الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة العربي التبسي - تبسة

Université Larbi Tébessi – Tébessa –

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Génie de Mécanique

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du **diplôme** de **Master Académique**

En : Génie de Mécanique

Spécialité : Génie des Matériaux

Par : Marrouche Saif Eddine

THEME :

Valorisation d'une nouvelle fibre végétale : Extraction et caractérisation physico- thermique en vue de son utilisation comme renfort dans les biocomposites

Présenté et soutenu publiquement, le 08/06/2026, devant le jury composé de :

LEMITA Nourelhouda	MCB	Université Larbi Tébessi-Tébessa	Rapporteur
DEGHBOUDJ Samir	Prof	Universite Larbi Tébessi-Tébessa	Président
BOUNOUARA Abdelouahab	MCB	Universite Larbi Tébessi-Tébessa	Examinateur

Promotion : 2025/2026


بسم الله الرحمن الرحيم



Dédicace

Nous dédions ce travail à nos deux familles, qui nous ont offert une bonne éducation et ont déployé tous leurs efforts pour nous.

Nous adressons spécialement nos remerciements à nos parents, qui ont veillé à nous amener à ce stade.

Ainsi qu'à tous nos frères et sœurs, et à nos amis , sans exception

Remerciements

Nous remercions Dieu Tout-Puissant de nous avoir accordé la réussite dans la réalisation de ce travail.

Si la réalisation d'un mémoire s'apparente à un effort solitaire, nul doute que, sans les nombreuses rencontres qu'elle nécessite, elle resterait une coquille vide.

Au moment où ce travail est finalisé, nous adressons nos plus sincères remerciements à Madame **LEMITA Nourelhouda**, Docteur à l'Université Larbi Tebessi de Tébessa (Algérie), pour nous avoir proposé ce sujet de recherche et pour avoir accepté de diriger ce travail du début à la fin. Le caractère amical de nos relations a contribué à rendre nos échanges ouverts et les années passées à travailler ensemble très agréables.

Nous adressons également un remerciement tout particulier aux membres du jury, qui ont accepté de consacrer une partie de leur temps à l'évaluation de ce travail, notamment le Professeur **DAGHBOUDJ Samir** et le Docteur **BOUNOUARA Abdelouahab** de l'Université de Tébessa.

Nous exprimons enfin notre profonde gratitude à l'ensemble des membres du Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI), qui nous ont apporté leur aide et ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail. Nous remercions en particulier le Docteur **SRIBA Amina** pour sa contribution importante à la préparation et à la caractérisation des fibres. Nous garderons un excellent souvenir de leur richesse humaine, de la confiance qu'ils nous ont accordée ainsi que de leurs précieux conseils.

Résumé :

Ce travail porte sur l'étude et la valorisation d'une nouvelle fibre naturelle extraite de la plante Retama sphaerocarpa en vue de son utilisation comme renfort dans les biocomposites. Les fibres ont été extraites puis soumises à un traitement alcalin par des solutions de NaOH à différentes concentrations (2 %, 3 %, 4 %, 5 % et 10 %).

Une caractérisation physico-chimique et thermique des fibres brutes et traitées a été réalisée à l'aide de différentes techniques d'analyse, ainsi que sur l'étude de sa morphologie à l'aide d'observations microscopiques, optiques et par microscopie électronique à balayage (MEB). notamment la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) et l'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG). à l'aide de diverses techniques physico (DRX, densité et diamètre). Les résultats obtenus ont montré que le traitement alcalin permet d'éliminer une partie des composés non cellulosiques tels que l'hémicellulose, la lignine et les impuretés de surface, améliorant ainsi les propriétés de la fibre.

En outre, une étude statistique a été réalisée à l'aide du logiciel Origin afin d'évaluer de manière précise les caractéristiques physiques et chimiques des fibres (RS). Le choix de cette fibre se justifie par le fait qu'elle n'a, à ce jour, fait l'objet d'aucune caractérisation dans la littérature existante.

L'analyse thermique a révélé une amélioration de la stabilité thermique des fibres traitées par rapport aux fibres brutes. Ces résultats démontrent que les fibres de Retama sphaerocarpa présentent un potentiel intéressant pour le développement de biocomposites performants et respectueux de l'environnement.

Mots-clés : biocomposite, nouvelles fibres végétales, Retama sphaerocarpa, traitement chimique, caractérisation.

Abstract:

This work focuses on the study and valorization of a new natural fiber extracted from the plant Retama sphaerocarpa for its potential use as a reinforcement in biocomposites. The fibers were extracted and subsequently subjected to alkaline treatment using NaOH solutions at different concentrations (2%, 3%, 4%, 5%, and 10%).

A physico-chemical and thermal characterization of both untreated and treated fibers was carried out using various analytical techniques. Their morphology was also investigated through optical microscopy and Scanning Electron Microscopy (SEM). In addition, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Thermogravimetric Analysis (TGA/DTG), X-ray Diffraction (XRD), density, and diameter measurements were performed to evaluate the fibers properties.

The results showed that the alkaline treatment removed part of the non-cellulosic components, such as hemicellulose, lignin, and surface impurities, thereby improving the fiber properties. Furthermore, a statistical analysis was conducted using Origin software to accurately assess the physical and chemical characteristics of Retama sphaerocarpa (RS) fibers. The selection of this fiber is justified by the fact that, to date, it has not been characterized in the existing scientific literature.

Thermal analysis revealed an improvement in the thermal stability of the treated fibers compared with the untreated fibers. These findings demonstrate that Retama sphaerocarpa fibers have significant potential for the development of high-performance and environmentally friendly biocomposites.

Keywords: biocomposite, new plant fibers, Retama sphaerocarpa, chemical treatment, characterization.

ملخص:

تُعدّ فكرة المواد المركبة قديمة جدًا، ويكفي التفكير في تقليد خلط التبن بالطين للحصول على مادة بناء. إن إدماج الألياف النباتية في المواد اللدنة حراريًا أو المتصلدة حراريًا بهدف استبدال الألياف الزجاجية أو الحشوات المعدنية الأخرى، يُعد مفهومًا بدأ يدخل حيز التصنيع والتسويق في مجالات مرتبطة بتجدد الموارد وقابلية إعادة التدوير. كما أن تطور التقنيات الحديثة وأدوات التحليل والنظريات الجديدة أدى إلى فهم أفضل للمواد المركبة المستخدمة في عدة قطاعات، خاصةً قطاع السيارات والطيران والهندسة المدنية.

في هذا السياق، يهتم هذا العمل البحثي من جهة بإدخال ليف جديد مستخرج من نبات بري يُعرف بـReteam sphaerocarpa ودراسة مورفولوجيته بواسطة الملاحظات المجهرية البصرية والمجهر الإلكتروني الماسح MEB ومن جهة أخرى، يهدف إلى توصيف ألياف Retama sphaerocarpaغير المعالجة والمعالجة بتراكيز مختلفة من هيدروكسيد الصوديوم باستخدام تقنيات فيزيائية- كيميائية متعددة. بالإضافة إلى ذلك، تبيّن أن الدراسة الإحصائية ضرورية، حيث تم تطبيقها باستخدام برنامج originبهدف التقييم الدقيق للخصائص الفيزيائية والكيميائية للألياف retama sphaerocarpaوقد تم اختيار ألياف retama sphaerocarpa لكونها لم تُوصَّف أو تُدرَس سابقًا في الأعمال المنشورة ضمن الأدبيات العلمية.

الكلمات المفتاحية: المواد المركبة الحيوية، ألياف نباتية جديدة، ألياف الرتم(Retama sphaerocarpa) ، المعالجة الكيميائية، التوصيف .

Sommaire :

Dédicace *:* II
Remerciements *:* III
Résumé : IV
Abstract : VI
ملخص: VI
Sommaire : VII
Liste des figures : X
Liste des tableaux : XI

Chapitre I :Etat de l'art

1 Généralité sur les composites : 5
1.1 Introduction : 5
1.2 Définitions : 5
1.3 Définition (Bio-composites): 6
1.4 Classification des matériaux composites : 6
1.4.1 Selon la forme du composant : 6
1.4.2 Selon la nature des composants : 6
1.5 Avantages des matériaux composites : 7
1.6 Secteurs d'application des composites : 8
1.7 Constituants de base des matériaux composites : 9
1.7.1 La matrice : 9
1.7.2 Les renforts : 12
1.8 Les différentes architectures des renforts de composites : 13
1.8.1 Les mats : 14
1.8.2 Les unidirectionnels (UD) : 14
1.8.3 Les tissus bidirectionnels : 14
1.9 Architecteur des matériaux composites : 15
1.9.1 Monocouche : 15
1.9.2 Stratifiés : 15
1.9.3 Sandwichs : 16
2 Généralité sur les fibre naturelles : 17
2.1 Natures des fibres : 17
2.1.1 Fibres animales : 17
2.1.2 Fibres minérales : 17
2.1.3 Fibres végétales : 18

2.2 Méthodes d'extraction des fibres : 23
2.2.1 Extraction des fibres végétales : 23
2.2.2 Prétraitements : 23
2.2.3 Extraction mécanique : 23
2.2.4 Extraction chimique : 23
2.2.5 Extraction biologique : 24
2.3 Utilisation des fibres végétales (avantages et inconvénients) : 24
2.3.1 Avantages : 24
2.3.2 Inconvénients : 25
2.4 Proprietes mecaniques et physiques des fibres naturelle : 25
2.5 Mise en œuvre des matériaux composites : 26
3 Conclusion : 27
Références bioliographique: 28

Chapitre II:Techniques et méthodologies expérimentales

1. Introduction : 32
2. Distribution géographique de Retama : 32
3. Description botanique : 33
4. Systématique de Retama sphaerocarpa : 34
5. Choix de la fibre végétale : 35
6. Méthodes d'extraction de la fibre Retama Sphaerocarpa : 35
6.1. Préparation des tiges Retama: 36
6.2. Extraction des fibres de Retama (biologique et mecanique) : 36
7. Traitements chimiques : 39
7.1. Matériaux et appareils utilisés dans traitement chimique : 39
7.1.1. Matériaux utilisés : 39
7.1.2. Appareils utilisés : 40
7.2. Traitement alcalin : 41
8. Caractérisation des fibres : 44
8.1. caractérisation morphologique par microscopie électronique à balayage(MEB) : 44
8.2. Caracterisation Physique : 45
8.2.1.Mesure du densite(ρ) : 45
8.2.2.Mesure du diametre(d) : 46
8.2.3.Analyse par diffraction des rayons X(Methode de poudre) : 47

8.3. Caracterisation thermique :.....49
8.3.1.Analyse thermogravimétrique(ATG) :.....49
8.4. Caracterisation chimique :.....50
8.4.1.Spectrometrie infrarouge a transformee de fourier (FTIR) : 50
9. Conclusion : 51
Références bibliographiques :.....52

Chapitre III :Caractérisation physicochimique et thermique de fibre du Rétama sphaerocara

1. Introduction :……..…….54
2.Caractérisation morphologique : ……..55
3.Caractérisation Physique :….....57
3.1.Mesure de la densité : ……...57
3.2.Mesure du diamétre : ……58
3.3.Analyse par diffraction des rayons X :…….....60
4.Caractérisation theramique :……..65
4.1. Analyse thermogravimétrique(ATG) :……..65
5.Caractérisation chimique.....…….…….....67
5.1.Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :……...67
6. conclusion:……...69
Références bibliographiques:……70
Conclusion générale :……..71

Liste des figures

Figure I. 1 :Composition d'un matériaux composite [3] 5
Figure I. 2: Classification schématique des différents types de composites [5]. 6
Figure I. 3: Les différentes matrices des matériaux composites [6]. 7
Figure I. 4: Diverses applications des matériaux composites [6]…. 8
Figure I. 5: Constituants de base des matériaux composites[12]. 9
Figure I. 6: Différentes familles de matrices. 12
Figure I. 7:Les formes des renforts[18]. 12
Figure I. 8:Différentes familles de renfort pour composites 13
Figure I. 9:Différentes architectures des renforts de composites :a) mats de verre , b) tissu unidirectionnel (UD), c) tissu bidirectionnel. [19]. 13
Figure I. 10: Différents formes de tissu tissus bidirectionnels pour des renforts surfaciques: 14
Figure I. 11: Composite monocouche. 15
Figure I. 12: Stratifie [10]. 16
Figure I. 13: Sandwich [19] 16
Figure I. 14:Diagramme représentatif des différents types de fibres naturelles[18]. 17
Figure I. 15 :Origine des fibres végétales [23] 19
Figure I. 16: Structure schématique d'une fibre de biomasse lignocellulosique [23]. 20
Figure I. 17 : Molécule de la cellulose [23] 20
Figure I. 18:Structure d'un type de xyloglucane. [23] 21
Figure I. 19:Les trois alcools principaux qui constituent de la lignine [23] 22
Figure I. 20:Exemple de structure d'une chaine de pectine (acide polygalacturonique) 22
Figure I. 21:Différentes familles de moulage [37]. 27

Figure II. 1: Carte géographique de la répartition des retames en Algérie[1]. 33
Figure II. 2 : La plante de Retama sphaerocarpa 34
Figure II. 3:les étapes d'extraction:(a) tiges coupées , (b) rouissage, (c) brossage, (e) séchage …...37
Figure II. 4:schéma court de l'extraction des fibres de Retama sphaerocarpa par methode biologique et mécanique……..…38
Figure II. 5 : Matériaux utilisés dans traitemant chimique :a)Solution de sodiu Hydroxide(NaOH) , b)Eau distillée , c) L'acide sulférique ……..…….....39
Figure II. 6:appareils utilisés dans traitemant chimique *:a)* Balance électronique, b)Agitateur magnétique, c) Bécher (en verre), d) Etuve, e)Papier filtre.……..……...41
Figure II. 7:Etapes du traitement chimique des fibre naturelles par une solution de NaOH ……..42
Figure II. 8: Schéma du traitement chimique alcalin des fibre naturelles par NaO.……..…43
Figure II. 9 : *Microscope électronique à balayage (MEB) de type GeminiSEM 300 utilisé au Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI) de Chéraga* .……45
Figure II. 10 : Mesure de la densité des fibres : 46
Figure II. 11: a) Microscope optique Nikon Eclipse LV100ND, b) échantillon de fibre de retama.47
Figure II. 12 : Schéma de loi de bragg 48
Figure II. 13 : Analyse par diffraction des rayons X :(a) machine DRX D2 Phaser-Bruker ,(b) chambre échantillon …...…….49

Figure II.14: (a) balance Kern précision de 0.1 mg (b) creusets de la référence et d'échantillon (c) Machine DSC SDT Q600 ……50
Figure II. 15:Appareillage de la spectrometrie infrarouge a transformée de Fourier :a)Machine FTIR Cary 630 de la société Agilent Technologies ,b) Écran de l'appareil Cary 630 FTIR(Agilent Technologies*)*……...……51

Figure III. 1:Micrographies MEB de fibre brute 55
Figure III. 2:Micrographies MEB des fibre traitées ,à diffiérentes concentration : b)2% , c)3%, d)4%, E)5% , F)10%……..…….....56
Figure III. 3 : Technique et methodes utilisée pour mesurer le diamétre de la fibre 59
Figure III. 4:courbe DRX pour (a)fibre brute ,(b)fibre traitée 2% ,(C) fibre traitée3%, (D) fibre traitée4%, (E) fibre traitée5%, (F) fibre traitée10% …….…….62
Figure III. 5: courbes ATG/DTG pour (a)fibre brute,(b) fibre traitée 2% ,(C) fibre traitée 3% ,(d)fibre traitée4% ,(e) fibre traitée5% ,(f)fibre traitée10% ……66
Figure III. 5:Spectres FTIR pour la fibre brute, la fibre traitée (2%,4%,3%,5%,10%). ……68

Liste des tableaux :

Tableau I. 1: Caractéristique mécaniques de résines TD thermodurcissables usuelles [16]. 10
Tableau I. 2: Caractéristique mécaniques de résines TD thermoplastiques usuelles [16] 11
Tableau I. 3: Comparaison entre les caractéristiques des résines (TP) et (TD) [16]. 11
Tableau I. 4: Tableau récapitulatifs des propriétés mécaniques et physiques des fibres Naturelle [18]. 26
Tableau III .1:mesures la masse de fibre et la masse de la solution acétone …….……58
Tableau III .2: Comparaison des propriétés physiques de la fibre rétama sphaérocarpa avec d'autres fibres naturelles……..59
Tableau III .3:Paramétres cristallins calculés et expérimentaux a partir des diffractogrammes DRX des fibre RS…….……61

Introduction générale.

Introduction générale :

L'intégration de fibres végétales dans les matériaux composites, en remplacement des fibres synthétiques, suscite un intérêt considérable dans la recherche et les applications industrielles, notamment en raison de leur contribution neutre aux émissions de CO_2. Cette tendance s'explique par la volonté de réduire la consommation d'énergie, un enjeu majeur face à la raréfaction des ressources énergétiques fossiles et aux défis du changement climatique à l'échelle mondiale. En effet, lors de la combustion ou de la biodégradation de ces plantes, la quantité de CO_2 libérée dans l'atmosphère est équivalente à celle qu'elles ont absorbée durant leur croissance. L'utilisation de ces matériaux biocomposites offre ainsi un avantage environnemental significatif en limitant les émissions de gaz à effet de serre.

De plus, ces matériaux renouvelables présentent également des avantages économiques, tels que des coûts de production réduits par rapport aux matériaux synthétiques, ainsi qu'une plus grande disponibilité des ressources. Ainsi, l'utilisation des biocomposites favorise une approche plus durable, contribuant à la préservation de l'environnement tout en offrant des opportunités économiques intéressantes.

Outre les avantages mentionnés précédemment, les fibres végétales présentent d'autres atouts importants, tels que leur biodégradabilité et leur caractère renouvelable. Elles se distinguent également par leur faible densité par rapport aux fibres synthétiques, tout en offrant des propriétés spécifiques parfois comparables à celles des fibres de verre. Cependant, leur nature hydrophile et la variabilité de leurs propriétés mécaniques peuvent limiter leur utilisation en tant que renfort dans les matériaux composites, en particulier lorsqu'elles sont associées à une matrice hydrophobe. Cette situation soulève la question de la compatibilité entre le renfort et la matrice, et nécessite le recours à des traitements adaptés afin d'assurer une bonne adhésion entre les deux phases. Malgré ces contraintes, l'utilisation des fibres végétales dans les biocomposites présente de nombreux avantages environnementaux et économiques, ce qui justifie la poursuite des recherches dans ce domaine.

Ce mémoire de fin d'étude est structurée en trois chapitres :

Le premier chapitre présente une étude bibliographique offrant un aperçu des matériaux composites et de leurs constituants, ainsi que de la morphologie et de la composition biologique des fibres végétales. Il inclut également une revue des travaux antérieurs afin de situer la présente étude dans son contexte scientifique.

Le deuxième chapitre est consacré aux matériaux utilisés dans ce travail, aux méthodes de traitement et d'extraction des fibres, ainsi qu'aux différentes techniques expérimentales mises en œuvre pour la caractérisation physique, chimique et thermique des nouvelles fibres naturelles.

Le troisième chapitre porte sur la présentation et la discussion des résultats obtenus à partir des essais réalisés dans le deuxième chapitre.

Enfin, ce travail s’achève par une conclusion générale et des perspectives, regroupant les principaux résultats ainsi que leurs interprétations.

Chapitre I :

Etat de l'art

Chapitre I

Etat de l'art

1 Généralité sur les composites :

1.1 Introduction :

Depuis leur émergence dans les années 1930 jusqu'à aujourd'hui, les matériaux composites à matrices métalliques, polymères, élastomères ou céramiques offrent aux industriels et aux concepteurs de nouvelles opportunités pour combiner fonctions, formes et matériaux, en vue de développer des systèmes toujours plus performants. L'évolution des procédés de conception, d'industrialisation et de fabrication a permis d'élargir considérablement les possibilités techniques, tout en répondant plus efficacement à des exigences parfois contradictoires, telles que la réduction de masse et l'intégration de multiples fonctions, auxquelles les matériaux homogènes traditionnels peinent à satisfaire. Néanmoins, la concurrence entre les matériaux composites et les matériaux classiques demeure particulièrement intense [1].

1.2 Définitions :

Selon la norme AFNOR NF T50-100, un matériau composite est défini comme un solide constitué d'au moins deux phases physiques distinctes : une matrice assurant la cohésion de l'ensemble, et un renfort se présentant sous forme granulée, fibreuse ou lamellaire.

Au sens large, les matériaux composites sont des matériaux synthétiques, hétérogènes et généralement anisotropes, formés par l'association de deux ou plusieurs constituants de natures différentes à une échelle macroscopique. Cette combinaison permet d'obtenir un matériau final aux propriétés supérieures à celles de chacun des constituants pris séparément, répondant ainsi à des exigences spécifiques d'utilisation [2].

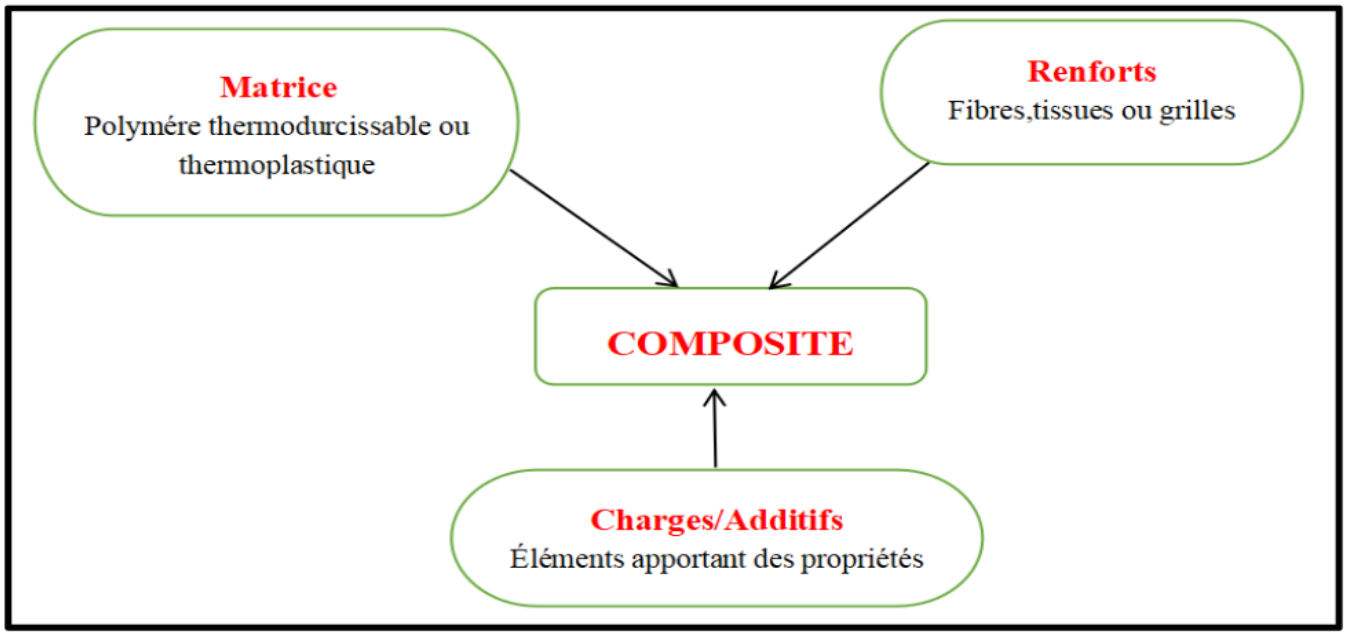


Figure I. 1 : Composition d'un matériaux composite [3] .

1.3 Définition (Bio-composites):

Les matériaux biocomposites , également appelés matériaux biosourcés, sont des composites élaborés à partir de fibres naturelles et/ou de matrices d'origine naturelle, en remplacement des fibres synthétiques (telles que le verre ou le carbone) et des résines polymères conventionnelles (comme les résines époxy ou le polyalcool vinylique). Les fibres biosourcées, telles que le sisal, le jute, le chanvre, le lin, le bambou, la laine, les cheveux ou encore la soie, proviennent de ressources végétales ou animales. Par ailleurs, certaines matrices d'origine naturelle, comme le caoutchouc naturel ou certains polyesters biosourcés, sont également issues de matières premières végétales [4].

1.4 Classification des matériaux composites :

Il existe aujourd'hui une grande diversité de matériaux composites, qui peuvent être classés soit en fonction de la forme de leurs constituants, soit selon la nature de leurs composants.

1.4.1 Selon la forme du composant :

La figure (I.2) présente un schéma simplifié de classification des matériaux composites selon la forme de leurs constituants. Cette classification distingue trois grandes catégories : les composites renforcés par des particules, les composites renforcés par des fibres, ainsi que les composites structuraux.

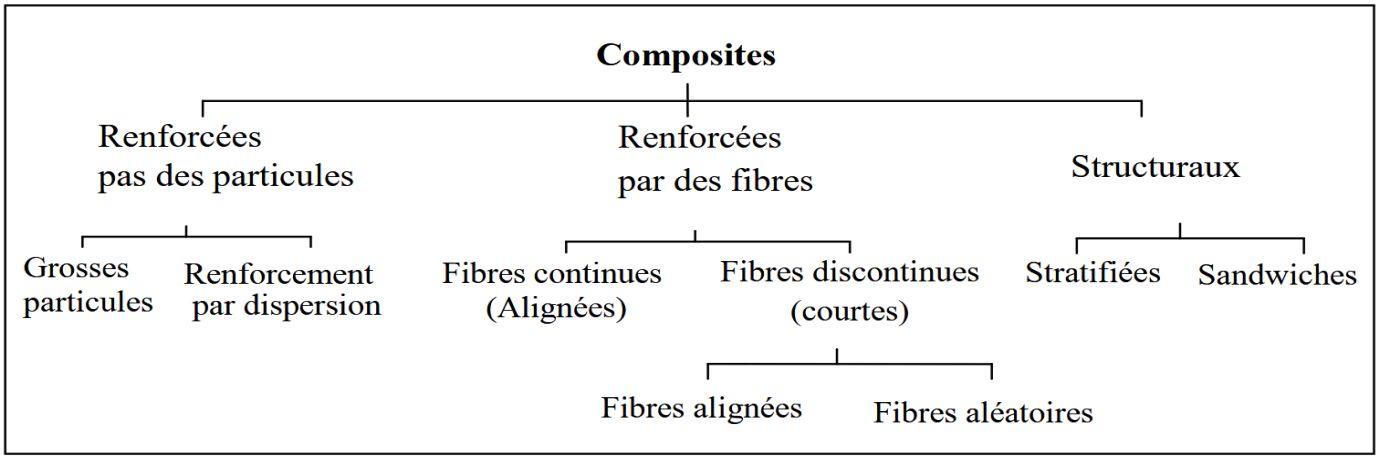


Figure I. 2: Classification schématique des différents types de composites [5].

1.4.2 Selon la nature des composants :

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites peuvent être classés en trois grandes familles, comme illustré dans la figure (I.3).

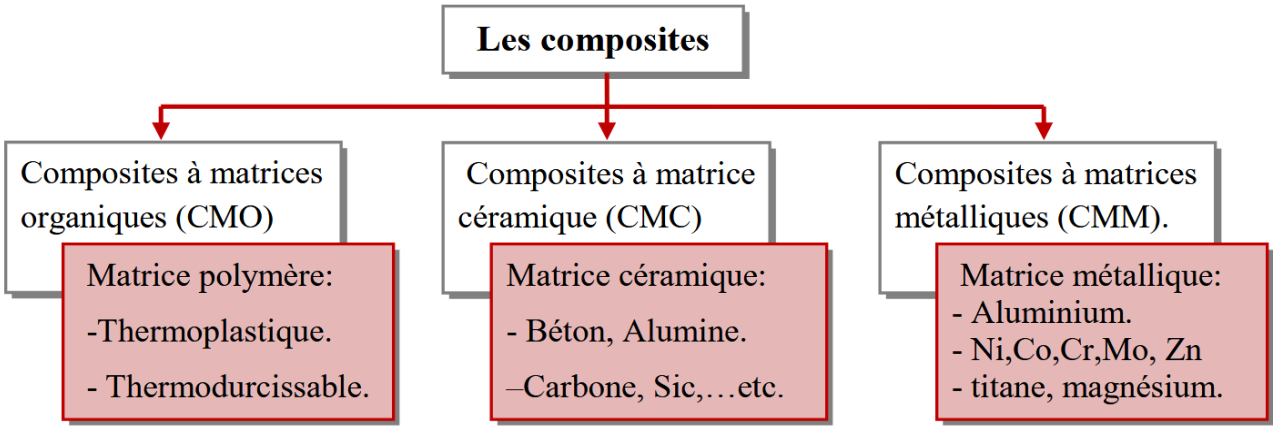


Figure I. 3: Les différentes matrices des matériaux composites [6].

L'utilisation des composites à matrrice organique connaît une croissance rapide. Alliant légèreté et excellentes propriétés mécaniques, ces matériaux offrent de nombreuses possibilités d'application dans des secteurs variés tels que l'aéronautique, l'automobile, les équipements sportifs ou encore le domaine biomédical [7]. Parmi ces composites, une classification peut être établie en fonction de leurs performances.

