

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA  
FACULTE DES SCIENCES APPLIQUEES  
DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

## THÈSE

Présentée pour l'obtention du diplôme de Doctorat en Sciences

Spécialité : GENIE MECANIQUE

Par

**KAREK Rabie**

THÈME

---

### **Valorisation des matériaux composites d'origine naturelle**

---

Soutenue publiquement le 20/06/2022 devant le jury:

BELLOUFI Abderrahim	Professeur	Université de Ouargla	Président
BOUAKBA Mustapha	Professeur	Université de Ouargla	Rapporteur
GUEBAILIA Moussa	M.C.A	Université de Ouargla	Co-Rapporteur
MAKHLOUFI Rafik	M.C.A	Université de Batna 2	Examineur
KEZZAR Mohamed	M.C.A	Université de Skikda	Examineur
YOUNES Ramdane	M.C.A	Université de Tebessa	Examineur

Année universitaire 2021-2022



*Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail.*

*A mes chers parents en reconnaissance de tous leurs sacrifices  
et leurs soutien en toutes circonstances.*

*À ma femme et mes enfants Abdelbarie, Soundous et Adam*

*A mes frères, à mes sœurs et à leurs enfants.*

*A tous mes collègues et amies.*

*À tous ceux qui m'ont apporté leur aide.*

### **Remerciement**

*Je remercie ALLAH pour m'avoir donné la santé, la patience et le courage tout au long du travail.*

*Je tiens à remercier chaleureusement mon directeur de thèse, Pr BOUAKBA Mustapha. Merci pour votre écoute, vos conseils et vos encouragements qui m'ont été précieux pour mener ce travail à son terme.*

*Je remercie Monsieur GUEBAILIA Moussa maître de conférences à l'université de Ouargla d'avoir accepté d'être Co-encadreur de thèse, pour ses précieux conseils qui m'ont permis de concrétiser ce travail.*

*Je tiens à remercier avec plus grande gratitude Monsieur BELLOUFI Abderrahim Professeur à l'université de OUARGLA pour l'intérêt qu'il a bien voulu porter à ce travail ainsi que pour l'honneur qu'il m'a fait en présidant le jury.*

*Mes remerciements vont également aux : Dr. MAKHLOUFI Rafik, Dr. KEZZAR Mohamed, Dr. YOUNES Ramdane pour avoir accepté d'évaluer ce travail et d'en faire partie du jury de soutenance.*

*Mes sincères remerciements vont à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail, en particulier BELLOUFI Abderrahim, BOUKHATEM Mourad, CHERRAD Noureddine, et tous mes collègues.*

*Enfin, je voudrais également exprimer ma gratitude envers toute ma famille, mes amis et à toutes les autres personnes qui ont participé à la réalisation de ce travail, qu'ils trouvent ici mes vifs remerciements.*

**KAREK Rabie**

## *Table des Matières*

Dédicace	i
Remerciement	ii
Table des Matières	iii
Liste des Figures	iv
Liste des Tableaux	v
Nomenclature	vi
Introduction générale	1

### Chapitre I

## **Généralité sur les Biocomposites**

I.1 Introduction	3
I.2 Matériaux Composites	3
I.2.1 Historique Des Matériaux Composites	3
I.2.2 Le Matériau Composite définition	4
I.2.3 L'intérêt Des Composites	5
I.2.4 Types de matériaux composites	6
I.2.4.1 Selon la nature des composants	6
I.2.4.2 Selon la forme de renfort	6
I.2.5 Eléments constituant un matériau composite	7
I.2.5.1 Matrice	7
I.2.5.2 Renforts	10
I.2.5.3 Additifs	13
I.2.6 Géométrie des renforts	14
I.3 Les Bio-composites	14
I.3.1 Les Biopolymères	16
I.3.1.1 Sources et préparation des Biopolymères	18
I.3.1.2 Classification des Biopolymères	19
I.3.1.3 Biopolymères fréquemment étudiés	20
I.3.2 Application de Biopolymère	27
I.3.2.1 Synthèse de nanomatériaux	27
I.3.2.2 Applications biomédicales	27
I.3.2.3 Applications d'emballage	27
I.3.2.4 Pale d'éolienne	28
I.3.2.5 Agriculture	28
I.3.2.6 Applications automobiles	28
I.4 Les Fibres Naturelles	31

I.4.1 Contexte historique des fibres naturelles	31
I.4.2 Définition	31
I.4.3 Classification des fibres naturelles	33
I.4.4 Les fibres végétales	33
I.4.4.1 Présentation de quelques fibres végétales utilisées comme renfort dans les matériaux	36
I.4.4.2 Composition chimique des fibres végétales	39
I.4.4.3 Applications des fibres végétales	41
I.4.4.4 Perspectives d'avenir	42
I.5. Notions de biodégradation	43
I.5.1 Définition	43
I.5.2 Le processus de la biodégradation	44
I.5.3 Les facteurs de la biodégradation	44
I.6 Conclusion	45

### Chapitre II

## Procédure expérimentale, Matériels et Méthodes

II.1 Introduction	46
II.2 Constituants de biocomposite	46
II.2.1 Amidon	46
II.2.1.1 Structure et propriétés de l'amidon	47
II.2.1.2 Sources d'amidon	49
II.2.1.3 Préparation des matières amylicées	49
II.2.1.4 Gélatinisation de l'amidon	49
II.2.2 Les plastifiants	50
II.2.3 Le renfort "Diss"	50
II.3 Méthodes expérimentales	52
II.3.1 Microscope électronique à balayage (MEB)	52
II.3.2 Mesure de la densité des fibres Diss	52
II.3.3 Préparation des fibres	53
II.3.4 Préparation de bio-plastique et bio-composite	53
II.4 Essai Mécanique	55
II.4.1 Essai de traction	55
II.4.1.1 Définition	55
II.4.1.2 Contraintes	55
II.4.1.3 Loi de HOOKE	55
II.4.1.4 Principe de l'essai de traction	56
II.4.1.5 Procédure expérimentale	56
II.4.2 Essais de choc Charpy	57
II.4.2.1 Définition	57

II.4.2.2 Principe de l'essai Charpy	58
II.4.2.3 Procédure expérimentale	59
II.4.3 Distribution de Weibull	59
II.5 La biodégradabilité	61
II.5.1 Enfouissement dans le sol	61
II.5.2 Dégradation en milieu aqueux	62
II.6 Conclusion	63

**Chapitre III**  
**Résultats et discussion**

III.1 Introduction	64
III.2 Analyse morphologique (MEB)	64
III.3 Préparation de bio-plastique et bio-composite	64
III.4 Mesure de la densité des fibres Diss	65
III.5 Caractérisations mécaniques des fibres de Diss	65
III.5.1 Essai de traction	65
III.5.2 Essai de choc Charpy	66
III.5.2.1 Résultats enregistrés au cours d'essai Charpy V	66
III.5.2.2 Impact de l'essai de charpy sur les bioplastiques (amidon) renforcés ou sans fibres	69
III.5.2.3 Analyse statistique (distribution de Weibull)	73
III.6 La Biodégradabilité	76
III.6.1 Enfouissement dans le sol	76
III.6.1.1 Enfouissement dans le sol humide	77
III.6.1.2 Enfouissement dans le sol sec	78
III.6.2 Analyse d'images	78
III.6.3 Influence du type de milieu d'enfouissement sur la dégradation des Biocomposites	79
III.6.4 Dégradation en milieu aqueux	81
III.7 Conclusion	82

**Chapitre IV**  
**Méthodes d'optimisation**

IV.1 Introduction	84
IV.2 Méthodes d'optimisation stochastiques	84
IV.2.1 L'algorithme génétique (AG)	84
IV.2.1.1 Principe de l'algorithme génétique	85
IV.2.1.2 Description de l'algorithme génétique	85
IV.2.1.3 Opérateur de croisement	86
IV.2.1.4 Opérateur de mutation	87
IV.2.1.5 Principes de sélection	87

## Table des Matières

---

IV.2.1.6 Autres paramètres de l'algorithme génétique	88
IV.2.2 La méthode d'essaim particulaire (PSO)	89
IV.2.3 Méthodologie de la régression linéaire multiple	89
IV.3 Résultats et discussion	89
IV.3.1 Base de données expérimentales	89
IV.3.2 Effet d'interaction des combinaisons des variables indépendantes	91
IV.4 Optimisation	92
IV.5 Conclusion	93
Conclusion générale	94
Référence bibliographiques	97



## *Liste des Figures*

---

### Chapitre I

## **Généralité sur les Biocomposites**

---

Figure I.1 Schema de materiau composite	4
Figure I.2 Composition d'un materiau composite	5
Figure I.3 Classification de materiaux composites	6
Figure I.4 Schema d'un materiau composite	7
Figure I.5 Types de matrice	8
Figure I.6 Types de renfort	10
Figure I.7 Structures geometriques des composites	14
Figure I.8 Classification des bio-composites	15
Figure I.9. Cycle de vie des polymeres biodegradables	17
Figure I.10 Capacites mondiales de production de bioplastiques	17
Figure I.11. Production de poly hydroxy butyrate	18
Figure I.12 Classification des biopolymeres selon leur origine	20
Figure I.13 Structure de la cellulose	21
Figure I.14 Structure chimique des proteines	22
Figure I.15 Structure de la chitine (a gauche) et de son derive chitosan (a droite)	23
Figure I.16 Structure de la gelatine	23
Figure I.17 Formule structurelle du PLA	24
Figure I.18 Formule structurelle du PHBV	25
Figure I.19 Formule structurelle du PVOH ou PVA	25
Figure I.20 Vue schematique d'un vehicule	29
Figure I.21 Illustration de la culture du lin en egypte – 13/11emesiecle av. J.-c	31
Figure I.22 Marche mondial de la fibre en 2017	32
Figure I.23 Production mondiale de fibres naturelles, 32 millions de tonnes en 2018	32
Figure I.24 Classification des fibres naturelles	33
Figure I.25 Structure d'une fibre vegetale	34
Figure I.26 Differentes types des fibres vegetales	36
Figure I.27 Fibres de jute	37
Figure I.28 Plante de sisal (a) et le faisceau de fibres de sisal (b)	37
Figure I.29 Plante de ramie typique	38
Figure I.30 Plante de alfa	39
Figure I.31 Molecule de cellulose (n repetitions du motif cellobiose)	40
Figure I.32 Trois unites de base de la lignine	41
Figure I.33 Hemicellulose	41

Figure I.34 Le processus de la biodegradation	44
---	----

---

## Chapitre II

### Procédure expérimentale, Matériels et Méthodes

---

Figure II.1 Structure chimique de l'amidon	48
Figure II.2 Les fibres de Diss (ampelodesma mauritanica)	50
Figure II.3 Microscope a balayage electronique (MEB) model jsm-5600	52
Figure II.4 Mesure de la densite des fibres Diss	53
Figure II.5 Preparation des fibres (a : feuilles de Diss ; b : fibres sechees ; c : fibre broyee)	53
Figure II.6 Fibre de Diss eprouvettes d'essai de traction	56
Figure II.7 Machine de traction servo-electrique TE	57
Figure II.8 Essais de choc charpy	57
Figure II.9 Marteau d'un pendule et les appuis dans une machine a charpy	58
Figure II.10 Machine "karl frank gmbh weinheim birkenau" type "53565"	59
Figure II.11 Enfouissement dans le sol	62
Figure II.12 Degradation en milieu aqueux	62

---

## Chapitre III

### Résultats et discussion

---

Figure III.1 Observation au meb de la structure externe de la fibre de Diss	64
Figure III.2 Specimens (a : amidon bioplastique ; b : amidon bio-composite/5% Diss ; c : amidon bio-composite/10% Diss)	64
Figure III.3 Courbe contrainte-déformation pour une fibre de Diss	65
Figure III.4 Variation de l'impact charpy sur du bio-plastique renforce ou sans fibre Diss	69
Figure III.5 Energie d'impact charpy moyenne d'une matrice avant et apres renforcement	70
Figure III.6 Aspect macrostructure des eprouvettes avant et apres renforcement	71
Figure III.7 Variation des valeurs de tenacite d'un test charpy de bio-composites 5 % Diss	72
Figure III.8.a Test d'identification de distribution de weibull (2p)	73
Figure III.8.b Test d'identification de distribution de weibull (3p)	73
Figure III.9 Analyse de distribution parametrique de la distribution de weibull (2p)	74
Figure III.10 Analyse de distribution parametrique de la distribution de weibull (3p)	74
Figure III.11 Test de normalité par test K-S	76
Figure III.12 Terte de masse (%) de la matrice avant et apres renforcement milieux humide	77
Figure III.13 Perte de masse (%) de la matrice avant et apres renforcement milieux secs	78
Figure III.14 Observations visuelles des echantillons soumis a la biodegradation	79
Figure III.15 Perte de masse des biocomposites sg40/rf5 enfouis dans differents milieux du sol	180
Figure III.16 Degradation en milieu argileux humide	81

---

Figure III.17 Dégradation en milieu aqueux de la matrice avant et après renforcement	82
--	----

---

**Chapitre IV**

**Méthodes d'optimisation**

---

Figure IV.1 Croisement	87
Figure IV.2 Mutation	87
Figure IV.3 Sélection par roue de la fortune	88
Figure IV.4 Prediction de la resiliance	91
Figure IV.5. Variation de la resiliance par l'algorithme genetique	91
Figure IV.6 Convergence de l'algorithme genetique	92

## *Liste des Tableaux*

---

### Chapitre I

## **Généralité sur les Biocomposites**

---

Tableau I.1	Caracteristiques de quelques resines	9
Tableau I.2	Application du bio-composites dans l'industrie automobile	15
Tableau I.3	Certains biopolymeres, leurs sources et leur preparation	19
Tableau I.4	Caracteristiques generales des biomacromolecules naturelles	26
Tableau I.5	Exemples de brevets decrivant des parties de vehicules en biopolymeres	30
Tableau I.6	Certaines productions de fibres vegetales et leurs producteurs	34
Tableau I.7	Proprietes mecaniques des differentes fibres	35
Tableau I.8	Composition chimique de quelques fibres vegetales	40
Tableau I.9	Quelques exemples d'exigences pour les industries manufacturieres sur la fibre	43

---

### Chapitre II

## **Procédure expérimentale, Matériels et Méthodes**

---

Tableau II.1	Teneur en amylose et amylopectine des amidons de differentes sources	48
Tableau II.2	Taxonomie d'ampelodesma mauritanica	51
Tableau II.3	Ratios massiques des composants pour les differentes matrices utilisees	54
Tableau II.4	Rapports massiques composant l'amidon/Diss par 5 % de renfort	54
Tableau II.5	Ratios massiques composant les composés amidon/Diss par 10 % de renfort	54

---

### Chapitre III

## **Résultats et discussion**

---

Tableau III.1	Comportement mecanique des differents types de fibres vegetales	66
Tableau III.2	Valeurs d'energie de rupture enregistrees pour les bioplastiques	67
Tableau III.3	Valeurs d'energie de rupture enregistrees pour les biocomposites	68
Tableau III.4	Comparaison des resultats obtenus a partir des donnees experimentales	75

---

### Chapitre IV

## **Méthodes d'optimisation**

---

Tableau IV.1	Cesultats experimentales de la resilience	90
Tableau IV.2	Valeurs optimums par l'algorithme d'optimisation	92

---

## *Nomenclature*

CMM : Composites à Matrices Métalliques.

CMC : Composites à Matrices Céramiques.

CMO : Composites à Matrices Organiques.

CMP : Composites à Matrice Polymère.

TD : Thermodures.

TP : Thermoplastiques.

PLA: Polylactic Acid.

PHB : Poly Hydroxy Butyrate.

PHBV : poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate).

DMSO : Diméthylsulfoxyde.

AHG : Anhydroglucose .

FAO : Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture.

CNRC : Conseil National de Recherches du Canada.

ADEME : Agence de la transition écologique.

CEN : Comité européen de normalisation.

MEB : Microscope à balayage électronique.

SG : Matrices.

RF : Renfort.

PDF : Fonction de Densité de Probabilité ( $f(k)$ ).

CDF : Fonction de Distribution Cumulative ( $F(k)$ ).

Pi : Probabilité cumulée de défaillance.

AG : Algorithme Génétique.

OEP : Optimisation par Essaim de Particule.

PSO : Particle swarm optimization (méthode d'essaim particulaire).

K-S : Kolmogorov Smirnov

## Nomenclature

---

A-D : Anderson-Darling

$\rho$  : Masse Volumique en ( $\text{Kg}/\text{m}^3$ )

E : Module de Young en (GPa)

D: Densité (en  $\text{g}/\text{cm}^3$ ).

$M_f$  : Masse fibre (en g).

$V_l$  : Volume liquide (en  $\text{cm}^3$ ).

$V_t$  : Volume liquide + Volume fibre (en  $\text{cm}^3$ ).

$\sigma$  : Contrainte normale en MPa.

N : Effort normal en Newton.

$\varepsilon$  : Déformation relative longitudinale sans unité.

S : Aire de la section droite (S) en  $\text{mm}^2$ .

$l'$  : Déplacement (mm).

l : Longueur de référence (mm).

Kcv: Résilience en  $\text{J}/\text{cm}^2$ .

$P_m$ : Poids (marteau + bras) en N.

S: Section nominale au droit de l'entaille en  $\text{cm}^2$ .

$\alpha$ ,  $\beta$  et  $\mu$  : Sont les paramètres de forme, d'échelle et de localisation de la distribution de Weibull.

$m_i$  : Masse initiale des échantillons.

$m_f$  : Masse des échantillons après un temps t (jours).

2P, 3P : Deux paramètres, Trois paramètres.

$R^2$  : Coefficient de détermination des variables de réponse.

N, : Taille de la population.

$P_c$  : Probabilité de croisement.

$P_m$  : Probabilité de mutation.

# *Introduction générale*

### *Introduction générale*

La consommation mondiale de plastique est estimée à environ 700 millions de tonnes par an, et selon les estimations de l'équipe d'experts des Nations Unies, cette consommation atteindra les limites d'un milliard de tonnes par an à la fin de 2021, ce qui augmentera l'obsession pour la pollution, d'autant plus que 70 à 95 % de ce plastique est destiné aux déchets [1]. Afin de réduire la charge environnementale avec la température élevée aux pôles Nord et Sud et l'apparition d'épidémies dues à l'utilisation massive de polymères dérivés de la pétrochimie, qui s'est accompagnée d'une pénurie de pétrole, et le fait que la protection de l'environnement et des écosystèmes est devenue une nécessité urgente, de nombreux pays ont adopté des réglementations pour interdire les plastiques à usage unique, ce qui pousse à rechercher des matériaux alternatifs pour les produits en plastique [2-4]. Les bioplastiques avec une ressource naturelle sont considérés comme une alternative fiable et durable aux polymères synthétiques, notamment l'amidon et la cellulose étant le produit le plus populaire pour l'étude et il s'agit d'un polymère respectueux de l'environnement extrait d'un matériau végétal durable et non toxique qui est largement disponible [3, 5-7].

L'amidon est une fine poudre blanche insipide produite à partir de plusieurs types de plantes vertes et un composé organique glucidique complexe [8], il est considéré comme l'un des polymères naturels les plus prometteurs utilisés dans la production de plastiques biodégradables, en raison de sa biodégradabilité, de son abondance énorme, sa régénération annuelle et son faible coût [2, 9]. L'amidon est largement utilisé dans l'alimentation humaine et animale et dans l'industrie [8]. L'amidon thermoplastique absorbe facilement l'eau et possède relativement moins de propriétés thermiques et mécaniques que les polymères synthétiques [10]. Pour pallier à ce défaut, d'autres polymères mécaniquement résistants sont ajoutés à la matrice d'amidon et des plastifiants doivent également être ajoutés (plastifiant), ce qui réduit les forces de frottement entre les polymères pour améliorer la flexibilité des films [11], réduire la fragilité et la recristallisation de l'amidon et assurer sa stabilité [7]. Les polyols et les composés de glycérine figurent parmi les plastifiants les plus utilisés ainsi que les acides gras des huiles essentielles qui peuvent aussi être utilisés comme plastifiant. L'huile de palme est également un autre plastifiant prometteur qui peut être utilisé [11].

La matrice polymère peut également être renforcée avec des fibres naturelles ou d'autres biopolymères pour augmenter ses propriétés mécaniques et sa biodégradabilité, de sorte que la



recherche sur le développement d'un composite polymère vert, grâce à l'utilisation efficace de matériaux cellulosiques naturels et respectueux de l'environnement, peu coûteux et non corrosifs et non toxiques, a reçu une grande attention [12]. La distribution aléatoire des défauts de fabrication et de post-traitement (tels que fissures, pores, etc.) conduit à utiliser des méthodes statistiques pour évaluer et concevoir des bio-composites. La distribution de Weibull est généralement acceptée dans ce domaine [13, 14].

Dans cette thèse, des bio-composites d'amidon/glycérine renforcés de fibres de Diss sont élaborés avec des ratios massiques variables en termes de bio-composition matricielle ou de renforcement fibreux, ensuite les éprouvettes ont été soumises à une résistance aux chocs par impact Charpy pour voir leur résilience, et les valeurs expérimentales ont été analysées statistiquement par la distribution de Weibull (2P, 3P) qui a donné des résultats très satisfaisants et convergents pour décrire le comportement et prédire la résistance à la rupture.

Cette thèse s'articule autour de quatre chapitres :

**L'objet du premier chapitre** une revue bibliographique sur les différents types de matériaux composites. Il traite essentiellement les différents types de fibres naturelles et de matrices qui constituent un bio matériau, ainsi que leur domaine d'utilisation et des différents mécanismes de leur biodégradation.

**Le deuxième chapitre** est consacré à la présentation des matériaux et des techniques expérimentales utilisés au cours de cette étude. Dans la première partie, les propriétés des différents polymères utilisés seront détaillées. Ensuite, nous présentons les méthodes d'extraction et de traitement des fibres. Enfin, les techniques de caractérisations morphologique et mécanique seront présentées.

**Dans le troisième chapitre**, nous présentons les résultats de la caractérisation mécanique, thermique, structurale et morphologique des composites Amidon/fibres, suivi par leur discussion.

**Le quatrième chapitre** est consacré à l'application des méthodes d'optimisation stochastiques (algorithmes génétiques) aux résultats expérimentaux de l'essai de charpy du matériau composite, pour optimiser sa résilience.

Enfin, une conclusion générale, sur le travail réalisé, parachève ce manuscrit.

