



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université KASDI-MERBAH Ouargla
Faculté des sciences appliquées
Département de Génie des procédés

Mémoire de Fin d'Etude En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences et Technologies

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie chimique

Présenté Par :

M^{elle} TELHAS Djihad

Thème :

**Contribution à l'élaboration et caractérisation d'un filtre
bio-composite_ Application environnementale**

Soutenu publiquement le : 14/06/2022

Devant le jury composé de :

Mr. ZERROUKI Djamel	Pr	Président	UKM Ouargla.
M ^{me} . BENABDESSELAM Soulef	MCA	Examineur	UKM Ouargla.
Mr. SEKIRIFA Mohamed Lamine	Pr	Rapporteur	UKM Ouargla.

Année Universitaire : 2021 – 2022

« La connaissance s'acquiert par l'expérience, tout le reste n'est que de l'information. »

Albert Einstein

« Le vrai point d'honneur n'est pas d'être toujours dans le vrai. Il est d'oser, de proposer des idées neuves, et ensuite de les vérifier. »

Pierre Gilles De Gennes

« Je n'ai pas échoué, j'ai simplement trouvé 10.000 solutions qui ne fonctionnent pas. »

Thomas Edison

إهداء

أهدي هذا العمل المتواضع إلى :

من وضع الله تعالى الجنة تحت قدميها
و من ضحت بالغالي والنفيس من أجلنا
أمي الغالية شفاها الله وعافاها

من علمني الشجاعة والتحلي بالعزيمة
و الإرادة وأنه لا شيء يأتي بالسهل
والذي الغالي حفظه الله ورعاه

مصدر قوتي وسندي الذي لا يميل
ومن جعلهم الله عضدا لي من عثرات الحياة
إخوتي وعزوتي حفظهم الله لي

منبع الدفاء والحنان والطيبة
و من كان وجوده يقويني
جدي العزيز رحمه الله وأسكنه الفردوس الأعلى

من كانوا سكر الحياة في عز مرارتها
و من هانت برفقتهم الصعاب وتيسر كل عسير
رفقاء الدرب حفظهم الله

إلى كل من علمني حرفا فأناز دربا تاركا بصمة لا تمحى

إلى كل من أحبوني و أحببتهم

تلخاس جهاد

Remerciements

En premier temps, je remercie dieu Allah le tout puissant de m'avoir accordé le courage et la patience pour accomplir ce modeste travail.

*Je tiens à exprimer mes vifs remerciements à mon Rapporteur le Professeur **SEKIRIFA Mohamed Lamine** qui m'a proposé ce sujet et qui m'a bien guidé tout le long de ce travail. Je le remercie beaucoup pour la confiance qu'il m'accorde.*

*Je remercie vivement Monsieur **HAMDI Aissa** Directeur du laboratoire de Biogéochimie des Milieux Désertique pour avoir bien voulu m'accueillir dans son laboratoire et pour les discussions toujours enrichissantes. Mes remerciements à Mr : **HADJ-MAHAMMED Mahfoud** et Mr : **TOUIL Youcef** pour leurs aides et leurs conseils.*

*Je tiens à remercier également Monsieur **BELKHALFA Hakim** Directeur de Centre de Recherche des Analyses Physico-Chimiques qui m'a permis d'effectuer mes analyses dans son laboratoire. Je remercie également Mr. **RAHMANI Youcef** pour son aide.*

Je voudrais adresser mes vifs remerciements aux membres du jury qui ont accepté de juger ce travail.

*Je tiens à remercier beaucoup Dr. **TABCHOUCHE Ahmed**, pour son aide et son humanité. Je remercie également M^{me} **BENTARFA Djehad** pour sa prise en charge et ses conseils.*

*Je n'oublie pas de remercier tous les membres du laboratoire de Biogéochimie des Milieux Désertique avec lesquels j'ai passé des moments agréables pendant mes expériences de courtes durées, Je remercie **Ibtissam, Chahra, Amina, Ferdous. Nadia, Inssaf**.*

Je n'oublie pas d'exprimer mes sincères remerciements et ma gratitude à tous ceux qui m'ont enseigné de l'école primaire à l'université.

*J'adresse mes remerciements les plus sincères à ma famille (**ma Mère, mon Père**, mes Frères et Sœurs) pour leur soutien et leurs encouragements pour poursuivre ce travail.*

Vu le grand nombre d'amis que j'ai, et par envie de citer vraiment tout le monde, et aussi par crainte d'oublier certains, j'ai préféré ne pas citer de noms. Je tiens à remercier tous mes amis. J'adresse par la même occasion mes remerciements à tous ceux qui ont contribué de proche ou de loin à la réussite de ce travail.

Merci à vous.

ملخص:

مع تنامي الوعي البيئي، أصبح من المهم استبدال المواد ذات التأثير السلبي على البيئة بمواد طبيعية فعالة واقتصادية، ونظرا لتوافر نخيل التمر في منطقتنا ورقلة و تثميننا لهذه الموارد الطبيعية، فإن عملنا مكرس لتحضير دعامات غشائية مصنوعة من مصفوفة البولييمر (PVC) وحمل النبات (مخلفات نخيل التمر) بالاعتماد على طريقة تحضير المركب في المحلول. كما اهتمنا أيضا بتطوير وتوصيف هذه الدعامات الغشائية بإجراء سلسلة من الاختبارات (FTIR, MEB-EDS) واختبار أدائها في الترشيح. أظهرت النتائج أن الأغشية المحضرة تتمتع بأفاق جيدة في مجال الترشيح.

كلمات مفتاحية : غشاء، ترشيح، ألياف نباتية. مصفوفة، بولييمر.

Résumé :

Avec la prise de conscience environnementale croissante, il est devenu importante de remplacer les matériaux qui ont un impact négatif sur l'environnement par des matériaux naturels performants et économiques, et compte tenu de la disponibilité des palmiers dattiers dans notre région Ouargla et comme une valorisation de ces ressources naturelles, notre travail est consacré à l'élaboration des supports membranaires à base d'une matrice (PVC) et d'une charge végétale (sous-produits de palmier dattier) en utilisant la méthode de préparation en solution. Nous avons également été intéressés par le développement et la caractérisation de ces supports membranaires en effectuant des séries des tests (FTIR, MEB-EDS) et tester leurs performances en filtration. Les résultats montrent que les membranes préparées semblent avoir de bonnes perspectives dans le domaine de la filtration.

Mots Clés : Membrane, Filtration, Fibre végétale. Matrice. Polymère.

Abstract:

With the growing environmental awareness, it has become important to replace materials that have a negative impact on the environment with high-performance and economical natural materials, and given the availability of date palms in our Ouargla region and as a valuation of these natural resources, our work is devoted to the preparation of membrane supports based on a matrix (PVC) and a vegetable filler (by-products of date palm) using the method of preparation in solution. We were also interested in the development and characterization of these membrane supports by performing series of tests (FTIR, SEM-EDS) and testing their filtration performance. The results show that the prepared membranes seem to have good prospects in the field of filtration.

Key words: Membrane, Filtration, Vegetable fiber. Matrix. Polymer.

Liste des tableaux

Tableau I.1: Compositions chimiques de quelques types des fibres végétales 12

Tableau I.2: Propriétés physiques de certaines fibres végétales 12

Tableau I.3: Diamètre et propriétés élastiques de certaines fibres végétales 13

Tableau II.1: La Composition de différentes membranes composites préparées 27

Tableau II.2: Attributions des principales bandes observées sur le spectre FTIR des fibres végétales..... 37

Tableau II.3: Attributions des principales bandes observées sur le spectre FTIR de PVC et THF. 40

Tableau II.4: Composition élémentaire de la surface des fibres non traitées..... 44

Liste des figures

Figure I.1: Principe d'un matériau composite	3
Figure I.2 : Types de renfort.....	4
Figure I.3: Types de matrice	5
Figure I.4: Classification des biocomposites.....	6
Figure I.5 : La constitution d'un polymère.	6
Figure I.6: Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle	7
Figure I.7: Classification des fibres naturelles en fonction de leur origine.....	8
Figure I.8: Structure schématique d'une fibre végétale	9
Figure I.9 : Structure chimique de la cellulose.....	10
Figure I.10: Structure des précurseurs de la lignine.....	11
Figure I.11 : Molécule de l'hémicellulose	11
Figure I.12 : Sources des fibres dans le palmier dattier	13
Figure II.1 : Organigramme de Préparation des fibres et des composites.....	20
Figure II.2: Polychlorure de vinyle PVC.....	21
Figure II.3: Palmier dattier.	21
Figure II.4: Lavage des fibres.	23
Figure II.5: broyage des fibres.	23
Figure II.6: Tamisage des fibres.....	24
Figure II.7: Montage de mercerisation.	24
Figure II.8: Lavage des fibres après le traitement.	25
Figure II.9: Filtration des fibres après le lavage.....	25
Figure II.10: Réglage le pH de milieu.....	25
Figure II.11: Etuvage 60°C, 24h	26
Figure II.12: la fibre du palmier dattier avant et après traitement par NaOH	26

Figure II.13: Montage de préparation des biocomposites.	27
Figure II. 14: Les composites préparés.	28
Figure II.15: Préparation de solution mère.....	29
Figure II.16: Spectre d'absorption de bleu de méthylène en UV-visible.....	29
Figure II.17: Organigramme de caractérisation des fibres et des composites.....	30
Figure II.18: Spectrophotomètre infrarouge utilisé (FTIR- ATR).	32
Figure II.19: Spectrophotomètre UV-visible utilisé.....	33
Figure II.20: Métallisation des échantillons.	34
Figure II.21: Microscopie électronique à balayage équipé d'un détecteur EDS utilisé.....	35
Figure II.22: Montage de filtration.....	36
Figure II.23: Spectre infra-Rouge pour les différents types de fibres.....	39
Figure II.24: Spectre infra-Rouge pour les différents composites.	41
Figure II.25: Images microscopie électronique à balayage des fibres de palmier	42
Figure II.26: Images microscopie électronique à balayage des composites	43
Figure II.27: Cliché microscopie électronique à balayage de la surface des fibres non traitées.....	44
Figure II.28: Spectre d'analyse par spectroscopie à énergie dispersive des fibres non traitées.	44
Figure II.29: Courbe d'étalonnage de bleu de méthylène testé	45
Figure II.30: Le changement de la couleur dans les composites après chaque filtration.	46
Figure II.31: Les solutions après la filtration	47
Figure II.32: Histogrammes de l'effet du traitement de la fibre sur le rendement.....	48
Figure II.33: Histogrammes de l'effet du nombre d'utilisations des composite sur le rendement.....	49

Liste des abréviations

FV : Fibre végétale

FP : Fibre du palmier dattier

FPN : Fibre du palmier non traitée

FPT : Fibre du palmier traitée

PVC : Polychlorure de vinyle

BM : Bleu de méthylène.

R : Rendement

FTIR-ATR : Spectroscopie Infra-Rouge à Transformée de Fourier par une Réflexion Totale Atténuée

MEB : Microscopie électronique à balayage

EDS : spectroscopie à énergie dispersive

Sommaire

إهداء	I
Remerciements	II
Résumé :	III
Liste des tableaux.....	IV
Liste des figures	V
Liste des abréviations	VII
Sommaire.....	VIII
I.1. Introduction	3
I.2. Les matériaux composites	3
I.3. Les matériaux bio-composites	5
I.4. Un polymère.....	6
I.5. Polychlorure de vinyle (PVC)	7
I.5.1. Définition du Polychlorure de vinyle (PVC).....	7
I.5.2. Propriétés physiques et mécaniques du PVC	7
I.6. Les fibres naturelles.....	7
I.7. Les fibres végétales	8
I.7.1. Définition d'une fibre végétale.....	8
I.7.2. Composition chimique des fibres végétales	9
I.7.3. Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales	12
I.8. Les fibres des palmiers dattiers	13
I.9. Interface végétale/polymère	14
I.10. Méthodes d'amélioration de l'interface fibre / matrice	14
I.10.1. Traitement à la soude.....	14
I.11. Synthèse des travaux sur le palmier dattier	15
I.12. Filtration membranaire	16
I.12.1. Les membranes.....	17
I.12.2. Classification des membranes	18
I.12.3. Les modules membranaires	19
II.1. Méthodologie expérimentale.....	20
II.1.1. Introduction	20
II.1.2. Matériaux utilisés.....	21
II.1.3. Matériel utilisé	22
II.1.4. Techniques expérimentales.....	23
II.1.4.1. Préparation des fibres de palmier dattier	23
II.1.4.2. Modification chimique des fibres de palmier dattier	24
II.1.4.3. Préparation des composites	26
II.1.4.4. Préparation des solutions.....	28
II.1.5. Appareillage de mesure et de caractérisation.....	31

II.1.5.1. Spectroscopie Infra-Rouge à Transformée de Fourier par une Réflexion Totale Atténuée (FTIR-ATR).....	31
II.1.5.2. Spectrophotométrie d'absorption UV-visible.....	32
II.1.5.3. Etude de la morphologie par Microscopie à balayage électronique (MEB)	33
II.1.6. Mesures et tests expérimentaux	35
II.1.6.1. Tests de filtration.....	36
II.2. Résultats et discussion	36
II.2.1. Caractérisation par IRTF-ATR	36
II.2.1.1. <i>Effet du traitement de la charge</i>	36
II.2.2. Caractérisation morphologique	41
II.2.2.1. <i>Microscope électronique à balayage (MEB) des fibres</i>	41
II.2.2.2. <i>MEB des composites PVC/Fibre de palmier dattier</i>	43
II.2.2.3. <i>Analyse par spectroscopie à énergie dispersive (EDS) des fibres</i>	44
II.2.3. Tests de filtration (cas du bleu de méthylène).....	45
II.2.3.1. Effet du traitement de la fibre	46
II.2.3.2. Effet du nombre d'utilisations de membrane composite (filtre) sur le rendement	49
Conclusion générale et perspectives	50
Références bibliographiques.....	52
Annexes	59

Introduction générale

Introduction générale

Aujourd'hui, la nécessité de protéger l'environnement et d'économiser l'énergie est devenue très nécessaire. [1]. Il apparaît nécessaire de réduire nos émissions de CO₂ et nos quantités de déchets, d'améliorer les procédés de recyclage, ou encore de limiter notre dépendance aux matériaux d'origine fossile. De ce fait, de nombreuses normes environnementales ont vu le jour ces dernières années afin d'assurer la pérennité de notre planète. Des changements qui ne sont pas sans impacter notre quotidien et celui des industries.

Afin de répondre au mieux à ces préoccupations environnementales, le secteur des matériaux composites s'est tourné vers une nouvelle gamme de produits plus respectueux de l'environnement, les matériaux bio-composites. Ces matériaux possèdent l'avantage d'intégrer tout ou partie d'éléments bio-sourcés et sont de ce fait recyclables et biodégradables [2], le renfort des biocomposites est généralement fait de fibres naturelles [3].

Actuellement, les fibres naturelles en tant que biocharges gagnent beaucoup en attractivité à cause de ses avantages considérables tels que le faible coût, la faible densité, la disponibilité, non cancérogènes et dégradables par rapport au synthétiques [4].

De plus, la différence entre la nature hydrophile de ces fibres et de celle hydrophobe de la matrice [5], engendre une interface pas favorable au transfert de contraintes, des poches d'eau causant des cavités lors de la transformation et une mauvaise dispersion, ce qui conséquent conduit à un matériau de faible propriétés mécaniques [6]. Il est alors nécessaire de les améliorer de façon à ne pas pénaliser les propriétés mécaniques [7].

L'Algérie possède les capacités qui la qualifient pour être un pays leader dans l'utilisation de nombreux types de produits agricoles tels que la canne de blé, l'alfa et les fibres de palmier dattier qui peut être utilisé dans les produits composites biodégradables.

En Algérie Les pailles de blé, d'Orge, le Diss et le déchet de palmier dattier sont souvent un problème et parfois brûlées dans les champs comme moyen d'élimination. Ces déchets agricoles peuvent être utilisés comme charges (renforts en polymère ou ciment) pour développer les propriétés des matériaux bio-composites, fournissant ainsi des emplois et améliorant les conditions de vie de la population rurale [8].

La large disponibilité de la charge végétale (palmier dattier) dans notre région Ouargla, nous a fait l'objet à exploiter les déchets issus des palmiers dattiers dans l'élaboration d'un filtre

composite à base d'une matrice thermoplastique (PVC) et après exploiter sa capacité de filtration d'une eau polluée par un colorant synthétique en basant sur quelques paramètres à savoir le rapport matrice/fibre, le traitement chimique de la fibre ...etc.

Ce travail est divisé en deux parties :

- ✓ La première partie de ce travail concerne une étude bibliographique sur les biocomposites et leurs utilisations dans le domaine de la filtration.
- ✓ La deuxième partie représente de partie expérimentale, présente en premier les différents matériels utilisés ainsi que les protocoles expérimentaux et en second les résultats et leurs discussions.

Enfin, on termine notre travail par une conclusion générale et des perspectives, où sont donnés les résultats les plus importants ainsi que des perspectives de recherches qui peuvent servir pour de futurs travaux dans le domaine des biocomposites

PREMIERE

PARTIE

Synthèse bibliographique sur
Les biocomposites et leur
application

I. Partie bibliographique

I.1. Introduction

Les matériaux composites à matrice polymère thermoplastique de synthèse renforcée par des fibres de bois sont internationalement connus sous le sigle WPC de Wood Plastic Composites. Il faut noter que cette dénomination englobe de façon très générale les composites réalisés avec tous les types de polymères et tous les types de fibres végétales. Plusieurs fabricants de composites thermoplastiques/fibres de verre ou de carbone se sont tournés vers les fibres végétales pour plusieurs raisons : ces fibres permettent de réduire l'usure des machines de mise en forme et de diminuer le poids du composite tout en étant une ressource renouvelable, biodégradable et économique [9].

I.2. Les matériaux composites

Un matériau composite est un assemblage intime d'au moins deux matériaux non miscibles à structures différentes (figure I.1). L'un des deux composants est un renfort et l'autre une matrice [10]. Le renfort apporte la tenue mécanique au matériau tandis que la matrice, dont les propriétés mécaniques sont plus faibles, assure la cohésion, le transfert de charges et l'orientation des renforts ainsi qu'une protection contre les agressions venant de l'extérieur et définit la gamme de température d'utilisation du matériau [11]. Le but recherché dans cette association est d'aboutir à un matériau dont les performances globales sont supérieures à celles des composants pris séparément [12].

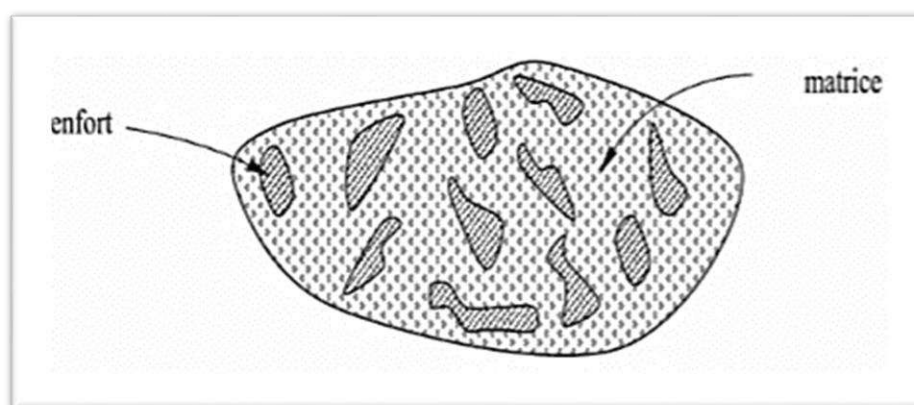


Figure I.1: Principe d'un matériau composite [10].