On distingue ainsi :

• **Les composites à grande diffusion (GD)** : caractérisés par leur faible coût et leur large utilisation industrielle (environ 95 % des composites à matrice organique). Ils sont généralement constitués de résines polyester renforcées par des fibres de verre, avec un taux de renfort d'environ 30 % dans la majorité des cas [8].

• **Les composites à hautes performances (HP)** : plus coûteux et donc moins répandus, ils présentent néanmoins des propriétés mécaniques élevées. Ils utilisent généralement des fibres longues comme renfort, avec un taux de renfort supérieur à 50 % [8].

1.5 Avantages des matériaux composites :

Les matériaux composites présentent de nombreux avantages par rapport aux matériaux traditionnels. Ils offrent des performances fonctionnelles élevées, parmi lesquelles on peut citer [9] :

- Une faible masse volumique (légèreté).
- Une excellente résistance mécanique et chimique .
- Des besoins réduits en maintenance .
- une grande liberté de conception et de mise en forme .
- une bonne tenue aux chocs et, dans certains cas, au feu .
- de bonnes propriétés d'isolation thermique et/ou acoustique.

1.6 Secteurs d'application des composites :

Les matériaux composites sont largement utilisés dans divers secteurs industriels en raison de leurs propriétés remarquables, telles que leur rigidité, leur légèreté et leur résistance aux sollicitations mécaniques et thermiques [10].

À titre d'exemple, leurs principaux domaines d'application incluent :

- L'aéronautique.
- le domaine du sport .
- L'industrie navale.
- le secteur militaire .
- L'industrie automobile.
- la biomécanique.



Figure I. 4:*Diverses applications des matériaux composites [6] .*

1.7 Constituants de base des matériaux composites :

Un matériau composite est constitué de deux éléments principaux : un renfort, qui constitue l'ossature du matériau et assure ses propriétés mécaniques, et une matrice, considérée comme l'enveloppe du matériau. Cette matrice est généralement de nature polymère (résine thermoplastique ou thermodurcissable) ou métallique. Son rôle est d'assurer la cohésion de l'ensemble et de transmettre les efforts mécaniques au renfort (Figure I.5) [12].

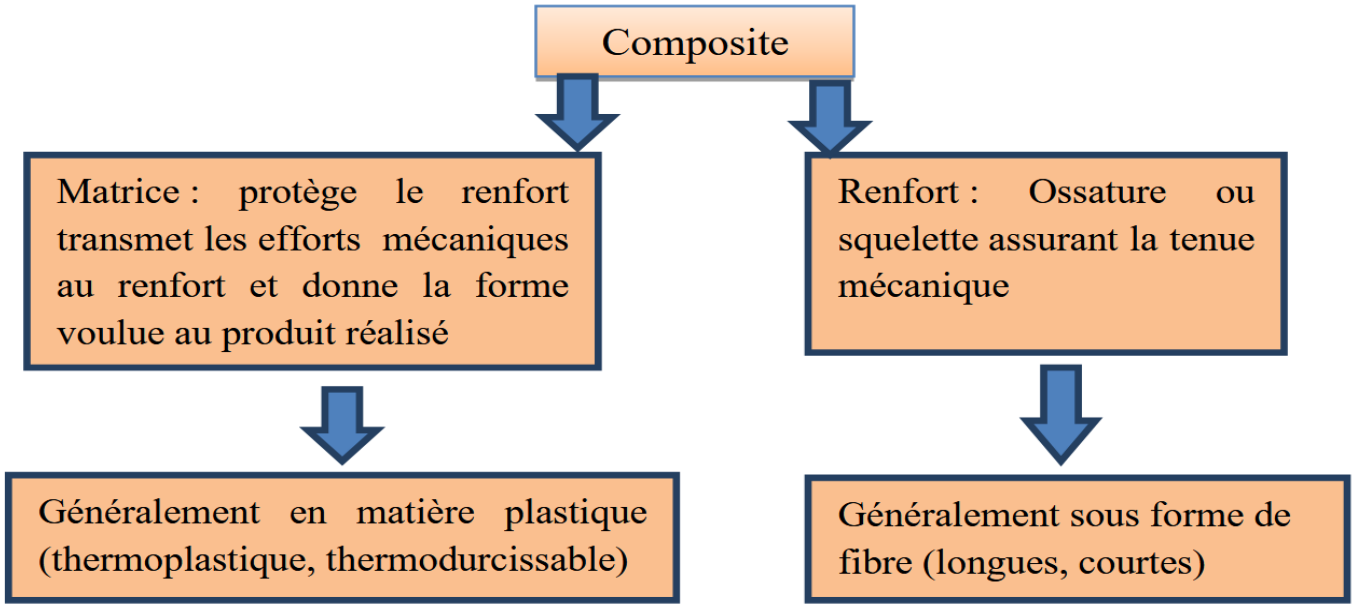


Figure I. 5*: Constituants de base des matériaux composites[12].*

1.7.1 La matrice :

La matrice est un constituant essentiel du matériau composite, assurant à la fois la cohésion de l'ensemble et sa stabilité chimique, tout en conférant au produit final la forme souhaitée. Elle entoure et protège le renfort contre les agressions extérieures. Dans le cas des composites à matrice organique, celle-ci est généralement désignée sous le terme de résine [13].

Le rôle principal de la matrice est de maintenir les renforts en position, de garantir leur cohésion et d'assurer la transmission des efforts mécaniques au sein du matériau [14]. Selon les applications et la nature du composite, la matrice peut être de type organique, métallique ou minéral. Toutefois, dans le cas des composites plastiques, elle est le plus souvent constituée d'une résine polymère. On distingue alors deux grandes familles :

a) Résines thermodurcissables(TD) :

Les thermodurcissables sont des polymères qui ne peuvent être mis en forme qu'une seule fois, car ils subissent lors de leur transformation une réticulation irréversible. Une fois durcis, ils présentent d'excellentes propriétés mécaniques et thermiques, généralement obtenues par traitement thermique ou physico-chimique. De ce fait, ces résines ne peuvent pas être remodelées après leur mise en forme initiale. Les matériaux à matrice thermodurcissable les plus performants se caractérisent généralement par de hautes propriétés mécaniques associées à une faible masse volumique [15]. Ces caractéristiques sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau I. 1: *Caractéristique mécaniques de résines TD thermodurcissables usuelles [16].*

Matrice TD	$\rho(kg/m^3)$	E (Mpa)	G (Mpa)	υ	σ_r(Mpa)	A%
Epoxydes	1200	4500	1600	0.4	130	2
Phénoliques	1300	3000	1100	0.4	70	2.5
Polyesters	1200	4000	1400	0.4	80	2.5
Vinylesters	1150	3300	_	_	75	4
Polycarbonates	1200	2400	_	0.35	60	_
Silicones	1100	2200	_	0.5	35	_
Uréthanes	1100	700 à 7000	_	_	30	100
Polyamides	1400	4000 à 19000	1100	0.35	70	1

b) Résines thermoplastiques (TP) :

Les thermoplastiques (TP) présentent à l'état vierge de bonnes caractéristiques mécaniques.
Un renfor cement de fibres courtes leur confère une tenue mécanique et thermique améliorée et une bonne stabilité dimensionnelle. Les principales résines thermoplastiques utilisées dans la fabrication des composites sont[12] :

- les polyamides (PA)
- les polytéréphtalates éthylénique (PET) et butylénique (PBT)
- le polycarbonate (PC)
- les polyoxides de phénylène (PPO ou PPE)
- les polyoxyméthylène (POM)
- le polypropylène (PP) est un polymère semi-technique, peu onéreux, assez stable en température

Mais combustible.
D'autres résines TP commencent à être utilisées pour leurs propriétés de thermo-stabilité

(tenue thermique supérieure à 200°C) et de bonne tenue mécanique :

- le polyamide-imide (PAI).
- le polyéther-imide (PEI).
- le polyéther-sulfone (PES).
- le polyéther-éther-cétone (PEEK).

Tableau I. 2*: Caractéristique mécaniques de résines TD thermoplastiques usuelles [16] .*

Matrice TP	$\rho(kg/m^3)$	E (Mpa)	G (Mpa)	υ	σ_r(Mpa)	A%
PP	900	1200	_	0.4	30	20 à 400
PPS	1300	4000	_	_	65	100
PA	1100	2000	_	0.35	70	200
PES	1350	3000	_	_	85	60
PEI	1250	3500	_	_	105	60
PEEK	1300	4000	_	_	90	50

Tableau I. 3: Comparaison entre les caractéristiques des résines (TP) et (TD) [16].

	Thermoplastique	**Thermodurcissable**
Etat de base	Solide – prête à l'emploi	Liquide visqueux
Stockage	Illimité	Réduit (précautions à prendre)
Mouillabilité des renforts	Difficile	Facile
Moulage	Chauffage+refroidissement	Chauffage continu
Cycle	Court	Long(x2) (polymérisation)
Terme au choc	Assez bonne	Limitée
Terme thermique	Réduite (<130°)	Meilleure (>150°)
Chutes et déchets	Recyclable	Perdus ou utilisés comme
Condition de travail	propreté	Emanation de COV

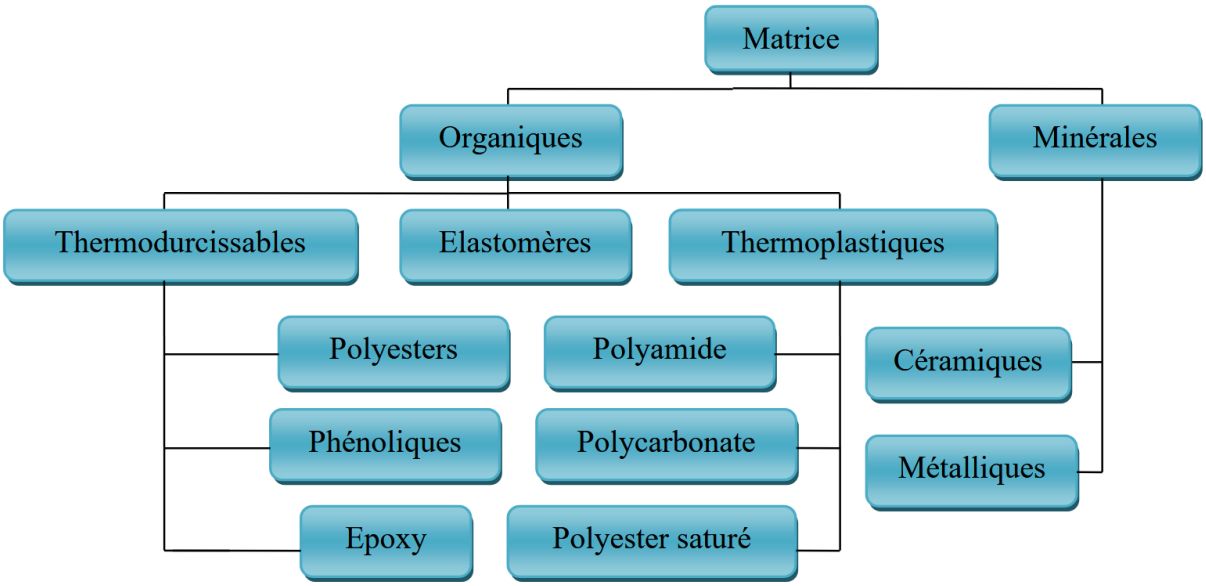


Figure I. 6*: Différentes familles de matrices.*

1.7.2 Les renforts :

Le renfort constitue l'élément du matériau composite qui lui confère l'essentiel de ses propriétés mécaniques, notamment la rigidité, la résistance à la rupture et la dureté. Les renforts recherchés doivent présenter des performances mécaniques élevées, une faible masse volumique, une bonne compatibilité avec la matrice, une facilité de mise en œuvre ainsi qu'un coût réduit [17]. Ils se présentent généralement sous forme de fibres de diamètre compris entre 5 et 20 µm.

On distingue principalement :

• les fibres longues unidirectionnelles (telles que le carbone ou le verre) .

• les fibres longues tissées (structures bidimensionnelles ou tridimensionnelles) .

• les fibres courtes réparties de manière aléatoire, sans orientation privilégiée (mats).

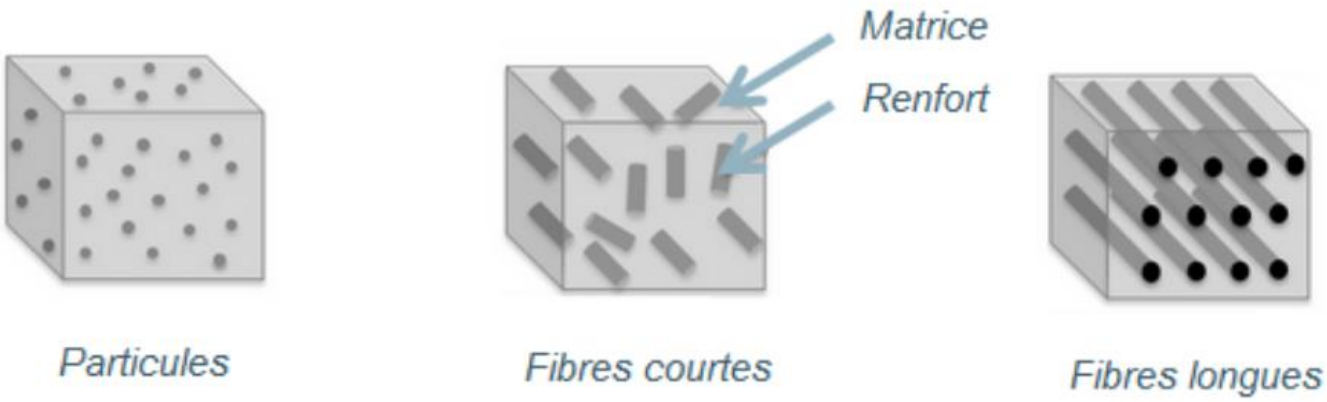


Figure I. 7:*Les formes des renforts[18].*

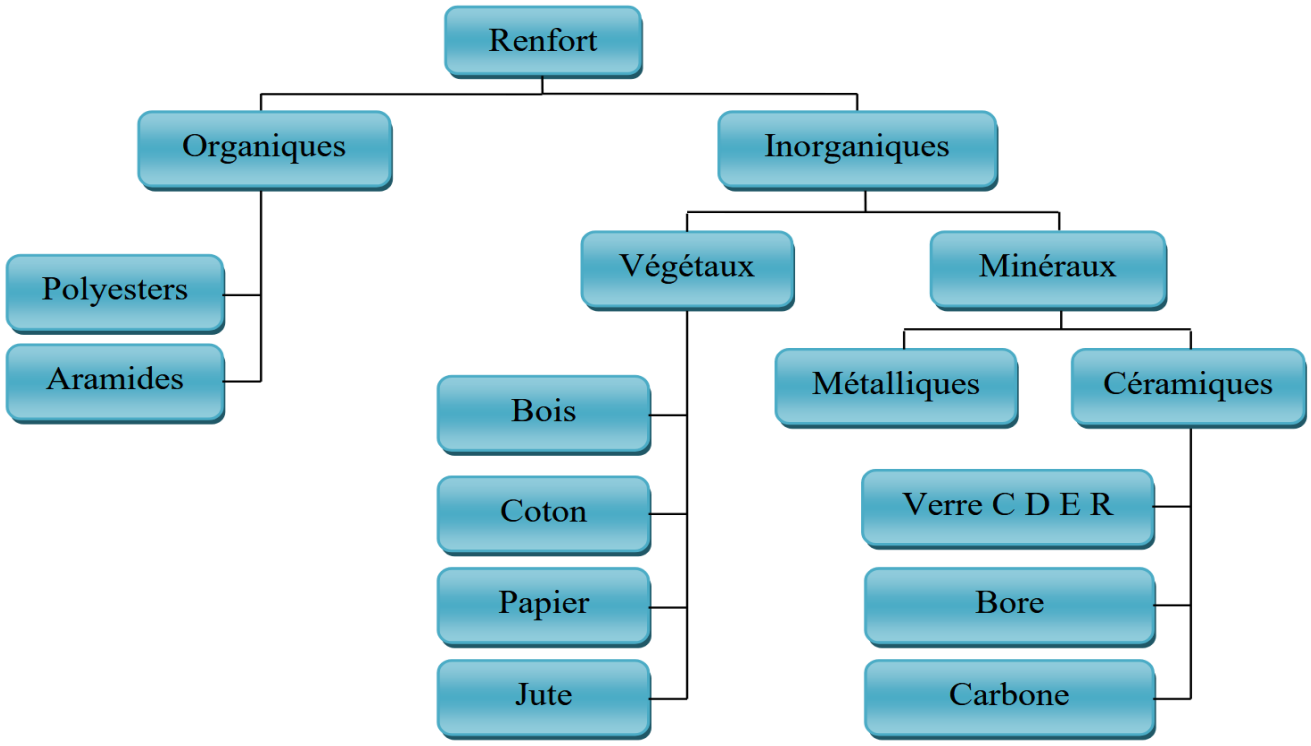


Figure I. 8: *Différentes familles de renfort pour composites .*

1.8 Les différentes architectures des renforts de composites :

Les renforts sont assemblés afin de faciliter leur mise en forme et d'adapter leurs propriétés aux exigences d'application. On distingue généralement cinq grandes catégories de renforts : les mats , les tissus unidirectionnels (UD), les tissus bidirectionnels, ainsi que les tissus multidirectionnels.

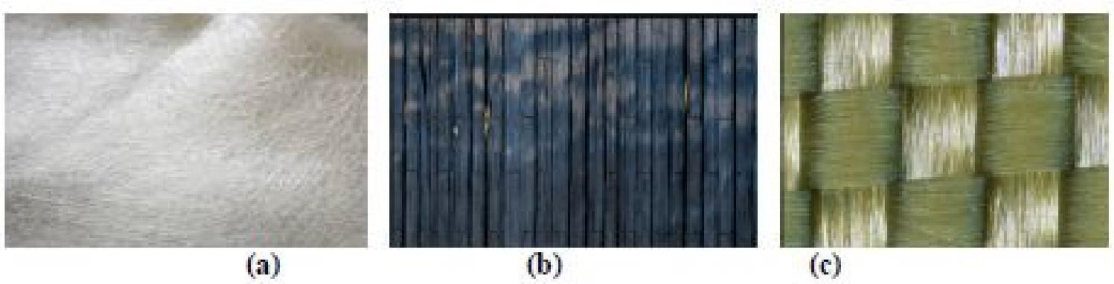


Figure I. 9*: Différentes architectures des renforts de composites :a) mats de verre , b) tissu unidirectionnel (UD), c) tissu bidirectionnel. [19].*

1.8.1 Les mats :

Les mats sont des nappes de filaments constituées de fibres courtes et discontinues, orientées de manière aléatoire et maintenues entre elles par un liant soluble (figure I.12). Cette organisation confère au composite final un comportement quasi isotrope. Il s'agit de matériaux déformables, relativement peu coûteux, souvent utilisés avec un taux volumique de fibres élevé (figure I.9.a).

1.8.2 Les unidirectionnels (UD) :

Dans une nappe unidirectionnelle (UD), les fibres sont disposées parallèlement les unes aux autres et maintenues par une trame très légère. Cette configuration présente une forte anisotropie des propriétés mécaniques , avec une résistance principalement orientée dans la direction des fibres (figure I.9.b).

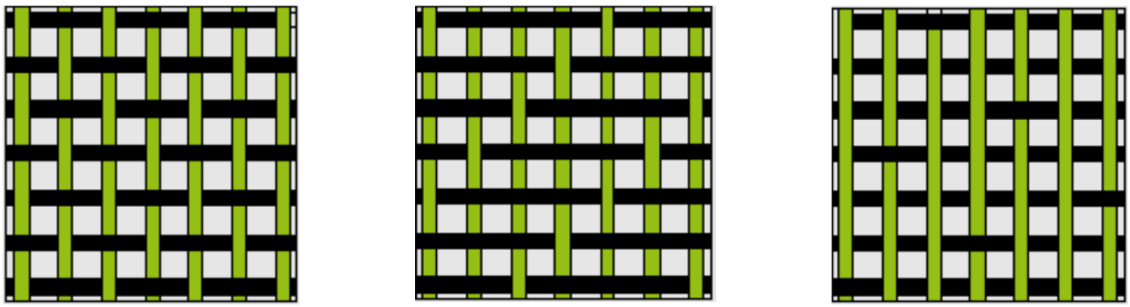
1.8.3 Les tissus bidirectionnels :

Les tissus destinés au renfort des composites sont des structures souples constituées d'un assemblage régulier de fils tissés ou torsadés. Ils sont obtenus par entrecroisement de mèches selon deux directions perpendiculaires, la chaîne et la trame. Plusieurs types d'armures peuvent être distingués, notamment la toile (taffetas), le sergé et le satin (figure I.9.c).

• **Le taffetas** : chaque fil de chaîne passe alternativement au-dessus puis au-dessous de chaque fil de trame, et réciproquement. Le matériau obtenu est plat, relativement rigide et peu déformable lors de la mise en œuvre, avec un embuvage important (figure I.10.a).

• **Le sergé** : chaque fil de chaîne passe au-dessus de plusieurs fils de trame, et inversement. Ce type de tissu présente une armure à la fois souple et dense (figure I.10.b).

• **Le satin** : chaque fil de chaîne passe au-dessus de (n-1) fils de trame, et réciproquement. Ces tissus présentent des faces différentes et sont particulièrement souples, ce qui les rend adaptés à la mise en forme de pièces à géométrie complexe. Ils se caractérisent également par une masse surfacique relativement élevée (figure I.10.c) [19].



a) b) c)

Figure I. 10: Différents formes de tissu tissus bidirectionnels pour des renforts surfaciques:
a) Le taffetas, b) Le sergé, c) Le satin.

1.9 Architecteur des matériaux composites :

1.9.1 Monocouche :

Les monocouches représente l'élément de base de la structure composite les différents type de monocouches sont caractérises par la formes du renfort :

• À fibre continue.
• À fibre courtes.
• Fibre tissus et mat. [20]

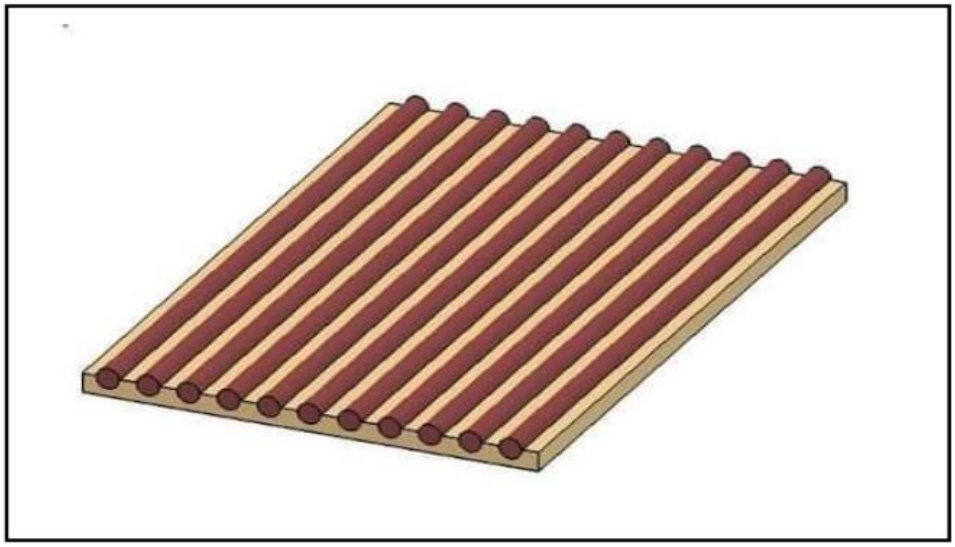


Figure I. 11: Composite monocouche.

1.9.2 Stratifiés :

Les structures composites stratifiées sont constituées de couches successives de Renforts Imprégnés de résines (Figure I.12). Les couches sont également nommées plis. Les structures stratifiées réalisées à partir de matériaux composites sont constituées d'empilements de nappes unidirectionnelles ou bidirectionnelles. Ces nappes sont formées de renforts en fibres longues liées par de la résine. Le rôle du renfort est d'assurer la fonction de résistance mécanique [21].

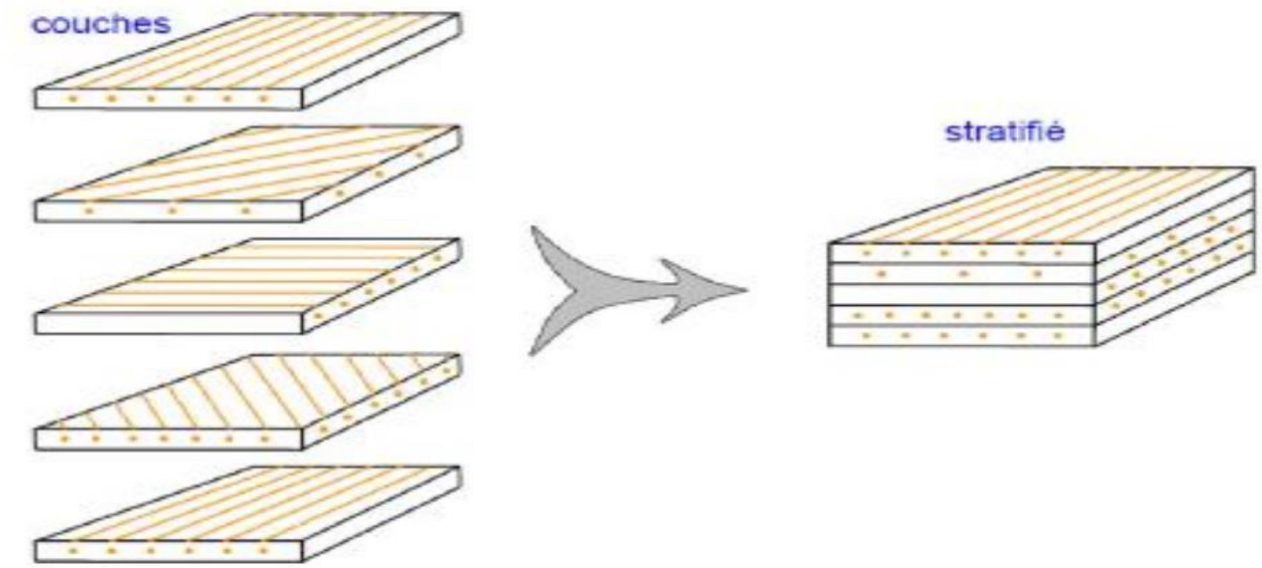


Figure I. 12: Stratifie [10].

1.9.3 Sandwichs :

Matériaux composes de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et faible épaisseur enveloppant une amé (ou cœur) de forte épaisseur et faible résistance l'ensemble Forme Une structure d'une grande légèreté le Matériau sandwichPossède une grande rigidité en flexion et c'est un excellent isolant thermique. [20]

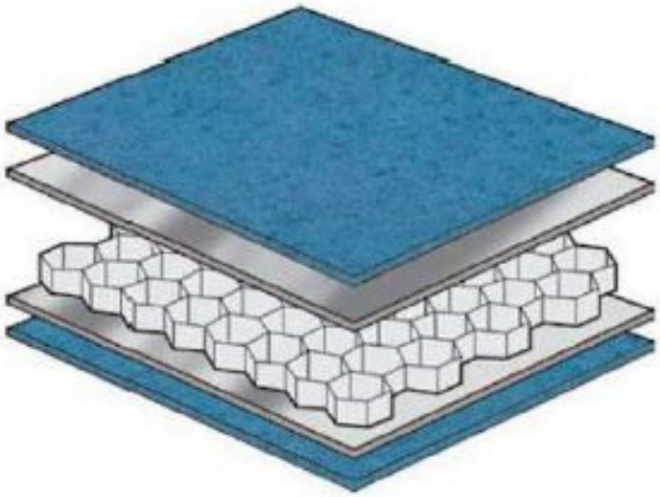


Figure I. 13 *: Sandwich [19]*

2 Généralité sur les fibre naturelles :

2.1 Natures des fibres :

On distingue deux grandes catégories de fibres : les fibres naturelles et les fibres chimiques. Les fibres chimiques se subdivisent elles-mêmes en deux familles, à savoir les fibres artificielles et les fibres synthétiques, toutes deux issues de la transformation chimique de matières premières d'origines diverses. Les fibres naturelles présentent plusieurs avantages, notamment de bonnes performances mécaniques, un faible coût de production, un caractère renouvelable (matériau biosourcé) ainsi qu'une bonne aptitude au recyclage. Elles se différencient selon leur origine, leurs propriétés et leurs domaines d'application [18].
On distingue principalement trois types de fibres naturelles (Figure I.14) :

• les fibres animales .
• les fibres minérales .
• les fibres végétales .