Chapitre I

# *Généralités sur les Biocomposites*

### I.1 Introduction

Les plastiques sont considérés aujourd'hui, comme les matériaux les plus utilisés et les plus polyvalents de l'ère moderne et inévitablement, la production mondiale a augmenté prodigieusement pour répondre à la demande croissante de ces matériaux [15]. L'utilisation de matières plastiques, dans les industries automobiles et aéronautiques, conduit à des économies de poids et donc à des coûts de carburant inférieur. L'utilisation de plastiques dans la construction, pour ses qualités d'isolation supérieure, offre un bon environnement intérieur en réduisant la consommation d'énergie [16]. Les matériaux en plastique dérivés de matières premières pétrochimiques utilisés récemment ont sévèrement impacté l'environnement par leur pollution, car ces matériaux ne sont pas facilement dégradés par les décomposeurs microbiens. Par conséquent, de nombreuses études se sont penchées sur la synthèse de polymères biodégradables [17]. Des efforts considérables sont également menés pour remplacer la pétrochimie par des matériaux fabriqués à partir d'ingrédients biodégradables. Les polymères biodégradables sont un type particulier de polymères qui se décomposent après la fin de leur utilisation, se transformant en sous-produits tels que le dioxyde de carbone, l'oxyde d'azote, l'eau et les sels minéraux. La source de ces polymères est naturelle ou synthétique. Ces polymères sont souvent synthétisés par des réactions sous pression, une polymérisation en boucle ouverte et des catalyseurs métalliques. Ils ont été introduits au cours des dernières décennies en tant qu'alternative respectueuse de l'environnement et ce dans plusieurs domaines tels que les matériaux d'emballage fabriqués à partir de matériaux respectueux de l'environnement. L'utilisation de Bioplastique biodégradable a attiré beaucoup d'attention en raison de ses propriétés respectueuses de l'environnement, de sa grande variété et disponibilité, de sa non-toxicité et de son faible coût. Les polymères biodégradables sont souvent utilisés pour réduire le volume de déchets d'emballages, dans l'industrie automobile et autres [8].

L'objectif du chapitre est de présenter une revue bibliographique sur les Bio-composites (matrice et renforts), Bio-polymères et autres fibres naturelles en présentant leurs propriétés, composition, types et domaines d'application, pour acquérir le vocabulaire et les bases des matériaux composites.

### I.2 Matériaux Composites

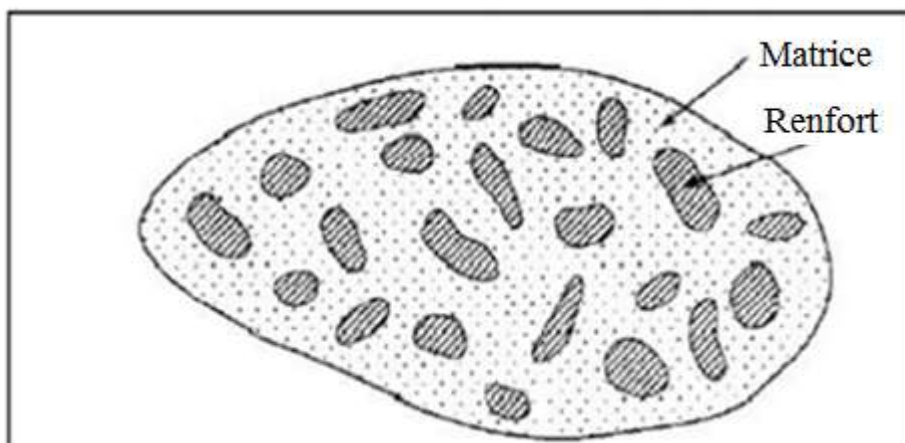
#### I.2.1 Historique Des Matériaux Composites

Les premiers Égyptiens et les colons de Mésopotamie sont considérés comme les premiers de l'histoire à utiliser des matériaux composites au XVI<sup>e</sup> siècle avant JC, pour créer des

bâtiments solides et durables en utilisant un mélange de boue et de paille. L'utilisation de la paille a continué à renforcer les produits composites anciens, notamment dans la poterie et les bateaux. En 1200 après JC, les Mongols ont inventé le premier arc composite utilisant un mélange de bois, d'os et de "colle animale" et il se distinguait par sa puissance et sa précision. Gengis Khan a pu imposer son hégémonie militaire et ce grâce à ses arcs en matériau composite considérés comme l'arme la plus puissante sur la planète jusqu'à l'invention de la poudre à canon. Les résines naturelles dérivées d'animaux et de plantes étaient la seule source de liants et de colles jusqu'au début de l'ère moderne des composites, où les scientifiques ont développé les plastiques. Au début du 20<sup>e</sup> siècle, de nouveaux plastiques synthétiques telles que la phénolique, le vinyle, le polyester et le polystyrène ont été mis au point et ont surpassé les résines dérivées de la nature. Cependant, les plastiques seuls ne pourraient pas fournir une résistance suffisante dans les applications structurelles et donc doivent être renforcés pour donner une meilleure rigidité. En 1935, les premières fibres de verre associée à un polymère plastique ont été introduites par Owens Corning, la fibre de verre crée une structure incroyablement légère et solide. Cela a marqué le début de l'industrie des polymères renforcés de fibres (PRF) qu'on connaît aujourd'hui [18].

### I.2.2 Matériaux Composites définition

Un matériau composite est un assemblage de deux ou plusieurs matériaux (matrices et renforts figure I.1) dont les propriétés individuelles se combinent pour former un nouveau matériau hétérogène ayant des performances globales significativement améliorées [19]. La matrice absorbe les efforts mécaniques grâce aux adjuvants de renforcement qui ont des propriétés supérieures à celles de la matrice [20]. Il permet, également, le transfert des chargements et assure l'orientation et la cohésion des fibres [21]. Par ailleurs, les renforts offrent des propriétés mécaniques élevées (résistance mécanique, modules d'élasticité, etc.) [22].



**Figure I.1** Schéma de matériau composite [22].

Le classement des renforts s'effectue selon : leur nature (naturels, verre, métal, carbone), leur arrangement (tissus ou mat) et selon leurs formes (particules ou fibres). Les fibres continues sont le renfort le plus utilisé dans l'industrie et leur rôle principal est d'assurer la rigidité du matériau composite [20]. La conception d'un matériau composite se base sur le choix de la disposition, des dimensions et de la forme des renforts ainsi que par le choix des composants et leurs proportions aboutissant à un matériau aux propriétés spécifiques recherchées, et qui doivent être supérieures à celles des composants pris séparément (figure I.2) [22].

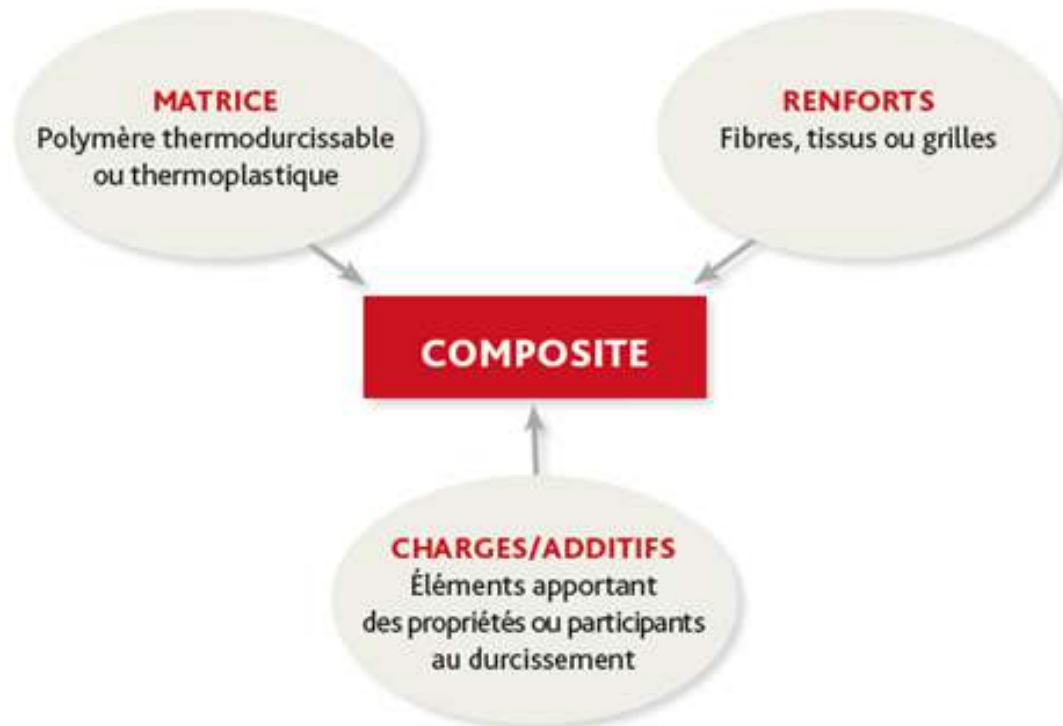


Figure I.2 Composition d'un matériau composite [19].

### I.2.3 L'intérêt des composites

Les matériaux composites présentent un grand intérêt grâce à leurs constituants. D'un point de vue physico-chimique, ils s'adaptent aux milieux ambiants quel que soit leur complexité, car ils ont une bonne résistance aux produits chimiques, à la corrosion et au feu. D'un point de vue mécanique, les matériaux composites offrent d'excellentes propriétés en termes de résistance à la compression, à la traction, au cisaillement plat et transversal, à la flexion, ainsi qu'une bonne absorption aux chocs. Leur faible densité combinée à leur résistance mécanique en font des choix incontournables dans les conceptions d'aujourd'hui, qu'elles soient structurelles ou non. Néanmoins, sa principale caractéristique distinctive est sa possibilité de combiner de nombreuses fonctions dans un seul processus, ce qui se traduit par un nombre de pièces

considérablement réduit dans la conception ou l'assemblage mécanique, abaissant ainsi le prix de revient [19].

### I.2.4 Types de matériaux composites

Les matériaux composites sont généralement classés selon deux niveaux différents [18].

**I.2.4.1 Selon la nature des composants :** Ce type de classement comprend les principaux matériaux composites, tels que les composites à matrices métalliques (CMM), les composites à matrices céramiques (CMC) et les composites à matrices organiques (CMO). Ce dernier type comprend deux classes de composites : les composites carbonés qui sont communément appelés composites carbone-carbone et composites à matrice polymère (CMP) [18].

**I.2.4.2 Selon la forme de renfort :** Ce classement est représenté par des composés lamellaires, des composés particuliers et des composés renforcés de fibres (CRF), ces derniers peuvent être divisés en composés à fibres continues ou à fibres discontinues (Figure I.3).

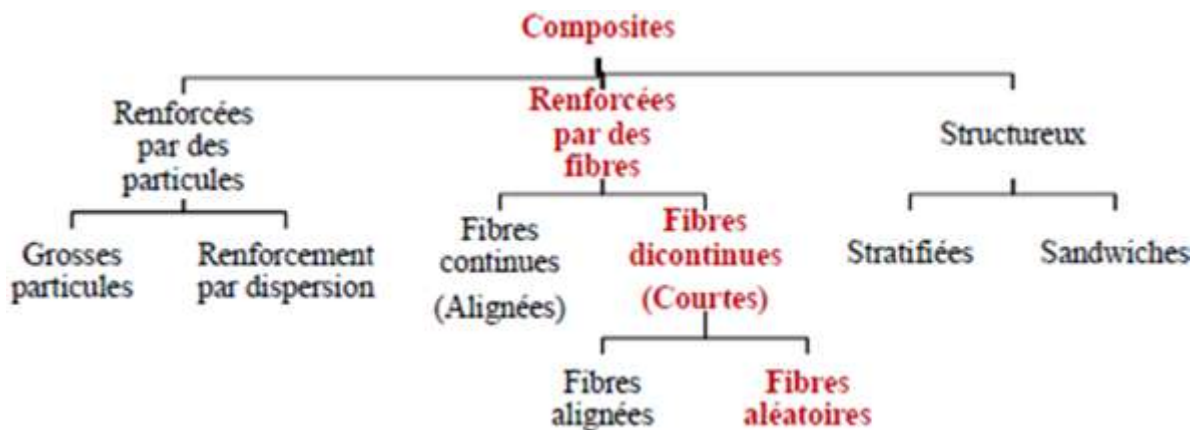


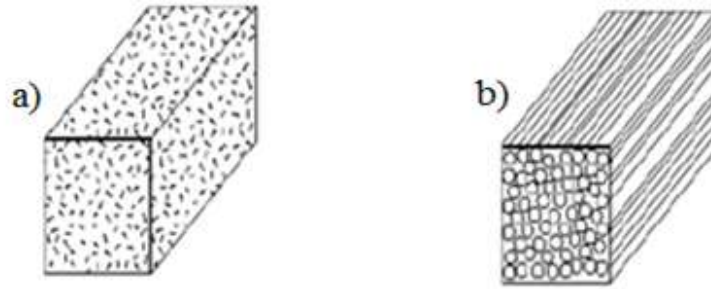
Figure I.3 Classification de matériaux composites [22].

a) **Composés laminaires :** sont des couches de matériaux maintenus ensemble par une matrice. Les structures isolantes entrent dans cette catégorie [18].

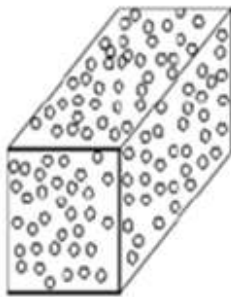
b) **Composites renforcés de fibres :** les composites renforcés de fibres sont constituées de fibres fusionnées dans un matériau matriciel. Si ses propriétés varient avec la longueur des fibres le composé est considéré comme un composé à fibres courtes ou à renfort discontinu. Si, au contraire, ses propriétés ne varient pas avec la longueur des fibres alors le composé est considéré comme un composé de fibres renforcées continues [18].

c) **Particules composites :** constituées de particules noyées ou réparties dans un corps matriciel, sous forme de poudre ou de flocons. Comme exemples de cette catégorie on trouve les panneaux de particules de bois et de béton [18].

Sur la base de la forme de renforcement, les matériaux composites courants peuvent être classés comme suit (Figure I.4) :



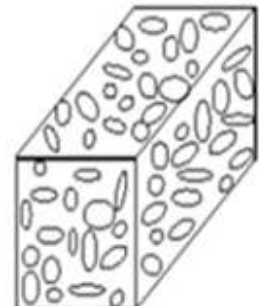
**1. Fibres comme renfort (a: Composites renforcés de fibres aléatoires (fibres courtes), b: Fibre continue (fibre longue) renforcée matériaux composites)**



**2. Particules comme renfort (particules matériaux composites)**



**3. Flocons plats comme renfort (Flake composites)**



**4. Charges comme renfort (Filler composites)**

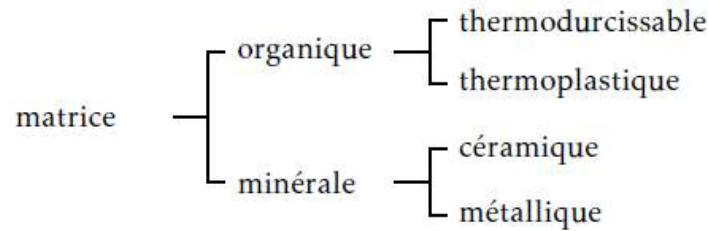
**Figure I.4** Types des matériaux composites [18].

## I.2.5 Éléments constituant un matériau composite

### I.2.5.1 Matrice

La matrice du matériau composite est, le plus souvent, une résine polymère. Ce sont des résines polymères qui viennent en grand nombre et chaque type a un domaine d'utilisation spécifique [23]. Dans l'industrie, il existe deux types de résines organiques : les thermodures (TD) et les thermoplastiques (TP). Les plus employées actuellement sont les résines thermodures, cependant, grâce aux progrès de la recherche sur les résines thermoplastiques, leur part dans la production mondiale de matériaux composites ne cesse d'augmenter [24]. Le rôle de la matrice est de lier les fibres entre elles et de maintenir l'alignement des directions principales sous contrainte. La matrice sert, également, à transférer les contraintes qui sollicitent le matériau aux fibres, permettant au composite de résister aux efforts de compression, de cisaillement et de flexion, ainsi qu'aux efforts de traction et d'avoir une bonne absorption des chocs et l'efficacité de

ce transfert de charge est directement liée à la qualité de la liaison matrice/fibre [25]. La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la figure I.5.



**Figure I.5** Types de matrice [23].

### a) Les matrices thermoplastiques

Les thermoplastiques sont une forme de polymère qui, lorsqu'il est chauffé, devient mou ou fondu et pliable et revient à l'état solide lors du refroidissement sans modifier ses propriétés intrinsèques. Il peut être retraité, réutilisé et recyclé en chauffant et en refroidissant à plusieurs reprises encore et encore. Les polymères thermoplastiques sont largement utilisés dans plusieurs industries tels que : l'aviation, l'aérospatiale, la construction de bâtiments et l'automobile, pour n'en citer que quelques-unes. La consommation de matériaux thermoplastiques représente environ 80 % de la consommation totale de plastique [26, 27]. Les plus courantes sont le poly (chlorure de vinyle) qui est utilisé dans la fabrication des tuyauteries, le polypropylène pour les boîtes alimentaires ou les revêtements de sols, le polyéthylène dont on se sert pour fabriquer les bouteilles, les jouets, ou les sacs de supermarchés, le polystyrène qui intervient dans la composition des contenants alimentaires, le poly (acétate de vinyle) que l'on trouve dans les colles et adhésifs, etc. Leur thermo-réversibilité et leur recyclabilité constituent l'un des grands avantages leur permettant de prendre de plus en plus d'importance de nos jours [22].

### b) Les matrices thermodurcissables

Les polymères thermodurcissables sont obtenus à partir de pré-polymères de faible poids moléculaire, ils sont réticulés sous l'effet de la chaleur en présence de durcisseurs et de catalyseurs [24]. Ils se caractérisent par le fait qu'ils ne fondent pas avec l'augmentation de la température, après avoir été traité par une réaction chimique, ce qui signifie qu'il n'est pas possible de les retraiter ou de les déformer après sa fabrication, ce qui rend leur recyclage difficile. La dégradation du matériau constitué de ces polymères, en raison de l'élévation continue de la température, est due au fait que les liaisons chimiques primaires (covalentes) entre les chaînes nécessitent une grande quantité d'énergie pour se rompre, ce qui conduit généralement à la rupture des liaisons des polymères et donc la dégradation du polymère. De



plus, ces polymères thermodurcissables sont généralement insolubles dans la plupart des solvants courants. L'utilisation de ces polymères, dans la vie quotidienne, est très large, comme les résines phénoliques, les époxydes, les polyesters, les polyuréthanes, etc [28]. Ils offrent beaucoup d'avantages fondamentaux importants par rapport aux thermoplastiques telles que la résistance à la corrosion, résistance à l'impact et la résistance à la fatigue et la longévité (Tableau I.1) [22].

**Tableau I.1** Caractéristiques de quelques résines [29].

	$\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )	E (GPa)	$\sigma$ (MPa)
<b>Polypropylène</b>	900	1,1-1,4	20-35
<b>Polyamides</b>	1140	1,2-2,5	60-85
<b>Résines Polyesters</b>	1200	2,8-3,5	50-80
<b>Résines époxydes</b>	1100-1500	3-5	60-80
<b>Résines de condensation</b>	1200	3	40

#### c) Les matrices céramiques

Est un article [dont] le corps est produit à partir de substances essentiellement inorganiques et non métalliques et qui est formé par une masse en fusion qui se solidifie en se refroidissant, ou qui est formé et porté à maturité, en même temps ou ultérieurement, par l'action de la chaleur [30]. Les céramiques composées d'oxydes, de carbures, de nitrures et de borures. Les céramiques présentent des liaisons chimiques fortes de nature ionique ou covalente [31]. Les composites à matrice céramique présentent les avantages d'une résistance élevée, d'une faible densité, d'une résistance à la plupart des attaques (abrasion, usure, corrosion) et d'une résistance à haute température [32].

#### d) Les matrices métalliques

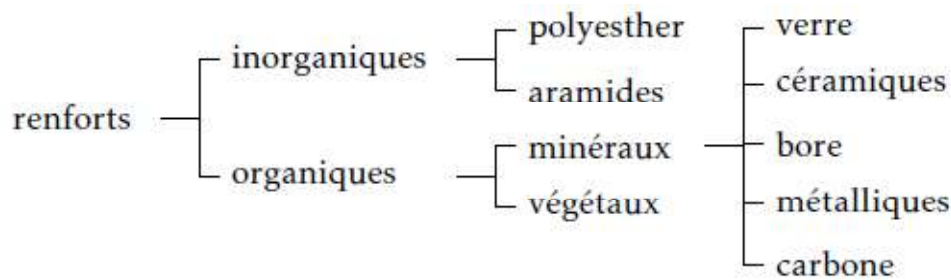
Les métaux sont des matériaux cristallins et sont un matériau d'ingénierie très polyvalent. Ils sont durs et forts. Il peut être déformé par le plastique et ils peuvent être renforcés de diverses manières. Les composites à matrice métallique sont constitués d'un alliage ou d'un métal comme matrice continue et d'un renfort qui peut être des fibres courtes, des fibres continues, des filaments ou des particules [33]. Les composites à matrice métallique existent depuis longtemps, mais leur reconnaissance en tant que matériau composite d'ingénierie légitime remonte à la seconde moitié du XXe siècle [34].

### I.2.5.2 Renforts

Le renfort est le squelette supportant les efforts mécaniques [35]. Les renforts contribuent à la résistance principale des composés étant leur composant important [36]. Les fibres sont la forme de renforcement le plus efficace, avec des contraintes transmises aux fibres plus fortes et plus rigides à travers la matrice souvent plus molle, produisant ainsi un matériau composite qui a des propriétés améliorées par rapport au matériau de la matrice [37]. L'utilisation de fibres pour renforcer les matériaux fragiles remonte à l'époque égyptienne, lorsque les pots en argile étaient renforcés à l'aide de fibres d'amiante, il y a environ 5 000 ans [38]. Les fibres sont classées comme minérales, polymères ou naturelles [39]. Les renforts peuvent être classés, selon:

- Leur nature : animale, végétale ou minérale [35].
- Leur forme : courte, longue ou continue [35].
- Leur disposition : mate ou tissé [35].

La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la figure 1.6.