Il existe deux catégories de fibres qui peuvent être utilisées comme renforcement [13] (figure I.2)

- La catégorie des fibres inorganiques : les fibres les plus courantes de cette catégorie sont les fibres d'aramides (kevlar) et les fibres de polyester ;
- La catégorie des fibres organiques : cette catégorie englobe les fibres minérales (comme les fibres de verres, de carbones, de bores, et de céramiques) ; les fibres métalliques (Comme les fibres d'acier et de fonte) ; les fibres naturelles qui se divisent en fibres animales (comme les fibres de poil, de laine, et de soie, etc.) et fibres végétales (comme les fibres de Jute, de sisal, de coir, de bois, de bambou, et de palmier).

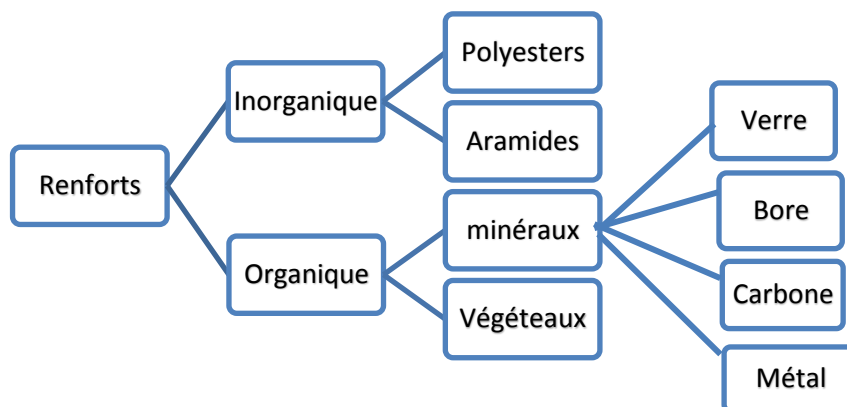


Figure I.2 : Types de renfort [14].

On peut distinguer également trois types de matériaux composites selon la nature de la matrice utilisée [15] (figure I.3) :

- **Les composites à matrice organique (CMO) :** Les composites à matrice organique sont les plus répandus et constituent la partie la plus importante aujourd'hui à l'échelle industrielle grâce au coût suffisamment réduit, cette famille regroupe des gammes de prix et de performances très étendues. Ces composites utilisent des polymères variés en tant que matrice, et le renfort est généralement constitué de fibres (verre, carbone, aramide, végétales) ;
- **Les composites à matrice céramique (CMC) :** Ils sont employés dans les applications à très haute température comme le spatial, le nucléaire et le militaire, ainsi que le freinage. Ils présentent une très haute résistance à la température et bonne stabilité chimique mais ils sont moins répandus par rapport aux autres composites en raison du coût élevé [1]. Le renfort de la matrice pour ces applications est généralement fait de fibres courtes de carbure de silicium ou de nitrure de bore ;

- **Les composites à matrice métallique (CMM) :** Les composites à matrice métallique ont été élaborés dans le but d'améliorer les qualités des métaux en ce qui concerne la légèreté et les bonnes caractéristiques mécaniques propres aux structures composites. Ils sont composés d'une matrice métallique comme de l'aluminium renforcée de fibres ou de particules, carbure de silicium par exemple.

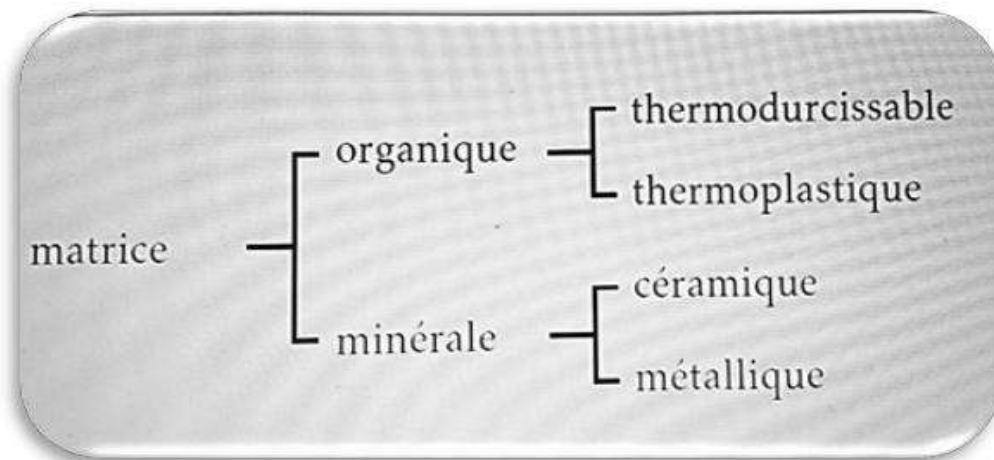


Figure I.3: Types de matrice [14].

Parmi les matrices organiques, trois catégories de polymères peuvent être utilisées :

- les polymères thermoplastiques ;
- les polymères thermodurcissables ;
- les élastomères.

L'importante diversité de renfort et de matrice permet de façonner les matériaux composites en fonction du besoin exprimé. L'amélioration des caractéristiques physicomécaniques de ces matériaux constitue une des clés de leur développement industriel [2].

I.3. Les matériaux bio-composites

Les bio-composites (composites biodégradables) sont une catégorie particulière de matériaux composites [16]. Un matériau sera dit « bio-composite » s'il possède au moins un élément biodégradable parmi sa matrice et son renfort. On fera donc la différence entre un matériau bio-composite entièrement biodégradable, constitué d'un renfort et d'une matrice biodégradables, et un composite partiellement biodégradable, possédant soit une matrice soit un renfort biodégradable [2].

Un schéma de ces catégories de composites est présenté dans la figure I.4.

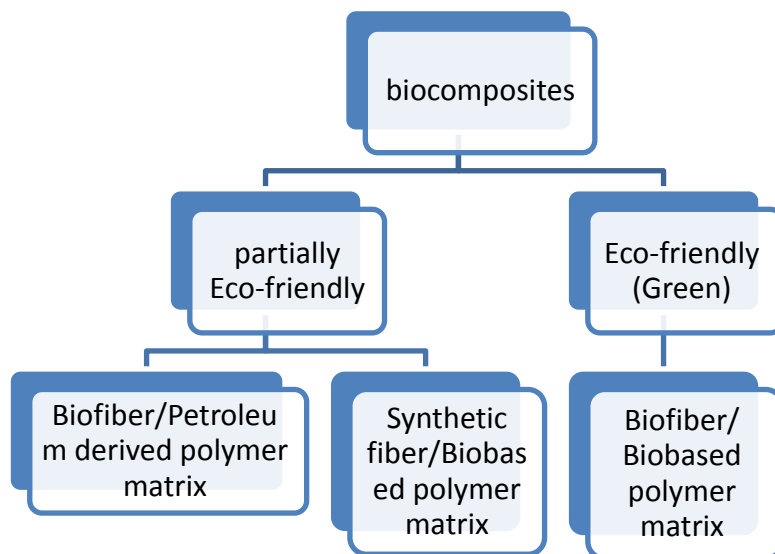


Figure I.4: Classification des biocomposites [17].

I.4. Un polymère

Les polymères sont des macromolécules formées par la répétition successive d'un même motif élémentaire appelé monomère (figure I.5). Les monomères contiennent des atomes de carbone et les liaisons covalentes lient ces atomes de carbone et des atomes d'hydrogène, d'oxygène, d'azote, plus éventuellement des atomes de chlore, de fluor, de soufre, etc. Le nombre moyen de ces unités de base (monomères) dans les molécules finales (polymères) est le degré de polymérisation. Si ce degré de polymérisation est élevé, on parle de hauts polymères ; lorsqu'il est faible, le composé est un oligomère [18,19].

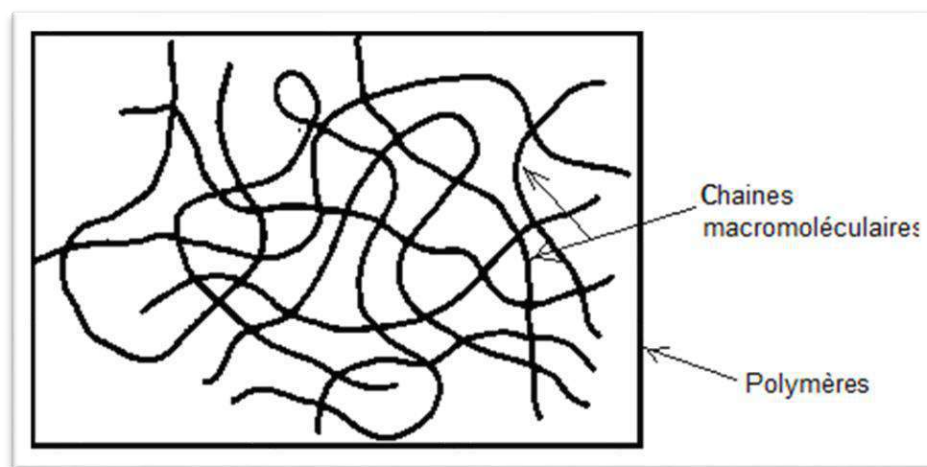


Figure I.5 : La constitution d'un polymère.

I.5. Polychlorure de vinyle (PVC)

I.5.1. Définition du Polychlorure de vinyle (PVC)

Est une matière thermoplastique de synthèse composée de carbone, d'hydrogène et de chlore. Le carbone et l'hydrogène proviennent de pétrole (43%), tandis que le chlore est originaire du sel de mer (57%) [20]. C'est la seule matière plastique constituée par plus de 50 % de matière première d'origine minérale [21].

De formule chimique $-(\text{CH}_2-\text{CHCl})_n-$, il est obtenu par polymérisation radicalaire du monomère chlorure de vinyle (figure I.6).

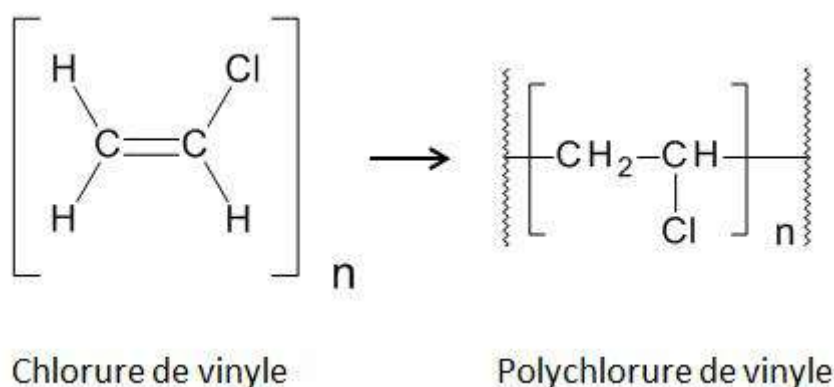


Figure I.6: Schéma de polymérisation du chlorure de vinyle [22].

I.5.2. Propriétés physiques et mécaniques du PVC

Le PVC est un polymère amorphe présentant une très faible cristallinité (de l'ordre de 7%), dont la masse volumique est de 1.4 g/cm^3 pour les mélanges non plastifiés et de 1.2 à 1.3 g/cm^3 pour les mélanges plastifiés. Le PVC présente une bonne rigidité à température ambiante ainsi qu'une excellente résistance à l'abrasion. Il présente, par contre, une certaine fragilité au froid, notamment une fragilité au choc à température inférieure à -10°C [23].

I.6. Les fibres naturelles

La fibre naturelle est la ressource renouvelable la plus abondante au monde. Ce matériau peut être obtenu à partir de la biomasse naturellement disponible ou des déchets des produits forestiers, de l'agriculture et des plantations. Elle est également connue sous le nom de fibre de ligno-cellulose car ses principaux composants sont la cellulose (α -cellulose) et / ou la lignine, et l'hémicellulose [24]. Les fibres naturelles peuvent être classées selon leur origine.

Il est donc possible de distinguer trois grandes familles [25] :

- Les fibres végétales : elles se subdivisent elles-mêmes selon leur provenance. On peut donc citer les fibres libériennes qui sont extraites de tiges de plantes (chanvre, lin, ramie, jute), les fibres dures qui sont extraites de feuilles (sisal), de troncs (palmier), de fruits ou d'écorces de fruits (coir, noix de coco), et les fibres qui proviennent des poils séminaux de graines (coton, kapok), des herbes (arundo donax), de la paille (blé) du bois (résineux, feuillus),
- Les fibres animales : elles peuvent émaner des poils (toison animale) ou encore des sécrétions (soie).
- Les fibres minérales (amiante).

La figure I.7 illustre la classification des fibres naturelles

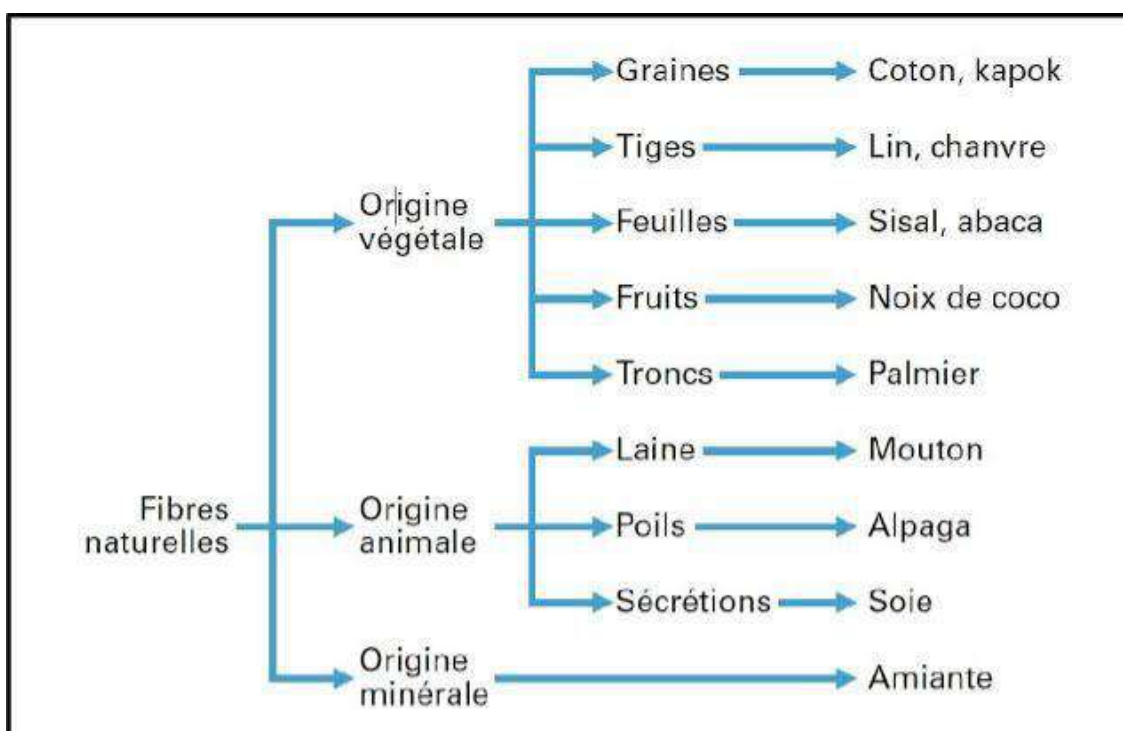


Figure I.7: Classification des fibres naturelles en fonction de leur origine [26].

I.7. Les fibres végétales

I.7.1. Définition d'une fibre végétale

Les fibres végétales dites encore fibres lignocellulosiques, sont des structures biologiques fibrillaires issues de la biomasse végétale [27,28]. Les fibres végétales proviennent de

différentes sources ; elles sont issues de déchets de bois, de déchets de palmiers, de résidus agricoles et de différentes parties des plantes à fibre :de tiges (kénaf, jute, lin, ramie, etc.), de feuilles (sisal, abaca, paille de graminées, etc.), de fruits (noix de coco) et de graines (coton, kapok, etc.) [29].

I.7.2. Composition chimique des fibres végétales

Hormis l'eau qui reste la molécule indispensable pour la survie de n'importe quelle espèce végétale, les cellules végétales se composent principalement de polymères à base de sucre (glucides) qui sont combinés avec de la lignine et d'autres produits d'extraction en quantités moindres. La composition chimique varie d'une plante à une autre et dépend de l'espèce, de l'âge de la plante, des conditions climatiques, de la composition du sol et de la méthode d'extraction utilisée. Les fibres végétales se composent principalement de la cellulose, d'hémicellulose, de la lignine, de la pectine et des cires [30]. Les propriétés de chaque constituant contribuent à la propriété globale de la fibre. La cellulose est responsable de la résistance mécanique de la plante [31]. L'hémicellulose est responsable de la biodégradation, l'absorption d'humidité, et la dégradation thermique de la fibre. La lignine, thermiquement plus stable, est le responsable de la dégradation par les ultraviolets (UV) [32].

Une fibre végétale est assimilable à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose. La matrice est principalement composée d'hémicellulose et de lignine [33,34] (figure I.8).

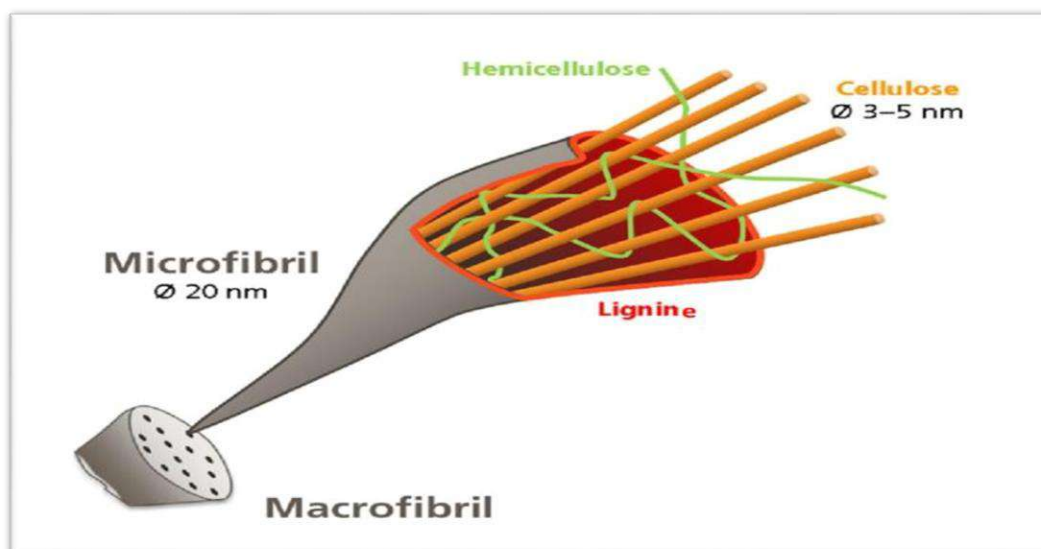


Figure I.8: Structure schématique d'une fibre végétale [35].

1.7.2.1. La cellulose

La cellulose est le principal composé de la totalité des fibres végétales et représente la matière la plus abondante sur la surface de la terre (plus de 50 % de la biomasse) [36]. C'est une macromolécule formée de longues chaînes de polymères linéaires non ramifiées dont le motif de base est le glucose $C_6H_{12}O_6$ (figure 1.9).

