

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie
Institut Catholique d'Art et Métier - site de Nantes
Mémoire de projet de fin d'études
Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

**Optimisation et caractérisation d'un biocomposite
Polypropylène - fibres de Diss confectionné par extrusion**

Réalisé par : Aghiless YAHMI

Sous la direction de :

Mr. Mahfoud TAHLAITI et Mr. Mustapha NOURI (Icam)

Mr. Fatah HELLAL (ENP)

Présenté et soutenu le 14/07/2021

Composition du Jury :

Président	Mr. M. CHITROUB	Professeur	ENP
Promoteurs	Mr. F. HELLAL	Professeur	ENP
	Mr. M. TAHLAITI	Enseignant-Chercheur	Icam
	Mr. M. NOURI	Chargé de recherche	Icam
Examineurs	Mr. A. DAIMELLAH	Docteur	ENP
	Mr. K. ABADLI	Docteur	ENP

ENP 2021

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie
Institut Catholique d'Art et Métier - site de Nantes
Mémoire de projet de fin d'études
Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

**Optimisation et caractérisation d'un biocomposite
Polypropylène - fibres de Diss confectionné par extrusion**

Réalisé par : Aghiless YAHMI

Sous la direction de :

Mr. Mahfoud TAHLAITI et Mr. Mustapha NOURI (Icam)

Mr. Fatah HELLAL (ENP)

Présenté et soutenu le 14/07/2021

Composition du Jury :

Président	Mr. M. CHITROUB	Professeur	ENP
Promoteurs	Mr. F. HELLAL	Professeur	ENP
	Mr. M. TAHLAITI	Enseignant-Chercheur	Icam
	Mr. M. NOURI	Chargé de recherche	Icam
Examineurs	Mr. A. DAIMELLAH	Docteur	ENP
	Mr. K. ABADLI	Docteur	ENP

ENP 2021

Remerciements

Les travaux de recherche rapportés dans ce mémoire ont été effectués à l'Institut Catholique d'Art et Métiers (Icam) site de Nantes.

Je tiens d'abord à exprimer ma plus haute gratitude et respect à Mr Mustapha NOURI, chargé de recherche à l'Icam site de Nantes, Mr Mahfoud TAHLAITI, Enseignant chercheur et responsable d'activités Génie civil/BTP à l'Icam site de Nantes, et Mr Fatah HELLAL, professeur à l'ENP d'Alger, pour leur confiance, encadrement, conseils et encouragements qui m'ont permis d'avancer et de réaliser ce travail.

Je suis très reconnaissant à l'égard de l'ensemble des membres de jury Mr. Mohamed CHITROUB, Mr. Abderrahmane DAIMELLAH, Mr. Kamel ABADLI, de l'Ecole Nationale polytechnique d'Algérie, qui ont accepté de porter un regard critique sur ce projet de fin d'études.

Je tiens également à exprimer mes remerciements pour tous les techniciens de l'Icam site de Nantes, qui m'ont énormément aidé dans la réalisation des essais expérimentaux, à leur tête Alex LEJEAU, Sylvain KERDUDOU et Brigitte VAUGARNY.

Sans oublier tous mes collègues de bureau avec lesquels j'ai partagé de belles expériences.

Pour conclure, je ne serai pas arrivé jusque-là sans le soutien inconditionnel de mes chers parents qui ont fait de moi l'homme que je suis aujourd'hui. Dans tout ce que j'ai entrepris, ils m'ont toujours suivi et réconforté. Evidemment, mon petit frère Yazid et mes trois sœurs Soria, Ouassila et Kahina, qui ont cru en moi et n'hésitent pas à me remonter le moral. Aussi, mes deux beaux-frères Lahlou et Lyes, que je considère comme mes propres frères, pour leur soutien et leur présence. Merci à vous !

Dédicaces

En signe de respect et de reconnaissance, je dédie ce modeste travail :

A mes parents,

Qui m'ont donné beaucoup de soutien et d'encouragement symbolisant pour moi le sacrifice et la source d'où naît la lumière qui éclaire ma vie, et pour qui aucune dédicace n'exprimera la profondeur de mon amour.

A mes sœurs, mon frère et mes beaux-frères,

Pour leur véritable et sincère amour. Je leur souhaite, une vie pleine de succès et de bonheur.

A mes formateurs,

Qui m'ont dirigé vers le chemin du succès par leur compréhension et leurs conseils. Veuillez trouver dans ce travail, l'expression de ma profonde reconnaissance et de ma grande estime.

A tous mes amis et ma famille,

Pour les moments forts et agréables que nous avons passé ensemble, à tous ceux qui m'aiment et me souhaitent le bonheur et à tous qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

A ma future femme.

ملخص

من بين النباتات الوفيرة ذات الإمكانيات في مجال المركبات الحيوية، نبات *Ampelodesmos mauritanicus* المعروف باسم الديس. في هذا العمل، تم اقتراح طريقة استخلاص كاملة ميكانيكية متنوعة بالتعديل الكيميائي مع هيدروكسيد الصوديوم. كثافة الألياف التي تم الحصول عليها هي 1.18 ± 0.05 جم/سم³ بقيم مثيرة للاهتمام 14.24 ± 2.49 جيجا باسكال و 217.78 ± 65.82 ميغا باسكال على التوالي لمعامل يونج ومقاومة الجر. بعد ذلك، تبع تطوير المركبات الحيوية توصيف ميكانيكي وتحديد كثافة المركبات الحيوية التي تم الحصول عليها. تم توضيح تأثير إضافة عامل اقتران على 10% من المركبات الحيوية الليلية مع تحسينات بنسبة 13% و 8% على التوالي على قوة الشد والانتشاء. سجل المركب الحيوي الليلي بنسبة 40% أفضل الخواص الميكانيكية مع تحسن بنسبة 48% في معامل يونج و 74% في معامل الانحناء. بالإضافة إلى ذلك، أظهرت دراسة حول قابلية إعادة التدوير للمركبات الحيوية بناءً على ألياف Diss التي تم إجراؤها أن الخواص الميكانيكية لا تتدهور تمامًا بعد الشيخوخة الحرارية.

الكلمات المفتاحية: ألياف Diss - الاستخراج - البثق / الحقن - المركبات الحيوية - الخواص الميكانيكية - إعادة التدوير.

Abstract

Among the abundant plants with potential in the field of biocomposites, the plant "*Ampelodesmos mauritanicus*" known as Diss. In this work, a complete extraction method, mechanical followed by chemical retting with NaOH, was proposed. The density of the obtained fibers is 1.18 ± 0.05 g/cm³ with interesting values of 14.24 ± 2.49 GPa and 217.78 ± 65.82 MPa for Young's modulus and tensile strength, respectively. Subsequently, the elaboration of the biocomposites was followed by a mechanical characterization and a determination of the densities of the obtained biocomposites. The effect of the addition of a coupling agent on biocomposites containing 10% of Diss fibers was highlighted with improvements of 13% and 8% respectively on the tensile and flexural strengths. The 40% fiber biocomposite showed the best mechanical properties with 48% improvement in Young's modulus and 74% improvement in flexural modulus. In addition, a recyclability study of Diss fiber based biocomposites conducted showed that the mechanical properties are not completely degraded after hygrothermal aging.

Keywords: Diss fibers - Extraction – Extrusion/Injection - Biocomposites - Mechanical properties - Recycling.

Résumé

Parmi les plantes abondantes ayant un potentiel dans le domaine des biocomposites, la plante « *Ampelodesmos mauritanicus* » connue sous le nom de Diss. Dans ce travail, une méthode d'extraction complète, mécanique suivie d'un rouissage chimique au NaOH, a été proposée. La masse volumique des fibres obtenues est de $1,18 \pm 0,05$ g/cm³ avec des valeurs intéressantes de $14,24 \pm 2,49$ GPa et $217,78 \pm 65,82$ MPa respectivement pour le module de Young et la résistance à la traction. Par la suite, l'élaboration des biocomposites a été suivie par une caractérisation mécanique et une détermination des masses volumiques des biocomposites obtenus. L'effet de l'ajout d'un agent de couplage sur des biocomposites à 10% de fibres a été mis en évidence avec des améliorations de 13% et 8% respectivement sur les résistances en traction et en flexion. Le biocomposite à 40% de fibres a enregistré les meilleures propriétés mécaniques avec une amélioration de 48% pour le module de Young et 74% pour le module de flexion. En addition, une étude de recyclabilité des biocomposites à base de fibres de Diss menée a montré que les propriétés mécaniques ne sont pas complètement dégradés après un vieillissement hygrothermique.

Mots-clés : Fibres de Diss – Extraction – Extrusion/Injection – Biocomposites – propriétés mécaniques – recyclage.

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale	12
Chapitre I.....	14
A. Les fibres végétales	15
1. Introduction.....	15
2. Généralités sur les fibres végétales.....	15
a. Définition	15
b. Classification des fibres végétales	15
c. Constitution des fibres végétales	16
d. Morphologie et structure des fibres végétales	17
3. Propriétés des fibres végétales	17
4. Avantages et inconvénients des fibres végétales	19
5. Traitements des fibres végétales.....	20
6. La plante de Diss	20
a. Définition	20
b. Morphologie des feuilles de Diss	21
c. Extraction et traitement des fibres de Diss	21
B. Les composites.....	23
1. Introduction.....	23
2. Généralités sur les composites	23
a. Définition	23
b. Constituants d'un matériau composite.....	23
c. Classification des composites.....	24
3. Les biocomposites	26
a. Définition	26
b. Méthodes de mise en œuvre des composites à fibres naturelles	27
c. Les facteurs affectant les propriétés des composites à renfort végétal	30
d. Biocomposites à matrice polypropylène	31
e. Biocomposite PP-fibres de Diss	33
f. Le vieillissement des biocomposites.....	35
g. Application des biocomposites.....	35
Chapitre II	36
Matériel et méthodes expérimentales	36
A. Caractérisation des fibres de Diss	37

1.	Méthode de mesure de la masse volumique des fibres de Diss	37
2.	Méthode d'analyse par microscopie optique.....	37
3.	Protocole des essais de traction des fibres de Diss	38
B.	Elaboration et caractérisation des biocomposites PP-Diss	39
1.	Protocole de mise en forme des biocomposites.....	39
a.	Choix des matériaux	39
b.	Méthode de mise en forme des biocomposites	39
2.	Méthode de mesure de la masse volumique des biocomposites.....	40
3.	Essais mécaniques	41
a.	Essais de traction	41
b.	Essais de flexion	42
4.	Recyclage des biocomposites PP-Diss	43
Chapitre III	45
A.	Extraction et caractérisation des fibres de Diss.....	46
1.	Extraction des fibres de Diss.....	46
2.	Caractérisation des fibres de Diss.....	49
a.	Observations microscopiques.....	49
b.	Détermination de la masse volumique	49
c.	Caractérisation mécanique	50
B.	Optimisation de la méthode de mise en œuvre	52
1.	Etape pré-extrusion	52
2.	L'extrusion.....	53
3.	L'injection.....	54
C.	Caractérisation des biocomposites PP-Diss-MAPP	54
1.	Détermination de la masse volumique.....	54
2.	Caractérisation mécanique	56
a.	Effet de l'agent de couplage MAPP	58
b.	Effet du taux de chargement en fibres	59
D.	Etude de recyclabilité des biocomposites PP-Diss.....	61
1.	Introduction.....	61
2.	Méthode de mise en œuvre	62
3.	Caractérisation des biocomposites recyclés	62
a.	Détermination de la masse volumique	62
b.	Caractérisation mécanique	62
Conclusions et perspectives.....		64
Références bibliographiques		66

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I. 1. Composition chimique des fibres naturelles. [17]	17
Tableau I.2. composition chimique des fibres de Diss	21
Tableau I.3. avantages et inconvénients des thermodurcissables [47]	25
Tableau I.4. avantages et inconvénients des thermoplastiques [47].....	26
Tableau I.5. paramètres d'extrusion	29
Tableau I.6. Caractéristiques mécaniques et thermiques de thermoplastiques non renforcés [78]	32

Chapitre II

Tableau II. 1. Liste des biocomposites vieillis	43
---	----

Chapitre III

Tableau III. 1. Résultat des masses mesurées avant et après l'extraction des fibres de Diss	48
Tableau III. 2. Résultats de mesure de la masse volumique des fibres de Diss	50
Tableau III. 3. Résultats de traction des fibres de Diss.	51
Tableau III. 4. Liste des biocomposites élaborés.	53
Tableau III. 5. Paramètres utilisés pour l'étape d'injection des granulés PP/Diss/MAPP.....	54
Tableau III. 6. Résultat de la détermination de la masse volumique.	54
Tableau III. 7. Récapitulatif des taux d'évolution des propriétés calculées par rapport à celles du PP4M.....	61
Tableau III. 8. Masses volumiques des échantillons avant vieillissement. [5]	62
Tableau III. 9. Propriétés mécaniques des biocomposites recyclés.....	63

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1. Exemples de plantes à fibres végétales : a) plante de chanvre [14] b) plante de jute [15] c) plante d’ananas [16].....	16
Figure I.2. Schéma représentatif du principe de la structure d’une fibre élémentaire [18]	17
Figure I.3. Graphe de régression de la lignine en fonction de la déformation à la rupture.....	18
Figure I.4. Graphe de régression de la lignine en fonction du gain d’humidité.....	18
Figure I.5. Comparaison des impacts environnementaux de certaines fibres [26].....	19
Figure I.6. Plante de Diss [32]	20
Figure I.7. Vues microscopiques de la section transversale d’une feuille de Diss : (a) X50, (b) X200 traitée avec Acridine orange. [5]	21
Figure I.8. Contraintes de traction et module d’Young des fibres de Diss non traitées et traitées .	22
Figure I.9. Exemples des matériaux composites à renforts de formes différentes. a : Stratifié avec des couches uni- ou bidirectionnelles. b : Renforcement irrégulier avec des fibres longues. c : Renforcement avec des particules. d : Renforcement avec des particules en plaques. e : Disposition aléatoire de fibres continues. f : Renforcement irrégulier avec des fibres courtes. g : Renforcement spatial (3D). h : Renforcement avec des tissus de surface. [43].....	24
Figure I.10. Classification des matrices.....	24
Figure I. 11. Revenus du marché américain des composites à base de fibres naturelles entre 2013 et 2024 [55].....	26
Figure I. 12. Schéma d’une extrudeuse bi-vis [59]	27
Figure I. 13. schéma d’alimentation d’une extrudeuse [61]	28
Figure I. 14. schéma d’une presse à injection [72].....	30
Figure I. 15. Module et résistance à la flexion des biocomposites à matrice PP [79]	32
Figure I. 16. Résistance à la traction du composite Areca-Polypropylène avec différents chargements en fibres. [80].....	33
Figure I. 17. Module de Young et résistance à la traction des composites PP-Diss. [4]	33
Figure I.18. Propriétés en traction (module et contrainte) du PP et des composites renforcés par les fibres de Diss traitées différemment (composite UPP : PP-fibres intraitées de Diss APP : PP-fibres traitées à l’acide acétique TPP : PP-fibres traitées thermiquement SPP : PP-fibres traitées au silane NPP : PP-fibres traitées au NaOH) [5].....	34
Figure I. 19. Propriétés en flexion (module et contrainte) du PP et des composites renforcés par les fibres de Diss traitées différemment (composite UPP : PP-fibres intraitées de Diss APP : PP-fibres traitées à l’acide acétique TPP : PP-fibres traitées thermiquement SPP : PP-fibres traitées au silane NPP : PP-fibres traitées au NaOH) [5].....	34
Figure I. 20. Applications des composites à fibres végétales : a) panneau de porte automobile [83], b) emballage CocoForm [84].....	35

Chapitre II

Figure II.1. Méthode utilisée pour la détermination de la masse volumique des fibres de Diss [5]	37
Figure II.2. Microscope optique infinity 2 - Olympus BH2	38

Figure II.3. Machine universelle Instron – modèle 3366.....	38
Figure II.4. Méthode utilisée pour les essais de traction des fibres de Diss. [5].....	39
Figure II. 5. Extrudeuse bi-vis corotative XTR-20 SCAMEX	40
Chapitre III	
Figure III. 1. Schéma explicatif de la méthode d'extraction suivie.....	47
Figure III. 2. Résultats du broyage des feuilles de Diss après séchage : a) Feuilles non humidifiées broyées avec de l'eau, b) Feuilles non humidifiées broyées sans eau, c) Feuilles humidifiées broyées sans eau, d) Feuilles humidifiées broyées avec eau.....	48
Figure III. 3. Observation microscopique après rupture des fibres de Diss : a) FFD, b) FED. EE : Epiderme extérieur. FE : Fibre élémentaire. PC : Parenchyme chlorophyllien.	49
Figure III. 4. Fibres étudiées : a) FED, b) FFD.....	50
Figure III. 5. Résistance de traction et module de Young de plusieurs variétés de fibres de Diss.	51
Figure III. 6. Blocage des fibres à l'intérieur du doseur volumétrique.....	52
Figure III. 7. Etapes d'évolution du biocomposite.	53
Figure III. 8. Masses volumiques des biocomposites PP-DISS-M.	55
Figure III. 9. Courbes de traction des biocomposites PP-Diss.....	56
Figure III. 10. Courbes de flexion des biocomposites PP-Diss.....	57
Figure III. 11. Résultats des essais mécaniques des biocomposites PP/10Diss avec et sans agent MAPP : a) Résistance à la traction, b) Module de Young, c) Résistance à la flexion, d) Module de flexion.....	59
Figure III. 12. Résultats des essais mécaniques des biocomposites PP-DISS-M : a) Module de traction, b) Résistance à la traction, c) Résistance à la flexion, d) Module de flexion.	60
Figure III. 13. Plaques de biocomposites PP-Diss recyclées	62

Liste des abréviations

Acronyme	Signification
PP	Polypropylène
UPP	Composite PP-Fibres de Diss non traitées
APP	Composite PP-Fibres de Diss traitées à l'acide acétique
TPP	Composite PP-Fibres de Diss traitées thermiquement
SPP	Composite PP-Fibres de Diss traitées au silane
NPP	Composite PP-Fibres de Diss traitées au NaOH
MAPP	Polypropylène greffé à l'anhydride maléique
FFD	Fibre fine de Diss
FED	Fibre épaisse de Diss
FE	Fibre élémentaire
EE	Epiderme extérieur
PC	Parenchyme chlorophyllien

Introduction générale

En ce début de siècle, l'humanité doit faire face à plusieurs défis pour tenter d'entretenir le bien-être socio-économique obtenu depuis la révolution industrielle. Grâce à laquelle l'humanité bénéficie aujourd'hui d'avantages inimaginables en termes de produits et de processus matériels et énergétiques comparée aux générations précédentes [1]. Parmi ces défis, faire face à l'épuisement des ressources pétrolières et au réchauffement climatique qui menace la planète. Il faut savoir qu'entre 1990 et 2019, une hausse de 68% en émission de CO₂ a été enregistrée et ne cesse de grimper. Pour le faire, les gouvernements ainsi que les chercheurs travaillent en synergie. Les premiers pour imposer de nouvelles réglementations environnementales et les seconds en développant des matériaux plus durables, compatibles avec l'environnement et dans lesquels les produits pétroliers sont minimisées notamment pour les secteurs de la construction et du transport. C'est de là qu'ont émergé de nouveaux matériaux bio-responsables notamment les matériaux à base de matériaux naturels comme les fibres lignocellulosiques. Les fibres naturelles telles que le sisal, le lin, la jute ou le diss ont de nombreuses propriétés et avantages qui fait d'elles une alternative intéressante aux fibres synthétiques [2]. Parmi ces avantages, l'abondance, la neutralité en carbone, le faible coût d'exploitation, la biodégradabilité ainsi que le fait qu'elles soient renouvelables.

De toutes ces fibres, il existe une plante prometteuse qui pourrait s'insérer dans le marché des plantes naturelles exploitées appelée le Diss sur laquelle nous mettrons un coup de projecteur dans ce projet. Cette plante a attiré l'attention de plusieurs chercheurs pour des utilisations comme renfort notamment pour des composites polymère [3–5] et cimentaire [6, 7]. Cependant, comparée à d'autres fibres, le Diss est très peu étudié. Afin de mettre en valeur ces fibres ainsi que leur emploi dans l'industrie des biocomposites, plusieurs objectifs ont été fixés dans ce projet. Le premier serait de mettre au clair une méthode d'extraction de fibres efficace et industrialisable qui permet d'obtenir des fibres de qualité similaire ou supérieure à celle des fibres végétales du marché. Le deuxième serait de maîtriser la méthode d'élaboration des biocomposites pour pouvoir par la suite mettre en évidence l'effet de présence d'un agent de couplage ainsi que l'effet de variation de la charge en fibres sur le comportement mécanique des biocomposites. Le troisième objectif est d'étudier la recyclabilité des biocomposites à renfort végétal de Diss en analysant leurs propriétés mécaniques.

Pour ce faire, le mémoire est divisé en 3 chapitres : en premier lieu, une étude bibliographique complète sur les fibres végétales ainsi que sur les biocomposites et leurs techniques de mise en œuvre a été menée. Le deuxième chapitre rassemble les différents protocoles avec tout le matériel utilisé dans la réalisation de ce travail. En troisième lieu, pour commencer, une nouvelle méthode d'extraction que nous avons développé est expliquée en détails suivie d'une caractérisation des fibres de Diss obtenues. Ensuite, la méthode de mise en œuvre des biocomposites PP-Diss a été optimisée et ces derniers feront l'objet de plusieurs études mécaniques et physiques. En outre, une étude de durabilité de biocomposites PP-Diss vieilliss et recyclés par caractérisation mécanique a été faite. Enfin, des conclusions et des prospectives ont été ajoutées pour clôturer le document.

Chapitre I

Etude bibliographique

A. Les fibres végétales

1. Introduction

Chaque année, les agriculteurs produisent des millions de tonnes de fibres végétales. Ces fibres forment des tissus, des cordes et des ficelles, qui jouent un rôle essentiel dans la société depuis l'aube de la civilisation [8]. Cependant, après l'apparition des fibres artificielles sur le marché, les industriels se sont tournés vers elles en raison de leur excellente performance. Dans le secteur de composites, ces matériaux présentent en revanche de sérieux inconvénients tels qu'un coût élevé, une densité élevée (par rapport aux matrices polymères) et des propriétés non biodégradables [9]. Pour ces raisons, ces dernières années, les fibres végétales naturelles ont suscité un intérêt croissant en tant qu'alternative aux fibres synthétiques.

2. Généralités sur les fibres végétales

a. Définition

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine. En proportion relativement faible d'extractibles non azotés, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales [10]. Les proportions de ses constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante. On peut ajouter que toutes les fibres ont les mêmes constituants, mais avec une composition différente, ce qui fait que les fibres se comportent différemment [10]. Elles substituent aux fibres synthétiques dans les industries où les composites servent à des applications qui ne nécessitent pas de charges mécaniques importantes (panneaux de porte de voiture, emballage,...) [4, 5]. De plus en plus de découvertes sur les fibres se font chaque jour au point où on ait donné l'appellation de siècle cellulosique à notre ère [12].

b. Classification des fibres végétales

Les plantes qui produisent des fibres naturelles sont classées comme primaires et secondaires en fonction de leur utilisation [12] :

- i Les plantes primaires sont celles qui sont cultivées pour leur contenu en fibres (le chanvre (figure I.1.a), le kénaf, le jute (figure I.1.b), le sisal, etc.)
- ii Les plantes secondaires sont des plantes dans lesquelles les fibres sont produites en tant que sous-produit (L'ananas (figure I.1.c), le palmier à huile, etc.)

Concernant les fibres, on distingue plusieurs critères permettant de les séparer [13] :

- iii Selon l'organe d'où elles proviennent, on les classe en fibres de tiges (Jute, lin, kénaf, etc.) et en fibres de feuilles (Sisal, abaca, etc.)
- iv Selon le teneur en cellulose, hémicellulose et en lignine, on distingue les fibres ligneuses (dures telles que le bois) et les fibres non ligneuses (douces telles que le chanvre et le lin)
- v Selon leur longueur, classées en deux groupes :
 - les fibres longues qui sont soit douces (d'origine libériennes) ou rigides (troncs d'arbres par exemple)
 - les fibres courtes.