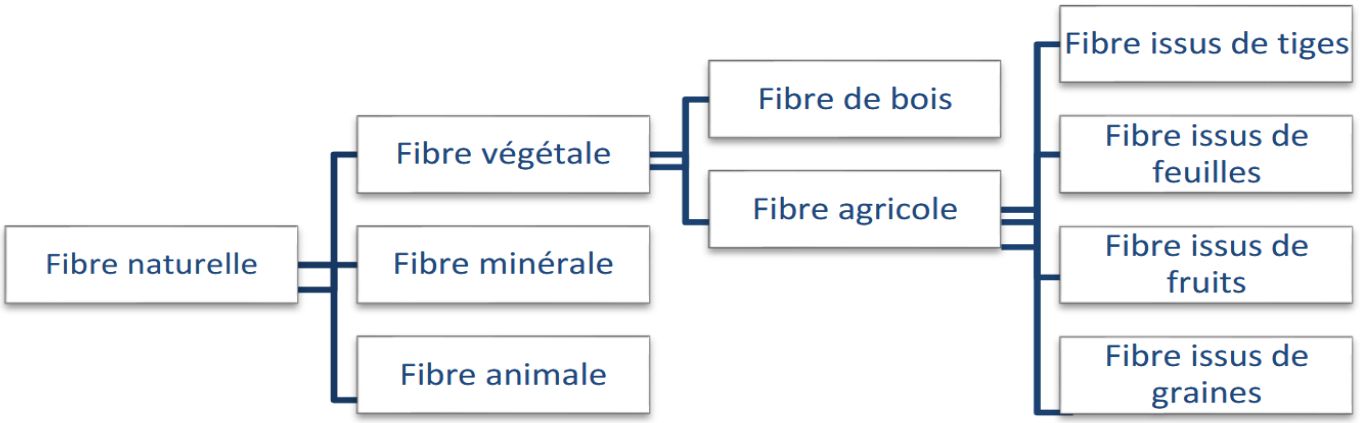


Figure I. 14*:Diagramme représentatif des différents types de fibres naturelles[18].*

2.1.1 Fibres animales :

Les fibres animales sont constituées de substances organiques de nature protéique et se présentent principalement sous trois formes [18] :

• les laines .
• les poils .
• les soies.

Parmi elles, la laine est la fibre la plus utilisée. Elle est reconnue pour ses bonnes propriétés d'isolation thermique, son fort pouvoir absorbant (16 à 18 %) ainsi que son élasticité élevée (jusqu'à 45 %). Ces fibres sont principalement employées dans l'industrie textile.

2.1.2 Fibres minérales :

Les fibres d'origine minérale sont essentiellement constituées de composés à base de silicium. Les plus couramment utilisées sont l'amiante et le basalte. Le basalte est une roche magmatique d'origine volcanique issue du refroidissement d'un magma, constituant une part importante de la croûte océanique.

Les fibres de basalte présentent des propriétés intéressantes, notamment une bonne résistance au feu, un coût relativement abordable et de bonnes performances mécaniques. Dans le cadre de cette étude, les fibres de basalte sont privilégiées en raison de leurs propriétés mécaniques et thermiques avantageuses. Il convient toutefois de noter que certaines fibres minérales peuvent présenter des impacts négatifs sur l'environnement et la santé des utilisateurs [18].

2.1.3 Fibres végétales :

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine, avec des proportions variables de composés extractibles non azotés, de matières protéiques, de lipides et de matières minérales. La composition exacte dépend fortement de l'espèce végétale, de son âge ainsi que de l'organe considéré [22].

2.1.3.1 Classification des fibres végétales :

Les fibres végétales sont classées en quatre catégories selon leur origine : fibres de feuilles, fibres de tiges, fibres de bois et fibres de surface [22]. Ces catégories sont illustrées dans la figure I.15.

- **Fibres de feuilles** : elles sont extraites des feuilles de plantes monocotylédones. Elles se présentent sous forme de faisceaux renforçant les feuilles sur toute leur longueur. Ces fibres sont généralement rigides et résistantes. Les exemples les plus connus sont le sisal et l'abaca.
- **Fibres de tiges** : elles proviennent des tiges de plantes dicotylédones et assurent le rôle de renforcement et de rigidité mécanique. Elles sont souvent commercialisées sous forme de faisceaux continus. Les fibres les plus utilisées sont le jute, le lin, la ramie, le kénaf et le chanvre.
- **Fibres de bois** : issues du broyage de végétaux ligneux tels que le bambou ou le roseau, elles sont généralement de courte longueur.
- **Fibres de surface** : elles recouvrent la surface des graines, fruits ou tiges. Parmi elles, les fibres de coton et de coco sont les plus représentatives.

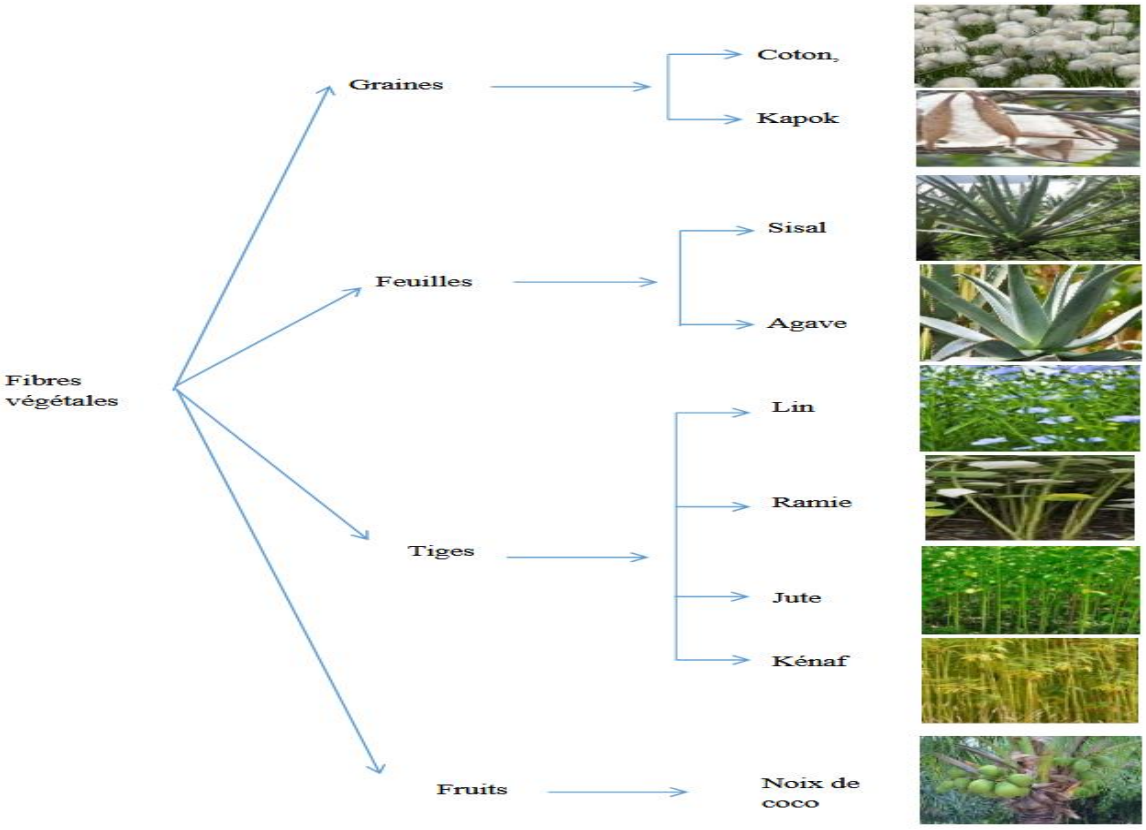


Figure I. 15 : Origine des fibres végétales [23]

2.1.3.2 ***Structure chimique des fibres végétales*** *:*

Les composantes chimiques principales des fibres lignocellulosiques se trouve en Proportion variables en cellulose, hémicellulose, les lignines et les pectines (Figure I.16).

La cellulose est un polymère de glucose,représentant 30 à 50 % en poids de biomasse Lignocellulosique (BMLC) sec. L'hémicellulose est un mélange d'hétéropolymères Contenant divers polysaccharides, tels que le xylane , le glucuronoxylane et le glucomannane, représentant 20 à 35 % en poids. Le reste15-30 % en poids est la lignine, qui est un multi substitué Polymèrephénolique [24] .

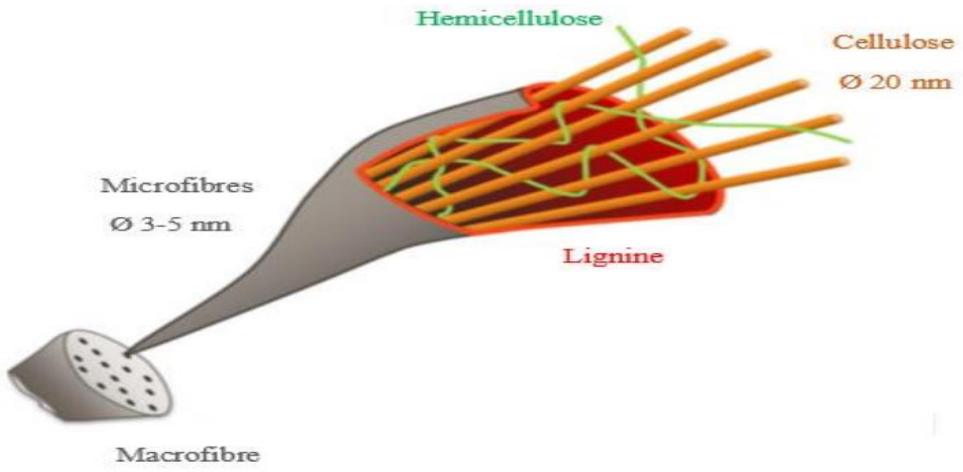


Figure I. 16: Structure schématique d'une fibre de biomasse lignocellulosique [23].

2.1.3.3 Composition chimiques des fibres végétales :

a) La cellulose :

La cellulose constitue l'un des principaux composants structuraux des fibres végétales. Elle représente le polymère naturel renouvelable le plus abondant disponible sur Terre [25].

Les microfibres et nanofibres de cellulose suscitent un intérêt croissant en raison de leurs excellentes propriétés mécaniques, notamment leur haute résistance et leur rigidité élevée, ainsi que de leur caractère renouvelable et biodégradable. Elles trouvent de nombreuses applications dans le développement de matériaux composites. En effet, ces micro- et nanostructures peuvent être utilisées comme renforts, améliorant significativement les propriétés mécaniques, thermiques et la biodégradabilité des composites [26].

La formule chimique générale de la cellulose peut être exprimée sous la forme $(C_6H_{10}O_5)_n$ ou $(C_6H_7O_2(OH)_3)_n$ [27].

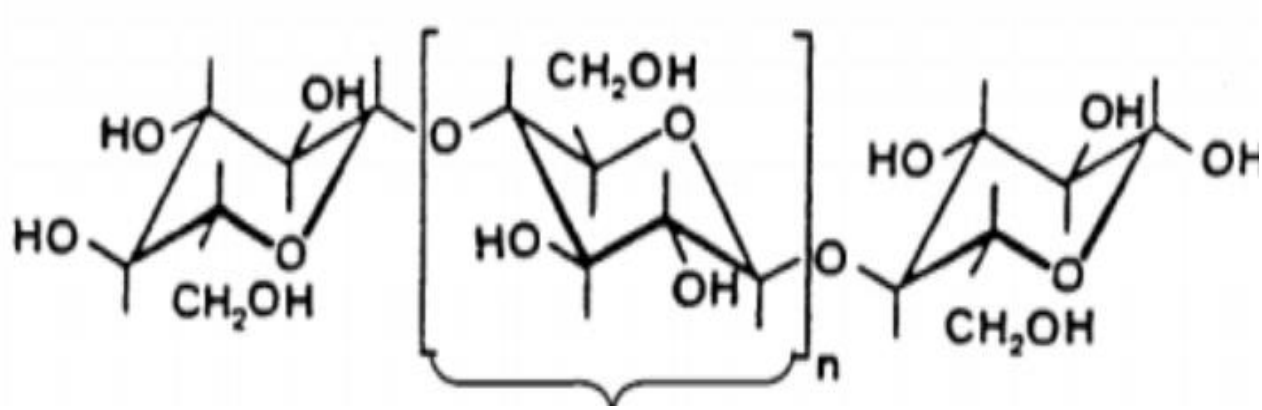


Figure I. 17 : Molécule de la cellulose [23]

b) Hémicellulose :

Après la cellulose, l'hémicellulose est la deuxième matière en abondance des plantes Végétales .

La structure chimique est plus complexe que celle de la cellulose. L'hémicellulose joue le rôle de liant dans la structure pariétale des plantes végétales. L'hémicellulose est située au niveau de la paroi cellulaire primaire et elle est hydrophile. Elle est composée de sucres cycliques à 06 et 05 carbones et elle est dans une structure ramifiée [28,29].

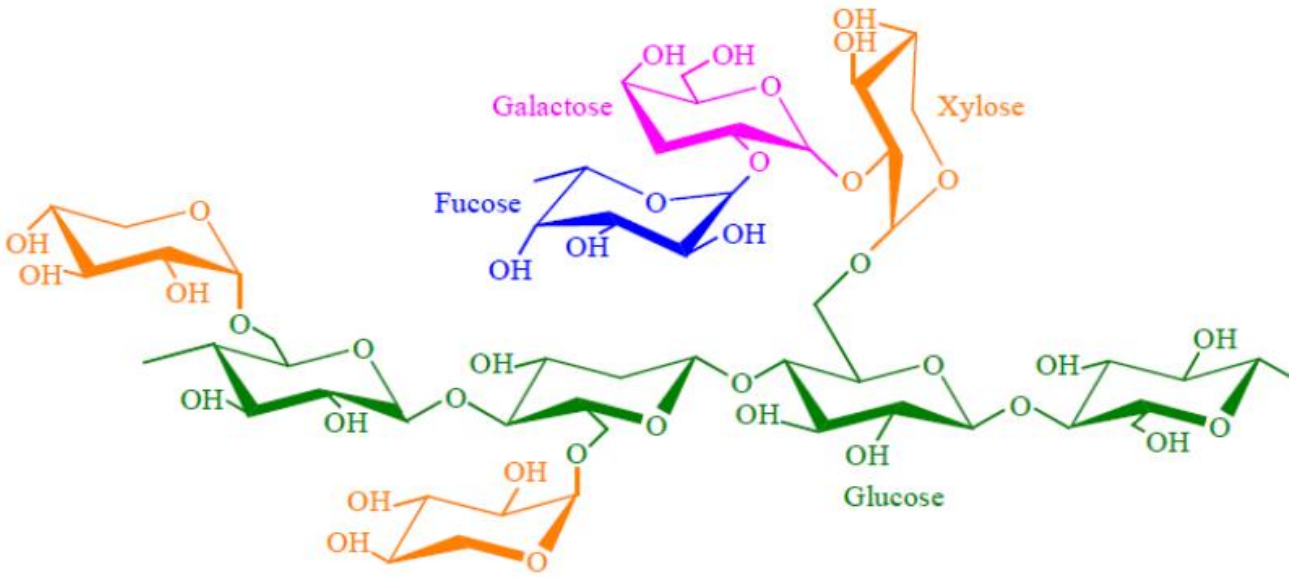


Figure I. 18*:Structure d'un type de xyloglucane. [23]*

c) Lignine :

La lignine est une substance tridimensionnelle amorphe, irrégulière et polymère Phénolique hautement ramifié et représente (15 à 30)% en poids de la biomasse lignocellulosique (BMLC). Les fonctions de la lignine dans la paroi cellulaire végétale doit couvrir le support structurel, Le transport d'eau et les nutriments , et émettre une protection pour empêcher les produits chimiques ou des attaques biologiques, et ainsi de suite. Bien que le produit chimique structure est extrêmement complexe , il est généralement admis que la lignine est formée via un processus de biosynthèse irrégulier construit à partir de trois monomères phénylpropanoïdes de base [30] .

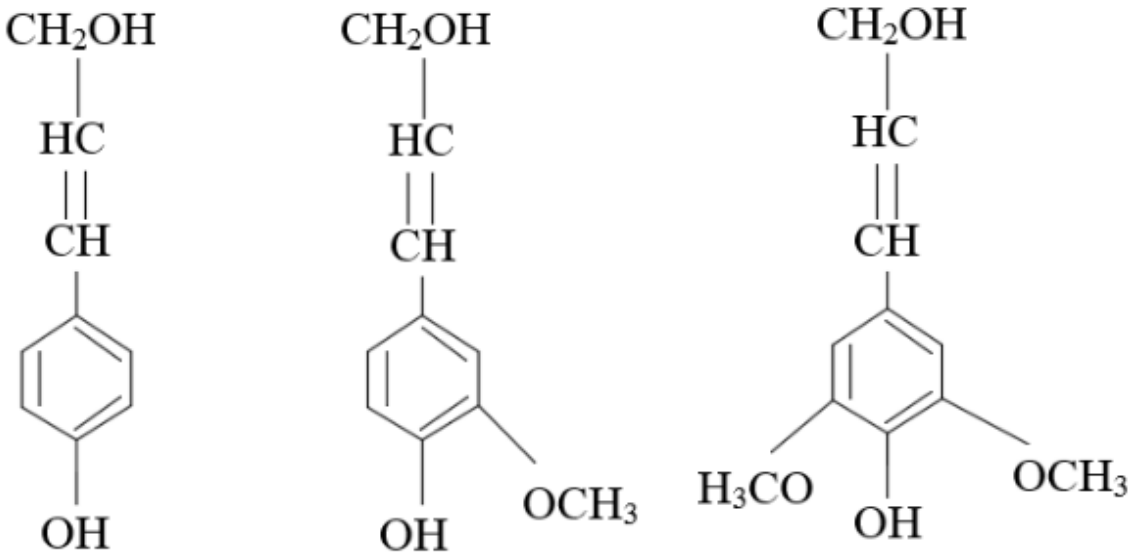


Figure I. 19*:Les trois alcools principaux qui constituent de la lignine [23]*

d) Pectine :

La structure de la pectine est fonctionnellement le plus complexe polysaccharide dans lesparois cellulaires végétales. La pectine a plusieurs fonctions dans la plante végétale :

La croissance, la morphologie, le développement et la défense des plantes et aussi sert de Polymère gélifiant et stabilisant dans divers aliments et de multiples utilisations biomédicales[31]. La structure des pectines de base est sous forme d'enchainement linéaire d'unités d'acide D-galacturonique (Figure I.20) [23].

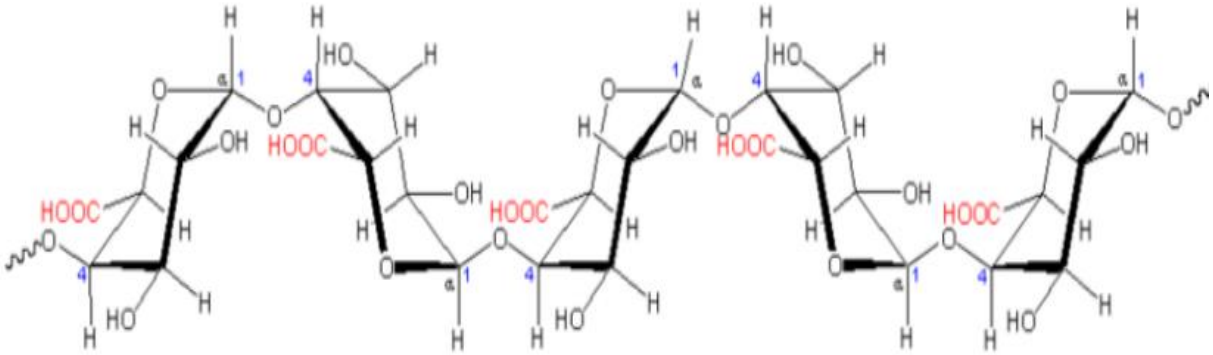


Figure I. 20:*Exemple de structure d'une chaine de pectine (acide polygalacturonique)* .

2.2 Méthodes d'extraction des fibres :

2.2.1 Extraction des fibres végétales :

Les fibres végétales destinées à être utilisées comme renforts dans les matériaux composites sont généralement extraites à partir de la chaîne de transformation de l'industrie textile. Au fil du temps, cette industrie a développé diverses techniques permettant de séparer les fibres du reste de la plante. Les méthodes couramment utilisées incluent l'extraction mécanique, chimique et biologique des fibres [32].

2.2.2 Prétraitements :

Les prétraitements des fibres végétales correspondent à des traitements chimiques ou mécaniques appliqués avant leur utilisation en textile ou en renforcement composite. Ils visent principalement à éliminer les impuretés naturelles présentes à la surface des fibres, telles que la lignine, les cires, les pectines et les matières grasses. Ces impuretés peuvent en effet nuire aux procédés de filature, de tissage et de teinture [33].

2.2.3 Extraction mécanique :

• **Teillage** : cette technique est utilisée pour séparer les fibres des tiges de plantes telles que le lin ou le chanvre. Elle repose sur une action mécanique combinant broyage et battage à l'aide de machines équipées de rouleaux cannelés. Les fibres sont progressivement libérées par écrasement successif, tandis que les fibres courtes (étoupes) et les résidus sont récupérés par aspiration [33].

• **Déflexion** : cette méthode combine grattage et battage des fibres à l'aide de machines appelées «raspadors ». Les tiges sont entraînées entre des éléments rotatifs munis de batteurs en acier et une table fixe, permettant de séparer les fibres de la matière ligneuse. Les résidus sont ensuite éliminés par tamisage, et l'écartement des outils peut être ajusté selon la nature des fibres [34].

• **Laminage** : dans ce procédé, les tiges sont découpées puis soumises à des opérations successives de compression par laminage ou pressage. Ces cycles répétés permettent de détacher progressivement les fibres de la matière végétale.

2.2.4 Extraction chimique :

L'extraction chimique repose sur la dissolution sélective des constituants non cellulosiques afin d'isoler la cellulose. Elle présente l'avantage de réduire le temps de traitement et la consommation énergétique par rapport aux méthodes mécaniques [33–35].

• **Procédé Kraft** : il s'agit d'un traitement alcalin utilisant une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) et de sulfure de sodium (Na_2S), permettant d'éliminer la lignine, les pectines et les hémicelluloses. La cuisson s'effectue généralement entre 170 °C et 175 °C pendant 2 à 4 heures.

• **Procédé au bisulfite** : ce procédé utilise des sels de l'acide sulfureux (sulfites ou bisulfites) pour dégrader la lignine. Les conditions opératoires varient selon le pH (1,5 à 5), la température (130 °C à 160 °C) et la durée de traitement (4 à 14 heures).

• **Procédé acide** : il repose sur l'utilisation d'acides forts, tels que l'acide sulfurique ou l'acide chlorhydrique, qui transforment la lignine en composés solubles, facilitant ainsi son élimination.

• **Procédé à la soude** : ce procédé utilise uniquement l'hydroxyde de sodium (NaOH) pour dissoudre les constituants non cellulosiques (lignine, pectines et hémicelluloses). Les paramètres de traitement sont ajustés selon le type et l'âge de la plante afin de préserver l'intégrité des fibres cellulosiques.

2.2.5 Extraction biologique :

• **Rouissage à terre** : il s'agit d'un procédé naturel dans lequel les tiges sont laissées sur le sol après récolte. L'action combinée des conditions climatiques et des micro-organismes permet de dégrader les composés non cellulosiques. Ce processus dure généralement de 6 à 8 semaines, mais reste fortement dépendant des conditions environnementales [33].

• **Rouissage à l'eau** : les tiges sont immergées dans l'eau afin de favoriser le développement de micro-organismes anaérobies qui dégradent les substances pectiques. Bien que cette méthode soit plus contrôlée que le rouissage à terre, elle peut entraîner des problèmes de pollution des eaux [34].

• **Action microbienne** : la dégradation des constituants non cellulosiques peut également être assurée par différents micro-organismes tels que les bactéries, les protozoaires et les champignons. Les bactéries hydrolysent principalement les hémicelluloses, les protozoaires dépolymérisent certaines pectines, tandis que les champignons participent à la dégradation des hémicelluloses et à l'utilisation des produits issus de l'hydrolyse [35].

2.3 Utilisation des fibres végétales (avantages et inconvénients) :

2.3.1 Avantages :

Les fibres végétales présentent de nombreux avantages qui justifient leur utilisation croissante dans divers domaines industriels [36] :

• **Faible coût** : elles constituent une alternative économiquement avantageuse, généralement moins coûteuse que les fibres synthétiques.

• **Bonnes propriétés mécaniques spécifiques** : elles offrent un bon rapport résistance/rigidité par rapport à leur faible densité, ce qui les rend adaptées à plusieurs applications techniques.

• **Biodégradabilité** : elles se décomposent naturellement en fin de vie, réduisant ainsi leur impact environnemental.

• **Non abrasives pour les outils** : leur utilisation ne provoque pas d'usure importante des équipements de transformation.

• **Faibles émissions de CO_2** : leur production génère généralement moins d'émissions de dioxyde de carbone comparée aux matériaux synthétiques.

• **Faible consommation énergétique** : leur fabrication nécessite moins d'énergie, contribuant à une meilleure efficacité énergétique globale.

• **Absence de résidus toxiques après incinération** : leur combustion ne génère généralement pas de résidus nocifs.
• **Faible irritation cutanée** : elles sont généralement plus sûres et confortables à manipuler.
• **Bonnes propriétés d'isolation thermique et acoustique** : elles peuvent être utilisées dans des applications nécessitant une isolation efficace.
• **Résistance au feu** : certaines fibres, comme le chanvre, présentent une bonne tenue au feu.
• **Ressource renouvelable** : elles proviennent de ressources naturelles renouvelables, assurant leur disponibilité durable.

2.3.2 Inconvénients :

Malgré leurs avantages, les fibres végétales présentent certaines limitations [36] :
• **Absorption d'eau élevée** : leur sensibilité à l'humidité peut altérer leurs propriétés mécaniques et physiques.
• **Faible stabilité dimensionnelle** : les variations d'humidité peuvent entraîner des changements de forme et de dimensions.
• **Durabilité limitée**:leur biodégradabilité, bien qu'avantageuse écologiquement, peut être un inconvénient pour les applications nécessitant une longue durée de vie.
• **Faible résistance thermique** :elles supportent des températures relativement faibles, limitant leur usage en environnements chauds.
• **Anisotropie des propriétés** :leurs caractéristiques mécaniques varient selon la direction, ce qui peut compliquer certaines applications.
• **Variabilité des propriétés** :leur qualité dépend des conditions de croissance, du climat et des méthodes agricoles, rendant la standardisation difficile.
• **Contraintes de gestion industrielle** :leur variabilité et leur sensibilité nécessitent une gestion rigoureuse des stocks et de la production.

2.4 Proprietes mecaniques et physiques des fibres naturelle :

Les fibres naturelles présentent un ensemble de propriétés mécaniques et physiques qui dépendent fortement de leur origine, de leur structure et des conditions de croissance. Sur le plan mécanique, elles se caractérisent généralement par une bonne résistance à la traction et un rapport résistance/densité intéressant, ce qui les rend attractives comme renforts dans les matériaux composites. Cependant, leur comportement reste anisotrope, avec des propriétés variant selon la direction des fibres.
Du point de vue physique, ces fibres sont légères et présentent une structure cellulosique leur conférant une certaine flexibilité ainsi qu'une capacité d'absorption d'humidité relativement élevée. Cette sensibilité à l'eau peut influencer leurs dimensions et, par conséquent, leur stabilité dans le temps. Malgré ces limitations, leurs propriétés globalement équilibrées, associées à leur caractère renouvelable, en font des matériaux largement étudiés pour des applications techniques et industrielles.

Tableau I. 4: Tableau récapitulatifs des propriétés mécaniques et physiques des fibres Naturelle *[18].*

Propriétés	Type de fibres								
	Lin	Chanvre	Jute	Ramie	Coco	Sisal	Coton	Basalte	Verre
Résistance à la traction (MPa)	800-1500	550-900	400-800	550	220	600-700	400	4000	3400
Module d'élasticité (E) (GPa)	52	70	10-30	44	6	38	12	89	73
(E/densité) spécifique	37	47	7-21	29	5	29	8	34	28.7
Allongement à la rupture (%)	1.2-1.6	1.6	1.8	2	15-25	2-3	3-10	3.15	4.6
Absorption d'eau (% de la masse)	7	8	12	12-17	10	11	8-25	0.03	
Densité	1.4	1.48	1.46	1.5	1.25	1.3	1.51	2.7	2.54
Conductivité thermique (W/m.k)	0.037	0.039	0.0359	-	-	0.034	-	0.031	0.8
Coût (euro/kg)	0.56-0.61	0.6-1.3	0.27	-	0.8	0.31	0.49	3	1.5
Tenue thermique (C°)	190-210	220	200	-	-	215	190	560-600	550
Consommation d'énergie de production KWh	1-4.16	-	-	-	-	-	-	5.5-9	-

2.5 Mise en œuvre des matériaux composites :

La mise en œuvre des matériaux composites regroupe l'ensemble des procédés permettant de fabriquer une pièce finale à partir de la combinaison de la matrice et du renfort. Elle dépend principalement de la nature des constituants, de la géométrie des pièces et des propriétés mécaniques recherchées. Les techniques de fabrication peuvent être manuelles ou automatisées et incluent notamment le moulage par contact, l'infusion sous vide, le moulage par compression ou encore l'enroulement filamentaire.