**Figure I.6** Types de renfort [23].

#### a) La fibre de verre

Les fibres de verre sont fabriquées (fondues) dans diverses compositions en modifiant la quantité de matières premières telles que l'argile pour l'alumine, la colémanite pour l'oxyde de bore, le sable pour la silice et la calcite pour l'oxyde de calcium, ce qui octroie à chaque type des performances différentes telles que des propriétés mécaniques élevées ou résistance aux alcalis, les produits en fibre de verre sont classés selon le type de composite dans lequel ils sont utilisés (E-verre : verre électrique, C-verre : verre chimique, D-verre : verre diélectrique...) [40]. La production de fibre de verre existe depuis l'antiquité, mais la fabrication de masse de fibre de verre a été initiée par Edward Drummond Libby en 1893 qui exposait une robe faite d'un tissu combinant soie et fibre de verre. En 1938, le premier brevet relatif à la production de laine de verre a été délivré par Russell Games Slayter [41]. Au cours des années suivantes, la fibre de verre a commencé à être utilisée comme renfort pour les matériaux composites. Là où les résines synthétiques jouaient un rôle particulier, les phénols occupant un rôle important dans les

plastiques renforcés en raison de leur bonne résistance au feu et de leur faible coût [40]. À partir de 1939, la fibre de verre a été utilisée sur les navires de guerre de la marine américaine comme isolants. De plus, pendant la Seconde Guerre mondiale, la production de résines polyester insaturées issues du développement de la fibre de verre a été la force motrice pour produire des pièces structurelles des avions et des dômes radar (Radom). En 1953, General Motors pour la première fois a commencé à produire en série une voiture de sport Chevrolet Corvette en fibre de verre pleine carrosserie [41].

### **b) Fibres de carbone**

Les fibres de carbone sont des fibres ayant une teneur en carbone de 90 % ou plus, ils sont produites à partir de fibres organiques à faible teneur en carbone par conversion thermique telles que le polyacrylonitrile (PAN) contenant des milliers de filaments d'un diamètre compris entre 5 et 10  $\mu\text{m}$ . La fibre de carbone se distingue des autres fibres par une dureté et une résistance à la traction élevée avec une faible densité et une résistance chimique élevée. Tous ces avantages peuvent être combinés avec un matériau de matrice approprié (résines polymères) pour donner un matériau composite avec d'excellentes propriétés mécaniques et un poids léger. Principales applications des polymères renforcés de fibres de carbone sont l'aérospatiale et le génie civil, les sports, les loisirs, les éoliennes et la défense. L'utilisation des fibres de carbone ont également connu une croissance significative dans le secteur automobile dans la fabrication des constructions légères pour réduire la consommation d'énergie. Par conversion thermique de fibres naturelles telles que des lamelles de bambou ou des fils de coton, les premières fibres produites commercialement à très haute teneur en carbone ont été fabriquées. Ces fibres ont été utilisées dans les ampoules comme filaments pour lampes par Edison (États-Unis) et Swann (Angleterre) il y a 100 ans. Dans les années 1950, le premier travail structuré a été réalisé par Union Carbide Corporation sur des fibres de carbone haute performance fabriquées à partir de tissus PAN à module élevé et à haute résistance à la traction. À partir de la fin des années 1970, les fibres de carbone tels que la T300 de Toray ont été améliorées avec une résistance à la traction de 4000 MPa et un module de 400 GPa [42, 43].

### **c) Fibres céramiques**

La céramique est un composé inorganique non métallique. La céramique contient une grande quantité de phases cristallines ou entièrement cristallines, les fibres céramiques s'intéressent aux applications à haute température en raison de leur bonne résistance aux chocs thermiques, de leur température de fusion et de décomposition élevée et de leur faible densité qui provient de la porosité typique des fibres d'oxyde, leur haute résistance et leur tolérance aux

dommages, ces matériaux peuvent être considérés comme des céramiques oxydes ou non oxydes [44]. Les fibres céramiques oxydées et non oxydées sont utilisées comme matériaux de renforcement pour les composites en raison de leurs propriétés uniques, de leur durabilité à haute température, de leur module d'élasticité élevée. Ces propriétés les rendent précieux pour une utilisation dans des applications structurelles résistantes à la chaleur, des applications structurelles automobiles et aérospatiales. Il existe deux formes de fibres céramiques, discontinues (courtes en longueur) et continues (longues). Les fibres d'oxyde courtes sont fabriquées par voie de filage à l'état fondu, tandis que les fibres d'oxyde continues à base d'alumine et de silicate sont fabriquées par le procédé sol-gel. D'autre part, le développement et la production de fibres céramiques non oxydantes à base de silicium et de bore sont actuellement en cours de développement et de production par conversion thermique du procédé précurseur de polymère [45].

### **d) Fibres d'aramide**

Les fibres d'aramide sont des polyamides, produits par la réaction d'un groupe amino d'une molécule avec un autre groupe carboxyle. Cependant, les polyamides sont considérés comme plus stables que les arrangements linéaires d'atomes en raison de la présence de cycles aromatiques, ces fibres se caractérisent par leur dureté, leur résistance et leur légèreté, des exemples de fibres d'aramide comprennent le Kevlar, une fibre à haute résistance et le Nomex, une fibre résistante à la chaleur. Les fibres d'aramide sont utilisées pour renforcer les pneus et certains plastiques et ces fibres peuvent être incorporées dans de nombreux produits, notamment les composites, les vêtements de protection, les cordes et les câbles [46].

### **e) Fibres synthétiques**

Une large gamme de fibres synthétiques (à base de charbon et de pétrole) est utilisée pour fabriquer des produits fibreux, les fibres de polyester, de nylon, d'acrylique et de polypropylène sont les plus couramment utilisées, les différentes valeurs de durabilité de ces fibres donnent aux concepteurs de produits en fibres des possibilités illimitées de choisir les niveaux souhaités de propriétés mécaniques et autres propriétés importantes, les fibres synthétiques sont considérées comme les fibres les plus supérieures en termes de récupération élastique et de stabilité dimensionnelle, par exemple, l'étirement des fibres de nylon avec différents taux d'étirage conduisant à différents niveaux de résistance et d'allongement, une quantité importante de fibres de nylon est utilisée pour les produits des tapis et des moquettes, il est également utilisé en quantité relativement faible dans les produits d'habillement. La fibre de polyester est un polymère synthétique à longue chaîne produit par filage en fusion, ces fibres ont d'excellentes

propriétés d'allongement et une bonne résistance, elles peuvent être mélangées de manière efficace et efficiente avec du coton pour fournir une grande part de marché dans les vêtements et les produits ménagers. Ces fibres ont également 3 % d'élasticité en moins à l'allongement que le nylon. En conséquence, le polyester est plus couramment utilisé dans les vêtements durables, tandis que le nylon est plus couramment utilisé dans les produits transparents tels que les bas pour femmes [46].

### **f) Autres types de fibres**

Dans cette section nous mentionnons, les fibres qui ont un module d'élasticité relativement faible par rapport aux fibres mentionnées précédemment, qui sont utilisées dans des applications spécifiques (papiers spéciaux, pour une bonne conductivité électrique), et sont principalement:

- Les fibres d'origine minérale (Silice, Amiante).
- Les fibres d'origine végétale (Chanvre, Cellulose, Lin, etc.).
- Les fibres polymères, (le Nylon, un Polyamide).

Les caractéristiques les plus importantes de ces fibres sont:

- Leur prix de revient relativement bas.
- Leur haute capacité d'isolation thermique.
- Leur bonne conductivité électrique et thermique.
- Leur propriété d'isolation acoustique [22, 47].

Les fibres minérales ont une résistance et un module d'élasticité élevés et ont de bonnes propriétés de liaison. Les fibres polymères sont également solides et ont de bonnes propriétés de liaison, ce qui fait d'eux une alternative solide aux fibres minérales. Les fibres naturelles sont relativement résistantes, mais ont des propriétés de liaison relativement plus faibles que les fibres minérales et polymères [39].

### **I.2.5.3 Additifs**

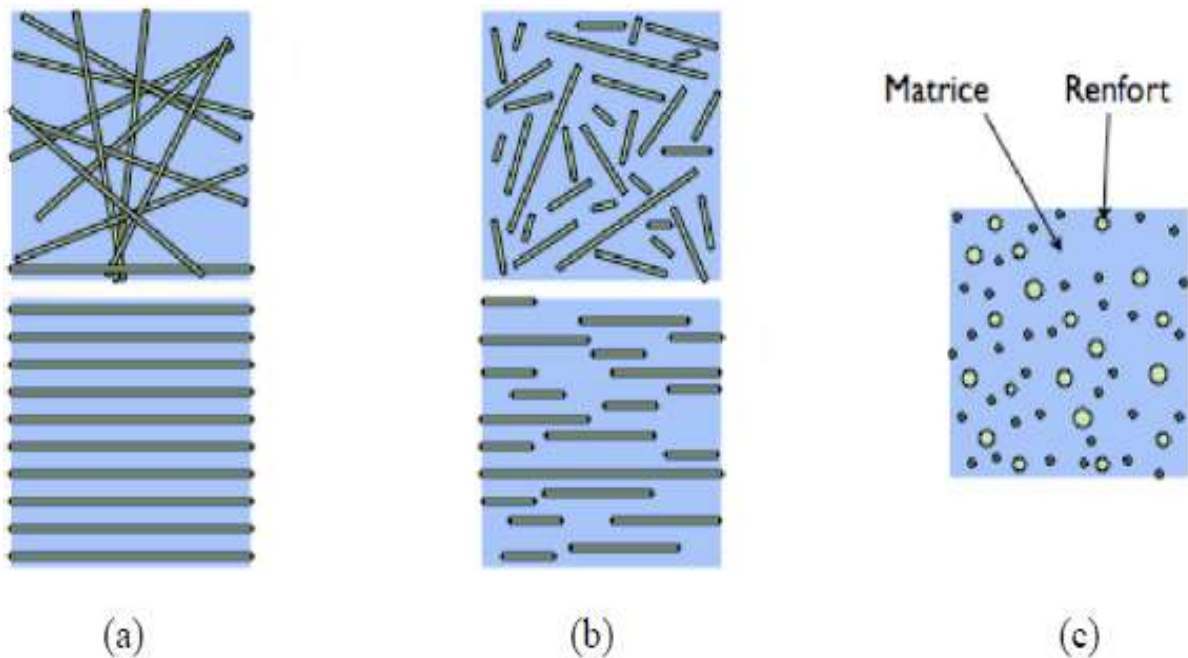
Pour renforcer les propriétés mécaniques des matériaux composites, des charges peuvent être incorporées dans la résine sous forme de liquides ou de poudres (minérales, végétales ou synthétiques), et pour diminuer le coût des matrices en résine, des charges non renforcées peuvent être utilisées. Dans la conception de structures en matériaux composites, des additifs, tels qu'un colorant ou un agent de démoulage, sont largement utilisés [22, 23].

### I.2.6 Géométrie des renforts

Géométriquement, les renforts peuvent être divisés en trois types principaux :

- fibres longues (longueur comparable par rapport aux dimensions de la pièce, figure I.7.a).
- fibres courtes (longueur courte par rapport aux dimensions de la pièce, figure I.7.b).
- Les charges renforçantes, ou particules, (figure I.7.c).

Ces renforts font partie d'une matrice qui répartit les efforts entre eux et les protège des agressions extérieures, comme indiqué ci-dessus. Si le renfort est une fibre, il peut être disposé de manière aléatoire ou orienté dans une direction précise [48].

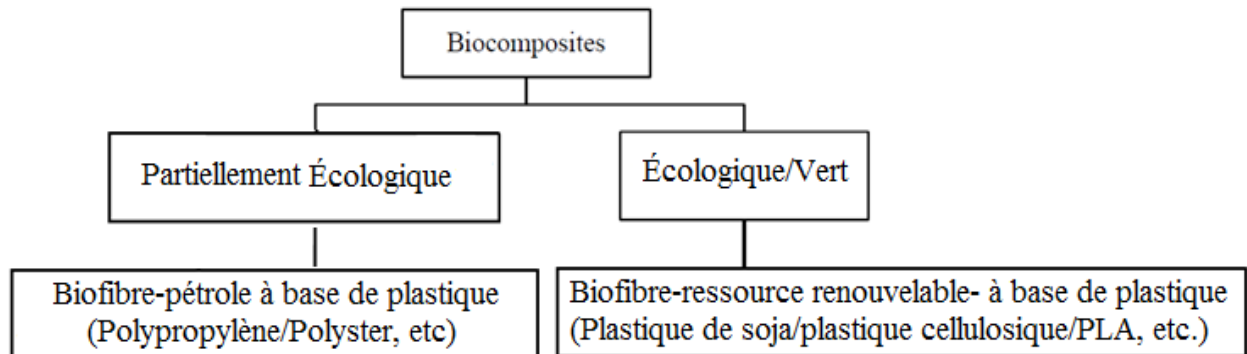


**Figure I.7** Structures géométriques des composites : (a) fibres longues, (b) fibres courtes, (c) particules [48].

### I.3 Les Bio-composites

Les bio-composites sont définis au sens large comme des matériaux composites dont au moins une partie (matrice ou renfort) provient de sources renouvelables, la matrice peut être soit un polymère dérivé du pétrole non dégradé tel que le polyéthylène et le polypropylène et les époxy, ou un bio-polymère dérivé de la nature tel que le PLA (polylactic acid) et les PHA, le même pour un renfort peut être d'origine synthétique tel que le verre et le carbone, ou naturelle tel que les fibres végétales et animales. Les bio-composites constitués de bio-polymères tels que les bioplastiques et les bio-fibres où les fibres naturelles sont plus respectueuses de l'environnement et ces bio-composites sont parfois appelées « composites verts » [49]. Les

biocomposites se distinguent comme étant une ressource naturelle biodégradable, renouvelable, dont le coût est faible et respectueux de l'environnement [50]. Un schéma de ces catégories de composites est présenté dans la figure I.8 [49].



**Figure 1.8** Classification des bio-composites [49].

Les applications avancées de composites polymères de fibres naturelles apparaissent dans le domaine de l'industrie automobile, comme le montre le tableau I.2 [51].

**Tableau I.2** Application du bio-composites dans l'industrie automobile [51].

Fabricant	Modèle	Applications
<b>Audi,</b>	A2, A3, A4, A4 Avant, A6, A8, Roadstar,	Porte-chapeaux, dossier de siège, panneau de porte latérale et arrière, doublure de roue de secours et doublure de coffre
<b>BMW</b>	3, 5 et 7 series	panneaux d'insonorisation, panneaux de porte, doublure de coffre, panneau de pavillon et dossier de siège.
<b>Mercedes Benz</b>	C, S, E, et A classes	Panneau de surface de siège, panneau de dossier de siège, support de tableau de bord et panneaux de porte
<b>Mitsubishi</b>	Fiat Spa	Panneaux de plancher, tableau de bord, panneaux de porte, plancher de l'espace de chargement, garnitures de dossier de siège, revêtement intérieur et tapis de sol.
<b>Opel</b>	Vectra, Astra, Zafira	Tableau de bord, panneau de pavillon, panneau de recouvrement de montant et panneaux de porte.
<b>Peugeot</b>	406	Tablette à colis, dossiers de sièges, panneaux arrière et de porte,
<b>Toyota</b>	ES3	Garniture de pilier et autres pièces intérieures
<b>Volkswagen</b>	Passat Variant, Golf, A4, Bora	Doublure de coffre, panneau de finition de couvercle de coffre, panneau de porte et dossier de siège
<b>Citroen</b>	C3 Picasso, C5	Garde-boue, habillages intérieurs de porte, panneaux de porte, doublures de coffre et tablettes arrière.

### I.3.1 Les Biopolymères

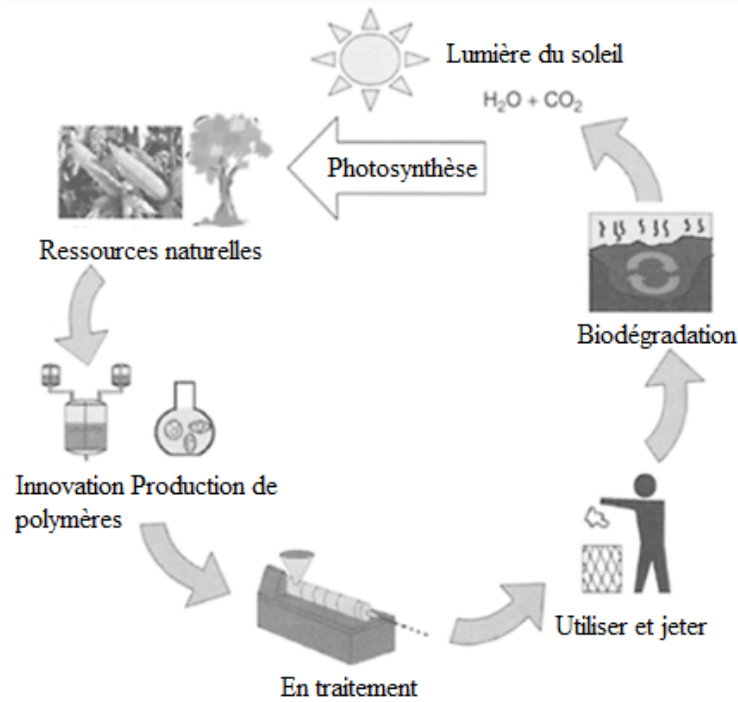
Les Biopolymères sont des molécules en forme de chaîne composées d'unités répétitives de longueur variable et comprenant des protéines (constituées d'acides aminés), des polysaccharides (constitués d'unités de sucre) et des acides nucléiques (constitués de nucléotides). La composition des Biopolymères détermine leurs propriétés telles que la dureté, la résistance, la flexibilité et la durabilité. Les Biopolymères sont également « compostables » [52]. Le préfixe « bio » signifie des matériaux qui proviennent d'êtres vivants et qui sont biodégradables. Le terme « bio polymère » est généralement utilisé pour désigner des matériaux dérivés de sources biologiques telles que des micro-organismes, des plantes ou des arbres. Les matériaux produits par synthèse chimique, à partir de sources biologiques telles que les résines, les acides aminés, les protéines, les huiles végétales, les graisses, les sucres, etc. peuvent, également, être décrites comme un bio polymère. Les biopolymères sont des assemblages moléculaires complexes qui adoptent des formes et des structures tridimensionnelles précises et spécifiques par rapport aux polymères synthétiques qui ont une structure plus simple et plus aléatoire, une propriété qui fait des biopolymères des molécules actives dont la forme et la structure déterminent leur fonction en vivo, par exemple, l'hémoglobine est replié dans une structure quaternaire afin qu'il puisse transporter l'oxygène dans le sang. Les biopolymères se distinguent des polymères dérivés de combustibles fossiles par leur durabilité, notamment lorsqu'ils sont combinés à leur biodégradabilité, afin de proposer des alternatives aux polymères à base d'énergies fossiles, des biopolymères biodégradables ont été fabriqués à partir de ressources renouvelables (amidon, sucre, fibres naturelles), les biopolymères se dégradent lorsqu'ils sont exposés à des bactéries présentes dans le compost, le sol ou les sédiments marins, ce qui réduit considérablement les émissions de dioxyde de carbone par rapport à l'incinération classique. Ces dernières années, avec l'augmentation du coût des matières premières pétrolières et l'aggravation de la situation critique de l'environnement mondial en raison du réchauffement climatique, les consommateurs sont de plus en plus enclin à utiliser des ressources « vertes » (ou renouvelables) comme base pour les produits de consommation et sont considérés comme l'un des secteurs des matériaux dont la croissance est la plus rapide au cours des dernières années et ce pour les raisons suivantes [53-55]:

1. L'insuffisance des ressources en combustibles fossiles ;
2. L'instabilité des prix des combustibles fossiles ;
3. La contribution des combustibles fossiles comme matière première au changement climatique ;



4. Son rôle occasionnel d'arme politique ;
5. Son association avec le problème d'élimination des déchets créé par les polymères dérivés des combustibles fossiles ;
6. Non-toxicité, sécurité pour la consommation orale et disponibilité abondante.

Le cycle de vie des polymères biodégradables est représenté schématiquement à la figure 1.9.



**Figure 1.9** Cycle de vie des polymères biodégradables [49].

La capacité mondiale de production de biopolymères devrait passer de 2,05 millions de tonnes en 2017 à environ 2,62 millions de tonnes en 2023, comme le montre la figure I.10 [54].

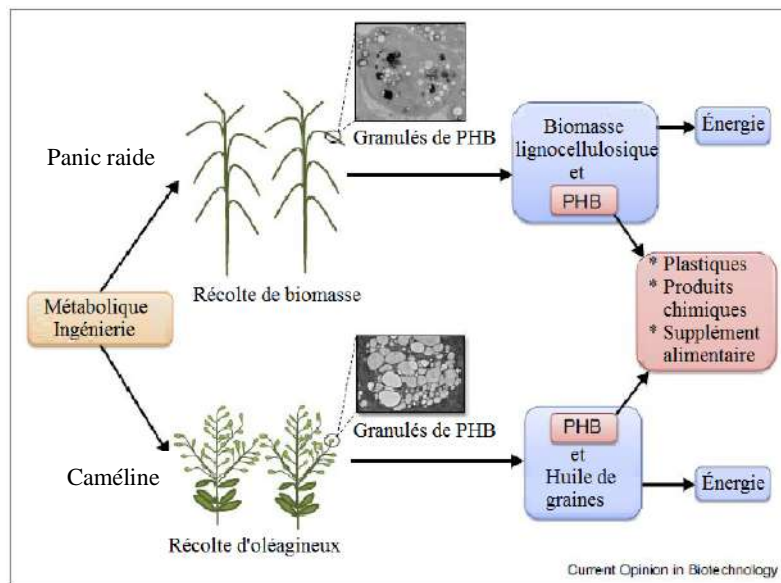


Source: European Bioplastics, novo-Institute (2018)  
 More information: [www.european-bioplastics.org/market](http://www.european-bioplastics.org/market) and [www.bio-based.eu/markets](http://www.bio-based.eu/markets)

**Figure I.10** Capacités mondiales de production de bioplastiques [54].

### I.3.1.1 Sources et préparation des Biopolymères

Les biomatériaux polymères sont des polymères synthétiques ou modifiés conçus pour diverses applications. L'ingénierie de la production de nouveaux Biopolymères dans les plantes offre une véritable voie biorenouvelable pour leur synthèse. Ces polymères sont produits en vrac puis mis en forme pour une utilisation finale spécifique. Le Biopolymère ou plastique organique est une forme de plastique dérivée de sources de biomasse renouvelable telles que l'amidon de maïs, l'amidon de pois, l'huile végétale, etc... (Figure I.11). Les ressources fossiles peuvent être conservées, les émissions de dioxyde de carbone réduites et donc le développement durable favorisé en mettant davantage l'accent sur les Biopolymères [53].