On peut également trouver dans d'autres ouvrages le classement suivant [12] :

- i Fibres libériennes (jute, kénaf, chanvre, etc.)
- i Fibres de feuilles (abaca, ananas, sisal, etc.)
- ii Fibres de graines (coco, coton, kapok, etc.)
- iii Fibres de noyau (chanvre, jute, kénaf, etc.)
- iv Fibres d'herbe et de roseau (blé, maïs, riz, etc.)
- v Autres (bois, racines, etc.)



Figure I.1. Exemples de plantes à fibres végétales : a) plante de chanvre [14] b) plante de jute [15] c) plante d'ananas [16]

c. Constitution des fibres végétales

La fibre naturelle est principalement composée des éléments suivants :

i La cellulose

La cellulose est le composant structurel de base des fibres végétales [10]. C'est un polymère naturel constitué d'unités de glucose liées entre elles en de longues chaînes, qui à leur tour sont liées ensemble en faisceaux appelés microfibrilles [10]. La cristallinité de la cellulose dépend des liaisons d'hydrogène qu'elle contient, qui, elles, régulent les propriétés physiques des fibres naturelles faisant de la cellulose le composant principal qui assure la résistance et la stabilité de la fibre [10].

ii Les hémicelluloses

Ce sont des polysaccharides liés entre eux dans des chaînes ramifiées relativement courtes [10]. Ils sont intimement associés aux microfibrilles de cellulose mais possèdent une masse moléculaire relativement plus faible [10]. En outre, les hémicelluloses sont de nature très hydrophile [10].

iii La lignine

La lignine est un polymère hydrocarboné aromatique tridimensionnel qui est l'origine de la rigidité des plantes ; C'est grâce à la lignine que les plantes atteignent des hauteurs importantes [10]. Elle possède une structure amorphe et un poids moléculaire élevé. Son rôle est d'assurer l'adhésion chimique entre les fibres [10].

Le tableau I.1 rassemble les proportions des constituants principaux de certaines fibres végétales :

Tableau I. 1. Composition chimique des fibres naturelles. [17]

	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)
Abaca	60,8-68	17,5-21	5-15,1
Alfa	43,9-48	25,7-38,5	14,9-23
Bambou	36,1-54,6	11,4-16,6	20,5-28,5
Coco	32-34,4	0,3	40-45,8
Cotton	82,7-98	4-5,7	0,7
Lin	60-85	14-20,6	1-3
Chanvre	55-90	12	2-5
Jute	58-71,5	13,6-24	11,8-16
Kapok	13-35	23-32	13-21
Kéna	52-61,2	18,5-29,7	12,9-16,1
Ramie	61,8-76,2	5,3-16,7	0,6-9,1
Sisal	52,8-65	19,3	11,1-13,5
Bois (différentes espèces)	38-45	19-39	22-34

d. Morphologie et structure des fibres végétales

Une fibre végétale est comparable à un matériau composite ayant comme matrice l'hémicellulose et la pectine (voire aussi la lignine) renforcé par des microfibrilles de cellulose [18]. L'ensemble est constitué d'une paroi primaire P et d'une paroi secondaire S qui contient plus de cellulose que la première paroi. La paroi S est à son tour composée de trois couches : S1, S2 et S3. la couche S2 est la plus épaisse des trois comme le montre la figure I.2 (épaisseur allant jusqu'à 10 μm pour S2 comparée à moins de 0,3 μm pour S1 et S3) [19], contrôlant ainsi le comportement global de la fibre. L'orientation des microfibrilles de cette sous couche suivent un angle par rapport à l'axe principal de la fibre appelé « angle microfibrillaire ».

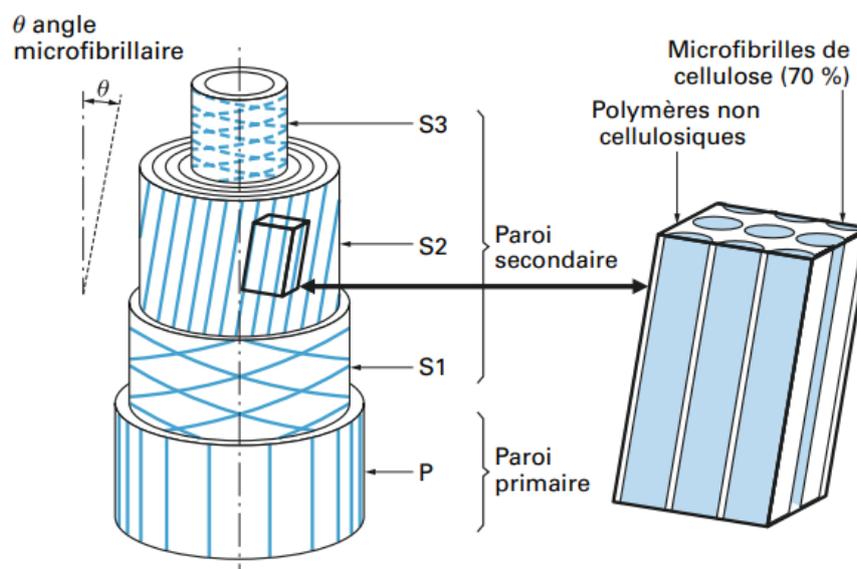


Figure I.2. Schéma représentatif du principe de la structure d'une fibre élémentaire [18]

3. Propriétés des fibres végétales

Les performances des fibres naturelles sont affectées par des facteurs chimiques et microstructuraux tels que [4] :

- La teneur en cellulose,
- La cristallinité de la cellulose,
- L'angle des microfibrilles,
- Le rapport d'aspect.

Plusieurs recherches ont été faites dans le but de comprendre ce qui relie les facteurs cités ci-dessus aux propriétés des fibres :

Komuraiah et al. [10] ont fait une étude en récoltant les données de plusieurs expériences réalisées à ce sujet. Ils ont conclu que la résistance à la traction et le module de Young sont proportionnels à la teneur en cellulose et que l'orientation des microfibrilles joue un rôle important ; Plus l'angle des microfibrilles augmente plus le module de Young diminue car ces microfibrilles sont sollicitées suivant leur axe. En outre, plus une fibre naturelle contient d'hémicellulose moins sa résistance à la traction est importante.

Ils ont également constaté qu'une augmentation de la teneur en lignine augmente la valeur de la déformation à la rupture illustré par le graphe de la figure I.3. Aussi, le graphe de la figure I.4 de régression montre qu'une augmentation de la teneur en lignine augmente l'absorption.

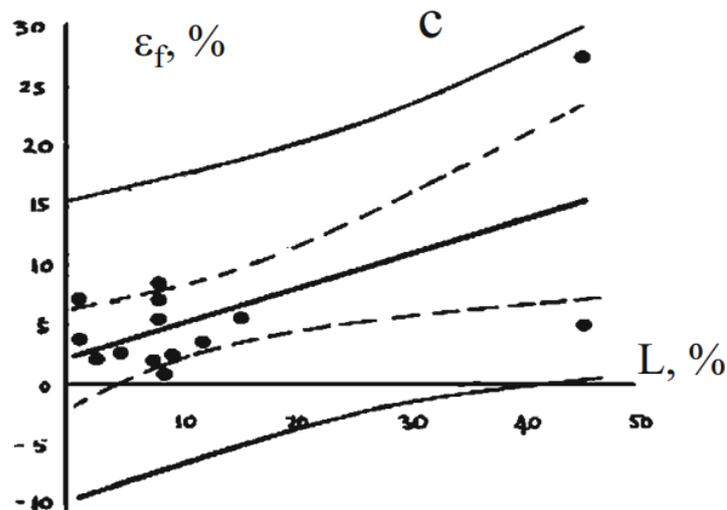


Figure I.3. Graphe de régression de la lignine en fonction de la déformation à la rupture [10]

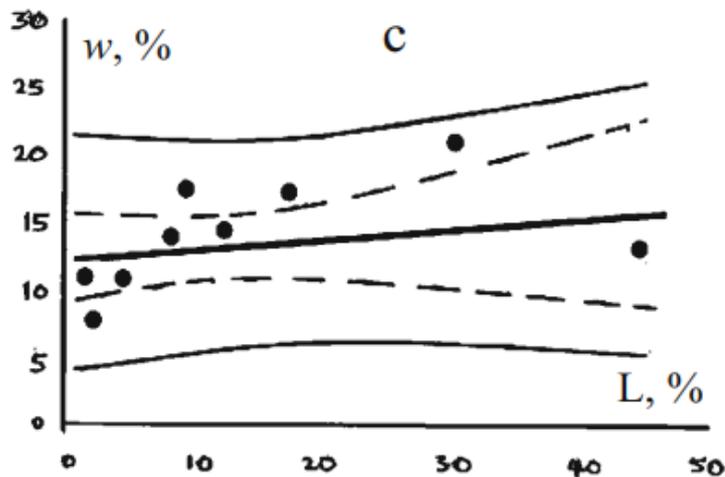


Figure I.4. Graphe de régression de la lignine en fonction du gain d'humidité [10]

La cristallinité de la cellulose joue aussi un rôle important. La cellulose est faite de régions cristallines et amorphes [20]. La proportion cristalline présente une rigidité nettement supérieure à celle de tous les autres constituants. Et d'après Petroudy [21], les traitements physiques et chimiques des fibres végétales modifient la teneur en cellulose ainsi que le degré de cristallinité. Aussi, les processus mécaniques durs, tels que le broyage à billes, réduisent considérablement la cristallinité de la cellulose des fibres végétales [15, 16]. Pour résumer ses travaux, la rigidité des fibres de cellulose augmente et leur flexibilité diminue avec l'augmentation du taux de cristallinité. En revanche, la diminution de la cristallinité signifie une augmentation de l'allongement et une plus grande absorption d'eau. [21]

En plus de ces deux paramètres, on définit le rapport d'aspect qui est le rapport entre la hauteur et la largeur (ou le diamètre) qui sert d'indicateur des propriétés mécaniques de la fibre : Plus le rapport d'aspect est important, plus élevée seront les performances mécaniques de la fibre. [12]

4. Avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres naturelles en tant que charges ou renforts dans les biocomposites présentent certains avantages, notamment une faible densité (son utilisation pourrait réduire, par exemple, le poids d'un véhicule de 10 à 30% [23]) et un faible coût (un kilogramme de Coco et de bambou ne dépasse pas les 0,5\$ face à plus 1,5\$ pour les fibres de verre [24]). Elles sont disponibles, abondantes, biodégradables et sont inoffensives pour la santé. Elles possèdent de bonnes propriétés acoustiques et des propriétés mécaniques acceptables.

Quant à l'impact environnemental, il est relativement bas chez les fibres végétales comme le montre la figure I.5. Cette dernière permet aussi de conclure que les composites à fibres naturelles possèdent une teneur en fibres plus élevée pour des performances équivalentes d'un composite à fibres de verre. Chose qui réduit la quantité des matrices polluantes. En addition, l'utilisation de tels composites dans le domaine automobile, par exemple, donnerait plus de légèreté au véhicules et permet donc d'avoir une meilleure efficacité de consommation d'énergie [25].

En revanche, l'utilisation d'engrais pour la culture des fibres naturelles entraîne une augmentation des émissions de nitrates et de phosphates, ce qui peut contribuer à accroître l'eutrophisation des masses d'eau locales. [25] Cet inconvénient rend l'exploitation des plantes sauvages encore plus intéressante. Parmi ces plantes, le Diss, qui contient des fibres aux propriétés d'ordre similaire que beaucoup d'autres fibres cultivées [5]. Une partie sera consacrée à sa présentation un plus loin.

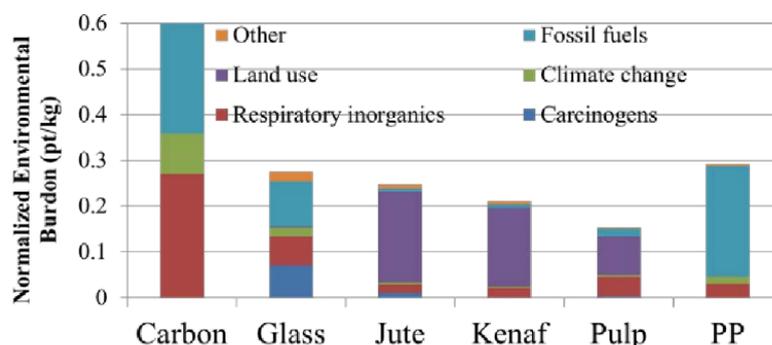


Figure I.5. Comparaison des impacts environnementaux de certaines fibres [26]

Un autre point négatif cité précédemment est la relativement faible température de dégradation de ces fibres. Ajoutons à cela leur incompatibilité avec certaines matrices due d'un côté à leur caractère hydrophile et au caractère hydrophobe de ces matrices. Ceci a

poussé les chercheurs à développer plusieurs traitements chimiques et physiques et à limitant le choix des matrices et des méthodes d'élaboration [3, 6, 22–25].

5. Traitements des fibres végétales

On distingue plusieurs types de traitements selon l'approche employée :

- Traitements chimiques :

On compte une longue liste de traitements chimiques tel que : les alcalins, les silanes, l'acétylation, la benzoilation, l'acrylation, l'acrylonitrile, le permanganate, le peroxyde, l'isocyanate, le chlorite de sodium, la triazine [6, 20]. Ces traitements peuvent éliminer la lignine et l'hémicellulose de la fibre, renforcer la rugosité en modifiant la composition de surface des fibres et/ou créer des liaisons chimiques avec le polymère [12, 26].

- Traitements physiques :

Ce sont des traitements qui sont utilisés dans le but de modifier les propriétés interfaciales des fibres en modifiant l'énergie de surface des fibres sans pour autant changer la composition chimique [6, 20]. Parmi ces traitements, on citera le traitement Corona qui est une technique d'activation de surface par oxydation. Son objectif est d'augmenter la concentration des groupements aldéhyde lors de l'activation de la surface de la fibre. Le même type d'action est obtenu avec un autre traitement de même nature appelé « traitement plasma » fait à basse température [31]. D'autres traitements conférant une stabilité structurale existent comme le traitement thermique qui, par effet de température, permet un réagencement de la structure cellulosique donnant moins d'accessibilité aux groupes hydroxyles. Cette opération se traduira par des améliorations mécaniques et hygrothermiques [5].

6. La plante de Diss

a. Définition



Figure I.6. Plante de Diss [32]

Ampelodesmos mauritanicus, voir figure I.6, est une plante herbacée originaire d'Afrique du Nord, d'Europe du Sud [7], communément appelée Diss en arabe, appartient à la famille des Poaceae. C'est une herbe sauvage qui pousse spontanément. Le tableau I.2 résume les proportions chimiques des constituants principaux de ces fibres selon la littérature. En plus de ces derniers, la fibre de Diss contient environ 1.3% de graisses et de cires, et une teneur en minéraux variable (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , Na_2O et K_2O) de 8 à 10%, en fonction des conditions de développement de la plante, de la composition du sol et des conditions climatiques de croissance [18, 26, 36].

Tableau I.2. composition chimique des fibres de Diss

Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Réf
44,1	27	16,8	[34]
32,33	27,7	22,37	[35]
32,6	24,9	20,9	[28]

b. Morphologie des feuilles de Diss

Les feuilles de la plante de Diss sont longues et se replient sur elles-mêmes juste après la récolte. Une coupe transversale de cette feuille montre qu'elle possède une surface extérieure lisse et une surface intérieure épineuse très ondulée comme l'illustre la figure I.7. Chose que tant d'autres feuilles ne possèdent pas. Leur épaisseur est de quelques centaines de micromètres et est composée d'une couche épaisse d'épiderme extérieur, suivie de faisceaux vasculaires entourés par des cellules de parenchyme chlorophyllien et d'une couche intérieure d'épiderme contenant des épines. Entre ces couches, la feuille est pleine de cellules dites sclérenchymes plus connues sous le nom de fibres élémentaires [5].

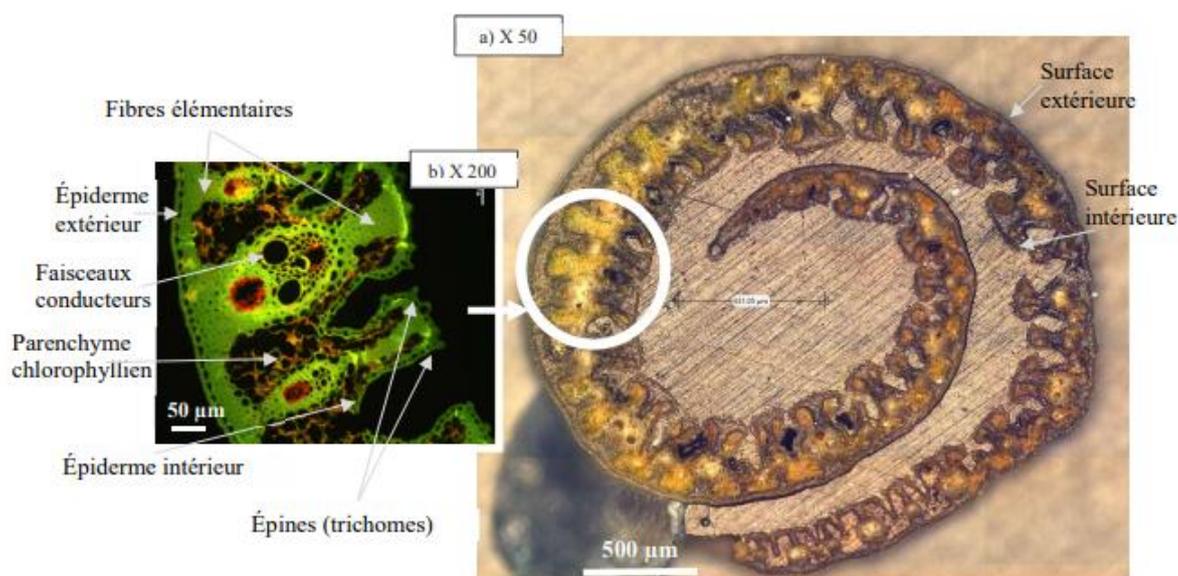


Figure I.7. Vues microscopiques de la section transversale d'une feuille de Diss : (a) X50, (b) X200 traitée avec Acridine orange. [5]

c. Extraction et traitement des fibres de Diss

Dans l'industrie, la plupart des méthodes d'extraction qui se font sont d'ordre mécanique mais l'extraction des fibres telles que celles de Diss, qui n'est pas encore industrialisée d'ailleurs, exige de tenir compte de cette morphologie particulière. En fait, une extraction mécanique n'est pas suffisante pour montrer le potentiel que possèdent ces fibres. [5]

Plusieurs méthodes d'extraction des fibres de Diss ont été utilisées dans la littérature afin de pouvoir l'industrialiser, citons Merzoud et Habita [6] qui se sont contentés de faire un broyage de la plante de Diss alors que Bourahli [36] est parti un peu plus loin en faisant des dissolutions par rouissage et soude. Sarasini et al. [4], quant à eux, ont préféré partir sur un traitement enzymatique. Bourahli [36] a trouvé une contrainte de traction moyenne de 149 ± 81 MPa, tandis que Sarasini et al. [37] ont trouvé une contrainte faible de 19 MPa. Ces derniers [37] ont tenté de procéder par un traitement enzymatique qui est relativement

inoffensif contrairement aux traitements chimiques. Leurs résultats montrent que la surface de la fibre paraît propre avec une forte présence de microfibrilles de cellulose, ce qui indique que la lignine et les autres matériaux non celluloses ont été en grande partie éliminés de la surface de la fibre [37].

Par conséquent, la méthode d'extraction influence très clairement sur les propriétés mécaniques des fibres. De ce fait, le mauvais choix de la technique d'extraction pourrait conduire à des propriétés médiocres rendant ainsi leur exploitation comme renforts dans l'élaboration des composites beaucoup moins intéressante.

Récemment, Nouri et al. [28] ont voulu régler ce problème en proposant une méthode d'extraction plus complète. Ils sont passés par un rouissage puis par un grattage et ont conclu par un cardage pour obtenir ce qu'ils ont appelés des fibres techniques de Diss non traitées. Ils ont obtenu des fibres à contrainte de traction moyenne d'environ 270 ± 50 MPa. Valeur plus importante que celles trouvées par les références citées ci-dessus.

Afin d'améliorer les propriétés techniques de ces fibres, plusieurs traitements dédiés ont vu le jour. On trouve dans la littérature quelques recherches à ce propos qui montrent leur efficacité sur les fibres naturelles et plus particulièrement sur les fibres de Diss.

Nouri et al. [5] ont voulu comparer entre plusieurs traitements sur ces fibres-là. Ils en ont appliqué quatre :

- Traitement thermique à 140°C pendant 14h.
- Traitement alcalin dans une solution à 5% de NaOH.
- Traitement à l'acide acétique.
- Traitement de silane à l'aide de l'octyltriéthoxysilane.

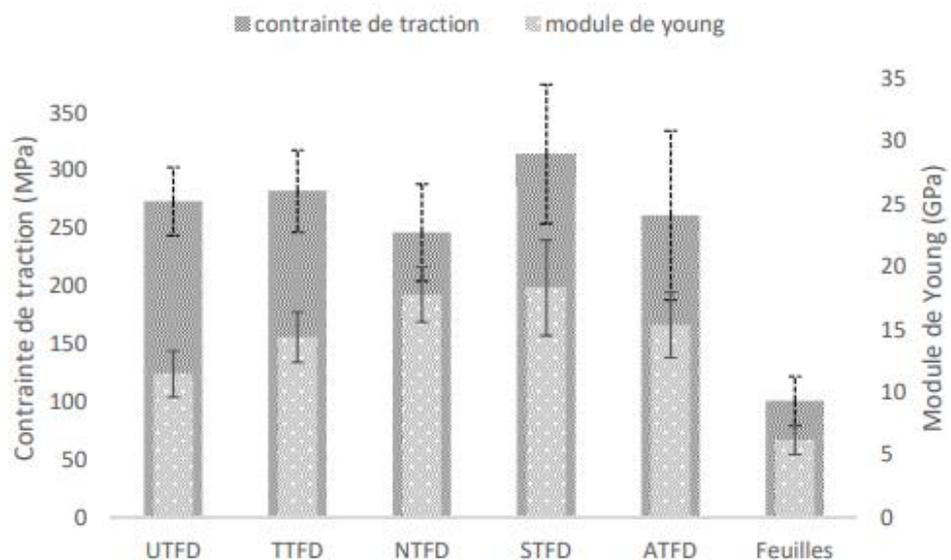


Figure I.8. Contraintes de traction et module d'Young des fibres de Diss non traitées et traitées [5]

Puis, en comparant les propriétés des fibres obtenues avec les fibres non traitées, des augmentations sont constatées sur tous les traitements pour le module de Young comme le montre la figure I.8. La meilleure rigidité revient aux fibres traitées au silane. Ceci pourrait être dû à la dégradation de certains pourcentages des constituants non-cellulosiques ce qui favorise le réarrangement des microfibrilles dans le sens de la traction [5]. Aussi, les groupes -OH des fibres végétales réagissent avec les silanols et forment des liaisons covalentes stables diminuant ainsi leur hydrophilie. Quant au traitement alcalin, il permet lui aussi de dégrader les composants non-cellulosiques ce qui se traduit par une séparation des faisceaux de fibres et permet de réarranger les microfibrilles suivant l'axe de traction. Plus encore, ce traitement

donne une surface plus propre aux fibres (sans impuretés) et rend les épines plus aiguës permettant ainsi d'avoir un meilleur accrochage mécanique avec la matrice [5]. Pour ce qui est de la résistance à la traction moyenne, une amélioration de 15% et une baisse de 10% ont été respectivement enregistré après les traitements de silane et alcalin [5].

Bourahli et Osmani [34] confirment eux aussi l'effet du traitement alcalin sur les fibres de Diss car ils ont enregistré une amélioration d'environ 37% de la résistance à la traction après un traitement au NaOH pendant 2h. Ajoutant qu'un traitement d'une plus longue durée ne changeait pas grand-chose mais permet quand même de trouver des résistances plus importantes que celle des fibres non traitées.