Ces procédés permettent d'assurer une bonne imprégnation des fibres par la matrice, de limiter les défauts internes (porosités, délaminage) et d'obtenir des structures homogènes et performantes. Le choix du procédé de mise en œuvre joue donc un rôle essentiel dans la qualité finale du matériau composite ainsi que dans ses propriétés mécaniques et sa durabilité.

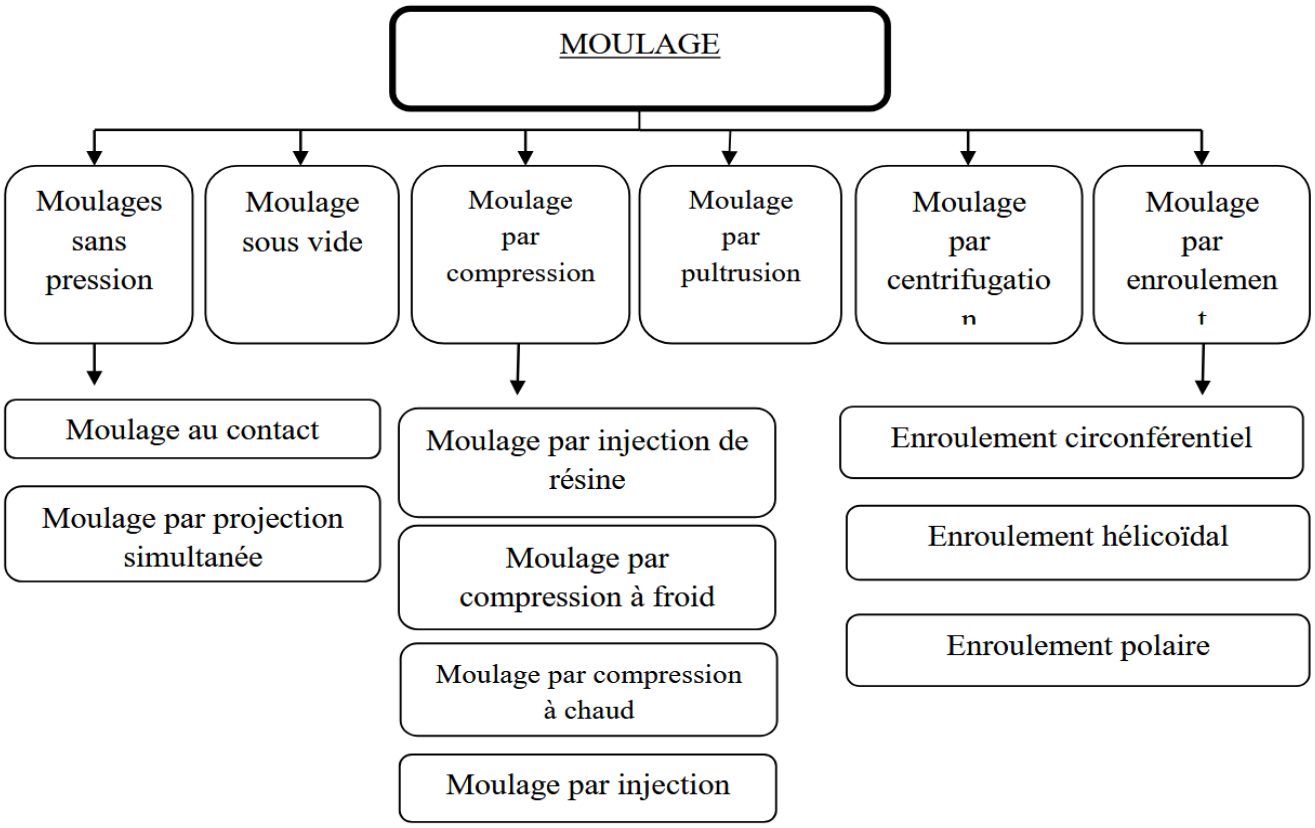


Figure I. 21:Différentes familles de moulage [37].

3 Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons étudié les matériaux composites en mettant en évidence leurs propriétés et leur importance, ainsi que leurs constituants de base et le rôle de chacun d'eux. Notre étude a également porté sur les concepts fondamentaux liés aux matériaux composites.

Par ailleurs, nous avons présenté une description détaillée des fibres naturelles, en abordant leurs différents types, leur structure et leur composition chimique, ainsi que leurs propriétés mécaniques et physiques. Nous avons également examiné les méthodes d'extraction de ces fibres, tout en mettant en évidence leurs avantages et leurs inconvénients .

Références bibliographiques du chapitre I :

[1]Pascal Celle, Marc Marzano, Les matériaux composites, Meudon : ANFA (Association nationale pour la formation automobile), 2014 .

[2]BOUGHEDIRI Sara, Réalisation d'un nouveau matériau biocomposite à base de Matrice résine, MÉMOIRE DE MASTER, Construction Mécanique, Université de Biskra,2019.

[3]ANFA, <dossier PEDAGOGIQUE_Les materiaux composites_ Page 06_ 1.pdf>. 2014

[4]Şafak, Y, Ahmet, Ç,. Mustafa, Ö., Hasan, S. (2018). Bio-composite materials: a Short review of recent trends, mechanical and chemical properties, and applications. European mechanical Science,2(3): 83-91. Doi: https://doi.org/10.26701/ems.369005.

[5]Callister, W.D. and D.G. Rethwisch, Materials science and engineering: an introduction. Vol. 7. 2007: John Wiley et Sons New York.

[6] Dermarkar, S., Matériaux composites à matrice métallique. Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques, 1990(M250): p. M250. 1-M250. 16.

[7] Bourban, P.-E. Matériaux composites à matrice organique: constituants, procédés, propriétés. Vol. 15. 2004 : PPUR presses polytechniques.

[8] Gharbi, A., Analyse des fissurations des matériaux composites et Détermination de leur délaminage utilisant des capteurs piézo-électriques,2005.

[9]https://grupfabregas.com/fr/les-avantages-des-materiaux-composites-pour-les-travaux-de-genie-civil/

[10]Ferahtia salah eddine ; Modélisation et simulation du comportement mécanique Des matériaux composites bidimensionnelle : Mémoire de Master Académique UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA 2016.

[11] Marrouche saif eddine , Effet de l'orientation et du type de fibres sur le comportement mécanique des matériaux composites,mémoire Licence , Génie des matériaux, Université Larbi Tébessi – Tébessa – 2024.

[12] BAKHOUCHE Hibat Erahmane ,Elaboration et Caractérisation Numérique de Biocomposite à Matrice Epoxy et Renfort Fibres de Sisal, Mémoire de Master,Construction Mécanique,Université Larbi Tébessi – Tébessa –2020.

[13]Site:https://www.polyvia-formation.fr/actualites/la-plasturgie-cest-quoi/les-composites-cest-quoi

[14] Dr. Takiyeddine MOUMENE ; Les composites : Mémoire de Master Université Ibn Khaldoun- Tiaret Faculté des Sciences de la Matière 2014.

[15] BERKOUS Radja , Elaboration et Caractérisation d'un Bio-composite à Base de PEHD Recyclé et de la Fibre de Lin, Projet de Fin d'Etudes, Génie des Procédés, Université 8mai 1945 Guelma,2019.

[16] https://www.mecastyle.com/calcul-de-structure-materiau-composite

[17] CARAMARO. L ; «Fibres et fils à usage technique» : Article université Claude-Bernard (Lyon-1), France 2005.

[18] Wassim GUERFALA ,Elaboration de bio-composite hybride à matrice Thermoplastique, MEMOIRE DE DOCTORAT, Mécanique des solides, des matériaux, L'ECOLE CENTRALE DE NANTES,2023
[19] DEGHBOUDJ Samir ; Matériaux Composites : Mémoire de Master , Université Echahid Cheikh Larbi Tebessi – Tébessa Faculté des Sciences et de la Technologie Département de Génie Mécanique.2020.
[20] Jean-Marie Berthelot ; Matériaux composites (comportement mécanique et analyse des structure) Livre 5eme édition 2012.
[21]Tahar Masri , Contribution à la modélisation des phénomènes de rupture des Matériaux composites, Université Mohamed Khider , Biskra, Mémoire de Magister 2006.
[22] Lynda BENGORIR, Caractérisation des fibres végétales locales, Mémoire de Master Genie des Procedes UNIVERSITE A. MIRA DE BEJAIA ,2021
[23]TOUAM Lakhemissi, EFFET DE LA FIBRE BIO SUR LE COMPORTEMENT MECANIQUE DES MATERIAUX COMPOSITES , MEMOIRE DE DOCTORAT, Génie Mécanique, Université Mohamed Khider – Biskra,2022
[24] Yao, L. Yong, C. L., Hong, Q.H, Feng, J.X., Xian,Y.W., Xing, F. (2017). Structural Characterization of Lignin and Its Degradation Products with Spectroscopic Methods. Journal of Spectroscopy, ID 8951658. https://doi.org/10.1155/2017/8951658
[25] Youssef, H, Lucian, A. L., Orlando, J. R. (2010). Cellulose Nanocrystals: Chemistry, Self-Assembly, and Applications. Chemical Reviews 2010 110 (6), 3479-3500.https://doi.org/10.1021/cr900339w
[26] Susheel, K, Alain, D., Bibin, M.C., Kaith, B. S., Luc, A., James, N., Elias, N. (2011). Cellulose- Based Bio- and Nanocomposites: A Review. International Journal of Polymer Science, v (2011), Article ID 837875, 1-35. https://doi.org/10.1155/2011/837875
[27] Nikolay, G. (2016). Catalytic methods of cellulose transformation in pure water into Valuable chemical substances. Material chemistry. Université de Bordeaux. English. FfNNT : 2016BORD0156
[28] Tezara, C., Siregar, J.P., Lim, H.Y., Fauzi, F.A., Yazdi, M.H., Moey, L.K., Li m, J.W.(2016).Factors that affect the mechanical properties of kenaf fiber reinforced polymer: Areview. Journal of Mechanical Engineering and Sciences (JMES) ISSN (Print): 2289 –4659;e-ISSN: 2231-8380 V(10), Issue 2, pp. 2159-2175, Universiti Malaysia Pahang, Malaysia.DOI: https://doi.org/10.15282/jmes.10.2.2016.19.0203
[29]Gurunathan,T.,Smita,M.,Sanjay,K.,N.(2015). A review of the recent Developments in biocomposites based on natural fibres and their application perspectives, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Volume 77, 1-25, ISSN 1359-835X. https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.06.007
[30] [Yao, L, Yong, C. L., Hong, Q.H., Feng, J. X., Xian,Y. W., Xing, F. (2017). Structural Characterization of Lignin and Its Degradation Products with Spectroscopic Methods. Journal of Spectroscopy, Article ID 8951658. https://doi.org/10.1155/2017/8951658
[31] Debra, M. (2008). Pectin structure and biosynthesis. Current Opinion in Plant Biology, V(11),Issue 3, 266-277. https://doi.org/10.1016/j.pbi.2008.03.006
[32] Dallel, M ; (2012), Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.) : caractérisation physico-chimique de la fibre ,Thèse de doctorat ,Université de Haute Alsace,154P

[33] Gallot-lavallee, O ; (2006) ; Etude de la charge d'espace et des phénomènes luminescents Comme précurseurs du vieillissement électrique d'une résine époxy utilisée dans l'isolation haute tension , Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 195 p.

[34] Mwaikambo, E.W ; (2011) ; Alfa Fibres : Chemistry , Structure, Properties , and Applications.

[35] Bakhouche, H.E ;(2020), Elaboration et Caractérisation Numérique de Biocomposite à Matrice Epoxyde et Renfort Fibres de Sisal, Mémoire de Master, Université Larbi Tébessi- Tébessa, 98 p.

[36] Achichi Zakaria – Bensalah Mohamed, Effet des fibres courtes d'Alfa sur le comportement Physico-mécanique des composites polyesters/ Alfa traitée et non traitée ,mémoire de master,Génie civil, Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique-Skikda,2024.

[37] CHENNOUFI Chihabeddine , Étude expérimentale des propriétés mécaniques d'un matériau composite renforcé par des verres longs avec différentes orientation MÉMOIRE DE MASTER, Construction Mécanique, Université de Biskra,2019.

Chapitre II :

Techniques et méthodologies expérimentales.

Chapitre II

Techniques et méthodologies expérimentales

1. Introduction :

En raison de leurs performances remarquables, de leur bonne résistance à la traction, de leur faible coût et de leur abondance naturelle, les fibres végétales cellulosiques représentent une excellente alternative aux fibres synthétiques utilisées dans le renforcement des matériaux composites. Cependant, l'extraction de ces fibres peut être complexe et parfois difficile à contrôler, car elles sont enchâssées dans une matrice constituée de bio-polymères tels que la lignine, la pectine et l'hémicellulose, dont le rôle est d'assurer la cohésion et la rigidité de la structure végétale.

La plante **Retama** (sphaerocarpa), largement répandue dans les régions arides et semi-arides, constitue une source potentielle intéressante de fibres naturelles. Ses tiges contiennent des fibres cellulosiques qui peuvent être valorisées pour des applications dans les matériaux composites biosourcés . Afin d'obtenir des fibres fines et utilisables, il est nécessaire d'éliminer partiellement les composés non cellulosiques tout en préservant l'intégrité structurale des fibres.

Il est également essentiel de maintenir un poids moléculaire élevé ainsi qu'un degré de cristallinité important de la cellulose contenue dans ces fibres, car ces paramètres influencent fortement les propriétés mécaniques finales des matériaux composites. Ce chapitre est consacré à la présentation de la plante **Retama sphaerocarpa**, aux méthodes d'extraction de ses fibres, à leurs traitements et à leur caractérisation .

2. Distribution géographique de Retama :

Le rétama sont des légumineuses arbustives adaptées aux milieux arides, semi-arides et côtiers. Elles jouent un rôle important dans la stabilisation des sols sableux et sont ainsi considérées comme des plantes fixatrices de dunes. Leur appellation dérive du terme biblique *"Rotem"*, transformé par les Arabes en *"R'tem"* ou *"Retam"* (Zohary, 1962).

Retama sphaerocarpa est largement distribuée dans la région méditerranéenne orientale ainsi que dans la péninsule du Sinaï (Boulos, 1999 ; Mittler et al., 2001).

En Algérie (Figure II.1), les rétames occupent une aire de répartition importante s'étendant du Nord vers le Sud (Thomas, 1968). Elles sont principalement localisées dans le Sud oranais, le sud de Djelfa, Aïn Sefra, Touggourt, ainsi qu'en Kabylie centrale, à Biskra et à Ouargla (Allal-Benfakih, 2006).

Le genre *Retama* en Algérie comprend trois espèces principales [1] :

- Retama monosperma .
- Retama sphaerocarpa .
- Retama raetam .

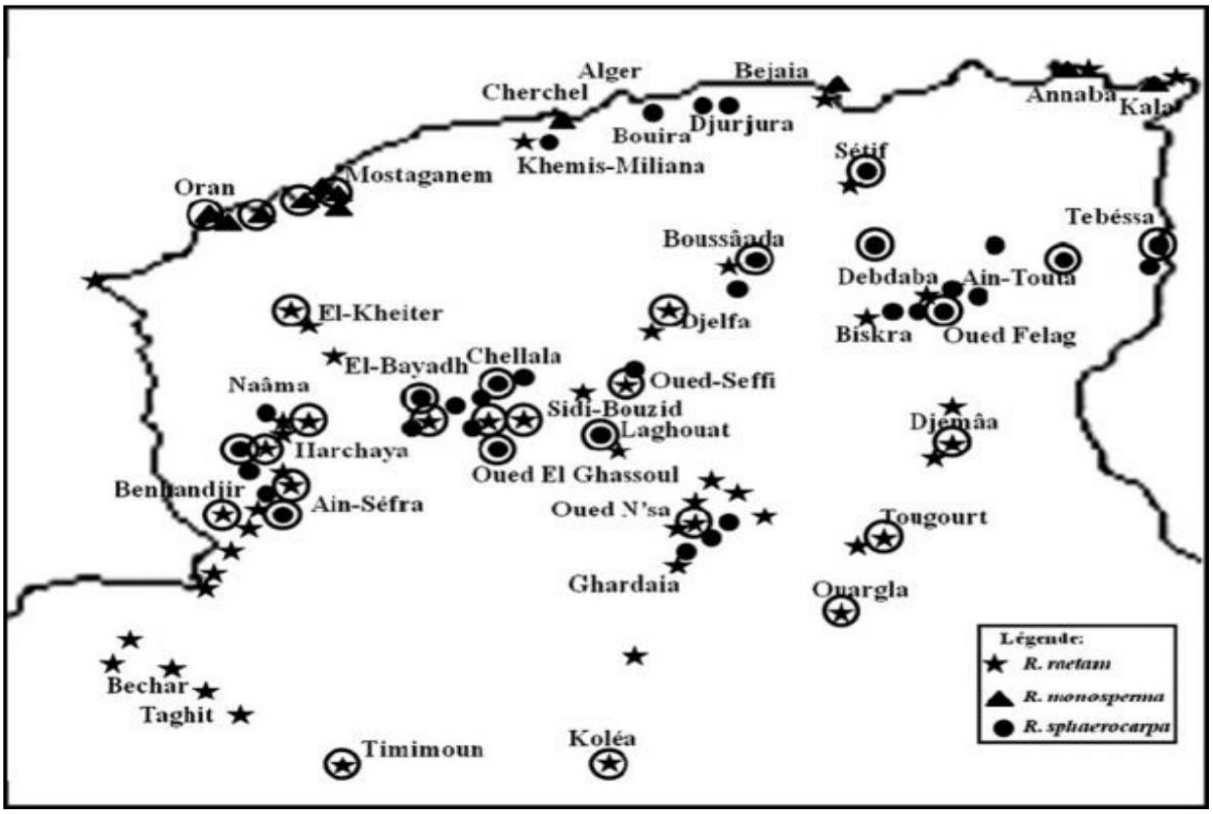


Figure II. 1*: Carte géographique de la répartition des retames en Algérie[1].*

3. Description botanique :

La **Retama sphaerocarpa** est un arbuste appartenant à la famille des Fabacées, largement répandu dans les régions arides et semi-arides du bassin méditerranéen, notamment en Afrique du Nord. Elle est particulièrement adaptée aux conditions climatiques difficiles grâce à sa forte résistance à la sécheresse et aux sols pauvres.

Cette plante se caractérise par des tiges vertes, fines et flexibles, qui assurent la photosynthèse en remplacement des feuilles, très réduites. Elle possède un système racinaire profond qui lui permet de capter l'eau en profondeur. Sur le plan écologique, elle joue un rôle important dans la lutte contre l'érosion et la désertification, en stabilisant les sols.

Du point de vue des matériaux, les fibres extraites de *Retama sphaerocarpa* sont des fibres lignocellulosiques naturelles. Elles présentent des propriétés intéressantes telles qu'une faible densité, une bonne résistance mécanique spécifique et une biodégradabilité, ce qui les rend adaptées au renforcement des matériaux composites écologiques.Toutefois, comme la plupart des fibres naturelles, elles présentent aussi des inconvénients, notamment une variabilité des propriétés et une sensibilité à l'humidité.

En résumé, *Retama sphaerocarpa* constitue une ressource naturelle prometteuse pour le développement de matériaux biosourcés, tout en ayant une importance écologique significative dans les zones arides



Figure II. 2 : *La plante de Retama sphaerocarpa* .

4. Systématique de Retama sphaerocarpa :

D'après Mahnane (2010), Retama sphaerocarpa est classée comme suit [2] :
Nom scientifique :retama sphaerocarpa
Règne : Végétal
Embranchement : Phanérogames
Sous Embranchement : Angiospermes
Classe : Dicotylédones
Ordre : Fabales
Famille : Fabacées
Genre : Rétama
Espèce : Rétama sphérocarpa (L.) Boisse [3].
Nom vernaculaire : Figel

5. Choix de la fibre végétale :

Dans la vaste diversité des fibres végétales disponibles, notre choix s'est porté sur la fibre de **Retama sphaerocarpa**, communément appelée *R'tam*. Ce choix s'inscrit dans une démarche visant à valoriser des ressources naturelles locales et à promouvoir l'utilisation de matériaux biosourcés dans le domaine des composites.

La plante étudiée provient des steppes algériennes, plus précisément de la région de Ouenza (Algérie), une zone caractérisée par un climat semi-aride. Elle a été récoltée durant la saison hivernale, au mois de décembre 2025, période favorable pour obtenir des fibres présentant une structure plus stable et une teneur réduite en humidité.

Le choix de la fibre de *Retama sphaerocarpa* repose sur plusieurs critères pertinents [4]. Tout d'abord, sa **disponibilité locale** constitue un avantage majeur, permettant de réduire les coûts liés au transport et de valoriser les ressources nationales. Ensuite, son **faible coût** de production en fait une alternative économique intéressante par rapport aux fibres synthétiques.

Par ailleurs, cette fibre se distingue par sa **faible densité**, ce qui contribue à l'allègement des matériaux composites, un atout important dans plusieurs applications industrielles. Elle présente également des **propriétés mécaniques acceptables**, notamment en termes de résistance spécifique, ce qui permet son utilisation comme renfort dans des matrices polymères.

Sur le plan environnemental, la fibre de *R'tam* possède un **caractère écologique**, étant biodégradable et issue d'une ressource renouvelable, ce qui répond aux exigences actuelles de développement durable. Enfin, elle se caractérise par une **facilité d'extraction et de traitement**, ne nécessitant pas de procédés complexes ou coûteux, ce qui facilite son intégration dans les procédés de fabrication.

Ainsi, l'ensemble de ces critères justifie pleinement le choix de la fibre de *Retama sphaerocarpa* comme matériau de renforcement dans cette étude.

6. Méthodes d'extraction de la fibre Retama Sphaerocarpa :

Les fibres lignocellulosiques sont constituées d'un assemblage de microfibrilles de cellulose intégrées dans une matrice amorphe composée principalement de lignine et d'hémicellulose. L'objectif principal de l'extraction des fibres de *Retama sphaerocarpa* est d'éliminer les composants non cellulosiques, tels que les pectines, la lignine, les cires et autres substances solubles, qui assurent la cohésion des faisceaux fibreux au sein de la plante.

Cependant, il est essentiel de préserver un **taux élevé de cellulose**, garantissant l'obtention de fibres longues, résistantes et adaptées à des applications de renforcement dans les matériaux composites [5]. Un contrôle rigoureux des conditions d'extraction est donc nécessaire afin d'éviter toute dégradation de la structure cellulosique.

6.1.Préparation des tiges Retama:

Avant toute opération d'extraction, une phase de préparation des tiges s'avère indispensable afin d'optimiser l'efficacité des traitements ultérieurs et d'améliorer la qualité des fibres obtenues.

La matière première se présente initialement sous forme de bottes de tiges brutes. Celles-ci peuvent contenir diverses impuretés, telles que des particules de sol, des racines, de la poussière ou encore des débris végétaux. De plus, la présence de tiges mortes ou dégradées peut altérer la qualité finale des fibres. La première étape consiste donc en un **tri minutieux et un nettoyage** visant à éliminer l'ensemble des impuretés et des éléments indésirables, afin de ne conserver que des tiges saines et exploitables.

Par la suite, les extrémités des tiges sont sectionnées. Cette opération est justifiée par la forte variation du diamètre le long de la tige. En effet, l'extrémité supérieure se présente généralement sous forme effilée et fragile, tandis que la partie inférieure est plus rigide, souvent courbée et riche en matière lignifiée. L'élimination de ces zones hétérogènes permet d'obtenir une matière première plus homogène, favorable à une extraction uniforme et efficace des fibres [6].

6.2.Extraction des fibres de Retama (biologique et mecanique) :

L'extraction des fibres naturelles de **Retama sphaerocarpa** a pour objectif d'obtenir un matériau présentant de bonnes propriétés mécaniques, tout en privilégiant des procédés simples, économiques et respectueux de l'environnement. Dans cette optique, une approche combinant des méthodes biologique (rouissage) et mécanique a été adoptée dans cette étude.

Les tiges fraîches de Retama ont été récoltées dans une région à climat méditerranéen durant la période hivernale, période favorable à la stabilité structurale des fibres. Après la récolte, les tiges ont subi une opération de nettoyage visant à éliminer les impuretés superficielles telles que la poussière, le sable et les résidus organiques.

Par la suite, les tiges ont été découpées en sections d'environ 50 à 70 cm afin de faciliter leur manipulation et d'assurer une immersion homogène lors du traitement biologique (Figure 3-a) .

Ces sections ont été totalement immergées dans un récipient contenant de l'eau à température ambiante (Figure 3-b). Cette immersion permet d'activer un processus de dégradation microbiologique des substances pectiques, responsables de la cohésion entre les faisceaux fibreux, connu sous le nom de rouissage. Cette étape s'est déroulée sur une durée d'environ trois à quatre semaines, durée suffisante pour assurer une séparation efficace des fibres sans altération significative de la cellulose.

À l'issue du rouissage, les fibres ont été extraites par des procédés mécaniques simples, notamment le battage et le grattage, permettant de dissocier les faisceaux fibreux de la matrice lignocellulosique résiduelle. Ces opérations facilitent l'élimination des fragments de lignine et d'hémicellulose encore adhérents aux fibres (Figure 3-C).

Enfin, les fibres obtenues ont été soigneusement lavées à l'eau claire afin d'éliminer les résidus issus du rouissage, puis séchées à l'air libre pendant une durée comprise entre 24 et 48 heures, jusqu'à stabilisation de leur masse. Cette étape de séchage est essentielle pour éviter toute dégradation biologique ultérieure et garantir la conservation des propriétés mécaniques des fibres.

La figure(II-3) correspondante présente de manière synthétique les différentes étapes du procédé d'extraction des fibres de Retama sphaerocarpa, depuis la préparation des tiges jusqu'à l'obtention des fibres sèches prêtes à être utilisées .

