sont agencés de manière très complexe.

Dans le bois, la cellulose est concentrée à l'intérieur de la fibre (Fig. 5). Les parois extérieures de la fibre sont composées principalement de lignines et d'hémicelluloses et les lamelles de jonction inter fibres sont composées presque uniquement de lignine. Un réseau supplémentaire de pectines (polymères de polysaccharides acides) augmente la complexité de la matrice. Le réseau polysaccharidique peut également être solidifié par un réseau secondaire de protéines, HRGP (Hydroxyproline Rich Glyco Proteins). La paroi est principalement composée de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine et, dans une moindre proportion, de pectines et de protéines.

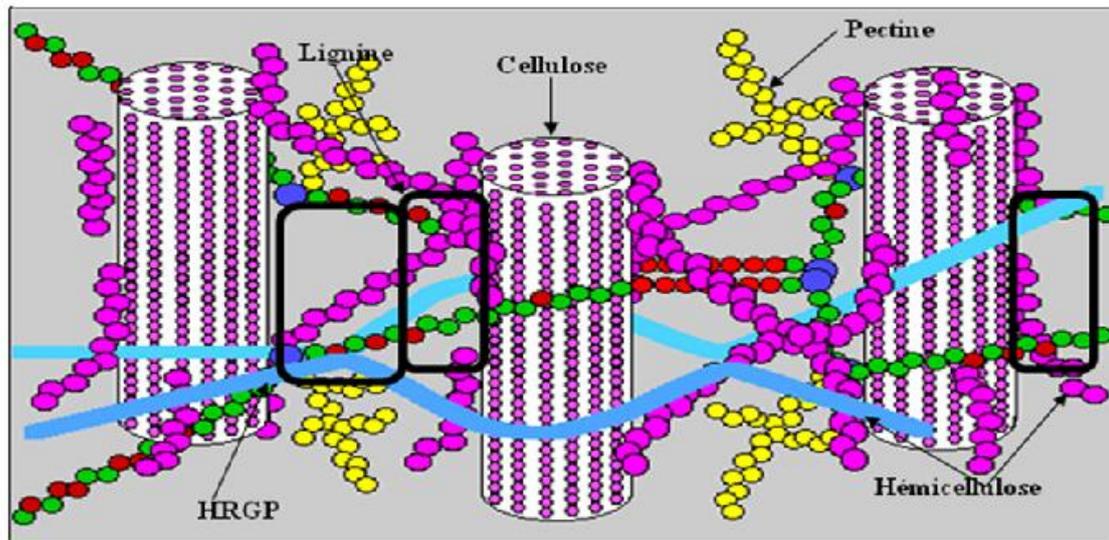


Figure 5: Représentation schématique d'une fibre de bois [8].

I.6.1 La cellulose :

La cellulose (fig. 6) est le constituant principal de la masse végétale. Ce polymère linéaire de glucose est à l'état presque pur (> 90%) dans la fibre de coton. Il est aussi, avec la lignine, l'un des constituants essentiels du bois (50%) [9].

Selon Willtatter et Zechmeister (1913) la formule brute exacte de cette macromolécule est $(C_6H_{10}O_5)_n$.

Elle est composée des unités de D-anhydrocopyranose reliées entre elles par des liaisons β 1-4. L'unité répétitive est le Cellobiose (deux glucoses réunis). Ces unités élémentaires s'associent par paquet pour former les microfibrilles [10].

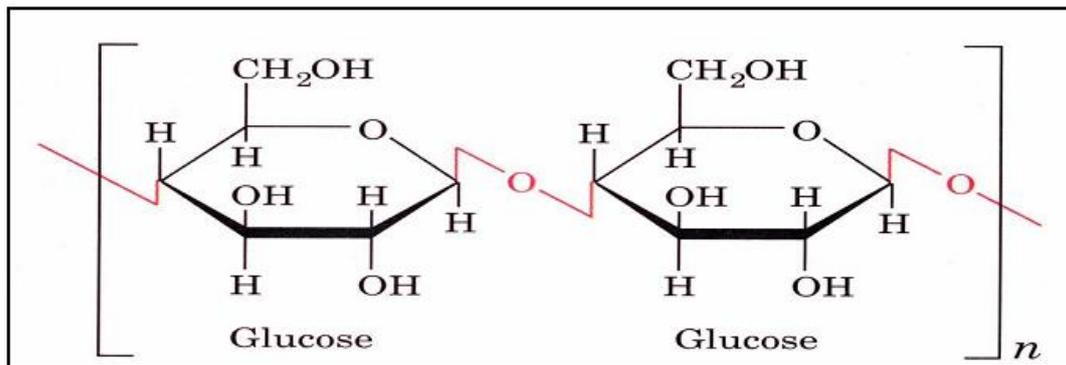


Figure 6: Représentation de la chaîne de cellulose

n : degré de polymérisation [11].

Le nombre de maillons D-glucopyranose (n), appelé degré de polymérisation (DP) n'est pas connu dans la cellulose native. De plus, il est toujours exprimé comme une moyenne puisque dans la plupart des échantillons, il y a une large distribution de masses moléculaires. Il diffère énormément selon l'origine de la cellulose, il est d'environ 26500 dans l'algue valonia, 9000 dans le chanvre et dans le lin, et de l'ordre de 8000 pour l'épicéa [10, 12].

La diffraction des rayons X par les monocristaux de la cellulose a permis d'établir que deux motifs β -D-glucopyranosyles adjacents ne sont pas dans le même plan moyen. Ceci est dû aux liaisons hydrogène intramoléculaire entre l'oxygène hétérocyclique et l'hydrogène du groupement hydroxyle fixée sur le carbone 3' (Fig7) Ainsi la dimension de l'unité Cellobiose est toujours de 10.3Å .

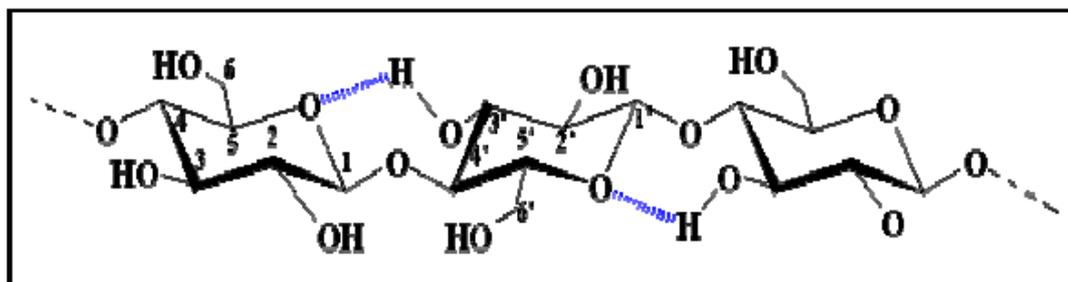


Figure 7 : Liaisons hydrogènes O-H-3' intramoléculaires [12].

En raison du grand nombre de groupements Hydroxyles sur la chaîne, il existe de multiples possibilités de liaisons hydrogène intermoléculaires. De plus, il existe d'autres liaisons hydrogènes mettant en jeu des molécules d'eau qui sont ainsi intimement liées à la

cellulose. Toutes ces contraintes font de la cellulose une molécule fibrillaire et partiellement cristalline [12].

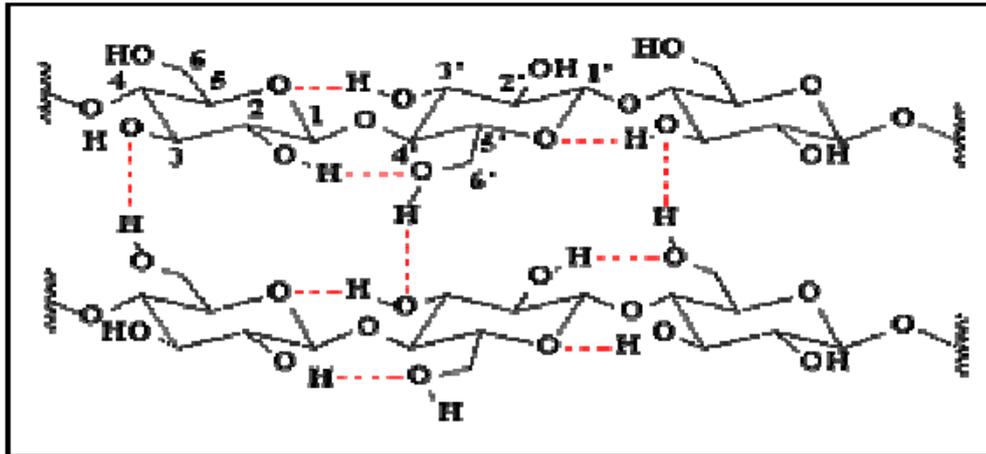


Figure 8 : Liaison hydrogène inter et intramoléculaires au sein de la fibre de cellulose [12].

Cet arrangement moléculaire ordonné des chaînes cellulosiques parallèles entre elles est la base d'un édifice cristallin que l'on appelle microfibrilles. La hiérarchie de structure et l'organisation supramoléculaire de la cellulose sont schématisées dans la Figure 9 [10].

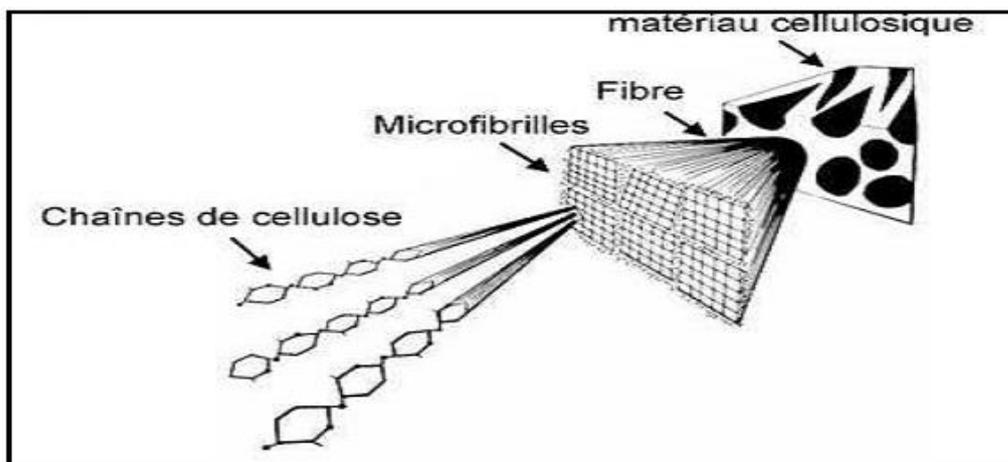


Figure 9 : Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre cellulosique [10].

Dans la cellulose pure, la structure moléculaire est presque parfaitement régulière car elle ne contient de défauts que dans une unité sur mille environ. Le centre de ces microfibrilles est très cristallin tandis que les chaînes de surface sont de nature plus désordonnée et constituent des zones para cristallines. Ces zones, ainsi que les défauts

de cristallinité qui surviennent lors de la biosynthèse de la cellulose forment la phase amorphe de la cellulose. Donc, les microfibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines parfaitement ordonnées et de zones amorphes totalement désordonnées. (Figure 10) [9,11].

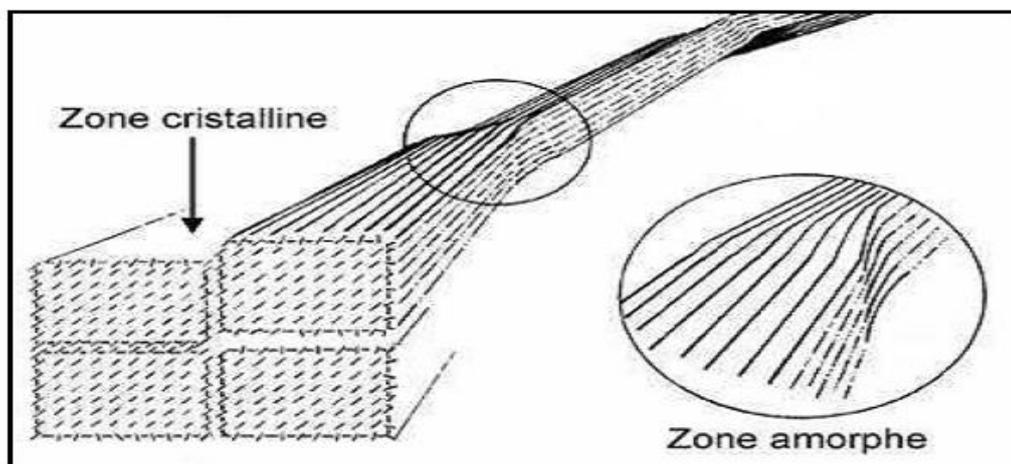


Figure 10 : Représentation schématique de l'alternance des zones cristallines et désorganisées le long d'une microfibrille [10].

I .6.2 Les hémicelluloses :

On désigne par hémicellulose tout polysaccharide soluble dans l'eau et pouvant être extrait de la paroi des cellules végétales par des solutions acides. Les hémicelluloses sont une classe de polymères très variés (de nombreux monomères et de nombreux branchements différents). Elles sont donc assez mal définies. Dans leur état naturel, leur structure est fonction de l'espèce végétale. Elles ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300. La figure 11 montre les unités monosaccharidiques les plus représentatives des différentes familles d'hémicelluloses.

Ce sont des polysaccharides dont la chaîne principale linéaire est constituée respectivement de xylose, de mannose et de galactose [8,13].