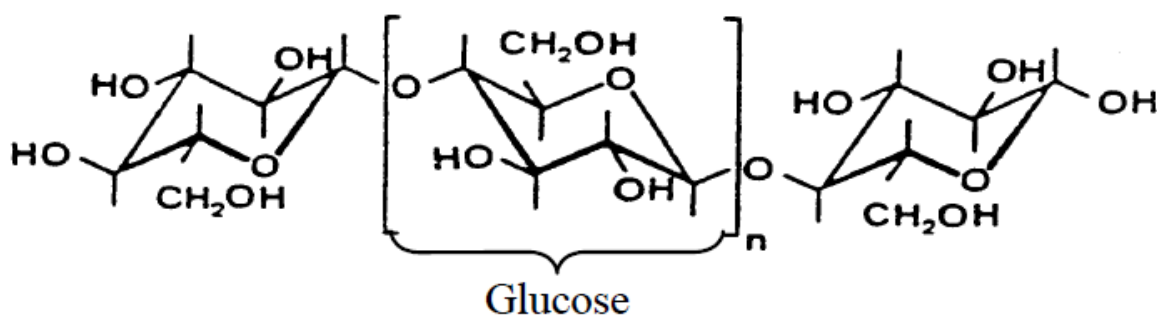


Figure I.9 : Structure chimique de la cellulose [37].

La cellulose est un polymère qui possède une structure fibrillaire et partiellement cristalline, les microfibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes totalement désordonnées [38].

1.7.2.2. La lignine

La lignine forme avec la cellulose et l'hémicellulose la grande majorité de la biomasse, elle est 2ème après la cellulose en termes d'abondance. Ses principales fonctions sont d'apporter de la rigidité, une imperméabilité à l'eau et une grande résistance à la décomposition (barrière de protection biologique) [30]. La lignine ou « les lignines » sont des polymères tridimensionnels provenant de la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropénoïques dont la structure, dépendant de l'espèce végétal ; est indiquée sur la figure I.10: l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique. La lignine est totalement amorphe et hydrophobe. Elle n'est pas hydrolysée par les acides, mais soluble à chaud dans la soude, facilement oxydée et facilement condensable avec du phénol [28,39].

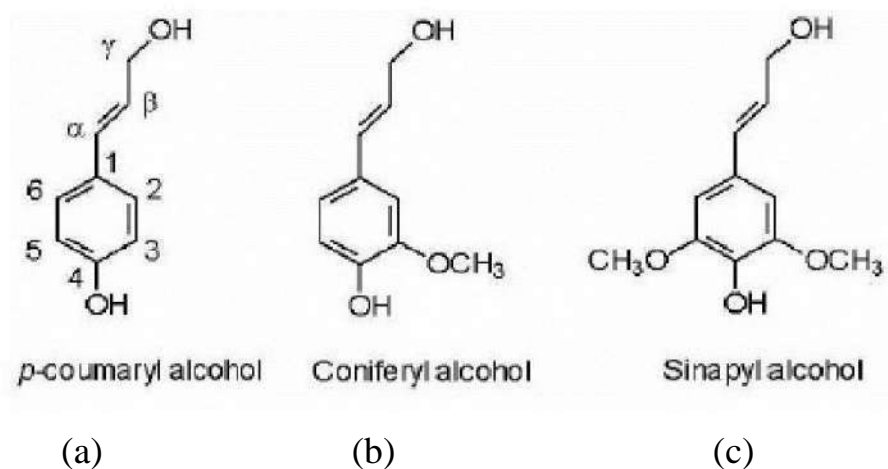


Figure I.10: Structure des précurseurs de la lignine [28]

a) coumaryl alcohol, b) coniferyl alcohol, c) sinapyl alcohol.

1.7.2.3. Les hémicelluloses

Les hémicelluloses représentent le 3ème composant principal juste après la cellulose et la lignine, avec une proportion en poids d'à peu près 25% de la biomasse [30]. Les hémicelluloses sont des polysaccharides, qui se trouvent dans tous les végétaux caractérisés par des masses molaires beaucoup plus faibles que celle de la cellulose et par des structures moins régulières à la fois par la présence de différentes unités dans leurs chaînes et/ou de ramifications [40], et sont constituées de monomères glucidiques variés, tels que, le xylose, le mannose, le galactose, le rhamnose et l'arabinose. L'hémicellulose est très hydrophile, soluble dans les solutions alcalines et facilement hydrolysée dans les acides [28,39].

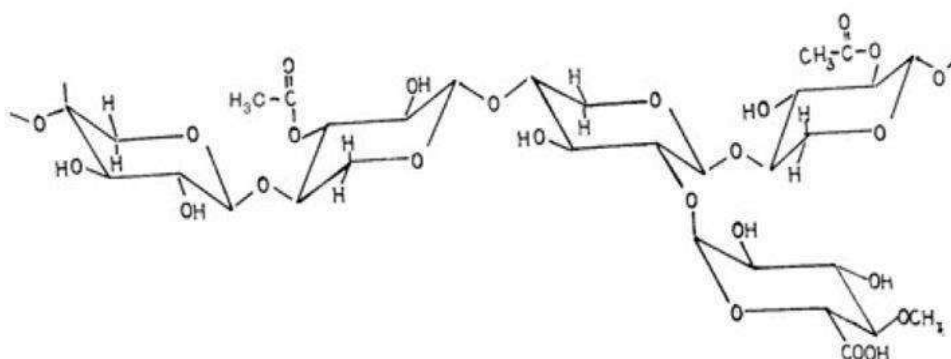


Figure I.11 : Molécule de l'hémicellulose [41].

Le tableau I.1 illustre les compositions chimiques de quelque type des fibres végétales.

Tableau I.1 : Compositions chimiques de quelques types des fibres végétales [41].

Fiber	Cellulose (%)	Hemicellulose (%)	Lignine (%)	Graisses (%)
Bagasse	55.2	16.8	25.3	/
Bambou	26-43	30	21-31	/
Lin	71	18.6-20.6	2.2	1.5
KénaF	72	20.3	9	/
Jute	61-71	14-20	12-13	0.5
Chanvre	68	15	10	0.8
Ramie	68.6-76.2	13-16	0.6-0.7	0.3
Sisal	65	12	9.9	2
Palmier dattier	32 -35.8	24.4 -28.1	26 .7 -28.1	7

I.7.3. Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales

La variabilité dans les proportions des constituants chimiques des fibres végétales implique une variabilité des propriétés physico-mécaniques des fibres végétales. Plusieurs travaux ont montré que les fibres végétales ont des propriétés mécaniques variées, à l'intérieur même d'une espèce donnée. Cette variation de propriétés représente un des inconvénients des fibres végétales en comparaison aux fibres synthétiques. Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre, sa porosité, sa densité, sa teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau. Elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, à la rupture et par le module d'élasticité [13]. En règle générale, la résistance à la traction et le module d'Young des fibres croît avec l'augmentation de la teneur en cellulose. Les fibres végétales sont d'une manière générale de bons renforts pour les matrices thermoplastiques ou thermodurcissables à cause de leur résistance relativement grande et leur faible densité [8]. Les tableaux I.2 et I.3 montrent la variation des propriétés physico- mécaniques de différentes espèces des fibres.

Tableau I.2 : Propriétés physiques de certaines fibres végétales [4].

Properties	Density (g/cm ³)	Length (mm)	Diameter (µm)	Annual world Production	Cost Per Weight (USD/Kg)	Thermal Conductivity (W/mK)
Coir	1.15-1.46	20-150	10-460	100	0.3	0.047
Date Palm	0.9-1.2	20-250	100-1000	4200	0.02	0.083
Hemp	1.4-1.5	5-55	25-500	214	1.21	0.115
Sisal	1.33-1.5	900	8-200	378	1	0.07

Tableau I.3: Diamètre et propriétés élastiques de certaines fibres végétales [42].

Properties	Diameter (μm)	Tensile strength (MPa)	Young's modulus (GPa)	Elongation at break (%)
Jute	25-200	393-773	13-26.5	1.16-1.5
Flax	10-40	600-2000	12-85	1-4
Sisal	50-200	468-640	9.4-22.0	3-7
Cotton	-	287-800	5.5-12.6	7-8
Coir	100-450	131-175	4-6	15-40
Raw Date Palm Fiber (DPF)	100-1000	58-203	2-7.5	5-10

I.8. Les fibres des palmiers dattiers

Le palmier dattier, membre de la famille des palmiers (*Phoenix dactylifera*) est considéré comme l'un des sources de fibres naturelles les plus disponibles et peu coûteux par rapport aux autres sources de celles-ci. Par ailleurs, ces fibres présentent des propriétés physiques, mécaniques et thermiques, variant selon la partie du palmier lui-même d'où ils ont été pris. De nature, les fibres du palmier dattier sont lignocellulosiques comme la plupart des fibres végétales, elles peuvent être obtenues à partir de quatre parties du palmier dattier, à savoir le Fibrillum, le Régime de datte, le Rachis et les folioles (figure I.8). [43,44]



Figure I.12 : Sources des fibres dans le palmier dattier [44]

a) Régime de datte ; b) Les folioles ; c) Les Rachis d) Fibrillum.

L'utilisation parfaite des fibres entourant la tige des palmiers dattiers comme renfort dans les matériaux polymères [43].

I.9. Interface végétale/polymère

L'adhésion entre les fibres et la matrice est sans doute le point le plus important au niveau des caractéristiques des matériaux composites. En effet, leurs propriétés mécaniques chutent si l'adhésion fibre/matrice est mauvaise. Ce phénomène est lié au fait que les fibres végétales sont hydrophiles et polaires car elles sont composées de lignocellulose, qui contient des groupes hydroxyles. Ces fibres sont donc incompatibles avec les polymères thermoplastiques couramment utilisés pour ces composites qui sont hydrophobes et apolaires. Pour minimiser ces problèmes, beaucoup de travaux de recherches récentes ont porté sur l'amélioration d'adhésion fibre/matrice [45].

I.10. Méthodes d'amélioration de l'interface fibre / matrice

En raison de la faible compatibilité entre les fibres lignocellulosiques et les matrices thermoplastiques, La modification de surface de la fibre naturelle, elle devenu nécessaire pour améliorer cette compatibilité fibre/matrice et leur adhésion interfaciale [46,47].

Ces méthodes des modifications ont pour objectif de :

- Créer des liaisons fortes entre la fibre et la matrice ;
- Abaisser le caractère hydrophile des fibres végétales.

Les méthodes de modifications (traitements) sont différemment efficaces en ce qui concerne l'adhésion entre la matrice et les fibres [7]. Ils existent deux principales méthodes de modifications de surface : les méthodes physiques et les méthodes chimiques. Elles différents suivant qu'elles changent les propriétés de surfaces ou par le changement de la structure des surfaces.

I.10.1. Traitement à la soude

Le traitement à la soude ou mercerisage est l'un des traitements les plus utilisés avec les fibres naturelles lorsqu'elles sont utilisées pour renforcer les thermoplastiques et les thermodurcissables [48], Ce prétraitement permet d'éliminer les constituants indésirables de la fibre, telles que la lignine, l'hémicellulose et la pectine. Ce qui entraîne des changements dimensionnels, morphologiques et mécaniques des fibres. La texturation de surface par apparition des micros

fibrilles donne une rugosité de surface. Ceci peut faciliter l'adhérence mécanique en plus d'une meilleure imprégnation de la résine [49]. D'après **Albano et al.** [50], un traitement alcalin permet d'extraire les impuretés pour faciliter les interactions physico-chimiques à l'interface charge/polymère.

I.11. Synthèse des travaux sur le palmier dattier

Les sous-produits de palmier dattier a déjà fait l'objet de plusieurs études. Les travaux exploitent la possibilité de l'incorporation de ses matériaux dans différentes matrices afin d'obtenir des bio-composites adaptés aux plusieurs applications favorables à l'environnement.

A. Alawar et al. [42] Ont étudié l'effet de traitement chimique avec différentes concentrations d'alcalin (0,5%, 1%, 1,5%, 2,5% et 5%) et un traitement acide avec 0,3, 0,9, et 1,6 N sur la fibre de surface de tronc (Lif). Tous les traitements ont été effectués à 100°C pendant 1h. Différentes techniques expérimentales telles que la morphologie de surface, l'analyse par gravimétrie thermique (TGA), la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), les essais mécaniques et l'analyse chimique du Lif, ont montré que l'échantillon traité avec 1% d'alcalin a une propriété mécanique optimale. Le traitement à l'acide chlorhydrique a entraîné une détérioration des propriétés mécaniques.

T. Djoudi et al. [51] Étaient intéressés à la caractérisation physico-mécanique des fibres extraites de différentes parties du palmier. Ils ont effectué la caractérisation physique et mécanique du matériau composite à base de ces fibres et de la matrice époxy. Des tests de résistance à la traction ont été effectués pour des matériaux composites avec différentes pourcentages de fibres (4, 7, 10 et 15%) révèlent qu'il y a une amélioration des propriétés mécanique de la résine vierge proportionnelle au taux massique de fibres 10 %, alors qu'une dégradation de ces propriétés est observée pour un taux massique de fibres de 15 %.

E.A. Elbadry. [52] Est intéressé à étudier l'effet de différentes méthodes de traitement de surface sur les différentes propriétés des fibres de surface de palmier dattier (DPF) par rapport aux fibres DPF brutes telles que la morphologie de surface, la densité, la stabilité thermique et les propriétés de traction, en utilisant différents traitements mécanique et chimique avec 1 % d'hydroxyde de sodium à 100°C pendant 1h. Les résultats ont montré que les performances mécaniques du DPF étaient améliorées par différents traitements et que le traitement chimique avait un effet prononcé sur le comportement du DPF.

A. Kriker et al.[53] Ont examinés les fibres de surface de palmier dattier (lif) extraites de quatre variétés du palmier dattier. Leurs propriétés mécaniques et physiques sont déterminées en fonction du durcissement dans l'eau et dans un climat chaud et sec. Les résultats obtenus montrent que les fibres de Dokhar sont les plus résistantes et les plus allongeables. En outre, l'humidité augmente légèrement la résistance et l'allongement à la rupture des fibres. Par contre à l'état sec, les fibres ont un module d'élasticité légèrement supérieur à celui de l'état humide.

I. Taha et al. [54] Ont fait plusieurs recherches pour modifier les fibres naturelles en vue d'une meilleure compatibilité avec les matrices polymères. Ou` les fibres de la tige du spadice du palmier dattier ont été traitées avec de l'hydroxyde de sodium à différents moments. L'effet du traitement alcalin sur la structure, le comportement thermique et mécanique des fibres a été vérifié par analyse chimique, spectroscopie FTIR, TGA et essai de traction. En comparant les différents paramètres d'alcalinisation, des résultats prometteurs sont obtenus avec une solution de soude à 2% sur un temps de traitement de 2h.

K. Riahi et al. [55] Ont étudié l'application de la filtration sur les fibres de palmier dattier comme méthode efficace pour éliminer la turbidité, le phosphore, les matières organiques en termes de DCO et les œufs d'helminthes des eaux usées domestiques secondaires dans des conditions opérationnelles (débit, profondeur du filtre et diamètre des fibres). Les résultats indiquent que le diamètre des fibres avait le facteur le plus important. Les résultats des tests pilotes ont indiqué que la filtration des fibres de palmier dattier éliminait jusqu'à 54,9 % de la turbidité, 80,6 % de la DCO, 57,7 % du phosphore et 98 % des œufs d'helminthes.

I.12. Filtration membranaire

L'accroissement des activités industrielles engendre l'émission dans le milieu naturel de divers effluents toxiques qui présentent un danger pour l'écosystème. Par conséquent, leur élimination est devenue une priorité et constitue actuellement un enjeu et une préoccupation majeurs pour les scientifiques [56]. Parmi les solutions possibles, les procédés de filtration par membranes occupent une place privilégiée grâce à leurs performances énergétiques et techno-économiques de plus en plus concurrentielles [57].

La technologie de membranes est un processus largement utilisé à grande échelle pour produire de l'eau potable à partir de l'eau de mer, pour clarifier les effluents industriels, pour concentrer, purifier ou séparer des solutions macromoléculaires de l'industrie agroalimentaire [58,59]

I.12.1. Les membranes

Les membranes sont des médias filtrants possédant une barrière sélective, qui selon le diamètre des pores retiendra des particules de tailles et de poids moléculaires différents. Elles assurent le transfert, d'un milieu vers un autre des espèces chimiques présentes en solution sous l'action d'une force motrice, seront obtenus alors un perméat (fluide ayant traversé la membrane) et une retaille [59].

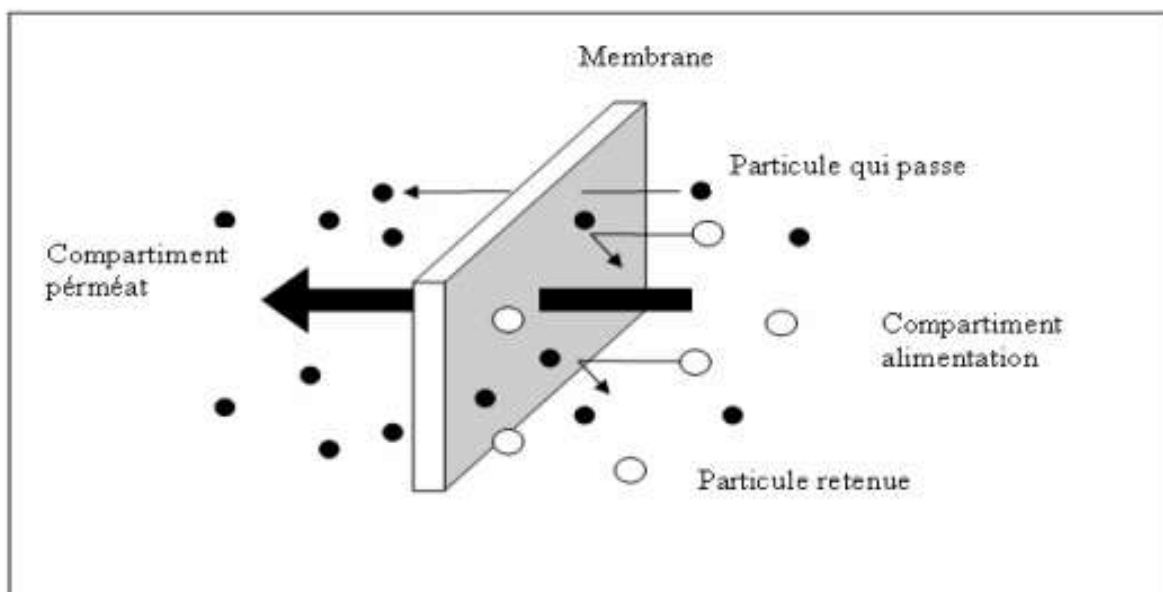


Figure I.13 : Membrane sélective [60].

Il existe différentes techniques de filtration [61] :

- La microfiltration (MF)
- L'ultrafiltration (UF)
- La nanofiltration (NF)
- L'osmose inverse (OI)

La comparaison des procédés à membranes à d'autres procédés de séparation dits conventionnels (technologies moins récentes et ayant atteint leur maturité, telles que la distillation ou l'extraction), fait apparaître de nombreux avantages [59] :

- ✓ Les procédés membranaires correspondent souvent à une moindre consommation d'énergie (la séparation peut s'effectuer à température ambiante...).
- ✓ Ils peuvent être exploités en ligne.
- ✓ Les espèces séparées par ces procédés ne subissent aucune altération.

- ✓ La séparation est effective et dans certains cas on aboutit à la réduction des volumes mis en jeu.

I.12.2. Classification des membranes

Il existe une grande diversité de membranes qui se distinguent les unes des autres par leur nature, leur structure et leur géométrie. Les caractéristiques chimiques et structurales de ces matériaux leur confèrent des performances de séparation clairement identifiées, les rendant ainsi aptes à réaliser des séparations spécifiques dans divers secteurs de l'industrie (traitement des eaux usées, des effluents industriels, des fluides alimentaires...etc) [60].

La structure des matériaux permet de distinguer trois types de membranes, les membranes isotropes (elles micro structurelle constante sur toute leur épaisseur) ; les membranes anisotropes (leur microstructure varie de la surface de la membrane vers l'intérieur) et composite (Elles sont constituées d'un assemblage de deux ou plusieurs couches de matériaux différents et présentant différentes porosités) [62].