B. Les composites

1. Introduction

Il existe plusieurs familles de matériaux : les métaux, les polymères, les céramiques ainsi que les composites. En effet, ces derniers ne sont pas une nouveauté, ils ont été découverts par l'homme depuis longtemps mais récemment connu un essor important dans beaucoup de domaines. Malgré leur coût élevé, les matériaux composites renforcés de fibres se sont imposés dans les produits à hautes performances pour leur combinaison de légèreté et de solidité. Ils peuvent résister à de très grandes charges notamment dans le domaine aérospatial, naval et automobile. Les ailes et le fuselage du Boeing 787 par exemple sont constitués en grande partie de composites [38].

Cependant, ces derniers temps, en raison de la sensibilisation croissante à la protection de l'environnement, les composites ont intégré un caractère écologique et c'est par là qu'ont émergé les composites renforcés par des fibres naturelles. En plus du coût relativement bas et de la faible densité qu'ils présentent, ils possèdent des propriétés spécifiques acceptables. En outre, la neutralité en termes de CO₂ des fibres naturelles, la biodégradabilité et les propriétés recyclables de certaines matrices ont attiré l'attention de diverses industries telles que l'automobile et la construction [39].

2. Généralités sur les composites

a. Définition

Le matériau composite est une combinaison de deux ou plusieurs matériaux non miscibles avec des propriétés différentes qui, une fois assemblés, confèrent des propriétés physiques et mécaniques plus intéressantes que quand les deux sont séparés. Ce matériau est composé de matériaux de renforcement noyés dans une matrice à résistance mécanique relativement plus faible. La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres, et permet la transmission des contraintes. Alors que le renfort assure la résistance mécanique.

b. Constituants d'un matériau composite

i La matrice

La matrice lie le renforcement des fibres et transfère les charges entre ces dernières. Elle donne au composite sa forme nette et détermine sa qualité de surface tout en assurant une protection contre les environnements agressifs (oxydation, corrosion...). La matrice contribue également en grande partie à la durabilité du matériau [40].

ii Les renforts

Les renforts ont pour rôle d'assurer les propriétés mécaniques du matériau composite. Une grande panoplie de fibres est disponible sur le marché selon le prix de revient recherché pour une structure donnée [41]. Le renfort peut être défini comme le squelette ou l'armature du matériau qui va devoir supporter les efforts mécaniques. Il améliore considérablement la

résistance mécanique et la rigidité tout en offrant une faible résistance diélectrique et une résistance au fluage [42].

c. Classification des composites

Les matériaux composites peuvent être classés suivant la forme et la distribution de leurs constituants comme le montre la figure I.9.

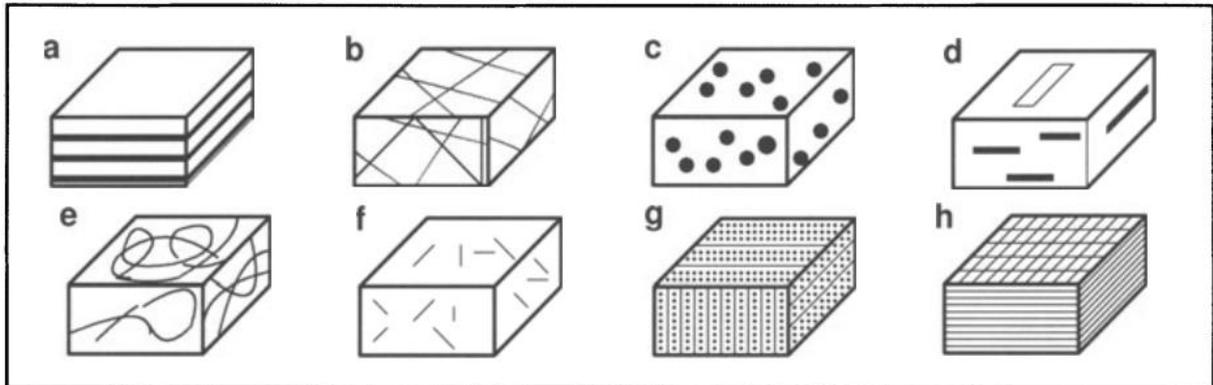


Figure I.9. Exemples des matériaux composites à renforts de formes différentes. **a** : Stratiifié avec des couches uni- ou bidirectionnelles. **b** : Renforcement irrégulier avec des fibres longues. **c** : Renforcement avec des particules. **d** : Renforcement avec des particules en plaques. **e** : Disposition aléatoire de fibres continues. **f** : Renforcement irrégulier avec des fibres courtes. **g** : Renforcement spatial (3D). **h** : Renforcement avec des tissus de surface. [43]

Les renforts sont donc soit sous forme de particules ou sous forme de fibres. Ces dernières peuvent être soit continues soit discontinues. Pour les longues fibres, elles sont habituellement dispersées de manière unidirectionnelle ou bidirectionnelle mais un arrangement irrégulier est aussi possible. Suivant l'arrangement et l'orientation des fibres, on peut déterminer les propriétés mécaniques du matériau composite et son comportement. Concernant les renforts sous forme de particules, on distingue plusieurs formes ; sphériques, plates ou irrégulières. Dans la majorité des applications pratiques, les composites renforcés par des particules sont considérés comme étant orientés de manière aléatoire et leurs propriétés mécaniques sont homogènes et isotropes [43].

Le classement des composites suivant la nature de leur matrice est aussi possible. Comme l'illustre la figure I.10, On distingue des composites à :

- Matrice organique.
- Matrice minérale (céramique ou métallique).

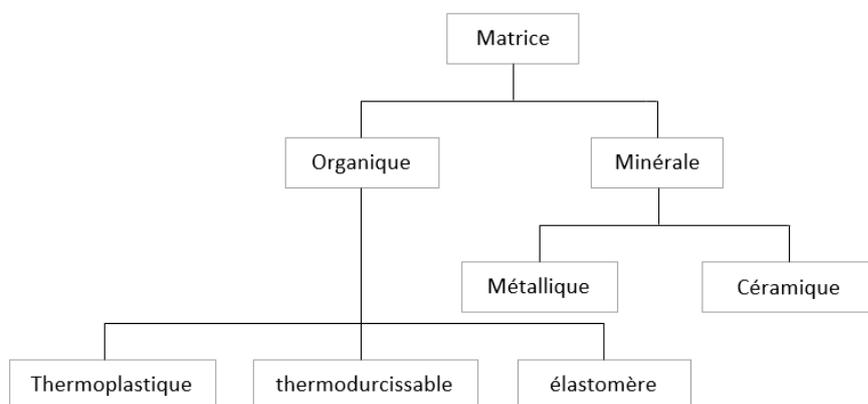


Figure I.10. Classification des matrices.

Dans notre étude nous nous intéressons aux matrices organiques pour des raisons qu'on citera plus tard. En 2014, elles présentaient à elles seules, 64% du marché mondial des matrices employées en industrie [44], [45]. Et en dehors des élastomères, on compte deux grandes familles essentielles de matrices polymères : les thermodurcissables et les thermoplastiques [46].

i Les thermodurcissables

Les thermodurcissables avant durcissement sont des macromolécules indépendantes. Mais après durcissement, ils ont une structure 3D obtenue par réticulation chimique produite soit après (par moulage par pulvérisation ou enroulement de filaments) ou pendant la transformation (par moulage par compression ou injection par exemple) [47]. Ce sont des résines infusibles et insolubles qui ne peuvent être fondus une seconde fois [48]. Elles se présentent en solution sous forme de polymère non réticulé en suspension dans des solvants [41]. Ces polymères possèdent des propriétés mécaniques élevées, une grande stabilité thermique et sont aussi plus résistants chimiquement que les thermoplastiques [48]. Plus d'avantages et d'inconvénients de ses matériaux sont présentés dans le tableau I.3.

Tableau I.3. avantages et inconvénients des thermodurcissables [47]

Avantages	inconvénients
Infusibilité : les thermodurcissables sont dégradés par la chaleur sans passer par l'état liquide ce qui améliore certains aspects de la tenue au feu.	La réaction chimique de réticulation nécessite souvent un chauffage qui prend un temps considérable ce qui se traduit par une dépense supplémentaire.
A hautes températures, le module est préservé grâce à la structure 3D.	Le contrôle du traitement est souvent plus difficile car il faut veiller à obtenir un équilibre précis entre l'avancement de la réaction de réticulation et la mise en forme.
Meilleur comportement en fluage : les liens entre les chaînes limitent les déplacements relatifs des macromolécules, les unes par rapport aux autres.	Certains polymères libèrent des gaz, notamment de la vapeur d'eau, lors du durcissement.
Simplicité des outils et facilité du traitement pour certains matériaux travaillés ou traités manuellement à l'état liquide.	Les déchets ne sont plus réutilisables raison de l'irréversibilité de la réaction de durcissement.
L'infusibilité empêche l'assemblage par soudage.	

ii Les thermoplastiques

Les thermoplastiques ont une structure moléculaire plus simple, avec des macromolécules chimiquement indépendantes. Par chauffage, ils sont ramollis ou fondus, puis mis en forme et solidifiés par refroidissement. Une succession de cycles de chauffage et de refroidissement peuvent être répétés sans causer de dommages au matériau, ce qui permet son retraitement et son recyclage [47]. À l'état liquide, sa viscosité est 500 à 1000 fois plus élevée que celle des thermodurcissables [48]. Les polychlorures de vinyle (PVC), les polyéthylènes, polypropylène, polystyrène, polycarbonate polyamide sont quelques exemples de ces résines thermoplastiques. Le tableau I.4 résume certains points positifs et négatifs de ce type de matrice.

Vu la température de dégradation des fibres végétales qui est aux alentours de 200°C [49], certaines matrices thermoplastiques uniquement permettent l'élaboration des composites à renfort végétal et ce grâce à leur faible température de fusion comparées à d'autres (160°C pour le polypropylène [50]). Plus encore, elles sont facilement mises en œuvre et leur coût est relativement faible [46]. Elles possèdent cependant un faible module de Young et une faible

résistance à la traction mais certaines sont quand même facilement mélangeables avec des renforts végétaux [46]. Les matériaux composites à matrice polymère ont un potentiel important dans la conception des pièces performantes pour certaines domaines d'application bien précis et permettent d'obtenir des matériaux de formes complexes [46].

Tableau I.4. avantages et inconvénients des thermoplastiques [47]

Avantages	inconvénients
Le ramollissement ou la fusion par chauffage permet le soudage et le thermoformage.	Lorsque la température augmente, le module diminue en raison de l'absence de liaisons chimiques entre les macromolécules.
Les cycles de traitement sont très courts à cause de l'absence de réticulations.	Les comportements de fluage et de relaxation ne sont pas aussi bons que pour les thermodurcissables.
La transformation est plus facile à contrôler.	Lors d'un incendie, la fusibilité favorise l'égouttage.
Pas de dégagement de gaz ni de vapeur d'eau s'ils sont correctement séchés avant la transformation.	Il existe peu de matériaux exploitables à l'état liquide.
Les déchets sont partiellement réutilisables.	

3. Les biocomposites

a. Définition

Les biocomposites sont des matériaux composites fabriqués à partir des fibres naturelles et des matrices organiques biodégradables ou non biodégradables dérivées du pétrole [51]. Contrairement aux composites à fibres synthétiques, ces renforts possèdent une empreinte CO₂ plus faible et ont un bon impact sur le cycle de vie des composites [9]. Les fibres végétales sont économiques, écologiques, légères et compétitives par rapport aux matériaux synthétiques en ce qui concerne les propriétés des matériaux. Pour augmenter les relativement faibles performances des composites à base de ces fibres biologiques, les fibres et la matrice sont modifiées chimiquement ou physiquement donnant ainsi de meilleures propriétés à l'ensemble [15–19]. En outre, ces composites sont durables et pourraient être entièrement recyclables [12].

Comme le montre la figure I.11, les biocomposites continuent à gagner du terrain sur le marché des composites. Cela est dû à leurs propriétés attrayantes qui promettent un avenir florissant pendant ce siècle appelé le siècle de la cellulose [12].

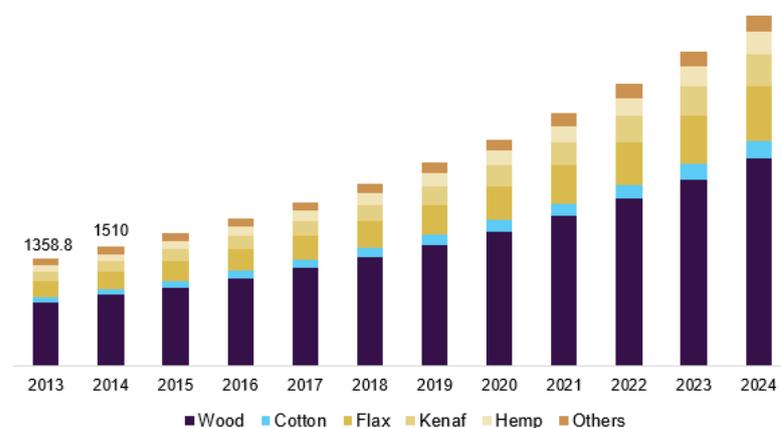


Figure I. 11. Revenus du marché américain des composites à base de fibres naturelles entre 2013 et 2024 [55]

b. Méthodes de mise en œuvre des composites à fibres naturelles

Les performances et la durabilité des composites à base de matrice thermoplastique et de fibres naturelles dépendent de la méthode de mise en forme, qui dépend à son tour de la nature des fibres et de leur proportion en volume, ainsi que des conditions de traitement, à savoir la température et la pression [56]. Il existe plusieurs méthodes de mise en œuvre. Et juste pour donner une idée sur les plus utilisés, par exemple pour le polyéthylène : l'extrusion (35%), moulage par injection (25%), moulage par soufflage (35%), moulage par rotation (moins de 1%), autres (4%) [47].

Etant donné que nous nous intéressons à l'élaboration d'un biocomposite à matrice polypropylène renforcée par les fibres de Diss, nous optons pour la méthode de l'extrusion suivie par le moulage par injection pour des raisons qui seront citées plus tard.

i L'extrusion

L'extrusion est le procédé le plus important dans la mise en forme des polymères thermoplastiques [57]. Il consiste à fabriquer de manière continue des produits finis ou semi-finis dans un système vis/fourreau. On distingue deux types d'extrusion : l'extrusion mono-vis où l'extrudeuse possède une seule vis tournante et l'extrusion bi-vis lorsque l'on a affaire à deux vis tournantes à l'intérieur d'un fourreau dont la section a la forme d'un huit. Ces vis tournent soit dans le même sens donnant ce qu'on appelle des vis corotatives soit dans deux sens différents donnant des vis contrarotatives [58].

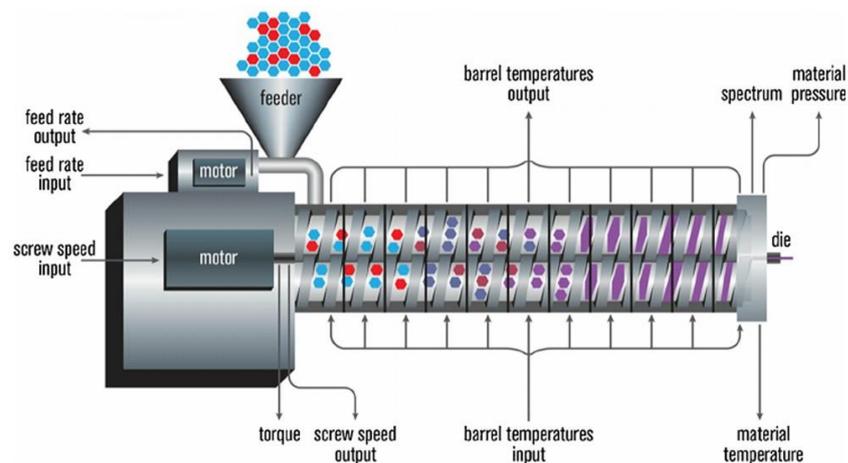


Figure I. 12. Schéma d'une extrudeuse bi-vis [59]

Comme le montre la figure I.12, cette méthode commence par le stockage du matériau sous forme de granulés dans une trémie qui seront avalés grâce aux vis qui tournent à l'intérieur du fourreau qui est porté à haute température la faisant fondre et progresser. La matière fondue sort de l'extrudeuse par son extrémité aval à travers une filière où elle peut être coupée pour en fabriquer des granulés ou des produits courts [58].

Dans le cas des fibres naturelles, cette méthode offre de faibles coûts de production et les composites à base de fibres naturelles qu'elle produit présentent une résistance et une rigidité élevées [56]. Des recherches poussées ont été faite par Gallos et al [60] pour comparer la mono-vis et la bi-vis afin de savoir quels seront les avantages et inconvénients de ces deux méthodes. Ils concluent que les bi-vis sont les plus convenables pour des fibres de faibles longueurs vu qu'elles permettent d'avoir une meilleure dispersion des fibres dans les granulés et beaucoup plus d'homogénéité que l'extrudeuse mono-vis [60]. Cependant, plusieurs

paramètres sont à prendre en compte pour avoir des granulés de bonne qualité (mélange bien homogène sans bulles d'air du début à la fin du process). Ces paramètres sont :

- La vitesse de rotation des vis

Selon Berzin et al. [61] la vitesse des vis influe sur la dispersion de la matière et sur la diminution de la longueur des fibres. En effet, il existe une force de cisaillement qui augmente avec l'augmentation de la vitesse qui engendre des fibres plus courtes [62]. Ceci diminue donc le rapport d'aspect donnant ainsi des propriétés mécaniques moins importantes. Cet effet a surtout été constaté pour la résistance à la traction [62]. Cela dit, l'effet de vitesse semble souffrir de deux facteurs contradictoires, à savoir l'amélioration de la distribution des fibres en l'augmentant et leur endommagement d'un autre côté [62]. Pour cela, la vitesse devrait être fixée en tenant compte de ces deux points essentiels.

- La température des zones du fourreau et de la filière

La température joue aussi un rôle primordial sans lequel l'extrusion serait complètement ratée. Tout d'abord, dans le cas des fibres naturelles, dépasser les 200°C pourrait les dégrader [60]. Aussi, il existe une relation directe entre la vitesse de rotation des vis et les températures car cette dernière augmente avec la vitesse de la vis, en

raison de la dissipation visqueuse selon Berzin et Vergnes [63]. Ils ajoutent qu'afin de la maintenir en dessous de la valeur de 200°C, des vitesses de vis faibles (de l'ordre de 110 à 150 tr/min) devraient être utilisées [63]. D'un autre côté, une étude sur l'influence des paramètres de l'extrudeuse bi-vis sur propriétés mécaniques a été menée sur un biocomposite de fibres de Sisal [64]. On a montré que plus le profil de température utilisé est élevé, meilleur sera le rapport d'aspect ce qui mène à un transfert de sollicitations et à une résistance à la traction plus élevés. Ainsi, à hautes températures, la viscosité de la matrice liquide diminue facilitant ainsi l'incorporation et le malaxage de l'ensemble [64].

- La vitesse d'alimentation

Ce paramètre présente la vitesse à laquelle le doseur contenant les matières premières (matrice, renforts et additifs) les alimente à l'intérieur de l'extrudeuse. On distingue de type de doseur : le doseur pondéral et le doseur volumique où le premier est lié à la masse (g/min) et le second aux nombres de tours que fait sa vis (tour/min). Il a été montré que l'augmentation de la vitesse d'alimentation permet de mieux préserver la longueur des fibres malgré l'augmentation de la vitesse de rotation des vis [42, 46]. Berzin et Vergnes [63], eux, trouvent que des vitesses d'alimentation élevées et des vitesses de rotation faibles sont à privilégier pour limiter les cassures des fibres.

- Les entrées d'alimentation

La manière d'alimenter les matières premières a aussi son rôle à jouer. Un chauffage préalable de la matrice (dans les premières zones) avant d'incorporer les fibres comme l'illustre la figure I.13 offrirait une meilleure dispersion et homogénéité au mélange [60]. Idée que Berzin et al. [61] confirment en ajoutant que cela limiterait les cassures des fibres. Notons que ce mécanisme de rupture dépend du type de fibre, de ses dimensions (les plus longues se rompent plus rapidement) et de l'environnement [61].

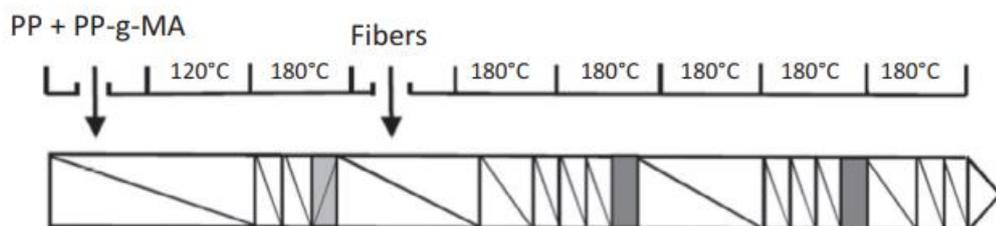


Figure I. 13. schéma d'alimentation d'une extrudeuse [61]

Le tableau I.5 rassemble les paramètres utilisés dans certains travaux menés pour l'extrusion d'un biocomposite à matrice polypropylène et à renfort végétal avec des extrudeuses bi-vis corotatives.

Tableau I.5. paramètres d'extrusion

Fibre	Longueur des fibres (mm)	% de fibres	Vitesse (RPM)	Température (°C)	Module de Young (MPa)	Résistance à la traction (MPa)	Référence
		PP pur			2234.54	26	
Jute	2	10	100	entre 200-300	2954.36	31.154	[63]
			200		3207.87	35.369	
			300		3492.2	35.236	
		20	100		3099.07	34.486	
			200		2946.6	33.406	
			300		3194.94	32.558	
		30	100		3294.45	35.284	
			200		3469.27	34.432	
			300		3422.8	35.547	
		PP pur			1000	24.5	
Chanvre	1,45	5	125	200, 200, 200, 200, 180, 180, 180, et 180°C	1350	25.2	[64]
		10			1360	26.1	
		15			1400	26	
		20			1490	26.3	
		25			1580	25.4	
		30			1420	24.3	
		PP pur			920	17.5	
Chanvre	2	5	120	160-165-165-170-170-160	1000	17.5	[65]
		10			1050	18	
		15			1300	22.5	
		20			1550	26	
		25			1630	27.5	
		30			1750	29	
		PP pur			920	17.5	
Chanvre (avec présence d'un agent de couplage)	2	5	120	160-165-165-170-170-160	1080	19	[65]
		10			1170	21	
		15			1350	23.5	
		20			1500	25.2	
		25			1750	30	
		30			2000	34.5	
		PP pur			1900	23	
Chanvre	4-6mm	25	40	190-200-215-195-200-200	2950	40	[66]
					4000	46	
					3500	49	
					3600	50	
		PP pur			680	35	
Noix de coco	1 et 3	5	32	160-165-170-175-180	750	33	[67]
		10 (fibres courtes)			800	30	
		10 (fibres longues)			750	29	
		20			820	27	
		20			780	28	
		20			790	28.8	
		20	800	31			

ii Le moulage par injection

Le moulage par injection est une méthode qui permet de fabriquer des pièces à géométrie complexe à un taux de production élevé et à bas prix [68]. Cette méthode (figure I.14) consiste à remplir sous pression les cavités froides d'un moule (également appelées empreintes) avec de la matière plastique, sous forme de granulés par exemple, à l'état liquide à l'aide d'une vis, puis à démouler la pièce obtenue après sa solidification. La température des empreintes est réglée à une valeur permettant de refroidir la matière injectée. Une fois solidifiées, les pièces sont éjectées du moule après son ouverture à l'aide d'un dispositif dédié [69].

Avec la multiplication incessante des applications des composites à base de fibres naturelles, leur potentiel combiné avec la productivité efficace du moulage par injection permettent d'établir un équilibre entre le défi environnemental et la performance industrielle [68]. C'est d'ailleurs une des méthodes les plus utilisées actuellement pour le moulage des granulés obtenus à l'aide de l'extrudeuse bi-vis [68].