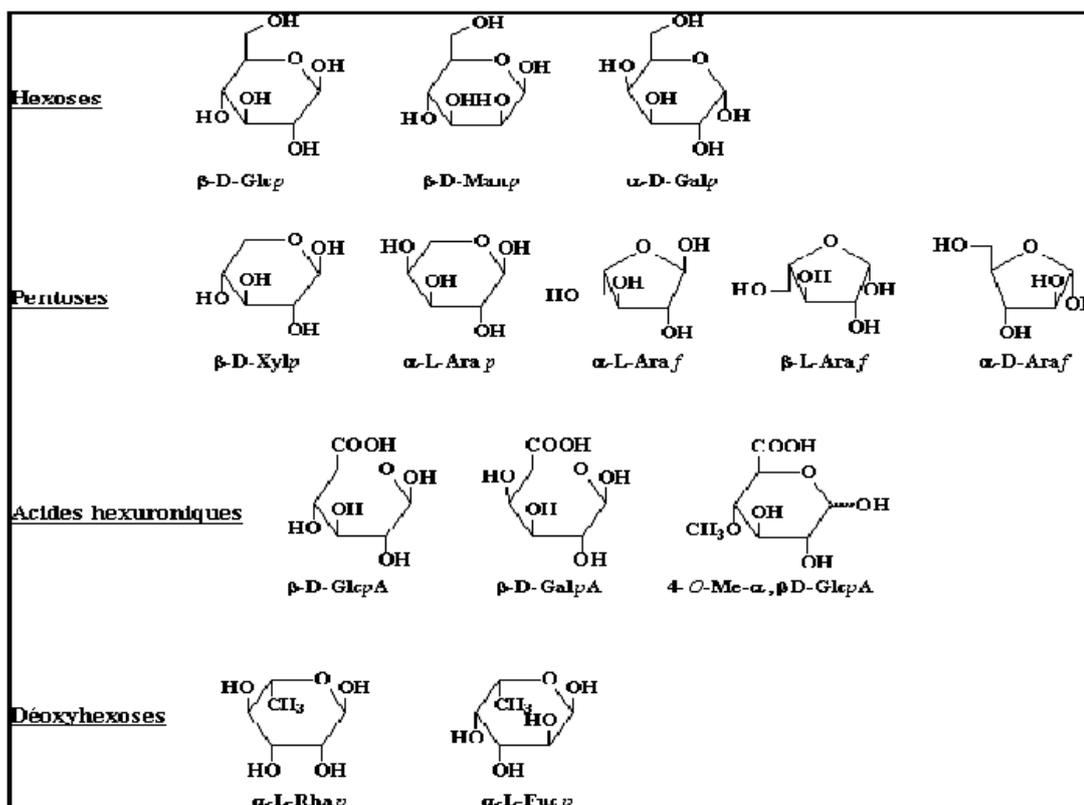


Figure 11: Principaux glucides constituant les hémicelluloses [13].

I.6.3 Les pectines :

Les pectines jouent un rôle capital dans l'architecture de la paroi végétale. Ces substances pectiques sont présentes avec des proportions variées dans la plupart des végétaux (environ 1% dans le bois). Elles jouent le rôle de ciment intercellulaire et contribuent à la cohésion des tissus végétaux [14].

Sur le plan structural, les pectines sont une famille de polysaccharides complexes qui contiennent un enchaînement d'unités d'acide α -D-galacturonique liées entre elles par des liaisons α (1-4), interrompu par la présence d'unités Lrhamnopyranose.

Les pectines portent aussi des substances non sucrées, essentiellement le méthanol, l'acide acétique, l'acide phénolique et parfois des groupes amides. L'estérification des résidus d'acide galacturonique avec le méthanol ou l'acide acétique est une caractéristique qui joue un rôle très important sur les propriétés physicochimiques des pectines particulièrement sur la formation de gel [15].

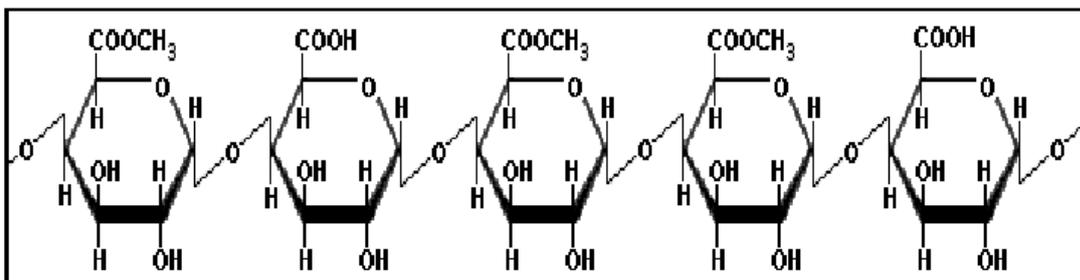


Figure 12 : Structure de la pectine [15].

I .6.4 Les lignines :

La lignine est, après la cellulose, la matière organique renouvelable et la plus abondante à la surface terrestre. La lignine originelle ou "protolignine" constitue la plus importante fraction non saccharique des fibres végétales. C'est la matière "incrustante" de la cellulose. La lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes, possédant trois unités différentes de type penoylopropane: les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique [16].

Parce qu'il est impossible d'isoler la lignine native du bois sans la dégrader, sa masse moléculaire reste encore inconnue. Nous pouvons trouver des masses moléculaires approximatives dont les valeurs moyennes sont de 5000 à 10000 g/mol pour les bois durs (des feuillus), et de 20000 g/mol pour les bois tendres (des résineux). La figure 13 présente des monolignols et des acides hydroxycinnamiques précurseurs.

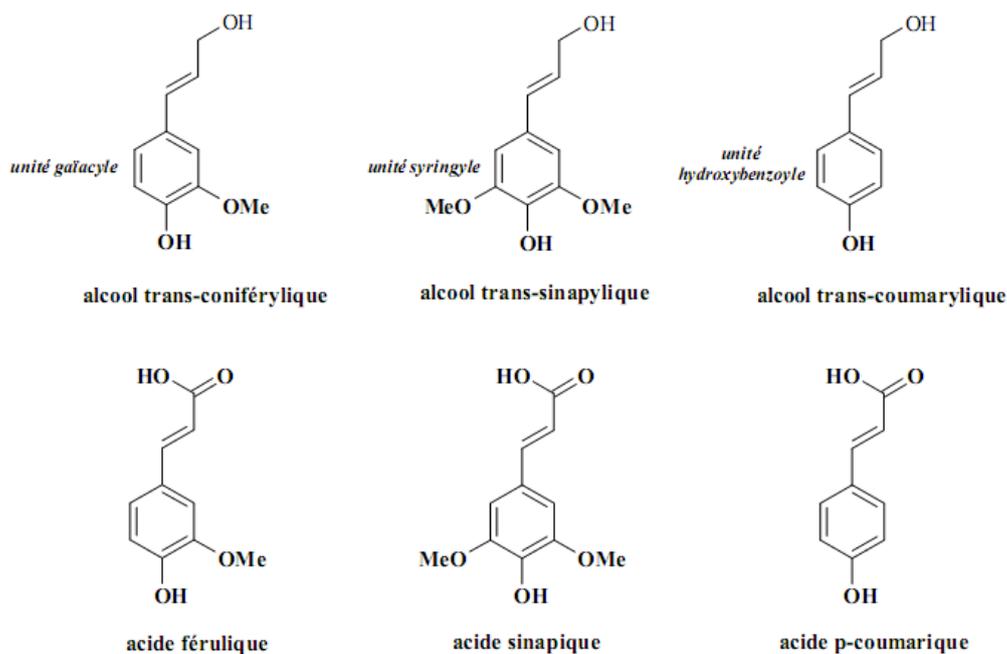


Figure 13: Structure des monolignols et des acides hydroxycinnamiques précurseurs

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

La proportion des trois monomères et les liaisons intramoléculaires sont très variables, dépendantes de l'origine botanique, du tissu et de la localisation dans la paroi. Les lignines sont difficilement dégradées, très résistantes à de nombreux agents chimiques et biochimiques ; seules certaines bactéries et champignons, comme les polyphores, sont capables d'assurer la lignolyse. Elles sont très réactives, parce qu'elles contiennent entre autres des fonctions phénoliques et hydroxyles, et sont insolubles dans les solvants du fait qu'elles constituent un réseau infini. Pour caractériser les lignines, des méthodes de dégradation douces ont été mises au point qui permettent de dépolymériser le réseau tridimensionnel du polymère sans dégrader ni les noyaux aromatiques, ni la chaîne propane. Cependant, du fait des opérations d'extraction, les lignines isolées (lignines d'extraction) sont différentes des lignines in situ (protolignines).

Le terme de « klason lignine » est parfois employé et correspond au résidu après avoir débarrassé la paroi des extractibles hydrophiles et lipophiles, et des polysaccharides par de l'acide sulfurique fort [8].

I .6.5 Extractibles :

Ce sont des molécules de faible masse molaire qui remplissent la lumière des cellules. Ils représentent 2 à 5 % de la masse sèche. La plupart de ces extractibles sont solubles dans l'eau ou des solvants organiques, d'où leur dénomination. La composition en extractibles varie en fonction de l'essence considérée et influe sur la couleur et l'odeur. Il s'agit de tanins, de pectines, de sucre et d'autres composés [17].

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

Tableau 2: Composition chimique de quelques plantes à fibres [18, 2 et 8].

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

I.7. Propriétés mécaniques de la fibre végétale :

Il est très difficile de présenter un tableau qui répertorie toutes les propriétés des fibres lignocellulosiques. La grande variabilité constitutive et anatomique de la fibre végétale implique une variabilité de leurs propriétés mécaniques. La faiblesse de la masse volumique des fibres végétales (1,2 à 1,5 g/cm³) confère à ces matériaux des propriétés mécaniques spécifiques intéressantes. Les fibres longues ont des contraintes en traction plus faibles que les fibres courtes, du fait que les premières ont de plus grandes probabilités de contenir des défauts de formation.

La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant un module d'élasticité relativement plus élevé (90-137 Gpa), comparé à celui de la fibre de verre qui est de 75 Gp. Ainsi, un index de cristallinité de la cellulose d'une fibre élevé est indicateur de propriétés mécaniques élevées.

Les fréquents défauts structuraux (Figure14) observés de la surface des fibres sont des conséquences de la grande variabilité de morphologie, de composition chimique, de structure et de comportement mécanique spécifique de ces fibres.

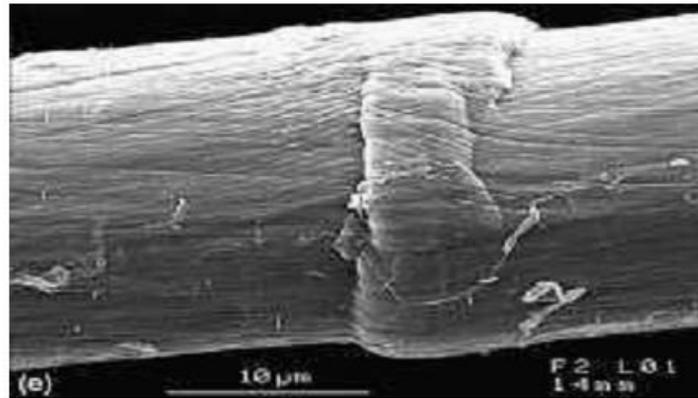


Figure 14: Exemple de défaut structural sur une fibre de lin [6].

L'angle micro fibrillaire explique en partie la déformation élastique de la fibre végétale et dès lors son allongement à la rupture en traction. En effet, sous l'action de forces de traction relativement faibles, la fibre lignocellulosique subit une déformation réversible du fait de l'alignement progressif des microfibrilles cellulosiques avec l'axe de la fibre et une déformation élasto-viscoplastique des polymères amorphes [4].

Si la sollicitation de la fibre est plus forte, la déformation de celle-ci entre dans une phase irréversible qui peut se poursuivre jusqu'à la rupture. Un angle micro fibrillaire élevé suppose une déformation élastique plus importante pour une sollicitation de la fibre en traction faible [19].

Le tableau 3 présente les propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec certaines fibres de renforcement conventionnelles.

Tableau 3: Propriétés mécaniques des fibres naturelles en comparaison avec des fibres de renforcement conventionnelles [8].

Fibre	Densité (g/cm ³)	Allongement(%)	Résistance à la traction (Mpa)	Module de Young (Gpa)
Coton	1.5-1.6	7.0 - 8.0	287–597	5.5-12.6
Jute	1.3	1.5 - 1.8	393–773	26.5
Lin	1.5	2.7 - 3.2	345–1035	27.6
Chanvre	–	1.6	690	–
Ramie	–	3.6-3.8	400–938	61.4-128
Sisal	1.5	2.0 - 2.5	511–635	6.4-22.0
Coco	1.2	30.0	175	4.0-6.0
Verre E	2.5	2.5	2000–3500	70.0
Verre S	2.5	2.8	4570	86.0
Aramide	1.4	3.3 - 3.7	3000–3150	63.0-67.0
Carbone	1.4	1.4 - 1.8	4000	230.0-240.0

I.8. Conclusion :

Comme tous les produits naturels, les propriétés mécaniques et physiques des fibres naturelles varient considérablement. Ces propriétés sont gouvernées par la composition chimique et structurale et dépendent du type de la fibre et des conditions de croissance. La cellulose, le composant principal de toutes les fibres végétales, varie d'une fibre à une autre.

La sensibilité à l'humidité est remarquable, les fibres naturelles sont facilement influencées par l'environnement. De manière générale, la haute teneur en humidité réduit les propriétés mécaniques.

Chapitre II :

Le jute

II .1 Présentation du jute :

Communément connu sous le nom de jute, le *Corchorus Capsularis* est une plante tropicale de laquelle on extrait la fibre de jute. Le jute, tout comme le coton, sont les fibres naturelles les plus utilisées au niveau mondial. Plusieurs espèces peuvent être exploitées pour produire la fibre de jute, mais il existe principalement deux espèces cultivées à cet effet qui sont le *Corchorus Capsularis* et le *Corchorus Olitorius*.

La plante est de type herbacé et d'une hauteur d'environ 3-4 mètres de hauteur, la tige est d'une grosseur d'environ deux centimètres de diamètre. Les feuilles pétiolées, de limbe triangulaire sont d'environ 15 centimètres de long et 5 cm de large, elles sont de petites tailles et de couleur jaune. [20].



Figure 15 : le jute [20]

II .2 Description de la fibre de jute :

La fibre de jute exploitable correspond aux vaisseaux de phloème situés sous l'écorce de la tige principale, elle est longue, douce et brillante. Sa longueur va de 1 à 4 mètres et son diamètre de 17 à 20 microns. Elle est essentiellement composée de cellulose végétale et de lignine, qui sont respectivement les principaux composants de la fibre végétale et de la fibre de bois. Les méthodes de rouissage utilisées pour séparer l'écorce filamenteuse d'avec la tige peuvent être biologiques ou chimiques, mais les premières sont plus répandues compte tenu du coût des produits chimiques. Le rouissage biologique englobe plusieurs techniques consistant à lier les tiges en faisceaux avant de les faire tremper afin de séparer plus facilement les fibres de la tige. On gratte ensuite la matière non fibreuse, ce qui permet enfin d'arracher les fibres [21].