**Figure I.11** Production de Poly Hydroxy Butyrate dans les cultures de biomasse et d'oléagineux [56].

La figure I.11 représente une ingénierie métabolique de biomasse à haut rendement et de récolte oléagineuses en coproduction de PHB et de biomasse lignocellulosique ou d'huile de graines. La production de masse de PHB, dans les plantes, a le potentiel de fournir une source renouvelable et bon marché de matériaux polymères pouvant être utilisés pour produire des plastiques, des compléments alimentaires, des produits chimiques et de l'énergie. Des micrographies électroniques de sections minces de tissus foliaires de panic raide (partie supérieure) et de graines matures de caméline (partie inférieure) montrent l'accumulation de PHB sous forme de granules dans des faisceaux de plastes foliaires corticaux [56].

Les micro-organismes jouent également un rôle important dans la production d'une variété de Biopolymères, tels que les polyesters, les polysaccharides et les polyamides qui se transforment en solutions visqueuses en plastiques, ils sont produits soit directement par

fermentation, soit par polymérisation chimique de monomères (issus de la fermentation). La manipulation génétique des micro-organismes adapte les propriétés de divers Biopolymères fabriqués avec ces organismes, les rendant ainsi adaptés à des applications médicales de grande valeur telles que l'ingénierie tissulaire et l'administration de médicaments. La plupart des Biopolymères sont biocompatibles sans effets néfastes sur les systèmes biologiques. Les algues font partie des micro-organismes qui constituent d'excellentes matières premières pour la production de plastique, en raison de leur productivité élevée et de leur capacité à se développer dans divers environnements. Les plastiques microbiens sont actuellement une source importante de matériaux polymères avec un grand potentiel commercial. Dans le tableau I.3, quelques Biopolymères, leurs sources et leur mode de préparation [53].

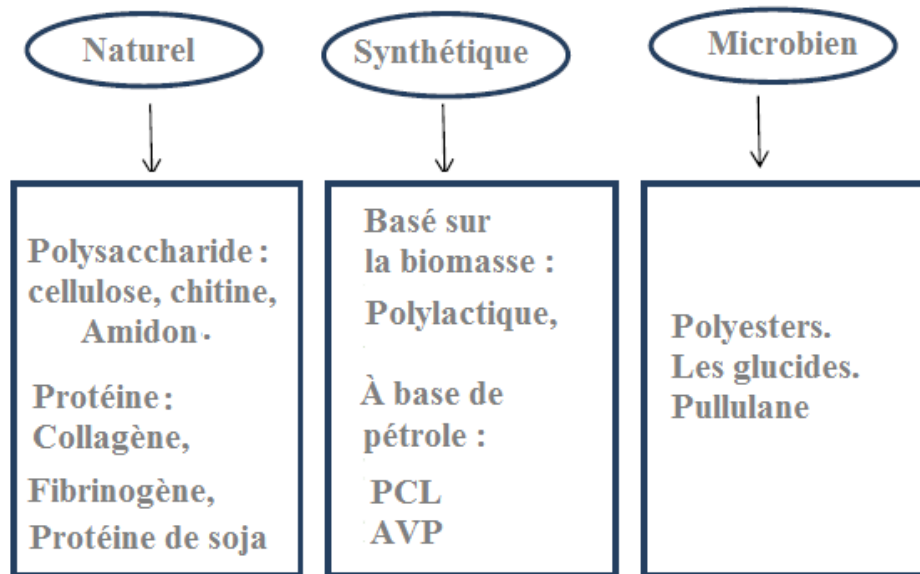
**Tableau I.3** Certains Biopolymères, leurs sources et leur préparation [53].

Polymère	Méthode/ Source	Exemple de bactéries utilisées pour la synthèse
<b>Plastiques hybrides</b>	Ajout de biomasse d'algues dénaturées aux plastiques à base de pétrole comme le polyuréthane et le polyéthylène comme charges	Algues vertes filamenteuses, Cladophorales
<b>Plastiques à base de cellulose</b>	Biopolymère de glucose	30 % de la biomasse produite après extraction de l'huile d'algue est connue pour contenir de la cellulose
<b>Acide polylactique (PLA)</b>	Polymérisation de l'acide lactique Acide lactique	Fermentation bactérienne de la biomasse algale
<b>Bio-polyéthylène</b>	Éthylène produit à partir d'éthanol, par une réaction chimique appelée craquage. Éthanol dérivé du gaz naturel ou du pétrole	Fermentation bactérienne de la biomasse algale
<b>Polyesters</b>	Biomasse	Bactéries comme Akaligenes eurrophus, E. coli, etc.

### I.3.1.2 Classification des Biopolymères

En raison de la variété de formes, les Biopolymères peuvent être classés en adoptant plusieurs critères : par exemple, le classement s'effectue en fonction de leur origine naturelle, synthétique et microbien comme le montre la figure I.12. Sur la base de leur dégradabilité, les

Biopolymères peuvent être classés en biodégradables et non biodégradables. Ils peuvent également être classés, selon le squelette du polymère, on retrouve donc les groupes suivants : polyester, polysaccharide, polycarbonate, polyamide et polymères vinyliques. Et aussi, selon le type de monomères, on retrouve des polysaccharides, des protéines et de l'acide nucléique. Une autre façon de classer les Biopolymères est de se baser sur leur réponse à la chaleur, comme les élastomères, les thermoplastiques et les thermodurcissables. De ce qui précède, nous remarquons que cette classification se fait selon plusieurs catégories différentes, dont chacune des sous-groupes [54].

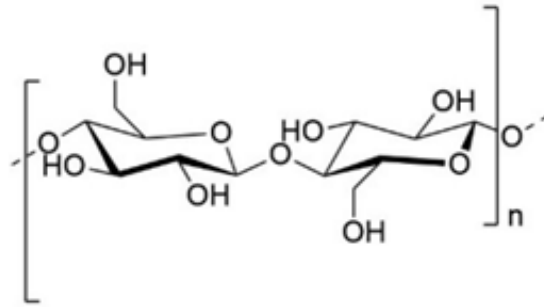


**Figure I.12** Classification des Biopolymères selon leur origine [54].

### I.3.1.3 Biopolymères fréquemment étudiés

#### a) Cellulose

La cellulose est le polysaccharide d'origine naturelle le plus abondant au monde. Il s'agit d'un polysaccharide linéaire constitué d'unités glucose liées à des glycosides ( $C_6H_{10}O_5$ )<sub>x</sub> (appelées unités glucose anhydre) (figure I.13) [54, 57]. La cellulose est une matière insoluble, cependant, elle peut être dissoute par certains solvants tels que l'acide trifluoroacétique, les liquides ioniques ou dans des conditions difficiles. La principale source de cellulose est les plantes et la cellulose peut également être obtenue par des bactéries par fermentation à partir d'*Acetobacter xylinum*. Cette biosynthèse permet la création d'une structure tridimensionnelle qui peut être appliquée directement comme pansement, ou comme membrane en médecine régénérative. La cellulose bactérienne est un Biopolymère nanostructuré qui a un vaste potentiel d'application en tant que matériau polyvalent dans la gestion des plaies, l'ingénierie tissulaire et l'administration de médicaments [58, 59].



**Figure I.13** Structure de la cellulose [52].

La Cellulose est le principal composant du Lin (64,1 %), le Coton (82,7 %), le Chanvre, le Jute (64,4 %), Sisal (65,8 %) et la Ramie (68,6 %) et est également le principal élément constitutif du bois [60].

### **b) Amidon**

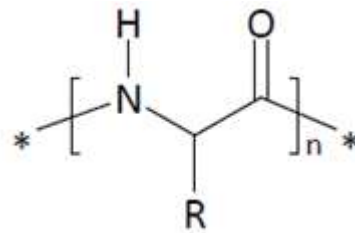
L'Amidon est le deuxième produit agricole important après la cellulose. Il est produit par de nombreuses plantes différentes comme le maïs, les pommes de terre, le blé et le tapioca. On le trouve également dans les tiges, les racines et les graines des récoltes. Par conséquent, il est considéré comme l'un des sucres les moins chers et les plus abondants. L'amidon se compose de 70 % d'amylopectine, de 30 % d'amylase et de moins de 1 % de graisses et de protéines. Le rapport massique est élevé dans un grand nombre de matières premières agricoles telles que les tubercules (60 à 90 % de matière sèche), les céréales (30 à 80 % de matière sèche) et les légumineuses (25 à 50 % de matière sèche). L'amidon est le produit alimentaire le moins cher, largement disponible et entièrement compostable sans formation de résidus toxiques et il a de nombreuses applications industrielles, même dans le secteur non alimentaire, par exemple, les utilisations non alimentaires d'amidon dans les pays de l'Union européenne en 2004 environ  $3,6 \times 10^6$  tonnes/an, soit 13 % du marché total de l'amidon dans ces pays [22, 54, 61, 62].

Les propriétés et les applications de l'amidon seront entièrement couvertes dans le chapitre deux.

### **c) Les protéines**

Les protéines se trouvent dans les systèmes vivants et sont de grosses molécules, constituées d'unités structurelles liées par de longues chaînes appelées acides aminés. Les protéines contiennent principalement du carbone, de l'hydrogène, de l'oxygène, de l'azote et généralement du phosphore et du soufre (Figure I.14). Les protéines diffèrent par le type et le nombre d'acides aminés qui s'assemblent pour former une chaîne polypeptidique et par leur structure tridimensionnelle, qui détermine les propriétés fonctionnelles des protéines. Les

protéines se distinguent des solutions contenant de petites particules en ce qu'elles forment des colloïdes lorsqu'elles sont dispersées dans des solvants appropriés. Les protéines sont composées de deux types: protéines bioactifs (enzymes) responsables du cycle de vie de la cellule ainsi que du métabolisme, ou protéines non bioactifs (protéines de stockage), très stables et ont d'excellentes propriétés physiques et chimiques et sont utilisés comme Biopolymères pour de nombreuses applications. Les protéines ont été utilisées dans le développement de diverses structures telles que des composés, des gels, des films, des mousses et des capsules en raison de leur haute disponibilité dans la nature, de leur faible coût, de leur biodégradabilité et de leur excellente biocompatibilité [29, 57].

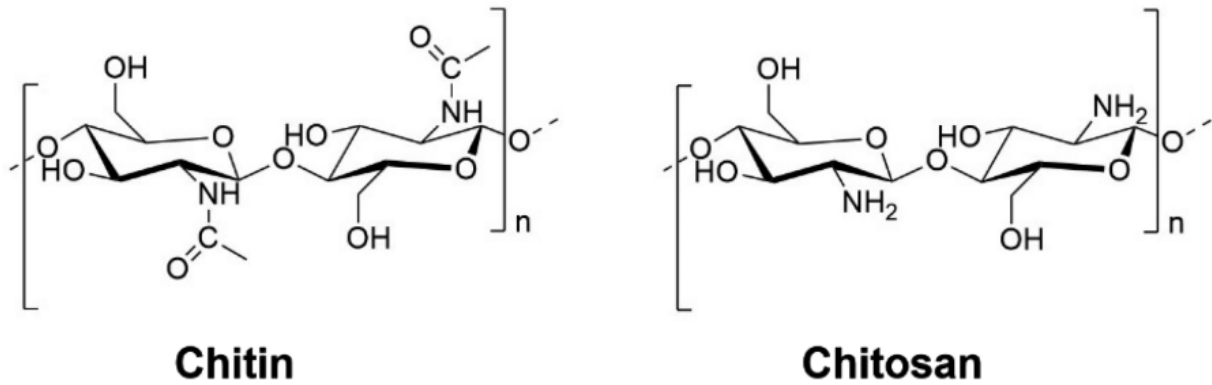


**Figure I.14** Structure chimique des protéines [29].

#### **d) Chitine et Chitosane**

La Chitine, un Biopolymère de N-acétylglucosamine avec un peu de glucosamine, il est considéré parmi les polymères naturels les plus abondantes et constitue le principal composant des parois cellulaires de nombreux champignons, les exosquelettes d'arthropodes tels que les insectes et les crustacés, le bec des céphalopodes et les mollusques. La chitine est composée de monomères 2-acétamido-2-désoxy-bêta-D-glucose reliés par des liaisons  $\beta$  (1 $\rightarrow$ 4) (Figure I.15). La Chitine est insoluble dans les solvants courants en raison des fortes liaisons intermoléculaires et entre les chaînes polymères et la structure hautement cristalline. La chitine est largement utilisée dans les vecteurs de protéines et d'enzymes, dans les systèmes d'administration contrôlée de médicaments et dans les matériaux d'emballage. La chitine et ses dérivés (tels que le Chitosane) conviennent à une variété d'applications en raison de leurs nombreuses propriétés bénéfiques, lui permettant d'être moulé sous différentes formes (telles que des gels, des billes, des éponges, des tubes et des fibres). Les produits à base de chitine sont antifongiques, antiviraux, antibactériens, non toxiques et non allergiques. Pour améliorer les propriétés mécaniques et chimiques de la chitine, sa modification de structure et sa combinaison avec d'autres polymères et molécules bioactives sont étudiées. Le Chitosane peut être conçu sous forme d'architectures 2D et 3D telles que des particules, des fibres, des membranes et des composites au niveau micro/nano. Les membranes de Chitosane sont développées à l'aide d'une méthodologie de moulage par solvant et elles offrent une capacité de gonflement, une

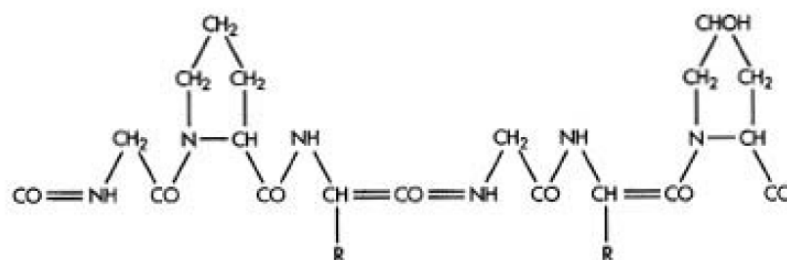
perméabilité à l'oxygène, une transmission d'humidité, un potentiel antibactérien, un taux d'évaporation de l'eau contrôlée et une compatibilité cellulaire, élargissant la gamme de leur application. Les membranes obtenues présentent une résistance à la traction améliorée et un allongement à la rupture suffisant, le chitosane, avec d'autres macromolécules est utilisé dans le développement de nombreux composés biologiques [52, 57, 58].



**Figure I.15** Structure de la chitine (à gauche) et de son dérivé chitosan (à droite) [52].

#### e) Collagène et Gélatine

Le collagène est une protéine qui fournit une résistance mécanique aux tissus et stimule l'adhésion et la prolifération cellulaires et il est la protéine la plus abondante dans les tissus des mammifères (cornée, vaisseaux sanguins, peau, cartilage, os, tendons et ligaments). Le collagène est utilisé comme biomatériau en raison de sa biocompatibilité, de sa biodégradabilité, de sa bonne intégrité tissulaire, de sa vascularisation rapide et de sa capacité à favoriser la cicatrisation des plaies. C'est le type de matériau résorbable le plus couramment utilisé dans la fabrication de membranes. Les membranes de collagène ont montré de bons résultats en tant que barrières dans le traitement parodontal et les implants dentaires. La gélatine (Figure I.16) est dérivée du collagène par dépolymérisation incomplète du collagène extrait de la peau et des tissus conjonctifs porcins et de certaines sources marines, telles que les éponges marine et la peau de poisson. Le collagène et la gélatine sont utilisés pour produire des membranes, des nanofibres, des éponges et des microsphères pour une grande variété d'applications [57, 58].



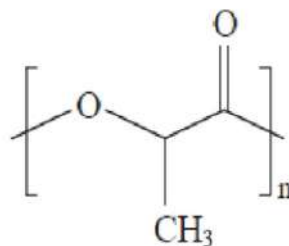
**Figure I.16** Structure de la gélatine [57].

**f) Acide Hyaluronique**

L'Acide Hyaluronique (un disaccharide composé d'acide D-glucuronique et de N-acétyl-D-glucosamine) est un fluide élastovisque contenant des dérivés d'hyaluronane. Il est non allergène, car il s'agit d'un sucre complexe d'origine naturelle qui forme une petite partie de la matrice extracellulaire et qui est facilement soluble dans l'eau. L'acide hyaluronique est utilisé sous sa forme native en ingénierie tissulaire, l'acide hyaluronique peut produire des gels avec un comportement lubrifiant et absorbant l'eau et il peut être combiné à des polymères mécaniquement plus résistants [57, 58].

**g) Acide Polylactique (PLA)**

L'Acide Polylactique ou polylactide (PLA, Poly) est un polyester aliphatique thermoplastique dérivée de ressources renouvelables et biodégradables telles que l'amidon de maïs, la racine de tapioca, ou la canne à sucre. Le PLA est produit par polymérisation ionique du lactide (fermeture de cycle de deux molécules d'acide lactique). La polymérisation par ouverture de cycle se produit à des températures comprises entre de 140 à 180 ° C et sous l'influence de composés catalytiques de l'étain (par exemple l'oxyde d'étain). Le Lactaid est fabriqué en fermentant l'acide lactique à partir de sources renouvelables telles que l'amidon par divers types de bactéries. Le PLA a les propriétés suivantes : la résistance à la traction, le module d'élasticité et abaisse la déformation après rupture, le degré de cristallisation et la masse moléculaire, comportement hydrofuge ou hydrophobe (dû au groupement latéral CH<sub>3</sub> Figure I.17), soluble dans de nombreux solvants organiques, tels que le dichlorométhane ou similaire, il est supérieur en termes de résistance aux intempéries et de maniabilité [53].



**Figure I.17** Formule structurelle du PLA [53].

**h) Le Poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate) PHBV**

Le Poly (3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate) PHBV est un polyester aliphatique linéaire thermoplastique de type polyhydroxyl-alcanoate. Le PHBV (Figure I.18) est synthétisé soit par des bactéries en tant que composés intercellulaires de stockage de carbone et d'énergie dans des conditions limitant la croissance, soit à partir de butyrolacone et de valérolactone avec



le catalyseur oligomère aluminosilicate et peut également être produit par des souches d'Escherichia coli recombinantes avec du propionate et du glucose. Le PHBV est un plastique biodégradable, non toxique et biocompatible, ce Biopolymère est utilisé dans le développement de nombreux dispositifs médicaux tels que les sutures chirurgicales biorésorbables, les membranes biodégradables pour le traitement parodontal en dentisterie, les vis et plaques biodégradables en orthopédie pour la fixation du cartilage et des os et de la peau en chirurgie et a de nombreuses autres applications [53].

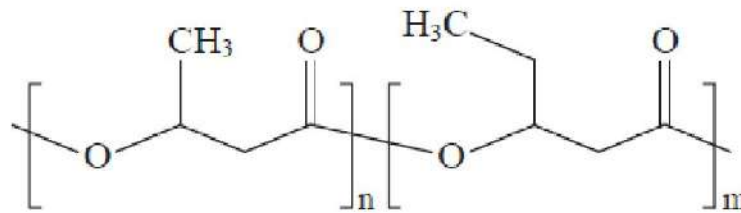


Figure I.18 Formule structurale du PHBV [53].

#### i) Poly-(alcool vinylique) (PVA)

Le Poly (alcool vinylique) (PVOH ou PVA) est un polymère blanc, produit synthétiquement, incolore et inodore, soluble dans l'eau avec la formule moléculaire  $[\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})]_n$  (Figure I.19). Le PVA est préparé à partir de la transformation d'acétate de polyvinyle par première polymérisation d'acétate de vinyle et est disponible dans le commerce sous forme de billes ou de solutions dans l'eau. Le PVA est appliqué dans un large éventail de domaines tels que médical, pharmaceutique, optique et membranaire, en tant qu'épaississant dans les colles, dans la fabrication du papier, en tant qu'agent d'encollage dans les textiles, les films hydrosolubles utiles pour l'emballage et dans une variété de revêtements. L'alcool polyvinylique est également utilisé comme auxiliaire de polymérisation en émulsion, comme colloïde protecteur, pour la fabrication de dispersions d'acétate de polyvinyle et permet le développement de procédés de matériaux respectueux de l'environnement [53].

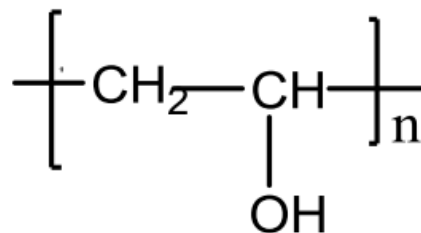


Figure I.19 Formule structurale du PVOH ou PVA [63].

Les principales caractéristiques des protéines sont résumées dans le tableau I.4 [57].

**Tableau I.4** Caractéristiques générales des biomacromolécules naturelles [57].

Polymère	La source	caractéristiques distinctives
Cellulose	<ul style="list-style-type: none"> <li>• les bois</li> <li>• <i>Gluconacetobacter xylinus</i> ou <i>Acetobacter xylin</i></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Haut degré de cristallinité et liaisons hydrogène intra/intermoléculaires rigides</li> <li>• Constitué d'unités D-glucose à liaison <math>\beta</math>-1,4-glycosidique</li> <li>• Insoluble dans l'eau et la plupart des solvants organiques</li> <li>• Solubilité et aptitude au traitement obtenues grâce à l'utilisation de liquides ioniques</li> <li>• Subit une modification chimique par estérification, copolymérisation par greffage ou oxydation sélective</li> <li>• Chaînes glucanes liées entre elles par des liaisons hydrogène</li> <li>• Structure nanofibrillaire cristalline</li> </ul>
Fibroïne de soie	Ver à soie non mûrier et mûrier. <i>Bombyx mori</i> , insectes et araignées	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Formation de feuille bêta après le méthanol/traitement de la solution d'eau</li> </ul>
Protéine de soja	Fèves de soja	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Petit prix, origine non animale, un temps de stockage relativement long, et stabilité.</li> </ul>
Amidon	Amidon de maïs, de blé, de pomme de terre et de riz	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Composé d'amylose et amylopectine</li> <li>• L'amidon peut être transformé en matériaux thermoplastiques ou mélangés avec des polymères synthétiques</li> </ul>
Chitosan	Dérivé N-désacétylé de la chitine	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Solubilisation dans des solutions aqueuses acides</li> <li>• Conçu comme des architectures 2D et 3D telles que des fibres, des particules, des membranes et des composites au niveau micro/nano</li> </ul>
Chitine	Parois cellulaires de champignons, exosquelettes de arthropodes comme les crustacés et insectes, radulas de mollusques et becs des céphalopodes	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Forte liaison intermoléculaire</li> <li>• Insoluble dans les solvants courants</li> <li>• Solubilisation à l'aide de liquides ioniques</li> <li>• Moulé sous différentes formes (par exemple, gels, billes, membranes, éponges, tubes et fibres)</li> </ul>
Acide hyaluronique	Peignes de coq ou humeurs aqueuses d'yeux de vache	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Composé d'acide D-glucuronique et de N-acétyl-D-glucosamine</li> <li>• Polysaccharide soluble dans l'eau</li> <li>• Faible stabilité de forme et mauvaises propriétés mécaniques</li> </ul>

### **I.3.2 Application de Biopolymère**

La fabrication des Biopolymères augmente rapidement, car ils offrent une alternative durable aux plastiques. Les Biopolymères ont de multiples applications et de nombreux usages dans la vie quotidienne et des centaines d'objets sont fabriqués dans le quotidien, tels que dans les emballages, l'agriculture, le médical et bien d'autres. Ci-dessous suit une explication, plus détaillée des applications des Biopolymères [54].