Les membranes utilisées dans les procédés de filtration peuvent être de nature organique ou minérale. Les membranes organiques sont fabriquées à base de polymères tels que le polyamide, la polysulphone, la polyéthersulphone... tandis que les membranes inorganiques sont constituées de matériaux céramiques tels que l'alumine, le dioxyde de titane ou la zircone [60].

Les membranes de filtration en polymères représentent plus de 80 % du marché. D'une manière générale, les avantages reconnus des membranes en polymères sont :

- une mise en œuvre aisée.
- une disponibilité dans toutes les tailles de pores (de la microfiltration à l'osmose inverse).
- un faible coût de production.

Le principal défaut des membranes organiques est leur faible résistance thermique et chimique comparée à celle des membranes minérales. Les membranes en polymères fluorés (PTFE, PVDF...) sont les plus résistantes chimiquement [60,63].

I.12.3. Les modules membranaires

Les membranes peuvent se présenter sous forme de feuilles (membranes organiques), de plaques (membranes céramiques), de tubes (membranes organiques et céramiques) ou de fibres creuses (membranes organiques et céramiques). Dans un procédé de séparation membranaire, la surface de filtration est organisée en modules qui peuvent être de différentes géométries [61] :

- Module plan
- Module tubulaire
- Fibre creuse
- Module spiralé

DEUXIEME
PARTIE

11.1. Méthodologie expérimentale

11.2. Résultats et Discussion

II.1. Méthodologie expérimentale

II.1.1. Introduction

L'objectif de notre travail est d'élaborer une membrane composite à base d'une matrice thermoplastique (PVC) et d'une fibre végétale (Lif) et d'exploiter par la suite sa capacité de filtration d'une eau polluée par un colorant synthétique (bleu de méthylène dans ce cas) en jouant sur quelques paramètres à savoir le rapport matrice/fibre, le traitement de la fibre.....etc. Les thématiques de ce travail ont été réalisées au laboratoire de Biogéochimie des Milieux Désertiques de la faculté des sciences de l'université d'Ouargla.

Les différentes étapes de préparation des fibres et des composites sont récapitulées dans l'organigramme suivant : (figure II.1)

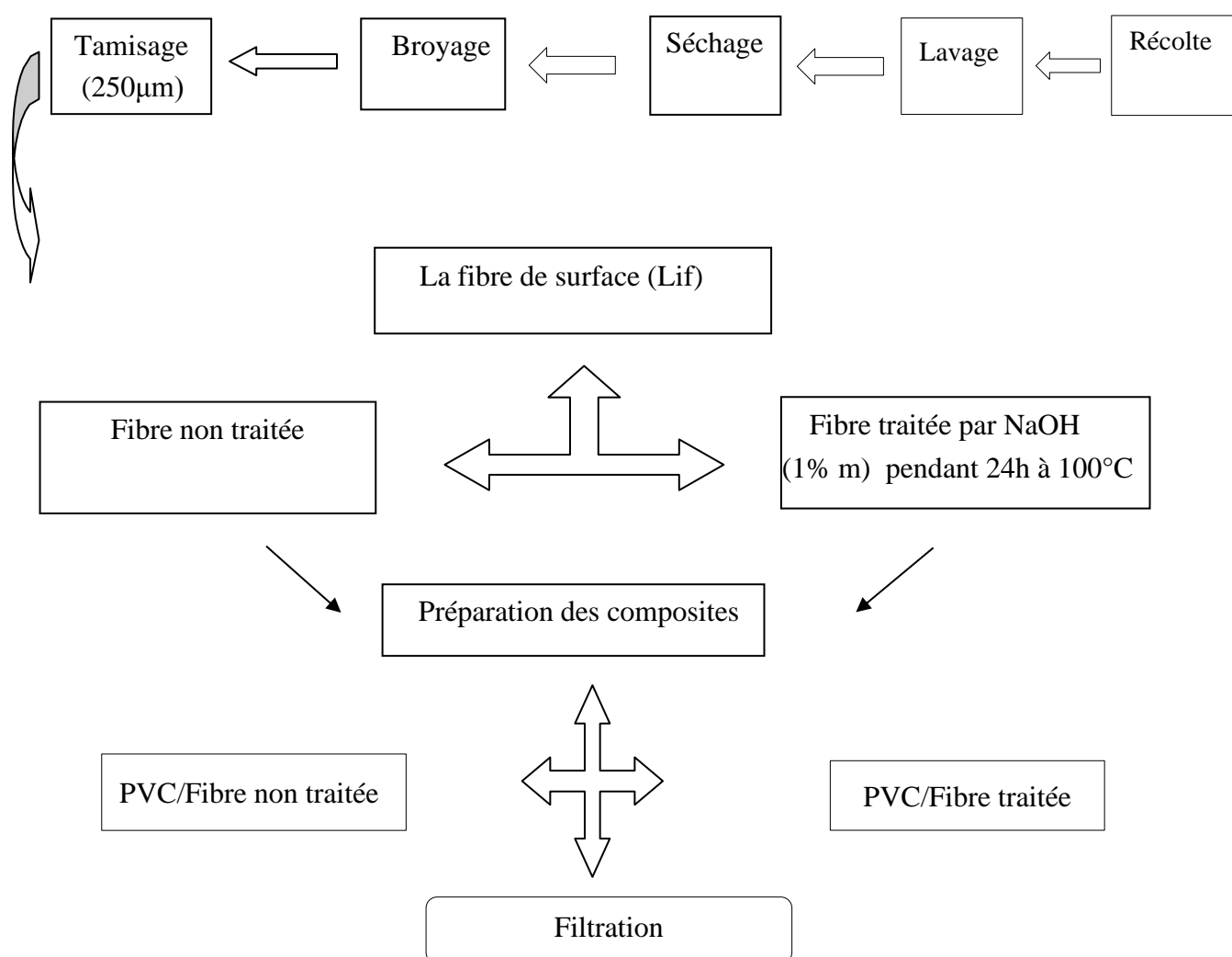


Figure III. 1 : Organigramme de Préparation des fibres et des composites.

II.1.2. Matériaux utilisés

Le polychlorure de vinyle

Le polymère utilisé est le polychlorure de vinyle, sous forme de poudre de couleur blanche fourni par la société « **BIOCHEM Chermopharma** »

- Formule générale : $(\text{CH}_2\text{-CHCl})_n$
- Masse molaire : $M=40000\text{M}$
- Conductivité thermique : 0.2 w/m.k
- Viscosité apparente : $0.89 \text{ à } 0.95$
- Densité : $1.16 - 1.35$
- Température de transition vitreuse (T_g) : 80°



Figure II.2: Polychlorure de vinyle PVC.

Les fibres végétales (FVP)

La fibre végétale utilisée est la fibre de surface de palmier dattier (*Phoenix dactylifera*) de deux types : Deglet Nour et Ghars (zone de culte Ouargla – sud Algérien).



Figure II.3: Palmier dattier.

Hydroxyde de sodium

L'hydroxyde de sodium utilisée a été produite par la société « **EDEN LABO** »

- Formule générale : NaOH
- Nom : hydroxyde de sodium
- Masse molaire : 40 g/mol
- Masse volumique : 2.13 g/cm³
- La couleur : blanc
- Odeur : Inodore

Acide acétique

L'acide acétique utilisée a été produite par la société « **BIOCHEM Chermopharma** »

- Formule générale : C₂H₄O₂
- Masse molaire : 60.05 g/mol
- Masse volumique : 1.049 g/cm³
- Point d'ébullition : 117.9 °C

Tétrahydrofurane (THF)

Le solvant utilisée a été produite par la société « **BIOCHEM Chermopharma** »

- Formule générale : C₄H₈O
- Masse molaire : 72.11 g/mol
- Masse volumique : 0.886 g/cm³
- Point d'ébullition : 65-66 °C

Bleu de méthylène

- Formule générale : C₁₆ H₁₈ ClN₃ S
- Masse molaire : 319.852 g/mol

II.1.3. Matériel utilisé

- ❖ Béchers (50ml, 250ml)
- ❖ Boîtes de pétrie
- ❖ Barreau aimanté
- ❖ Balance
- ❖ Spatule
- ❖ Etuve

- ❖ Agitateur + plaque chauffante
- ❖ Éprouvettes graduées (25ml, 1000ml)
- ❖ Montage de filtration sous vide
- ❖ Pipette jaugée
- ❖ Thermomètre
- ❖ Burette

II.1.4. Techniques expérimentales

II.1.4.1. Préparation des fibres de palmier dattier

Dans notre étude, la charge utilisée est les fibres de surface de palmier dattier (Lif). Les fibres étudiées ont été collectées à partir de palmiers dattiers de la région d'Ouargla située au sud de l'Algérie, ces fibres ont subi plusieurs prés traitements, à savoir :

- Lavage avec de l'eau afin d'éliminer les impuretés solubles dans l'eau (figure II.4).



Figure II.4: Lavage des fibres.

- Séchage naturel à l'air libre pendant 48 afin d'éliminer au maximum l'humidité présente pour être prêtes à la prochaine étape de préparation.
- Broyage des fibres de palmier en utilisant un broyeur pour obtenir vers la fin une poudre à dimension différentes (figure II.5).



Figure II.5: broyage des fibres.

- Tamisage des fibres broyées pour obtenir des fibres de taille 250 μm (figure II.6).



Figure II.6: Tamisage des fibres.

II.1.4.2. Modification chimique des fibres de palmier dattier

Les fibres ont été modifiées selon la méthode décrite ci-dessous (les concentrations sont exprimées en % massique).

II.1.4.2.1. Modification chimique des fibres de palmier par la soude NaOH

Dans un ballon, on introduit 6 g de la fibre de palmier et 150 ml de NaOH (1%) sous agitation à 100°C pendant une heure (figure II.7). Les fibres sont récupérées ensuite rincées plusieurs fois avec de l'eau distillée (figure II.8, II.9), des gouttes d'acide acétique sont ajoutées afin de neutraliser l'excès de soude, suivit par des lavages avec l'eau distillée jusqu'à un pH de 7 (figure II.10) et on termine par un séchage à l'air libre pendant 5 jours ensuite dans une étuve à 60°C pendant 24h (figure II.11).



Figure II.7: Montage de mercerisation.



Figure II.8: Lavage des fibres après le traitement.



Figure II.9: Filtration des fibres après le lavage.



Figure II.10: Réglage le pH de milieu.



Figure II.11: Etuvage 60°C, 24h.



Figure II.12: la fibre du palmier dattier, **(a)** avant traitement **(b)** après traitement par NaOH.

II.1.4.3. Préparation des composites

Nos composites ont été préparés sous forme de solutions. En utilisant le polychlorure de vinyle renforcé par des fibres de palmier dattier (traitées et non traitées) à différentes proportions massiques (20 et 40 %) comme suit :

On dissout une quantité bien déterminée du PVC dans le solvant (THF) à température entre 50 et 55°C sous agitation contenue jusqu'à l'obtention d'une solution homogène (dissolution de PVC). Dans un ballon et sous agitation, on met une quantité déterminée aussi, de fibre du palmier dattier (figure II.13). En fin, cette solution est versée dans une boîte de pétrie et sera décollé une fois que le solvant est évaporé.



Figure II.13: Montage de préparation des biocomposites.

La composition des différents composites préparés sont récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau II.1: La Composition de différentes membranes composites préparées.

Composites	PVC en poids (g)	Fibre en poids (g)	Rapport PVC/FV	Nature de la Fibre
Composites 1	2.4	1.6	60/40	Fibre non traitée
Composite 2	2.4	1.6	60/40	Fibre traitée par NaOH
Composite 3	3.2	0.8	80/20	Fibre non traitée
Composite 4	3.2	0.8	80/20	Fibre traitée par NaOH

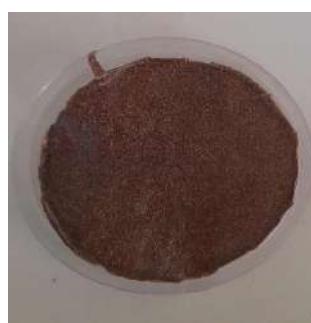
La figure II.14 montre les images des membranes préparés après évaporation du solvant.



Composite 1



Composite 2



Composite 3



Composite 4

Figure II.14 : Les composites préparés.

II.1.4.4. Préparation des solutions

La solution mère de BM à ont été préparée par dissolution de leur sel dans de l'eau distillée à raison de 5 mg dans 1 litre d'eau distillée (figure II.15). Les solutions filles devant servir à l'analyse, ont été obtenues par des dilutions successives jusqu'aux concentrations désirées qui vont de 0.3 à 2.5 mg/l. De courbe d'étalonnage des colorant ont été établies pour déterminer les concentrations résiduelles du colorant.



Figure II.15: Préparation de solution mère.

II.1.4.1. Spectre d'absorption de BM en UV-visible

Le spectre d'absorption en UV-visible (figure II.16) du BM a été obtenu par un balayage spectral, entre 200 et 800 nm, d'une solution de colorant à 5mg.L⁻¹. Ce spectre montre bien que la longueur d'onde du maximum d'absorption du BM est de 664nm. Donc, la détermination de la concentration résiduelle du colorant est effectuée grâce spectrophotomètre UV-visible à la longueur d'onde de 664 nm.

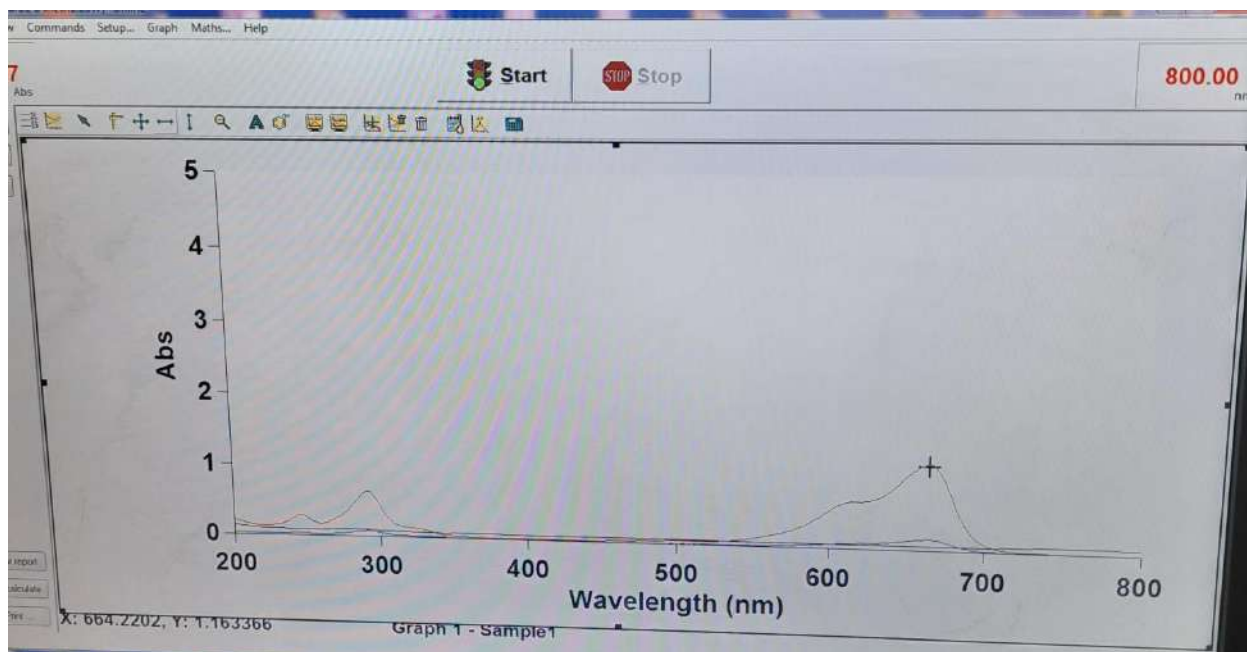


Figure II.16 : Spectre d'absorption de bleu de méthylène en UV-visible.

Les différentes étapes de caractérisation des fibres et des composites sont récapitulées dans l'organigramme suivant : (figure II.17).

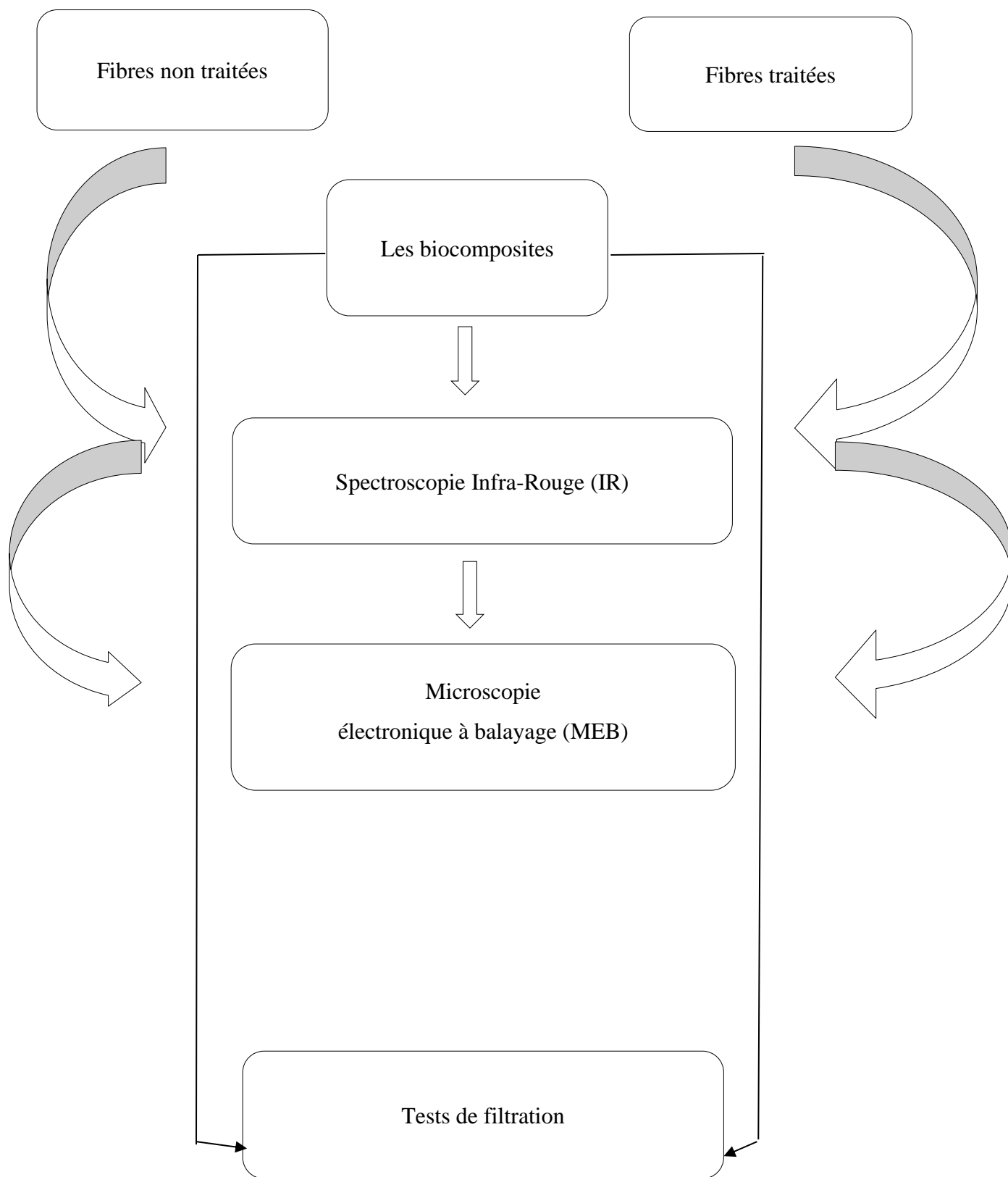


Figure II. 17 : Organigramme de caractérisation des fibres et des composites.