Cette fibre naturelle d'aspect soyeux est surnommée « fibre d'or » en raison de ses reflets. Il s'agit d'une culture annuelle qui prend environ 120 jours pour arriver à maturité [21].

Le jute est caractérisé par une forte résistance à la traction, une faible extensibilité, une faible conductivité thermique et une bonne isolation.

Il est de nos jours utilisé comme nouveau matériau de construction et d'emballages 100% recyclables.

II .3 Historique :

Le Jute est cultivé depuis très longtemps dans la région du Golfe du Bengale. Les premières exportations vers l'Europe de l'Ouest datent des années 1790, la fibre était alors utilisée dans la fabrication de cordes. En 1822, la première manufacture de filage du jute fut créée à Dundee en Ecosse.

La ville devint rapidement le centre de cette industrie. Dès 1855, l'Inde développa sa propre capacité à transformer le jute, Calcutta devenant la capitale de cette activité. Lors de la partition de l'Inde en 1947, une partie de la production se retrouva alors localisée dans le Pakistan est (aujourd'hui Bangladesh).

Aujourd'hui, la production se situe principalement en Inde et au Bangladesh. Néanmoins de nombreux pays le cultivent : Bhoutan, Brésil, Cambodge, Cameroun, Chine, Egypte, Iran, Myanmar, Népal, Pakistan, Pérou, Thaïlande, Ouzbékistan et Viêtnam. Leur production est toutefois sans commune mesure avec celle de l'Inde et du Bangladesh [22].

II .4 Processus d'élaboration :

Certaines conditions sont nécessaires pour la culture du jute : un climat chaud et humide. Le sol doit être de type alluvial ou argilo-sableux. Le jute pousse dans les endroits de pluies abondantes, où les précipitations moyennes se situent entre 75-100 mm pendant la phase de croissance.

Les graines sont généralement plantées entre les mois de Mars, Avril, Mai et Juin. La terre doit être labourée et fertilisée. Le semage se réalise en laissant un espace de 15cm entre les graines. Deux ou trois jours plus tard, les graines commencent à germer, mais c'est seulement après 3 ou 4 mois que la plante fleurit. Un mois après la floraison et avant que les fruits mûrissent, on coupe les tiges à hauteur du sol. Durant cette période, on procède deux ou trois fois au désherbage de la plante et au ratissage du terrain.

Les plantes, coupées et liées en bottes, sont ensuite séchées, postérieurement, les feuilles et les branches. Le processus suivant consiste à tremper les bottes, on sépare du tronc les fibres de jute que l'on fait sécher à une température d'environ 30 degrés durant trois semaines. Il est important que ce procédé se réalise correctement, dans le cas contraire, la fibre devient gluante, difficile à filer et peu lumineuse. Les fibres mesurent entre 1 et 4mètres et sont de couleur blanche-jaunâtre, jaune ou brune. On effectue à nouveau un séchage de la fibre, on la plie au centre, elle est ensuite entassée en balles, c'est sous cette forme qu'elle sera ensuite vendue.

La fibre de jute constitue uniquement 6% du poids de la plante. Le processus de production est long et requiert une main d'œuvre importante, l'extraction de la fibre s'effectue totalement manuellement [20].

II .5 Les usages du jute :

Le jute est une fibre polyvalente. Avec la révolution industrielle, il a largement devancé le lin et le chanvre dans la fabrication des sacs, lesquels représentent aujourd'hui encore l'essentiel des produits issus de cette fibre. Le jute a comme caractéristique intéressante de pouvoir être utilisé indépendamment aussi bien qu'avec diverses fibres et matières. S'il est de plus en plus souvent remplacé par des matières synthétiques, certains fabricants tirent parti de sa biodégradabilité pour des usages où ces dernières seraient inadaptées. On le retrouve par exemple dans des toiles pour mottes, destinées à la plantation de jeunes arbres, ou encore dans les géotextiles, pour lutter contre l'érosion et maintenir les sols. Ces produits se désagrègent et il donc est inutile de les retirer du sol.

Le jute présente d'autres avantages. Bon isolant, il est doté de propriétés antistatiques intéressantes et affiche une faible conductivité thermique; sa capacité de rétention de l'humidité est moyenne [21].

II .5.1 Textile :

La fibre de jute brute convient mal à la fabrication textile du fait d'une forte teneur en lignine. Néanmoins, des techniques de délignification et le mélange avec d'autres fibres comme le coton permet d'obtenir des fils d'une qualité suffisante pour la fabrication de vêtements.

Par ailleurs, les techniques employées avec les fibres du même genre (chanvre, raphia, lin, ..) peuvent aussi s'appliquer à la fibre de jute afin de la rendre apte à la fabrication textile.

Les textiles contenant du jute peuvent subir les mêmes traitements qu'un textile normal: blanchiment, teinture, apprêts, ...

Le jute peut ainsi être utilisé pour produire des pièces de tissu, des couvertures et des vêtements [21].

II .5.2 Géotextile :

Une des applications les plus récentes du jute a été réalisée dans le domaine des géotextiles. Grâce à ses propriétés particulières (forte teneur en lignine et tissabilité de la fibre), le fil de jute peut servir à la confection d'un maillage lâche destiné à être posé sur les sols. Ce genre de tapis retient la terre et limite ainsi l'érosion. Sa complète biodégradabilité en fait un produit écologique et par la même occasion fertilisant (2 tonnes d'apport de matière organique par are en 2 ans).

Ce "tapis" peut servir également de protection pour les racines et les graines en conservant une humidité minimum au niveau du sol. Les utilisations agronomiques sont par ailleurs nombreuses [21].

II .5.3 Plastiques :

La fibre de jute peut servir à renforcer la matière plastique. Le mélange granules de plastique et fibres de jute peut remplacer le plastique pur dans tous les types de produits à base de plastique. Compte tenu du prix moins élevé du jute et de la possibilité d'intégrer jusqu'à 40% de jute (en poids de produit fini), ce procédé est une substitution intéressante. Ce procédé est notamment expérimenté dans la fabrication automobile [21].

II .5.4 Substitut du bois :

Le jute peut être utilisé comme substitut du bois dans deux domaines: la papeterie et le mobilier. La fabrication de planches nécessite l'utilisation d'une technologie d'assemblage par résine à chaud. Les produits finis sont des portes, encadrements de fenêtres, couvertures de toits (en remplacement de la tôle ondulée), etc. Ces produits sont résistants à la vermine, au feu, ne gonflent pas à l'humidité et peuvent être enduits avec des peintures classiques [21].

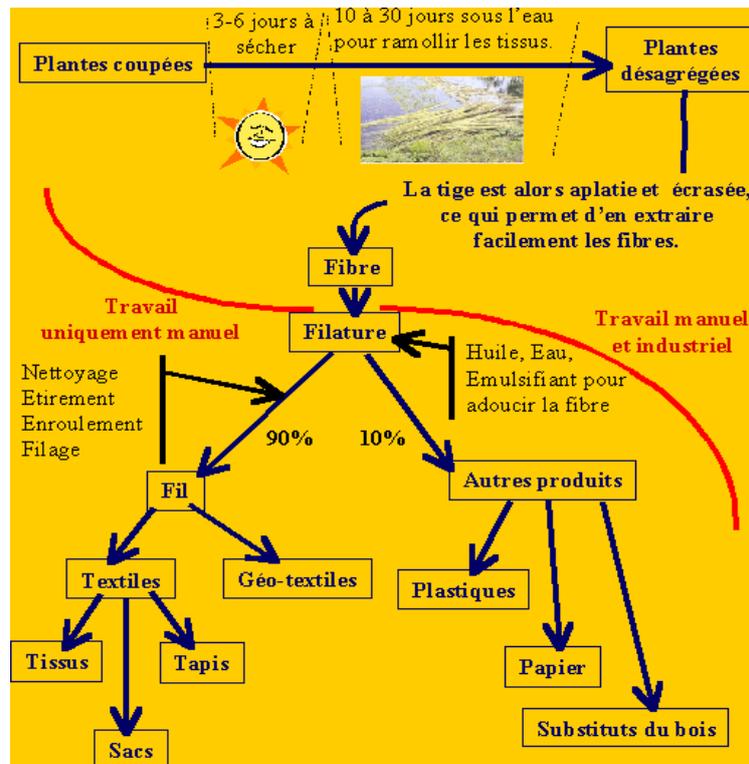


Figure 16: Les différents usages du jute

II .6 Production et commerce :

La production de jute connaît des fluctuations dictées par les conditions météorologiques et les prix. Au cours des dix dernières années, elle a été comprise entre 2,5 et 3,2 millions de tonnes, ce qui est comparable à la laine. L'Inde et le Bangladesh représentent respectivement 60% et 30% de la production mondiale. Le Bangladesh exporte près de 40% sous la forme de fibre brute et quelque 50% sous la forme de produits manufacturés. L'Inde exporte près de 200 000 tonnes de produits en jute, le solde étant destiné au marché intérieur [21].

II .7 Perspectives du marché :

La demande pour le jute et les autres fibres naturelles susceptibles d'être mélangées avec le coton progresse à mesure qu'augmente celle pour les mélanges de fibres naturelles. Les usages du jute se sont développés dans l'industrie textile. En plus des applications traditionnelles, on le retrouve désormais dans différents textiles à valeur ajoutée utilisés dans l'ameublement ainsi que dans des composites, en particulier, comme fibre de bois. Les produits diversifiés en jute représentent actuellement un faible pourcentage de la consommation totale, mais ce segment pourrait connaître une croissance rapide si des investissements étaient réalisés pour renforcer les ressources et améliorer les compétences. Le

jute joue également un rôle direct dans l'agriculture de conservation et il constitue aujourd'hui une option écologique et économique reconnue dans différentes applications touchant aux sols [21].

II .8 Développement de la filière :

Le Fonds commun pour les produits de base réalise au Bangladesh plusieurs projets visant à renforcer les capacités des producteurs de jute et à soutenir la diversification du secteur.

Polyoléfines renforcées au moyen de jute pour applications industrielles, phase II: optimisation du matériau et application du procédé à plus grande échelle à des fins de commercialisation.

Le projet vise à développer et à tester sur le plan industriel des composites thermoplastiques renforcés au moyen de jute destinés à divers usages et notamment à remplacer la fibre de verre et d'autres produits. L'optimisation du matériau et l'extension du procédé à des fins de commercialisation devraient stimuler l'investissement et favoriser l'usage du jute dans différents secteurs, ouvrant ainsi de nouveaux débouchés.

Développement de l'entrepreneuriat dans les produits diversifiés à base de jute
Le projet cible les femmes pauvres, les chômeurs et les personnes en situation de sous-emploi, dans les zones rurales et urbaines, et devrait donc fortement contribuer à réduire la pauvreté. Il vise à tester l'application de nouveaux traitements physico-chimiques pour la teinture, le blanchiment et l'imperméabilisation du jute, ainsi que la production intégrée artisanale de produits de jute mixtes à valeur ajoutée, en utilisant des métiers à tisser manuels et mécaniques, et porte également sur la fabrication de linge de maison. Les usines modèles de traitement chimique implantées en Inde et au Bangladesh montrent comment les effluents peuvent être traités de sorte à réduire au minimum la pollution liée aux teintures et autres applications chimiques.

D'autres projets ont été commandés pour étudier les marchés des applications géotextiles et améliorer l'efficacité de la production dans différents emplois du jute. Ces projets contribuent à renforcer les capacités de transformation du jute, à asseoir la position de la fibre sur les marchés internationaux, et à sensibiliser au potentiel qu'elle recèle [21].

II .9 Avantages pour l'environnement :

Les fibres végétales sont totalement biodégradable et recyclable, la fibre de jute est respectueuse de l'environnement. Un hectare de jute consomme environ 15 tonnes de dioxyde

de carbone et relâche 11 tonnes d'oxygène. La rotation des cultures permet par ailleurs d'améliorer la fertilité des sols au profit de la récolte suivante. De surcroît, le jute ne produit pas de gaz toxique lorsqu'il est brûlé.

Chapitre III :

Traitement de la fibre de jute

III.1 Introduction :

Les traitements ont pour rôle de modifier de nombreuses propriétés des fibres végétales. Ils améliorent la mouillabilité de la fibre avec la matrice polymérique et créent un lien fort à l'interface fibre-matrice. Une bonne adhérence à l'interface contribue à l'amélioration du transfert de charges entre les fibres et la matrice et, par conséquent, les propriétés mécaniques sont accrues.

Ces divers traitements peuvent être divisés en deux catégories : les méthodes de modification physiques et les méthodes chimiques. Le but de ces modifications est l'amélioration de l'adhésion par la création de nouvelles liaisons. La surface est donc au cœur de l'action et subit des modifications. On cite les traitements :

- Corona ;
- Avec des silanes ;
- Autoclave et plasma ;
- Alcalins.

III.2 Méthodes physiques de modification de la surface :

Les méthodes physiques induisent un changement des propriétés structurelles et surfaciques de la fibre cellulosique. Parmi ces méthodes, on cite le calandrage, l'étirement et les traitements thermiques. Ces techniques ne causent pas de modifications chimiques. Dans ce qui suit, on présente quelques techniques très répandues pour le traitement physique des fibres végétales.

III.2.1 Agents dispersifs :

Les cires, et les paraffines sont largement utilisées dans les composites à base de bois. D'autres additifs comme les élastomères et les plastifiants sont aussi utilisés. Ces produits agissent sur des propriétés spécifiques qui entraînent des modifications de surface permettant d'améliorer d'une manière directe et indirecte la fabrication du composite. Ces modifications contribuent à faciliter le procédé de fabrication (changements des paramètres du procédé : baisse de la température, homogénéisation du mélange, diminution des contraintes mécaniques lors du processus) [3].