#### **I.3.2.1 Synthèse de nanomatériaux**

La nanotechnologie est la science des nanomatériaux qui traite de leur caractérisation, de leur synthèse et de leurs applications. Pour la synthèse de nanoparticules, les chercheurs se concentrent actuellement sur le développement de procédés plus respectueux de l'environnement. Des Biopolymères tels que le chitosane, l'héparine, l'amidon soluble, la cellulose, la gélatine, le PVA, le PVP, etc. peuvent être utilisés pour remplacer diverses substances toxiques (hydrazine, le N-diméthylformamide, et le borohydrure de sodium) dans la synthèse de diverses nanoparticules [53].

#### **I.3.2.2 Applications biomédicales**

Les matériaux Biopolymères ont suscité ces dernières années un grand intérêt en raison de leurs applications biomédicales telles que les dispositifs médicaux et l'ingénierie tissulaire et les supports de médicaments. Il est également préférable d'utiliser des biomatériaux à base de protéines, de sucres et de Biopolymères synthétiques. Les Biopolymères dégénèrent naturellement dans le corps humain sans produire d'effets secondaires nocifs, [53, 54, 64].

#### **I.3.2.3 Applications d'emballage**

Parmi les thermoplastiques utilisées dans les emballages alimentaires, se trouvent les Biopolymères durables et biodégradables tels que l'amidon, le PHA et le PLA. D'autres matériaux extraits des ressources de la biomasse, tels que les sucres (par exemple le chitosane), les protéines (par exemple la zéine), et les lipides (par exemple les cires), ont également un excellent potentiel en tant que barrières contre les gaz et les arômes [53, 65]. Aussi, les emballages alimentaires pour la protection et la sécurité des aliments contre les dommages physiques, chimiques ou biologiques depuis le moment de la production jusqu'à l'utilisation finale. L'utilisation de membranes et de conteneurs biosourcés plutôt que de matériaux d'emballage à base d'huile donne un avantage concurrentiel à une image plus durable et plus respectueuse de l'environnement et à des propriétés techniques améliorées [54, 65].

### **I.3.2.4 Pale d'éolienne**

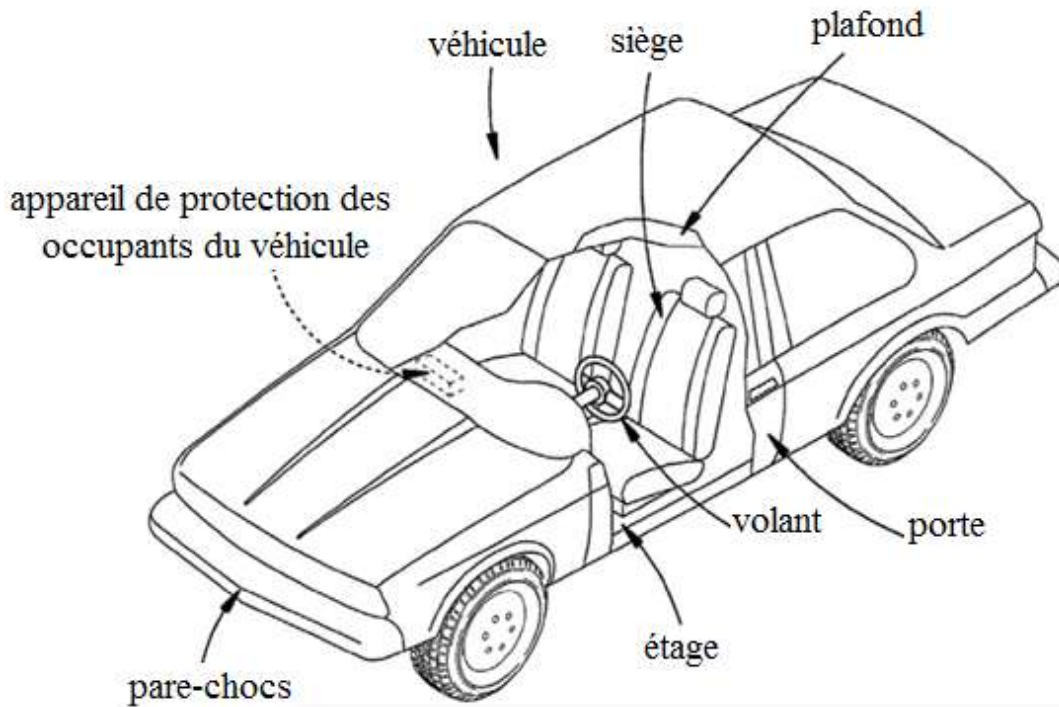
Les pales rotatives d'éoliennes nécessitent une résistance élevée, une résistance aux contraintes et une fiabilité élevée, un faible poids et une rigidité élevée. Les composites renforcés de fibres, en particulier la fibre de verre et le carbone, étaient le choix pour la production commerciale à grande échelle de ces pales, car il offre une résistance mécanique supérieure en raison de sa densité plus faible et de son taux de fatigue plus élevée, ce qui prolonge la durée de vie des lames. Ces types de fibres dépendent fortement des ressources pétrolières pour cette raison et pour des raisons similaires telles que les préoccupations environnementales, les lois strictes et leur coût élevé, les chercheurs du monde entier se sont concentrés sur le remplacement de ces fibres artificielles par des fibres naturelles. Les fibres de balsa, le lin, le chanvre, la fibre de coco, l'abaca, l'alpaga, le bambou et le jute ont été commercialisés comme des alternatives potentielles aux renforts composites traditionnels. La lignine est un biopolymère aromatique abondant obtenu à partir de plantes, et le bois peut être utilisé comme précurseur pour la production de fibres de carbone [66].

### **I.3.2.5 Agriculture**

Les Biopolymères (cellulose, amidon, acide alginique et lignine, chitine) sont importants en agriculture pour des raisons à la fois techniques et économiques. Parmi les avantages du Biopolymère en agriculture, il conserve l'humidité et réduit l'évaporation de l'eau, augmente la température du sol pour favoriser la croissance des plantes et réduit les mauvaises herbes. D'autres propriétés des Biopolymères sont une solubilité rapide dans l'eau et un séchage rapide. Les Biopolymères aident l'agriculture à augmenter la productivité des terres sans nuire à l'environnement et aux ressources naturelles [54, 67].

### **I.3.2.6 Applications automobiles**

Dans l'industrie automobile, une voiture typique utilise environ 114 kg de plastique, soit environ 12 % du poids d'une voiture est en plastique. Les polymères les plus importants dans les automobiles sont le polypropylène, le polyamide (nylon), le polyuréthane et l'acrylonitrile-butadiène-styrène. On estime qu'environ 20 % des matériaux qui composent un véhicule ne peuvent pas être recyclés. Beaucoup de ces pièces non recyclables sont des plastiques durs à base de combustibles fossiles, tels que ceux utilisés pour fabriquer des tableaux de bord et des panneaux de porte intérieur. Les Biopolymères sont un matériau alternatif pour remplacer les polymères non dégradables à base de combustibles fossiles dans l'industrie automobile (Figure I.20), étant entièrement biodégradables à la fin de leur vie utile et ne contribueront donc pas à l'accumulation de plastiques dans les décharges [68, 69].



**Figure I.20** Vue schématique d'un véhicule, les différentes pièces qui sont constituées de polymères biodégradables, tels que les PHA [68].

Dans les années 1930, Henry Ford utilisait des biomatériaux (Soja, Chanvre, pâte de bois, Coton, Lin et Ramie) dans la production de pièces et composants automobiles. En 1941, le premier prototype d'une voiture avec des panneaux de carrosserie en plastique composé à 70 % de fibres de chanvre et à 30 % de résine phénolique a été dévoilé par Ford, mais le faible coût des plastiques produits à partir de ressources en combustibles fossiles en raison du déclenchement de la Seconde Guerre mondiale a conduit à la fin de ce projet. Dans les années 1990, l'utilisation de biomatériaux a repris de l'ampleur dans les composants automobiles. Toyota a été le premier à développer des Biopolymères en 1999 et, après 4 ans, il a commencé à vendre des accessoires automobiles fabriqués à partir de ces matériaux. En 2008, Toyota a annoncé son intention de remplacer 20 % en poids des polymères utilisés dans les automobiles par des Biopolymères. Les Biopolymères biodégradables les plus largement utilisés sont le poly (acide lactique) (PLA) produit par fermentation du sucre, l'amidon thermoplastique dérivé de plantes telles que la pomme de terre ou le maïs et les polyhydroxyalcanoates (PHA) produits par fermentation du glucose. Une liste de brevets typiques décrivant les différentes parties de composites constitués de Biopolymères est présentée dans le tableau I.5 [68, 69].

**Tableau I.5** Exemples de brevets décrivant des parties de véhicules en Biopolymères [68].

Composition de Biopolymère	Les pièces du véhicule	Brevets
PVOH, amidon	Appuie-tête	JP2003009994 A (2003, TOYOTA MOTOR CORP.)
Polymère biodégradable (P3HB, PLA, PCL, acétate de cellulose et/ou chitosan-cellulose-amidon).	Bande de roulement pneu pneumatique.	JP2007224253 A (2007, SUMITOMO RUBBER IND).
PLA, PCL, PVOH ou cellulose mélangée à de l'UF ou du polyisocyanate	Attache de fil dans les véhicules (par exemple, protecteurs, clips et connecteurs)	JPH11170928 A (1999, FUJIKURA LTD.)
Protéines (soja, canola, tournesol, seigle, blé, maïs, collagène, gélatine, caséine, albumine, soie, élastine, sous-produit du biodiesel et leurs combinaisons).	Panneau de porte	WO2011150207 A1 (2011, MATÉRIAUX E2E)
Bio-PU (maïs ou soja)	Panneau de pavillon	WO2009088917 A1 (2013, JOHNSON CONTROLS TECH CO)
Tissu de peau externe composé en partie d'huile de tournesol et/ou de colza et/ou d'amidon de maïs et/ou de PLA	Air bag	WO2012019728 A1 (2012, AUTOLIV DEV)
PLA, fibres végétales.	Tablette arrière et élément de coffre.	JP2006264436 A (2006, TORAY INDUSTRIES).
Fibres âme-gaine; âme : PLA ; gaine : PBT	Matériau du plafond, moquette, tapis de sol, garnitures de porte, Housse de siège.	JP2007230284 A (2007, UNITIKA FIBRES LTD.)

## I.4 Les Fibres Naturelles

### I.4.1 Contexte historique des fibres naturelles

Le tissu de coton était utilisé en Chine ancienne, l'Égypte et le Pérou. Le Lin est la fibre la plus ancienne qui a été utilisée par l'humanité (figure I.21). Les tissus trouvés en Égypte indiquent que le coton y a, peut-être, été utilisé en 12000 av. J.-C. Les fibres naturelles ont joué un rôle important dans la société humaine depuis environ 7000 av. L'utilisation de fibres textiles dans la fabrication de tissus est connue depuis environ 4000 ans. En 1885, les premières fibres végétales et animales synthétiques sont produites. Les fibres les plus courantes étaient : le Coton, le Lin, la soie, la laine et le Chanvre. De nombreuses fibres synthétiques ont été développées dans la première moitié du vingtième siècle et depuis lors, des progrès considérables ont été réalisés dans la fabrication de fibres synthétiques. Afin de rehausser le profil des fibres naturelles, de stimuler la demande pour celles-ci en favorisant l'efficacité et la durabilité de leurs industries et d'encourager des réponses politiques appropriées de la part des gouvernements aux problèmes rencontrés par ces industries, l'année 2009 a été désignée par les Nations Unies et l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) en tant qu'Année internationale des fibres naturelles. Les fibres naturelles ont une longue histoire au service de l'humanité dans un large et très important éventail d'applications, aujourd'hui, elles concurrencent et coexistent avec les fibres synthétiques, notamment en termes de durabilité, de qualité et d'économie de production [70, 71].

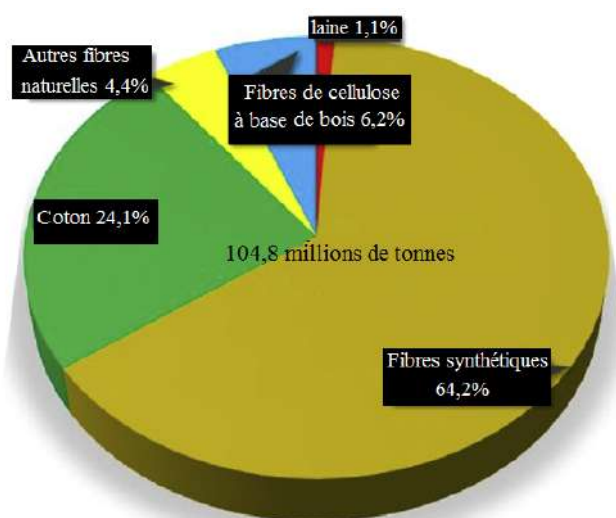


**Figure I.21** Illustration de la culture du lin en Égypte – 13/11èmesiècle av. J.-C [72].

### I.4.2 Définition

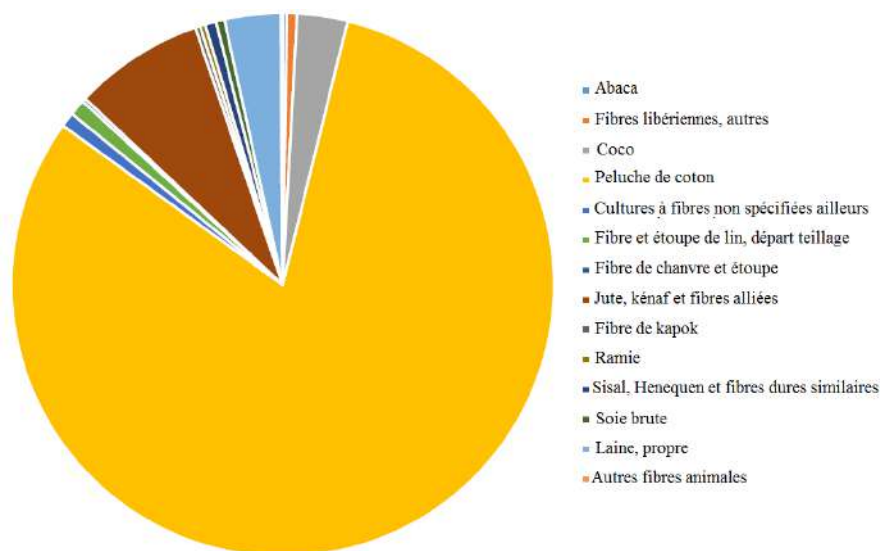
Les fibres naturelles sont des substances filamenteuses extraites de plusieurs sources, telles que les animaux, les plantes ou les minéraux. Les fibres naturelles sont filées sous forme de cordes ou de fils pour une utilisation dans l'industrie textile et utilisées comme renfort dans la

fabrication de matériaux composites (Kenaf, Sisal, Jute, etc.), dans de nombreuses applications, les fibres naturelles sont parmi les types de renfort les plus utilisés [48]. Les fibres naturelles sont cultivées dans environ 100 pays avec environ 3 % de la superficie des terres arables dans le monde, les fibres naturelles peuvent être stockées sans réfrigération lorsqu'elles sont correctement emballées et stockées pendant des années sans perdre leur valeur, (elles ne se détériorent pas en qualité) et ne sont pas affectées par des moisissures, des bactéries, des insectes ou d'autres vermines [71]. En 2017, la consommation mondiale de fibres sur le marché a augmenté de 3,2 % à 104,8 millions de tonnes (Figure I.22), où la proportion de fibres synthétiques à base de pétrole était de 64,2 %, de fibres cellulosiques et protéiques de coton d'environ 24,1 %, de fibres de cellulose à base de bois d'environ 6,2 %, de fibres de laine environ 1,1 % et environ 4,4 % d'autres fibres naturelles [70].



**Figure I.22** Marché mondial de la fibre en 2017 [70].

La production mondiale de fibres naturelles était d'environ 32 millions de tonnes métriques en 2018 (Figure I.23) [71].



**Figure I.23** Production mondiale de fibres naturelles, 32 millions de tonnes en 2018 [71].



### I.4.3 Classification des fibres naturelles

Les fibres naturelles peuvent être classées en différents types selon leur source, telles que les fibres animales, les fibres minérales et les fibres végétales (Figure I.24). Les fibres animales (laine, soie, poils, etc.) ont attiré l'attention en raison de leurs propriétés particulières telles que la dureté de surface, la flexibilité et une moindre hydrophilie par rapport aux autres fibres naturelles. Les fibres minérales (amiante, basalte, lastonite, etc.) ont une résistance élevée et un module d'élasticité élevé et ont de bonnes propriétés de liaison. Les fibres végétales sont une bonne alternative aux fibres synthétiques, il existe de nombreux types de fibres végétales, tels que les feuilles (fibres des feuilles d'ananas, sisal, bananier, etc.), l'écorce (lin, chanvre, jute, varech, ramie, ortie, etc.), les fruits (coco, palmier africain, luffa, etc.) et les graines (coton, kapok), herbe (bambou et tutura), bois (feuillus et résineux) [70, 73, 74].

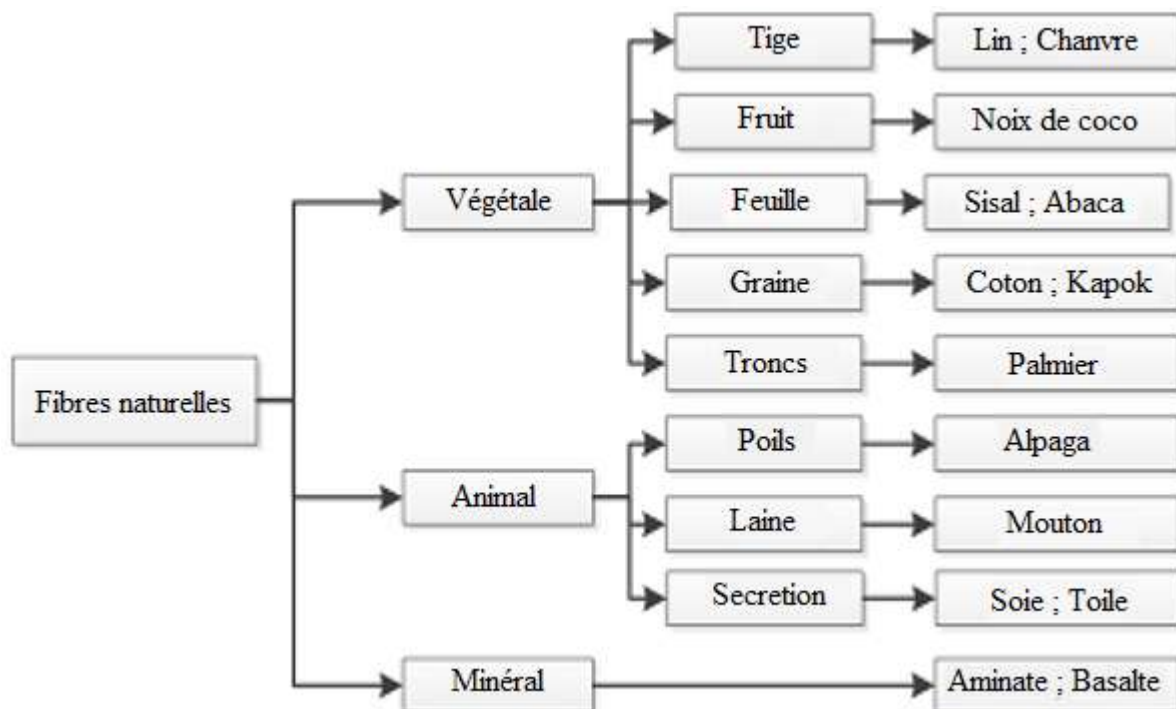
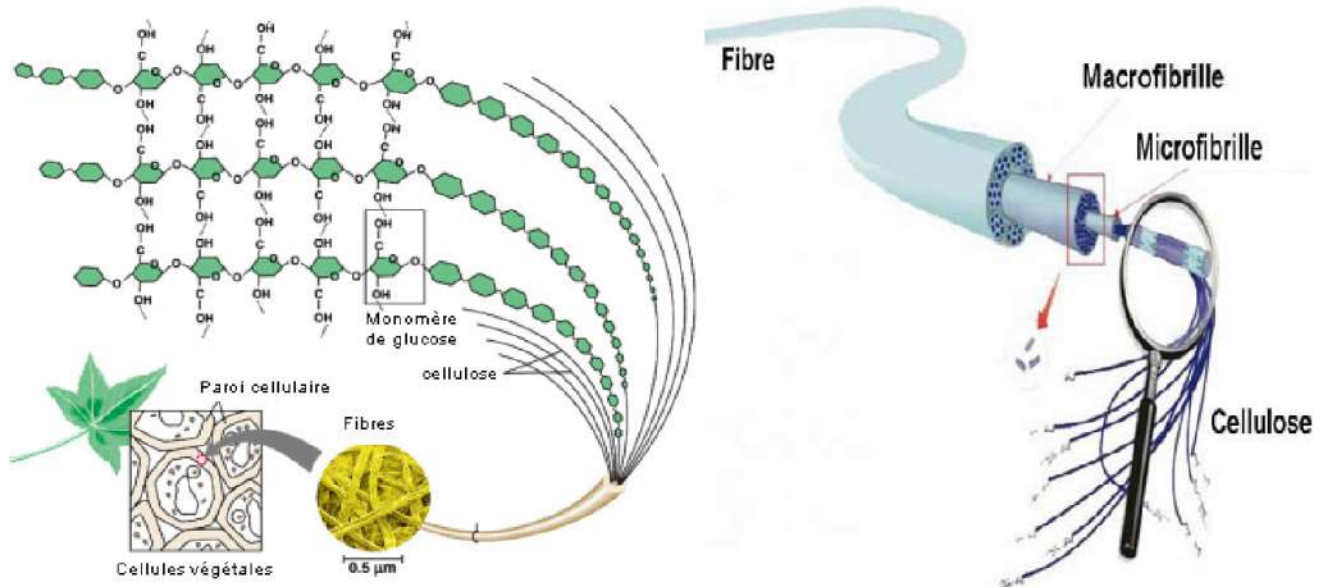


Figure I.24 Classification des fibres naturelles [20].