II.1.5. Appareillage de mesure et de caractérisation

II.1.5.1. Spectroscopie Infra-Rouge à Transformée de Fourier par une Réflexion Totale Atténuée (FTIR- ATR)

La spectroscopie IR est une des méthodes les plus efficaces pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles [7]. En effet, le rayonnement IR excite des modes de vibration (déformation, élongation) spécifiques de liaisons chimiques. La spectrométrie infrarouge est également un outil efficace pour étudier les modifications de structure des matériaux résultant de traitements chimiques [45].

La spectrométrie Infrarouge à transformée de Fourier (en anglais : Fourier Transform InfraRed spectroscopy FTIR) est une technique basée sur le fait que les molécules possèdent des fréquences spécifiques pour lesquelles elles vibrent (ou tournent) en correspondance avec des niveaux d'énergies appelés : modes vibratoires. Ici la radiation incidente est de type infrarouge. Pour cette technique particulière (à transformée de Fourier), la lumière infrarouge, après avoir rencontré l'échantillon, passe au travers d'un interféromètre de Michelson (et non pas un monochromateur) constitué d'une séparatrice de faisceaux, d'un miroir fixe et d'un miroir mobile. Le signal enregistré s'appelle interférogramme, il subit une transformée de Fourier pour être finalement tracé et devient un spectre [30]. La réflexion totale atténuée (ATR) est une technique d'échantillonnage qui permet d'examiner des échantillons directement à l'état solide ou liquide, sans autre préparation [31].

L'objectif d'utilisation de FTIR- ATR dans cette étude, est de mesurer le changement de la composition chimique de surface des fibres après le traitement alcalin qu'elles subissent.

L'analyse spectrale FTIR- ATR a été réalisée dans une gamme spectrale comprise entre 400 et 4000 cm^{-1} .

La figure II.18 montre l'image du spectrophotomètre infrarouge utilisé.



Figure II.18: Spectrophotomètre infrarouge utilisé (FTIR- ATR).

II.1.5.2. Spectrophotométrie d'absorption UV-visible

La spectroscopie UV-visible permet la quantification des interactions entre un rayonnement électromagnétique et la matière dans une gamme d'excitation lumineuse [64].

Le principe de la spectroscopie d'absorption UV-visible, repose sur des transitions électroniques ; le passage d'un électron d'une orbitale stable vers une orbitale instable, engendrées par l'absorption de radiations électromagnétiques dans les régions ultraviolet (200 – 400 nm) et visible (400-800 nm) [65].

Les principales applications de la spectrométrie UV-visible dans le Domaine des polymères concernent plus spécialement l'analyse D'adjuvants, colorants, pigments et l'analyse du vieillissement des Polymères abordées sur un plan qualitatif (identification des chromophores) ou purement quantitatif (mesure du « jaunissement ») [66].

La figure II.19 montre l'image du spectrophotomètre UV-visible utilisé.



Figure II.19: Spectrophotomètre UV-visible utilisé.

II.1.5.3. Etude de la morphologie par Microscopie à balayage électronique (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM en anglais : Scanning Electron Microscopy) est une technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions entre les électrons et la matière [31]. Cette technique très répandue pour mener des investigations concernant la morphologie de la surface comme la rugosité ou la porosité et la composition chimique de la plupart des matériaux solides. En effet, un faisceau d'électrons émis par une cathode vient bombarder un échantillon, ensuite l'interaction entre ces électrons et la surface fournit des signaux qui seront détectés, amplifiés et serviront à reconstruire des images à haute résolution de la surface d'un échantillon que nous voyons sur l'écran Pour cette étude [30]. On distingue plusieurs types d'électrons réémis :

Les électrons secondaires : sont des électrons initialement sont liés à l'atome et éjectés par absorption d'une partie de l'énergie d'un électron incident. Ces électrons servent en imagerie, pour donner des informations topographiques de la surface de l'échantillon d'une profondeur moins de 10 nm. Ce mode d'électrons permet d'obtenir des images rendant compte du relief de la surface et de renseigner sur la taille des grains et des agglomérats. C'est aussi une très bonne technique pour repérer les défauts présents tels que les porosités ou les fissures même si l'information acquise ne rend pas compte de l'étendue volumique des défauts sous la surface étudiée.

Les électrons rétrodiffusés : sont des électrons produits par l'interaction entre les électrons primaires et les noyaux des atomes. Ils ont une énergie élevée et sont réémis dans une zone pouvant atteindre le micromètre de profondeur. Ce mode d'électrons permet d'obtenir des images en « contraste chimique ». Les éléments les

Partie expérimentale

plus lourds apparaissent plus clairs et les plus légers, plus sombres. Cela permet de repérer la répartition des différentes phases dans les matériaux composites mais on perd l'information sur le relief de la surface. Sauf indication contraire, les micrographes présentés dans ce rapport sont des clichés obtenus en mode électrons rétrodiffusés.

Les photons X : émis par désexcitation du cortège électronique des atomes dont un électron de cœur a été arraché sous l'impact électronique. Ce type de rayonnement X, donne des informations chimiques qualitatives et quantitatives de l'atome cible (analyse EDS : Energy Dispersive Spectroscopy) [67].

La surface des échantillons à analyser est métallisée par une fine couche de nanoparticules d'or et du palladium (figure II.20).

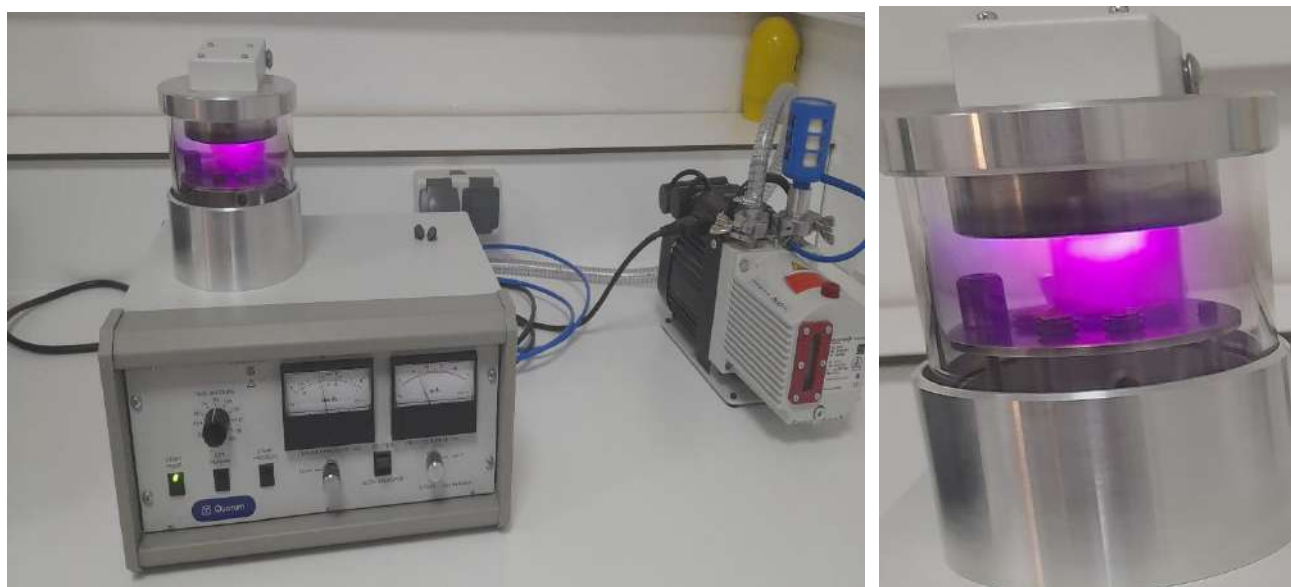


Figure II.20: Métallisation des échantillons.

La figure II.21 montre l'image de microscopie électronique à balayage équipée d'un détecteur EDS utilisé.



Figure II.21: Microscopie électronique à balayage équipée d'un détecteur EDS utilisé.

II.1.6. Mesures et tests expérimentaux

II.1.6.1. Tests de filtration

L'objectif de ce test est de connaître la capacité de filtration du support membranaire et d'avoir une idée sur le taux des de rétention de polluant organique, le bleu de méthylène dans notre cas. Nous avons procédé, alors, à la méthodologie suivante :

On découpe un marceau du film composite préparé (avec les fibre non traitée et traitée et différents taux des fibres) de forme circulaire, on le place dans le dispositif de filtration sous vide. L'eau polluée est introduite par-dessus dans une burette, elle traverse la membrane et sera récupéré dans un erlenmeyer (Figure II.22). Une petite pression est exercée afin de facilité la diffusion de l'eau à travers la membrane (la création de vide en aval de la membrane pour augmenter la différence de pression entre les deux sections).

Pour connaître le rendement de filtration, on a procédé au prélèvement d'échantillons pour l'analyse par UV visible avant et après la filtration. La courbe d'étalonnage reliant l'absorbance à la concentration du bleu de méthylène permet de connaître la concentration du polluant après la filtration.

La concentration de la solution de bleu de méthylène utilisée dans la filtration est de 2.5mg/l.

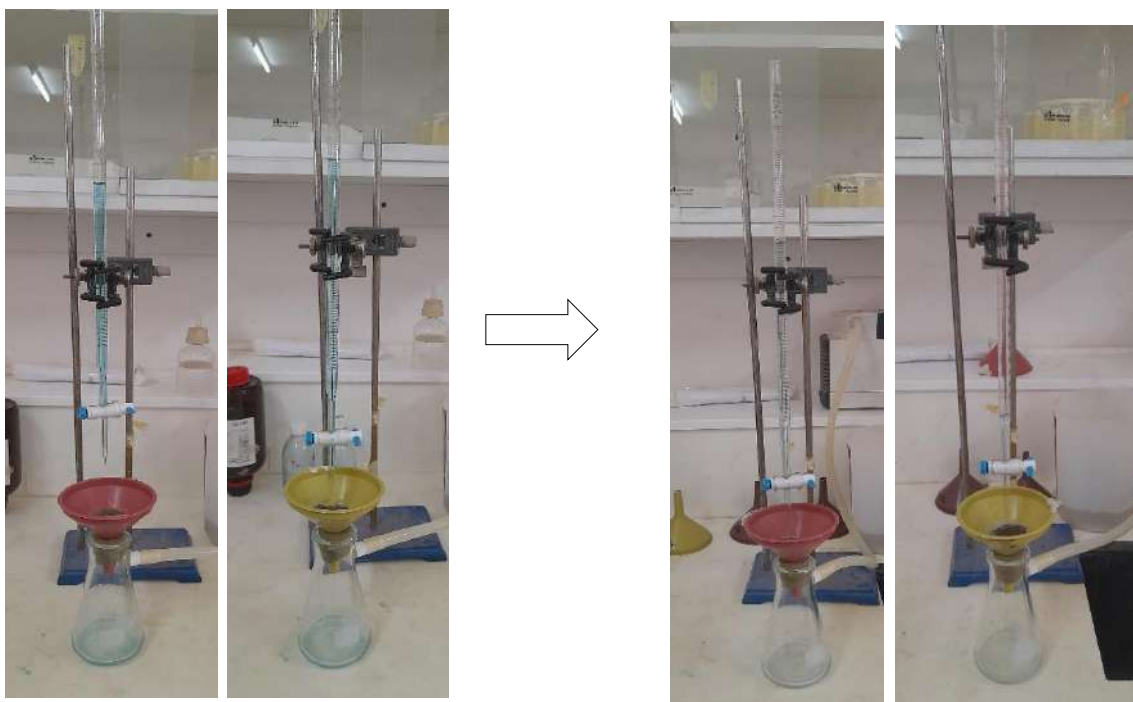


Figure II.22: Montage de filtration.

II.2. Résultats et discussion

II.2.1. Caractérisation par IRTF-ATR

II.2.1.1. Effet du traitement de la charge

Afin d'étudier les changements de la structure de la fibre de palmier dattier résultant de traitement effectué (avec 1% de NaOH), on a réalisé une analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier par une Réflexion Totale Atténuée FTIR- ATR présente sur la figure II.23 L'interprétation se fait à l'aide des bandes associées aux fonctions les plus fréquemment rencontrées dans l'étude des fibres végétales par spectrométrie infrarouge (tableau II.2).

Partie expérimentale

Tableau II.2: Attributions des principales bandes observées sur le spectre FTIR des fibres végétales.

Fréquence (cm ⁻¹)	Attributions possible	Eléments	Réf
3423	Groupements hydroxyles (-OH)	Cellulose ou hémicellulose	[45]
2920	Vibration d'élongation des chaînes aliphatiques C-H	cellulose	[48,45]
1732	Groupements carbonyles (C=O) des esters ou des groupes acétyles (vibration d'élongation)	Hémicelluloses, pectines, cires	[45]
1590	Groupements carbonyles C=O	-	[41]
1450	C=C cycle aromatique (élongation symétrique)	Lignines	[45]
1430	Déformation dans le plan de groupes C-H et Vibration aromatique	Pectine, hémicellulose pectates de calcium lignine	[7,48]
1241	Élongation des groupements éthers C-O-C	Lignines	[45]
1110-1150	Élongation des groupements éthers C-O C	-	[69]
1030	Groupe C-O aromatique	Polysaccharides	[41]
1030	Déformation des groupes acétyles (xylanes)	Lignines	[48]
900	Vibration des liaisons glycosidiques	Polysaccharides	[7,48]

L'analyse des résultats montre la présence des larges bandes à 3393 cm⁻¹ et à 3478 cm⁻¹ qui sont principalement due aux groupements hydroxyles (-OH) existant dans la structure des fibres (pouvant appartenir soit à la cellulose ou à l'hémicellulose). On note également la présence d'une bande à 2916 cm⁻¹ correspondant aux vibrations d'élongation C-H de la cellulose. On trouve aussi

Partie expérimentale

un pic à 1593 cm^{-1} qui est associé à la vibration d'élongation des groupements carbonyles (C=O) des esters ou des groupes acétyles des substances d'hémicelluloses, de pectines et des cires. Le pic à 1109 cm^{-1} est assigné à l'élongation des groupements éthers (C-O-C) de la lignine. On note aussi l'apparition d'une bande caractéristique à 1031 cm^{-1} qui traduit les vibrations de déformation des groupes acétyles (C-O) de la lignine (xylanes). Le pic à 1448 cm^{-1} , traduisent l'élongation symétrique des liaisons (C=C) du cycle aromatique présent dans la lignine. Finalement, on a le pic à 900 cm^{-1} qui représente la vibration des liaisons glycosidiques des Polysaccharides.

Après le traitement alcalin, on observe la diminution de la bande à 1593 cm^{-1} associée à la vibration d'élongation des groupements carbonyles (C=O) des esters ou des groupes acétyles des hémicelluloses, des pectines et des cires. On note également la diminution du pic à 1109 cm^{-1} assigné à l'élongation des groupements éthers (C-O-C) de la lignine. On note aussi la diminution du pic à 1448 cm^{-1} associée à la vibration d'élongation symétrique des liaisons (C=C) du cycle aromatique présent dans la lignine. Ces diminutions essentiellement dues à la solubilisation d'hémicelluloses, de la lignine, des cires et des pectines dans l'hydroxyde de sodium. Le spectre obtenu montre aussi un abaissement de pic à 1031 cm^{-1} associée à la vibration de déformation des groupes acétyles (C-O) de la lignine. Cette diminution a été attribuée à la solubilisation partielle de lignine. Finalement, on note une disparition de pic à 3478 cm^{-1} qui correspondant aux groupements hydroxyles OH dans la fibre, ce qui augmente son caractère hydrophobe.

La réaction de la cellulose avec l'hydroxyde de sodium est transformée en cellulose alcaline. Les groupes fonctionnels sont transformés en (-O-Na⁺) avec formation d'eau selon la réaction :



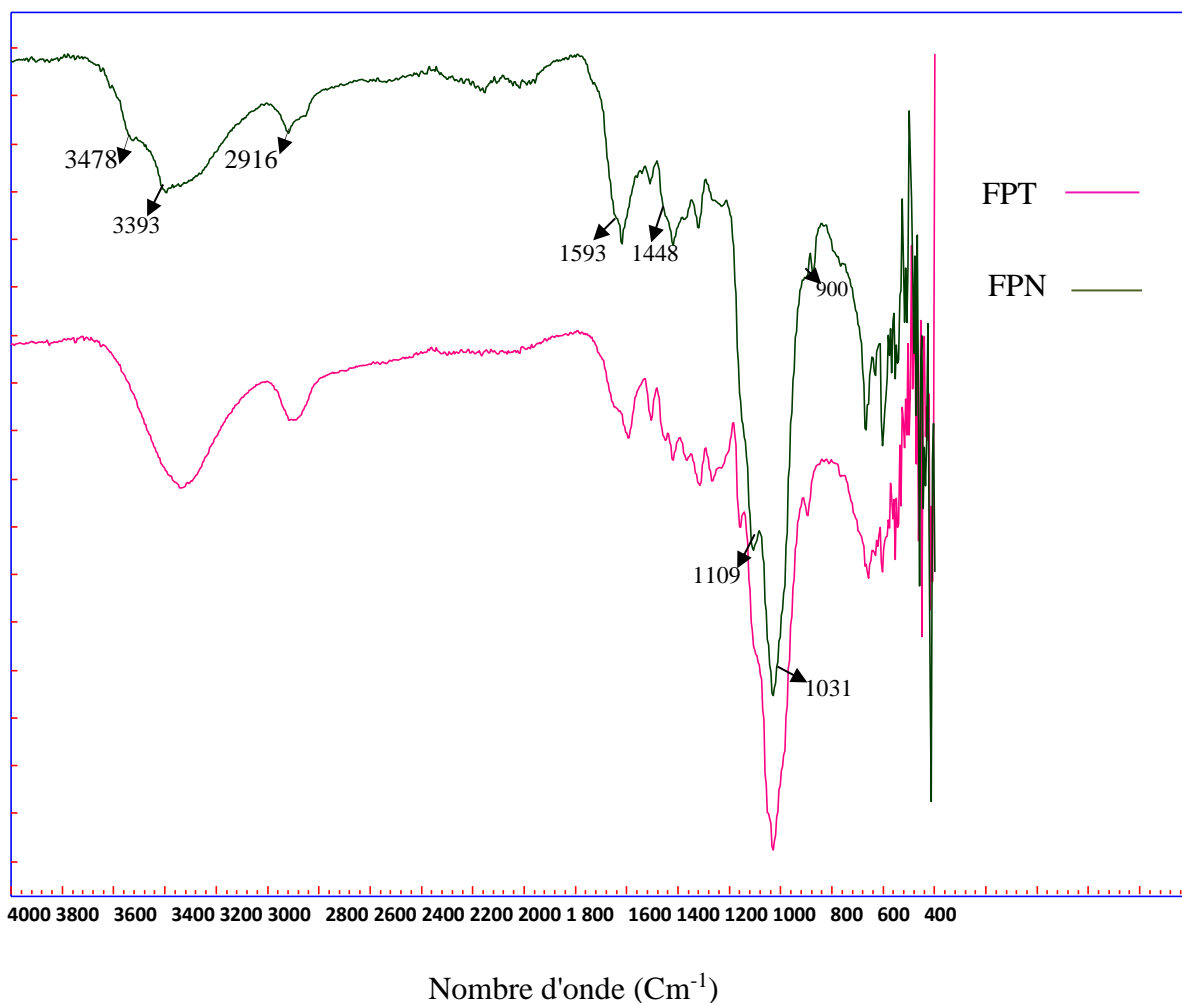


Figure II.23: Spectre infra-Rouge pour les différents types de fibres.