III.2.2 Traitements par décharges électriques (corona, plasmas froids) :

La modification des fibres cellulosiques a connu un succès dans les domaines des matériaux composites. Le traitement Corona, ou effet couronne, est une technique d'activation de surface par oxydation. Cela se traduit par une augmentation de la concentration des groupements aldéhydes lors de l'activation de la surface des fibres.

On obtient sensiblement le même type d'action avec les plasmas à basse température. Ce traitement modifie la surface des fibres sans affecter les propriétés intrinsèques du matériau. Cette technique ne nécessite pas l'usage de solvant et s'applique avec un temps de traitement court.

La variété de modifications possibles avec les plasmas provient du choix du gaz impliqué dans le traitement. L'oxygène entraîne la formation de groupes plutôt acides (accepteurs d'électrons), alors que l'azote ou l'ammoniaque entraînent la formation de groupes plutôt basiques (donneurs d'électrons). Ce type de solution par décharge électrique nécessite toutefois une technologie assez complexe [23].

III.3 Méthodes chimiques de modification de la surface :

Plusieurs approches ont été utilisées pour réduire le caractère hydrophile des fibres de cellulose et améliorer leur adhérence avec les matrices des composites [24].

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

III.3.1 Traitement au Silane :

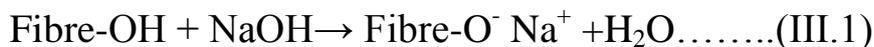
L'utilisation des agents d'accouplement de silane est une pratique très bien connue dans les composites à base de fibres de verre et de matrices polymériques. Ces agents sont aussi utilisés dans le cas des composites fibres de bois/ciment. Le silane SiH_4 est employé comme agent d'accouplement. Il peut réduire le nombre des groupes hydroxyles de la cellulose dans l'interface fibre/matrice. En présence de l'humidité, le groupe alkyl hydrolysable mène à la formation du silanol. Ce dernier réagit avec le groupe hydroxyle de la fibre, en formant des liens covalents stables à la paroi cellulaire. Par conséquent, les chaînes d'hydrocarbure dues à l'application de silane retiennent le gonflement de la fibre en créant un réseau réticulé dû à la liaison covalente entre la matrice et la fibre [24].

III.3.2 Traitement Alcalin :

C'est l'un des traitements chimiques les plus employés dans le cas des fibres naturelles destinées pour le renforcement des plastiques. Les modifications les plus importantes causées par ce traitement sont :

- La rupture des liaisons hydrogène dans la structure du réseau des fibres;
- L'augmentation de la rugosité extérieure;
- L'élimination d'une certaine quantité de lignine, de cire et des huiles couvrant la paroi cellulaire de la fibre;
- Dépolymérisation de la cellulose

L'addition de l'hydroxyde de sodium (NaOH) à la fibre naturelle favorise l'ionisation du groupe hydroxyle selon la formule suivante [25, 26] :



III.4 Le comportement de la cellulose dans la soude :

L'action de la soude sur la cellulose produit des phénomènes plus ou moins interdépendants de quatre natures différentes :

- Le gonflement ;
- La solubilisation ;
- La mercerisation ;
- La dégradation.

Ces phénomènes dépendent de la concentration en soude et de la température.

III.4.1 Le gonflement et la solubilisation :

La dissolution ou au moins le gonflement de la cellulose est une étape indispensable pour fonctionnaliser la cellulose de manière conséquente. En effet, sans gonflement préalable, seule une réaction de surface au niveau de la fibre (ou de la microfibrille) est possible.

Après un gonflement limité, la structure d'ensemble de la cellulose en tant que fibre est conservée en dépit d'une augmentation du volume de l'échantillon due à l'absorption de soude par la cellulose et des changements significatifs des propriétés physiques. En revanche, la dissolution entraîne la transition d'un système biphasique à une monophasique, et la structure supramoléculaire initiale de l'échantillon est détruite.

En dépit de ces différences, les phénomènes de gonflement et de dissolution ont des caractéristiques communes, plus particulièrement d'un point de vue physico-chimique. Dans les deux cas, les forces intermoléculaires entre macromolécules sont supplantées par des interactions plus fortes des chaînes avec la soude conduisant à une perte ou une destruction de la structure supramoléculaire de la cellulose. Les processus de gonflement et de dissolution contribuent à l'augmentation de l'accessibilité des groupes hydroxycellulosiques.

Il n'y a pas de limite définie entre les processus de gonflement et de dissolution de la cellulose, et le même système (en l'occurrence ici la soude aqueuse) peut agir comme agent de gonflement ou solvant selon le degré de polymérisation (DP) et la structure de l'échantillon de cellulose. De nombreux auteurs ont étudié les mécanismes de dissolution de la cellulose dans la soude aqueuse, et établi des techniques visant à améliorer cette dissolution. Yamane et ses collaborateurs [27] ont développé une méthode de préparation industrielle de cellulose – solution aqueuse de soude caustique à haute solubilité. Kamide et ses collaborateurs [28,29] ont particulièrement étudié la dissolution de la cellulose dans la soude.

Lanj et Laskowski [30] ont montré que la solubilité de pulpe de bois dans la soude à 10% (p/p) ne dépend pas du type de traitement préalable effectué mais uniquement du DP.

Sur la figure 17, la solubilité est exprimée en pourcentage et diminue quand le DP augmente. Le rond noir symbolise un traitement thermique, le rond blanc une hydrolyse acide et le carré noir une irradiation préalable. Les points suivent la même évolution quel que soit le traitement préalable appliqué à la cellulose.

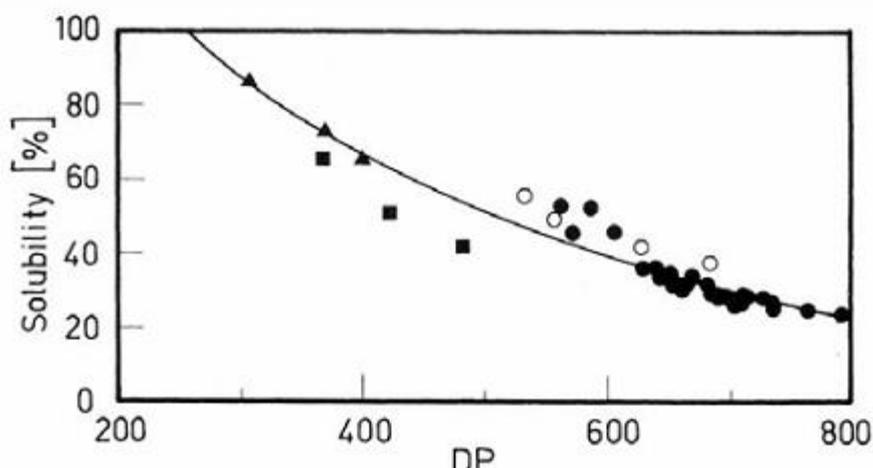


Figure 17: Solubilité de la cellulose de pulpe de bois en fonction du DP [30]

●: Traitement thermique ; ○: hydrolyse acide ; ■: irradiation

Des changements mineurs des conditions peuvent entraîner la dissolution ou le gonflement. On peut aussi noter que l'addition d'oxydes de zinc et d'urée favorise la dissolution de la cellulose [30]. Il est possible d'améliorer le taux de solubilité par un traitement mécanique préalable, dit « d'explosion à la vapeur », qui contribue entre autres à diminuer le DP des chaînes [31]. Il se peut que le gonflement et la dissolution aient lieu simultanément mais on préfère généralement parler d'une étape d'activation (gonflement et perte de structure physique) suivie d'une étape de dissolution.

Le gonflement de la cellulose dans les solutions aqueuses de soude a été observé depuis 150 ans et a été le sujet de nombreuses recherches depuis cette date. Saito [32] a montré qu'une concentration en soude de l'ordre de 8 à 10% (p/p) entraîne un gonflement maximum de la cellulose. Le gonflement maximum est d'autant plus fort que la température est basse.

La figure 18 illustre ce phénomène. Les ronds blancs correspondent à la température de 14°C, puis les autres températures sont 20, 25 et 31°C (symbolisé par les triangles blancs) à l'autre extrémité.

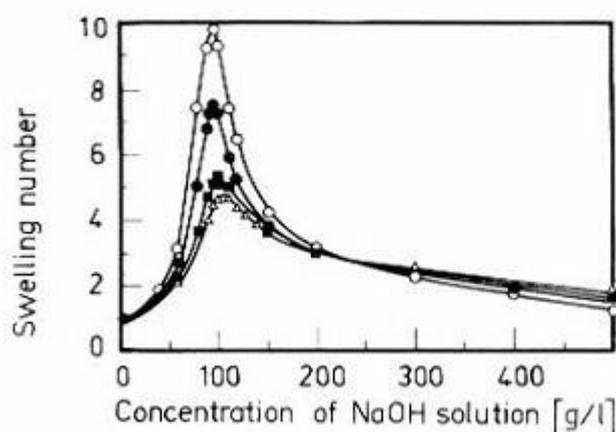


Figure 18: Indice de gonflement de la cellulose dans la soude pour différentes températures en fonction de la concentration en soude [32].

○ : Température (14°C); ● : Température (20, 25 et 31°C)

Le degré d'hydratation des hydrates de soude diminue quand la concentration en soude augmente. De ce fait, l'encombrement des groupements ioniques décroît, ce qui facilite leur pénétration dans la cellulose, d'abord dans les zones amorphes puis dans les zones cristallines. Puisqu'il existe une concentration qui entraîne un gonflement maximum, ceci doit correspondre à une structure, ou plutôt une taille précise de l'hydrate de soude correspondant.

Le gonflement de la cellulose est un processus complexe qui affecte les niveaux moléculaires et supramoléculaires de la structure de la cellulose.

a. Au niveau moléculaire :

Une interaction chimique forte entre les groupements hydroxyles et les hydrates de soude entraîne une rupture des liaisons intra- et intermoléculaires. La sphère de solvatation des paires d'ions de l'hydroxyde de sodium joue un rôle important dans les interactions cellulose / soude. En dépit de leur grand nombre de molécules d'eau, ces sphères sont stabilisées à basse température. Elles agissent en tant qu'espaceur pour séparer les chaînes de cellulose. Des molécules d'eau pénètrent d'abord dans les régions les moins ordonnées de la cellulose, c'est à dire les régions peu ou pas cristallines où elles détruisent les liaisons hydrogène. Les hydrates de soude pénètrent ensuite au sein des zones cristallines et se complexent aux groupes hydroxyles des anhydroglucoses. Progressivement, la stabilisation originelle de la structure cellulosique grâce aux liaisons hydrogène inter- et intramoléculaires est remplacée par des complexes d'addition entre groupements hydroxycellulosiques et des paires d'ions d'hydroxyde de sodium.

Fink et ses collaborateurs [33] ont établi un concept basé sur la rupture des liaisons hydrogène intra- et intermoléculaires à l'intérieur de la structure solide de la cellulose. Cette rupture est provoquée par l'action des paires d'ions Na^+ et OH^- hydratés, entraînant des changements conformationnels des macromolécules avec une préférence pour des inversions de la liaison glycosidique au niveau des carbones C-1 et C-4 entre deux motifs anhydroglucose. La figure 19 montre les possibilités variées d'interaction et les différentes liaisons hydrogène impliquées. Ces auteurs pensent que l'interaction a lieu préférentiellement au niveau des carbones C-2 et C-6 pour les plus faibles concentrations en soude (inférieures à 18%), et que l'interaction au carbone C-3 n'apparaît que pour des concentrations supérieures à 22% en soude. Ceci a été vérifié par Isogai [35] qui a étudié le système cellulose /soude / eau par RMN ^1H et RMN ^{13}C et montré que le carbone C-3 est le plus résistant à la complexation avec la soude. Ceci signifie qu'on a deux attaques possibles par motif anhydroglucose, pour une concentration de 9% en soude.

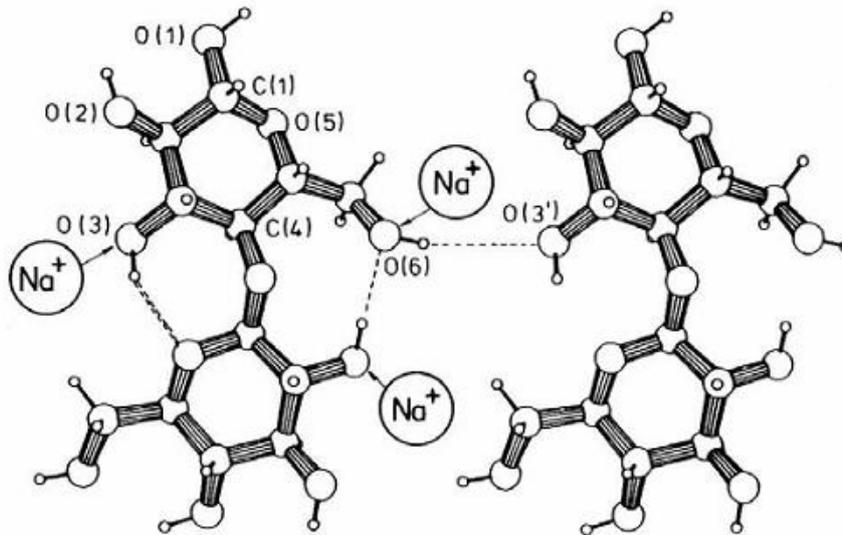


Figure 19: Les interactions de Na⁺ avec la chaîne cellulosique [34].

La nature précise de la liaison de NaOH aux anhydroglucoses reste cependant non connue. La réalité est certainement entre les deux extrémités que sont l'alcoolate et le complexe d'addition stabilisé uniquement par des forces de Van Der Waals.

b. Au niveau supramoléculaire :

Un changement des dimensions du réseau cristallin et de la conformation des chaînes apparaît pour la concentration où le gonflement est maximum, et l'ordre latéral diminue, mais demeure à un niveau assez élevé. Le gonflement inter- et intra cristallin de la fibre dans la soude entraîne une modification des proportions cristallines et désordonnées de l'alcali cellulose formé. Cette modification de la structure cristalline de la cellulose I native peut être détectée par rayons X. Des complexes ternaires stables cellulose / soude / eau appelés soda celluloses sont formés. Il existe différentes soda celluloses (ou Na cell) en fonction des conditions de température et de concentration

Si on retire la soude du mélange, l'alcali cellulose formé est irréversiblement transformé en cellulose II, c'est la mercerisation.