### I.4.4 Les fibres végétales

Les fibres végétales sont principalement des parois cellulaires secondaires lignifiées, appelées cellules de sclérenchyme, qui confèrent une stabilité mécanique au corps de la plante. Les fibres végétales comprennent principalement de la cellulose, de l'hémicellulose, de la lignine, des cires, des cendres et des composés hydrosolubles. Chaque fibre est un complexe multicouche (une couche primaire et trois couches secondaires), l'hémicellulose et la lignine maintiennent ensemble les microfibrilles de cellulose dans chaque couche, la couche primaire contient plus de lignine que la couche secondaire qui contient plus de cellulose dans chaque couche, à l'intérieur de chaque couche, des microfibrilles de cellulose sont parallèles les unes aux autres (Figure I.25) [75-77].



**Figure I.25** Structure d'une fibre végétale [78].

Les fibres végétales sont souvent utilisées comme renfort pour les Biocomposites dans plusieurs domaines différents, tels que les transports, les industries du bâtiment et de la construction, l'emballage, les produits de consommation, etc. Les fibres végétales de divers types sont cultivées dans le monde entier (Tableau I.6) [75].

**Tableau I.6** Certaines productions de fibres végétales et leurs producteurs [79].

Fibre		Production mondiale (10 <sup>3</sup> tonnes)	Les plus grands producteurs
l'écorce	Lin	830	Canada, France, Belgique
	Chanvre	214	Chine, France, Philippines
	Jute	2300	Inde, Chine, Bangladesh
	Kénaf	970	États-Unis, Inde, Bangladesh
	Ramie	100	Chine, Brésil, Philippines, Inde
Feuille	Abaca	70	Philippines, Équateur, Costa Rica
	Curaua	>1	Brésil, Vénézuéla
	Ananas	74	Philippines, Thaïlande, Indonésie
	Sisal	378	Brésil, Tanzanie
La graine	Coco	100	Inde, Sri Lanka
	Coton	25000	Chine, Inde, États-Unis
	Huile de palme	40	Malaisie, Indonésie
Herbe	Bagasse	75 000	Brésil, Inde, Chine
	Bambou	30 000	Inde, Chine, Indonésie

Les États-Unis sont réputés pour leur production commerciale de kénaf, le jute est principalement produit en Inde et au Bangladesh, les pays tropicaux cultivent la noix de coco et le sisal. Alors que l'Europe produit du lin et du chanvre. Certaines propriétés de cette fibre végétale telles que la renouvelabilité, le recyclage, la biodégradation, son prix bas, sa faible densité et ses propriétés mécaniques intéressantes (Tableau I.7) en font une alternative potentielle aux fibres synthétiques [75].

**Tableau I.7** Propriétés mécaniques des différentes fibres [80].

Fibres	Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	Diamètre (µm)	Module de traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Elongation à la rupture (%)
Jute	1.3–1.45	25–200	393–773	13–26.5	1.16–1.5
Chanvre	–	–	690	–	1.6
Kénaf	–	–	–	–	2.7
Lin	–	–	345–1100	27.6	2.7–3.2
Ramie	1.5	–	400–938	61.4–128	1.2–3.8
Soleil	–	–	1.17–1.9	–	5.5
Sisal	1.45	50–200	468–640	9.4–22.0	3–7
Cotton	1.5–1.6	–	287–800	5.5–12.6	7–8
Kapok	–	–	–	–	1.2
Coco	1.15	100–450	131–175	4–6	15–40
Banane	–	–	1.7–7.9	–	1.5–9.0
Palme	–	20–80	413–1627	34.5–82.5	1.6

D'après le tableau, nous notons que les fibres de coco présentent la valeur la plus faible pour la résistance à la traction (4-6 Gpa), ce qui peut être dû à la faible teneur en cellulose et à l'augmentation significative de la proportion de microfibrilles. Les propriétés mécaniques des fibres sont affectées par plusieurs variables dont les plus importantes sont la teneur en lignine, la structure et la composition chimique complexe des fibres, l'angle entre l'axe et la fibrille de la fibre (angle microfibrillaire ou angle hélicoïdal) et les défauts de dimension cellulaire. Si les microfibrilles sont orientées parallèlement à l'axe des fibres, les fibres sont inélastiques et rigides, mais si elles ont une direction hélicoïdale par rapport à l'axe des fibres, les fibres sont plus souples. Les cires de fibres affectent également les propriétés de mouillabilité et d'adhérence des fibres [76, 80].

### I.4.4.1 Présentation de quelques fibres végétales utilisées comme renfort dans les matériaux composites

Il existe de nombreux types de fibres végétales (Figure I.26).

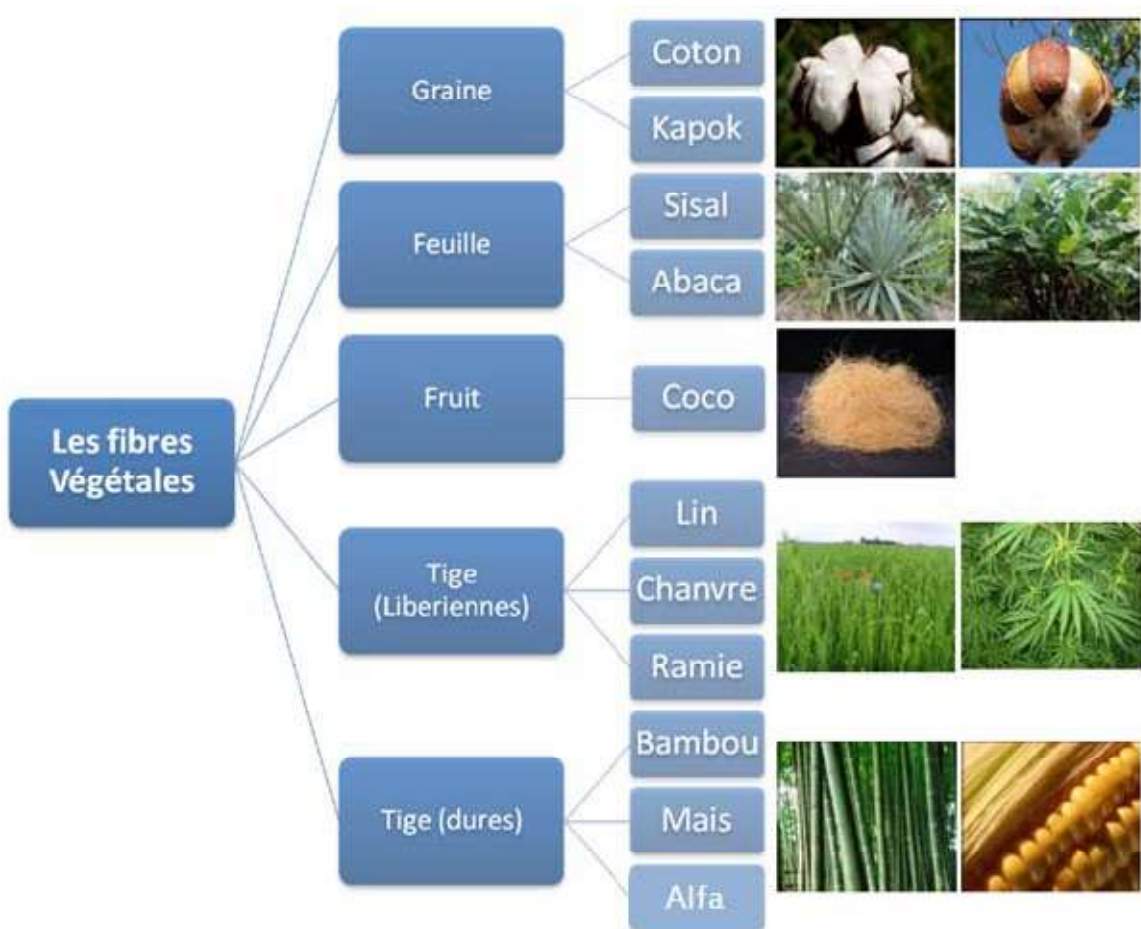


Figure I.26 Différentes types des fibres végétales [81].

#### a) Les fibres de jute

Les fibres de jute sont constituées d'environ 65 à 70 % de cellulose, 13,6 à 20,4 % d'hémicellulose et 8 % de microfibrilles. La plante de jute peut atteindre un diamètre de tige de base de 25 mm et a une hauteur de 2,5 m. La fibre de jute en tant que fibre végétale (figure I.27) présente de nombreuses caractéristiques pratiques, telles qu'une résistance élevée à la traction, une bonne résistance au feu, la durabilité, la réutilisation et le respect de l'environnement. Ces propriétés le rendent approprié et a plusieurs façons de fabriquer différents matériaux composites selon, le type, la forme et la taille. Le composite, contenant 85 % de jute et 15 % de noix de coco, s'est avéré produire une plus grande résistance à la traction, car la teneur en fibres de jute est plus élevée en poids. Le composite avec 50 % de jute et 50 % de fibre de coco a un effet semi-cassant et élastique [82].



**Figure I.27** Fibres de jute [83].

### b) Les fibres de sisal

Le sisal (*Agave sisalana* figure I.28) est une fibre cellulosique qui est produite au Brésil depuis 1903 dans l'état de Bahia. Le Brésil est actuellement le plus grand producteur de fibre de sisal au monde et répond à 56 % du commerce international. Les fibres de sisal, ainsi que les autres fibres lignocellulosiques, sont constituées de cellulose (65,8 %), d'hémicellulose (12 %), de lignine (9,9 %), de pectine (0,8 %), de cire (0,3 %) et de composés hydrosolubles. La fibre de sisal a les caractéristiques suivantes, son faible coût, sa faible densité, sa résistance spécifique, sa biodégradabilité, sa qualité, sa non-toxicité, la renouvelabilité, de plus, ses propriétés mécaniques peuvent facilement être modifiées par un agent chimique pour améliorer ses propriétés mécaniques et thermiques, ce qui rend les fibres de sisal d'une importance stratégique pour sa capacité s'adapter aux différents procédés de préparation et de développement des matériaux composites [84].

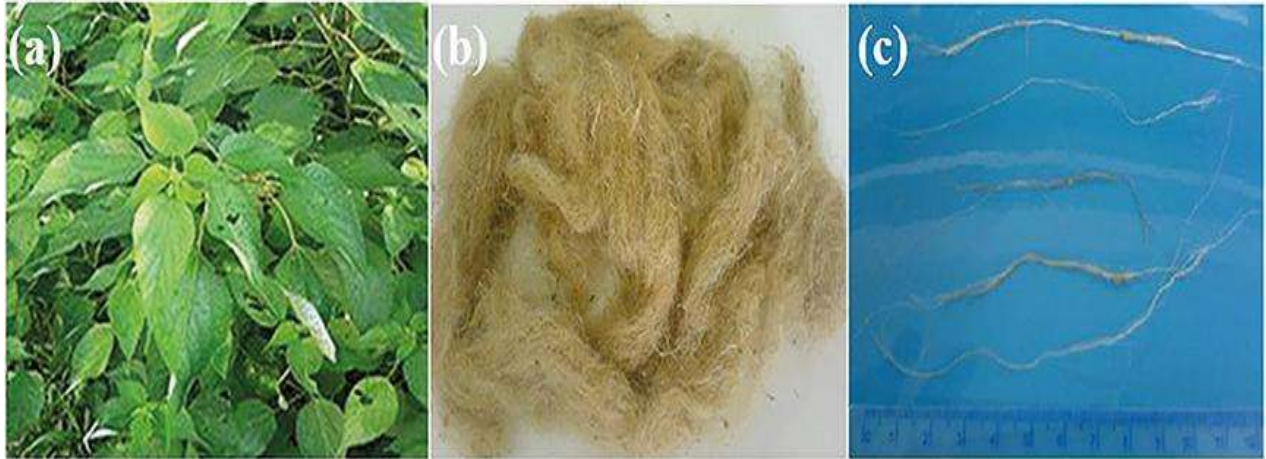


**Figure I.28** Plante de Sisal (a) et le faisceau de fibres de Sisal (b) [84].

### c) Les fibres de Ramie

La ramie est une plante de la famille des Urticacées des orties originaire d'Extrême-Orient peut-être originaire des vallées montagneuses du sud-ouest de la Chine. La ramie est le seul membre de la famille utilisée commercialement pour la production de fibres et pousse bien dans les climats chauds. Plante herbacée vivace atteignant 1 à 2,5 m de hauteur à maturité. Les

feuilles de la ramie sont en forme de cœur de 7 à 15 cm de long et 6 à 12 cm de large (figure I.29). Contrairement aux orties, les mèches de cheveux de la ramie ne piquent pas. La ramie est l'une des plus anciennes cultures à fibres et est utilisée depuis au moins 6000 ans. Les fibres de ramie sont l'une des fibres textiles naturelles les plus résistantes et les plus longues au monde. C'est une fibre libérienne dérivée de la couche de phloème de la tige, c'est-à-dire de l'écorce des tiges végétatives des plantes [85]. Les composites en fibre de ramie sont des matériaux structurels attrayants pour les portes, les panneaux et les meubles [6].



**Figure I.29** Plante de ramie typique (a), le bouquet de fibres de ramie (b) et les fibres de ramie séparées (c) [6].

#### d) Les fibres de Lin

Le Lin est une plante dicotylédone de la famille des Linacées. Il existe 298 variétés, dont la meilleure et la plus cultivée est *Linum usitatissimum* L. La fibre de lin est composée de 85% à 87% de cellulose, d'hémicellulose de 7% à 9%, de lignine de 2,5% à 4% et de pectine de 1,5% à 2,5%, le diamètre moyen des fibres de lin est compris entre 15 et 20  $\mu\text{m}$  et leur longueur est comprise entre 5 et 80 mm. La plante de lin, est semée chaque année, fournit des fibres et des graines riches en huile. Pour la production primaire de fibres, la culture est s'appelée « lin textile», Contrairement à "l'huile de lin", le lin est cultivé en Europe occidentale (France, Belgique, Pays-Bas), en Europe orientale (Russie, Biélorussie...), en Chine et en Egypte. Les fibres de lin sont utilisées dans différents secteurs industriels (textiles, composites, papeterie, cordages, etc.) chacun avec ses propres critères de sélection et prix de vente [86, 87].

#### e) Les fibres de Alfa

Alfa, *Stipa tenacissima* (Figure I.30) est une plante herbacée constituée d'un réseau complexe de racines très ramifiées d'un diamètre de 2 mm et d'une profondeur de 30 à 50 cm. La

partie aérienne est constituée de plusieurs branches avec des manches attachées les unes aux autres et surmontées de longues lames de 30-120cm. La tige est creuse et cylindrique et est régulièrement coupée au niveau des nœuds en entrelaçant les poutres. Au même niveau se trouvent les pousses qui donnent naissance soit à un nœud ou à une tige, soit restent en réserve pour entrer en activité lorsque le stock est épuisé. Les feuilles sont cylindriques, très résistantes, de 50 à 60 cm de long. La fleur est protégée par deux glumes d'égale longueur. Le fruit est un caryopse (un type de grain) de 5 à 6 mm de long. La fibre Alpha est largement cultivée en Espagne et dans les îles Baléares en Islande. Et en Algérie, l'Alpha est utilisé dans la production de papier, ainsi que dans la fabrication de cordes, de tissus, de tissus grossiers, de tapis et de paniers [88, 89].



**Figure I.30** Plante de Alfa [89].

### **f) Les fibres de Diss**

Diss (*Ampelodesmos Mauritanicus*, famille des poacées) est une herbe sauvage répandue en Afrique du Nord et dans les zones sèches de la Grèce à l'Espagne. Cette plante était autrefois utilisée dans ces régions pour construire des maisons, en raison de ses propriétés mécaniques et hydriques et il est aujourd'hui utilisé pour renforcer les matériaux composites [78]. Les propriétés et les applications de Diss seront entièrement couvertes dans le chapitre deux.

#### **I.4.4.2 Composition chimique des fibres végétales**

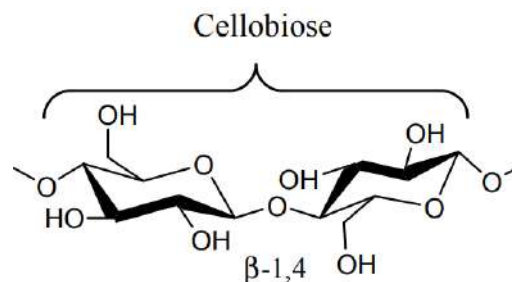
La principale composition chimique des fibres végétales est la lignocellulose (cellulose, hémicellulose et lignine), car la quantité de ces composants varie d'une plante à l'autre, selon son âge et son type et la composition peut varier dans différentes parties d'une même plante. Ces polymères sont répartis uniformément dans toute la paroi cellulaire végétale et ces composants de base déterminent en partie les propriétés physiques des fibres. Le tableau I.8 montre la composition chimique moyenne de certaines fibres végétales [79].

**Tableau I.8** Composition chimique de quelques fibres végétales [80].

Fibres	Cellulose (% en P)	Lignine (% en P)	Hémicellulose (% en P)	Pectine (% en P)	La cire (% en P)	Teneur en eau
Jute	61–71.5	12–13	13.6–20.4	0.4	0.5	12.6
Chanvre	70.2–74.4	3.7–5.7	17.9–22.4	0.9	0.8	10
Kénaif	31–39	15–19	21.5	–	–	–
Lin	71	2.2	18.6–20.6	2.3	1.7	10
Ramie	68.6–76.2	0.6–0.7	13.1–16.7	1.9	0.3	8
Soleil	67.8	3.5	16.6	0.3	0.4	10
Sisal	67–78	8–11	10.0–14.2	10	2.0	11
<b>Henequen</b>	77.6	13.1	4–8	–	–	–
Cotton	82.7	–	5.7	–	0.6	–
Kapok	64	13	23	23	–	–
Coco	36–43	41–45	10–20	3–4	–	8
Banane	63–67.6	5	19	–	–	8.7
Palme	70–82	5–12	–	–	–	11.8

**a) La cellulose**

La cellulose est la molécule biologique la plus abondante sur Terre. Chimiquement, la cellulose est constituée par une très longue chaîne stéréorégulière composée de maillons de glucose  $C_6H_{12}O_6$ . La cellulose est une macromolécule (Figure I.31). D'un point de vue industriel, c'est d'une grande importance, car de nombreuses fibres (coton, chanvre, jute, lin, etc.) sont composées de cellulose [90].



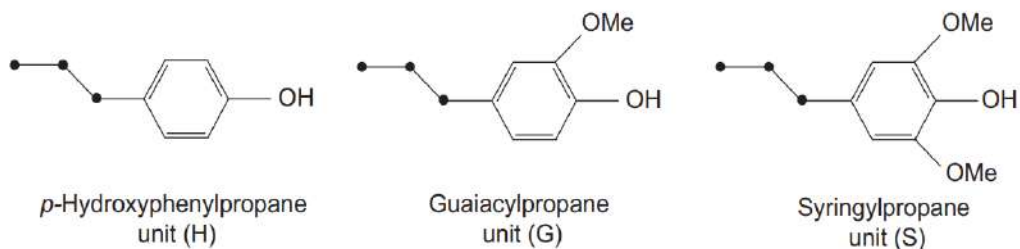
**Figure I.31** Molécule de cellulose (n répétitions du motif cellobiose) [90].

**b) La lignine**

La lignine est un groupe dispersé de composés phénoliques. Après la cellulose, la lignine se compose principalement de trois structures phénoliques principales : p-pydroxyphényl (H), le



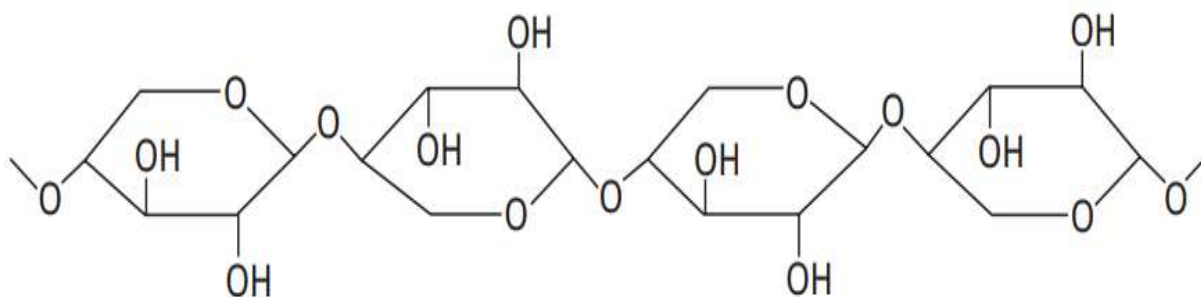
gäiacyl (G) et syringyle (S) (Figure I.32). La lignine est la substance organique polymérique la plus abondante et la plus importante des plantes [91].



**Figure I.32** Trois unités de base de la lignine [91].

### c) L'hémicellulose

L'hémicellulose est un polysaccharide amorphe qui est aussi un polymère hydrosoluble qui peut être extrait des parois cellulaires végétales par des solutions alcalines, sa masse moléculaire est inférieure à celle de la cellulose, elle est constituée d'une chaîne principale composée d'unités glucose liées à  $\beta$  (1 -4) et chaînes latérales courtes composées de xylose, galactose et fucose (Figure I.33) [78].