II.2.1.2. Effet de la composition des composites

L'analyse par IRTF-ATR de différents composites est présentée par les spectres d'absorption sur la figure II.24. L'interprétation se fait à l'aide des bandes associées aux fonctions les plus fréquemment rencontrées dans l'étude de PVC et THF par spectrométrie infrarouge (tableau II.3)

Tableau II.3 : Attributions des principales bandes observées sur le spectre FTIR de PVC et THF.

Fréquence (cm ⁻¹)	Attribution possible	Réf
500-694	Vibration d'élongation C-Cl (PVC)	[68]
752	Vibration C-H (PVC)	[68]
1435-1599	Vibration de déformation CH ₂ Cl (PVC)	[68]
2922	(PVC)	[68]
1020-1080	Vibration d'élongation C-O (du groupement éther)	[69]
1180-1280	Vibration d'élongation C-C	[69]
600-800	Vibration d'élongation C-Cl	[69]
2800-2900	Vibration C-H	[69]
2973 ; 2857 ; 1459 ; 1066	(THF)	[70]

On observe pratiquement tous les bandes caractéristiques des trois constituants à savoir la fibre (traitée et non traitée), la matrice PVC et celles du solvant dans les spectres des différents composites. Les bandes à 2970 cm⁻¹ et 2910 cm⁻¹ correspondent aux vibrations CH. Le pic à 1251 cm⁻¹ correspondant aux vibrations d'élongation C-C. Les bandes à 606 cm⁻¹ et 1406 cm⁻¹ correspondent aux vibrations d'élongation C-Cl et vibrations de déformation CH₂-Cl de PVC

respectivement. Une autre bande caractéristique aux environs de 1065 cm^{-1} peut être attribuée aux vibrations d'élongation C-O (du groupement éther) de la tétrahydrofurane, ceci montre qu'il reste des résidus de solvant dans les différents composites. On constate aussi que l'intensité des pics varie en fonction de la composition du matériau.

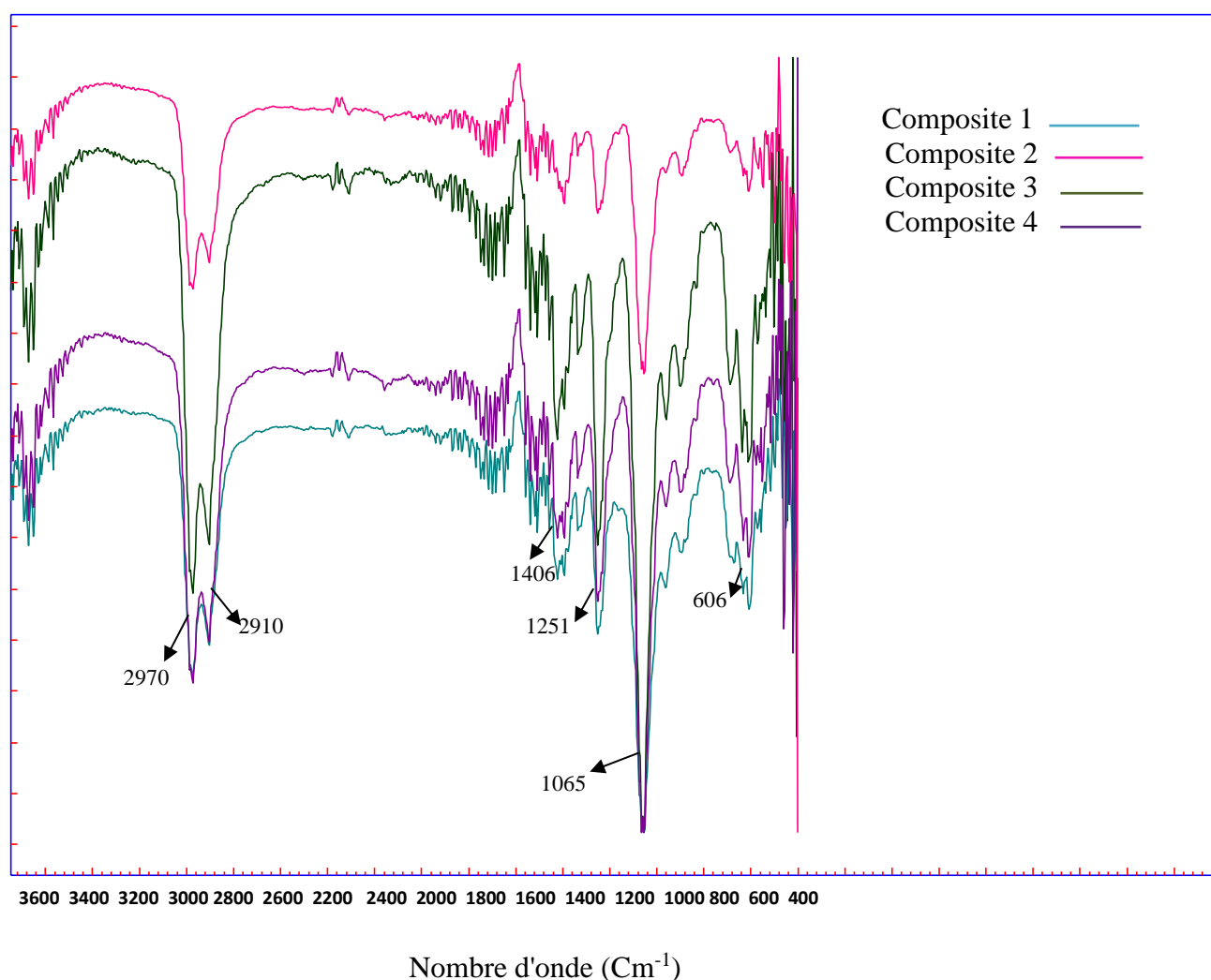


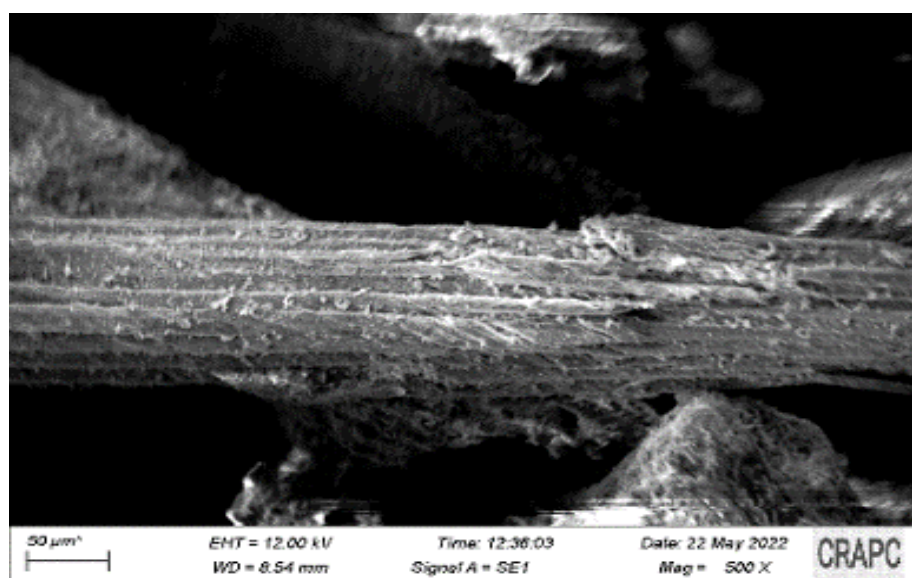
Figure II.24 : Spectre infra-Rouge pour les différents composites.

II.2.2. Caractérisation morphologique

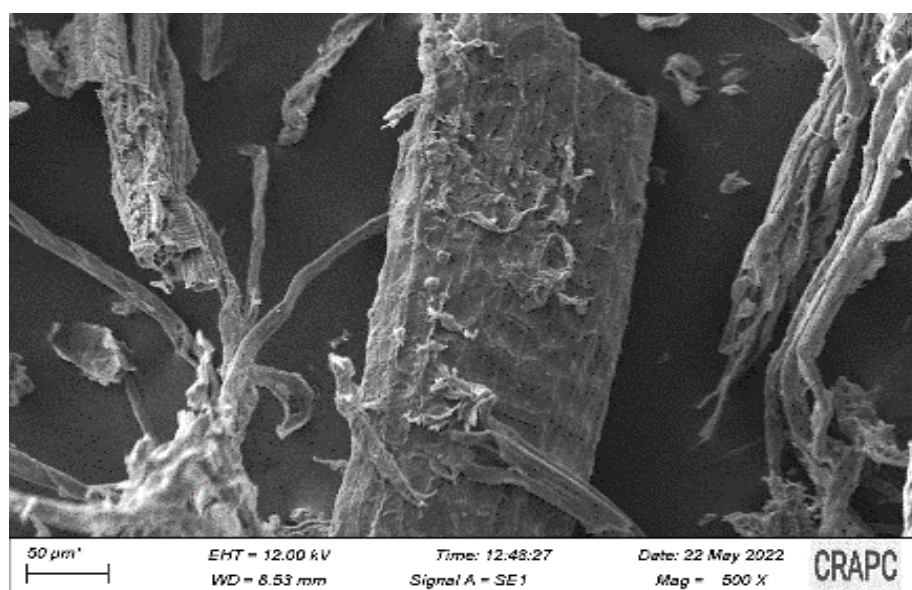
II.2.2.1. Microscopie électronique à balayage (MEB) des fibres

La morphologie de la surface extérieure des fibres de palmier (traitées et non traitées) a été étudiée afin d'examiner l'influence de traitement chimique sur la surface des fibres à l'aide du MEB. La figure II.25 présente des images obtenues en microscopie électronique à balayage sur des fibres non traitées et des fibres traitées avec 1% de NaOH aux différents grossissements. Où

on remarque que la morphologie de la surface de la fibre n'est pas identique avant et après le traitement. On peut voir à partir de la figure II.25 (a), que la surface de la fibre de palmier brute est recouverte d'une couche de substances, composée de matériaux amorphes principalement d'hémicellulose, de pectine, de lignine, de cires et d'autres impuretés. Cette couche a disparu après le traitement comme c'est présenté dans la figure II.25 (b). Le traitement des fibres de palmier avec 1% de NaOH nettoie la surface de fibre et permettent de dissoudre la lignine, les composés hémicellulosiques et d'autres substances organiques, telles que la pectine et les cires, conduisant ainsi à une surface plus propre, rugueuse (figure II.25 (b)) et provoque une fibrillation (les fibres traitées montrent des fibrilles exposées) ce qui augmente l'adhérence fibre matrice. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par A. Alawar et al [42] et E.A. Elbadry [52].



(a)



(b)

Figure II.25: Images microscopie électronique à balayage de la fibre de palmier (a) fibre non traitée (b) fibre traitée.

II.2.2.2. MEB des composites PVC/Fibre de palmier dattier

La figure II.26 présente des images obtenues en microscopie électronique à balayage de différents composites renforcés par les fibres non traitées et par les fibres traitées à la soude. On peut observer que les différents composites PVC/FPD montrent une certaine homogénéité entre la matrice polymérique (PVC) et la fibre de palmier (Lif). Pour les composites PVC/FPD à fibres non traitées (Figure II.26 (a et c)) on observe des défauts sur la surface (une certaine phase de séparation entre la matrice polymérique et la fibre), cela indique une mauvaise adhésion entre la matrice polymérique hydrophobe et la fibre hydrophile. Cependant, les micrographes des surfaces des composites PVC/FPD traitées (Figure II.26 (b et d)) ont montré une bonne adhésion et une meilleure compatibilité entre les fibres de palmier et la matrice PVC après la modification mentionnée, particulièrement dans le cas de composite 4 due à la faible quantité utilisée de la fibre hydrophile.

On note également qu'il existe des points à la surface de tous les composites, qui peuvent être le résultat de la métallisation des échantillons.

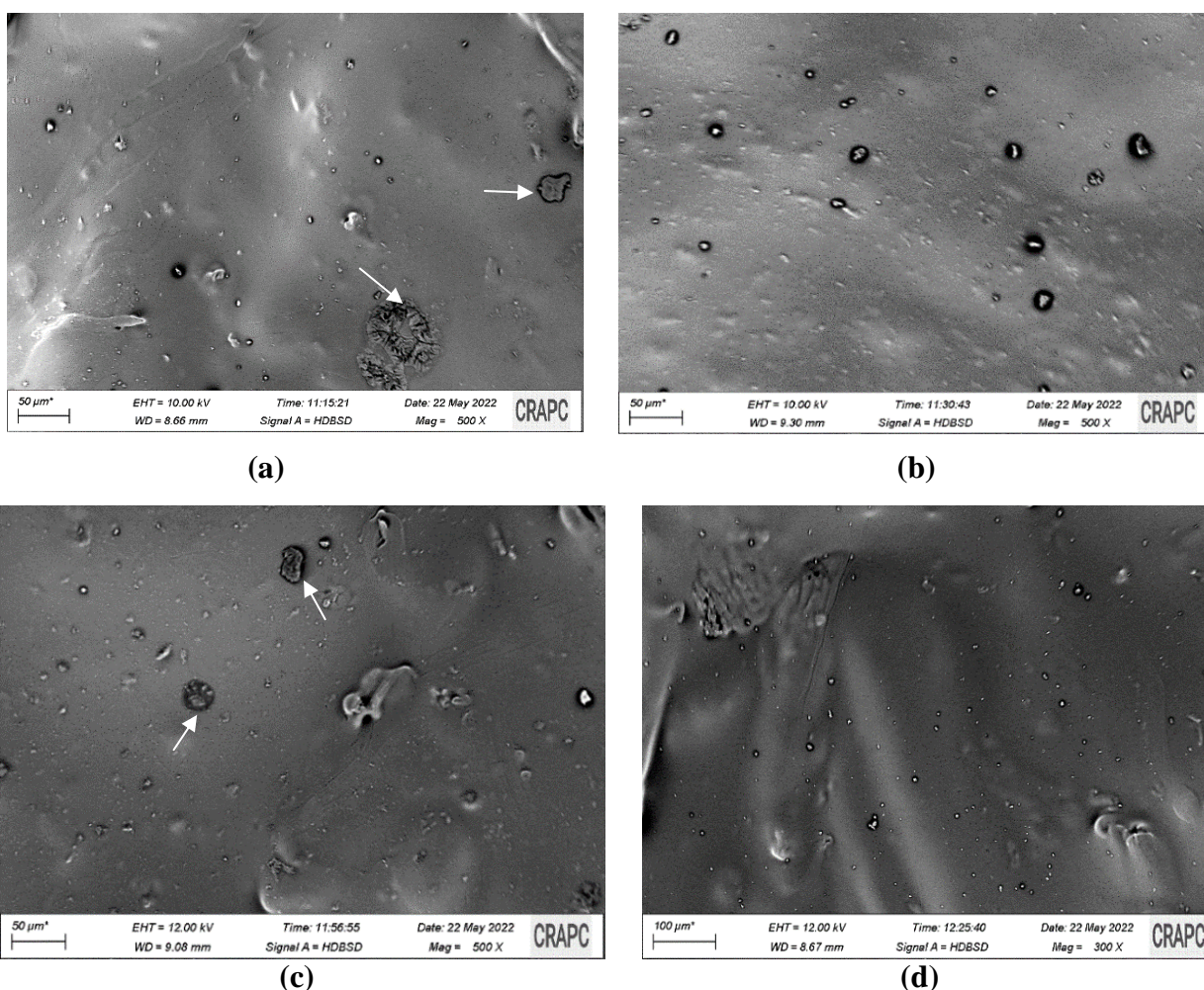


Figure II.26: Images microscopie électronique à balayage de la composite (a) composite 1, 40/60 FBN (b) composite 2, 40/6 FBT (c) composite, 20/80 FBN (d) composite 4, 20/80 FBT.

II.2.2.3. Analyse par spectroscopie à énergie dispersive (EDS) des fibres

La figure II.27 présente le cliché MEB-EDX de la surface des fibres non traitées. Les résultats des analyses EDS présentés dans les spectres et les données quantitatives. Le tableau II.4 donne les compositions élémentaires des fibres (données quantitatives). Les spectres obtenus sont présentés dans la figure II.28. Ainsi, il est possible d'observer que l'échantillons des fibres contiennent en plus du carbone et de l'oxygène, du silicium, du calcium, de l'aluminium, du cuivre, et du magnésium. On note qu'il y a aussi de l'or et du palladium, cela peut s'expliquer par l'utilisation de ces deux éléments dans la métallisation des échantillons.

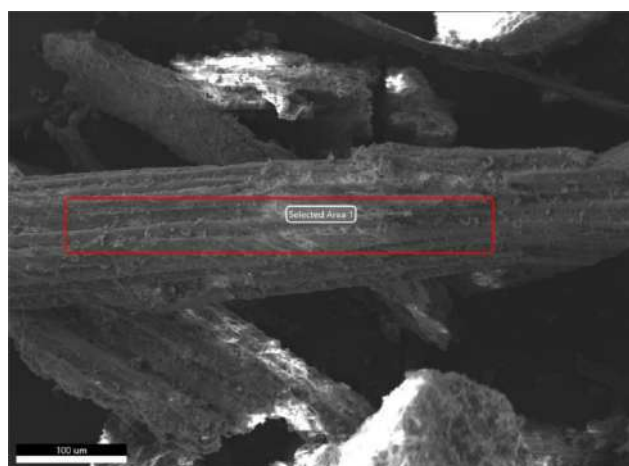


Figure II.27: Cliché microscopie électronique à balayage de la surface des fibres non traitées.

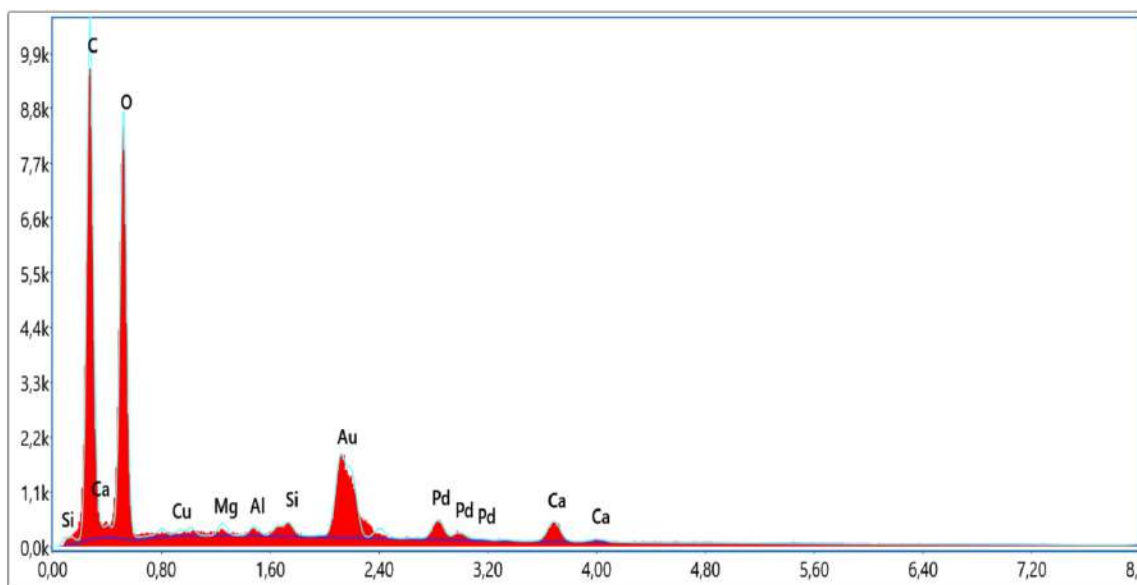


Figure II.28: Spectre d'analyse par spectroscopie à énergie dispersive des fibres non traitées.