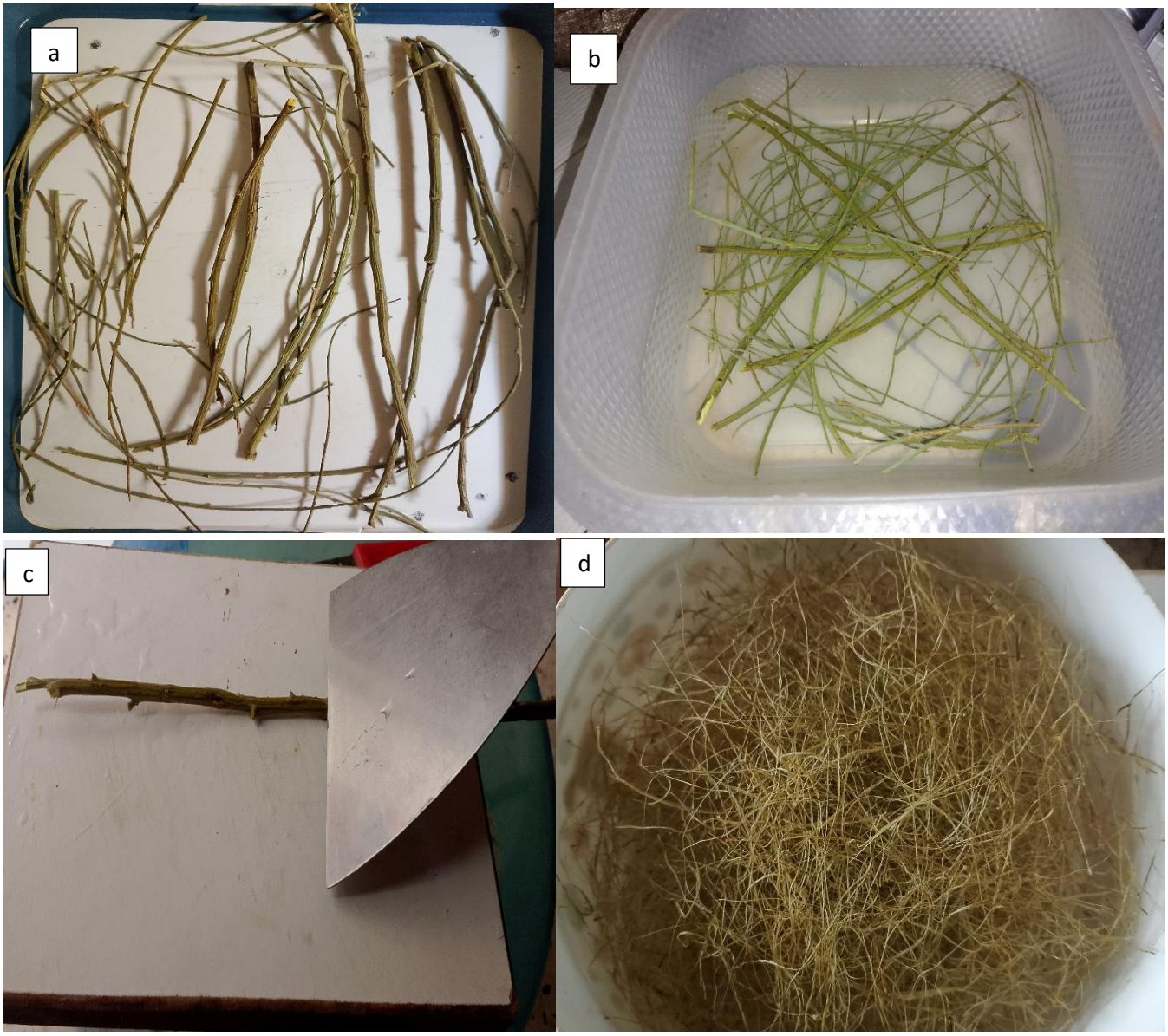


Figure II. 3:les étapes d'extraction:(a) tiges coupées **, (b)** rouissage**, (c)** brossage**, (e)** séchage **.**

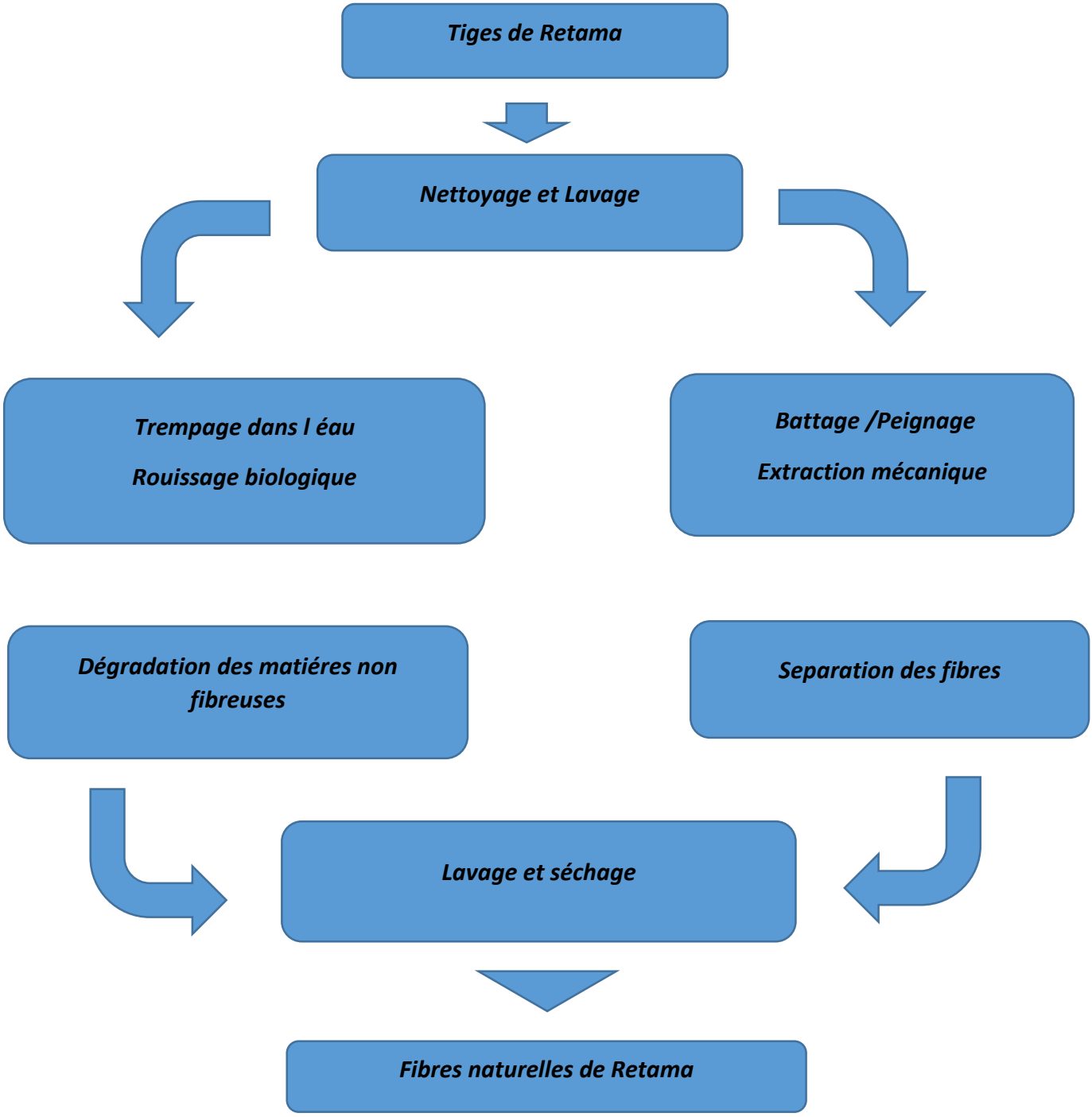


Figure II. 4:schéma court de l'extraction des fibres de Retama sphaerocarpa par methode biologique et mécanique.

7. Traitements chimiques :

Les traitements chimiques se distinguent par leur capacité à nettoyer la surface des fibres tout en modifiant leurs propriétés physico-chimiques. Ces procédés permettent de réduire l'absorption d'eau, d'améliorer la rugosité de surface et d'optimiser l'adhésion interfaciale entre les fibres et la matrice. Le choix de la méthode de traitement repose sur plusieurs critères essentiels [7] :

• une efficacité élevée du traitement .
• la préservation de l'intégrité structurale interne des fibres .
• l'utilisation de réactifs facilement disponibles à grande échelle, compatibles avec une industrialisation et ayant un impact environnemental limité .
• la mise en œuvre de techniques simples, ne nécessitant pas d'équipements ou d'instrumentations complexes.

7.1.Matériaux et appareils utilisés dans traitement chimique :

7.1.1. Matériaux utilisés :

Les matériaux employés dans cette étude comprennent :

- des fibres naturelles issues de *Retama sphaerocarpa,* utilisées comme renfort.
- une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) pour le traitement alcalin.
- De l'eau distillée est utilisée pour les opérations de rinçage et de dilution, tandis que l'acide sulfurique est employé dans certaines étapes de traitement chimique afin de **neutraliser les résidus d'hydroxyde de sodium (NaOH)** après le traitement alcalin des fibres.

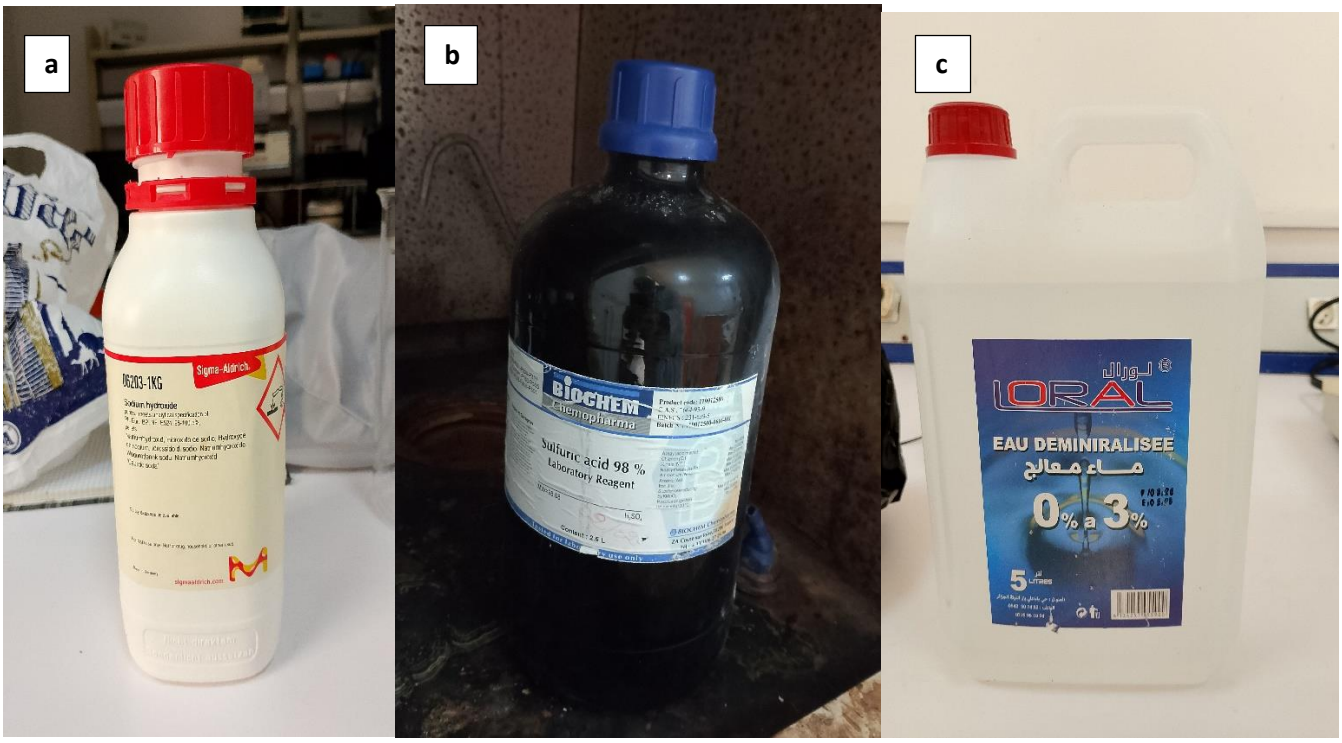
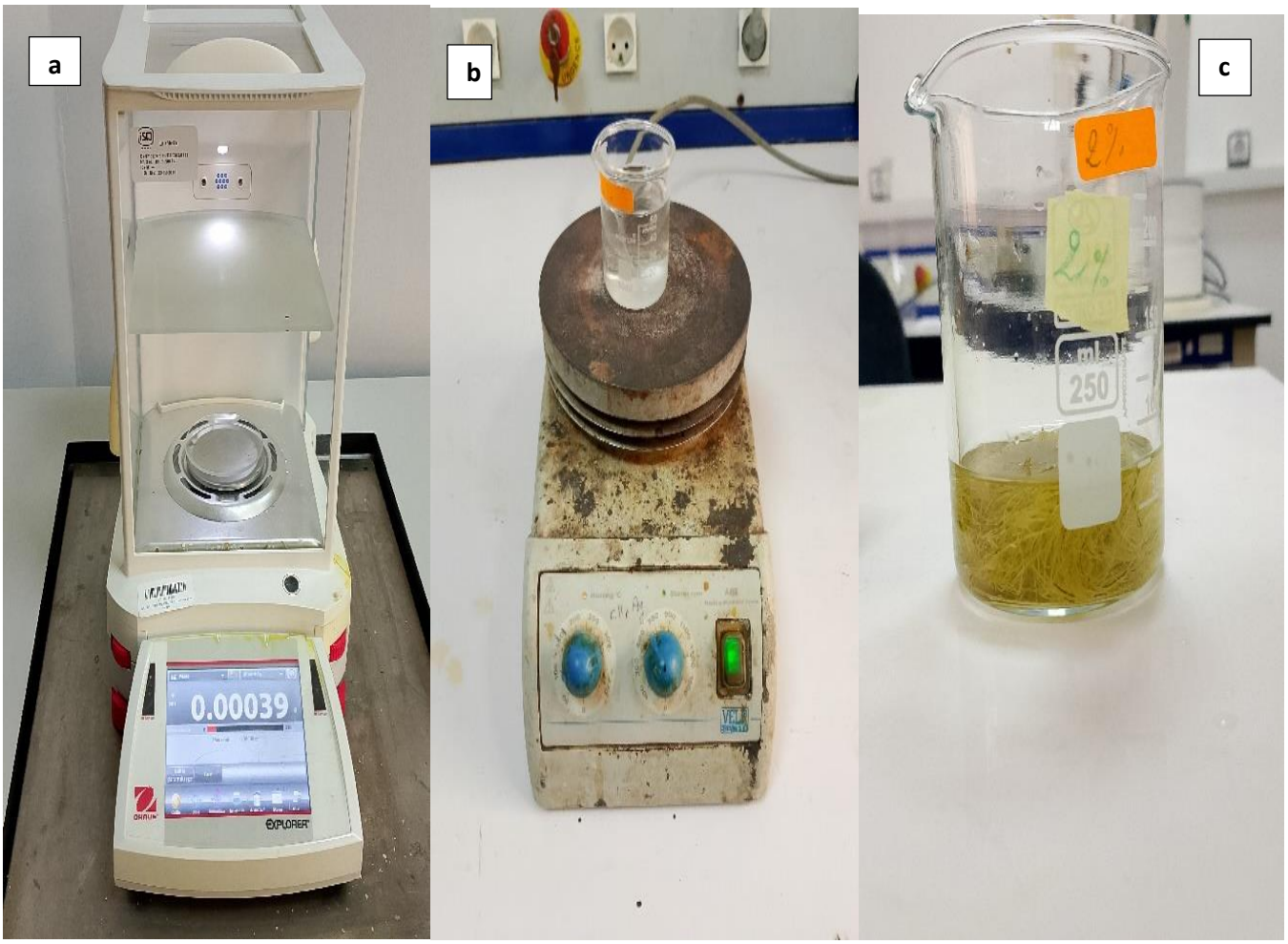


Figure II. 5 : **Matériaux utilisés dans traitemant chimique :**
a)Solution de sodium Hydroxide (NaOH) , b)Eau distillée , c) L'acide sulférique .

7.1.2. Appareils utilisés :

Les dispositifs expérimentaux mobilisés dans cette étude comprennent :

- un bécher en verre utilisé comme récipient de réaction.
- un agitateur magnétique assurant l'homogénéisation des solutions.
- une plaque chauffante permettant le contrôle de la température.
- une balance électronique pour la mesure précise des masses.
- une étuve destinée au séchage des échantillons.
- un papier filtre ou un tamis pour les opérations de séparation solide/liquide.



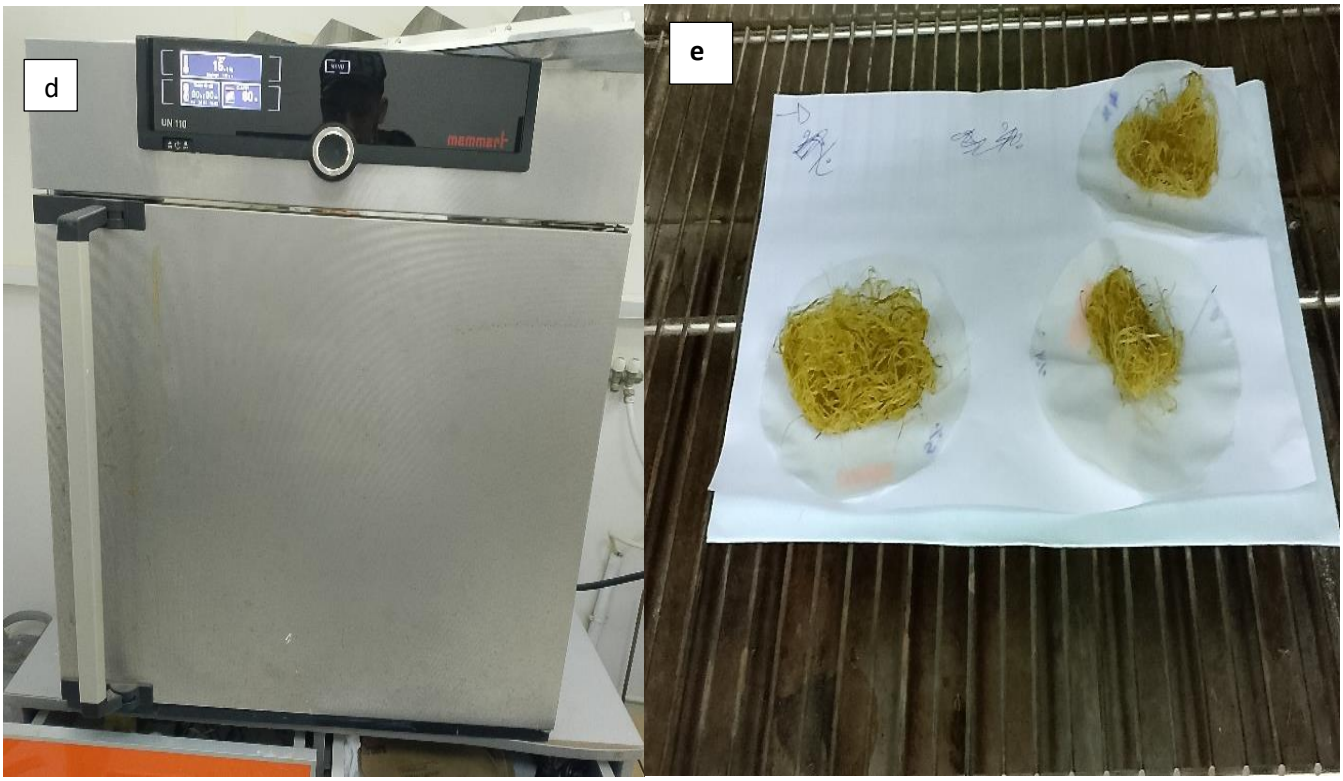


Figure II. 6*: *appareils utilisés dans traitemant chimique :a) Balance électronique, **b)**Agitateur magnétique, **c)** Bécher(en verre), **d)** Etuve, **e)**Papier filtre.

7.2.Traitement alcalin :

Les propriétés mécaniques des composites polymères renforcés par des fibres naturelles, telles que celles de Retama sphaerocarpa, demeurent généralement inférieures à celles des composites à fibres synthétiques. Cette limitation est principalement liée au caractère hydrophile des fibres naturelles, qui réduit leur compatibilité ainsi que leur adhésion avec les matrices polymères hydrophobes. Par conséquent, l'amélioration des performances mécaniques constitue un enjeu majeur dans ce domaine de recherche.

L'optimisation de l'adhésion fibre/matrice peut être obtenue par la modification de la surface des fibres via des traitements chimiques. Parmi ceux-ci, le traitement alcalin, également appelé mercerisation, est l'un des procédés les plus couramment utilisés. Ce traitement permet l'élimination partielle de la lignine, de l'hémicellulose, des cires et des impuretés présentes à la surface des fibres, grâce à la rupture des liaisons hydrogène au sein de leur structure. Il en résulte une augmentation de la rugosité de surface, favorisant ainsi un meilleur ancrage mécanique avec la matrice polymère [8].

La réaction chimique associée au traitement alcalin peut être exprimée par l'équation suivante :

$$Fibre–OH + NaOH \rightarrow Fibre–O^{-}Na^{+} + H_2O \qquad (II.\ 1)$$

Dans le cadre de cette étude, les fibres de Retama sphaerocarpa ont été immergées dans des solutions de NaOH de concentrations variées (2 %, 3 %, 4 %, 5 % et 10 %) pendant une durée de 4 heures à température ambiante. À l'issue du traitement, les fibres ont été soigneusement rincées à l'eau distillée afin d'éliminer l'excès de soude. Les résidus de NaOH ont ensuite été neutralisés à l'aide d'une solution d'acide sulfurique (H_2SO_4) à 1 % pendant 10 minutes. Enfin, les fibres ont été séchées dans une étuve à 60 °C pendant 6 heures avant leur utilisation dans l'élaboration des composites.

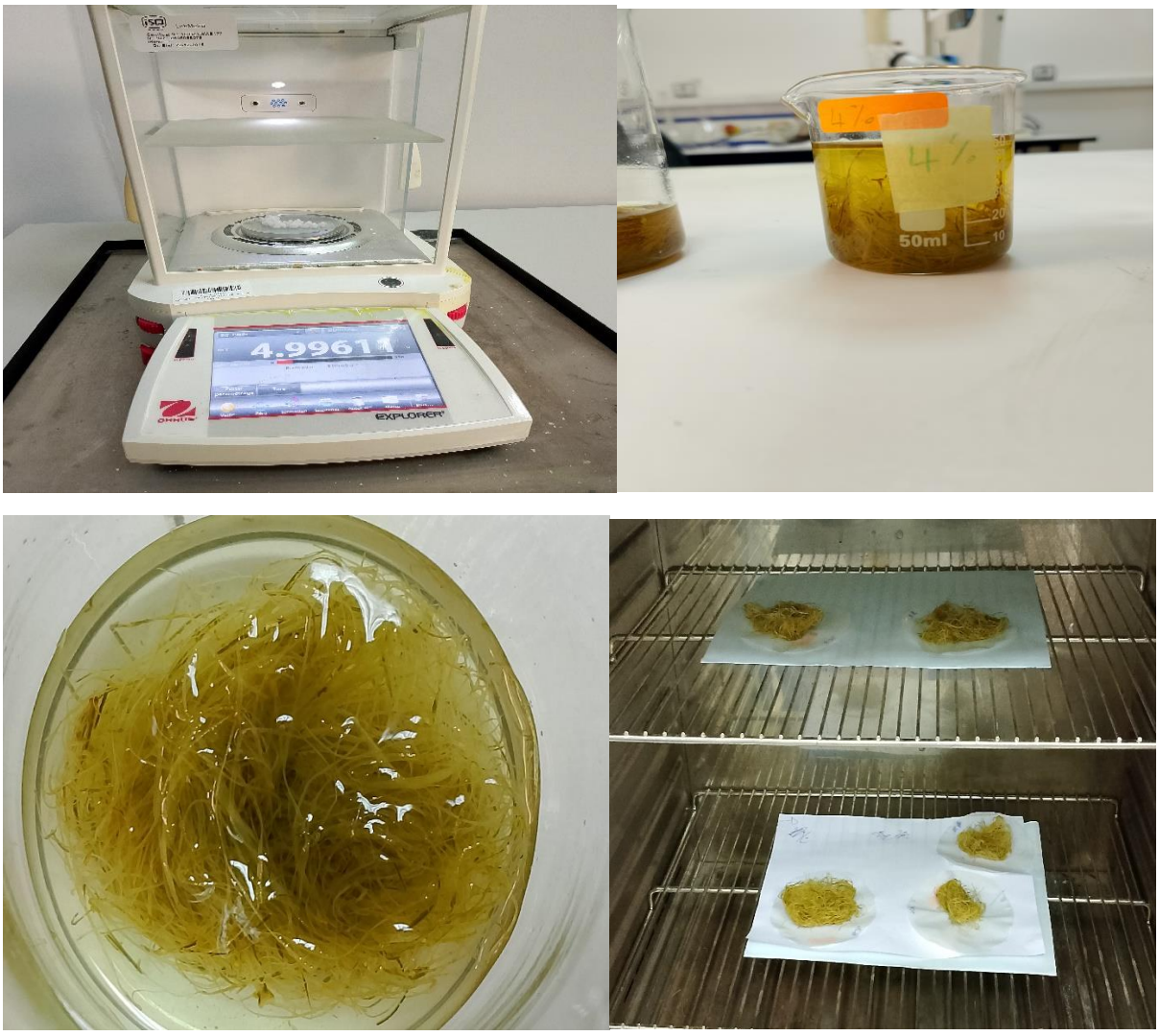


Figure II. 7 *: Etapes du traitement chimique des fibre naturelles par une solution de NaOH .*

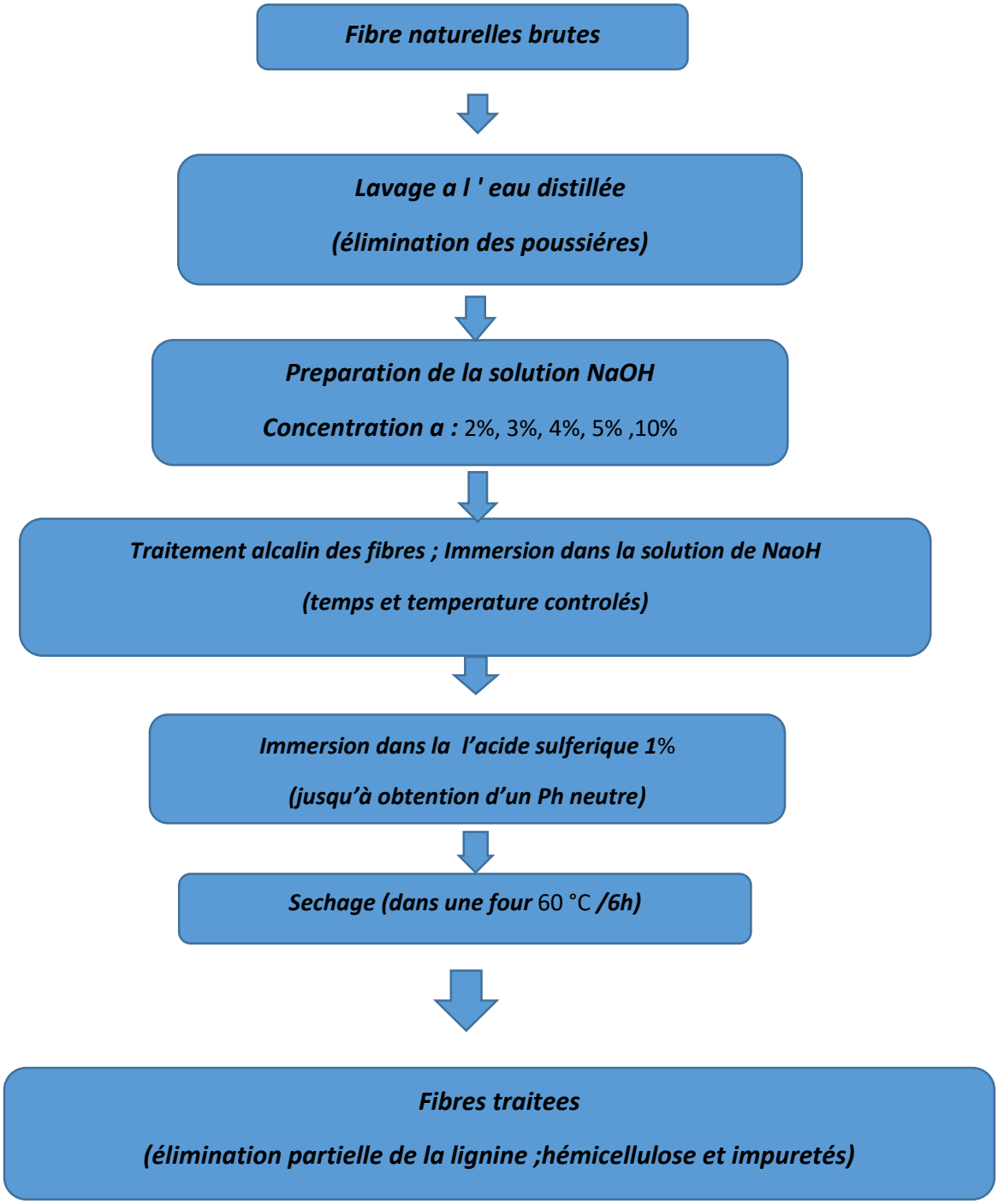


Figure II. 8 *:* Schéma du traitement chimique alcalin des fibre naturelles par NaOH

8. Caractérisation des fibres :

8.1.caractérisation morphologique par microscopie électronique à balayage(MEB) :

Les observations morphologiques des fibres naturelles ont été réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB). L'appareil utilisé est un microscope de type **Gemini SEM 300** de la marque ZEISS, mis à disposition au Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI) de Chéraga (figure II.9) .

Ce microscope est doté d'un système de détection performant permettant l'acquisition d'images à haute résolution de la surface des échantillons. Il est également couplé à un détecteur EDX, offrant la possibilité de réaliser une analyse élémentaire en complément de l'étude morphologique.

Le principe du MEB repose sur l'interaction d'un faisceau d'électrons focalisé avec la surface de l'échantillon, générant différents types de signaux, notamment les électrons secondaires et les électrons rétrodiffusés. Ces signaux sont exploités pour produire des images détaillées de la topographie et de la microstructure des fibres.

Cette technique permet ainsi d'observer avec précision la morphologie des fibres, notamment leur diamètre, leur rugosité de surface, ainsi que la présence éventuelle de défauts ou d'impuretés.







***Figure II. 9* :** *Microscope électronique à balayage (MEB) de type GeminiSEM 300 utilisé au Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI) de Chéraga .*

8.2. Caracterisation Physique :

8.2.1. Mesure du densite(ρ) :

La densité des fibres traitées et non traitées a été déterminée conformément à la norme ASTM D792, en utilisant une méthode fondée sur le principe d'Archimède [10]. Les mesures ont été réalisées au Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI).

Cette méthode repose sur une double pesée de l'échantillon, effectuée à température ambiante (18,7 °C), d'une part à l'air libre et d'autre part en immersion dans un liquide de référence, en l'occurrence l'acétone. La différence de masse mesurée permet d'évaluer la poussée d'Archimède exercée sur l'échantillon et, par conséquent, de déterminer sa densité.

La densité est ensuite calculée à partir de la relation suivante :

$$\rho f = \frac{\rho e\, mf}{mf - mt} \qquad (II.\ 2)$$

ρf : la densité des fibres.
ρe : la densité de acétone (0,79 g/cm³ à 20 °C).
mf : la masse de acétone dans l'air.
mt : la masse totale de l'échantillon immergé dans acétone .
me : la masse de acétone seul.



Figure II. 10 ***: Mesure de la densité des fibres :***

(a) échantillon à tester (b) Banc d'essai pour ladétermination de la densité .