**Figure I.33** Hémicellulose [92].

#### I.4.4.3 Applications des fibres végétales

Les principaux avantages de l'utilisation de fibres végétales sont leur faible coût et leur densité, leur résistance spécifique élevée, leur facilité de manipulation et l'absence d'irritation de la peau. Les fibres végétales sont utilisées dans un large éventail d'applications, qui incluent la fabrication du papier, les bâtiments et la construction, les géotextiles, les automobiles, les textiles, etc [75].

- Les fibres de chanvre sont utilisées pour sceller les tuyaux ;
- La fibre de coco comme matériau de remplissage pour le rembourrage des sièges ;
- Les tissus à base de fils (lin, chanvre, coton, jute, sisal et abaca) sont utilisés comme matériaux d'ameublement et dans les tapis, sacs, géotextiles et bâches ;

- Le jute, la noix de coco et le sisal sont des matériaux importants dans l'industrie des géotextiles en raison de leur douceur, de leur capacité à bien s'adapter aux terrains accidentés et aussi en raison de leur nature biodégradable ;
- Les composites renforcés de fibres végétales sont utilisés dans de nombreuses applications à faible résistance, telles que les pots de fleurs biodégradables, les plateaux de table, les chaises, les meubles de jardin, etc.

Dans l'industrie automobile, l'intérêt a commencé pour les composites renforcés de fibres végétales pour des applications telles que les panneaux d'outillage, les panneaux intérieurs et les composants de carrosserie de voiture, y compris le revêtement d'engrenage dans les bus, le couvercle de roue de secours de la Toyota RAUM, le capot, le couvercle de coffre et le toit. Pour surmonter le problème de l'inflammabilité, des composites renforcés de fibres végétales ont également été utilisés dans le boîtier du siège et la doublure du dossier. Les fibres végétales peuvent être utilisées dans les industries aéronautiques [75].

#### **I.4.4.4 Perspectives**

Les pays industrialisés s'efforcent d'introduire sur le marché des composites renforcés en fibres végétales pour remplacer les fibres synthétiques, selon une étude menée par l'ADEME (Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie) en France, la production de composites à base de fibres végétales était d'environ 650 000 tonnes en 2015 et elle devrait atteindre 1150.000 tonnes métriques en 2030. Actuellement en Asie, le marché des composites est en croissance rapide par rapport à l'Europe et à l'Amérique du Nord, ce qui conduit au développement de composites verts moins chers en raison de la culture locale profonde de fibres végétales. Des mesures importantes doivent être prises à l'avenir pour soutenir la recherche à base de fibres végétales, en mettant l'accent sur l'amélioration des propriétés des fibres, en maîtrisant leur reproductibilité et leur adaptabilité aux applications techniques spécifiques, aux techniques de traitement et aux méthodes d'extraction, pour aider une meilleure adhérence aux matrices polymères. À cet égard, le Conseil national de recherches du Canada (CNRC; Ottawa) développe des techniques pour atténuer certains des défauts intrinsèques des fibres végétales, qui sont sensibles à l'humidité et inflammables. L'ADEME s'investit également dans le développement structurel des filières composites de fibres végétales en apportant un accompagnement global, en rassemblant l'ensemble des chercheurs, technologues, producteurs, transformateurs et utilisateurs de fibres végétales et en organisant des sessions techniques sur les nouvelles utilisations des fibres végétales sur le marché, afin de répondre aux demandes industrielles (Tableau I.9) [75].

**Tableau I.9** Quelques exemples d'exigences pour les industries manufacturières sur la fibre [75].

Critères industriels d'acceptation du produit final (*1 Tex=1 g/1000 m de fibre)						Produit final
Fibre longueur (mm)	Finesse (Tex)	frissonner teneur (%)	Humidité teneur (%)	fongique attaque	traction force (cN/tex)	
70–90	3–18	≤2	≤10	No	≥40	Planches et tapis intérieurs pour voitures, véhicules, trains et avions
50–70	3–10	≤4	≤12	No	≥40	Tapis d'isolation thermique pour les bâtiments
30–40	2–4	≤0.5	≤12	No	≥40	Fil (machines à filer)
30–60	2–8	≤1	≤12	No	≥40	Composites de fils grossiers
2–4	2–6	≤2	≤12	–	≥25	Industries des pâtes et papiers
2–8	<18	<12	≤14	–	≥20	Béton coulé à l'air
≤2	2–20	≤15	≤8	–	–	Matériaux d'adsorption pour diverses industries

## I.5. Notions de biodégradation

### I.5.1 Définition

Selon le CEN (Comité européen de normalisation), la biodégradation est « un type de dégradation engendrée par une activité biologique, particulièrement des attaques enzymatiques, entraînant un changement significatif dans la structure chimique du matériau». Sur cette base, le « plastique biodégradable » peut être considéré comme « un matériau biodégradable lorsque la dégradation résulte d'une action des microorganismes ; les sous-produits sont de l'eau, du dioxyde de carbone et/ou du méthane et de la biomasse» [93]. Le processus biochimique de la biodégradation en conditions d'aérobie et d'anaérobie est donné par les équations suivantes [94]:



### I.5.2 Le processus de la biodégradation

La biodégradation se divise en trois étapes successives (Figure I.34):

- La fragmentation, c'est l'étape qui rassemble un phénomène ou un groupe de phénomènes (physiques, chimiques, biologiques) qui conduit à la désintégration de la matière en morceaux plus petits (micro-fragments). Cette étape entraîne une séparation partielle ou totale des composants du matériau ainsi que la perte de ses caractéristiques physico-chimiques initiales.
- La bioassimilation est le phénomène par lequel la (micro) faune et/ou la (micro) flore, utilisent un matériau comme nourriture.
- La minéralisation est l'étape au cours de laquelle les composés assimilés sont minéralisés ; Dans des conditions aérobies, il est converti par des micro-organismes en eau et dioxyde de carbone ou en eau et méthane dans des conditions anaérobies [93].

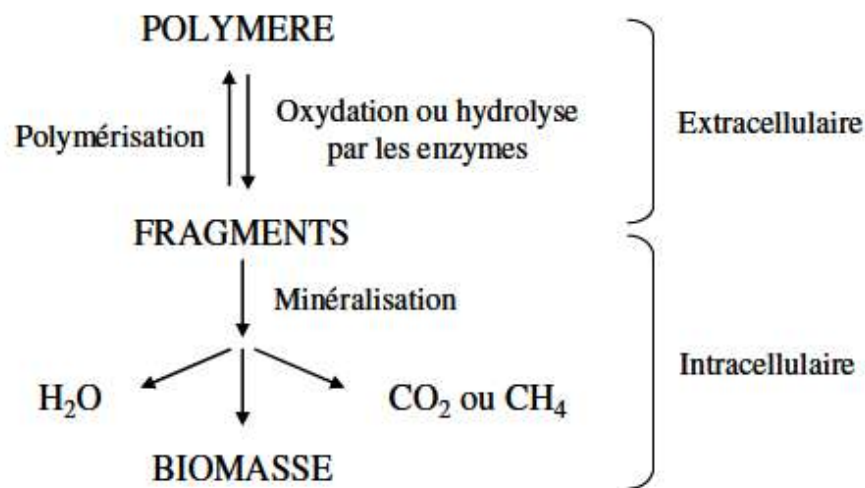


Figure I.34 Processus de la biodégradation [94].

### I.5.3 Les facteurs de la biodégradation

La biodégradation des matériaux est influencée par un certain nombre de facteurs. Parmi ceux-ci on peut distinguer les facteurs biologiques de biodégradation tel que les microorganismes, les enzymes, les facteurs physiques et chimiques du milieu de la biodégradation, tel que la température (qui favorise l'activité microbienne), l'humidité du milieu (qui doit être suffisante) pour permettre l'activité des microorganismes, les sels minéraux (PH) et l'oxygène. Enfin, la structure et les propriétés du matériau tel que la composition du matériau (présence des additifs et des charges), le caractère hydrophile ou hydrophobe et la taille de l'échantillon intervient également dans la vitesse de biodégradation [94].

### I.6 Conclusion

Ce chapitre présente une revue bibliographique aidant à identifier les matériaux composites et les fibres naturelles pour construire une base de connaissances qui pourra ensuite être utilisée pour sélectionner les différents matériaux nécessaires à la fabrication d'un produit à base d'ingrédients naturels. Au début, le concept de matériaux composites a été discuté, qui s'est avéré être principalement composé de deux composants, la matrice et le renfort. Ces matériaux composites sont de plusieurs types, y compris des composés avec une source pétrochimique et d'autres avec une source vitale.

L'utilisation de Biopolymères et de fibres végétales connaît un grand succès dans de nombreux secteurs d'activité qui intègrent ces nouveaux matériaux dans la conception de leurs produits : médical, sportif, automobile, énergie verte, etc.

L'intérêt de ce travail s'est principalement porté sur l'intégration des Biocomposites dans le domaine des bioplastiques, qui représentent une alternative intéressante aux plastiques issus de la pétrochimie. En mettant en avant les principaux atouts des Biocomposites, notamment : sa biodégradabilité, sa régénération, abondante et sa recyclabilité qui permettent de pallier facilement à ses inconvénients liés à ses faibles propriétés mécaniques et de le mettre en réelle concurrence avec les matériaux composites traditionnels.

Les bio-polymères tels que : l'amidon, la protéine, la Collagène et Gélatine, le Poly-(Alcool Vinylique) (PVA), la Chitine et le Chitosane peuvent entrer dans la synthèse de Biocomposites en complément des fibres naturelles, notamment végétales telles que la fibre de jute, le Sisal, la Ramie, le Lin, l'Alfa et Diss dans la synthèse des Biocomposites.

Les ressources renouvelables les plus connues capables de fabriquer des plastiques biodégradables sont l'amidon et la cellulose.

Chapitre II

# *Procédure expérimentale*

## *Matériels et Méthodes*

## II.1 Introduction

Dans ce chapitre nous passons en revue les matériaux objet de l'étude et leurs constituants de base. Dans un premier temps, nous présentons la matrice étudiée (amidon), ensuite nous donnons une description de la plante *Ampélodesma mauritanica*, les architectures des renforts (fibre Diss) et la méthodologie d'extraction des fibres. Dans un deuxième temps, nous exposons les méthodes d'élaboration des matériaux composites. Enfin, nous présentons les différentes techniques et méthodologies expérimentales utilisées pour l'analyse des matériaux dans cette étude (La densité ; le microscope à balayage électronique (MEB) ; essai de Traction ; essai de Charpy ; l'analyse statistique ; la biodégradabilité).

## II.2 Constituants de biocomposite

### II.2.1 Amidon

L'amidon est une fine poudre blanche insipide produite à partir de plusieurs types de plantes vertes et c'est un composé organique glucidique complexe [8], insoluble dans l'eau froide, l'éther, l'alcool et d'autres solvants, et soluble dans le diméthylsulfoxyde (DMSO) [95]. C'est l'un des polymères les plus prometteurs de la nature utilisé dans la production de plastiques biodégradables, en raison de sa biodégradabilité, formidable abondance, régénération annuelle, et son faible coût [2, 9]. L'amidon est une source d'énergie et de carbone pour les plantes en développement, et c'est la principale nourriture pour de nombreux animaux, y compris les humains et il est largement utilisé dans l'industrie [8, 96]. L'utilisation d'amidon dans les produits est principalement un processus permettant de conférer à ces produits des propriétés physiques, chimiques et fonctionnelles telles que la rétention d'eau, la viscosité, la formation de gel, etc. Les fonctions et les propriétés nutritionnelles de l'amidon sont dues à deux principaux composants de la structure des granules : l'amylose et l'amylopectine [97].

Les performances mécaniques des biocomposites réalisés à partir de fibres d'Atriplex halimus ont été étudiées par H. Latifa et al. [9], qui ont constaté une amélioration des propriétés mécaniques de l'amidon renforcés par des fibres d'Atriplex halimus.

Rahul et al. [98] ont étudié le comportement mécanique et thermique des films à base d'amidon, ils ont montré que les propriétés des films à base d'amidon peuvent être affectées par les différents types d'amidon, la température et le temps pendant lequel se forme le film, les plastifiants, les biopolymères et les conditions de stockage. L'optimisation de ces facteurs peut produire des films à base d'amidon avec de bonnes propriétés répondant aux exigences de chaque type de produit frais.

Nattakan et al. [99] ont préparés des biocomposites à base d'amidon renforcés de jute (microfibre) et de cellulose bactérienne (BC) (fibre nanométrique), ils ont montré que le renforcement dans les composites est essentiellement influencé par la nature des fibres et la quantité de charges.

Ruxanda et al. [100] ont constaté que l'incorporation de charges naturelles (kératine, lignine, cellulose) dans la matrice d'amidon peut modifier les propriétés physiques et chimiques des films à base d'amidon par des améliorations obtenues tout en conservant les avantages naturels des films d'amidon.

Sukaree et al. [101] ont étudié les effets de la teneur en Jacinthe d'eau et d'un revêtement de cire d'abeille sur les propriétés de la mousse d'amidon, ils ont montré que le revêtement de cire d'abeille améliorerait l'hydrophobicité du composite de mousse d'amidon pour fournir un produit en faible solubilité dans l'eau qui conservait sa forme après immersion dans l'eau.

Boudjema et al. [4] ont étudié l'utilisation de deux tailles de fibres naturelles et les résultats ont montré que l'introduction des deux fibres avait amélioré les différentes propriétés des composites. Pourtant, les fibres courtes étaient plus efficaces que les longues offrant de meilleures propriétés mécaniques, une résistance thermique plus élevée et une meilleure dispersion dans la matrice. Avec l'augmentation de la charge de fibres, les fibres courtes avaient effectivement amélioré la résistance à la traction et le module d'Young, obtenant des composites plus rigides caractérisés par un faible allongement.

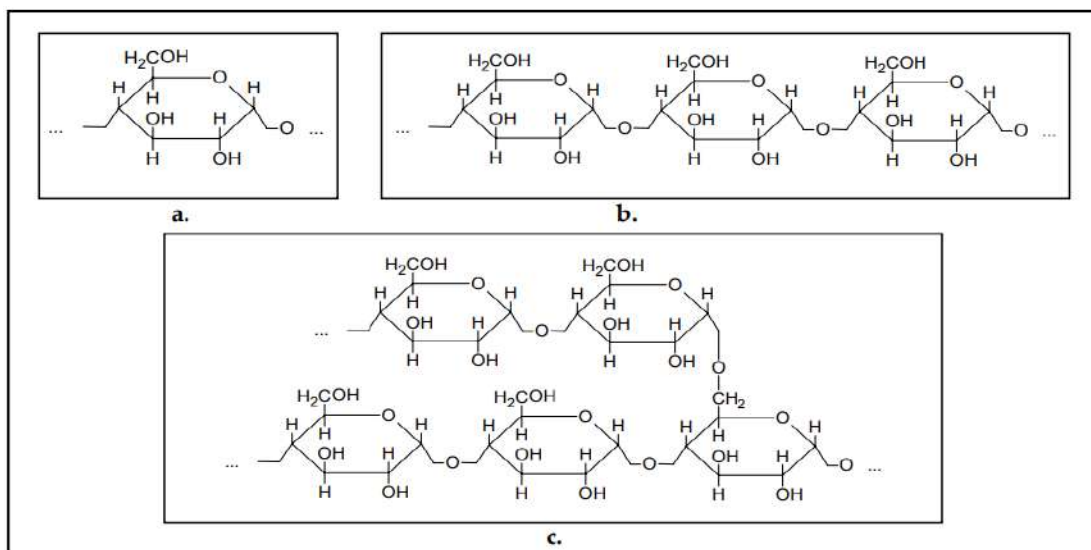
Ibrahim et al. [102] ont préparés des biocomposites à base d'amidon renforcés de fibres de roses du Nil avec succès par pressage à chaud, la combinaison optimale des propriétés mécaniques et chimiques a été obtenue pour un échantillon contenant 60 % de fibres rose Nile et une augmentation supplémentaire de la teneur en fibres montre une détérioration drastique des propriétés mécaniques. L'augmentation de la fraction de fibres a augmenté la dureté, l'absorption d'eau et la résistance chimique.

### **II.2.1.1 Structure et propriétés de l'amidon**

L'amidon est un polymère constitué d'anhydroglucose (AHG) (voir Figure II.1). Deux types de polymères AHG sont couramment trouvés dans l'amidon : l'amylose et l'amylopectine. L'amylose est essentiellement un polymère linéaire dans lequel les unités AHG sont liées principalement par des liaisons  $\alpha$ -D-(1,4)-glucosidiques. Le poids moléculaire de l'amylose est fonction de la source végétale et de la méthode de traitement, mais généralement leurs poids moléculaires varient de  $10^5$  à  $10^6$  g mol<sup>-1</sup>. L'amylopectine est un polymère ramifié contenant des



branches périodiques liées au squelette par des liaisons  $\alpha$ -D-(1,6)-glucosidiques. Chaque branche contient environ 20 à 30 unités d'anhydroglucose.



**Figure II.1** Structure chimique de l'amidon. a. Unité d'anhydroglucose (AHG) b. Amylose  
c. Amylopectine [98].

Le poids moléculaire de l'amylopectine est supérieur à celui de l'amylose et ses poids moléculaires varient de  $10^6$  à  $10^8$   $\text{g mol}^{-1}$ . La teneur en amylose et en amylopectine de l'amidon varie et dépend largement de la source de l'amidon. Typiquement, le taux d'amylopectine est généralement environ de 70 %. Le pourcentage d'amylose et d'amylopectine et tailles de granulés dans les amidons courants provenant de différentes sources est indiquée dans le tableau II.1 [98, 103, 104].

**Tableau II.1** Teneur en amylose et amylopectine des amidons de différentes sources botaniques [98].

Source d'amidon	Amylose	Amylopectine	Moy. taille des granulés ( $\mu\text{m}$ )
Amidon de maïs	26 %	74 %	14,3
Amidon de pomme de terre	21 %	79 %	36
Amidon de riz	17%	83%	6
Blé	25%	75%	7, 20
Pois lisse	33 à 50 %	50 à 67 %	2 à 40
Pois ridé	61–88%	12–39%	<b>17–30</b>
Amidon de tapioca	17%	83%	14

### **II.2.1.2 Sources d'amidon**

L'amidon peut être trouvé dans les plantes, il est stocké à l'intérieur des cellules végétales sous forme d'énergie présente à la fois dans les chloroplastes (plastides contenant de la chlorophylle) sous forme d'amidon temporaire, synthétisé pendant la photosynthèse et consommé la nuit par la plante, présent en forte concentration dans les structures végétales (tubercules, tiges), les structures de reproduction (grains), dans les fruits (banane, fruit du loup, etc.) et les racines (manioc, taro) [95]. L'amidon est obtenu par broyage humide du noyau après l'avoir ramolli en l'immergeant dans de l'acide dilué, puis la protéine la moins dense est séparée de l'amidon plus dense après avoir éliminé les germes contenant de l'huile, puis la bouillie d'amidon est lavée dans une centrifugeuse, puis séchée [103, 104]. Dans certains cas, l'amidon est le principal produit d'extraction comme dans le cas du maïs, du manioc et des pommes de terre. La méthode d'extraction de l'amidon peut varier de procédés physiques à l'utilisation de réactifs chimiques et d'enzymes, où la méthode d'extraction est choisie en fonction de plusieurs facteurs, notamment l'origine, l'emplacement dans la plante, la présence de nutriments, la périssabilité après récolte, etc. [95].

### **II.2.1.3 Préparation des matières amylacées**

Les plastiques à base d'amidon sont obtenus en transformant l'amidon natif en perturbant sa structure granulaire d'origine et en le plastifiant avec des agents plastifiants (tels que l'eau, le glycérine et autres polyols) et sous certaines conditions de température (90 à 180 °C), d'action mécanique et de temps suffisant. Lorsque la structure cristalline de l'amidon est détruite et qu'un amidon thermoplastique amorphe avec des propriétés mécaniques supérieures est formé, appelé amidon thermoplastique (TPS), les produits thermoplastiques sont homogènes et contiennent à la fois de l'amylose et de l'amylopectine avec un poids moléculaire relativement élevé [104-106].

### **II.2.1.4 Gélatinisation de l'amidon**

La gélatinisation de l'amidon le chauffe à une certaine température en présence d'eau, et il subit une série de changements structurels, au cours de la gélatinisation ou de la fusion, les principaux changements qui se produisent dans les granules d'amidon sont la rupture des granules, l'augmentation de la viscosité, le gonflement et l'exsudation d'amylose. Le processus de plastification à basse température est lent en raison de la diffusion du solvant (eau) dans les régions amorphes de l'amidon, de sorte que les forces de chauffage et mécaniques (cisaillement) sont souvent appliquées simultanément lors de la production de produits à base de TPS pour obtenir une gélatinisation complète [107].

### II.2.2 Les plastifiants

Les plastifiants, la glycérine, le saccharose, le fructose, le glucose, le glycol, l'urée, le formamide, l'éthanolamine, l'éthylène bisformamide et les acides aminés sont couramment utilisés comme additifs à l'amidon pour préparer l'amidon thermoplastique TPS où le rôle du plastifiant est de réduire le point de fusion en dessous de la température. L'amidon se dégrade, et d'autre part pour améliorer les propriétés mécaniques du matériau, en augmentant sa ductilité et en réduisant les forces de frottement entre les polymères, ces plastifiants améliorent l'élasticité et les propriétés mécaniques du produit final en réduisant les liaisons hydrogène intermoléculaires [11, 108]. La plastification de l'amidon est un moyen important pour modifier physiquement ce biopolymère ayant un impact important sur ses relations structure-fonction. Par conséquent, une meilleure connaissance de la plastification de l'amidon est importante pour la conception rationnelle de nouveaux matériaux à base d'amidon avec des propriétés améliorées (c'est-à-dire des propriétés thermiques, mécaniques et structurelles) [107]. La glycérine ( $C_3H_8O_3$ ) est une molécule qui a la capacité d'attirer l'eau. Lorsque le glycérine est ajouté au mélange d'amidon, il retient l'eau dans la chaîne d'amidon, ce qui le rend moins cristallin et donc moins cassant [104].

### II.2.3 Le renfort "Diss"

Des fibres naturelles ont été extraites de la plante Diss, qui a été collectée à Skikda dans l'est de l'Algérie. C'est une plante herbacée de dénomination scientifique : *Ampelodesma Mauritanica* et c'est un type de Poacées qui est abondant tout au long de l'année, ce qu'il en fait une biomasse importante. Sa hauteur moyenne peut dépasser un mètre, ses feuilles sont longues, très dures et rugueuses au toucher, ses fleurs ressemblent à celles des Alfa par la forme, et ses tiges s'élèvent à environ deux mètres au-dessus de la surface du sol, le Diss vit dans les terres riches en argile où elle joue un rôle important dans la préservation des sols menacés par l'érosion [109-111]. (Voir l'image visuelle d'une plante Diss sur la Figure II.2).