Tableau II.4: Composition élémentaire de la surface des fibres non traitées

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale
C	32.10	49.70	612.11
O	37.68	43.80	557.94
Cu	0.54	0.16	5.17
Mg	0.74	0.56	18.85
Al	0.57	0.39	15.07
Si	0.82	0.54	22.90
Au	17.36	1.64	150.50
Pd	5.27	0.92	39.82
Ca	4.93	2.29	47.92

II.2.3. Tests de filtration (cas du bleu de méthylène)

La capacité de filtration des membranes est évaluée en basant sur la courbe d'étalonnage (figure II.29).

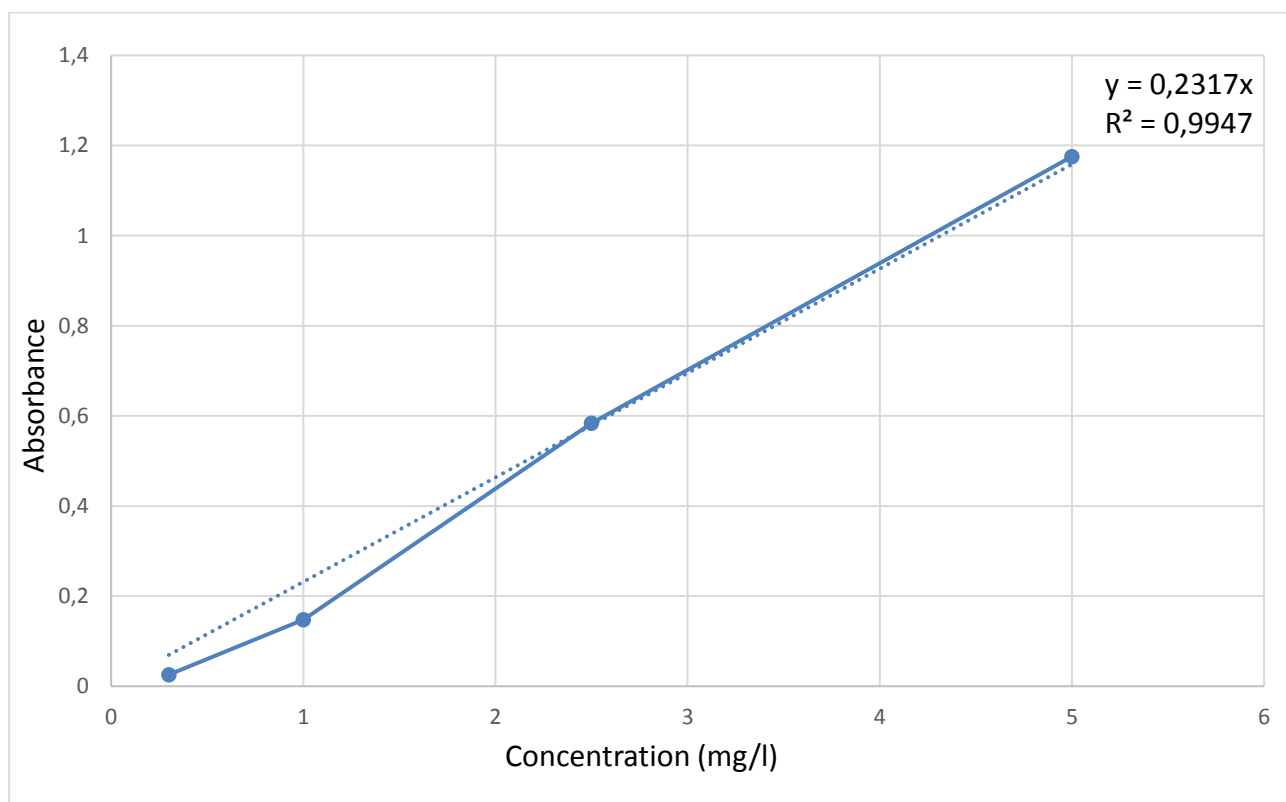


Figure II.29: Courbe d'étalonnage de bleu de méthylène testé.

II.2.3.1. Effet du traitement de la fibre

On constate que la concentration en bleu de méthylène est diminuée à chaque fois après passage à travers les membranes qu'elles que soit les membranes contenant de fibres non traitées ou traitées, cela peut s'expliquer par le degré de changement de couleur de la solution du bleu foncé au bleu clair (figure II.30). Mais elle est fortement diminuée dans le cas de la membrane contenant des fibres non traitées par rapport au membrane contenant des fibres traitées (figure II.31).



La solution de 2.5mg/l et après la 1^{ère} fois de filtration de composite 1.



La solution de 2.5mg/l et après la 1^{ère} fois de filtration de composite 2.



La solution de 2.5mg/l et après la 2^{ème} fois de filtration de composite 1.



La solution de 2.5mg/l et après la 2^{ème} fois de filtration de composite 2.



La solution de 2.5mg/l et après la 3^{ème} fois de filtration de composite 1.



La solution de 2.5mg/l et après la 3^{ème} fois de filtration de composite 2.



La solution de 2.5mg/l et après la 4^{ème} fois de filtration de composite 1.



La solution de 2.5mg/l et après la 4^{ème} fois de filtration de composite 2.



La solution de 2.5mg/l et après la 5^{ème} fois de filtration de composite 1.



La solution de 2.5mg/l et après la 5^{ème} fois de filtration de composite 2.

Figure II.30: Le changement de la couleur dans les composites 1, 40/60 FBN et 2, 40/60 FBT après chaque filtration.

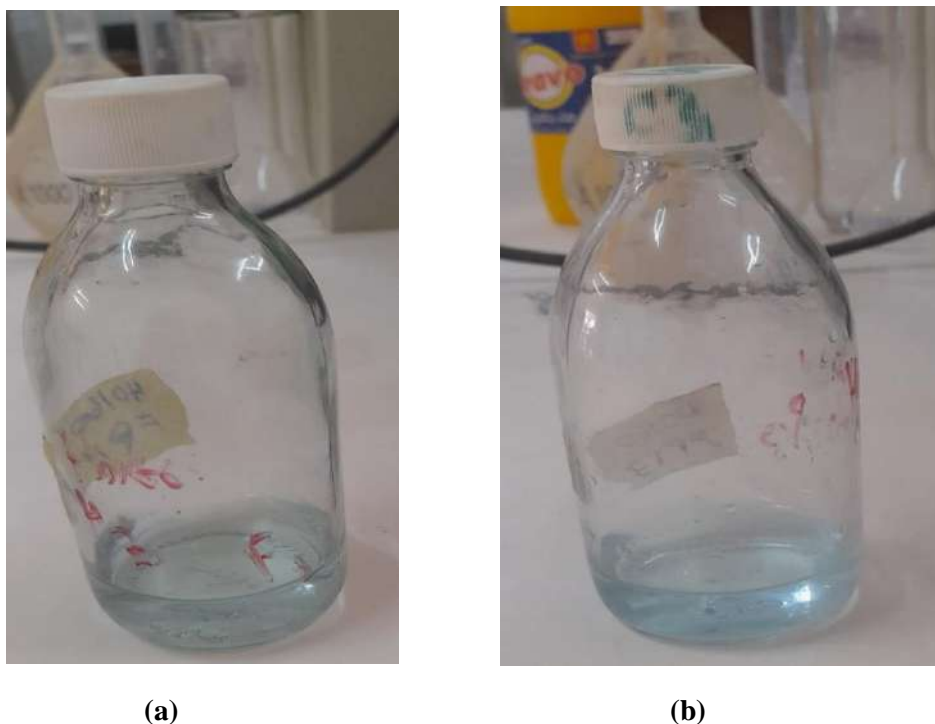


Figure II.31: Les solutions après la filtration (a) dans le composite 1, 40/60 FBN (b) dans le composite 2, 40/60 FBT.

Le rendement de filtration est calculé par l'équation suivante :

$$R_1 = \frac{C_i - C_f}{C_i} * 100.$$

Où :

R : Rendement ;

C_i : Concentration initiale ;

C_f : Concentration après filtration.

Pour le composite 1 :

$$Y = AX \iff Y = 0.2317 X$$

$$0.1556 = 0.2137 X$$

$$X_1 = 0.6715 \text{ mg /l}$$

$$R_1 = \frac{C_0 - C_1}{C_0} * 100.$$

$$R_1 = \frac{2.5 - 0.6715}{2.5} * 100 = 73.14\%.$$

Pour le composite 2 :

$$Y = AX \iff Y = 0.2317 X$$

$$0.1556 = 0.2317 X$$

$$X_1 = 0.8334 \text{ mg / l}$$

$$R_2 = \frac{C_0 - C_2}{C_0} * 100.$$

$$R_2 = \frac{2.5 - 0.8334}{2.5} * 100 = 66.66\%.$$

Les résultats de l'effet du traitement de la fibre par NaOH sur le rendement de filtration sont bien illustrés sur la figure II.32. On constate que les membranes contenant de la fibre non traitée présentent un meilleur rendement de dépollution (taux de rétention de colorant) que celles préparées à partir de la fibre traitée, cela confirme ce que nous avons dit précédemment. Ce qui peut être expliqué par l'effet de traitement alcalin sur la fibre végétale : la diminution du caractère hydrophile des fibres (réduction des groupements OH) et l'amélioration des forces d'adhésion interfaciale en créant des liaisons fortes entre les fibres et le polymère ce qui réduit largement la taille des pores sur la membrane et empêche ainsi de la pénétration des molécules de l'eau à travers la membrane.

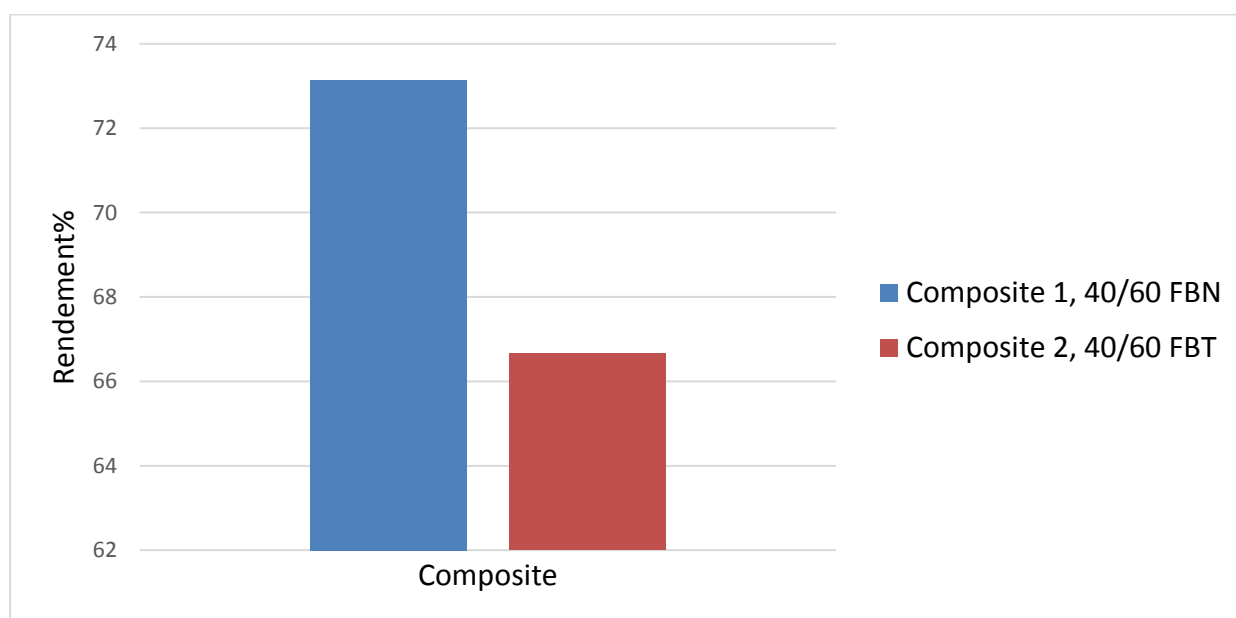


Figure II.32: Histogrammes de l'effet du traitement de la fibre sur le rendement.

II.2.3.2. Effet du nombre d'utilisations de membrane composite (filtre) sur le rendement

L'effet du nombre d'utilisations des membranes sur le rendement de la filtration est représenté par la figure (figure II.33). On note que lorsque le filtre est utilisé cinq fois, le rendement est meilleur que le filtre utilisé une seule fois. Alors il y a une augmentation du rendement de filtration en fonction du nombre d'utilisations de membrane et donc une amélioration de dépollution de l'eau. Cela donne une idée sur l'augmentation du rendement lors de l'utilisation de plusieurs filtres et améliore la qualité de l'eau. En même temps donne une idée sur la durée de vie de filtre et qu'il est peut être utilisé plusieurs fois.

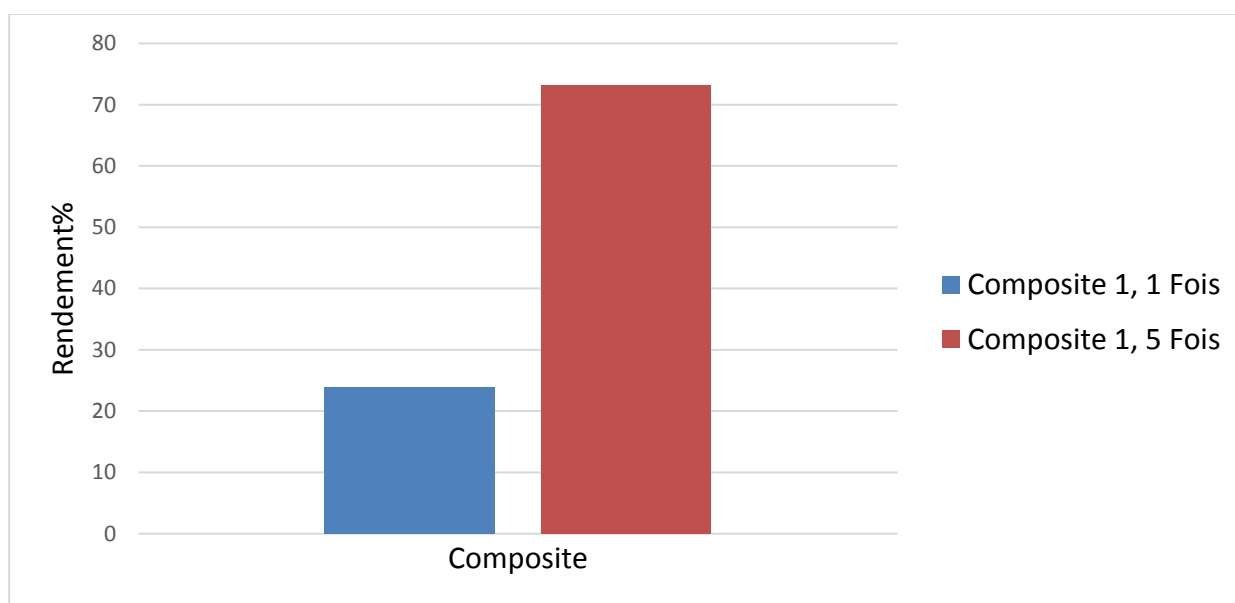


Figure II.33: Histogrammes de l'effet du nombre d'utilisations de membrane composite sur le rendement.

CONCLUSIÓN GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

Conclusion générale et perspectives

A l'heure actuelle, le développement de matériaux performants à base de ressources naturelles est l'une des préoccupations majeures des chercheurs. Parmi les ressources visées les sous-produits d'origine végétale. Ce choix est basé sur principaux critères ; la disponibilité et le faible cout économique.

Notre travail est une contribution à l'élaboration et la caractérisation de matériaux bio composites (filtre bio composite) à du PVC. L'étude des performances du matériau composite a été basée sur deux paramètres à savoir le rapport PVC/fibre et le traitement chimique de la fibre.

Les conclusions que l'on peut tirer à partir des résultats obtenus sont :

- La spectroscopie IR montre clairement la diminution de la bande à 1593 cm^{-1} associée à la vibration d'élongation des groupements carbonyles (C=O). Aussi la réduction de l'intensité des bandes à 1031 cm^{-1} , 1109 cm^{-1} et 1448 cm^{-1} .
- Les résultats de l'analyse par microscopie électronique à balayage ont montré une modification de la surface de la fibre après le traitement alcalin.
- Les tests de filtration effectués sur les matériaux composites préparés, montrent que le rendement d'élimination du bleu de méthylène est atteint 73 % pour le composite 1 (avec taux 40/60 et les fibres non traitées) et 67 % pour le composite 2 (avec taux 40/60 et les fibres traitées).
- L'analyse par EDS, montre que les composés majoritaires sont le carbone et l'oxygène.

En perspectives, nous recommandons le suivant :

- Étudie l'effet de la variation de quelques paramètres, à savoir : la concentration de NaOH, la température et le temps de séjour lors de l'activation ;
- Étudie la durée de vie de matériau ;
- Étudie l'effet de rapport matrice/fibre sur les caractéristiques finales de biocomposite ;
- L'utilisation d'autres déchets des palmiers dattiers ;
- Évaluation technico-économique de la qualité du matériau.

Références bibliographiques

- [1] MAHFOUDH, Abir. Etude de la production et de la caractérisation de composites bois-plastiques [Mémoire de maîtrise en Génie chimique]. Québec : Université Laval ; 2013.
- [2] LEPETIT, Amaury. Elaboration de matériaux composites à base de filaments de cellulose et de polyéthylène [Thèse de doctorat]. Limoges : Université Limoges, Faculté de science pour l'environnement ; 2017.
- [3] K.L. Pickering, M.G. Aruan Efendy, T.M. Le. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Compos. Part A: Appl. Sci. Manuf.* 83; 2016:98–112.
- [4] W. Ghori, N. Saba, M. Jawaid, M. Asim. A review on date palm (phoenix dactylifera) fibers and its polymer composites. *IOP Conf. Ser: Mater. Sci. Eng.* 2018; 368 :1-17.
- [5] M Jawaid, MS Salit, OY Alothman. *Green biocomposites: design and applications*. Springer, 2017.
- [6] BEN'MBAREK, Talel. Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique 'WPC' [Thèse de doctorat]. Pau : Université de Pau et des Pays de l'Adour ; 2011.
- [7] DO THI, Vi Vi. Matériaux composites à fibres naturelles / polymère biodégradables ou non. *Alimentation et Nutrition* [Thèse de doctorat]. Grenoble : Université de Grenoble, Matériaux Polymères et Composites ; 2011.
- [8] DJEBLOUN, Youcef. Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales [Thèse de doctorat]. Biskra : Université Mohamed Khider, Faculté des Sciences et de la technologie ;2018.
- [9] AUGIER, Laurent. Etude de l'élaboration de matériaux composites PVC / bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité [Thèse de doctorat]. Toulouse : Institut national polytechnique de Toulouse ; 2007.
- [10] ROKBI, Mansour. Comportement à la rupture et caractérisation mécanique de composites polyester-fibres de verre [Thèse de Magister]. M'sila : Centre Universitaire Mohamed Boudiaf, Institut de génie mécanique ;2001.