III.4.2 La mercerisation :

La mercerisation est un traitement à la soude qui induit la transformation irréversible de la structure cristalline de la cellulose native de type I en cellulose II, en passant par divers complexes cristallins appelés soda celluloses (Na cell). Au cours de cette transformation, le

système de chaînes parallèles original de la cellulose I devient antiparallèle, caractéristique de la cellulose II.

C'est en particulier Okano et Sarko [35], [36] et Sarko et Nichimura [37] qui ont étudié les rouages moléculaires de cette transformation. Ils ont d'abord étudié par rayons X les structures cristallines des soda celluloses identifiées, dont nous discuterons précisément dans le paragraphe consacré aux espèces de soda celluloses. Ces auteurs ont ensuite proposé un mécanisme possible de la mercerisation (figure 20) qui nous informe particulièrement sur les changements à l'échelle supramoléculaire de la cellulose traitée par la soude. Au cours de la première étape de cette transformation, la soude pénètre les régions amorphes qui existent entre les cristallites. Dans un cristallite, les chaînes de cellulose sont orientées parallèlement (cellulose I), mais sont distribuées le long de la fibre dans des directions qui peuvent être opposées entre cristallites, comme le montre la représentation de la cellulose I de la figure 20 (les flèches indiquent une direction). Entre les cristallites, les zones amorphes contiennent des chaînes non orientées. La solution de soude qui entre dans les zones amorphes va provoquer la formation de soda cellulose I sans mouvements de chaînes importants, et initialement avec peu d'effet sur les zones cristallines. La formation de soda cellulose I aux chaînes antiparallèles est énergétiquement et entropiquement favorisée. En conséquence, les régions cristallines de cellulose I diminuent graduellement au profit de la formation de cristallites de soda celluloses I.

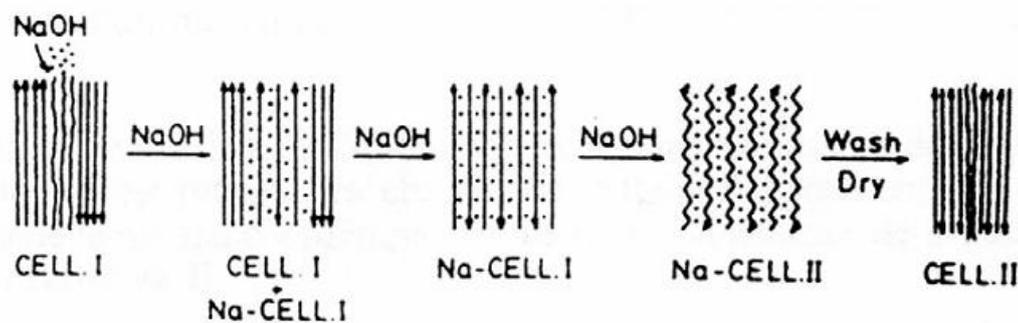


Figure 20: Mécanisme possible de la mercerisation [36].

Quand la première étape est terminée, la soda cellulose I est libre d'absorber plus de soude.

Elle est alors convertie en soda cellulose II, dont la structure en hélice diffère de celle de la soda cellulose I. Les anhydroglucoses de la soda cellulose II forment une hélice avec un pas d'ordre 3 (hélice droite ou gauche). Pour la soda cellulose I, on a une hélice avec un pas d'ordre 2, comme le montre la figure 21.

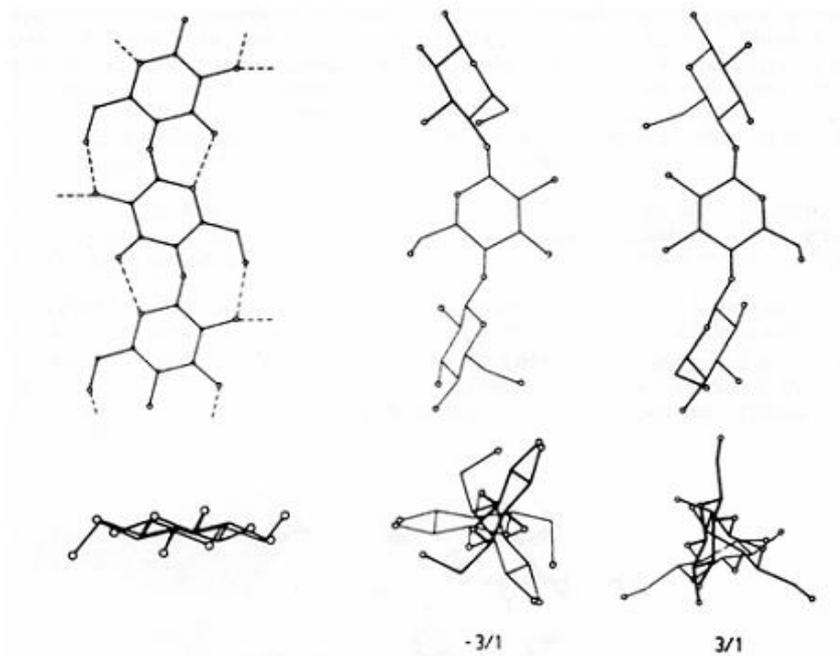


Figure 21: La conformation des hélices des sodas celluloses I et II [37].

Tout contact entre chaîne adjacente est alors supprimé. La structure résultante, la soda cellulose II est probablement l'intermédiaire alcali cellulosique de plus faible énergie au cours du processus de mercerisation. Finalement, quand la soude est retirée, une conformation de la chaîne de cellulose en hélice biorientée est retrouvée, car elle représente la forme la plus stable énergétiquement en absence de soude. La structure cristalline qui en résulte est la cellulose II. Plus tard, Nichimura et Sarko [38] ont ajouté la soda cellulose IV à ce mécanisme de la mercerisation. Cette soda cellulose IV serait un intermédiaire entre la soda cellulose II et la cellulose II quand on lave à l'eau la première citée.

De plus, ces mêmes auteurs ont approfondi l'étude de la structure du soda cellulose I par diffraction de rayons X.

III.4.3 La dégradation :

Fengel et Wegener [39] ont principalement étudié ce phénomène. La cellulose se dégrade au contact de la soude, particulièrement à chaud ou en présence d'oxygène. Cette dégradation entraîne une baisse du degré de polymérisation et l'oxydation des groupements hydroxyyles.

Chapitre IV :
Matériels et méthodes
Utilisés

IV.1 Découpage des fibres :

Le découpage des 300 fibres de jute s'effectue à l'aide d'un ciseau aux longueurs de 170 mm en essayons d'avoir un même diamètre des fibres.



Figure 22: Fibres de jutes découpées

IV.2 Traitements alcalin des fibres de jute :

Les fibres sont pesées avant immersion dans la solution de soude afin de déterminer la masse initiale m_0 . La précision de la balance analytique utilisée est de 10^{-4} .

Les fibres découpées sont immergées dans un bain marie contenant une solution d'hydroxyde de sodium NaOH à une concentration de 5%. La température est fixée à 30°C avec un temps d'immersion de 2h, 4h, 6h et 8h. Le tableau 4 récapitule la désignation adoptée en fonction du traitement. [45]

Les fibres sont récupérées et rincées à l'eau distillée acidulée avec des gouttes d'acide acétique jusqu'à neutralisation du milieu, ensuite, elles sont séchées à température ambiante pendant 48 h et étuvées à 100°C pendant 6 H. L'évolution de la perte de masse des fibres brutes après traitement a été suivie en fonction du temps d'immersion.

Tableau 4: Récapitulatif des désignations des fibres selon leur traitement

Fibres	traitement de fibres	Désignation
Fibre 0	Non traitée	F0
Fibre 1	5% NaOH 0 2h	F2H
Fibre2	5% NaOH 0 4h	F4H
Fibre3	5% NaOH 0 6h	F6H
Fibre 4	5% NaOH 0 8h	F8H

La perte de masse est calculée par l'équation suivante :

$$\Delta m = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100 \dots \dots (1)$$

La perte de masse représente la moyenne d'une dizaine de fibres.

La mesure est effectuée pour 10 échantillons .chaque valeur correspond à la moyenne calculée avec l'écart type.

IV.3 Mesure de la densité :

La densité est déterminée par la méthode du pycnomètre.

On pèse le pycnomètre rempli d'eau distillée jusqu'au repère r. On note une masse m_1 .

Ensuite, on cherche la masse volumique de l'échantillon solide ; on procède aux deux pesées m_2 et m_3 schématisées en figure 23. Dans chaque cas, le pycnomètre doit contenir de l'eau distillée jusqu'au repère r. Toutes les manipulations doivent être faites avec soin. En cours d'opération, il faut éliminer les bulles d'air, compléter, si nécessaire, le volume d'eau et ne pas laisser de gouttes d'eau au-dessus du repère. Après chaque remplissage, il faut bien essuyer le pycnomètre [40].

La densité du corps solide s'écrit :

$$d = \frac{m_2 - m_1}{m_2 - m_3} \dots \dots (2)$$

La mesure est effectuée pour trois échantillons .chaque valeur correspond à la moyenne calculée avec l'écart type.

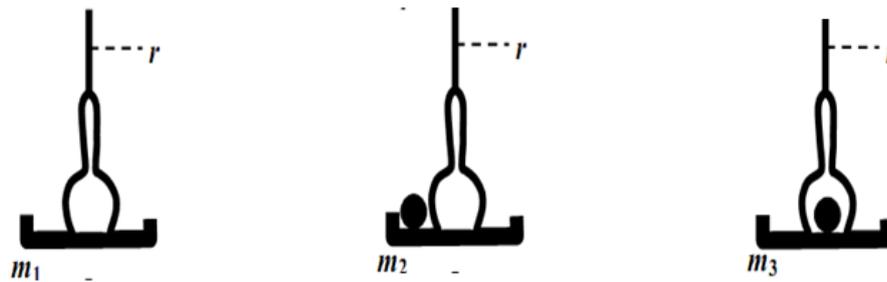


Figure 23: Protocole de mesure de la densité par la méthode du pycnomètre [41]

IV.4 Evolution du taux d'absorption d'humidité :

Pour connaître la variation de ce paramètre, des échantillons de fibres brutes et traités sont conditionnés dans une micro enceinte fumée suivant la norme NF EN ISO 483 (Figure 24). On utilise une solution saline aqueuse saturée d'hydroxyde de sodium à 97% à la température ambiante de la pièce qui était comprise entre 20° C et 25° C, le taux d'humidité contrôlé est de 75% .la mesure est effectuée pour trois échantillons .chaque valeur correspond à la moyenne calculée avec l'écart type.

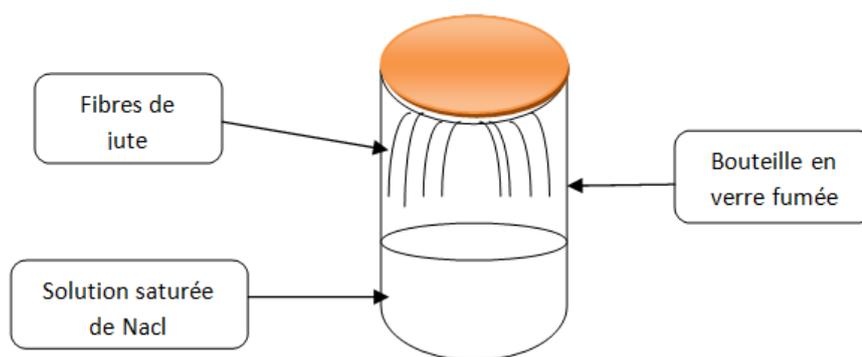


Figure 24: Schéma d'une micro-enceinte de conditionnement

Les échantillons de fibres de jute brutes et traitées sont séchés dans une étuve à 10°C pendant 6h. Ils assemblés sous forme de fagot, ont ensuite été placés à l'intérieur de l'enceinte à

l'aide des files de sorte que les fibres restent en haut de l'enceinte et ne se mouillent pas par la solution saline. L'enceinte est recouverte du papier aluminium.

La teneur en humidité $T_{AH}(\%)$ est évaluée par la formule suivante :

$$T_{AH}(\%) = \frac{mf - m_0}{m_0} \times 100(\%) \dots \dots (3)$$

T_{AH} : la teneur en eau absorbée (g)

mf : la masse finale des fibres (g)

m_0 : la masse initiale des fibres (g)

IV.5 Evolution d'absorption d'eau par les fibres :

Les fibres végétales sont hydrophiles. Afin de connaître l'effet du traitement sur l'absorption d'eau les fibres brutes et traitées sont immergées dans de l'eau distillée à une température constante de 25 °C. La variation de masse des échantillons est mesurée à un intervalle régulier sur une période de 5 mn. Au moment de la mesure de masse trois échantillons de chaque type de fibre sont sortis du bain et légèrement essuyés à l'aide d'un papier absorbant pour éliminer la pellicule d'eau présente en surface. Les échantillons sont alors pesés et à nouveau immergés.

La teneur en eau (M_t) est donnée par la formule suivante :

$$M_t(\%) = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100(\%) \dots \dots (4)$$

M_t : teneur en eau (g)

m_t : la masse des fibres à l'instant t (g)

m_0 : la masse initiale des fibres (g)

La mesure est effectuée pour trois échantillons .chaque valeur correspond à la moyenne calculée avec l'écart type.

IV.6 Caractéristiques chimiques des fibres :

IV.6.1 Détermination du taux de matières sèches (MS) :

La matière sèche est déterminée sur un échantillon broyé de 1g, introduit dans un creuset préalablement séché, puis pesé (P_0), et placé dans l'étuve à 105°C jusqu'à poids constant (pendant 3h). Après refroidissement dans un dessiccateur, le creuset contenant la matière sèche est pesé (P_1).