8.2.2. Mesure du diametre(d) :

Le diamètre des fibres a été déterminé à l'aide d'un microscope optique de type *Nikon Eclipse LV100ND*, équipé d'une caméra numérique permettant l'acquisition et l'analyse des images via le logiciel NIS-Elements. Cet équipement offre une plage de grossissement comprise entre ×50 et ×1500 (Figure 11.a).

Afin d'obtenir une estimation représentative du diamètre moyen, les mesures ont été effectuées en trois points distincts le long de chaque fibre : au niveau de la section médiane ainsi qu'aux deux extrémités (Figure 11.b). Cette approche permet de prendre en compte les éventuelles variations dimensionnelles le long de la fibre et d'améliorer la fiabilité des résultats obtenus.

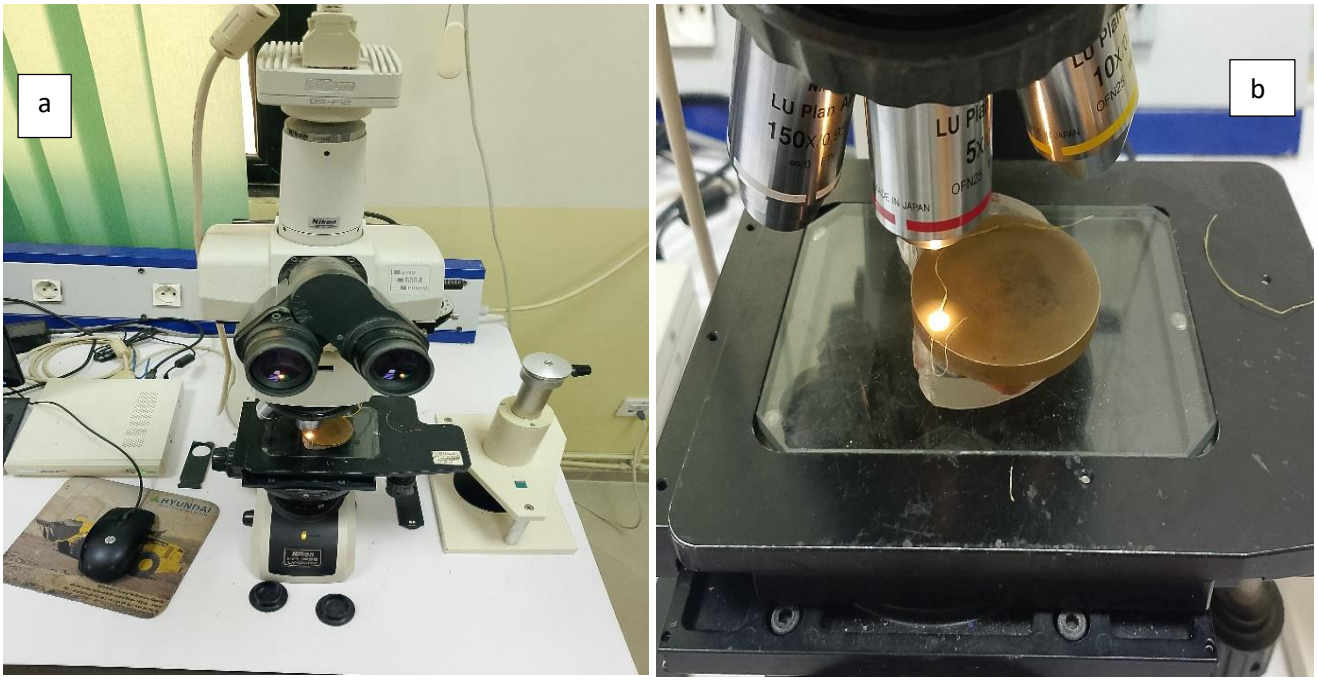


Figure II. 11 *: **a)** Microscope optique Nikon Eclipse LV100ND, **b) échantillon de fibre de retama.***

8.2.3. Analyse par diffraction des rayons X(Methode de poudre) :

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique d'analyse couramment utilisée pour identifier les phases cristallines présentes dans un matériau, ainsi que pour déterminer des paramètres structuraux tels que l'indice de cristallinité (CI) et la taille des cristallites (CS). Ces paramètres jouent un rôle déterminant dans les propriétés mécaniques du matériau.

Le principe de cette technique repose sur l'irradiation de l'échantillon par un faisceau de rayons X monochromatique, suivie de la mesure de l'intensité des rayons diffractés en fonction de l'angle de diffraction (2θ). Les données obtenues sont représentées sous forme de diffractogramme, caractéristique de la structure cristalline du matériau analysé.

La méthode des poudres est particulièrement adaptée aux matériaux polycristallins ou faiblement ordonnés, tels que les fibres naturelles. Le phénomène de diffraction obéit à la loi de Bragg, qui établit une relation entre l'angle de diffraction et les distances interréticulaires au sein du cristal, permettant ainsi l'interprétation des structures cristallines

$$2d_{hkl} \sin = n \lambda \qquad (II.\ 3)$$

d_{hkl} : est la distance qui sépare deux plans orientés (hkl) appelée distance inter-réticulaire .

λ : est la longueur d'onde de la radiation utilisée .

θ : est le demi-angle de diffraction des RX .

n : est un nombre entier représentant l'ordre de diffraction.

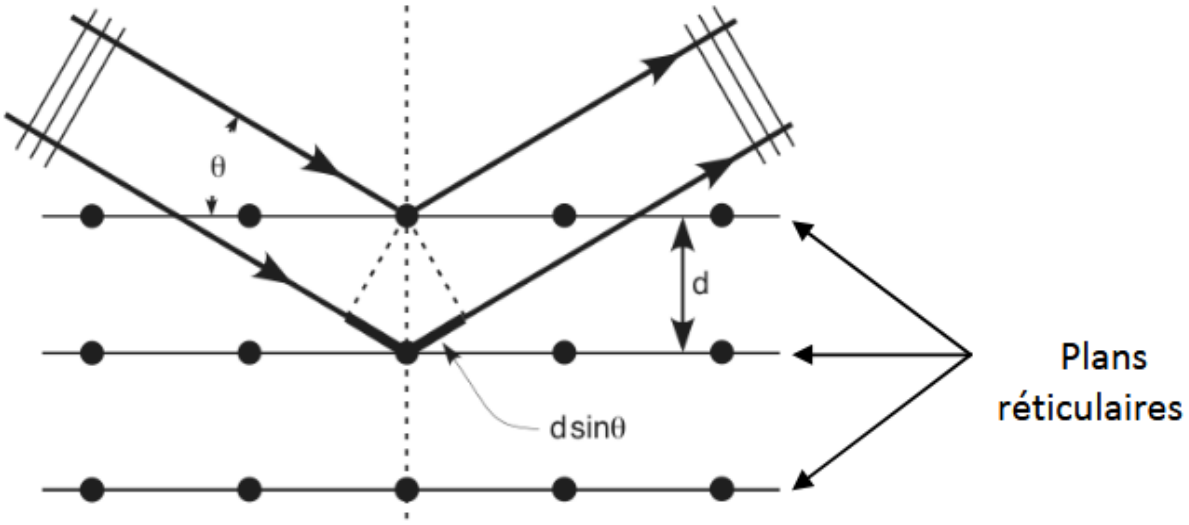


Figure II. 12 *: Schéma de loi de bragg*

Les analyses ont été réalisées à température ambiante à l'aide d'un diffractomètre de type *D2 Phaser* (Bruker), utilisant un rayonnement Cu-Kα de longueur d'onde λ = 1,54184 Å. Le générateur a été réglé à une tension de 30 kV et une intensité de 10 mA.

Les échantillons, préalablement broyés afin d'obtenir une poudre homogène, ont été déposés sur un porte-échantillon puis analysés dans un intervalle angulaire (2θ) compris entre 10° et 80°, avec une vitesse de balayage de 1°/min [11].

L'indice de cristallinité des fibres a été déterminé selon la méthode empirique de Segal, en utilisant l'expression suivante [8] :

$$CI = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100 \qquad (II.\ 4)$$

Où $\mathbf{I_{002}}$ représente l'intensité maximale du pic cristallin situé autour de 2θ ≈ 22°, tandis que $\mathbf{I_{am}}$ correspond à l'intensité minimale associée à la phase amorphe, observée aux environs de 2θ ≈ 15°.

Par ailleurs, la taille des cristallites (CS) a été estimée à partir de l'équation de Scherrer :

$$CS = \frac{k\,\lambda}{\beta\,cos\theta} \qquad (II.\,5)$$

Où **CS** est exprimée en **nanomètres (nm)**, **k** est la constante de Scherrer (0.9), **λ** est la longueur d'onde du rayonnement X (Å), **β** représente la largeur à mi-hauteur du pic de diffraction (en radians) et **θ** est l'angle de diffraction.

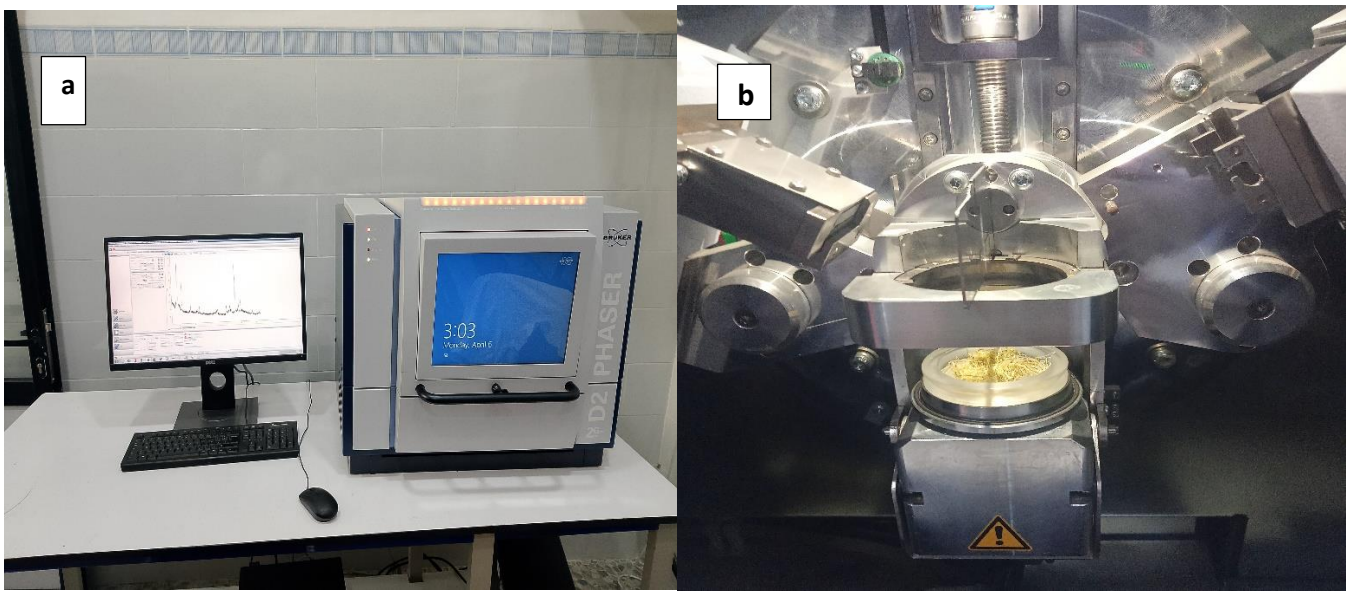


Figure II. 13 ***: Analyse par diffraction des rayons X : (a) machine DRX D2 Phaser-Bruker , (b) chambre échantillon .***

8.3. Caracterisation thermique :

8.3.1. Analyse thermogravimétrique(ATG) :

L'évaluation de la stabilité thermique des fibres naturelles à différentes températures représente un paramètre essentiel, notamment parce que les composites thermoplastiques renforcés par ces fibres sont généralement transformés à des températures élevées [12]. Dans cette optique, une analyse thermogravimétrique (ATG) a été menée afin d'étudier le comportement de dégradation thermique des fibres et d'identifier les conditions de mise en œuvre les plus appropriées pour l'élaboration des composites [13].

Pour ce faire, les essais d'ATG ont été réalisés à l'aide d'un analyseur thermogravimétrique **Q600 V20.9 Build 20**. Les échantillons ont été déposés dans des creusets en céramique d'alumine puis soumis à un programme de chauffage progressif allant de **20°C à 600°C**, avec une **vitesse de chauffage fixée à 10 °C/min**. La masse des échantillons a été choisie en fonction de la capacité des creusets utilisés. L'ensemble des analyses a été effectué sous **atmosphère inerte d'argon**, avec un **débit de 60 ml/min**, afin d'éviter toute oxydation susceptible d'influencer les résultats de dégradation thermique.

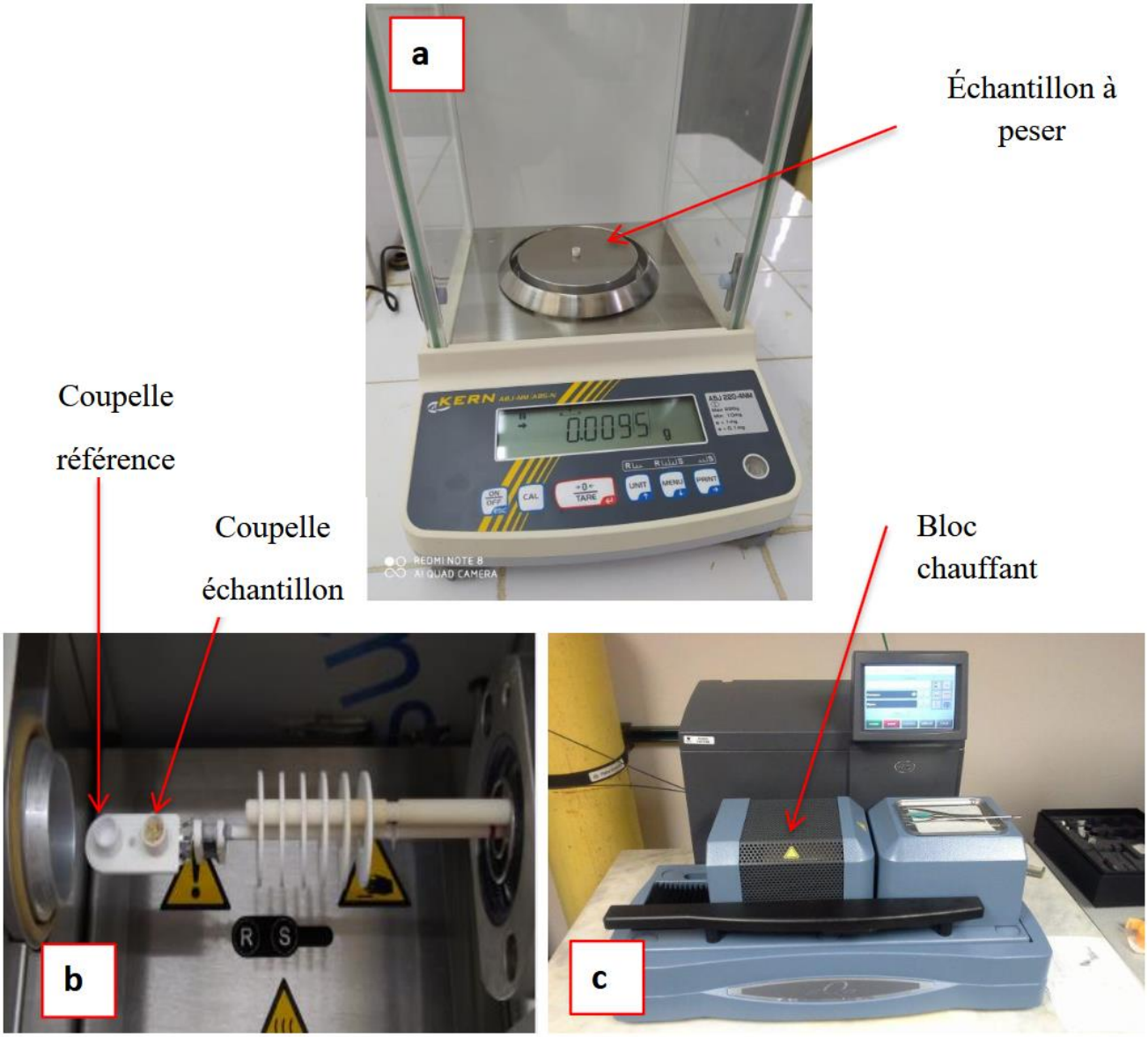


Figure II. 14: (a) balance Kern précision de 0.1 mg (b) creusets de la référence et d'échantillon (c) Machine DSC SDT Q600

8.4.Caracterisation chimique :

8.4.1. Spectrometrie infrarouge a transformee de fourier (FTIR) :

La caractérisation chimique des fibres naturelles a été réalisée par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), à l'aide d'un spectromètre Cary 630 *FTIR* de la société Agilent Technologies, équipé d'un accessoire ATR (Attenuated Total Reflectance) à cristal de diamant. Les analyses ont été effectuées au Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI) de Chéraga.

Cette technique repose sur l'absorption du rayonnement infrarouge par les vibrations des liaisons chimiques présentes dans l'échantillon, permettant ainsi l'identification des groupes fonctionnels

constitutifs des fibres naturelles. L'utilisation du mode ATR présente l'avantage de permettre l'analyse directe des échantillons solides, sans préparation complexe.
Les spectres obtenus permettent de mettre en évidence les principaux constituants des fibres naturelles, notamment la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, à travers des bandes caractéristiques associées aux groupements fonctionnels tels que O–H, C–H et C=O.
Cette analyse est essentielle pour déterminer la composition chimique des fibres naturelles et pour évaluer l'effet des traitements appliqués, notamment dans le domaine des matériaux composites.

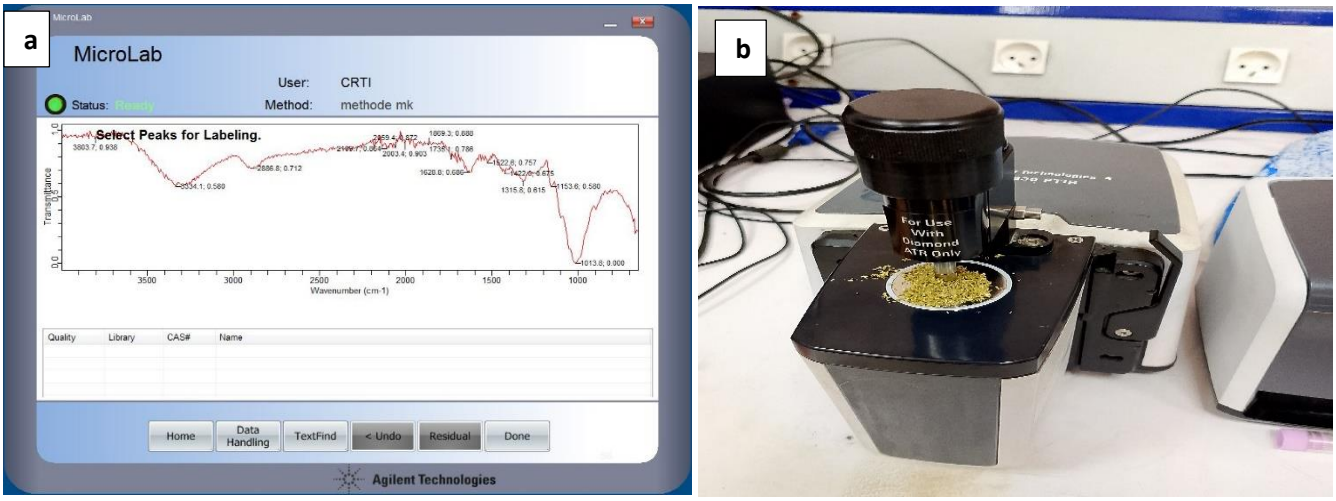


Figure II. 15*:*Appareillage de la spectrometrie infrarouge a transformée de Fourier :a)*Machine FTIR Cary 630 de la société Agilent Technologies ,b)*** *Écran de l'appareil* ***Cary 630 FTIR****(Agilent Technologies).*

9. Conclusion :

Ce chapitre présente la manière de réaliser le traitement chimique des fibres de rétama sphaercarpa ainsi que les matériaux et les moyens utilisés. Il expose également les méthodes expérimentales adoptées pour la caractérisation physique, chimique et thermique des fibres de rétama sphaercarpa . En outre, il comprend une description des différents appareils et équipements utilisés, ainsi que des normes appliquées aux essais réalisés.

Références bibliographiques du chapitre II :

[1]Mlle RAHMOUNI Zahia ; Recherche d'une corrélation entre les paramètres morphologiques et Physiologiques chez une plante steppique (Retama raetam Forssk.), cultivée sous différentes doses de NaCl ; MEMOIRE DE FIN D'ETUDES ; Amélioration des plantes et biotechnologie ; Amélioration des plantes et biotechnologie ;2017.

[2] Gagui Asma - Guelil Sassia ; Etude phytochimique de la plante Rétama sphaerocarpa (L) Boiss et évaluation de son activité anti bactérienne; MÉMOIRE DE MASTER ; CHIMIE ; UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA ;2021 .

[3] Quezel, P,Santa, S., 1962-1963. Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales, Editions du Centre National de la Recherche Scientifique, Paris, pp.475-476- 1170.

[4] ALLAL MARIA , ADELKANI AIDA , Etude et caractérisation d`un matériau composite à base de fibre végétal (ALFA),mémoire master , Chimie de l'environnement , UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA,2021.

[5] El Oudiani A, Chaabouni Y, Msahli S, Sakli F. Crystalline character of Agave americana L. fibers. Textile Research Journal 2008;78:631-44.

[6] KHIRI AMEL , BOUCHIBA MARIA, Effet des techniques d'extraction des fibres végétales sur leurs caractéristiques physiques chimiques et mécaniques, Mémoire master, GENIE DES MATERIAUX, UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF – M'SILA ,2019 .

[7] Guerroum, C. E. (2020). L'effet de traitement Corona des fibres Naturelles sur les propriétés mécaniques (Doctoral dissertation, Univ M'sila)

[8] LEMITA NOURELHOUDA.Elaboration et caracterisation de structure composite a base de matrice organique renforcee par de nouvelles fibres cellulosiques naturelle extraites de la plante strelitzia reginoe ,these de doctorat ,construction mecanique,universite echahid cheikh Larbi tebessi,2023.

[9] guesmi-abdelhamid ; Caractérisation d'un matériau composite stratifié à fibres de verre mat ettresse en flexion trois points statique. Mémoire de Master Thème UNIVERSITE BADJI MOKHTAR-ANNABA 2016

[10] ASTM, N, Standard test methods for density and specific gravity relative density of plastics by displacement .ASTM D-792.United states,2008.

[11] Celia IDRES ,aboration et Caractérisation de Biocomposites à Base de Polyesters Bactériens et de Fibres d'Agave Americana,these de doctorat, Génie des Procédés, universite mira-bejaia ,2024.

[12] Manimaran, P., et al., Characterization of natural cellulosic fibers from Nendran Banana Peduncle plants. International journal of biological macromolecules, 2020. 162: p. 1807-1815.

[13] Mansour, R., A. Abdelaziz, and A.F. Zohra, Characterization of long lignocellulosic fibers extracted from Hyphaene thebaica L. leaves. Research Journal of Textile and Apparel, 2018.

Chapitre III

Caractérisation physico-chimique et mécanique des fibres du Rétama sphaérocarpa

Chapitre III

Caractérisation physico-chimique et thermique des fibre du Rétama sphaérocarpa

1. Introduction :

Ce chapitre présente l'ensemble des résultats obtenus à partir des différentes techniques de caractérisation physico-chimiques et theramique des fibres extraites de la tige de Retama sphaerocarpa.

Les surfaces externes ainsi que les sections transversales des fibres de RS ont été étudiées à l'aide de la microscopie optique et de la microscopie électronique à balayage (MEB), afin d'analyser leur morphologie et de déterminer leur diamètre. La densité des fibres a été déterminée par la méthode de la double pesée, basée sur le principe d'Archimède.

Par ailleurs, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) a été utilisée pour identifier les différents groupes fonctionnels présents dans les fibres.

Ces analyses ont été réalisées sur des fibres à l'état brut ainsi que sur des fibres traitées avec différentes concentrations de NaOH, dans le but d'évaluer les modifications induites par le traitement alcalin sur leurs propriétés

2. Caractérisation morphologique :

Les fibres de ***Retama sphaerocarpa*** (RS), traitées et non traitées, ont été examinées par microscopie électronique à balayage (MEB) afin d'évaluer les modifications de leur morphologie de surface et d'identifier d'éventuelles dégradations induites par le traitement chimique ou par l'action mécanique du brossage. Cette analyse est essentielle, car elle permet d'apprécier la qualité de l'adhérence interfaciale entre les fibres et la matrice [1].

La figure (III.1) montre que les fibres RS non traitées présentent une surface hétérogène et irrégulière, caractérisée par la présence d'impuretés, de substances cireuses, ainsi que de cavités et de microfissures. Ces observations, en accord avec celles rapportées dans la littérature pour diverses fibres naturelles [2,3], indiquent que ces défauts de surface peuvent nuire à l'adhésion fibre-matrice et, par conséquent, affecter négativement les propriétés mécaniques du composite.

Après traitement alcalin, comme illustré dans la figure (III.2), des modifications significatives de la morphologie de surface sont observées. Le traitement à l'hydroxyde de sodium (NaOH) entraîne l'élimination progressive des constituants non cellulosiques, notamment la lignine, l'hémicellulose et les cires. L'efficacité de cette élimination augmente avec la concentration en NaOH (de 2 % à 10 %), ce qui conduit à une diminution notable des défauts de surface tels que les cavités, les irrégularités et les interstices. Il en résulte une surface plus propre, plus homogène et présentant une texture différente.

Les observations MEB révèlent également une meilleure exposition des fibrilles cellulosiques après traitement, ce qui favorise l'augmentation des sites d'ancrage et améliore ainsi l'interaction fibre-matrice. Toutefois, à des concentrations élevées, notamment à 10 %, une attaque excessive de la structure fibreuse peut être observée, se traduisant par un début de dégradation de la fibre.