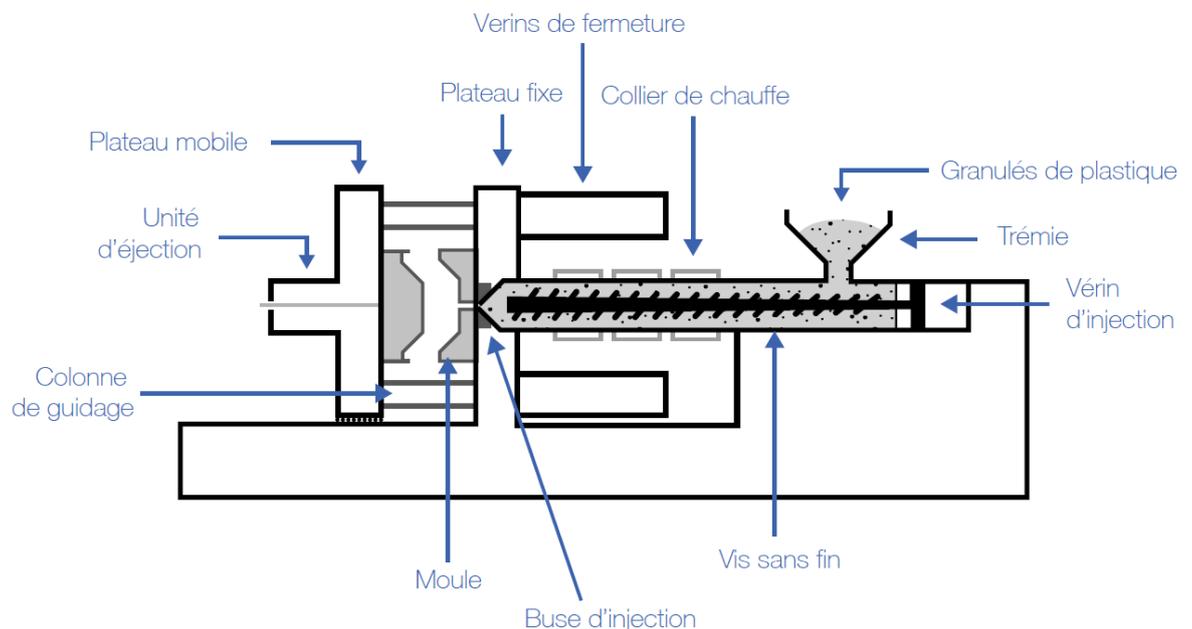


Figure I. 14. schéma d'une presse à injection [70]

c. Les facteurs affectant les propriétés des composites à renfort végétal

Le choix des constituants d'un composite à matrice thermoplastique renforcé par des fibres végétales est une opération complexe vu le nombre de contraintes existantes notamment l'absorption d'humidité et le manque de compatibilité et d'adhérence interfaciale entre les fibres naturelles et la matrice. Afin de corriger et contrôler ces contraintes, plusieurs facteurs doivent être pris en compte lors du choix des constituants et de leur traitement :

i La longueur critique

On définit le rapport d'aspect qui est le rapport entre la longueur et la largeur (ou le diamètre) qui sert d'indicateur des propriétés mécaniques de la fibre : Plus le rapport d'aspect est important, plus élevée seront les performances mécaniques de la fibre au sein de la matrice [12]. Selon Bouzouita [71], si dans un système composite le facteur de forme est inférieur à une certaine valeur critique, le transfert de charge entre fibre et matrice sera insuffisant et les fibres ne sont pas sollicitées jusqu'à leurs contraintes limites. La fibre sera donc extraite de la matrice avant d'être entièrement sollicitée. Dans le cas contraire, si les longueurs des fibres

sont trop importantes, leur dispersion pendant la mise en œuvre devient problématique à cause des agglomérations des fibres. D'après Drzal et al. [72], ce facteur de forme (dit également rapport d'aspect) obéit à l'équation suivant :

$$\frac{l_c}{D} = \frac{\sigma_f}{2\tau} \quad \text{Eq. I. 1}$$

Où l_c est la longueur critique, D le diamètre de la fibre, σ_f la limite de traction de la fibre et τ la résistance interfaciale.

ii L'orientation des fibres

Ce facteur joue aussi un rôle primordial dans le comportement mécanique du composite. Le fait d'avoir les fibres alignées dans la direction de l'application de la charge augmente considérablement les performances mécaniques. Sharan et al. [73] se sont intéressés à ce point avec une étude sur des modèles numériques. Il a été remarqué que l'angle d'orientation variant de 0° à 90° modifie notablement les propriétés mécaniques.

iii L'interface matrice – renfort

Compte tenu que nous nous intéressons beaucoup plus aux propriétés mécaniques des composites, le problème de l'interface doit être traité car elle influence beaucoup les propriétés finales du biocomposite. Nous nous intéressons uniquement à l'interface fibre naturelle – matrice thermoplastique vu que c'est l'objet de notre étude. Cette interface se situe entre les fibres et la matrice et est le siège de plusieurs réactions physico-chimiques causées par les interactions entre les deux phases d'origines différentes créant ainsi des interphases. Ces dernières assurent la compatibilité ainsi que le transfert des contraintes entre les fibres et la matrice [74].

Dans le cas des composites à matrice thermoplastique et à renfort naturel, on rencontre très souvent le problème de manque d'adhésion qui est dû à l'hydrophilie des fibres (propriété due aux groupes hydroxyles libres sur la surface) et à l'hydrophobie du polymère utilisé comme matrice. Ceci se traduit par une diminution des propriétés mécaniques notamment la résistance à la traction, aux chocs et la contrainte à la rupture [15–17]. En outre, la rupture à l'interface est un des modes d'endommagement les plus répandus dans les biocomposites [75].

Pour y remédier, le traitement des fibres naturelles ainsi que l'utilisation de certains additifs est une étape primordiale pour la diminution voire la suppression de l'incompatibilité interfaciale de ces biocomposites assurant la modification de la tension à l'interface et par conséquent améliorant les propriétés mécaniques [29]. Plus de détails sur ce point-là plus loin.

iv La teneur en humidité

La présence de l'humidité peut avoir un effet important sur les performances d'un composite fabriqué à partir de fibres naturelles. En présence d'humidité, les liaisons entre les fibres naturelle et les matrices relativement hydrophobes du polymère seraient affaiblies avec la prise d'eau élevée, les fibres gonflent, ce qui déstructure l'intérieur du composite. L'interface affaiblie conduit à une chute des propriétés mécaniques et de la durabilité [12]. La teneur en humidité ainsi que la vitesse à laquelle elle s'accumule sont directement liées à l'humidité relative ambiante et pour y remédier, le traitement des fibres peut être une solution car il réduit considérablement la teneur en eau [27].

d. Biocomposites à matrice polypropylène

Le polypropylène (PP), polymère thermoplastique largement utilisé en raison de sa faible densité relative, sa bonne résistance chimique, ses propriétés d'isolation électrique et son faible coût et sa recyclabilité. Ce thermoplastique présente aussi la matrice la plus utilisée avec les fibres lignocellulosiques [60].

Quelques-unes de ses caractéristiques en comparaison avec d'autres thermoplastiques sont assemblées dans le tableau I.6.

Tableau I.6. Caractéristiques mécaniques et thermiques de thermoplastiques non renforcés [76]

Matériaux	Densité	Résistance à la flexion (MPa)	Résistance à la traction (GPa)	Module de Young (GPa)	Compression (MPa)	Conductivité thermique (W/m.°C)
Polypropylène	0.9	35-55	20-35	0.8	25-55	0.15
Acétal	1.4	90-100	55-70	2.8-3.4	34	0.31
polystyrène	1.05	20-70	20-35	1.4-2.8	25-62	0.16

A partir du tableau I.6, on constate que la faible densité du polypropylène s'accompagne avec de relativement faibles performances mécaniques par rapport aux autres thermoplastiques plus denses.

En revanche, le renforcement du polypropylène avec des charges végétales donne des résultats satisfaisants. Par exemple, Bledzki et al. [77] ont mesuré le module et la résistance à la flexion de plusieurs biocomposites à matrice polypropylène élaborés par extrusion suivie par injection. Ils ont trouvé que la présence des fibres végétales augmentait considérablement leurs valeurs comme l'illustre la figure I.15.

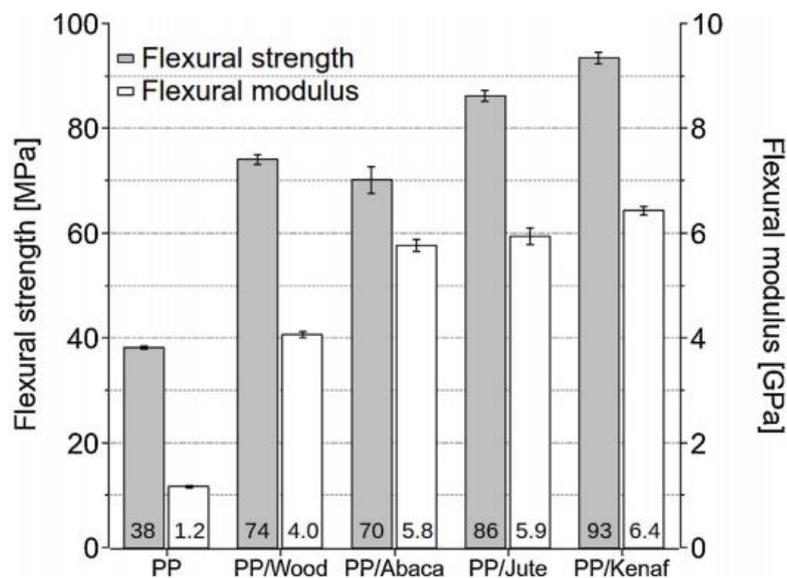


Figure I. 15. Module et résistance à la flexion des biocomposites à matrice PP [77]

L'influence de la charge et des agents de couplage ont aussi été mis en évidence par certains travaux. Notamment Dhanalakshmi et al. [78] qui ont comparé la résistance à la traction et à la flexion du composite areca-polypropylène à plusieurs pourcentages de fibres d'areca. Ils ont remarqué que la chute des performances mécaniques se faisait après un taux de chargement qui dépasse les 60% de fibres (figure I.16). Pérez-Fonseca et al. [79] ont de leur côté aussi trouvé que la présence et l'augmentation de la charge en fibres d'Agave et de Pin dans une matrice polypropylène améliorerait le module de Young.

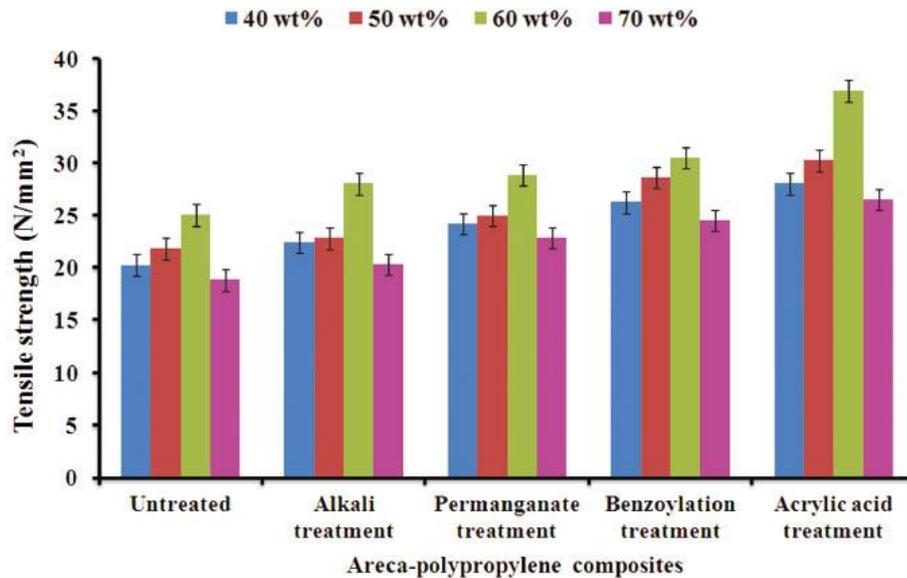


Figure I. 16. Résistance à la traction du composite Areca-Polypropylène avec différents chargements en fibres. [78]

e. Biocomposite PP-fibres de Diss

le composite à matrice polypropylène renforcé par les fibres de Diss très peu été étudié vu que ces fibres n'ont attiré les chercheurs que depuis quelques années.

Sarasini et al. [4] l'ont élaboré avec une extrudeuse corotative bi-vis puis moulage par injection. Ils ont tenté de comprendre l'influence de la présence d'un agent de couplage. Ils ont voulu prouver que les propriétés mécaniques de ces composites sont dues aux propriétés mécaniques des fibres élémentaires simples et au transfert de contraintes à l'interface fourni par la rugosité de surface et les fragments chimiques de surface induits par le traitement utilisé (enzymatique dans ce cas-là).

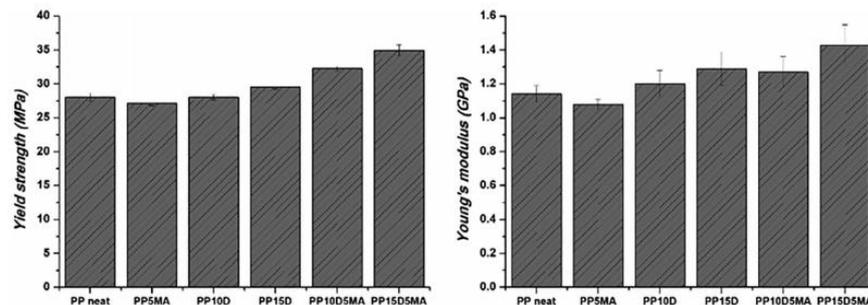


Figure I. 17. Module de Young et résistance à la traction des composites PP-Diss. [4]

De cet article, ils ont conclu que la présence d'un agent de couplage sans renfort a un effet négatif sur le comportement mécanique du composite ce qui prouve encore une fois qu'il réagit sur l'interface des deux composants. Alors que la présence des trois (PP, agent et fibres) donnait des résultats satisfaisants. Plus encore, la charge croissante des fibres s'accompagne avec une augmentation des propriétés étudiées dans la figure I.17. Cependant, l'étude n'est pas allée plus loin que 15% de charge en fibres. Chose qui aurait été plus intéressante pour pouvoir voir la limite à laquelle on pourrait aller [4].

M. Nouri [5], de son côté, a fait des essais mécaniques sur des composites PP-Diss élaborés par thermocompression. Ces composites diffèrent par le traitement que les fibres ont subi. Une baisse de résistance à la traction a été enregistrées dans tous les cas contre une augmentation du module de Young comme le montre la figure I.18. La diminution de la résistance à la traction été expliquée par le manque d'adhérence interfaciale.

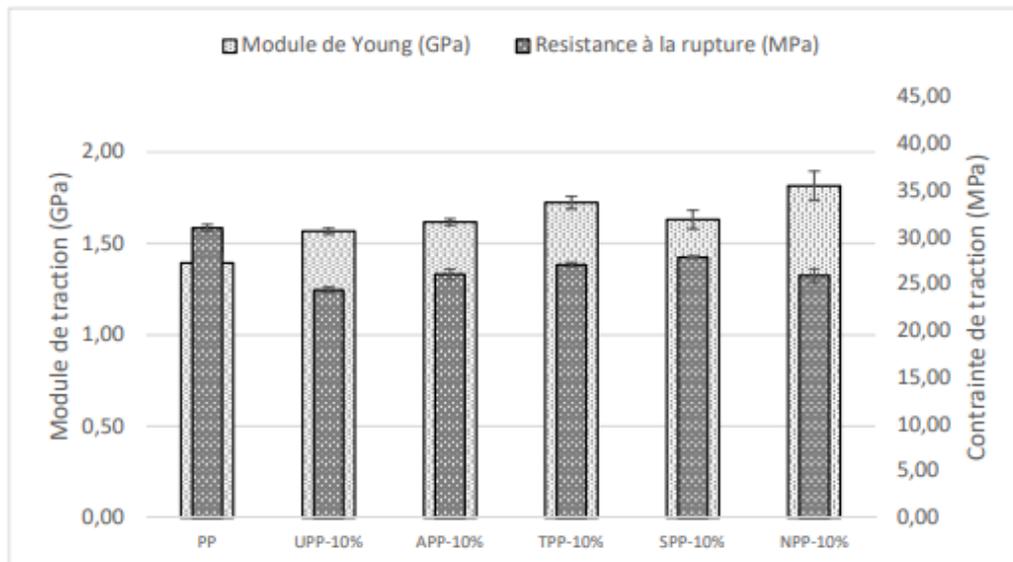


Figure I.18. Propriétés en traction (module et contrainte) du PP et des composites renforcés par les fibres de Diss traitées différemment (composite UPP : PP-fibres intraitées de Diss | APP : PP-fibres traitées à l'acide acétique | TPP : PP-fibres traitées thermiquement | SPP : PP-fibres traitées au silane | NPP : PP-fibres traitées au NaOH) [5]

D'un autre côté, la mesure de la résistance et du module de flexion de ces matériaux ont été faites. Une augmentation du module a été constatée pour tous les traitements par rapport au composite aux fibres non traitées (figure I.19). Le manque d'efficacité de ses traitements par rapport au module de traction a été lié à la structure stratifiée du composite car en traction la contrainte est répartie uniformément sur la section, alors qu'en flexion ce ne sont que les couches extérieures qui sont sollicitées [5]. Ceci limite l'influence des fibres en flexion et les résultats convergent donc à ceux de la matrice pure utilisée (le PP dans ce cas-là) [5].

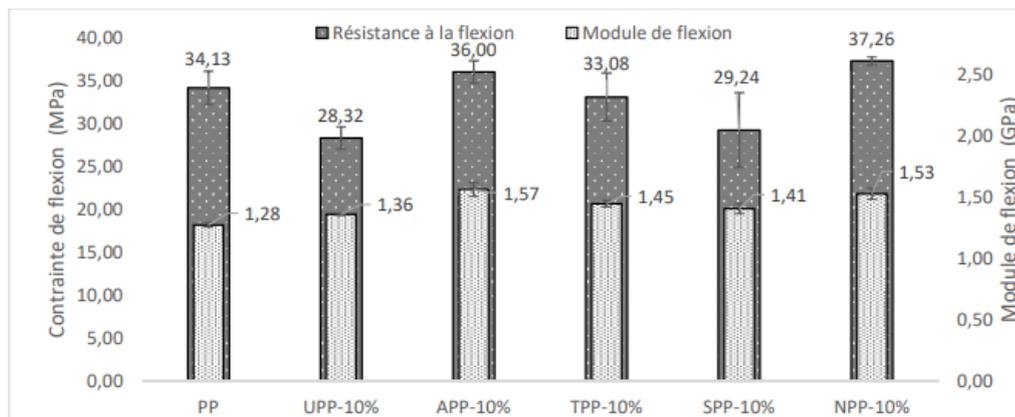


Figure I. 19. Propriétés en flexion (module et contrainte) du PP et des composites renforcés par les fibres de Diss traitées différemment (composite UPP : PP-fibres intraitées de Diss | APP : PP-fibres traitées à l'acide acétique | TPP : PP-fibres traitées thermiquement | SPP : PP-fibres traitées au silane | NPP : PP-fibres traitées au NaOH) [5]

Touati et al. [53] se sont aussi intéressés à leur tour à ce type de biocomposite mais cette fois-ci en utilisant une matrice en polypropylène mélangée avec du polyéthylène à basse densité recyclé et régénéré. Des biocomposites à 5% de chargement en fibres ont été testés et quatre traitements de fibres ont été appliqués. Une fois encore, les traitements ont montré leur efficacité mais sur le module de Young uniquement vu que la résistance à la traction a diminué de manière drastique (de 30 MPa pour la matrice pure à 22,5 MPa pour le traitement alcalin par exemple, tandis que le composite à fibres non traitées était à 22,7 MPa) [53].

f. Le vieillissement des biocomposites

D'après Bergeret et Krawczak [80], le vieillissement se définit comme étant une modification de structure, de composition ou de morphologie des constituants d'un composite induisant le changement d'une ou plusieurs de ses propriétés de manière lente. C'est la capacité d'un matériau à résister au vieillissement, qui peut être réversible ou irréversible, qui reflète sa durabilité. Les chercheurs ont recours à des essais de vieillissement accélérés dans le but de prévoir le comportement d'un matériau [80]. Cela pour étudier, par exemple, la durabilité d'un biocomposite recyclé après un nombre de cycle dans un milieu donné.

On en distingue trois mécanismes qui sont d'ordre chimique, physique et mécanique. Ces vieillissements peuvent agir sur les phases du composite séparément comme combinés et peuvent aussi influencer sur l'interface qui lie les fibres à la matrice notamment dans le cas d'un vieillissement hydro/hygrothermique. Selon Nouri [5], un vieillissement hydro/hygrothermique peut être classé comme une dégradation d'ordre physicochimique que la présence de température peut aggraver [80]. A court terme, l'infiltration des molécules d'eau entre les chaînes du polymère cause la plastification du biocomposite. Ce vieillissement est, dans la majorité des cas, réversible lorsque le matériau regagne son état initial. Cependant, la présence des fibres végétales, qui sont hydrophiles, engendre un gonflement différentiel. Ce phénomène peut également créer des microfissurations entre les fibres et la matrice qui peuvent se propager davantage après plusieurs cycles d'adsorption/désorption. Cette détérioration est malheureusement irréversible et peut affecter le comportement physique et mécanique des biocomposites.

g. Application des biocomposites

Les domaines d'application des composites à fibres naturelles sont très diversifiés (figure I.20) [23]:

- L'industrie du bâtiment et de la construction (panneaux pour cloisons et faux plafonds, planches de séparation, murs, sols, etc.)
- Dispositifs de stockage (silos de stockage de céréales, boîtes postales, etc.)
- Meubles (chaises, tables, baignoires, etc.)
- Le transport (intérieur des voitures, bateaux, etc.)



Figure I. 20. Applications des composites à fibres végétales : a) panneau de porte automobile [81], b) emballage CocoForm [82]

Chapitre II

Matériel et méthodes expérimentales

Ce chapitre a pour objectif la présentation du matériel ainsi que les différents protocoles expérimentaux employés dans ce projet. Ils serviront à mettre en œuvre les biocomposites concernés et leur caractérisation.

A. Caractérisation des fibres de Diss

1. Méthode de mesure de la masse volumique des fibres de Diss

La méthode du pycnomètre a été utilisée pour la mesure de la masse volumique des fibres de Diss comme le montre la figure II.1.

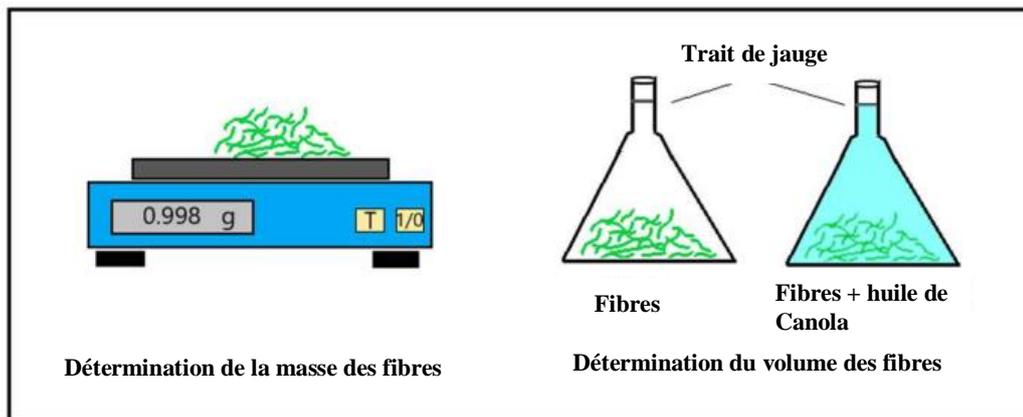


Figure II. 1. Méthode utilisée pour la détermination de la masse volumique des fibres de Diss [5]

Après un séchage pendant 48 heures à 60°C, les fibres ont été mises dans un dessiccateur à silice régénérée auparavant. Ce dernier permet de garder les fibres protégées contre l'humidité. Ensuite, 1g de fibres a été introduit dans une fiole jaugée de 100 cm³ puis submergé par l'huile de canola jusqu'au trait de jauge. Cette démarche a été refaite trois fois. Les fioles sont laissées pendant 24h afin que les microbulles puissent s'évacuer puis viennent les pesées à l'aide d'une balance Sartorius (1/1000).