Le taux de matière sèche est alors :

$$M_S (\%) = \frac{P_1}{P_0} \times 100 \dots (5)$$

Sachant que : P_0 : masse du creuset contenant la matière végétale avant étuvage

P_1 : masse du creuset contenant la matière végétale après étuvage

IV.6.2 Détermination du taux de matières minérales (MM) :

La teneur en matières minérales, ou cendres (Norme Tappi T211 om-93) est déterminée sur le même échantillon sec, par calcination dans un four à 525°C pendant 5 heures.

Après refroidissement dans un dessiccateur, le creuset est pesé (P_2). Le taux de matière minérale est alors :

$$M_M (\%) = \frac{P_2}{P_0} \times 100 \dots (6)$$

La matière organique est donc déterminée par différenciation :

$$M_O (\%) = \frac{P_1 - P_2}{P_0} \times 100 \dots (7)$$

Où : P_2 : masse du creuset contenant la matière végétale après calcination [41].

IV.7 Caractérisations structurale: par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier :

La spectroscopie I.R. est une des méthodes les plus efficaces pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. En effet, le rayonnement I.R. excite des modes de vibration (déformation, élongation) spécifiques de liaisons chimiques. La comparaison entre rayonnement incident et transmis à travers l'échantillon suffit alors à déterminer les principales fonctions chimiques présentes dans l'échantillon.

Les spectres enregistrés à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier de marque Thermo-Nicolet Nexus 670 avec une résolution de 4 cm^{-1} et un nombre de balayage égal à 32 assisté par un micro-ordinateur (figure 25 et 26). Les échantillons à analyser sont préparés sous forme des pastilles [42].



Figure 25: Compartiment de l'ordinateur du spectrophotomètre à transformé de Laplace



Figure 26: Bac optique du spectrophotomètre à transformé de Laplace

Pour préparer les pastilles, nous avons procédé comme suit :

Mélanger de petite particule de l'échantillon avec 200 mg de KBr dans un mortier propre et sec. Broyer le solide trois à quatre fois pendant une dizaine de secondes en le rassemblant avec la spatule entre chaque broyage. Transférer ensuite la totalité de la poudre dans le moule à pastiller. Mettre le moule sous la presse, brancher la pompe à vide pour extraire l'air, attendre une à deux minutes puis appliquer la force pré-réglée (10000 kg \rightarrow 7391 bars) pendant 3 minutes. Supprimer la pression puis extraire délicatement la pastille en utilisant la presse.

IV.8 Caractérisation mécanique :

L'essai de traction a été effectué à l'aide d'une machine universelle ZWICK /ROELL (figure 27). Le banc d'essai est équipé de mors auto serrant et d'une cellule de force ayant une capacité de 10kN. Son pilotage se fait par le logiciel TESTEXPERT qui permet à la fois de consigner le paramètre d'essais, d'acquérir et de traiter les données.



Figure 27: Appareil de traction

Chapitre V :

Résultats et interprétations

Ce chapitre regroupe l'ensemble des résultats et interprétations du travail réalisé.

V.1. Evolution de la Perte en masse :

La Figure 28 présente l'évolution de la perte de masse des fibres de jute en fonction du temps de traitement pour une concentration en soude de 5%. Cette perte est attribuée directement au traitement car ce dernier élimine une certaine quantité de lignine, de cire et d'impuretés, influe directement sur les fibrilles et favorise l'extraction de l'hémicellulose (glucides, polysaccharides).

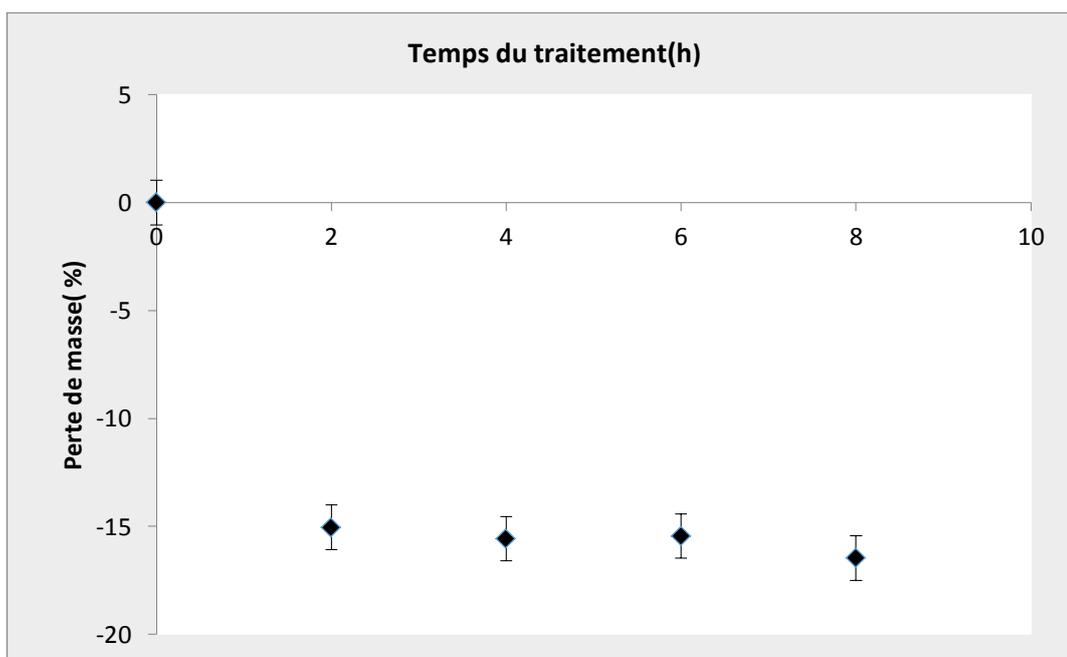
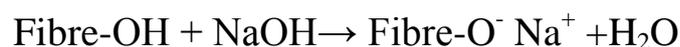


Figure 28: Effet du temps du traitement (5% NaOH) des fibres sur la perte en masse

L'addition de l'hydroxyde de sodium (NaOH) à la fibre naturelle favorise l'ionisation du groupe d'hydroxyle selon la formule suivante :



V.2. Evolution de la densité :

La figure 29 présente la densité des fibres de jute brutes et traitées par la soude.

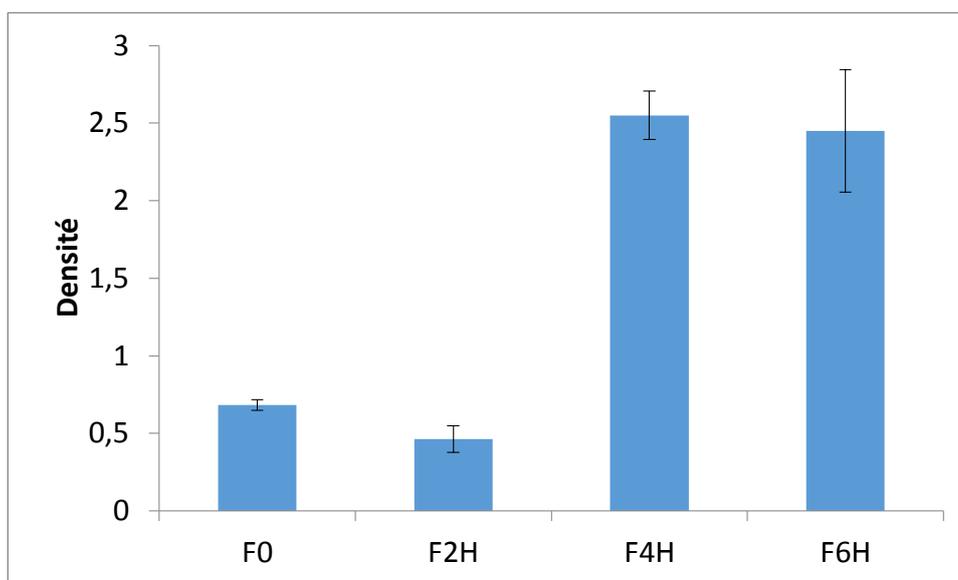


Figure 29: Densité des fibres brutes et fibres traitées par la soude pendant respectivement 2h, 4h et 6h

Les fibres végétales brutes sont caractérisées par leur faible densité par rapport aux fibres minérales telles que la fibre de verre dont la densité est de l'ordre de 2.54 [18].

On remarque que le traitement chimique a modifié la densité des fibres de jute, et ce, pour les trois temps considérés.

V.1. Evolution de la composition chimique de la fibre de jute :

Le tableau 5 regroupe les résultats obtenus concernant les teneurs en matière séchée (MS), matière minérale (MM) et matière organique (MO).

Les résultats obtenus (tableau 5) montrent que les taux de pour matière sèche et de matière organique de la fibre de jute brute et celle traitée sont similaires alors que les taux de matières minérales ont subi une légère augmentation.

Tableau 5: Composition chimique de la fibre de jute

Echantillons	MS%	MM%	MO%
F0	93,21	0,89	92,31
F2H	93,27	0,91	92,35
F4H	92,80	1,31	91,28
F6H	93,18	1,16	92,02
F8H	92,71	1,39	91,31

V.2. Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier :

V.2.1. Fibre de jute avant traitement :

Le spectre infrarouge de la fibre de jute brute est présenté dans la figure 30.

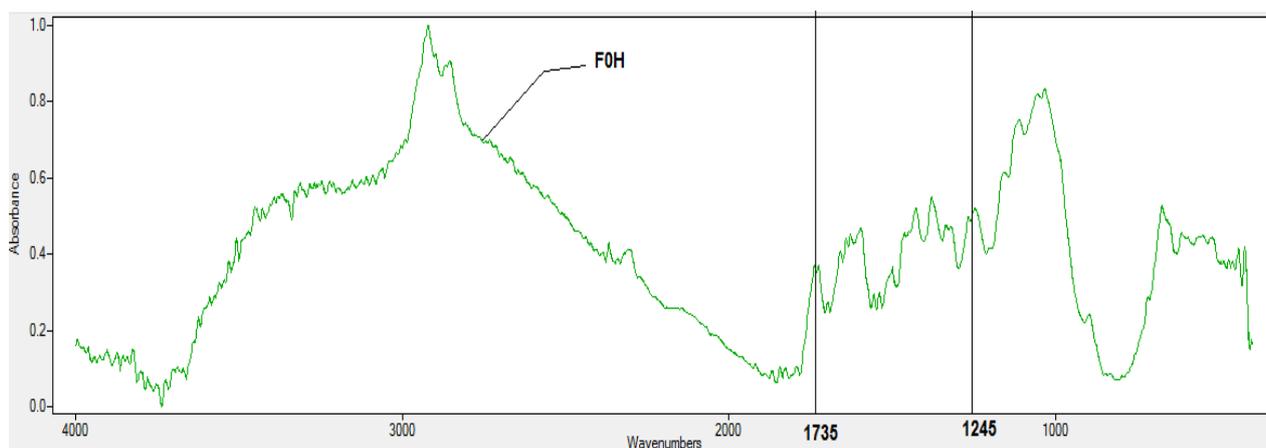


Figure 30: Spectre infrarouge d'une fibre brute

Du nombre d'onde de 4000 à 450 cm^{-1} . Les caractéristiques du spectre du jute sont dues à ses constituantes lignines, hémicelluloses et α -cellulose 2900 cm^{-1} .

Les principales bandes dans ce spectre sont représentées dans le tableau 6.

Tableau 6: Principales bandes au spectre infrarouge de la fibre brute

Nombre d'onde cm^{-1}	Attribution	Mode de vibration
1735	Groupe ester C=O	Elongation symétrique Xylanes (hémicelluloses)
1250	C-H groupes acétyles	Déformation des groupes acétyles (xylanes) Lignine
1370	CH ₃	Déformation symétrique
1425	C- H et Aromatique	Déformation dans le plan de groupes C- H et Vibration Aromatique
2900	Méthyle et méthylène	élongation symétrique

Le tableau 7 représente les principales bandes d'absorption infrarouge du bois et dérivés cellulosiques

Tableau 7: principales bandes d'absorption infrarouge du bois et dérivés cellulosiques [46]

3125-3600	Liaison O-H	Polysaccharides
2885	C-H (élongation symétrique)	Polysaccharides
2850	CH ₂ (élongation symétrique)	Graisses
1730-1760	Groupe ester C=O (élongation symétrique)	Xylanes (hémicelluloses)
1630-1670	H ₂ O absorbée	Eau
1505	C=C cycle aromatique (élongation symétrique)	Lignines
1425	Déformation dans le plan de groupes C- H et Vibration Aromatique	Pectine, lignine, hémicellulose, pectates de calcium

1375	Déformation dans le plan de groupe CH ₂	Polysaccharides
1335	C -O cycle aliphatique	Cellulose
1240	Déformation des groupes acétyles (xylanes)	Lignine
1162	C-O-C (élongation antisymétrique)	Cellulose, hémicelluloses
895	Vibration des liaisons glycosidiques	Polysaccharides
670	C -OH de déformation	Cellulose

V.22. Fibre de jute après traitement :

Les spectres IR des fibres de jute traitées par la soude à différents temps sont présentés dans la figure 31.

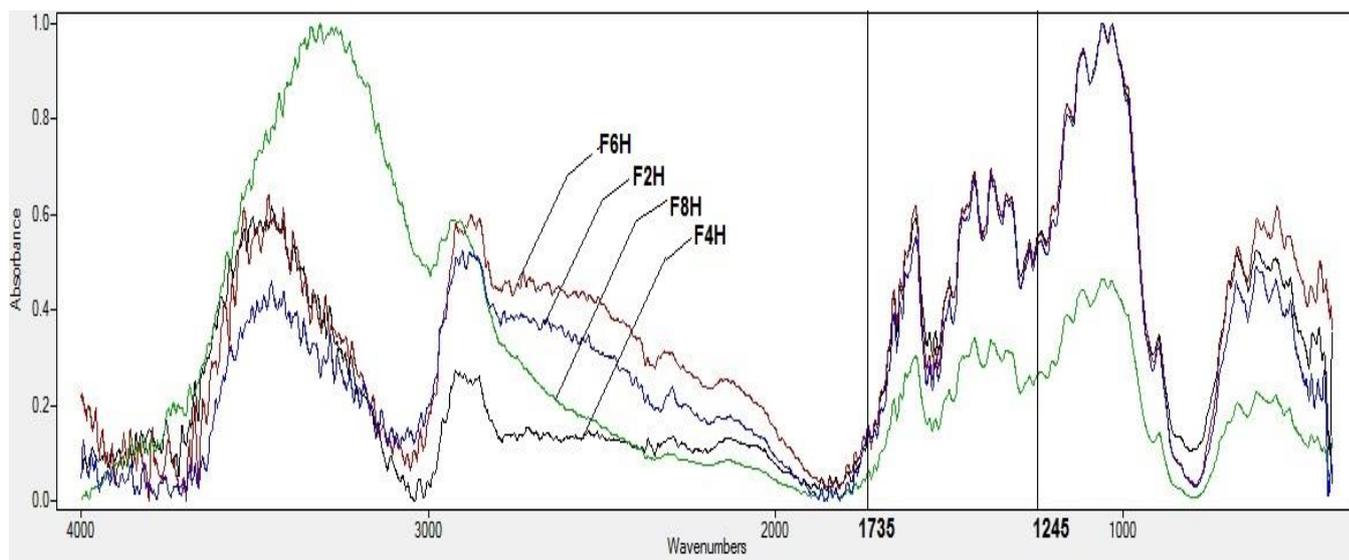


Figure 31: Spectre infrarouge des fibres traitées par NaOH (5%) pendant 2h, 4h, 6h et 8h.