Références bibliographiques

- [11] CORENTIN, Musa. Élaboration et caractérisation de matériaux composites biosourcés à base de mucilage et de fibres de lin [Thèse de doctorat]. Dunkerque : Université du Littoral Côte d'Opale ; 2019.
- [12] MOKHTARI, Ahcene. Modélisation du comportement et de l'endommagement des composites à matrice thermoplastique [Thèse de doctorat]. Tizi-Ouzou : université Mouloud Mammeri, Faculté de génie de la construction.
- [13] ALMI, Kenza. Développement et caractérisation de matériaux à base du bois de palmier dattier adaptés aux applications de développement durable en Algérie [Thèse de Doctorat]. Biskra : Université Mohamed Khider, Faculté des Sciences et de la technologie ; 2018.
- [14] Gornet L. Généralités sur les matériaux composites, ECN, Centre Nantes, version 1, 2010.
- [15] GENDRE Lionel, Les grandes familles de matériaux composites. ENS Paris-Saclay, 2011.
- [16] ELFEHRI BORCHANI, Karama. Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa [Thèse de doctorat]. Sfax : Université de Sfax, École Nationale d'Ingénieurs ; 2016.
- [17] BOUDJEMA, Hayet Latifa. Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables [Thèse de doctorat]. Oran : Université d'Oran 2, Institut de Maintenance et de sécurité Industrielle ; 2016.
- [18] Sadki H, Bennani MN, Bouachine M. Les polymères conjugués : Matériaux de futur. Propriétés et applications. Revue Inter Disciplinaire. 2016 ; 1(1).
- [19] Michel Dupeux. Aide-mémoire science des matériaux. 2^{ème} édition. Paris : Dunod ; 2008.
- [20] Hruska Z, Guesnet P, Salin C, Couchoud JJ. Poly (chlorure de vinyle) ou PVC. Technique de l'ingénieur, AM 3325, Paris, 2007.
- [21] Disponible sur <https://arapack.fr>.
- [22] Polychlorure de vinyle. Plastiques, Risque et Analyse Thermique. www.inrs.fr/plastiques. Disponible : PDF.

Références bibliographiques

- [23] KABDI, Soumia Amina. Etude de recyclage matière de polyéthylène basse densité régénéré en présence de polychlorure de vinyle et d'agent compatibilisant [Mémoire de magister]. Alger: Ecole nationale polytechnique; 2005.
- [24] Draman SFS, Daik R, Mohd N. Eco-friendly extraction and characterization of cellulose from lignocellulosic fiber. *ARNP Journal of Engineering and Applied Sciences*. 2016 ;11(16) : 9591-9595.
- [25] Baley C. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Technique de l'ingénieur*, AM5130, 2020.
- [26] Baley C. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Technique de l'ingénieur*, AM5130, 2013.
- [27] YAHIAOUI, Lamia. Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss) [Mémoire de magister]. Sétif : Université Ferhat Abbas, Institut d'optique et de mécanique de précision ; 2011.
- [28] DJOUDI, Tarek. Elaboration et caractérisation de composites bio-sourcés à base de fibres de palmier dattier. [Thèse doctorat]. Biskra : Université Mohamed Khider, Faculté des Sciences et de la technologie ;2019.
- [29] NENONENE, Amen Yawo. Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kéraf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage [Thèse doctorat]. Toulouse : Université de Toulouse ; 2009.
- [30] DALLEL, Mohamed. Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) : Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil [Thèse doctorat]. Mulhouse : Université de Haute Alsace ; 2012.
- [31] ACHOUR, Abderraouf. Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles : Valorisation des plantes locales [Thèse De Doctorat]. Tlemcen : Université Aboubakr Belkaïd, Faculté de Technologie ; 2017.
- [32] Nabi Saheb D, Jog JP. Natural fiber polymer composites: A review. *Advances in Polymer Technology*. 1999 ;18(4) : 351–363.

Références bibliographiques

- [33] BENMEDDOUR, Djamila. Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de fibre végétale : Application à la plante d'Alfa [Mémoire de magister]. Sidi Bel Abbas : Université Djillali Liabes, Faculté des Sciences de l'ingénieur ;2012.
- [34] VIDIL, Lisa. Etude de matériaux naturels 2D – Potentialités d'utilisation comme renfort de matériaux composites [Thèse de Doctorat]. Pointe-à-Pitre : Université des Antilles, Faculté des Sciences Exactes et Naturelles ;2019.
- [35] Álvarez C, Reyes-Sosa FM, Díez B. Enzymatic hydrolysis of biomass from wood. *Microb biotechnol.* 2016 ; 9(2) :149-156.
- [36] BEN MLIK, Yosr. Valorisation des fibres de kénaf dans des applications textiles et paratextiles [Thèse de Doctorat]. Université de Monastir, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir.
- [37] SEDAN, David. Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite. [Thèse de doctorat]. Limoges : Université Limoges, Faculté des Sciences et Techniques ;2007.
- [38] RAGOUBI, Mohamed. Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne [Thèse de doctorat]. Université de Henri Poincaré Nancy 1 ;2010.
- [39] John MJ, Thomas S. Biofibres and biocomposites. *Carbohydrate Polymers.* 2008 ;71 :343-364.
- [40] SBIAI, Adil. Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres [Thèse de Doctorat]. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon ;2011.
- [41] AMROUNE Salah, Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier [Thèse de Doctorat]. Guelma : Université du 8 Mai 1945 ;2016.
- [42] Alawar A, Hamed AM, Al-Kaabi K. Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement. *Compos. Part B: Engineering,* 2009 ;40 :601-606.

Références bibliographiques

- [43] BENTARFA, Djehad. Preparation and characterization of nanotubes from date palm fibers aiming at developing an electrochemical sensor [Thèse de Doctorat]. Ouargla: Université Kasdi Merbah, Faculté des Sciences appliqués; 2022.
- [44] Elseify LA, Midani M, Shihata L, El-Mously H. Review on cellulosic fibers extracted from date palms (*Phoenix dactylifera* L.) and their applications. *Cellulose* ; 2019, 26 :2209-2232.
- [45] BOUHANK, Salim. Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne : Formulations et caractérisations [Thèse de Doctorat]. Sétif 1 : Université Ferhat Abbas Faculté de Technologie ;2017.
- [46] HARRACHE, Rabia. Elaboration et caractérisations des composites à matrice polymère et à renforts végétal et nanométrique lamellaire [Thèse de Doctorat]. Sétif : Université Ferhat Abbas, Faculté de Technologie ; 2015.
- [47] Asha AB, Sharif A, Hoque MD. Interface Interaction of Jute Fiber Reinforced PLA Biocomposites for Potential Applications. In *Green Biocomposites*. Springer, Cham ; 2017 :285-307.
- [48] BOURAHILI, Mohamed El Hadi. Caractérisation d'un composite verre / époxy [Thèse de Doctorat]. Sétif : Université Ferhat Abbas, L'Institut d'optique et Mécanique de Précision ;2014.
- [49] Mwaikambo LY, Martuscelli E, Avella M. Kapok/cotton fabric–polypropylene composites. *Polymer Testing* ;2000,19(8) :905-918.
- [50] Albano C, Ichazo M, González J, Delgado M Poleo R. Effects of filler treatments on the mechanical and morphological behavior of PP+wood flour and PP+sisal fiber. *Materials Research Innovations*, 2001; 4 :284-293.
- [51] Djoudi T, Hecini M, Scida D, Djebloun Y, Djemai H. Physico -mechanical characterization of composite materials based on date pql; tree fibers. *Journql of Natural Fibers*; 2021, 18(6): 789-802.
- [52] Elbadry EA. Agro-Residues: Surface Treatment and Characterization of Date Palm Tree Fiber as Composite Reinforcement. *Journal of Composites*;2014, 189128:1-8.
- [53] Kriker A, Debicki G, Bali A, Khenfer MM, Chabannet M. Mechanical properties of date palme fibers and concrete reinforced whith date palm fibers in hot-dry climate. *Ce;ent and concrete composites*. 2005; 27(5):554-564.

Références bibliographiques

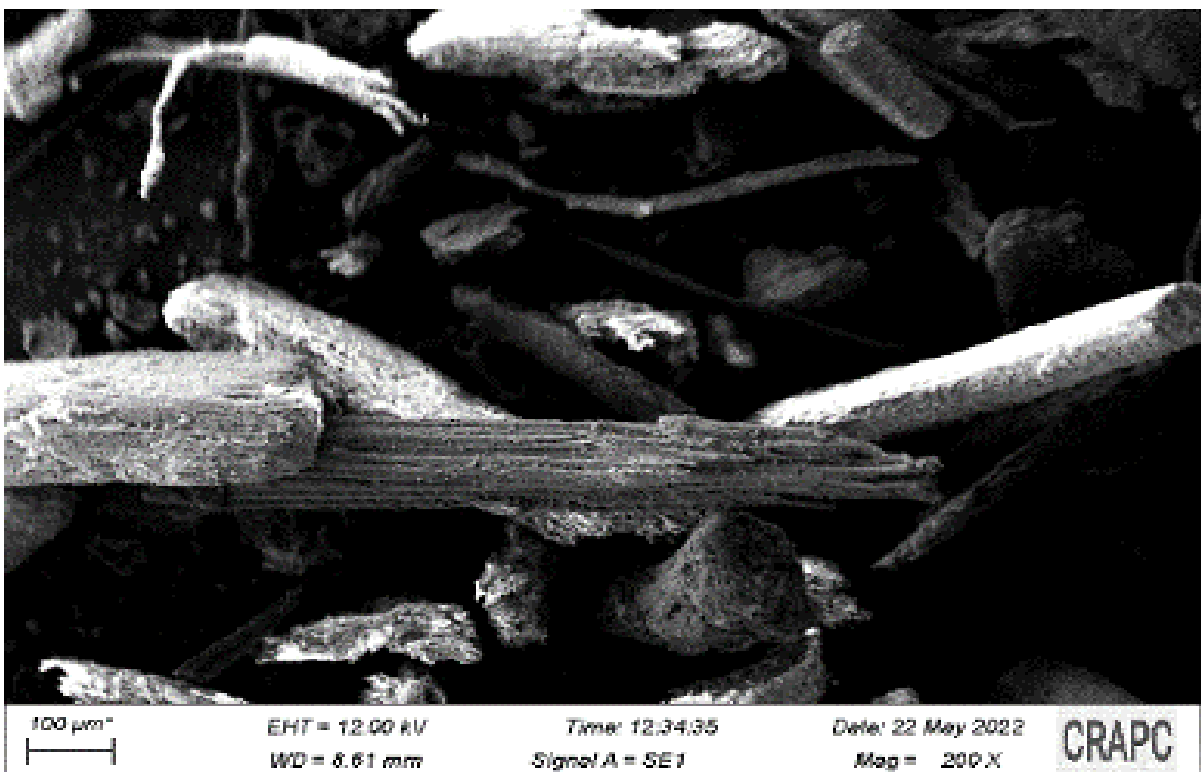
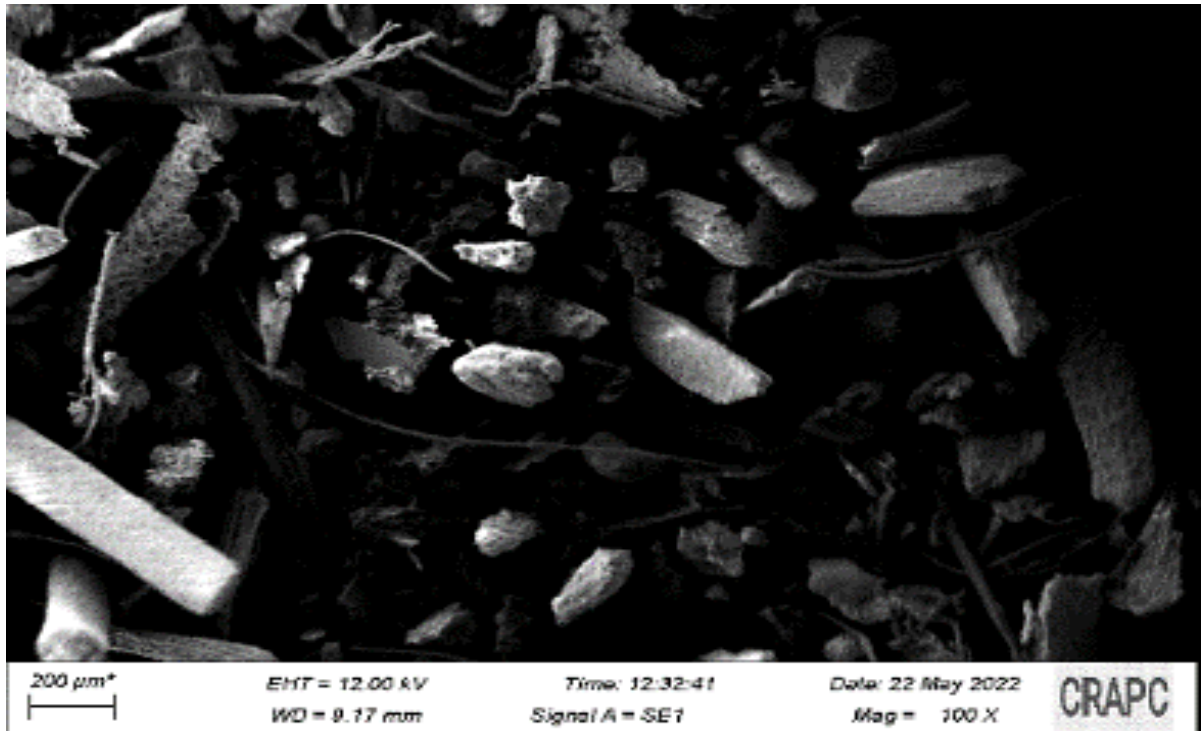
- [54] Taha I, Steuernagel L, Ziegmann G. Optimisation of the alkali treatment process of date palm fibers for polymeric composites. *Composite Interface*.2007;14(7-9): 669-684.
- [55] Riahi K, Mammou AB, Thayer BB. Date-palm fibers media filters as a potential technology for tertiary domestic wastewater treatment. *Journal of hazardous materials*.2009; 161(2-3):608-613.
- [56] Qabaqous O, Tijani N, Naciri Bennani M, El Krouk A. Elaboration et caractérisation des supports plans à base d'argile (Rhassoul) pour membranes minérales (Preparation and characterization of supports plans from the (Rhassoul) Clay for mineral membranes). *Mater. Environ. Sci* ;2014, 5 (S1) :2244-2249.
- [57] Grégoire Crini, Pirre- Marie Badot. Traitement et épuration des eaux industrielles polluées : procédés membranaires, bioadsorption et oxydation chimique.Presses universitaires de franche-Compté, Université de franche-Compté, 2007.
- [58] Iaich S, Messaoudi L. Mise au point et caractérisation des membranes minérales de microfiltration déposées sur des supports céramiques tubulaires à base d'une argile Marocaine naturelle (Development and characterization of inorganic membranes for micro-filtration deposited on tubular supports ceramic based on natural Moroccan clay). *J. Mater. Environ. Sci* ;2014 5 (6) :1808-1815.
- [59] SKHEAKHEM, Sabeur. Elaboration de membranes de microfiltration et d'ultrafiltration en ceramique à base d'argile tunisienne [Thèse de Doctorat]. Université de Montpellier II ; 2005.
- [60] Ouali S, Lounis A, Aroua S, Kaba L. Elaboration et caractérisation de supports tubulaires macroporeux.CSC.Annaba;2014.
- [61] Daines Catherine, Bozkaya Bengü. Elimination de la matiere organique dans les Concentrats membranaires. Veolia environnement. Recherche et Developpement.
- [62] BIKAI, Jacques. Etude de l'évolution des propriétés de surface d'un matériau minéral à porosité contrôlée lors de sa mise en œuvre dans des tests d'ultra/nanofiltration [Thèse de doctorat]. Haute-Alsace : Université Haute-Alsace, Faculté de physique et chimie-physique ; 2015.
- [63] Emilian Koller. Aide-mémoire de génie chimique : Opérations unitaires, Biotechnologie, Sécurité et gestion du risque chimique.4^{ème} édition. Dunod, Paris, 2013.
- [64] MESSAOUD, Mouna. Fonctionnalisation Anti-bactérienne Passive ou Active de Supports Textiles par Voie Sol-Gel ou Photochimique : L'association du TiO₂ et de la Chimie Douce [Thèse de Doctorat]. Grenoble : Université de Grenoble ;2011.

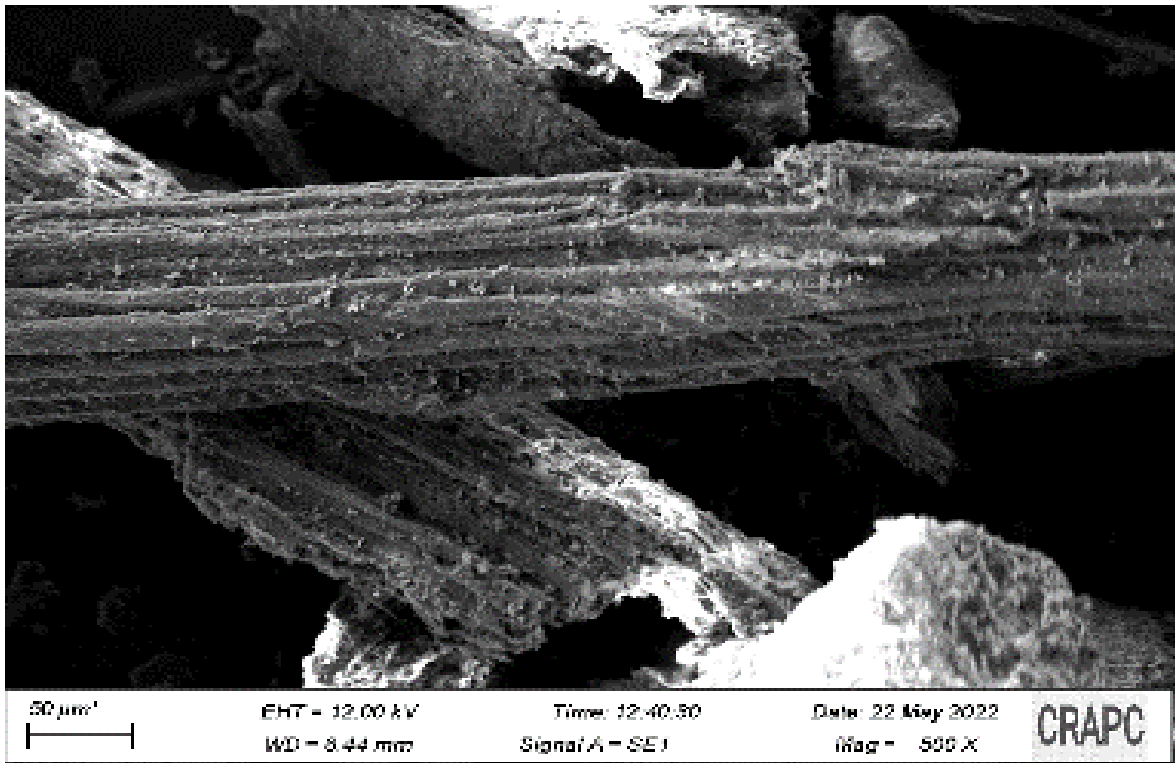
Références bibliographiques

- [65] BENDAHMA, Yasmina Houda. Etude de la rétention des colorants par des réseaux de polymères acryliques : Application à la dépollution des eaux usées [Thèse de doctorat]. Tlemcen : Université Abou-Bekr Belkaid, Faculté des sciences ;2019.
- [66] Gardette JL. Caractérisation des polymères par spectrométrie optique. Technique de l'ingénieur, AM 3271, 1998.
- [67] SAHLI, Mounir. Synthèse, élaboration et caractérisation des nanocomposites à base de magnésium pour le stockage solide d'hydrogène [Thèse de doctorat]. Constantine : Université des Frères Mentouri de Constantine, Faculté des sciences exactes ;2015.
- [68] Hermosillo-Nevarez JJ, Bustos-Terrones V, Bustos-Terrones YA, Uriarte-Aceves PM. Feasibility study on the Use of recycled polymers for malathion adsorption: Isotherms and kinetic modeling. Materials.2020 ;13(8) :1-14.
- [69] TABLES IR /SMC5/SPECTROSCOPIE, Université Mohammed V-Agdal, Faculté des Sciences. <http://lmspn.uqam.ca/fichiers/tablesir.pdf>. Disponible : PDF.
- [70] Disponible sur <https://www.bartleby.com>.

Annexes

Annexe A : Images microscopie électronique à balayage des fibres de palmier non traitées aux différents grossissements.





Annexe B : Images microscopie électronique à balayage des fibres de palmier traitées aux différents grossissements.