La détermination de la masse volumique s'est faite par l'équation suivante :

$$\rho_f = \frac{m_f}{100 - \frac{m_h}{\rho_h}} \quad \text{Eq. II. 1}$$

Où : ρ_f et ρ_h présentent respectivement la masse volumique des fibres et de l'huile de canola d'une valeur de 0,914 g/cm³, m_f la masse des fibres (g) et m_h la masse de l'huile de canola (g).

2. Méthode d'analyse par microscopie optique

Afin de faire des observations de la microstructure des matériaux étudiés, le microscope métallographique *infinity 2 – Olympus BH2* (figure II.2) a été utilisé. Muni d'une caméra connectée à un logiciel propre à lui (*Infinity 2-3*), le microscope permet de réaliser des observations de la section transversale des fibres de Diss. Ainsi, cela permet grâce au logiciel de mesurer l'aire de leur section et d'en conclure leur diamètre. Ceci en supposant que les fibres possèdent une section circulaire.



Figure II.2. Microscope optique infinity 2 - Olympus BH2

Mais au préalable, les échantillons ont été préparés par enrobage ; En positionnant la partie à observer parallèlement au plan d'observation dans un petit moule, une résine d'enrobage à froid (versocit-2) vient le remplir. Après solidification et démoulage, la surface d'observation a été polie à l'aide d'une machine de polissage (Jean Wirtz FT 250) par une série de disques abrasifs en carbure de silicium allant de 600 à 4000 grains.

3. Protocole des essais de traction des fibres de Diss

Les essais de traction réalisés sur les fibres de Diss ont été faits à l'aide d'une machine d'essais universelle électromécanique à faible charge Instron (modèle 3366 sur la figure II.3). Les essais ont été effectués sous conditions ambiantes du laboratoire (Température ~ 23°C et humidité relative entre 55 et 65%).



Figure II.3. Machine universelle Instron – modèle 3366

Equipée d'une cellule de charge de 500 N, la machine permet d'obtenir les propriétés de la fibre en traction à savoir le module de Young E et la résistance à la traction R_m . Concernant la préparation de la fibre, elle a été maintenue tendue collée sur un support en papier en laissant une fenêtre au milieu comme illustré par la figure II.4. La feuille sert aussi pour bien fixer la fibre entre les mors. Ses deux bords sont coupés une fois tout est en place pour ne solliciter que la fibre. La fenêtre laissée qui représente la longueur de la jauge fait 10mm. En outre, une vitesse de la traverse mobile de 1 mm/min a été fixée (conformément à la norme NF T25-501-3).

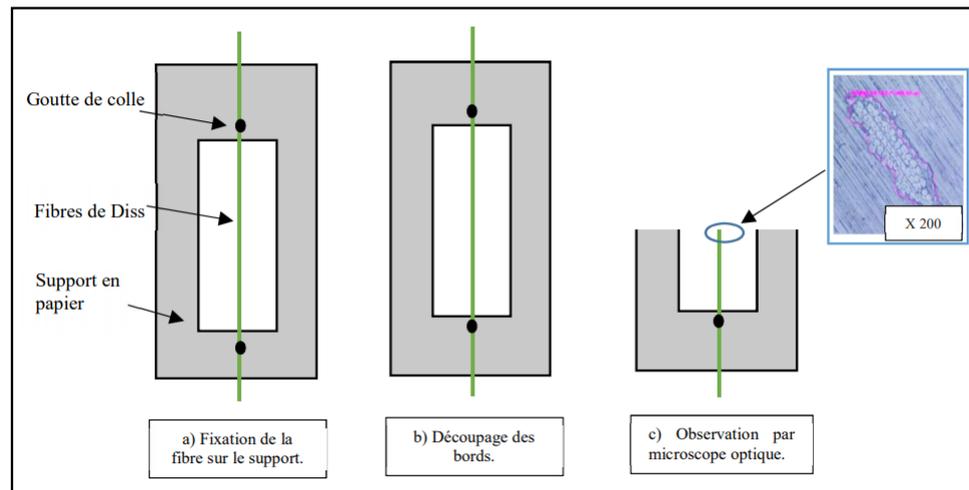


Figure II.4. Méthode utilisée pour les essais de traction des fibres de Diss. [5]

La contrainte de traction a été calculée par le rapport force/surface de la section transversale. La valeur de la force est obtenue après l'essai et l'aire est mesurée par microscopie optique après la rupture de la fibre. Dix échantillons ont été testés et les résultats ont été évalués par le test de Dixon de la valeur aberrante [83].

B. Elaboration et caractérisation des biocomposites PP-Diss

1. Protocole de mise en forme des biocomposites

a. Choix des matériaux

Afin de concevoir un biocomposite respectant les différentes contraintes qu'on s'était fixé dans le cadre de ce projet, notre choix s'est porté sur le polypropylène (PP). Cela afin de répondre aux exigences liées au respect de l'environnement, les performances thermiques, la durabilité du matériau ainsi que pour la facilité d'incorporation des fibres dedans. Le polypropylène de type homopolymère sous forme de granules qui a été utilisé a été fourni par REPSOL. Cette matrice sera par la suite mélangée avec les fibres de Diss ont été cultivées à la main provenant du nord Algérien.

L'agent de couplage G-3015 POLYMER (polypropylène greffé à l'anhydride maléique-MAPP) fourni par EASTMAN CHEMICAL a aussi été utilisé dans ce projet.

b. Méthode de mise en forme des biocomposites

L'élaboration des biocomposites PP-fibres de Diss-AM a été faite en deux temps. La première en extrudant le mélange PP/Diss/MAPP à l'aide d'une extrudeuse bi-vis corotative XTR-20 de SCAMEX (figure II.5). Elle possède un fourreau de 800 mm (40 L/D) et des vis de 20 mm de diamètre.



Figure II. 5. Extrudeuse bi-vis corotative XTR-20 SCAMEX

Après l'extrusion, vient la partie de l'injection du mélange. Pour ce faire, une presse à injection électrique FANUC Roboshort modèle α -100B (figure II.6) possédant une force de verrouillage de 1000 kN. Sa vis a un diamètre de 36 mm et une course de 139mm.



Figure II.6. Presse à injection électrique FANUC Roboshort α -100B

2. Méthode de mesure de la masse volumique des biocomposites

La masse volumique des biocomposites a été mesurée par l'intermédiaire de la méthode de la pesée hydrostatique. Elle consiste à peser l'échantillon en question dans l'air (A) puis dans un liquide (B) dont la masse volumique ρ_l est connue (figure II.7). En calculant la différence entre les deux valeurs, le poids du liquide déplacé est trouvé permettant donc de déduire le volume de l'échantillon à l'aide de l'équation suivante :

$$\rho_c = \frac{A}{A-B} \times \rho_l \quad \text{Eq. II. 2}$$

Où : ρ_c et ρ_l représentent respectivement la masse volumique du composite et du liquide (g/cm^3), A le poids du biocomposite dans l'air (g) et B celui du liquide (g).

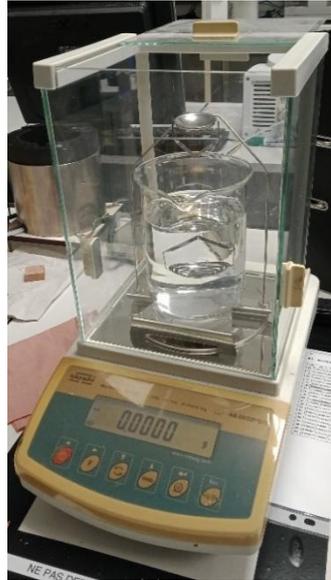


Figure II.7. Balance Sartorius dotée d'un dispositif de mesure en suspension.

Trois échantillons ont été testés pour chaque biocomposite de dimensions $10 \times 10 \text{ mm}^2$ séchés dans une étuve à 60°C pendant 48h. Pour le liquide, l'éthanol présentait le choix idéal vu sa faible masse volumique par rapport à celle des biocomposites. Ainsi, la balance Sartorius (1/1000), possédant un dispositif de mesure en suspension, a été utilisée durant ces mesures. Notons que la masse volumique de l'éthanol a été fournie par le fournisseur.

3. Essais mécaniques

a. Essais de traction

La détermination des propriétés des biocomposites en traction a été faite en deux temps à l'aide des deux machines universelles Instron 3366 et 5566 équipées respectivement avec une cellule d'effort de 500kN et 1kN.

Sous les conditions ambiantes du laboratoire, cinq éprouvettes de type 1B ont été prélevées de chaque plaque de biocomposite par un emporte-pièce suivant la norme ISO 527-4 [84] (figure II.8.a).



Figure II.8. Emporte-pièce : a) Pour les éprouvettes de type 1B. b) pour les éprouvettes de flexion.

Pour la première partie du test, la cellule d'effort de 500N a été employée afin de déterminer le module de Young. Les éprouvettes ont été sollicitées à des petites déformations (moins de 0.4%). Un extensomètre INSTRON d'une longueur de jauge de 50 mm a été utilisé pour éviter tout glissement éventuel des éprouvettes entre les mors (figure II.9). Durant cette étape, une vitesse de déformation de 0.5 mm/min a été fixée comme recommandé par la

norme ISO 527-4 [84]. Concernant la deuxième, ces mêmes éprouvettes ont été sollicitées jusqu'à leur rupture en utilisant une cellule d'effort de 1 kN avec une vitesse de chargement de 5 mm/min.



Figure II. 9. Montage de détermination du module de Young

b. Essais de flexion

Dans l'optique de déterminer la résistance et le module de flexion des biocomposites élaborés, des essais de flexion de trois points ont été faits. Cela en utilisant la machine universelle Instron (modèle 3366) avec une cellule de charge de 500N (le montage est montré par la figure II.10). Les essais ont été réalisés sous conditions ambiantes avec une vitesse de chargement de 2 mm/min et une portée de 64 mm suivant la norme ISO 14125 [85]. Pour chaque biocomposite étudié, cinq éprouvettes de dimensions $80 \times 10 \text{ mm}^2$ ont été prélevées par un emporte-pièce dédié (figure II.8.b).



Figure II.10. Montage de l'essai de flexion.

La contrainte en flexion et le module d'élasticité ont été calculés, respectivement, en utilisant les équations suivantes :

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2} \quad \text{Eq. II. 3}$$

$$E_f = \frac{L^3}{4bh^3} \left(\frac{\Delta F}{\Delta s} \right) \quad \text{Eq. II. 4}$$

Où σ_f représente la contrainte en flexion (MPa), E_f le module de flexion (MPa), F la force (N), L la portée (mm), h l'épaisseur (mm), b la largeur (mm), Δs la variation de flèche entre (s'') et (s') qui correspondent, respectivement, à des déformations en flexion de 0,0025 et 0,0005 et ΔF la variation de force entre F'' pour la flèche s'' et F' pour la flèche s' . Les résultats ont encore une fois été évalués par le test de Dixon de la valeur aberrante [83].

4. Recyclage des biocomposites PP-Diss :

Tableau II. 1. Liste des biocomposites vieillis

Biocomposite	PP (%)	Diss (%)	Traitement appliqué aux fibres
UPP-10%	90	10	Aucun
APP-10%	90	10	Acide acétique
SPP-10%	90	10	Silane
TPP-10%	90	10	Thermique
NPP-10%	90	10	Alcalin
NPP-20%	80	20	Alcalin
NPP-30%	70	30	Alcalin
NPP-40%	60	40	Alcalin

Dans le but d'étudier la durabilité des biocomposites PP-Diss, pour donner suite aux travaux de M. Nouri [5], des échantillons à différentes proportions en fibres de Diss (tableau II.1) ayant reçues plusieurs traitements chimiques et thermiques ont fait objet d'un vieillissement hydro/hygrothermique accéléré. Cinq cycles absorption/désorption ont été faits suivant le protocole optimisé par M. Nouri [5]. Il consiste à immerger les échantillons dans un récipient rempli d'eau à 90°C pendant 4 jours à l'intérieur d'une étuve (figure II.6.b) dans un premier temps. Puis, ils seront remis secs dans l'étuve à la même température pendant 2 jours.



Figure II. 11. Matériel utilisé pour l'élaboration des biocomposites : a) Broyeur mécanique b) Etuve.

Une fois le vieillissement terminé, les échantillons sont broyés à l'aide d'un broyeur mécanique (figure II.11.a) puis seront élaborés par injection suivant la méthode expliquée dans la section III.A.3 après 4h d'étuvage dans l'étuve de la figure II.11.b.

Chapitre III :

Résultats et discussions

Ce chapitre s'intéressera à trois axes principaux :

- La présentation d'une nouvelle méthode d'extraction des fibres de Diss ainsi que des résultats de leur caractérisation.
- La mise en œuvre et la caractérisation des biocomposites à renfort de Diss en passant par l'optimisation de processus d'extrusion.
- Le recyclage et caractérisation de biocomposites PP-Diss vieilliss.

A. Extraction et caractérisation des fibres de Diss

1. Extraction des fibres de Diss

Pour extraire les fibres de Diss, nous proposons une méthode chimico-mécanique basée sur les travaux de M. Nouri [5] que la figure III.1 résume. Cette méthode consiste à faire une humidification des feuilles suivie d'un découpage et d'un broyage. Par la suite, une extraction chimique à base de NaOH a lieu. Enfin, les fibres lavées seront mises au séchage suivi d'un cardage ce qui donne la forme finale des fibres de Diss.

Voici plus de détail sur chaque étape :

- L'humidification des feuilles : cette première étape s'est faite à l'eau pendant 2 jours est le meilleur choix pour commencer l'extraction. Il s'est avéré qu'elle donne une certaine plasticité et souplesse grâce à l'interaction de l' H_2O avec les constituants de la feuille facilitant donc plus sa manipulation [5].
- Après cela, un découpage aux ciseaux était nécessaire pour pouvoir mettre les feuilles au broyeur (hachoir).
- Le broyage présente une étape importante dans la partie mécanique de l'extraction des fibres parce qu'elle permet de découper davantage les feuilles ainsi augmenter la surface sur laquelle le rouissage chimique s'exercera. Notons qu'une comparaison entre le broyage à sec et à l'eau a été faite avec des feuilles humidifiées et non humidifiées (figure III.2). Comme le montre la figure III.2, les feuilles sèches broyées sans eau obtenues sont les plus épaisses contrairement aux feuilles sèches broyées avec eau et aux feuilles humidifiées broyées sans eau qui donnent un résultat plus ou moins similaire et plus fin. Cependant, les feuilles humidifiées broyées avec eau ont donné un résultat encore plus fin en un temps réduit. Le résultat en présence de l'eau montre l'effet que possède cette dernière sur les feuilles. Aussi, sa présence favorise le mouvement continu et le contact entre les feuilles et les lames du hachoir à plusieurs reprises grâce à l'écoulement de l'eau. Contrairement au cas sec où les feuilles sont dispersées au premier contact avec les lames et se collent sur les bords du récipient du hachoir minimisant l'effet de la lame.
- Une fois le broyage à l'eau est fini, vient l'étape de l'extraction chimique par traitement alcalin où les fibres sont immergées dans une solution aqueuse contenant 5% de NaOH, fourni par PanReac AppliChem, pendant 5h. Ce traitement est appliqué afin de dégrader le ciment naturel sans pour autant abîmer la cellulose [5].

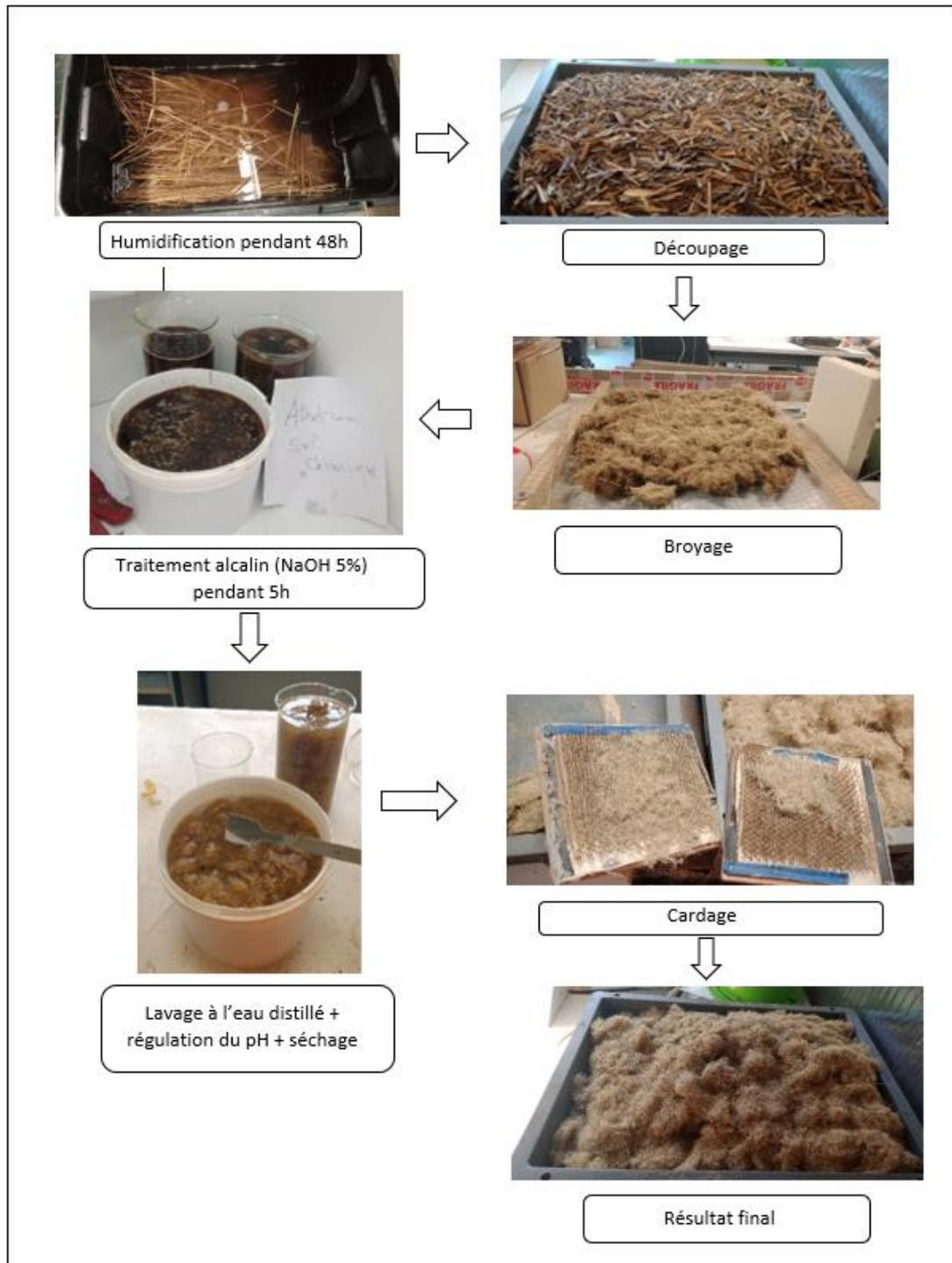


Figure III. 1. Schéma explicatif de la méthode d'extraction suivie

- Ensuite, elles vont être nettoyées en les immergeant d'abord dans de l'eau distillée pendant 24 h. Puis, une immersion dans une solution d'eau distillée contenant 2% d'acide acétique afin de réguler le pH à 7. Ce dernier sera mesuré par un papier pH. Par la suite, les fibres traitées vont être lavées plusieurs fois avec de l'eau distillée et séchées dans une étuve pendant 24h à 60°C.
- Enfin, l'extraction se conclut par le cardage qui permet de séparer les fibres et les assouplir.



Figure III. 2. Résultats du broyage des feuilles de Diss après séchage : a) Feuilles non humidifiées broyées avec de l'eau, b) Feuilles non humidifiées broyées sans eau, c) Feuilles humidifiées broyées sans eau, d) Feuilles humidifiées broyées avec eau.

D'un autre côté, afin de pouvoir prévoir la masse de fibres qui sera extraite d'une quantité de feuilles de Diss, une expérience a été faite en reproduisant cette méthode d'extraction trois fois sur de petites quantités de feuilles de Diss pesées avant et après extraction. Les résultats sont rassemblés dans le tableau III.1. Il a été avéré qu'environ 50% des feuilles traitées donneront des fibres de Diss proprement dites. La perte en masse pourrait être liée à la dissolution des impuretés collées aux feuilles dans l'eau durant l'humidification ou à la dégradation partielle de l'hémicellulose, de la pectine et de lignine présentes sur la surface des fibres après le traitement alcalin [28].

Tableau III. 1. Résultat des masses mesurées avant et après l'extraction des fibres de Diss

Numéro	Masse des feuilles avant l'extraction (g)	Masse des fibres après l'extraction (g)	Pourcentage de masse restante (%)
1	13,9	6,18	44,46
2	12,81	6,56	51,21
3	14,64	7,94	54,23
Moyenne	-	-	49,97 ± 4

2. Caractérisation des fibres de Diss

a. Observations microscopiques

Des observations à l'aide du microscope optique ont été faites dans un premier temps dans le but de déterminer le diamètre moyen des fibres de Diss en faisant une trentaine d'observations. Un diamètre moyen de $67 \pm 25 \mu\text{m}$ a été trouvé. Ce résultat est inférieur à la valeur trouvée par la méthode d'extraction utilisée par Nouri et al. [28] qui est $89 \pm 22 \mu\text{m}$ mais est plus importante en revanche à celle des fibres traitées avec NaOH ($53 \mu\text{m}$)[28]. Aussi, elle est très clairement inférieure à celle trouvée par Touati et al. [3] par broyage des feuilles et par Sarasini et al. [37] qui était partie sur un traitement enzymatique (respectivement $570 \mu\text{m}$ et $279,28 \pm 108,80 \mu\text{m}$). Cette diminution pourrait être due à la phase d'extraction chimique qui a causé la dégradation de certains constituants (cités précédemment) liants les fibres induisant la séparation de leurs faisceaux [5].

D'un autre côté, on a pu distinguer après l'extraction, à l'œil nu, l'existence de deux types de fibres. Et afin de mieux comprendre la différence entre elles, des observations microscopiques ont été faites comme celles montrées dans la figure III.3. Des fibres dites « épaisses » et des fibres « fines » sont discernables. On peut constater que ces deux types diffèrent de morphologie et de constitution. En effet, les fibres fines sont majoritairement, voire complètement, composées de fibres élémentaires comme le montre la figure III.3.a. Plus encore, au touché, les fibres épaisses paraissent rigides et dures par rapport aux fibres fines qui sont, quant à elles, très souple, sensibles et douces. Ce constat justifie la présence d'autres cellules notamment l'épiderme extérieur et le Parenchyme chlorophyllien que l'observation microscopique de la figure III.3.b confirme. Aussi, les travaux de Nouri [5] confirment que le manque de souplesse a été constaté lorsque l'épiderme extérieur a été isolé. Précisons aussi que très peu de fibres épaisses ont été obtenues par l'extraction et que la plus grande partie était plutôt de type « fine ».

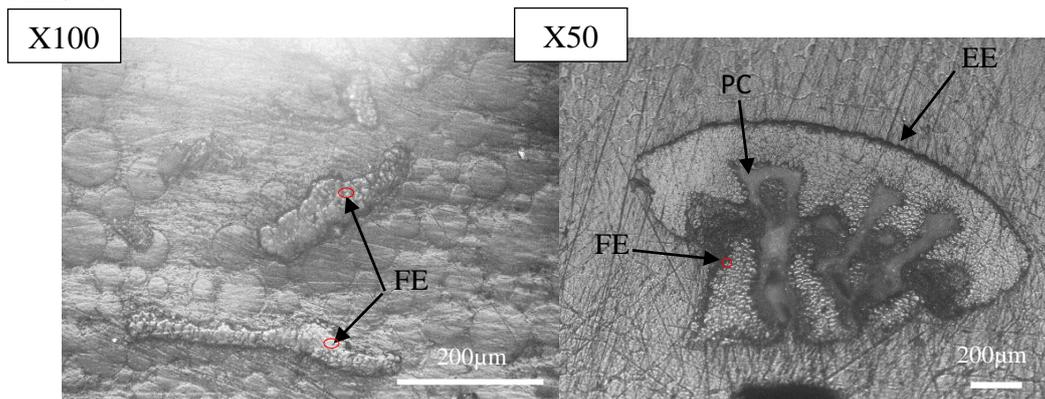


Figure III. 3. Observation microscopique après rupture des fibres de Diss : a) FFD, b) FED. EE : Epiderme extérieur. FE : Fibre élémentaire. PC : Parenchyme chlorophyllien.

b. Détermination de la masse volumique

Concernant la masse volumique des fibres de Diss, le tableau III.2 rassemble les résultats trouvés.