En définitive, le traitement alcalin joue un rôle clé dans l'amélioration des propriétés interfaciales des fibres de RS. Les résultats obtenus suggèrent qu'un traitement optimisé permet d'accroître leur potentiel en tant que renfort dans les matériaux composites

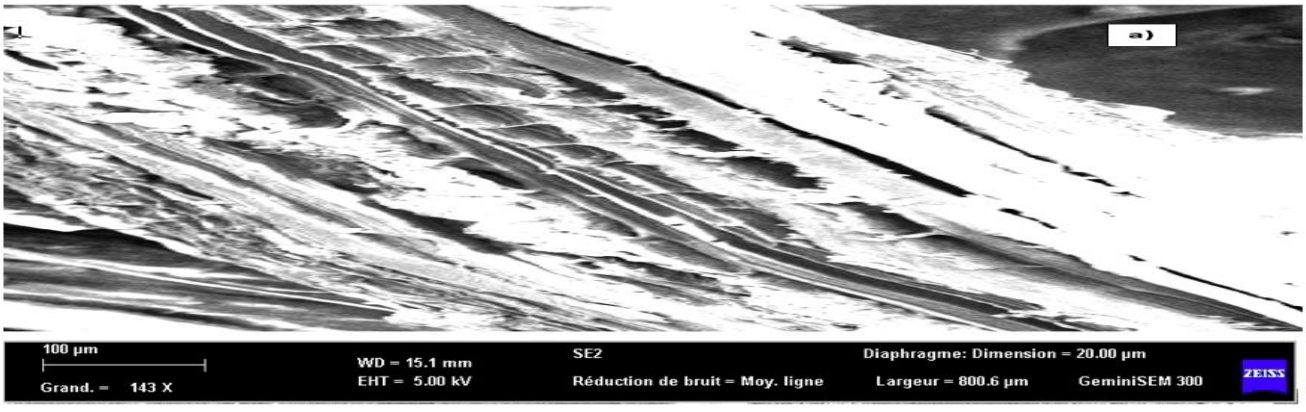


Figure III. 1: Micrographies MEB de fibre brute **.**

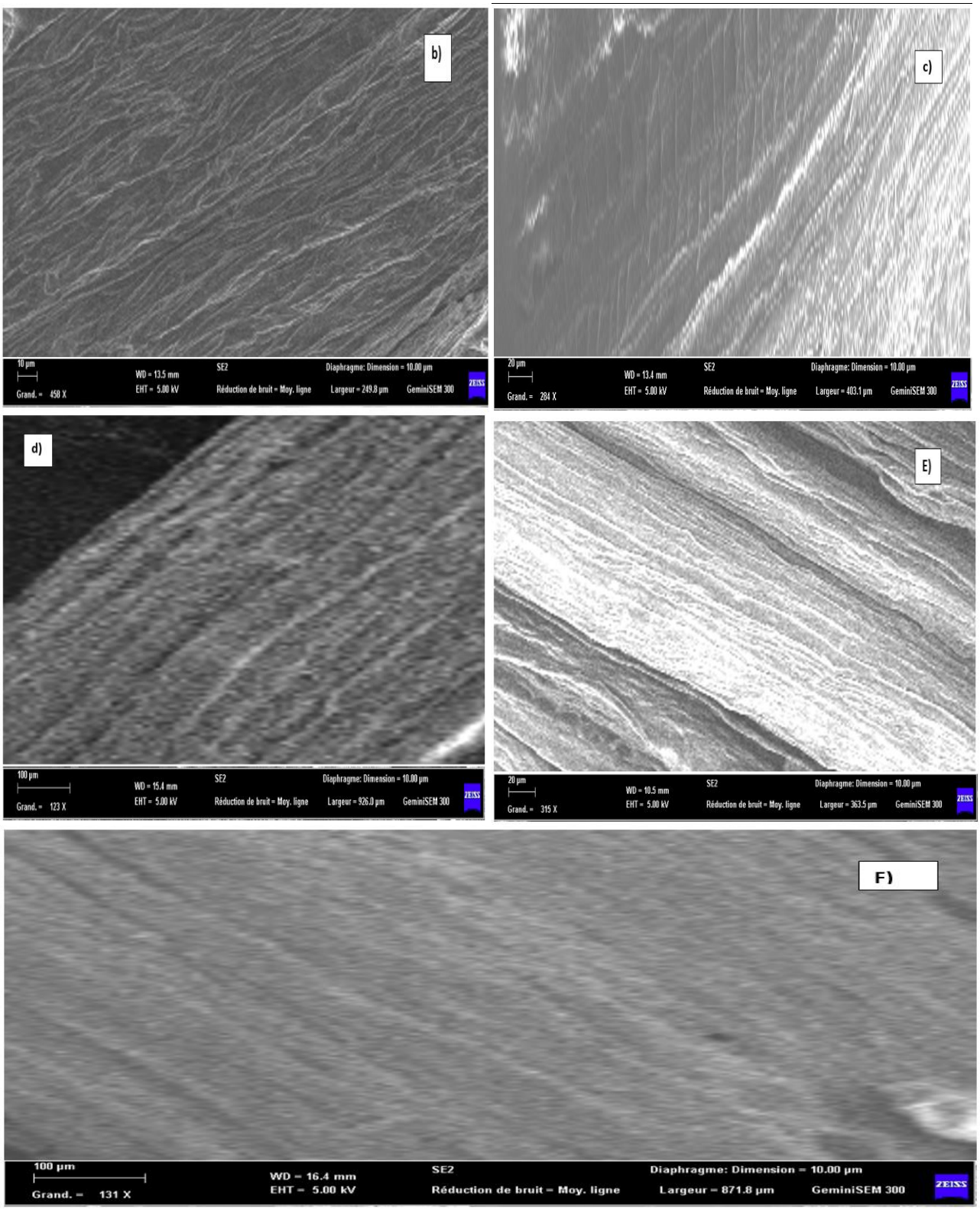


Figure III. 2*:Micrographies MEB des fibre traitées ,à diffiérentes concentration : b)2% , c)3%, d)4%, E)5% , F)10%.*

3. Caractérisation Physique :

3.1. Mesure de la densité :

Les résultats des mesures de densité des fibres extraites de *Retama sphaerocarpa* (RS), à l'état brut et après traitement alcalin à différentes concentrations d'hydroxyde de sodium (NaOH), montrent des variations significatives en fonction des conditions de traitement.

La densité des fibres non traitées est de **1,34 g/cm³**. Après traitement, elle évolue comme suit : **1,35 g/cm³ (2 %)**, **1,13 g/cm³ (3 %)**, **0,93 g/cm³ (4 %)**, **1,46 g/cm³ (5 %)** et **1,36 g/cm³ (10 %)**. Ces résultats ne montrent pas une augmentation strictement monotone, mais plutôt une variation dépendante de la concentration en NaOH.

Ces variations peuvent être expliquées par les modifications structurales induites par le traitement alcalin. En effet, le NaOH entraîne l'élimination partielle des constituants amorphes tels que l'hémicellulose, la lignine ainsi que les impuretés de surface. Cette élimination favorise généralement une augmentation de la cristallinité et une meilleure compacité de la structure des fibres, ce qui tend à augmenter leur densité.

Cependant, la plus faible densité est observée pour une concentration de **4 % (0,93 g/cm³)**. Cette diminution peut s'expliquer par une élimination plus importante de l'hémicellulose et d'autres composants, pouvant entraîner la formation temporaire de micro-vides ou une désorganisation partielle de la structure interne de la fibre.

Par ailleurs, à des concentrations plus élevées, le traitement alcalin contribue à la réduction progressive des micro-vides internes et à l'amélioration de la cristallinité, comme confirmé par l'analyse par diffraction des rayons X (DRX). Cette évolution s'accompagne d'une diminution du volume apparent des fibres et, par conséquent, d'une augmentation de leur densité.

La densité est définie par la relation suivante :

$$\rho_f = \frac{\rho e\ mf}{mf - mt}$$

ρf : la densité des fibres.
ρe : la densité de acétone (0,79 g/cm³ à 20 °C).
mf : la masse de acétone dans l'air.
mt : la masse totale de l'échantillon immergé dans acétone .
En conclusion, le traitement alcalin influence fortement la densité des fibres de RS, et son effet dépend de la concentration utilisée.

La densité des fibres **rétama sphaérocarpa (RS)** a été calculée à partir des mesures présentées dans le tableau(III.1) suivant :

Tableau III .1:mesures la masse de fibre et la masse de la solution acétone .

Masse	**brute**	**2 %**	**3 %**	**4 %**	**5 %**	**10 %**
$m_{f\ (g)}$	0,504	0,159	0,210	0,073	0,222	0,150
$m_{acétone\ (g)}$	0,208	0,066	0,064	0,011	0,102	0,063

3.2.Mesure le diamétre :

Le diamètre des fibres a été mesuré en neuf points différents le long de leur longueur, à savoir au niveau de la section médiane et des deux extrémités, avec trois mesures effectuées à chaque emplacement, comme illustré dans la figure (III.3).

Les fibres de Retama sphaerocarpa (RS) non traitées présentent un diamètre moyen de **336,08 µm**. Après traitement alcalin à différentes concentrations d'hydroxyde de sodium (NaOH), ce diamètre évolue comme suit :**291,18 µm(2 %)**, **299,18 µm (3 %)**, **299,89 µm(4 %)**, **271,94 µm (5 %)** et **212,08 µm(10%)**.

Globalement, une diminution du diamètre des fibres est observée après traitement. Cette réduction est principalement attribuée à l'élimination des constituants amorphes (hémicellulose, lignine) ainsi que des impuretés présentes à la surface des fibres. En particulier, la dissolution partielle de la lignine entraîne un affinement de la structure fibreuse, ce qui se traduit par une réduction du diamètre.

Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés par Obi [4], qui a également montré que le diamètre moyen des fibres de *Retama sphaerocarpa* diminue avec l'augmentation de la concentration en NaOH lors du traitement alcalin.

Toutefois, il convient de noter que la variation du diamètre n'est pas strictement monotone aux faibles concentrations (3 % et 4 %), ce qui peut être lié à des hétérogénéités naturelles des fibres ou à une élimination non uniforme des composants amorphes.

Enfin, les différentes caractéristiques physiques des fibres de *Retama sphaerocarpa*, comparées à celles d'autres fibres naturelles, sont présentées dans le tableau (III.2).

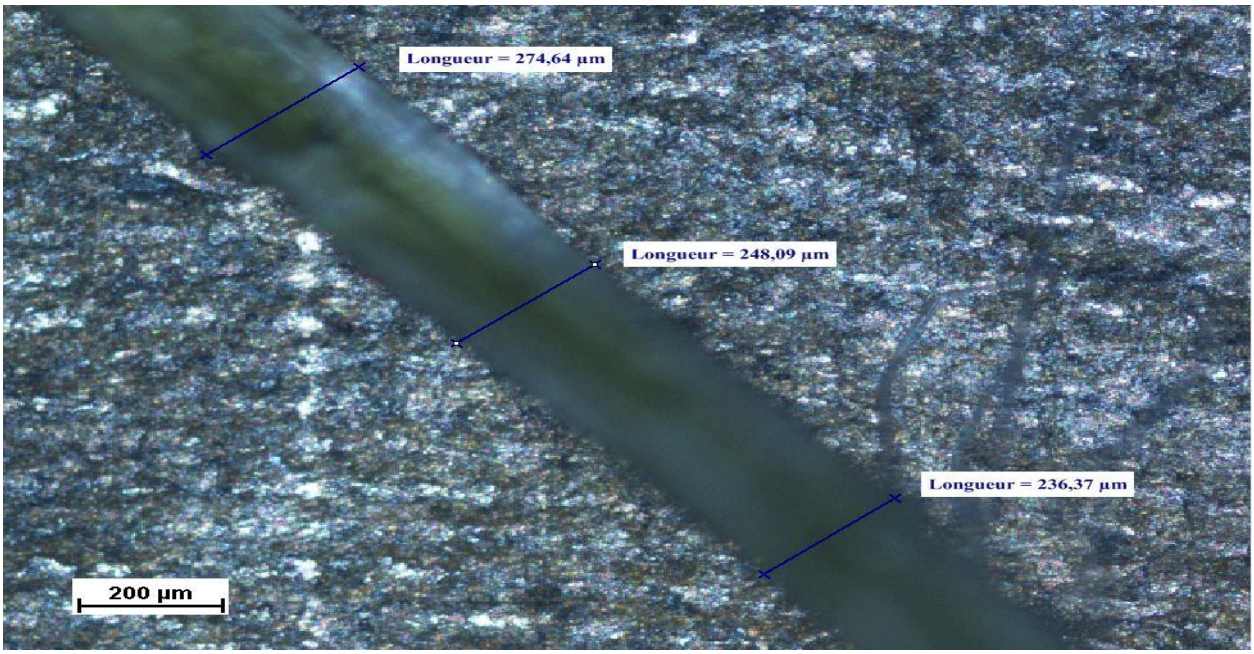


Figure III. 3 : *Technique et methodes utilisée pour mesurer le diamétre de la fibre .*

Tableau III . 2*: Comparaison des propriétés physiques de la fibre rétama sphaérocarpa avec d'autres fibres naturelles.*

Types de fibre	**Brute /traiteé**	**Diamétre (µm)**	**Densité (g/ cm²)**	**Références**
rétama sphaérocarpa	Brute	336,08	1,345	Présent travail
	2%	291,18	1,350	Présent travail
	3%	299,89	1,136	Présent travail
	4%	299,60	0,930	Présent travail
	5%	271,94	1,4615	Présent travail
	10%	212,08	1,362	Présent travail
Strelitzia reginae	Brut	200	1,075	[5]
	T1H	190	0,113	
	T4H	170	0,15	
Fibre de racine de banian	Brut	0,09-0,14	1,234	[5]
	5Wt%.NaOH	0,08-0,12	1,269	
Parthenium Hysterophorus	Brut	381,67	1,251	[5]
	Traitée par alcali	197,27	1,360	

3.3. Analyse par diffraction des rayons X :

L'évolution de la structure cristalline des fibres de *Retama sphaerocarpa* (RS), à l'état brut et après traitement alcalin, a été étudiée par diffraction des rayons X (DRX). Cette technique constitue un outil d'investigation non destructif particulièrement performant, permettant d'obtenir des informations détaillées sur la structure cristallographique et la microstructure des matériaux, ainsi que de relier ces caractéristiques à leurs propriétés macroscopiques.

La figure (III.4) présente les diffractogrammes des fibres RS non traitées et traitées à différentes concentrations de NaOH, enregistrés dans un intervalle angulaire de **2θ = 10° à 90°**.

Les diagrammes obtenus révèlent la présence de trois pics caractéristiques pour chaque échantillon :

- **Premier pic (zone amorphe – plan (110))** :
  Un pic de faible intensité est observé autour de **2θ ≈ 19°** (19,48° pour la fibre brute). Après traitement, ce pic subit de légers déplacements selon la concentration en NaOH (18,93° à 19,60°). Ce pic est généralement associé aux régions amorphes, correspondant à la présence de l'hémicellulose, de la lignine, de la pectine et des fractions désorganisées de la cellulose [6].

- **Deuxième pic (zone cristalline – plan (002))** :
  Un pic plus intense et plus aigu est détecté aux environs de **2θ ≈ 26° (26,37° pour la fibre brute)**. Ce pic est caractéristique de la cellulose cristalline (α-cellulose) et correspond au plan cristallographique (002) [7]. Il témoigne de la présence de zones ordonnées dans la structure de la fibre.

- **Troisième pic (plan (040))** :
  Un autre pic est observé autour de **2θ ≈ 40°** (40,31° pour la fibre brute), également présent dans les fibres traitées avec de légères variations. Ce pic est attribué à certaines contributions des zones moins ordonnées de la cellulose.

L'analyse de l'indice de cristallinité (CI), présentée dans le tableau (III.3), montre une augmentation après traitement alcalin, atteignant une valeur maximale de **65,58 % pour une concentration de 10 % NaOH**. Cette amélioration est principalement due à l'élimination des constituants amorphes (hémicellulose, lignine, pectine et impuretés), ce qui entraîne une proportion relative plus élevée de la phase cristalline et une meilleure organisation des chaînes cellulosiques.

Par ailleurs, la taille des cristallites (CS), déterminée à partir de l'équation de Scherrer, évolue également avec le traitement. Elle passe de **17,27 nm pour la fibre brute** à des valeurs variables pour les fibres traitées (**15,20 nm à 2 %**, **15,95 nm à 3 %**, **17,93 nm à 4 %**, **17,43 nm à 5 %** et **20,93 nm à 10 %**). Ces valeurs sont comparables à celles rapportées pour d'autres fibres cellulosiques.

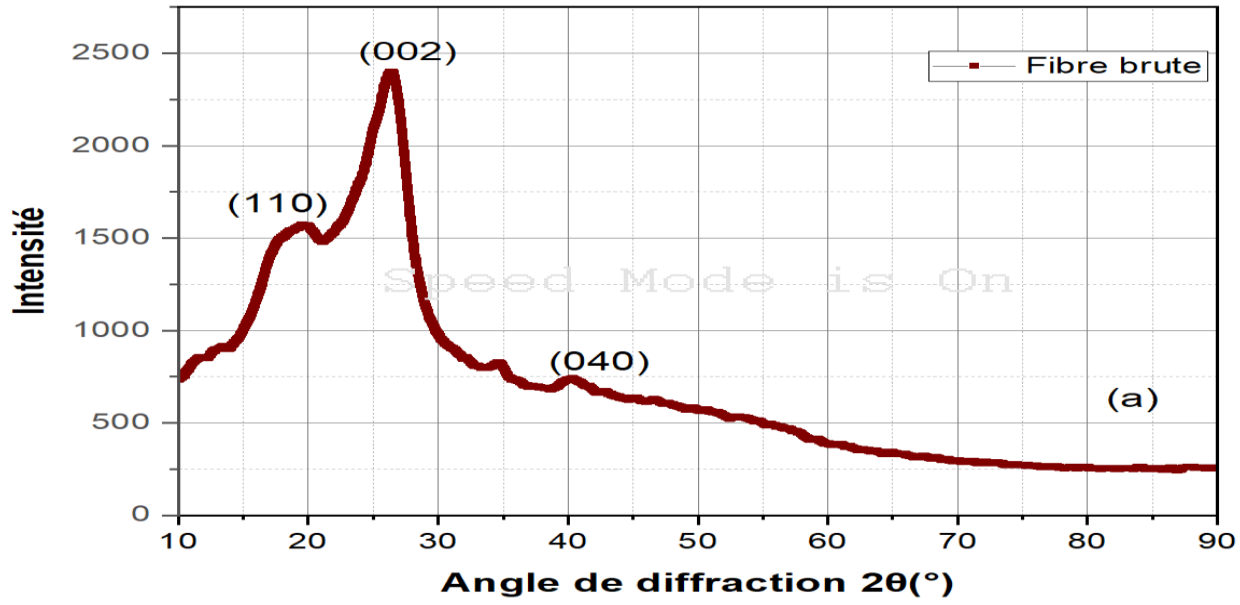
L'augmentation de la taille des cristallites observée aux fortes concentrations peut être expliquée par l'action du NaOH sur les zones amorphes. Le traitement alcalin provoque un gonflement des fibres, facilitant la diffusion de la solution au sein de la structure interne. Il en résulte une élimination partielle

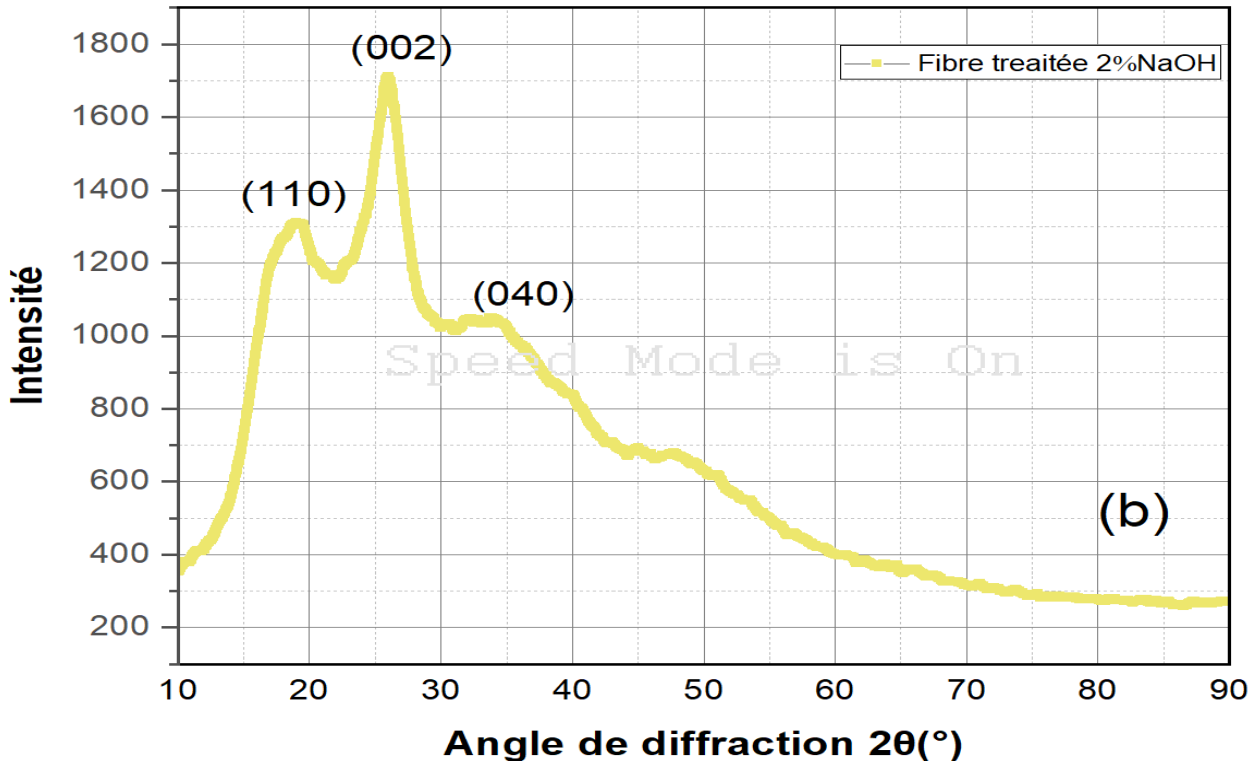
des composants amorphes et une réorganisation des chaînes de cellulose, conduisant à une amélioration de l'ordre structural.

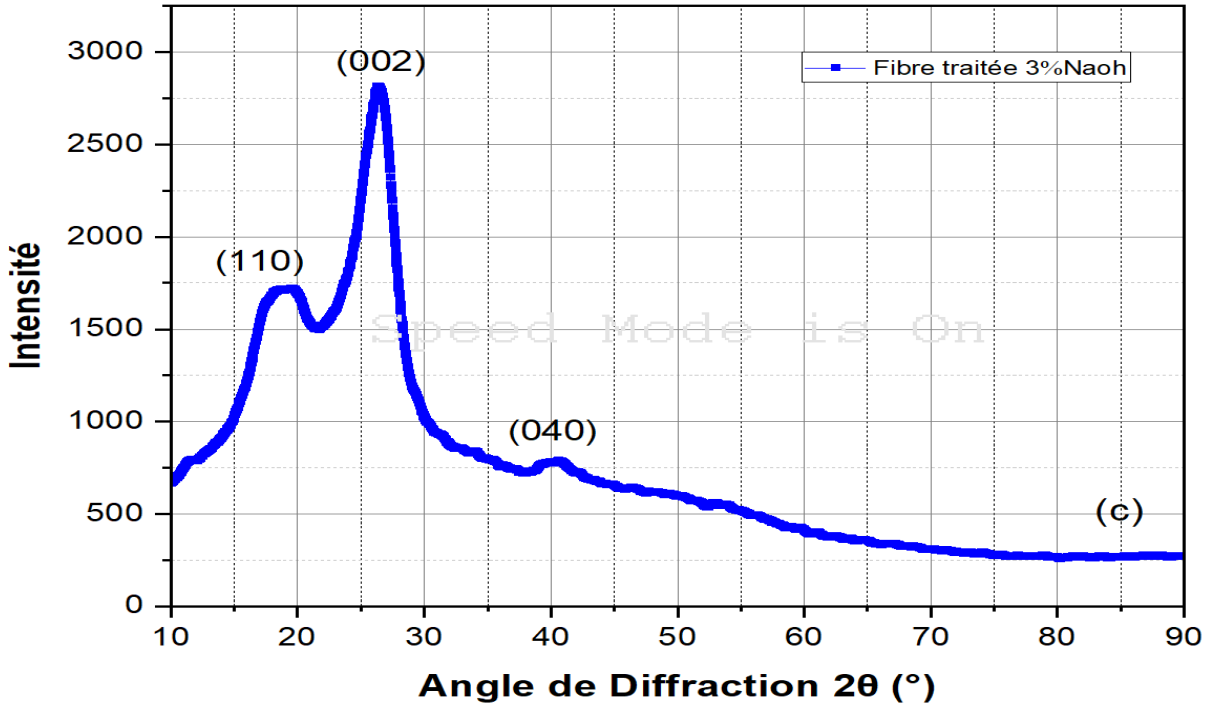
Cette évolution présente un intérêt important, car une structure plus cristalline et des cristallites de plus grande taille sont généralement associées à une meilleure stabilité dimensionnelle, une réduction de l'absorption d'humidité et une amélioration des propriétés mécaniques des fibres [8].

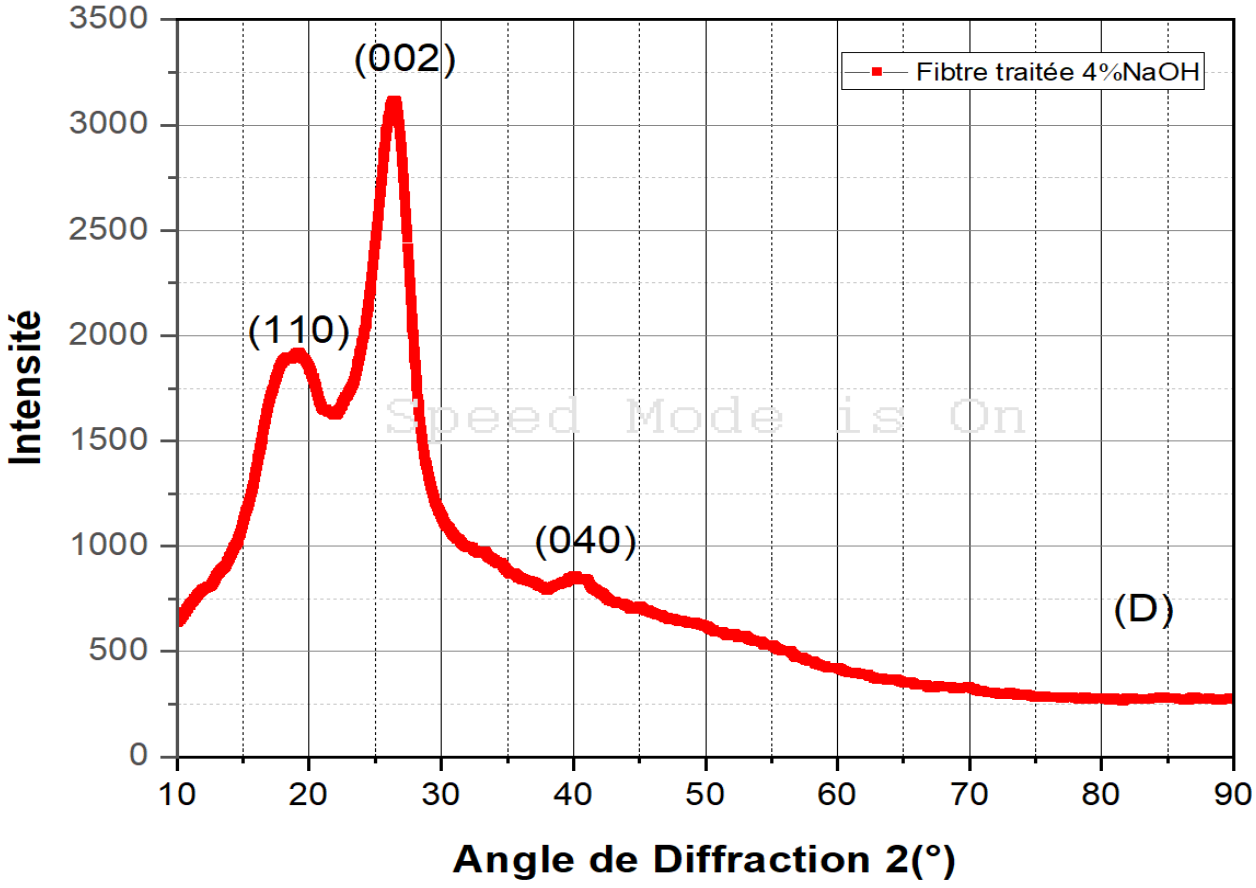
Tableau III .3*:Paramétres cristallins calculés et expérimentaux a partir des diffractogrammes DRX des fibre RS.*

Type de fibre	Position de pic(°)	FWHM	Area(%)	Indice de cristallinité(%)	Tailla des cristallites (nm)	Référence
Fibre brute	19,48086 26,3774 40,31247	5,92291 6,28742 8,25556	6888,77675 12085,1743 3667,54373	59,81	17,27	Présent travail
Traitée 2%	18,9332 25,91087 33,84189	5,49558 6,61257 8,58011	5737,41254 7289,06153 6278,32273	59,25	15,20	Présent travail
Traitée 3%	19,60257 26,33684 40,57616	6,5673 5,97405 11,2373	8599,80535 13029,0036 5026,38188	68,21	15,95	Présent travail
Traitée 4%	19,19689 26,45854 40,08935	5,71687 5,58598 7,34279	8376,88562 15165,3701 3793,22405	64,08	17,93	Présent travail
Traitée 5%	19,13604 26,33684 39,31856	5,79503 4,55653 6,04461	8116,1756 13992,7601 3014,96777	63,50	17,43	Présent travail
Traitée 10%	19,48086 26,72223 40,43417	6,05775 5,0276 7,36307	8164,65245 14600,6203 3769,74444	65,58	20,93	Présent travail
Sisal	16,81 22,31	4,89 3,37	/	71,2	3,37	[5]
Faisceaux vasculaires du palmier -dattier	15,79 22,28	1,74 1,40	2789,23 7487,62	47,82	5,78	[5]
Fibres de plamier-dattier	15,81 22,24	1,79 1,44	3006,61 7980,62	56,68	5,63	[5]


(002)
(110)
(040)
(a)
Fibre brute
Intensité
Angle de diffraction 2θ(°)
Speed Mode is On


(002)
(110)
(040)
(b)
Fibre treaitée 2%NaOH
Intensité
Angle de diffraction 2θ(°)
Speed Mode is On


Fibre traitée 3%Naoh
(002)
(110)
(040)
(c)
Intensité
Angle de Diffraction 2θ (°)
Speed Mode is On


Fibtre traitée 4%NaOH
(002)
(110)
(040)
(D)
Intensité
Angle de Diffraction 2(°)
Speed Mode is On

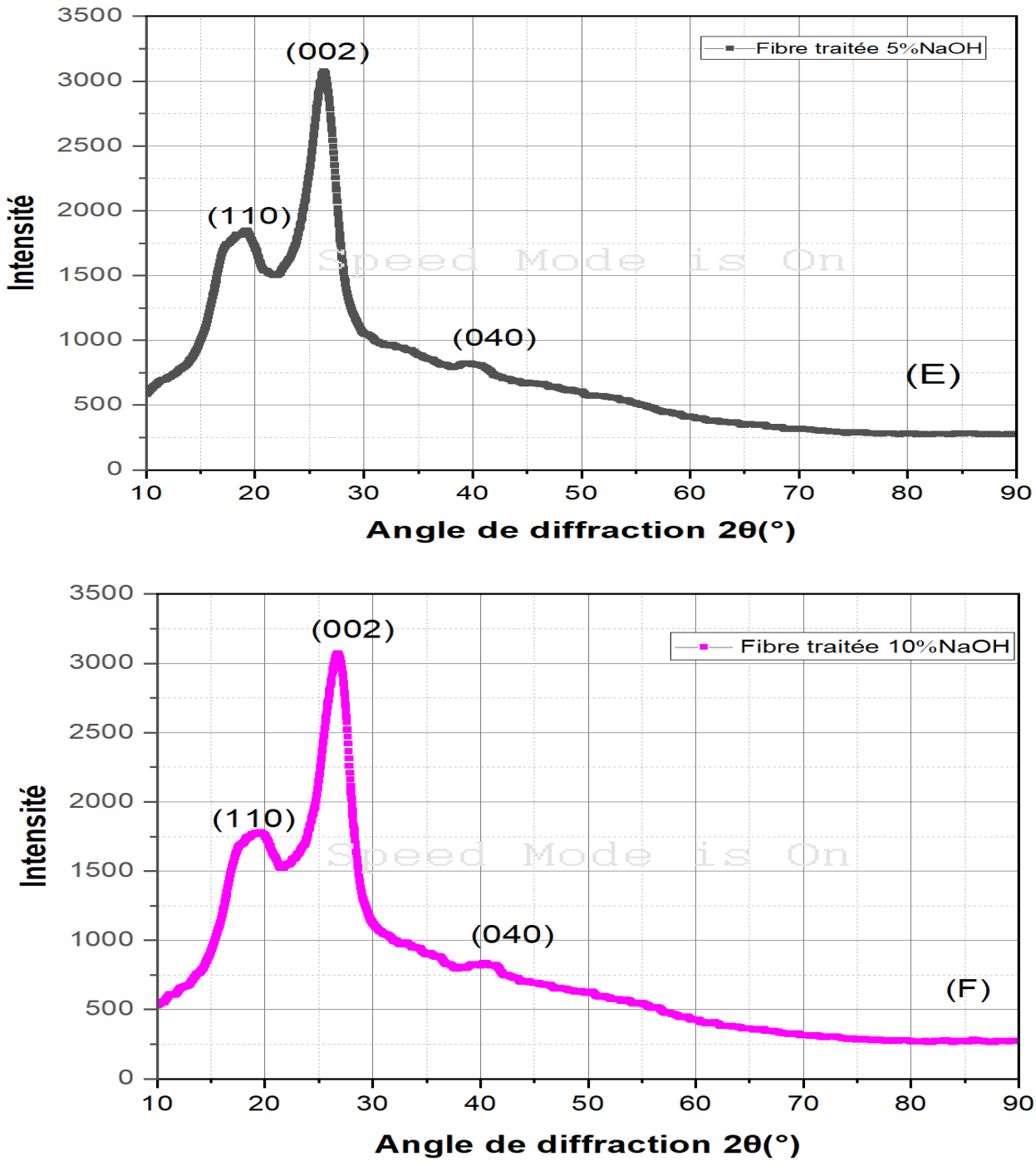


Figure III. 4:courbe DRX pour (a)fibre brute ,(b)fibre traitée 2% ,(C) fibre traitée3%, (D) fibre traitée4%, (E) fibre traitée5%, (F) fibre traitée10% .