On remarque dans les spectres IR des fibres traitées par la soude à différents temps la disparition des deux bandes caractéristiques à 1735 cm⁻¹ et 1245 cm⁻¹ :

- La bande à 1735 cm^{-1} est attribuée au groupe C=O (étirement carboxyle) et aux groupes acétyles des hémicelluloses dans la fibre de jute brute. L'absence de cette bande peut être expliquée par la dégradation des hémicelluloses par le traitement alcalin. Elle est principalement due à l'élimination du groupe acétyle présentant l'hémicellulose.
- La bande à 1245 cm^{-1} est attribuée à la déformation des groupes acétyles (xylanes) de la lignine.

L'un des principaux effets des traitements alcalins, est la réduction de l'intensité du signal des groupements carbonyles C=O (1750 cm^{-1}), caractéristique des hémicelluloses. Dans notre cas, cette bande a complètement disparu en même temps que la bande 1245 cm^{-1} . Ce résultat est comparable avec ceux de Sedan [9] et Himmelsbach et collaborateurs [44].

L'explication est une hydrolyse partielle des hémicelluloses en milieu alcalin caractérisée par la rupture des liaisons C–O–C entre deux monomères (Figure 31), ce qui augmenterait alors dans la solution la concentration en oligosaccharides de poids moléculaires inférieurs et libérerait des sucres simples sous leur forme acide.

La surface des fibres brutes est recouverte par les graisses, les cires ou encore des polysaccharides tels que les lignines, hémicelluloses ou pectines. Les fibres ayant subi le traitement à la soude ne comportent plus ces « sucres de surface ». L'alcalinité du milieu « nettoie » les fibres en surface en dégradant leurs constituants amorphes [9].

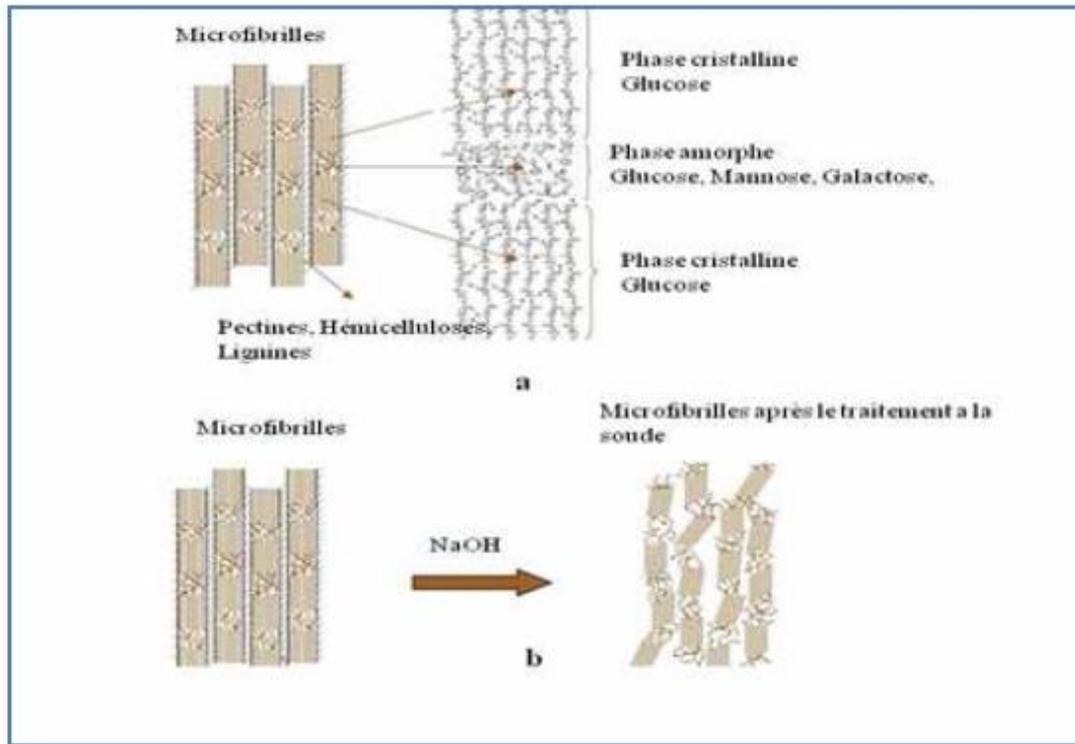


Figure 32: a) Constitution des microfibrilles b) changements structuraux par traitement Alcalin [9].

V.3. Evolution de l'absorption d'eau :

La figure 33 illustre l'évolution de l'absorption d'eau de la fibre de jute avant et après traitement chimique.

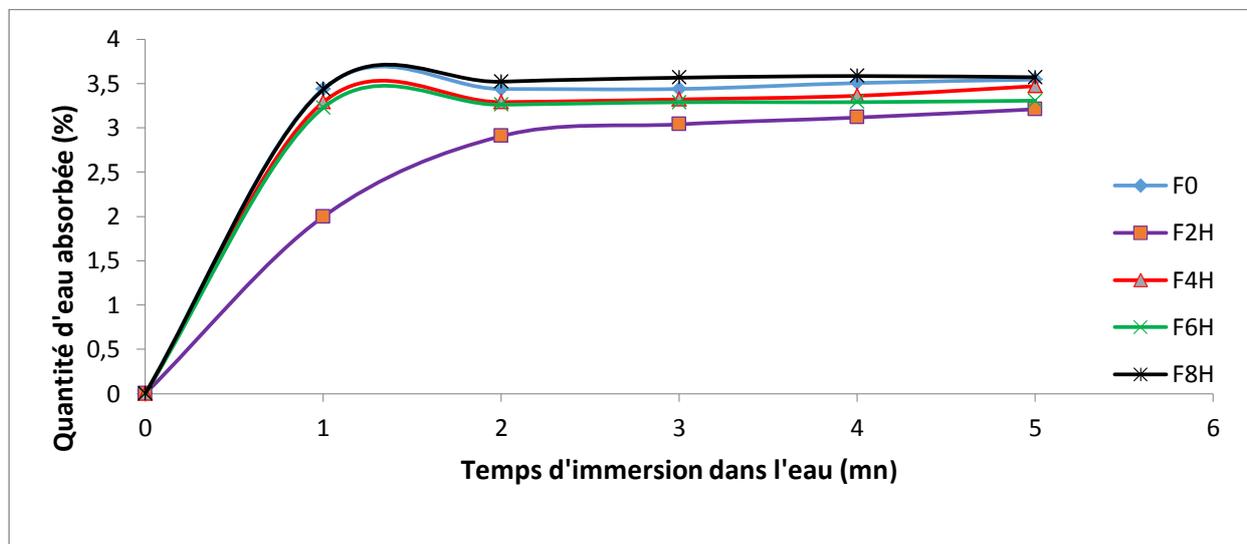


Figure 33: Evolution de l'absorption d'eau des fibres brutes et traitées par la soude

Les fibres végétales brutes sont fortement hygrophiles par rapport aux fibres traitées (fig. 33). L'absorption d'eau est relativement importante pour les fibres brutes et traitées au bout des deux premières minutes puis tend vers un palier. Le traitement alcalin pendant 2 h rend la fibre moins hydrophile. Par contre les fibres traitées pendant 4,6 et 8h ont absorbé plus que la fibre traitée pendant 2h et autant que la fibre non traitée, cela est dû à la formation de pores lors de la dégradation de la cellulose et l'hémicellulose. Ces derniers ont tendance à se remplir d'eau ce qui explique l'augmentation de l'absorption d'eau par rapport à la fibre traitée pendant 2h.

V.4. Evaluation de la prise d'humidité par les fibres :

La figure 34 illustre la variation du taux d'humidité absorbé en fonction du temps de traitement chimique.

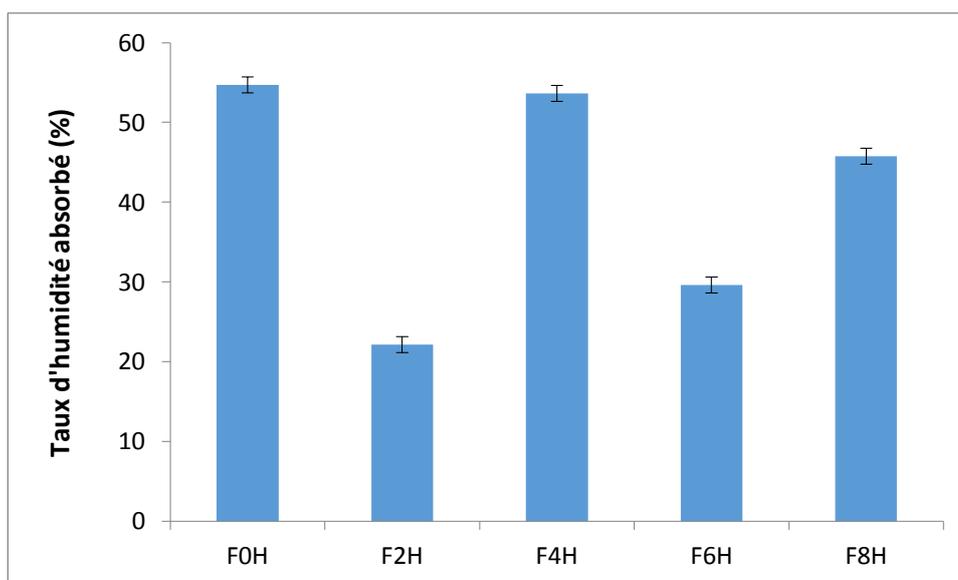


Figure 34: Taux d'humidité absorbé par les fibres brutes et traitées pendant différents temps (2h, 4h, 6h et 8h)

On note une diminution de la prise d'humidité (figure 34) pour la fibres traitées pendant 2h , 4h et 6h alors qu'elle augmente dans le cas des fibres traitées pendant 8h pour atteindre la valeur de l'absorption d'eau de la fibre de jute brute.

V.5. Essai de traction sur les fibres :

Les essais de traction ont un effet direct sur la force et l'allongement des fibres.

A cette effet nous avons analysé les fibres traitées et brutes pour voir l'effet du traitement sur la rigidité de la fibre.

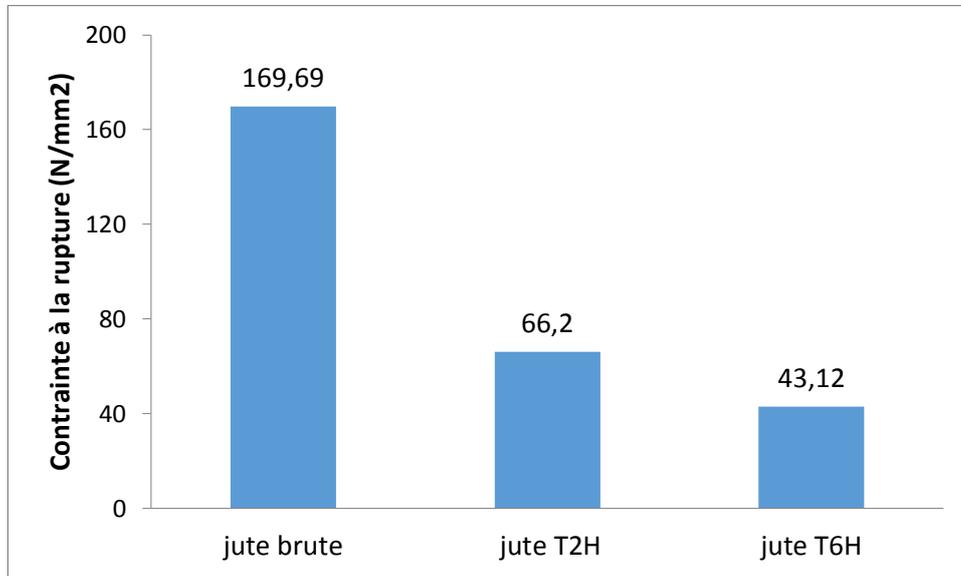


Figure 35 : Contrainte à la rupture de la fibre de jute brute et traitée

La contrainte à la rupture de la fibre de jute diminue avec le temps du traitement. La fibre brute est beaucoup plus rigide avec une force de $169,69 \text{ N/mm}^2$ comparée à celle de la fibre traitée pendant 6h qui est de l'ordre de 43 N/mm^2 .

Conclusion générale

VI. Conclusion générale :

L'objectif principal de ce travail est de valoriser un déchet solide, fibre de jute fourni par la Société Algérienne « Tapis d'Or » e vue d'élaborer de nouveaux matériaux composites.

L'inconvénient de ces fibres étant leur hydrophilie, afin d'avoir une meilleure adhérence entre la matrice et les fibres et, par conséquent, de meilleures propriétés mécaniques, un traitement alcalin à 5% a été fait à 30°C pendant 2h, 4h, 6h et 8h.

La dégradation des fibres et les caractéristiques physico-chimiques ont été étudiées en fonction du traitement alcalin.