Tableau III. 2. Résultats de mesure de la masse volumique des fibres de Diss

Echantillon	Masse volumique (g/cm ³)
1	1,18
2	1,23
3	1,13
Moyenne	1,18
Ecart-type	0,05

La masse volumique des fibres de Diss mesurée est $1,18 \pm 0,05$ g/cm³. Comparée à la masse volumique trouvée par Bourahli et Osmani [34] (0,89 g/cm³) et trouvée par Nouri et al. [28] ($0,93 \pm 0,01$ g/cm³), elle semble supérieure ce qui est tout à fait naturel vu la nature alcaline du traitement appliqué. En fait, le traitement alcalin comme cité précédemment dissout les composants non-cellulosiques notamment la lignine, l'hémicellulose et la pectine qui possèdent une masse volumique (respectivement 1,397 g/cm³ [86], 1,52 g/cm³ [86] et 0,75 g/cm³ [87]) inférieures à celle de la cellulose (1,559 g/cm³ [86]). L'augmentation de la proportion de la cellulose par rapport aux autres constituants pourrait donc expliquer cette augmentation. Aussi, elle pourrait être due à la diminution du volume des fibres grâce au traitement alcalin qui contribue à l'élimination graduellement de la porosité au sein de la fibre [88]. Et vu que $\rho = \frac{m}{v}$ alors cette baisse se traduira par l'augmentation de la masse volumique. En revanche, cette valeur reste relativement basse par rapport aux masses volumiques d'autres fibres notamment celle du lin (1,53 – 1,54 g/cm³), du chanvre (1,4 – 1,6 g/cm³), du sisal (1,45 g/cm³) et de la jute (1,38 – 1,40 g/cm³) [17].

c. Caractérisation mécanique

Après les essais de traction, le module ainsi que la résistance à la traction ont été déterminés pour les deux types de fibres de Diss observées précédemment dans le but d'étudier leur comportement mécanique. Et pour des raisons de simplification, les fibres épaisses seront appelées « FED » (figure III.4.a) et les fibres fines « FFD » (figure III.4.b). Les résultats sont récapitulés dans le tableau III.3.

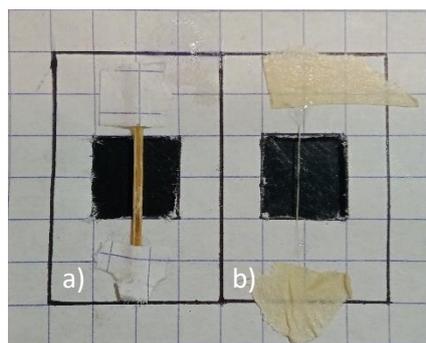


Figure III. 4. Fibres étudiées : a) FED, b) FFD

La figure III.5 rassemble les résultats trouvés avec ceux d'autres études faites sur les fibres de Diss afin de pouvoir mieux les situer.

Tableau III. 3. Résultats de traction des fibres de Diss.

Fibres	Module de Young (GPa)	Résistance à la traction (MPa)
FFD	14,238 ± 2,49	217,78 ± 65,82
FED	5,621 ± 2,32	164,09 ± 64,22

Tout d'abord, on constate que le module de Young ainsi que la résistance à la traction des FFD (respectivement $14,24 \pm 2,49$ GPa et $217,78 \pm 65,82$ MPa) sont nettement supérieurs à ceux des FED (respectivement $5,62 \pm 2,32$ GPa et $164,09 \pm 64,22$ MPa). Ceci montre que la présence de l'épiderme extérieur et du Parenchyme chlorophyllien, que la figure III.3.b illustre, fragilise ces fibres et affecte son comportement mécanique. Aussi, comme constaté sur figure III.3, les FFD sont constituées que de fibres élémentaires contrairement aux FED confirmant le fait que c'est la cellulose, contenue par ces fibres, qui provoque la hausse des performances mécaniques des fibres. Ensuite, comparée aux feuilles de Diss dans la figure III.5, dont les valeurs proviennent de M. Nouri [5], les FED semblent avoir les deux propriétés du même ordre qu'elles. En outre, les valeurs trouvées pour les FFD sont notablement élevées par rapport à celles trouvées par Bourahli et Osmani [34] et Sarasini et al. [37]. Cette différence montre clairement que la méthode d'extraction dicte le comportement mécanique des fibres de Diss.

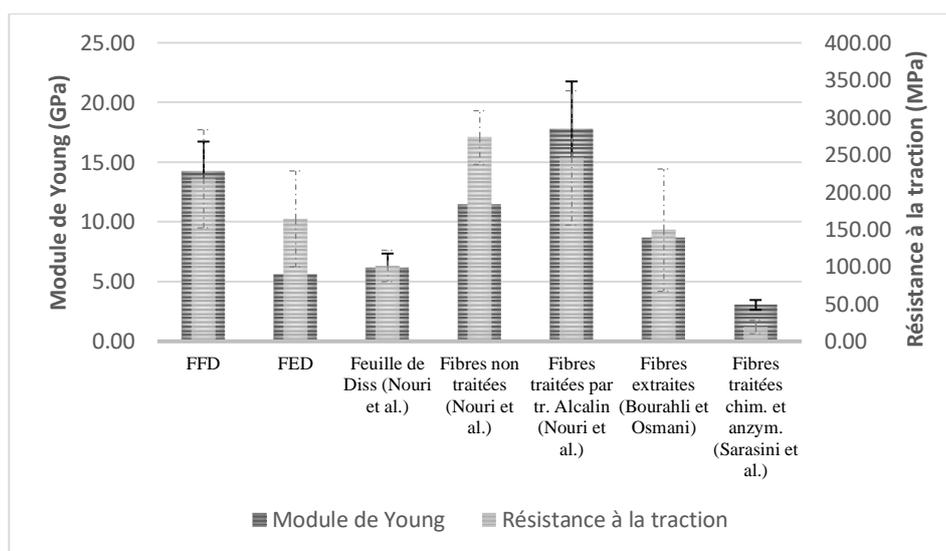


Figure III. 5. Résistance de traction et module de Young de plusieurs variétés de fibres de Diss.

Enfin, les FFD ont un module de Young 25% supérieur à celui des fibres extraites non traitées de Nouri et al. [28] qui est de $11,46 \pm 2,25$ GPa. Ce résultat a été obtenu avec une méthode d'extraction assez similaire à la nôtre mais qui diffère uniquement dans l'application du traitement alcalin et du broyage dans notre cas. Ceci prouve que ce traitement améliore la rigidité des fibres. Chose que d'autres résultats de Nouri et al. [28] confirment en obtenant un module de Young 44% supérieur à celui des fibres non traitées avec le même traitement alcalin. Une résistance plus basse que celle des fibres non traitées a aussi été enregistrée après ce traitement dans leur cas, comme dans le nôtre, respectivement avec 10% et 20% de moins. Cela dit, ces différences peuvent avoir été causées par les différences dans les méthodes d'extraction suivies. D'un autre côté, Les valeurs du module de Young et de la résistance à la traction des FFD sont du

même ordre de grandeur que celles des fibres de sisal [23], de roselle [23], des noix de coco [23] et des bagasse [10]. Pour conclure, grâce aux propriétés obtenues, nous pouvons dire que la méthode d'extraction utilisée a prouvé son efficacité.

B. Optimisation de la méthode de mise en œuvre

1. Etape pré-extrusion :

Avant d'entamer l'extrusion, nous avons remarqué un problème de blocage de fibres à l'intérieur du doseur volumétrique (figure III.6) à cause des fibres qui s'accrochent entre elles. En effet, dans cet état, l'alimentation des fibres ne pourrait pas se faire. Ceci pourrait être lié à deux facteurs. Le premier est lié aux fibres qui sont peut-être plus longues et souples que ce qu'on peut faire passer dans le doseur. Le second est le fait qu'il se peut que leur faible masse volumique soit le problème car leur poids constitue une force négligeable qui ne les aide pas à passer dans le doseur. Pour y remédier, des essais de découpage à l'aide de ciseaux et de hachoir puis de broyage des fibres pour obtenir des longueurs plus courtes ont été faits mais en vain car les fibres étaient très malléables. En plus, ces méthodes prenaient beaucoup de temps pour des résultats pas très satisfaisants vu que le problème du blocage ne se réglait pas. Ensuite, un traitement thermique à 140°C de 14h a été essayé. Après ce traitement, le découpage était plus facile, les fibres ne collaient plus les unes aux autres et passaient parfaitement à travers le doseur. Notons que ce traitement thermique a déjà été testé et ne dégrade en aucun cas l'état global de la surface et les propriétés des fibres [28]. Pour ce qui est de la durée et de la température il a été prouvé dans les travaux de thèse de Nouri [5] que l'application de ce traitement avec les paramètres précédents confère des résultats intéressants par rapport la diminution du caractère hydrophile des fibres sans influencer les propriétés mécaniques.



Figure III. 6. Blocage des fibres à l'intérieur du doseur volumétrique.

Une fois ce point réglé, les éléments entrants dans l'élaboration des biocomposites, à savoir les granulés de PP, les fibres de Diss et les granulés de MAPP, ont été mélangés manuellement dans un récipient dans les bonnes proportions (figure III.7.a). Les biocomposites élaborés ainsi que les proportions de leurs constituants sont résumés dans le tableau III.4.

Tableau III. 4. Liste des biocomposites élaborés.

Appellation des biocomposites	%PP	%Diss	%MAPP
PP4M	96	0	4
PP10Diss	90	10	0
PP10Diss4M	86	10	4
PP20Diss4M	76	20	4
PP30Diss4M	66	30	4
PP40Diss4M	56	40	4

2. L'extrusion

Le mélange préparé est maintenant versé dans le doseur volumétrique (figure III.7.b) qui alimente l'extrudeuse. Puis, à l'issue de l'extrusion, les extrudés qui sortent de la filière (figure III.7.c) sont découpés à l'aide d'un grattoir, refroidis à l'eau et récupérés (figure III.7.d).



Figure III. 7. Etapes d'évolution du biocomposite.

Les paramètres d'extrusion suivants ont été fixés en se basant sur la littérature, le tableau I.5 et sur plusieurs essais expérimentaux :

- Le profil de température (de la zone 1 jusqu'à la zone 5) : 190 – 200 – 200 – 210 – 210.
- La vitesse de rotation des vis : 120 tr/min
- La vitesse du doseur volumétrique : 8.0 tr/min

3. L'injection

Les extrudés seront broyés dans un broyeur mécanique (figure II.11.a) afin d'obtenir des granulés de petite taille (figure III.7.e) plus facilement injectables dans la presse à injection. Ces derniers seront préchauffés dans une étuve (figure III.6.b) pendant quelques heures (4h au minimum) à 60°C pour éliminer l'humidité. Le tableau III.5 contient l'ensemble des paramètres utilisés lors de l'opération d'injection. Une fois l'injection terminée, des plaques de 7×15 cm et de 4 mm d'épaisseur seront obtenues (figure III.7.f) et feront objet de plusieurs études pour la détermination des différentes propriétés de ces biocomposites.

Tableau III. 5. Paramètres utilisés pour l'étape d'injection des granulés PP/Diss/MAPP.

Paramètre	Valeur
Course de la vis (mm)	80
Pression de commutation (BAR)	757
Temps d'injection (s)	1,52
Temps de dosage (s)	22,27
Temps de refroidissement (s)	30
Température du moule (°C)	200
Température du thermorégulateur à eau (°C)	25

C. Caractérisation des biocomposites PP-Diss-MAPP

1. Détermination de la masse volumique

Pour le calcul de la masse volumique, des essais ont été faits sur des échantillons de deux différentes dimensions (1×1cm² et 2×2cm² de 4mm d'épaisseur pour les deux) afin de comparer les deux résultats et savoir si l'effet d'échelle intervient dans ce genre de manipulation. Le tableau III.6 résume l'ensemble des résultats trouvés.

Tableau III. 6. Résultat de la détermination de la masse volumique.

Echantillon	Dimensions (cm ²)	Masse volumique (g/cm ³)	Masse volumique moyenne (g/cm ³)
PP	1×1	0,91	0,91
	2×2	0,91	
PP4MAPP	1×1	0,91	0,91
	2×2	0,91	
PP10Diss	1×1	0,93	0,93
	2×2	0,94	
PP10Diss4M	1×1	0,94	0,94
	2×2	0,94	
PP20Diss4M	1×1	0,95	0,95
	2×2	0,95	
PP30DISS4M	1×1	0,98	0,98
	2×2	0,98	
PP40DISS4M	1×1	0,99	1,00
	2×2	1,01	

Les résultats obtenus montrent que les valeurs obtenues pour les deux types d'échantillons convergent vers la même valeur. Cette constatation prouve que l'effet d'échelle peut être négligé. Ensuite, une augmentation de la masse volumique avec la

charge en fibres est à remarquer. Cela est un constat tout à fait normal vu que les fibres possèdent une masse volumique plus élevée à celle de la matrice PP.

Ils sont par la suite comparés sur la figure III.8 avec la masse volumique théorique ρ_c des mêmes composites déterminée grâce à celles des fibres ($\rho_{\text{fibres}} = 1,18 \text{ g/cm}^3$) et du composite PP4M ($\rho_{\text{PP4M}} = 0,91 \text{ g/cm}^3$) par l'intermédiaire de la loi de mélange qui suit :

$$\rho_c = \frac{T_{\text{fibres}} + T_{\text{PP4M}}}{\left(\frac{T_{\text{fibres}}}{\rho_{\text{fibres}}}\right) + \left(\frac{T_{\text{PP4M}}}{\rho_{\text{PP4M}}}\right)} \quad \text{Eq. III. 1}$$

Une troisième courbe a aussi été ajoutée à la figure III.8. Elle présente le cas idéal dans lequel le coefficient de corrélation entre la loi de mélange et les résultats expérimentaux converge vers la valeur de 1. Dans ce cas là, la masse volumique des fibres théorique prend la valeur de $1,19 \text{ g/cm}^3$ au lieu de $1,18 \text{ g/cm}^3$.

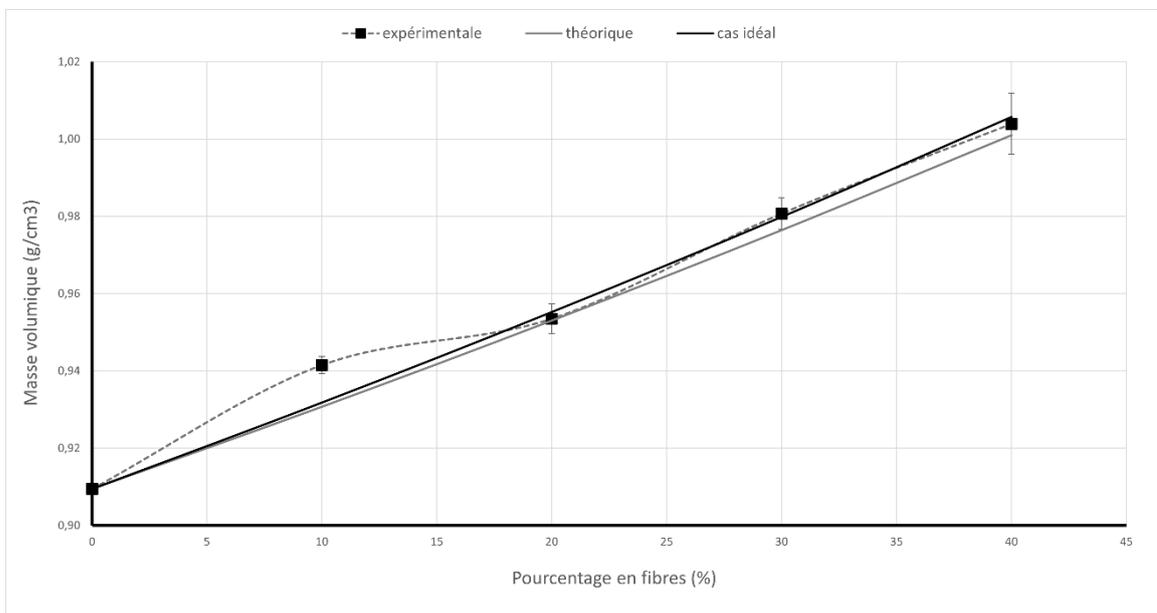


Figure III. 8. Masses volumiques des biocomposites PP-DISS-M.

L'effet de l'évolution de la masse volumique en fonction de variation de la charge a été mis en évidence sur cette figure. Elle montre une augmentation qui semble linéaire à partir de 20% avec l'augmentation de la teneur en fibres. Ceci est tout à fait normal et prévisible vu que ρ_{fibres} est supérieur à ρ_{PP4M} . Plus encore, la comparaison avec la courbe des valeurs théoriques montre l'existence d'une concordance entre elles démontrant que le comportement expérimental suit le modèle théorique prédit. La variation entre les deux courbes n'est pas importante sur l'ensemble des résultats sauf dans le cas de 10% où cela pourrait être causée par l'inexactitude des proportions des biocomposites élaborés. En éliminant ces incertitudes, l'évolution de masse volumique en fonction de la charge sera tout à fait prédictible à l'aide de la loi de mélange utilisée.

Concernant la détermination de la porosité, une superposition à plusieurs reprises des deux courbes (idéale et expérimentale) saute à l'œil entre 20% et 40% de fibres ce qui veut dire que les résultats expérimentaux convergent vers le cas idéal induisant que le taux de porosité est faible dans cet intervalle. Cependant, la prédiction de la porosité

théorique est difficile avec les données actuelles car elle nécessite des essais spécifiques qui ne sont pas l'objet de cette étude.

2. Caractérisation mécanique

Afin d'étudier le comportement mécanique des biocomposites élaborés, cette section étudie les résultats obtenus par traction et flexion.

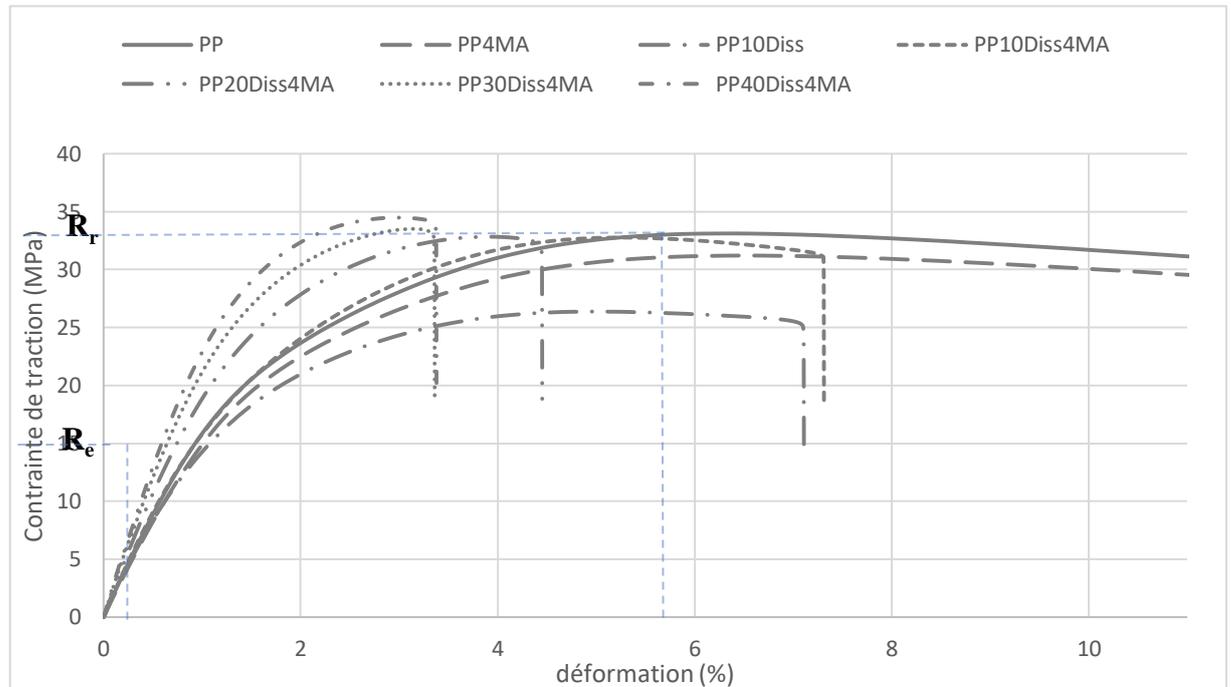


Figure III. 9. Courbes de traction des biocomposites PP-Diss.

Les courbes rassemblées dans la figure III.9 représentent le comportement global que possèdent les biocomposites élaborés en traction. Avant d'entamer leur analyse, il faut savoir que la courbe de traction du PP (qui est sur la même figure) est caractérisée par trois zones distinctes :

- Zone I : une zone linéaire où la déformation est purement élastique. Sa pente permet la détermination du module de Young (E) et sa valeur maximale est connue sous le nom de la limite d'élasticité R_e .
- Zone II : l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation dans cette zone est non-linéaire et s'étend jusqu'à l'apparition d'une asymptote horizontale. Cette dernière représente la contrainte maximale en traction appelée la résistance à la rupture (R_r). Ce point est également caractéristique de l'apparition d'une striction appelée également le seuil d'écoulement haut (S_h).
- Zone III : dans cette zone, la section continue de rétrécir et la contrainte appliquée est en baisse en fonction de l'augmentation de la déformation, jusqu'à ce qu'on atteigne une valeur de contrainte constante. Ce point est appelé : seuil d'écoulement bas (S_b) et il n'est pas apparent sur la figure III.4 vu la lenteur des essais et la forte élasticité du PP.

Comparée à la courbe du mélange PP4MA, les deux semblent avoir le même comportement. Chose qui est naturelle vu que 96% du mélange est fait de PP forçant ainsi le mélange à suivre le comportement de ce dernier mais avec une résistance à la rupture R_r moins importante pour le PP4MA. Concernant tous les biocomposites contenant des fibres de Diss, ils ont présenté la même allure à savoir un comportement ductile sans seuil d'écoulement où la rupture s'est produite dans la seconde zone. Cette rupture se produit après apparition de lignes blanches à différents niveaux sur l'éprouvette. Ces dernières signifient la création de microfissurations à cause des sollicitations mécaniques croissantes et lorsqu'elles atteignent une certaine concentration, la rupture se produit.

À comparer les allures, la différence entre elles réside principalement dans l'allongement à la rupture présenté avant de rompre, l'importance de la pente dans la zone élastique ainsi que dans la résistance à la rupture. La pente, ou le module de Young, devient de moins en moins importante avec la baisse en teneur de fibres.

Ainsi, le plus grand allongement à la rupture a été enregistré dans le cas des composites à 10% avec et sans MAPP. La ductilité diminue donc avec l'augmentation du taux de fibres. Et concernant la meilleure résistance à la rupture et la pente la plus importante, elles appartiennent au composite à 40% suivi de celui de 30% qui n'est pas si éloigné. Une comparaison plus quantitative sera faite un peu plus loin.