4. Caractérisation thermique :

4.1. Analyse thermogravimétrique :

La Figure III.5 présente les courbes d'analyse thermogravimétrique (ATG) ainsi que leurs dérivées (DTG) des fibres de Retama sphaerocarpa brutes et traitées par différentes concentrations de NaOH (2%, 3%, 4 %, 5 % et 10 %). L'analyse des courbes met en évidence quatre étapes principales de dégradation thermique pour l'ensemble des échantillons.

La première étape de dégradation, correspondant principalement à l'élimination de l'humidité adsorbée et de certains composés volatils présents à la surface des fibres, se situe entre 26 et 126 °C pour la fibre brute, avec une perte de masse de 8,56 %. Pour les fibres traitées, cette étape est observée entre 26 et 213 °C, 27 et 166 °C, 26 et 142 °C, 24 et 140 °C et 26 et 134 °C, avec des pertes de masse respectives de 4,02 %, 3,73 %, 5,50 %, 7,66 % et 5,50 % pour les traitements à 2 %, 3 %, 4 %, 5 % et 10 % de NaOH.

Cette perte de masse initiale est attribuée à l'évaporation de l'eau libre et liée, résultant du caractère hydrophile des matériaux lignocellulosiques. Elle peut également être associée à l'élimination partielle de substances extractibles de faible masse moléculaire, telles que les cires, les pectines et certaines impuretés présentes à la surface des fibres de Retama sphaerocarpa (RS). La diminution de la perte de masse observée pour certaines fibres traitées indique une réduction de leur affinité pour l'eau suite au traitement alcalin, traduisant ainsi une modification de leur structure superficielle

La deuxième étape de dégradation thermique est observée entre 238 et 371 °C pour la fibre traitée à 2 % de NaOH, avec une perte de masse de 34,63 %, qui représente la valeur la plus élevée parmi les fibres traitées. Les pertes de masse enregistrées pour les fibres traitées à 3 %, 4 %, 5 % et 10 % de NaOH sont respectivement de 24,35 %, 16,53 %, 24,63 % et 31,19 %, tandis que la fibre brute présente une perte de masse de 26,51 %. Cette étape est principalement associée à la dégradation de l'hémicellulose ainsi qu'à la décomposition partielle de la cellulose amorphe.

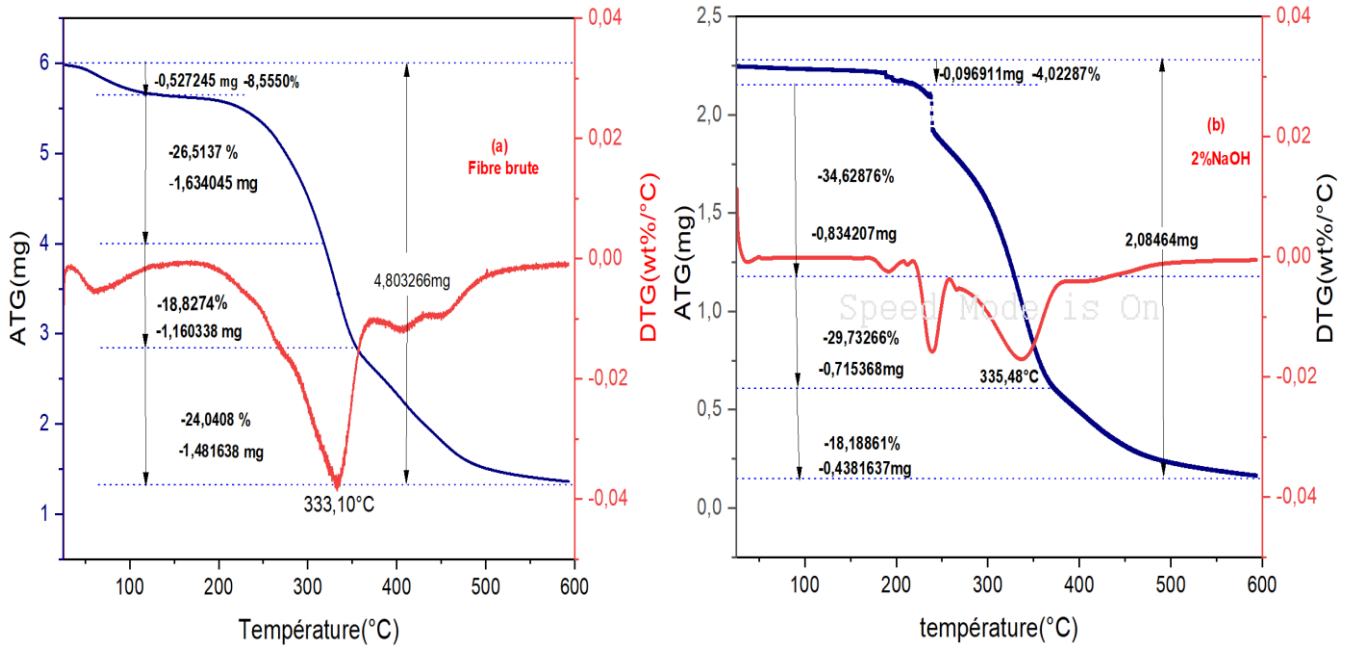
La troisième étape de dégradation est enregistrée entre 318 et 355 °C pour la fibre brute et entre 328 et 371 °C, 307 et 433 °C, 280 et 393 °C, 321 et 437 °C et 322 et 376 °C pour les fibres traitées à 2 %, 3 %, 4 %, 5 % et 10 % de NaOH, respectivement. Cette phase correspond à la dégradation principale de la cellulose, constituant majoritaire des fibres lignocellulosiques. La perte de masse la plus importante est observée pour la fibre traitée à 5 % de NaOH, avec une valeur d'environ 38,42 %, indiquant une forte proportion de cellulose thermiquement dégradée au cours de cette étape.

La quatrième et dernière étape de dégradation thermique apparaît à des températures élevées, atteignant environ 576 °C pour la fibre brute, contre 575 °C, 571 °C, 569 °C, 550 °C et 547 °C pour les fibres traitées à 2 %, 3 %, 4 %, 5 % et 10 % de NaOH, respectivement. Cette étape est attribuée à la décomposition progressive de la lignine ainsi qu'à celle des résidus carbonés et autres constituants non cellulosiques. Les pertes de masse observées durant cette phase demeurent relativement faibles ; à titre d'exemple, la fibre traitée à 5 % de NaOH présente une perte de masse d'environ 8,43 %.

D'après la Figure III.5a, la fibre brute ne présente pas de perte de masse significative avant 205 °C, ce qui indique une stabilité thermique d'environ 215 °C. Après traitement alcalin, cette stabilité thermique est améliorée et atteint respectivement 217 °C, 218 °C, 221 °C, 228 °C et 230 °C pour les fibres traitées à 2 %, 3 %, 4 %, 5 % et 10 % de NaOH. Cette amélioration peut être attribuée à l'élimination partielle des constituants amorphes tels que les hémicelluloses, les pectines, les cires et diverses impuretés de surface, ce qui conduit à une structure fibreuse plus stable thermiquement.

Par ailleurs, l'analyse des courbes dérivées DTG permet de déterminer la température correspondant à la vitesse maximale de dégradation de la cellulose. Celle-ci est de 333,10 °C pour la fibre brute et de 335,48 °C, 318,10 °C, 315,74 °C, 344,69 °C et 347,17 °C pour les fibres traitées à 2 %, 3 %, 4 %, 5 % et 10 % de NaOH, respectivement. Ces valeurs sont comparables à celles rapportées dans la littérature pour d'autres fibres naturelles, notamment les fibres d'Areca fruit husk (342,1 °C) et les fibres de Cissus quadrangularis root (328,9 °C) [5].

Ainsi, les résultats de l'analyse thermogravimétrique montrent que le traitement alcalin améliore globalement la stabilité thermique des fibres de Retama sphaerocarpa. Les fibres traitées, en particulier celles soumises aux concentrations de 5 % et 10 % de NaOH, présentent des températures maximales de dégradation plus élevées, ce qui confirme leur aptitude potentielle à être utilisées comme renforts dans les matériaux composites à matrice polymère nécessitant une bonne résistance thermique.



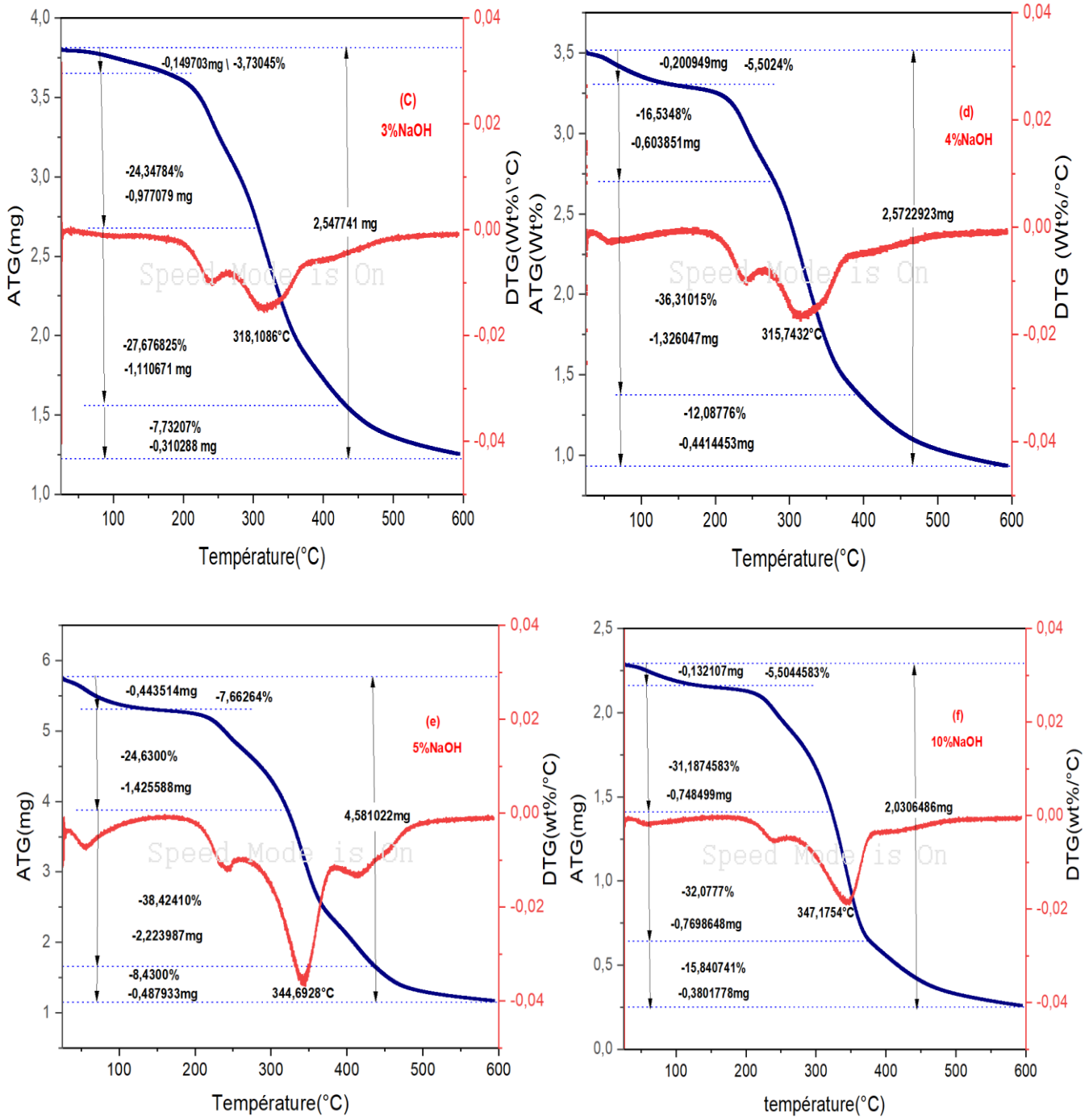


Figure III. 5*:courbes ATG/DTG pour (a)fibre brute,(b) fibre traitée 2% ,(C) fibre traitée 3% ,(d)fibre traitée4% ,(e)fibre traitée5% ,(f)fibre traitée10%*

5. Caractérisation chimique :

5.1. Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :

La figure (III.5) présente les spectres FTIR des fibres de *Retama sphaerocarpa* (RS), à l'état brut et après traitement alcalin (NaOH). Cette technique permet d'identifier les principaux groupements fonctionnels présents dans la fibre et d'évaluer les modifications chimiques induites par le traitement.

Une large bande d'absorption, intense, est observée pour tous les échantillons dans la région **3700–3100 cm^{-1}**, correspondant aux vibrations d'élongation des groupes hydroxyles (O–H). Ces groupes sont impliqués dans des liaisons hydrogène et sont caractéristiques de la cellulose, de la lignine ainsi que de l'eau absorbée. Après traitement alcalin, une diminution de l'intensité de cette bande est observée, traduisant une réduction des liaisons hydrogène et l'élimination partielle des composants amorphes, notamment l'hémicellulose et la lignine. Cela indique également une diminution du caractère hydrophile des fibres.

Un pic situé autour de **2918 cm^{-1}**, attribué aux vibrations d'élongation des liaisons C–H, est observé dans les fibres non traitées. Après traitement, une légère variation de son intensité est notée, accompagnée de l'apparition de bandes aux environs de **2849 cm^{-1}** et **2924 cm^{-1}**, ce qui reflète des modifications de la structure chimique de surface des fibres.

Une bande de faible intensité apparaît autour de **2098 cm^{-1}**, généralement associée aux vibrations des liaisons C–C ou à certains composés mineurs présents dans la fibre, tels que les substances cireuses.

Le pic observé à **1736 cm^{-1}** est attribué aux vibrations d'élongation des groupements carbonyles (C=O), présents dans les esters de l'hémicellulose ou de la lignine [9]. Après traitement alcalin, ce pic est fortement atténué, ce qui confirme l'élimination de ces constituants amorphes.

La bande située autour de **1625 cm^{-1}** est généralement liée à l'absorption de l'eau (vibrations de déformation des molécules d'eau) [10].

Un pic net observé à **1239 cm^{-1}** dans les fibres non traitées correspond à l'élongation des liaisons C–O du groupe acétyle, associé principalement à la lignine et à l'hémicellulose [9]. Ce pic disparaît presque complètement après traitement, ce qui confirme la dissolution partielle de ces composants.

Enfin, dans la région **900–1100 cm^{-1}**, des bandes caractéristiques des vibrations des liaisons C–O et C–C de la cellulose sont observées. Leur maintien, voire leur intensification relative après traitement, indique que la structure fondamentale de la cellulose est préservée, avec une proportion accrue de la phase cellulosique.

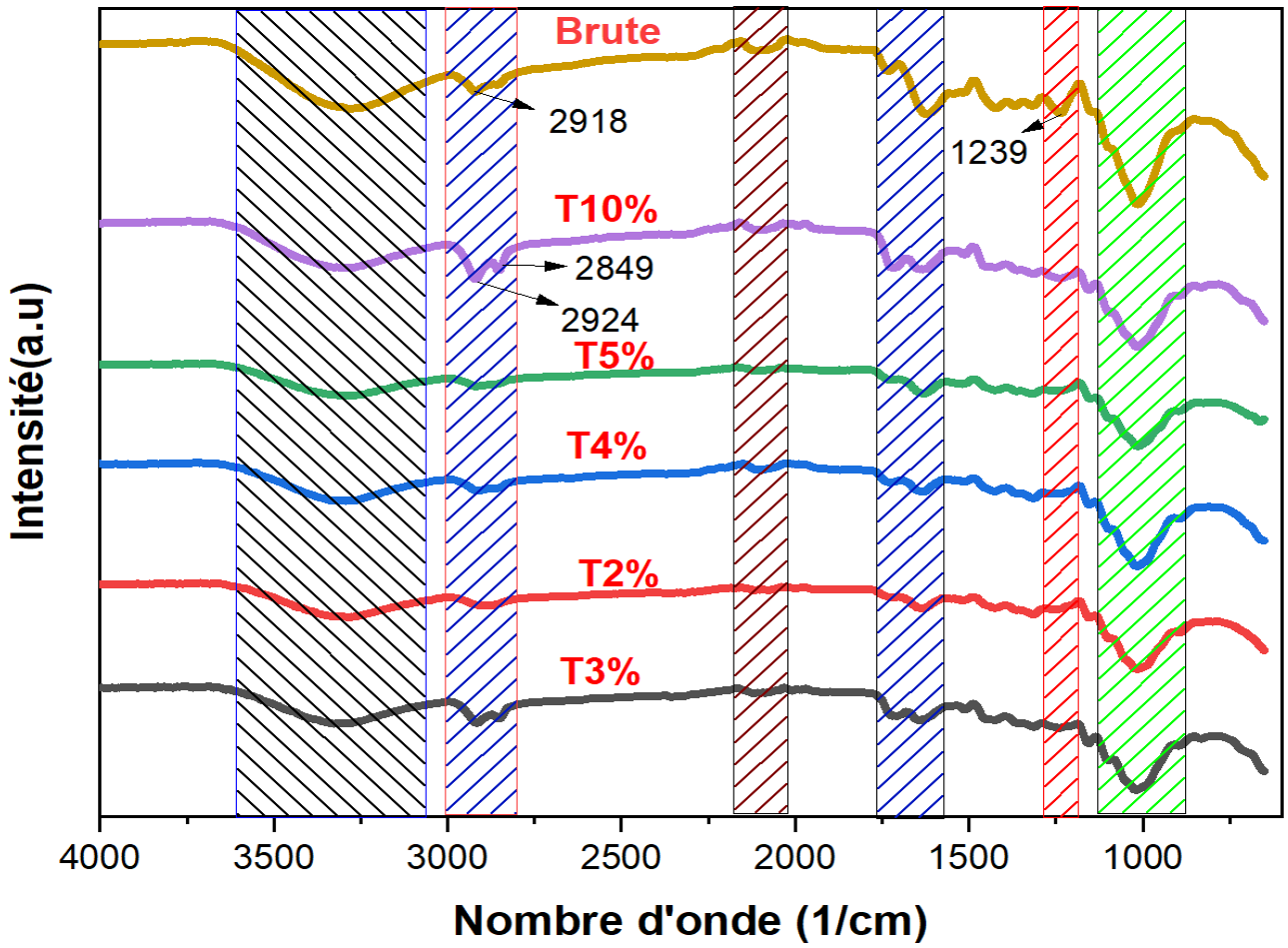


Figure III. 6:*Spectres FTIR pour la fibre brute, la fibre traitée (2%,4%,3%,5%,10%).*

6. conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons étudié les effets du traitement alcalin sur les fibres de *Retama sphaerocarpa* à travers différentes techniques de caractérisation (MEB, mesures physiques, DRX et FTIR). Ces analyses ont permis d'évaluer les modifications morphologiques, structurales et chimiques induites par le traitement à différentes concentrations de NaOH.

Les résultats obtenus montrent que le traitement améliore globalement les propriétés des fibres, notamment en nettoyant leur surface, en réduisant leur diamètre, en augmentant leur cristallinité et en éliminant une partie des constituants amorphes. Toutefois, une concentration élevée peut entraîner un début de dégradation des fibres.

Ainsi, ce chapitre met en évidence l'impact significatif du traitement alcalin sur les caractéristiques des fibres, ce qui confirme leur potentiel en tant que renfort pour les matériaux composites.

Références bibliographiques du chapitre III :

[1] Bahrami , M., et al., Characterization of hybrid biocomposite poly-butyl-succinate/carbon fibers/flax fibers. Composites Part B: Engineering, 2021. 221: p.109033.

[2] Fatma , N., et al., The effect of doum palm fibers on the mechanical and thermal properties of gypsum mortar. Journal of Composite Materials, 2019. 53(19): p. 2641-2659.

[3] Pandiarajan, P., et al., Characterization of raw and alkali treated new cellulosic fiber from the rinds of Thespesia populnea plant. Journal of Natural Fibers, 2020: p. 1-12.

[4] Sahu , P. and M. Gupta, Sisal (Agave sisalana) fibre and its polymer-based composites: a review on current developments. Journal of Reinforced Plastics and Composites, 2017. 36(24): p. 1759-1780.

[5] Lemita nourelhouda , Élaboration et Caractérisation de Structure Composite à Base de Matrice Organique Renforcée par de Nouvelles FibresCellulosiques Naturelles Extraites de la Plante Strelitzia Reginae,thesé de doctora, Construction Mécanique, Université Echahid Cheikh Larbi Tebessi – Tébessa 2023.

[6] Vijay, R., et al., Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fibers from Tridax procumbens. International journal of biological macromolecules, 2019. 125: p. 99-108.

[7] Ilyas, R., et al., Mechanical testing of sugar palm fiber reinforced sugar palm biopolymer composites, in Advanced Processing, Properties, and Applications of Starch and Other Bio-Based Polymers2020, Elsevier. p. 89-110.

[8] Ganapathy, T., et al., Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fibres extracted from the aerial roots of banyan tree. International journal of biological macromolecules, 2019. 138: p. 573-581.

[9]Maache mabrouk , elaboration et caractérisation des composites à renfort en fibres naturelles des plantes sauvages ,thesé doctora , génie mécanique , université du 8 mai 1945 guelma,2018.

[10] Mansour, R., A. Abdelaziz, and A.F. Zohra, Characterization of long lignocellulosic fibers extracted from Hyphaene thebaica L. leaves. Research Journal of Textile and Apparel, 2018.

Conclusion générale

L'objectif principal de ce travail était de valoriser une nouvelle fibre naturelle extraite de la plante *Retama sphaerocarpa* en étudiant ses propriétés physico-chimiques, morphologiques et thermiques, ainsi que son potentiel d'utilisation comme renfort dans les matériaux composites. Dans cette optique, les fibres brutes et les fibres traitées par différentes concentrations de soude (2 %, 3 %, 4 %, 5 % et 10 % de NaOH) ont été soumises à plusieurs techniques de caractérisation, notamment la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB), la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), l'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG), l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) et la diffraction des rayons X (DRX).

L'ensemble des résultats obtenus a permis d'évaluer l'influence du traitement alcalin sur la structure et les propriétés des fibres de *Retama sphaerocarpa* et de confirmer leur intérêt en tant que renfort potentiel pour les biocomposites.

Les principales conclusions de cette étude peuvent être résumées comme suit :

- Les observations réalisées par microscopie électronique à balayage ont mis en évidence des modifications significatives de la morphologie de surface après traitement alcalin. L'élimination partielle des cires, des pectines et des autres impuretés superficielles a conduit à une augmentation de la rugosité de la surface des fibres. Cette rugosité favorise l'ancrage mécanique et améliore potentiellement l'adhésion fibre/matrice dans les matériaux composites.

- Les fibres de *Retama sphaerocarpa* présentent une faible densité, comprise entre **0,93 et 1,46 g/cm³** après traitement, contre **1,34 g/cm³** pour la fibre brute. Ces valeurs restent inférieures à celles des fibres synthétiques telles que la fibre de carbone (**1,75 g/cm³**) et la fibre de verre (**2,55 g/cm³**) et sont comparables à celles de nombreuses fibres végétales utilisées dans l'industrie des composites. Cette faible densité constitue un avantage important pour les applications nécessitant des structures légères, notamment dans les secteurs automobile, du bâtiment et des équipements de protection.

- Les analyses par diffraction des rayons X ont révélé une amélioration de l'organisation structurale des fibres après traitement alcalin. La taille moyenne des cristallites est passée de **17,27 nm** pour la fibre brute à **20,93 nm** après traitement, traduisant une meilleure organisation des domaines cristallins. Cette évolution est attribuée à l'élimination partielle des constituants amorphes tels que l'hémicellulose, la lignine et les substances extractibles.

- Les résultats des analyses FTIR et DRX ont confirmé la nature lignocellulosique des fibres ainsi que leur richesse en cellulose. L'indice de cristallinité a évolué de **59,81 %** pour la fibre brute à **59,25 %**, **68,21 %**, **64,08 %**, **63,50 %** et **65,58 %** pour les fibres traitées respectivement à **2 %, 3 %, 4 %, 5 % et 10 % de NaOH**. L'augmentation de la cristallinité observée après traitement traduit l'élimination partielle des phases amorphes et contribue à l'amélioration des propriétés des fibres.

- Les analyses thermiques (ATG, DTG et DSC) ont montré que le traitement alcalin influence significativement le comportement thermique des fibres. Les températures de stabilité thermique et les températures maximales de dégradation ont été globalement améliorées après traitement. Cette amélioration est liée à la réduction de la teneur en hémicellulose, en lignine et en autres constituants amorphes thermiquement moins stables. Les fibres traitées présentent ainsi une meilleure aptitude à supporter les températures généralement rencontrées lors de la mise en œuvre des composites à matrice polymère.

En conclusion, les résultats obtenus démontrent que les fibres de *Retama sphaerocarpa* possèdent des caractéristiques physiques, structurales et thermiques prometteuses pour une utilisation comme renfort dans les matériaux composites biosourcés. Le traitement alcalin, notamment aux concentrations intermédiaires, améliore significativement plusieurs propriétés des fibres en favorisant l'élimination des constituants amorphes et en augmentant leur cristallinité.

À la lumière de ces résultats, les fibres de *Retama sphaerocarpa* apparaissent comme une alternative écologique, renouvelable et économiquement intéressante aux renforts conventionnels. Elles constituent ainsi une ressource naturelle prometteuse pour le développement de biocomposites légers et respectueux de l'environnement.

Perspectives

Dans la continuité de ce travail, plusieurs perspectives peuvent être envisagées .

- Élaborer et caractériser des composites à matrice polymère renforcés par les fibres de *Retama sphaerocarpa* .
- Étudier les propriétés mécaniques (traction, flexion, impact) des composites obtenus.
- Évaluer la durabilité des biocomposites dans différents environnements.
- Optimiser les conditions du traitement alcalin afin d'obtenir le meilleur compromis entre propriétés mécaniques et stabilité thermique.
- Comparer les performances des fibres de *Retama sphaerocarpa* à celles d'autres fibres naturelles utilisées dans l'industrie des composites.

Cette étude constitue ainsi une première étape vers la valorisation industrielle de cette ressource végétale locale dans le domaine des matériaux composites durables.