Les résultats ont montré que le traitement par la soude a conduit à :

- Une augmentation de la perte de masse des fibres de jute en fonction du temps de traitement.
- Une modification de la densité des fibres de jute.
- Une légère augmentation des matières minérales des fibres.
- Une diminution du caractère hydrophile des fibres, d'où le pourcentage d'absorption d'eau par la fibre traité est moins de la fibre brute.
- Un meilleur taux d'humidité absorbé est observé chez le jute traité pendant 2 heures.
- L'analyse par spectroscopie infrarouge a confirmé la dégradation du jute en fonction du temps de traitement suite à la disparition des groupes acétyles des hémicelluloses et de la lignine dans la fibre de jute brute après 2h ,4 h et 8h de traitement alcalin.

Enfin, il ressort de ce travail que les conditions opératoires du traitement alcalin méritent d'être optimisées.

Références Bibliographiques

- [1]:A. Roudier, ''Analyse multi-échelle du comportement hygro-mécanique des fibres de lin'', Thèse de doctorat d'université Université Blaise Pascal-Ferand ,France II,2012
- [2]:A. Y. Nenonene, ''Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage'', Thèse de doctorat de l'université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse, France, 2009.
- [3]:F. Michaud, ''Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post formage'' Thèse Phd, université Laval, Canada ,2003.
- [4]: K. Charles, C. Morvan, J. Bréard, JP. Jernot, M. Gomina, ''Etude morphologique d'un composite naturel la fibre de lin'' revue des composites et des matériaux avancés, Vol16, pp11-24,2006.
- [5]:M. Nardin, ''interface fibre-matrice dans les matériaux composites application aux fibres végétales'', revue des composites et des matériaux avancés, Vol 16, pp 49-61, 2006.
- [6]: F. Laurans, A. Déjardin, J. Pilate, ''Physiologie de la formation des parois de fibres de bois'', composites et matériaux avancés, Vol.16, pp.27-39,2006.
- [7]: A.K. Bledzki, J. Gassan, ''Composites reinforced with cellulose based fibres'', Prog. Polym. Sci. 24 221–274, 1999
- [8] : C Couhert. Pyrolyse flash à haute température de la biomasse lignocellulosique et de ses composés - production de gaz de synthèse'', Thèse de Doctorat ',Ecole des Mines de Paris,France.2007
- [9]: D Sedan, ''Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composites'', thèse de doctorat de l'université de limoges, matériaux céramiques et traitement de surface, 2007.
- [10]: S, Berlioze, ''Etude de l'estérification de la cellulose par une synthèse sans solvant. Application aux matériaux nano composites'', thèse de doctorat , Université JOSEPH FOURIER, France, 2008.

Références Bibliographiques

- [11]: N. Joly, "synthèse et caractérisation de nouveaux films plastiques obtenue par acylation et réticulation de la cellulose", Thèse de doctorat, Université de Limoges, France, 2003.
- [12]: C. Satge, "Etude de nouvelles stratégies de valorisation de mono et polysaccharides", Thèse de doctorat Université de limoges, 2002.
- [13]: D. Hatsch, "Interaction hôte/pathogène : étude du modèle Cumulus Lupulus Fusariumgraminearum. Identification, génomique et transcriptomique du pathogène," Thèse de doctorat, Université de Louis Pasteur Strasbourg I, France.2004.
- [14]: B. Montiès, "Les polymères végétaux - Polymères pariétaux et alimentaires non azotés", Gauthier Villars (ed), Paris, 1980.
- [15]: B.R. Sharma, Naresh L., N.C. Dhuldhoya, S.U. Merchant and U.C. Merchant Lucid "Colloids Limited Jodhpur"-342005, Rajasthan, India,2006
- [16]: S. Thiebaud, "Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux", Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, France 1995.
- [17]: P. Boustingorry, "Élaboration d'un matériau composite à matrice gypse renforcé par bois fragmenté -amélioration de la résistance au visage de produits préfabriqué en gypse," Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mine de Saint Etienne France, 2002.
- [18]: P. Davies, C. Morvan, O. Sire, C. Baley, "propriétés de fibres extraites de phanérogames marines (ZOSTERA marina)", revue des composites et des matériaux avancées, Vol 16, pp41-48,2006.
- [19]: R.M. Rowell' Composite Materials from Agricultural Resources" Olsen, Ole; Rexen, Finn; Larsen, Jorgen, eds. Research in industrial application of non foodcrops, I: plant fibers: Proceedings of a seminar; Copenhagen, Denmark Linkboy, Denmark Academy of Technical Science: 27-41.1995 May
- [20]: [On line]: <http://www.deyute.com/fr/le-jute.fr>
- [21]: [On line]: <http://www.fao.org/economic/futurefibres/fibres/jute.fr>
- [22]: [On line]: <http://www.ethicshopfactory.com/fr/bio-ethique/jute-a/histoire-du-jute.htm>

Références Bibliographiques

- [23]: F. Gouanvé, S. Marais, M. Métayer, ' composites polyester insaturé renforcés par des fibres de lin', composites et matériaux avancées, Vol.16, pp.117.128 ,2006.
- [24]: G.H.D. Tonoli, U.P. Rodriguez Filho b, H. Savastano Jr. c, J. Bras d, M.N. Belgacem d, F.A. Rocco Lahr 'Cellulosemodified fibres in cementbasedcomposites', Composites: Part A 40 2046–2053.2009.
- [25]: J.M. Faulstich.de Paiva, E. Frollini.“Unmodified and Modified Surface Sisal Fibers as Reinforcement of Phenolic and Lignophenolic Matrices Composites: Thermal Analyses of Fibers and Composites Macromol “Material and Engineering, 291, 405-417, 2006
- [26]: Y. Cao, S. Shibata, I. Fukumoto, ’Mechanical properties of biodegradable composites reinforced with bagasse fibre before and after alkali treatments’, Composites: Part A 37 423–429, 2006.
- [27]:C. Yamane; M. Saito; K. Okajima, “ Industrial preparation method of cellulose-alkali dope with high solubility “, 52, pp.310-317 ,1996.
- [28]:K. Kamide; K. Okajima; K. Matsui; K. Kowsaka “Dissolution behaviour and solubility of cellulose in NaOH complex solution Polymer Journal “, 16, pp.857-866 (1984).
- [29]:K. Kamide,.;K. Okajima,; K. Kowsaka “Role of sodium zincate on cellulose dissolution in NaOH/urea aqueous solution at low temperature,Polymer Journal “, 24, pp.71-86 ,1992.
- [30]:H. Lanj; I .Laskowsky, “Cellulose Chemistry and Technology “, 25, pp.143-153, 1991.
- [31]:T. Yamashiki; , T. Mtsuia; M. Saitoh,; K. Okajima; K .Kamide, “British Polymer Journal “, 22, pp.201-212 ,1990.
- [32]: G. Saito, “The enzyme-triggered coagulation of casein micelles,KolloidBeihefte “, 49, p.365 ,1939.
- [33]:H.P. Fink,; E. Walenta,; J. Kunze; G. Mann, In Cellulose and Cellulose Derivatives, Physico-chemical Aspects and Industrial Applications. Kennedy, J.F., Phillips, G.O., Williams, P.A., Piculell, L. (Eds): Woodhead Publ. Ltd., Cambridge USA, pp.523-528 ,1995.

Références Bibliographiques

[34]:A. Isogai, “Role of sodium zincate on cellulose dissolution in NaOH/urea aqueous solution at low temperature”, 4, pp.99-107, 1997.

[35]:T. Okano,; A. Sarko, “Crystal transition from Na–cellulose IV to cellulose II monitored using synchrotron X-ray diffraction” Journal of Applied Polymer Science, 29, pp.4175-4182 ,1984.

[36]: T Okano ; A. Sarko, “Cellulose microfibrils from banana rachis: Effect of alkaline treatments on structural and morphological features” Journal of Applied Polymer Science, 30, pp.325-332,1985.

[37] : A. Sarko; H. Nishimura,; T. Okano, *Macromolecules*, **24**, pp.759-768 ,1991.

[38] :H. Nishimura,; A. Sarko, *Macromolecules*, “Formation of hydrogels from cellulose nanofibers” 24, pp.771-778 ,1991.

[39]:D. Fengel; G. Wegener; “Lignins released from *Picea abies* suspension cultures—true native spruce lignins” Eds Walter de Gruyter, Berlin, p.297, 1989.

[40]: [On line] : <http://www.juggling.ch/gisin/coursphys3emeOS/Lab Masse volumique.pdf>

[41][On line]: http://wikipedia.org/wiki/Matière_sèche.fr

[42] [On line]: http://www.wikipedia.org/Spectroscopie_infrarouge.fr

[43]: E .Sinha, S. Krout, “Influence of fiber-surface treatment on structural, thermal and mechanical properties of jute fiber and its composite”, *Bulletin of Materials Science*, Vol. 32, No. 1, pp. 65–76, February 2009.

[44]:D.S. Himmelsbach, S. Khalili et D.E. Akin, “The use of FT-IR; microspectroscopic mapping to study the effects of enzymatic retting of flax stems”, *Journal of the science of food and agriculture*”, Vol. 82, pp. 685-696,2002,

[45]: L. Mwaikamb, E. Bisanda, “The performance of cotton/kapok fabricpolyester composites”, *Polymer Testing*, 1999, pp. 181-198

[46]: L. Yahiaoui , “Caractérisation d’un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss) ”, Thèse de magister, Université de Sétif, Algérie, 2011.

Annexes

ANNEXES

ANNEXES

Annexe 1 : perte de masse des fibres de jute traitées par la soude

Echantillon	F2H	F4H	F6H	F8H
1	15,29	14,92	16,93	16,33
2	13,73	15,90	14,86	15,28
3	14,98	16,32	14,70	14,72
4	13,51	18,56	14,44	16,99
5	14,57	16,12	14,91	15,55
6	16,88	14,32	13,52	18,14
7	16,50	15,23	15,37	17,64
8	14,53	14,25	15,83	16,27
9	14,31	15,07	17,16	17,38
10	16,12	14,94	16,67	16,23
Moyenne (%)	15,04	15,56	15,44	16,45
Ecart type	1,088	1,19	1,12	1,03

Annexe 2: Evaluation de l'absorption d'eau par trois échantillons de fibres brutes

Temps d'immersion (mn)	0	1	2	3	4	5
Echantillon 1	0	3,41	3,31	3,54	3,37	3,47
Echantillon 2	0	3,61	3,61	3,15	3,53	3,58
Echantillon 3	0	3,28	3,39	3,62	3,62	3,57
Moyenne (%)	0	3,43	3,43	3,43	3,50	3,54
Ecart type	0	0,16	0,15	0,25	0,12	0,05

Annexe 3: Evaluation de l'absorption d'eau par trois échantillons de fibres traitées par la soude pendant 2h

Temps d'immersion (mn)	0	1	2	3	4	5
Echantillon 1	0	2,08	2,88	3,14	2,95	3,11
Echantillon 2	0	2,03	2,88	2,97	2,9	3,02
Echantillon 3	0	1,873	2,952	3,01	3,5	3,5
moyenne(%)	0	1,99	2,90	3,04	3,11	3,21
Ecart type	0	0,11	0,04	0,07	0,33	0,25

ANNEXES

Annexe 4: Evaluation de l'absorption de l'eau par trois échantillons de fibres

Traitées par la soude pendant 4h

Temps d'immersion (mn)	0	1	2	3	4	5
Echantillon 1	0	3,48	3,41	3,33	3,08	3,13
Echantillon 2	0	3,39	3,51	3,19	3,29	3,85
Echantillon 3	0	2,98	2,95	3,46	3,73	3,45
Moyenne (%)	0	3,28	3,29	3,32	3,36	3,47
Ecart type		0,26	0,29	0,13	0,33	0,36

Annexe 5: Evaluation de l'absorption de l'eau par trois échantillons de fibres traitées par la soude pendant 6h

Temps d'immersion (mn)	0	1	2	3	4	5
Echantillon 1	0	2,94	2,73	3,5	3,58	3,52
Echantillon 2	0	3,33	3,66	2,9	2,47	2,76
Echantillon 3	0	3,39	3,39	3,46	3,79	3,64
Moyenne (%)	0	3,22	3,26	3,28	3,28	3,30
Ecart type	0	0,24	0,47	0,27	0,70	0,47

Annexe 6: Evaluation de l'absorption de l'eau par trois échantillons de fibres traitées par la soude pendant 8h

Temps d'immersion (mn)	0	1	2	3	4	5
Echantillon 1	0	3,45	3,61	3,46	3,58	3,58
Echantillon 2	0	3,39	3,45	3,49	3,54	3,46
Echantillon 3	0	3,46	3,52	3,75	3,63	3,67
Moyenne (%)	0	3,43	3,52	3,56	3,58	3,57
Ecart type	0	0,03	0,08	0,15	0,045	0,10

ANNEXES

Annexe 7: récapitulatif des valeurs moyennes de l'absorption d'eau des fibres brutes et traitées par la soude

Temps d'immersion (mn)	0	1	2	3	4	5
F0 (%)	0	3,43	3,43	3,43	3,50	3,54
F2H (%)	0	1,99	2,90	3,03	3,11	3,20
F4H (%)	0	3,28	3,29	3,32	3,36	3,47
F6H (%)	0	3,22	3,26	3,288	3,28	3,30
F8H (%)	0	3,43	3,52	3,565	3,58	3,57

Annexe 8:Prise d'humidité des fibres brute et traitées après 15 jours dans l'enceinte d'humidité

Echantillon	F0H	F2H	F4H	F6H	F8H
1	40,85	10,57	29,64	18,42	44,6
2	50,36	15,68	70,55	40,7	22,94
3	72,87	40,15	60,6	29,76	69,75
Moyenne(%)	54,69	22,13	53,59	29,62	45,76
Ecart type	16,44	15,81	21,33	11,14	23,42

Annexe 9:Densité des fibres butes et traitées par la soude pendant respectivement 2h ,4h et 6h.

échantillon	F0	F2H	F4H	F6H
1	0,72	0,4	2,54	2,33
2	0,68	0,43	2,72	2,89
3	0,65	0,56	2,41	2,13
moyenne	0,68	0,43	2,55	2,45
Ecart type	0,03	0,08	0,15	0,39