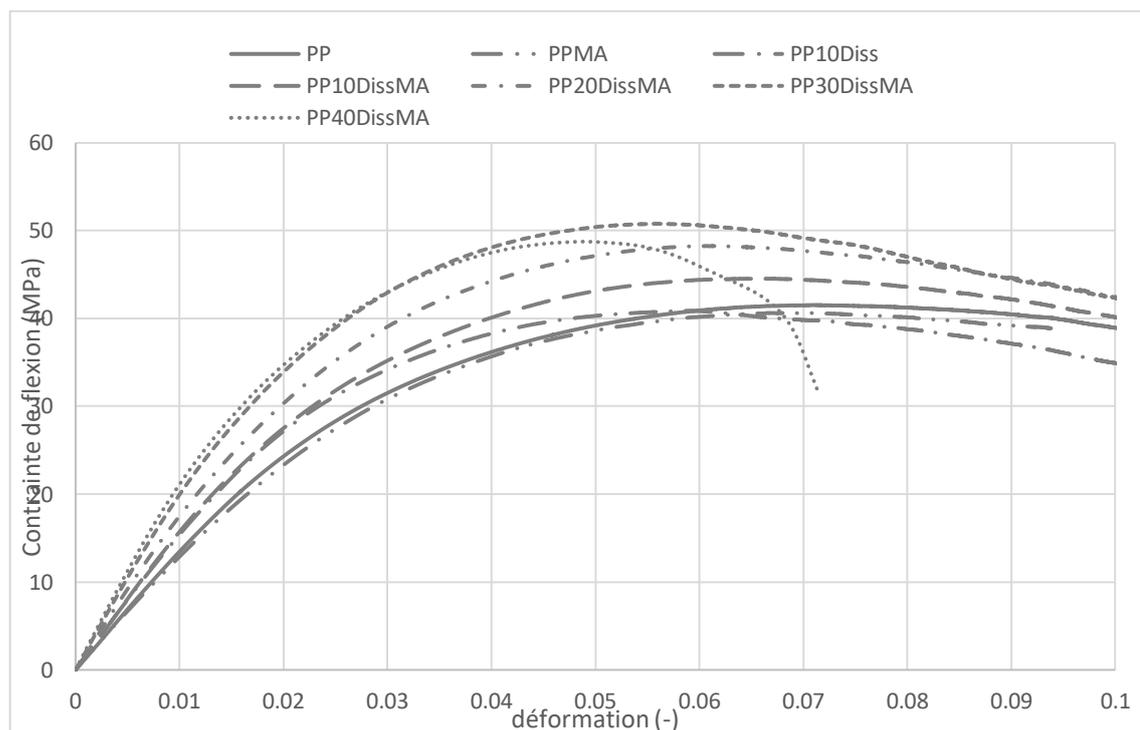


Figure III. 10. Courbes de flexion des biocomposites PP-Diss.

Les courbes rassemblées dans la figure III.10 présentent la contrainte de flexion en fonction de la déformation pour les différents biocomposites. De manière globale, toutes les courbes possèdent la même allure et ressemblent à celles enregistrées en traction. Cela en possédant une partie linéaire (la zone de déformation élastique) qui signifie que la contrainte évolue de manière proportionnelle à la déformation induite. Elle est suivie d'une partie non-linéaire (zone de déformation plastique) qui continue de

croître jusqu'à atteindre une valeur limite à partir de laquelle les lignes blanches commencent à apparaître et la contrainte à baisser de manière lente et continue.

En comparant la première partie des courbes, la pente augmente proportionnellement à la charge en fibres, et la présence du MAPP seul avec le PP a donné une pente assez similaire de ce dernier pur. Pour la résistance à la rupture elle est de moins en moins importante en diminuant la charge aussi comme dans le cas de traction.

En revanche, contrairement au cas de la traction, la rupture n'a pas été captée car la vitesse de l'essai était plus lente que celle de la traction pour tous les composites, qui ont donc présenté un comportement ductile, sauf dans un cas. Celui du PP40DissMA où une chute, devancée par des lignes blanches sur l'éprouvette, a commencé à apparaître à partir de 0,05% de déformation montrant que plus la présence des fibres est importante moins l'allongement le sera. Les autres éprouvettes contenant les fibres de Diss vont forcément rompre mais prendront plus de temps. D'ailleurs, c'est ce que confirment les résultats trouvés par Ginorés et al. [89] en flexion pour des biocomposites PP-Abaca où la rupture se produisait d'abord pour les biocomposites à grande charge en fibre puis suivent les autres selon leur teneur en fibres de manière décroissante. La déformation à la rupture dans leur cas a presque été divisée par deux entre le cas contenant 20% d'abaca et 40% de 5,5% à 3,1%.

Pour la déformation à la rupture de PP et PP4MA, elle n'a été captée et ne fait donc pas partie des paramètres étudiés en raison de la déformation importante que subissent les échantillons et de la vitesse qui est lente. Les résultats seront rediscutés un peu plus bas en essayant de mettre en évidence l'effet de l'agent de couplage et du taux de fibres sur le comportement mécanique des biocomposites.

a. Effet de l'agent de couplage MAPP

L'effet du polypropylène greffé à l'anhydride maléique MAPP a été étudié en comparant les résultats des tests mécaniques des biocomposites à 10% de fibres avec et sans MAPP (figure III.11).

D'un côté, la comparaison entre les valeurs moyennes des propriétés mécaniques révèle une légère amélioration de 13% et 8% après l'addition de l'anhydride maléique respectivement pour la résistance à la traction ainsi qu'à la résistance à la flexion. Ceci est sûrement dû à la présence du MAPP et son influence sur l'interface PP/Diss. Des améliorations similaires ont été remarquées avec les résultats de Sarasini et al. [4] sur biocomposites à fibres de Diss et que d'autres travaux ont déjà montré sur d'autres matériaux biosourcés tel que Stark [90] et Chen et al. [91]. De l'autre côté, la baisse de 2% et l'amélioration de 3% enregistrées respectivement pour le module de flexion et de traction sont négligeables en tenant compte de l'incertitude des résultats induisant une certaine stabilité entre les deux propriétés même en la présence du MAPP. Cela montre que l'agent de couplage, en améliorant l'adhésion chimique, affecte plutôt les résistances de ces matériaux en flexion et en traction. Pour ce qui est des modules, l'adhésion mécanique que leur confère les épines, présentes naturellement sur les fibres de Diss, est plutôt celle qui contribue le plus [5]. Le choix des 4% de MAPP n'était pas fortuit mais plutôt basé sur les travaux de Beg et Pickering [92] qui ont conclu que

c'était la teneur idéal pour le cas des fibres de kraft. Ces résultats montrent l'efficacité de cet agent sur l'adhésion interfaciale et justifient son utilisation dans l'élaboration des prochains biocomposites à différentes teneurs en fibres.

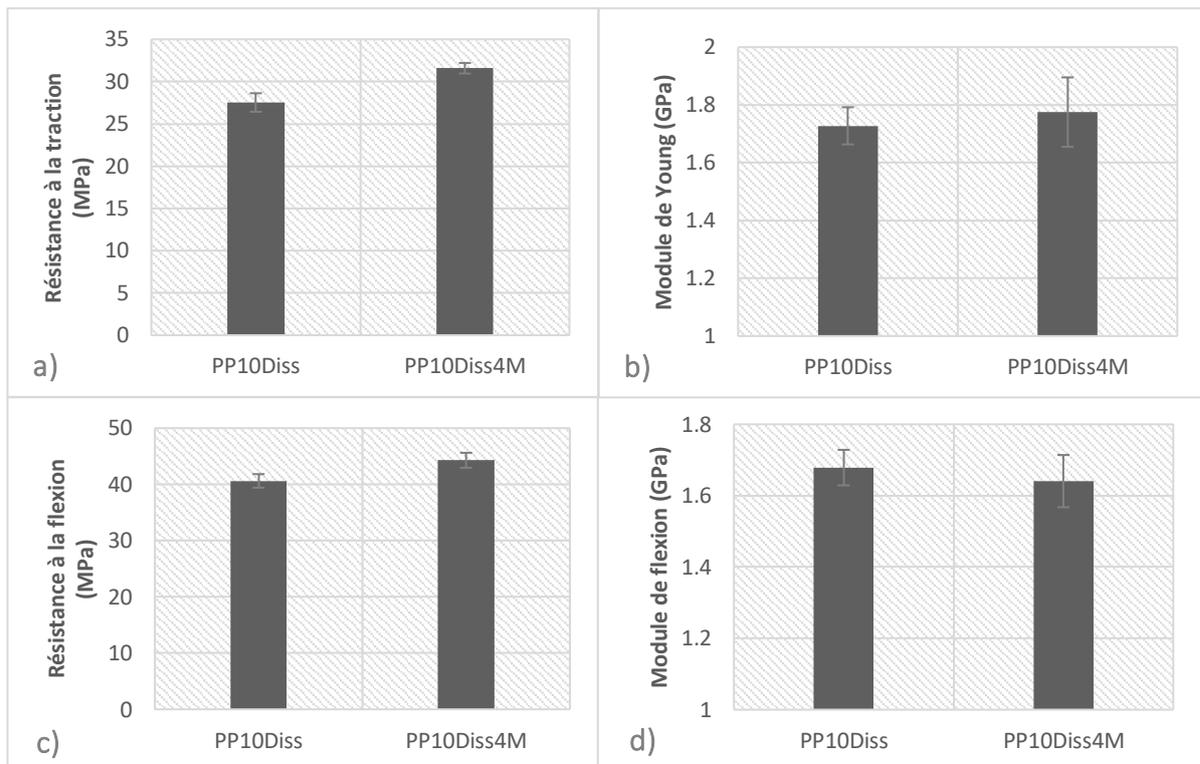


Figure III. 11. Résultats des essais mécaniques des biocomposites PP/10Diss avec et sans agent MAPP : a) Résistance à la traction, b) Module de Young, c) Résistance à la flexion, d) Module de flexion.

b. Effet du taux de chargement en fibres :

En addition à la figure III.9 et la figure III.10, la figure III.12 permet d'étudier davantage le comportement mécanique des biocomposites PP-Diss-M avec la variation de la charge en fibres de 10% jusqu'à 40%.

Pour commencer, après l'addition du MAPP à la matrice PP, une baisse de la résistance à la traction, de la résistance à la flexion ainsi que du module de flexion ont été enregistrées pour le PP4M par rapport à la matrice pure en PP. Comportement semblable à celui qui a été constaté par Sarasini et al. [4] pour la résistance à la traction. En revanche, ils ont aussi noté une baisse pour le module de Young contrairement à ce que montre la figure III.6.a.

Les variations (en %) des propriétés mécaniques des biocomposites par rapport à celle de PP4M sont rassemblées dans le tableau III.7. L'augmentation de la charge en fibres a montré son efficacité sur le module de traction avec une hausse de 15%, 25% et 48% (par rapport à celle du PP4M) respectivement pour les biocomposites à 20%, 30% et 40% en fibres. De même pour Chen et al. [91] qui ont noté des améliorations allant jusqu'à 65% en module de traction pour les fibres de bambou-MAPP en ajoutant des charges plus importantes (jusqu'à 60% en fibres). Cependant une baisse de 10% a été enregistrée dans le cas du PP10Diss4M contrairement à l'augmentation enregistrée par Nouri [5] sur tous les traitements appliqués à 10% en fibres qui était de 30% dans le cas des fibres qui ont reçu un traitement alcalin. Cela pourrait être dû à :

- L'étape de prélèvement des éprouvettes où le découpage s'est fait après un chauffage à 110°C supérieur à celui utilisé pour le reste des éprouvettes. Ce problème n'est pas remarqué dans le cas de flexion car les essais de flexion ont été fait 24h après ceux de traction donnant plus de temps au polypropylène de se recristalliser.

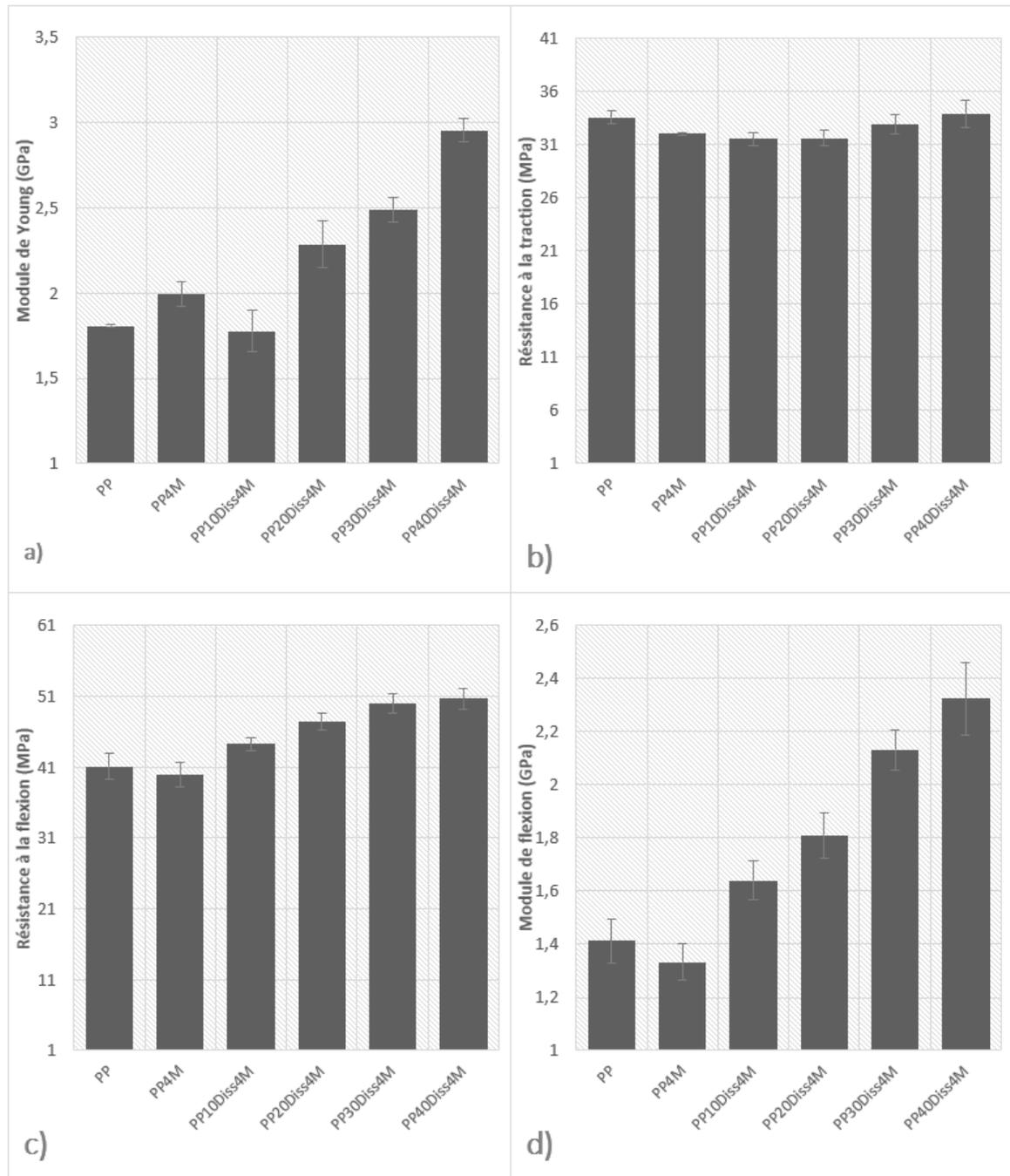


Figure III. 12. Résultats des essais mécaniques des biocomposites PP-DISS-M : a) Module de traction, b) Résistance à la traction, c) Résistance à la flexion, d) Module de flexion.

L'efficacité de l'ajout des fibres de Diss se remarque beaucoup plus sur le module de flexion avec des augmentations encore plus apparentes allant de 23% pour le PP10Diss4M jusqu'à 74% pour le biocomposite à 40% de fibres de Diss. Un effet existant mais relativement moins prononcé est aussi noté pour la résistance à la flexion

avec des améliorations de 11% - 19% - 25% et 26% respectivement pour les biocomposites de 10% à 40% en fibres. D'ailleurs on remarque un certain début de stagnation à partir de 30% sur cette résistance. Ceci montre peut-être que l'influence de la présence des fibres de Diss atteint ses limites aux environs de 30% concernant le comportement en flexion du biocomposite. Des essais mécaniques sur des biocomposites à 50% de fibres sont à faire pour confirmer ou réfuter cette supposition.

Seule la résistance à la traction n'a pas eu de grand changement où les valeurs des quatre propriétés mesurées sont plus ou moins dans le même ordre que ceux du PP4M. Chose que Chen et al. [91] ont enregistré entre 20 et 40% pour la résistance en traction dans le cas des fibres de bambou. Sarasini et al. [4] de son côté ont constaté une augmentation du module ainsi que de la résistance à la traction en passant de 10% à 15% en fibres en présence de l'anhydride maléique respectivement d'environ 15% et 5%. Contrairement à ce qu'il a été noté par Nouri [5] où l'augmentation de la charge induisait une diminution de résistance à la flexion et à la traction.

Des résultats ont été publiés par Arbelaiz et al. [93] sur les fibres de lin entre 20% et 50% de charge en présence de l'anhydride maléique où on constate des améliorations sur toutes les propriétés de traction et de flexion avec l'augmentation de la charge en fibres. Pareil pour Rana et al. [94] dans le cas des fibres de jute entre 30% et 40% en charge. Globalement, les résultats obtenus suggèrent que les fibres de Diss sont bien imprégnées dans la matrice PP en présence du MAPP. En revanche, pour confirmer cette idée, des essais plus poussés avec le microscope électronique à balayage sont recommandés.

Tableau III. 7. Récapitulatif des taux d'évolution des propriétés calculées par rapport à celles du PP4M

Biocomposite	Module de Young (%)	Résistance à la traction (%)	Résistance à la flexion (%)	Module de flexion (%)
PP10Diss4M	-10,9	-1,4	11,0	23,2
PP20Diss4M	14,7	-1,3	18,8	35,9
PP30Diss4M	24,9	2,6	25,2	60,1
PP40Diss4M	48,2	5,8	26,9	74,6

D. Etude de recyclabilité des biocomposites PP-Diss

1. Introduction

Le spectre d'application des polymères renforcés de fibres a augmenté de façon exponentielle au cours des dernières décennies. Cela a conduit à la production d'une énorme quantité de déchets plastiques non dégradables dans le monde entier [95]. Pour faire face à cette crise environnementale mondiale, en plus des réglementations et directives environnementales émises par les gouvernements de différents pays, les spécialistes des matériaux s'orientent vers le développement de matériaux éco-durables. Parmi les solutions qui sont proposées, l'élaboration de biocomposites avec des matrices thermoplastiques qui sont, certes non dégradables, mais totalement recyclables à plusieurs reprises comme le polypropylène. Cette section analysera l'influence du recyclage sur les propriétés mécaniques de biocomposites à matrice PP renforcés par les fibres de Diss avant et après leur vieillissement.

2. Méthode de mise en œuvre

Les granulés vieillis broyés qui ont été étuvés sont mis en injection de manière similaire aux biocomposites élaborés dans la partie III.B.3. Les plaques obtenues sont illustrées sur la figure III.13.



Figure III. 13. Plaques de biocomposites PP-Diss recyclées

3. Caractérisation des biocomposites recyclés

a. Détermination de la masse volumique

Tout comme les biocomposites élaborés dans la partie III.B, la masse volumique de ce matériau a été déterminée. Elle vaut $0,936 \pm 0,007 \text{ g/cm}^3$. Notons aussi que les masses volumiques des échantillons avant le vieillissement oscillaient entre 0,91 et 1,01 g/cm^3 et qu'ils étaient majoritairement traités par traitement alcalin où la masse volumique était supérieure à 0,93 g/cm^3 [5]. Aussi, il est bien de souligner que les composites à fibres végétales subissent des pertes de masse lorsque la température de vieillissement dépasse les 80°C comme dans notre cas [5]. Notons que les valeurs du tableau III.8 dans le cas des 10% représente la moyenne des masses volumiques de tous les biocomposites traités différemment. Pour le reste, ils étaient traités par NaOH.

Tableau III. 8. Masses volumiques des échantillons avant vieillissement. [5]

Biocomposite	PP	PP10Diss	PP20Diss	PP30Diss	PP40Diss
Masse volumique (g/cm^3)	0,91	0,93	0,97	1,01	0,98

b. Caractérisation mécanique

Des essais de traction ainsi que de flexion ont été menés afin de vérifier si le vieillissement avait dégradé les propriétés mécaniques après le recyclage. Le tableau III.9 récapitule les résultats de ces essais ainsi que les intervalles des valeurs

enregistrées pour les mêmes biocomposites, avant le vieillissement, extraites des travaux de M. Nouri [5].

Tableau III. 9. Propriétés mécaniques des biocomposites recyclés.

	Module de Young (GPa)	Résistance à la traction (MPa)	Module de flexion (GPa)	Résistance à la flexion (MPa)
Echantillons recyclés	1,82 ± 0,06	23,18 ± 0,51	1,69 ± 0,08	39,36 ± 0,88
Echantillons avant le recyclage [5]	1,57 – 2,14	18,70 – 27,89	1,28 – 1,57	25 – 37,26
PP pur utilisé [5]	1,39	31,01	1,28	34,13

Il faut savoir que les biocomposites étaient traités par différents traitements chimiques (au silane, au NaOH, à l'acide acétique) et thermiques. Leur élaboration s'est faite par thermocompression alors que la mise en œuvre après le recyclage s'est faite par une combinaison d'extrusion-injection.

Les modules de Young des échantillons avant leur vieillissement étaient compris entre 1,57 et 2,14 GPa [5], comme le tableau III.9 le montre, où la valeur obtenue, qui est de 1,82 ± 0,06 GPa, s'insère plus ou moins au milieu. D'une autre part, la résistance à la traction du biocomposite recyclée est de 23,18 MPa. Valeur qui est aussi du même ordre que celles des échantillons caractérisés avant le vieillissement et le recyclage. Ces dernières étaient comprises entre 18,70 et 27,89 MPa. Concernant les résultats en flexion, les valeurs enregistrées sont relativement supérieures mais du même ordre qu'avant recyclage. Le module de flexion est de 1,69 GPa face à des valeurs entre 1,28 et 1,57 GPa avant le recyclage et la résistance à la flexion était de 39,36 MPa comparée à un intervalle de 25 à 37,26 MPa. Ceci pourrait être lié aux désavantages de méthode de la thermocompression (précédemment expliquée dans la partie I.B.3.e) face à la méthode à laquelle nous avons opté. Pour récapituler, comparées aux valeurs minimales des quatre propriétés avant le vieillissement (respectivement le module en traction, la résistance à la traction, le module en flexion et la résistance à la flexion), une amélioration de 16%, 24%, 32% et 57% (respectivement) a été constatée. Et face aux valeurs maximales, des diminutions de 15% et 17% respectivement pour le module et la résistance à la traction avec une légère augmentation de 8% et 6% respectivement pour le module et la résistance à la flexion.

Par rapport aux propriétés du PP pur utilisé dans leur élaboration, ces biocomposites recyclés ont présentés une amélioration de 31%, 32% et 15% respectivement pour le module de Young, le module de flexion et la résistance à la flexion. Une baisse de 25% est notée pour la résistance à la traction mais ça a été le cas de tous les biocomposites qui le constitue.

Conclusions et perspectives

A travers ce projet, nous avons développé une méthode d'extraction chimico-physique industrialisable complète qui permet d'obtenir des fibres de qualité avec des étapes simples en un temps réduit. Ensuite, une caractérisation mécanique et une détermination de la masse volumique des fibres se sont imposées. Après cela, plusieurs problématiques d'élaboration ont été réglés durant l'optimisation du processus de mise en œuvre pour donner par la suite vie à des plaques de biocomposites à matrice polypropylène à différentes teneurs en fibres et en présence de l'anhydride maléique comme agent de couplage. En parallèle à cela, une étude de recyclabilité des biocomposites à fibres de Diss a été menée en appliquant un vieillissement hydrothermique qui seront après ça élaborés suivant la même méthode que les biocomposites citées précédemment. Toutes ces plaques ont été caractérisés et leurs résultats ont fait l'objet de plusieurs analyses. Voici quelques grandes lignes des conclusions tirées des résultats expérimentaux :

- Les fibres extraites possèdent un diamètre moyen de $67 \pm 25 \mu\text{m}$ et une masse volumique de $1,18 \pm 0,05 \text{ g/cm}^3$.
- Le choix de méthode d'extraction contribue grandement dans le comportement mécanique final des fibres.
- Les fibres obtenues ont des propriétés mécaniques deux fois supérieures à celles des feuilles de Diss.
- Suivre la méthode de l'extrusion couplée à l'injection a été un excellent choix vu la qualité des plaques obtenues.
- La présence d'un agent de couplage améliore les performances mécaniques des biocomposites PP-Diss.
- Les différents essais mécaniques ont montré que l'augmentation du taux de fibres booste les biocomposites sur le plan mécanique. C'était plus apparent sur le module de Young et le module de flexion.
- Le recyclage des biocomposites PP-Diss vieillis révèle des résultats mécaniques dans le même ordre, voire plus importants en flexion, par rapport à leurs propriétés avant le vieillissement (tous confondus).

Malheureusement, faute de temps, plusieurs aspects auraient pu être couverts pour avoir une étude plus complète. Nous proposons alors quelques perspectives qui contribueront à compléter ce travail :

- Une analyse chimique et des observations au MEB des fibres de Diss pour mieux voir l'effet de l'extraction chimico-mécanique.
- Des observations au MEB seraient intéressantes pour observer l'interface fibre-matrice et les faciès de rupture des biocomposites afin de pouvoir donner des conclusions plus avancées et détaillées.
- Une étude thermique des biocomposites PP-Diss dans le but mettre une valeur sur l'isolation thermique qu'il peut apporter.
- Une simulation de la dispersion des fibres à l'intérieur de la matrice de Diss dans le but de prédire le comportement des biocomposites dans certaines situations pratiques.
- Une étude du comportement hydro/hydrothermique des biocomposites.
- Evaluation de l'effet de l'anhydride maléique et le taux de fibres sur le taux d'absorption et la cinétique de diffusion.

Références bibliographiques

- [1] F. Vilaplana, E. Strömberg, et S. Karlsson, « Environmental and resource aspects of sustainable biocomposites », *Polymer Degradation and Stability*, vol. 95, n° 11, p. 2147-2161, nov. 2010, doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2010.07.016.
- [2] N. Sgriccia, M. C. Hawley, et M. Misra, « Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, n° 10, p. 1632-1637, oct. 2008, doi: 10.1016/j.compositesa.2008.07.007.
- [3] Z. Touati, H. Boulahia, N. Belhaneche-Bensemra, et V. Massardier, « Modification of Diss Fibers for Biocomposites Based on Recycled Low-Density Polyethylene and Polypropylene Blends », *Waste Biomass Valor*, vol. 10, n° 8, p. 2365-2378, août 2019, doi: 10.1007/s12649-018-0225-x.
- [4] F. Sarasini, J. Tirillò, et G. Maffei, « Thermal and mechanical behavior of thermoplastic composites reinforced with fibers enzymatically extracted from *Ampelodesmos mauritanicus* », p. 12.
- [5] M. Nouri, « Développement d'éléments en biocomposite à base de fibre végétale pour la réhabilitation énergétique des bâtiments », L'ÉCOLE CENTRALE DE NANTES, 2020.
- [6] M. Merzoud et M. F. Habita, « Elaboration de composite cimentaire à base de diss « *Ampelodesma Mauritanica* » », *Afrique Science: Revue Internationale des Sciences et Technologie*, vol. 4, n° 2, Art. n° 2, 2008, doi: 10.4314/afsci.v4i2.61682.
- [7] A. Achour, F. Ghomari, et N. Belayachi, « Properties of cementitious mortars reinforced with natural fibers », *Journal of Adhesion Science and Technology*, vol. 31, n° 17, p. 1938-1962, sept. 2017, doi: 10.1080/01694243.2017.1290572.
- [8] « Pourquoi les fibres naturelles? | International Year of Natural Fibres 2009 ». <http://www.fao.org/natural-fibres-2009/about/why-natural-fibres/fr/> (consulté le juin 06, 2021).
- [9] K. Begum et Md. A. Islam, « Natural fiber as a substitute to synthetic fiber in polymer composites: A review », *Research Journal of Engineering Sciences*, vol. 2, p. 46-53, janv. 2013.
- [10] A. Komuraiah, N. S. Kumar, et B. D. Prasad, « Chemical Composition of Natural Fibers and its Influence on their Mechanical Properties », *Mech Compos Mater*, vol. 50, n° 3, p. 359-376, juill. 2014, doi: 10.1007/s11029-014-9422-2.
- [11] S. K. Ramamoorthy, M. Skrifvars, et A. Persson, « A Review of Natural Fibers Used in Biocomposites: Plant, Animal and Regenerated Cellulose Fibers », *Polymer Reviews*, vol. 55, n° 1, p. 107-162, janv. 2015, doi: 10.1080/15583724.2014.971124.
- [12] O. Faruk, A. K. Bledzki, H.-P. Fink, et M. Sain, « Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010 », *Progress in Polymer Science*, vol. 37, n° 11, p. 1552-1596, nov. 2012, doi: 10.1016/j.progpolymsci.2012.04.003.
- [13] « Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kéraf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage », p. 217.
- [14] « Le chanvre aux multiples vertus », *Le Journal L'Horizon*, mars 28, 2019. <http://www.journalhorizon.com/le-chanvre-aux-multiples-vertus/> (consulté le juin 01, 2021).
- [15] « 8,982 MEILLEURES Jute Plant IMAGES, PHOTOS ET ILLUSTRATIONS VECTORIELLES STOCK », *Adobe Stock*. <https://stock.adobe.com/fr/search?k=jute+plant> (consulté le juin 01, 2021).
- [16] « Pineapple Plant Ananas Comosus by Lee F. Snyder », *Pixels*. <https://pixels.com/featured/pineapple-plant-ananas-comosus-lee-f-snyder.html> (consulté le juin 01, 2021).
- [17] A. Bourmaud, J. Beaugrand, D. U. Shah, V. Placet, et C. Baley, « Towards the design of high-performance plant fibre composites », *Progress in Materials Science*, vol. 97, p. 347-408, août 2018, doi: 10.1016/j.pmatsci.2018.05.005.
- [18] C. Baley, « Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites », p. 25, 2013.
- [19] R. Hajj, « Procédés de Modification des Fibres naturelles (PROMOF) », p. 217.
- [20] P. Carrión-Prieto, P. Martín-Ramos, S. Hernández-Navarro, L. F. Sánchez-Sastre, J. L. Marcos-Robles, et J. Martín-Gil, « Cristalinidad de microfibras de celulosa obtenidas de *Cistus ladanifer* y *Erica arborea* », *Maderas, Cienc. tecnol.*, n° ahead, p. 0-0, 2019, doi: 10.4067/S0718-221X2019005000402.

- [21] S. R. Djafari Petroudy, « Physical and mechanical properties of natural fibers », p. 59-83, 2017.
- [22] A. Thygesen, B. Madsen, A. B. Bjerre, et H. Lilholt, « Cellulosic Fibers: Effect of Processing on Fiber Bundle Strength », *Journal of Natural Fibers*, vol. 8, n° 3, p. 161-175, juill. 2011, doi: 10.1080/15440478.2011.602236.
- [23] D. Chandramohan et K. Marimuthu, « A REVIEW ON NATURAL FIBERS », p. 13, 2011.
- [24] V. K. Thakur, M. K. Thakur, et R. K. Gupta, « Review: Raw Natural Fiber-Based Polymer Composites », *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, vol. 19, n° 3, p. 256-271, avr. 2014, doi: 10.1080/1023666X.2014.880016.
- [25] S. V. Joshi, L. T. Drzal, A. K. Mohanty, et S. Arora, « Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites? », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 35, n° 3, p. 371-376, mars 2004, doi: 10.1016/j.compositesa.2003.09.016.
- [26] J. Wang, S. Shi, et K. Liang, « Comparative Life-cycle Assessment of Sheet Molding Compound Reinforced by Natural Fiber vs. Glass Fiber », *undefined*, 2013, Consulté le: avr. 23, 2021. [En ligne]. Disponible sur: /paper/Comparative-Life-cycle-Assessment-of-Sheet-Molding-Wang-Shi/5ed4b8434b03aa8ec38ff5a1d2d999044ba54b5d
- [27] M. Nouri, M. Tahlaiti, F. Grondin, et R. Belarbi, « The Influence of Chemical and Thermal Treatments on the Diss Fiber Hygroscopic Behaviors », *Journal of Natural Fibers*, p. 1-14, déc. 2020, doi: 10.1080/15440478.2020.1848733.
- [28] M. Nouri, I. Griballah, M. Tahlaiti, F. Grondin, et J. Beaugrand, « Plant Extraction and Physicochemical Characterizations of Untreated and Pretreated Diss Fibers (*Ampelodesmos mauritanicus*) », p. 12.
- [29] D. M. Panaitescu, M. Iorga, Z. Vuluga, D. Donescu, M. Dan, et S. Serban, « L'EFFET DE L'INTERFACE DANS LES COMPOSITES DE FIBRES NATURELLES ET DE MATIÈRES PLASTIQUES », p. 7.
- [30] M. A. Lahmar, « Caractérisation d'un composite boispolymère pour utilisation en plaques de bardage par l'extérieur », p. 175.
- [31] S. MOUHOUBI, « Caractérisation de l'interface d'un composite fibre végétale/polypropylène. », UNIVERSITE FERHAT ABBAS –SETIF UFAS (ALGERIE), 2008.
- [32] « *Ampelodesmos mauritanicus* », *Wikipédia*. avr. 19, 2021. Consulté le: juin 02, 2021. [En ligne]. Disponible sur: https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Ampelodesmos_mauritanicus&oldid=182073204
- [33] M. Chenah et M. Amrani, « Physical and Chemical Characterization of *Ampelodesmos Mauritanicus* », in *Recent Advances in Environmental Science from the Euro-Mediterranean and Surrounding Regions*, A. Kallel, M. Ksibi, H. Ben Dhia, et N. Khelifi, Éd. Cham: Springer International Publishing, 2018, p. 1235-1236. doi: 10.1007/978-3-319-70548-4_357.
- [34] M. E. H. Bourahli et H. Osmani, « Chemical and Mechanical Properties of Diss (*Ampelodesmos mauritanicus*) Fibers », *Journal of Natural Fibers*, vol. 10, n° 3, p. 219-232, juill. 2013, doi: 10.1080/15440478.2012.761115.
- [35] « *Ampelodesmos mauritanicus* a new sustainable source for nanocellulose substrates », *Industrial Crops and Products*, vol. 144, p. 112044, févr. 2020, doi: 10.1016/j.indcrop.2019.112044.
- [36] M. E. H. Bourahli, « Caractérisation d'un composite verre / époxy », p. 147.
- [37] F. Sarasini, J. Tirillò, G. Maffei, A. Zuorro, R. Lavecchia, et M. Abdelhak, « Enzyme-assisted extraction of fibres from *Ampelodesmos mauritanicus* and mechanical characterization of their composites », Ischia, Italy, 2018, p. 020020. doi: 10.1063/1.5045882.
- [38] « Composites | Composite Materials », *Mar-Bal, Inc.*, oct. 2013, [En ligne]. Disponible sur: <https://www.mar-bal.com/language/en/applications/composites/>
- [39] O. Faruk, A. K. Bledzki, H.-P. Fink, et M. Sain, « Progress Report on Natural Fiber Reinforced Composites », *Macromolecular Materials and Engineering*, vol. 299, n° 1, p. 9-26, 2014, doi: <https://doi.org/10.1002/mame.201300008>.
- [40] F. Laurin, « INTRODUCTION GÉNÉRALE SUR LES MATERIAUX COMPOSITES », p. 26.
- [41] L. Gornet, « Généralités sur les matériaux composites », p. 52.
- [42] R. Amine, « Elaboration et caractérisation tribologique des dépôts composites à matrice métallique projetés thermiquement sur composites à matrice polymère », thesis, Université des

- sciences et de la technologie Houari Boumediène (USTHB), 2018. Consulté le: avr. 21, 2021. [En ligne]. Disponible sur: <https://library.crti.dz/dc667>
- [43] H. Altenbach, J. Altenbach, et W. Kissing, *Mechanics of Composite Structural Elements*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2004. doi: 10.1007/978-3-662-08589-9.
- [44] « Matériaux Composites Organiques: les tendances et drivers des thermoplastiques ». <http://www.bloomoon.eu/fr/actualites/lettres-de-veille-et-white-papers/materiaux-composites-tendances> (consulté le avr. 20, 2021).
- [45] « Market Research Reports - Acmite Market Intelligence ». <https://www.acmite.com/> (consulté le avr. 20, 2021).
- [46] P.-E. Bourban, *Matériaux composites à matrice organique: constituants, procédés, propriétés*. PPUR presses polytechniques, 2004.
- [47] M. Biron, *THERMOPLASTICS AND THERMOPLASTIC COMPOSITES*. Elsevier, 2013.
- [48] A. Gholampour et T. Ozbakkaloglu, « review of natural fiber composites: properties, modification and processing techniques, characterization, applications », *Journal of materials science*, 2020, Consulté le: avr. 21, 2021. [En ligne]. Disponible sur: <https://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=US202000028656>
- [49] K. L. Pickering, M. G. A. Efendy, et T. M. Le, « A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 83, p. 98-112, avr. 2016, doi: 10.1016/j.compositesa.2015.08.038.
- [50] « Polypropylène », *Wikipédia*. juin 03, 2021. Consulté le: juin 13, 2021. [En ligne]. Disponible sur: <https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Polypropyl%C3%A8ne&oldid=183502836>
- [51] M. J. John et S. Thomas, « Biofibres and biocomposites », *Carbohydrate Polymers*, vol. 71, n° 3, p. 343-364, févr. 2008, doi: 10.1016/j.carbpol.2007.05.040.
- [52] S. Sathish *et al.*, « A review of natural fiber composites: Extraction methods, chemical treatments and applications », *Materials Today: Proceedings*, p. S2214785320408235, janv. 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2020.12.1105.
- [53] Z. Touati, P. L. de Hoyos-Martinez, N. Belhaneche-Bensemra, et F. Charrier- El Bouhtoury, « Influence of Different Diss Fiber Treatments over the Properties of Poly Propylene/Recycled and Regenerated Low Density Polyethylene Based Biocomposites », *J Polym Environ*, vol. 29, n° 1, p. 291-303, janv. 2021, doi: 10.1007/s10924-020-01877-7.
- [54] V. K. Kaushik, A. Kumar, et S. Kalia, « Effect of Mercerization and Benzoyl Peroxide Treatment on Morphology, Thermal Stability and Crystallinity of Sisal Fibers », *TEXTILE*, vol. 1, n° 6, p. 101-105, janv. 2013, doi: 10.5923/j.textile.20120106.07.
- [55] R. and M. ltd, « Natural Fiber Composites (NFC) Market Size, Share & Trends Analysis Report By Raw Material, By Matrix, By Technology (Injection Molding, Compression Molding, Pultrusion), By Application, And Segment Forecasts, 2018 - 2024 ». <https://www.researchandmarkets.com/reports/4538875/natural-fiber-composites-nfc-market-size-share> (consulté le avr. 21, 2021).
- [56] A. Dasore, U. Rajak, R. Balijepalli, T. N. Verma, et K. Ramakrishna, « An overview of refinements, processing methods and properties of natural fiber composites », *Materials Today: Proceedings*, p. S2214785321011652, mars 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2021.02.103.
- [57] B. Vergnes et S. Puissant, « Extrusion - Extrusion monovis (partie 1) », p. 21, 2002.
- [58] B. Vergnes et M. Chapet, « Extrusion - Procédés d'extrusion bivis », p. 28, 2001.
- [59] « Plastic Extrusion: What Is It? How Does It Work? Process ». <https://www.iqsdirectory.com/articles/plastic/plastic-extrusion.html> (consulté le juin 10, 2021).
- [60] A. Gallos, G. Paës, F. Allais, et J. Beaugrand, « Lignocellulosic fibers: a critical review of the extrusion process for enhancement of the properties of natural fiber composites », *RSC Adv.*, vol. 7, n° 55, p. 34638-34654, 2017, doi: 10.1039/C7RA05240E.
- [61] F. Berzin, J. Beaugrand, S. Dobosz, T. Budtova, et B. Vergnes, « Lignocellulosic fiber breakage in a molten polymer. Part 3. Modeling of the dimensional change of the fibers during compounding by twin screw extrusion », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 101, p. 422-431, oct. 2017, doi: 10.1016/j.compositesa.2017.07.009.
- [62] A. M. M. El-Sabbagh, L. Steuernagel, D. Meiners, et G. Ziegmann, « Effect of extruder elements on fiber dimensions and mechanical properties of bast natural fiber polypropylene composites », *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 131, n° 12, p. n/a-n/a, juin 2014, doi: 10.1002/app.40435.

- [63] S. Somashekhar, G. C. Shanthakumar, et M. Nagamadhu, « Influence of Fiber content and screw speed on the Mechanical characterization of Jute fiber reinforced Polypropylene composite using Taguchi Method », *Materials Today: Proceedings*, vol. 24, p. 2366-2374, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2020.03.766.
- [64] G. Gamon, Ph. Evon, et L. Rigal, « Twin-screw extrusion impact on natural fibre morphology and material properties in poly(lactic acid) based biocomposites », *Industrial Crops and Products*, vol. 46, p. 173-185, avr. 2013, doi: 10.1016/j.indcrop.2013.01.026.
- [65] A. K. Mohanty, A. Wibowo, M. Misra, et L. T. Drzal, « Effect of process engineering on the performance of natural fiber reinforced cellulose acetate biocomposites », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 35, n° 3, p. 363-370, mars 2004, doi: 10.1016/j.compositesa.2003.09.015.
- [66] M. D. Iorga, Z. Vuluga, M. Dan, A. N. Frone, D. Florea, et D. M. Panaitescu, « Mechanical Properties of Polypropylene Modified with Different Treated Hemp Fibers », *MATERIALE PLASTICE*, n° 4, p. 5, 2013.
- [67] L. Techawinyutham, A. Frick, et S. Siengchin, « Polypropylene/Maleic Anhydride Grafted Polypropylene (MAGPP)/Coconut Fiber Composites », *Advances in Mechanical Engineering*, vol. 8, n° 5, p. 168781401664544, mai 2016, doi: 10.1177/1687814016645446.
- [68] A. Abdennadher, « Injection Moulding of Natural Fibre Reinforced Polypropylene: Process, Microstructure and Properties », p. 282.
- [69] T. Munch, « Presses à injecter - Fonctions et solutions constructives », p. 19, 2009.
- [70] « Injection plastique - Caractéristiques et fonctionnement - Platisem ». <https://www.platisem.fr/guide-plastique/1-injection-plastique-1/> (consulté le juin 10, 2021).
- [71] S. Bouzouita, « Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel », p. 193.
- [72] L. T. Drzal, P. J. Herrera-Franco, et H. Ho, « Fibre-Matrix Interface Tests », *Comprehensive Composite Materials*, Oxford, p. 71-111, 2000.
- [73] U. Sharan Gupta *et al.*, « Study on the effects of fiber orientation on the mechanical properties of natural fiber reinforced epoxy composite by finite element method », *Materials Today: Proceedings*, vol. 45, p. 7885-7893, janv. 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2020.12.614.
- [74] I. BENAKLI et F. HAMANI, « Etude des Biocomposites à Base de Polymère Biosourcé PHBV et Fibres Alfa. », Université Abderrahmane Mira de Béjaïa, 2016.
- [75] D. C. Nguyen, « Caractérisation de l'interface fibre/matrice : application aux composites polypropylène/chanvre », p. 125.
- [76] A. Dessarthe, « Introduction aux plastiques et composites en mécanique », p. 45, 1996.
- [77] A. K. Bledzki, P. Franciszczak, Z. Osman, et M. Elbadawi, « Polypropylene biocomposites reinforced with softwood, abaca, jute, and kenaf fibers », *Industrial Crops and Products*, vol. 70, p. 91-99, août 2015, doi: 10.1016/j.indcrop.2015.03.013.
- [78] S. Dhanalakshmi, P. Ramadevi, et B. Basavaraju, « A study of the effect of chemical treatments on areca fiber reinforced polypropylene composite properties », *Science and Engineering of Composite Materials*, vol. 24, n° 4, p. 501-520, juill. 2017, doi: 10.1515/secm-2015-0292.
- [79] A. A. Pérez-Fonseca, J. R. Robledo-Ortíz, F. J. Moscoso-Sánchez, D. Rodrigue, et R. González-Núñez, « Injection molded self-hybrid composites based on polypropylene and natural fibers », *Polymer Composites*, vol. 35, n° 9, p. 1798-1806, 2014, doi: 10.1002/pc.22834.
- [80] A. Bergeret et P. Krawczak, « Liaison renfort/matrice - Comportement des composites », p. 27, 2006.
- [81] « Natural Fibers for Automotive Applications | UFP Technologies ». <https://www.ufpt.com/materials/natural-fibers.html> (consulté le mai 23, 2021).
- [82] C. Design, « CocoForm – a sustainable packaging alternative », *less by design*, févr. 06, 2015. <https://lessbydesign.org/2015/02/06/cocoform-a-sustainable-packaging-alternative/> (consulté le mai 23, 2021).
- [83] W. J. Dixon, « Processing Data for Outliers », *Biometrics*, vol. 9, n° 1, p. 74-89, 1953, doi: 10.2307/3001634.
- [84] T. E. Motaung, L. Z. Linganis, R. Kumar, et R. D. Anandjiwala, « Agave and sisal fibre-reinforced polyfurfuryl alcohol composites », *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, vol. 30, n° 10, p. 1323-1343, oct. 2017, doi: 10.1177/0892705716632858.

- [85] « Composites plastiques renforcés de fibres - Détermination des propriétés de flexion ». NF EN ISO 14125, juin 1998.
- [86] E. M. L. Ehrnrooth, « Change in Pulp Fibre Density With Acid-Chlorite Delignification », *Journal of Wood Chemistry and Technology*, vol. 4, n° 1, p. 91-109, mars 1984, doi: 10.1080/02773818408062285.
- [87] S. Tyagi, « Extraction, Characterization and Evaluation of Pectin from Orange Peels as Pharmaceutical Excipient », p. 4, 2016.
- [88] S. Sghaier, F. Zbidi, et M. Zidi, « Characterization of Doum Palm Fibers After Chemical Treatment », *Textile Research Journal - TEXT RES J*, vol. 79, p. 1108-1114, juill. 2009, doi: 10.1177/0040517508101623.
- [89] J. Gironès, J. P. Lopez, F. Vilaseca, J. Bayer R., P. J. Herrera-Franco, et P. Mutjé, « Biocomposites from *Musa textilis* and polypropylene: Evaluation of flexural properties and impact strength », *Composites Science and Technology*, vol. 71, n° 2, p. 122-128, janv. 2011, doi: 10.1016/j.compscitech.2010.10.012.
- [90] N. M. Stark, « Wood Fiber Derived From scrap Pallets Used In Polypropylene composites », *FOREST PRODUCTS JOURNAL*, p. 8, 1999.
- [91] X. Chen, Q. Guo, et Y. Mi, « Bamboo fiber-reinforced polypropylene composites: A study of the mechanical properties », *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 69, n° 10, p. 1891-1899, 1998, doi: 10.1002/(SICI)1097-4628(19980906)69:10<1891::AID-APP1>3.0.CO;2-9.
- [92] M. D. H. Beg et K. L. Pickering, « Mechanical performance of Kraft fibre reinforced polypropylene composites: Influence of fibre length, fibre beating and hygrothermal ageing », *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, n° 11, p. 1748-1755, nov. 2008, doi: 10.1016/j.compositesa.2008.08.003.
- [93] A. Arbelaiz, B. Fernández, J. A. Ramos, A. Retegi, R. Llano-Ponte, et I. Mondragon, « Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling », *Composites Science and Technology*, vol. 65, n° 10, p. 1582-1592, août 2005, doi: 10.1016/j.compscitech.2005.01.008.
- [94] A. K. Rana, A. Mandal, et S. Bandyopadhyay, « Short jute fiber reinforced polypropylene composites: effect of compatibiliser, impact modifier and fiber loading », *Composites Science and Technology*, vol. 63, n° 6, p. 801-806, mai 2003, doi: 10.1016/S0266-3538(02)00267-1.
- [95] S. Chaitanya, I. Singh, et J. I. Song, « Recyclability analysis of PLA/Sisal fiber biocomposites », *Composites Part B: Engineering*, vol. 173, p. 106895, sept. 2019, doi: 10.1016/j.compositesb.2019.05.106.