**Figure II.2** Fibres de Diss (*Ampelodesma Mauritanica*).

Il est originaire du sud de l'Europe, ainsi que des régions arides de la Grèce et de l'Espagne et de l'Afrique du Nord [112]. En France, la Diss est présente dans les provinces du Var, de la Corse du Sud et de l'Hérault [113]. C'est une plante vivace et luxueuse qui pousse spontanément à l'état sauvage autour du bassin méditerranéen [114]. Les fibres sont constituées de 30 % de cellulose et de 11 % d'hémicelluloses [115]. Cette plante était auparavant utilisée dans la fabrication de cordes, de chapeaux, de sacs et la construction de toits de huttes en raison de sa durabilité, de sa forte résistance à l'eau et de son isolation thermique grâce à ses propriétés mécaniques. Aujourd'hui, il fait l'objet d'une attention croissante, car il s'agit d'une matière première renouvelable utilisée dans le développement de nouveaux matériaux [109, 116]. Ces fibres sont susceptibles d'être utilisées dans les pâtes de composites, car elles offrent des résistances très intéressantes, faisant de ce matériau une excellente charge légère pour les structures sujettes aux chocs [117, 118]. Le tableau II.2 représente la classification d'*Ampelodesma Mauritanica*.

**Tableau II.2** Taxonomie d'*Ampelodesma Mauritanica* [114].

nom botanique	Genre	Famille	Order	Classer	Branche	Règne
<i>Ampelodesma Mauritanica</i>	Ampelodesma	Poaceae	Cypéales	Liliopsida	Magnoliophytes	Végétal

Les performances mécaniques des biocomposites réalisés à partir de fibres de Diss ont été étudiées par Sellami et al. [119], et qui a constaté une amélioration des propriétés mécaniques des ciment renforcés par des fibres de Diss.

Merzoud et al. [116] ont préparés des composites à base de ciment renforcés par des fibres de Diss, et ils ont montré que les éprouvettes de fibres de Diss bouilli ont pu résister à des contraintes de traction par essais de flexion assez considérables, comparées aux composites de fibres naturelles, sans qu'il ait apparition de fissures aux premières charges de rupture.

Maghchiche Abdelhak [114] a étudié la fibre extraite de plantes *A. mauritanica* (Diss), il a montré que l'utilisation de la fibre Diss pour préparer des matériaux composites présente des avantages majeurs tels qu'un faible prix, un faible poids, une biodégradabilité écologique et renouvelable.

Touati et al. [120] ont étudié l'influence des différents traitements de fibres Diss sur les propriétés des biocomposites à base de polypropylène/polyéthylène basse densité, ils ont constaté que l'introduction de fibres Diss non traitées a considérablement réduit les propriétés

mécaniques. Cependant, le traitement des fibres a montré une amélioration significative des paramètres mécaniques des biocomposites qui ont été mesurés.

Gheris et al. [115] ont constaté que l'utilisation des fibres Diss comme renfort a montré une certaine efficacité qui augmente la liaison entre les particules de sol en raison du frottement entre les particules de sol et le matériau fibreux.

### II.3 Méthodes expérimentales

#### II.3.1 Microscope électronique à balayage (MEB)

Les surfaces des fibres ont été examinées par microscopie électronique à balayage (MEB) (Figure II.3).



**Figure II.3** Microscope à balayage électronique (MEB) model JSM-5600.

#### II.3.2 Mesure de la densité des fibres Diss

La densité des fibres de Diss est mesurée selon la procédure standard, à l'aide d'une Éprouvette graduée, un liquide, une balance et des fibres de Diss (Figure II.4). Dans un premier temps, à température ambiante (25 °C) les fibres sont pesées, puis une quantité de liquide est versée dans l'éprouvette graduée et le volume est enregistré, puis les fibres lestées sont immergées dans le liquide et le nouveau volume est enregistré. La densité est calculée selon la relation suivante :

$$D = \frac{M_f}{V_t - V_l} \quad (\text{II.1})$$

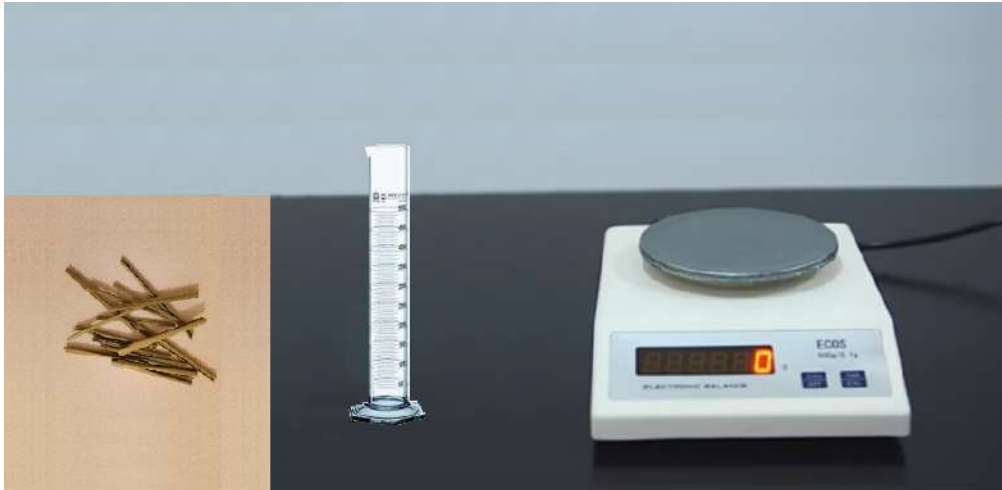
Avec :

D: Densité (g/cm<sup>3</sup>).

M<sub>f</sub> : Masse fibre (g).

V<sub>l</sub> : Volume liquide (cm<sup>3</sup>).

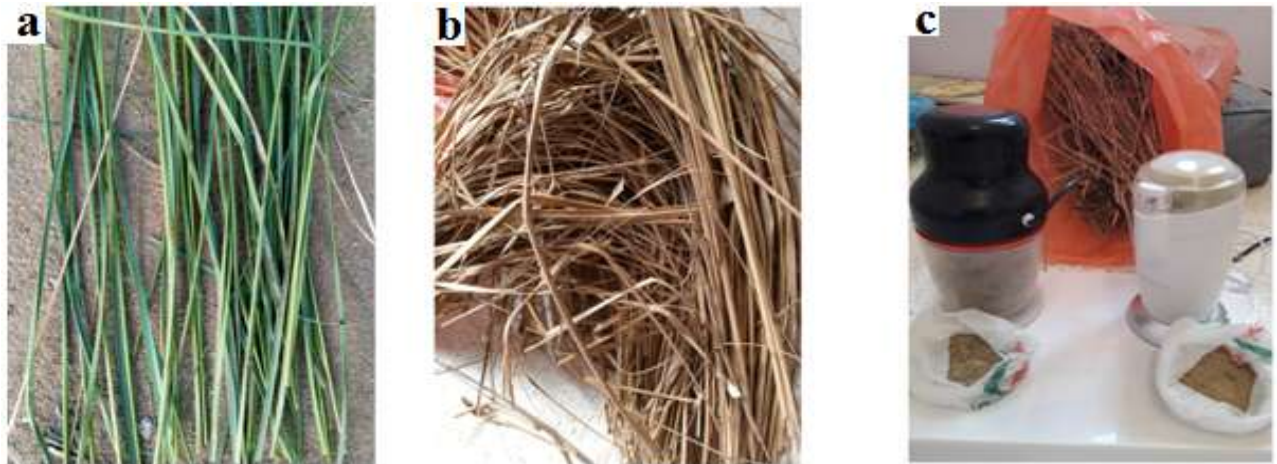
V<sub>t</sub> : Volume liquide + Volume fibre (cm<sup>3</sup>).



**Figure II.4** Mesure de la densité des fibres Diss.

### II.3.3 Préparation des fibres

Après avoir récolté les feuilles de Diss, elles sont coupées en morceaux (Figure II.5.a) et lavées puis séchées à l'air libre ou dans une étuve à une température adaptée (Figure II.5.b), puis les feuilles séchées sont broyées en petits morceaux à l'aide d'un broyeur électrique comme indiqué dans (Figure II.5.c).



**Figure II.5** Préparation des fibres (a : Feuilles de Diss ; b : Fibres séchées ; c : Fibres broyées).

### II.3.4 Préparation de bio-plastique et bio-composite

Dans cette étude, l'élaboration du bio-composite est obtenue en mélangeant la glycérine avec de l'eau distillée, puis en ajoutant progressivement l'Amidon de maïs en remuant jusqu'à l'obtention d'un liquide blanc laiteux, puis en ajoutant les fibres de Diss et en chauffant le mélange en remuant constamment, jusqu'à ce qu'il devienne une pâte gélatineuse. Enfin, il est bien malaxé et mis en forme dans des moules, et laissé à l'air libre pendant une durée de 7 jours à température ambiante pour sécher. Six matrices ont été préparées pour les renforcer avec des

fibres de Diss. Ces matrices sont constituées d'un mélange d'amidon, de glycérine et d'eau dans différentes proportions comme indiqué dans le tableau II.3.

**Tableau II.3** Ratios massiques des composants pour les différentes matrices utilisées.

Matrices	% Amidon	% Glycerin	% Eau
SG10	10	90	100
SG20	20	80	100
SG30	30	70	100
SG40	40	60	100
SG50	50	50	100
SG60	60	40	100

Dans la deuxième étape, le même processus est répété, avec l'ajout de fibres à chaque matrice à 5 % du poids du mélange, comme indiqué dans le tableau II.4.

**Tableau II.4** Rapports massiques composant l'amidon/Diss renforcé par 5 % de rehaussement utilisé.

Matrices	% Amidon	% Glycerin	% Eau	% Fibre
SG10/RF5	10	90	100	05
SG20/RF5	20	80	100	05
SG30/RF5	30	70	100	05
SG40/RF5	40	60	100	05
SG50/RF5	50	50	100	05
SG60/RF5	60	40	100	05

Il en est de même pour la troisième étape, mais cette fois le pourcentage de fibres est de 10 % du poids du mélange, comme le montre le tableau II.5.

**Tableau II.5** Ratios massiques composant les composés amidon/Diss renforcé par 10 % de renfort utilisé.

Matrices	% Amidon	% Glycerin	% Eau	% Fibre
SG10/RF10	10	90	100	10
SG20/RF10	20	80	100	10
SG30/RF10	30	70	100	10
SG40/RF10	40	60	100	10
SG50/RF10	50	50	100	10
SG60/RF10	60	40	100	10

## II.4 Essais Mécaniques

### II.4.1 Essai de traction

#### II.4.1.1 Définition

L'essai de traction est l'essai dans lequel une charge de traction accrue est appliquée à l'échantillon qui a été préparé à l'avance sur la base de certaines spécifications standard, en maintenant ses extrémités avec un équipement spécial et en appliquant la charge axialement et en sens inverse, en augmentant la longueur de l'éprouvette comme résultat de la tension ou de la traction. C'est le test le plus courant et le plus simple, et les informations obtenues à partir de ces tests sont d'un intérêt particulier pour le concepteur. Dans de nombreux cas, les tests sont effectués sur des matériaux fabriqués en taille réelle avec les mêmes formules que celles utilisées dans les tests d'échantillons, par exemple des tests sont effectués sur certaines longueurs de fils, tiges, tubes, cordes, fibres [121, 122].

#### II.4.1.2 Contraintes

Soit  $S$  l'aire de la section droite (S), on définit la contrainte  $\sigma$  dans la section droite (S) par la relation :

$$\sigma = \frac{N}{S} \quad (\text{II.2})$$

Avec  $\sigma$  : contrainte normale ( $\sigma > 0$ ) en MPa.

$N$  : effort normal en Newton.

$S$  : aire de la section droite (S) en  $\text{mm}^2$ .

La contrainte permet de "neutraliser" la surface et par conséquent de comparer des éprouvettes de sections différentes [121, 122].

#### II.4.1.3 Loi de HOOKE

Nous avons déjà vu que  $\sigma = \frac{N}{S}$  et que  $\frac{F}{S} = E \frac{\Delta l}{l}$ , on peut en déduire la loi de HOOKE [121, 122]:

$$\sigma = E \cdot \frac{l' - l}{l} = E \cdot \frac{\Delta l}{l} = E \cdot \varepsilon \quad (\text{II.3})$$

$\frac{\Delta l}{l}$  Est l'allongement élastique unitaire suivant  $x$ , il est généralement noté  $\varepsilon$ .

Avec :  $\sigma$  : en Mpa.

$E$  : module de Young ou bien le module d'élasticité longitudinal en Mpa.



$\varepsilon$  : Déformation relative longitudinale sans unité.

S : aire de la section droite (S) en  $\text{mm}^2$ .

$\delta$  : déplacement (mm).

l : longueur de référence (mm).

#### II.4.1.4 Principe de l'essai de traction

L'essai de traction est réalisé afin d'étudier les propriétés fondamentales des matériaux pour déterminer ses caractéristiques mécaniques. Les échantillons sur lesquels l'essai est effectué sont cylindriques standards ou prismatiques, où la force (P) est appliquée progressivement au cours de l'essai, tout en mesurant l'effort de traction (N) ainsi que la contrainte longitudinale et parfois l'allongement et module de Young [121].

#### II.4.1.5 Procédure expérimentale

Un total de 50 fibres a été testé à température ambiante avec une longueur de fibre de 250 mm (Figure II.6).



**Figure II.6** Fibres de Diss sous forme d'éprouvettes pour essai de traction.

Les propriétés de traction des fibres de Diss sont déterminées expérimentalement selon la norme ASTM D3039. Les expériences sont réalisées avec une machine de traction servo-électrique TE (figure II.7) et monocolonne équipée d'un capteur de force de 10 KN, avec une vitesse égale à 15 mm/min afin d'obtenir un temps total d'essai de  $20 \pm 3$  s. Pendant le chargement axial, la fibre courte donne des résultats qui présentent des valeurs assez diffuses. Le comportement rend l'analyse des résultats difficile [123]. Afin d'éviter cette difficulté, nos tests de fibres ont une longueur égale à 250 mm.

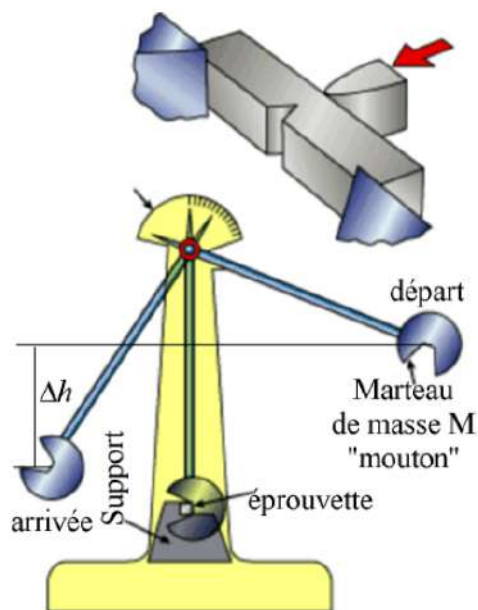


**Figure II.7** Machine de traction servo-électrique TE.

## II.4.2 Essai de choc Charpy

### II.4.2.1 Définition

L'essai de Charpy est le test de choc le plus ancien (1901) et le test le plus pratiqué dans le monde, du nom de son inventeur, Charpy. Le test de Charpy a pour but de déterminer la résistance aux chocs d'un matériau (résilience), en mesurant l'énergie utilisée pour fracturer un échantillon de référence de dimensions définies avec une entaille de formes diverses (U ou V) à l'aide d'un " mouton-pendule ". L'énergie consommée pour rompre une éprouvette de référence est la différence d'énergie potentielle entre la hauteur de chute du "mouton" et celle à laquelle il remonte après avoir rompu l'éprouvette Figure II.8.



**Figure II.8** Essai de choc Charpy [124].

Si le spécimen est assez fragile, le « mouton » s'élèvera à la même hauteur d'où il a chuté; au contraire, s'il est trop dur, il ne se cassera pas et le pendule ne remontera pas du tout. L'énergie de rupture, ainsi définie, est appelée en élasticité : la résilience.

La résilience, généralement notée KCV ( $K_v$  : symbole de la résilience,  $V$  : entaille en V ), se calcule par l'expression II.4 [124]:

$$K_{CV} = \frac{P_m \cdot \Delta h}{S} \quad (\text{II.4})$$

Alors que :

$K_{cv}$  : la résilience en  $\text{J}/\text{cm}^2$ .

$P_m$  : poids (marteau + bras) en N.

$S$  : la section nominale au droit de l'entaille en  $\text{cm}^2$ .

#### II.4.2.2 Principe de l'essai Charpy

L'essai de choc, connu sous le nom de test de Charpy, a pour but de mesurer la résistance d'un matériau pour voir comment il se comporte face aux contraintes dynamiques. Pour ce faire, l'échantillon standard avec une entaillée (U ou V) est posé sur deux appuis dans une machine à charpy, et il est rompu sous l'action du marteau d'un pendule qui le pousse en son centre sur la face opposée avec une force soudaine dans une très courte période de temps, figure II.9.



**Figure II.9** Marteau d'un pendule et les appuis dans une machine à charpy.

La valeur résultante de la différence entre l'énergie potentielle du pendule au début de l'essai (initiale) et l'énergie à la fin de l'expérience (finale), après correction des pertes dues au frottement, le cas échéant, est l'énergie nécessaire pour déformer et rompre l'éprouvette, et la

résilience du matériau KCV est représentée en divisant l'énergie nécessaire pour se déformer (rupture) par la section nominale au niveau de l'entaille, cette grandeur est exprimée en Joules par  $\text{cm}^2$  [125].

#### II.4.2.3 Procédure expérimentale

Essais de choc Charpy, les tests de résistance à la rupture sont une partie critique du processus d'évaluation de la sécurité et de la fiabilité, pour résoudre les problèmes concernant la fissuration [126]. L'énergie d'impact Charpy (Toughness impact) du matériau est la propriété de la résistance du matériau à la rupture lorsqu'il est soumis à des contraintes brutales. Les échantillons ont été préparés selon la norme ASTM-A370, sous la forme d'un prisme à quatre dimensions avec les mesures suivantes ( $10 \times 10 \times 55$  mm), avec une encoche en V d'une profondeur de 2 mm pour chaque cas. Les spécimens ont été testés avec un marteau pendule Charpy dans une machine "Karl frank Gmbh Weinheim Birkenau" type "53565", avec un marteau 4J représenté sur la figure II.10.



**Figure II.10** Machine "Karl frank Gmbh Weinheim Birkenau" type "53565", avec un marteau 4J.

#### II.4.3 Distribution de Weibull

L'analyse de Weibull est le meilleur outil statistique utilisé pour expliquer le comportement fragile des matériaux tels que les fibres naturelles [127]. La fonction de densité de probabilité (PDF) d'une variable aléatoire ayant une distribution de Weibull à trois paramètres est donnée par l'équation suivante :

$$f(k) = \frac{\alpha}{\beta} \left( \frac{\sigma - \mu}{\beta} \right)^{\alpha-1} \cdot e^{-\left( \frac{\sigma - \mu}{\beta} \right)^\alpha} \quad (II.5)$$

Ou  $\alpha$ ,  $\beta$ , et  $\mu$  sont les paramètres de forme, d'échelle et de localisation de la distribution de Weibull trois paramètres [128]. Si le paramètre de forme  $\alpha=1$ , la distribution de Weibull est appelée distribution exponentielle utilisée pour étudier la fiabilité [129].

La fonction de distribution cumulative (CDF) (également connue sous le nom de distribution de défaillance) détermine la fonction de densité de probabilité d'une distribution de Weibull à trois paramètres par l'équation (II.6) [13, 123].

$$F(k) = 1 - e^{-\left( \frac{\sigma - \mu}{\beta} \right)^\alpha} \quad \sigma > \mu \quad (II.6)$$

Les matériaux composites, en raison de leur irrégularité et de leur fragilité, présentent des propriétés mécaniques dispersées [130].

Supposons  $\mu = 0$  dans l'équation (II.5)

$$f(k) = \frac{\alpha}{\beta} \left( \frac{\sigma}{\beta} \right)^{\alpha-1} \cdot e^{-\left( \frac{\sigma}{\beta} \right)^\alpha} \quad (II.7)$$

A partir de l'équation (II.7) on trouve :

$$F(k) = 1 - e^{-\left( \frac{\sigma}{\beta} \right)^\alpha} \quad (II.8)$$

Si la valeur du paramètre de position décrit dans l'équation (II.5) est égale à zéro ( $\mu = 0$ ), alors la distribution de Weibull, dans ce cas, est bimodale. Lors de la recherche de fibres unitaires synthétiques et naturelles, la formule proposée dans l'équation (II.8) est plus largement utilisée, par exemple, à partir de palmier, sisal, chanvre, lin, et Agave Americana. Cependant, certaines études utilisent également cette formule pour le cas des faisceaux de fibres de verre et de carbone [123, 131]. Le module de Weibull est une mesure de la variabilité des résultats, où une valeur faible pour le paramètre de forme «  $\alpha$  » indique un large éventail de résultats, tandis qu'une valeur élevée indique la proximité des valeurs à la valeur de la contrainte de rupture. Ainsi, la valeur de «  $\alpha$  » peut être interprétée comme indiquant la fiabilité du matériau [132].

En simplifiant et en réarrangeant l'équation (II.8), on obtient l'expression suivante :

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-F(k)}\right)\right) = \ln(x) \quad (II.9)$$

Graphiquement, si Y est tracé en fonction de X, avec [133]:

$$X=\ln(x), Y = \ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-F(k)}\right)\right) \quad (II.10)$$

Pour estimer la probabilité cumulée de défaillance  $P_i$ , quatre indicateurs de probabilité sont largement utilisés pour calculer les estimations et ils sont illustrés dans les équations (II.11- II.14) [123].

Équation II.11 : Rang médian (Bénard).

$$P_i = \frac{i-0,3}{n+0,4} \quad (\text{II.11})$$

Équation II.12 : Kaplan-Meier modifié (Rankit, Hazen).

$$P_i = \frac{i-0,5}{n} \quad (\text{II.12})$$

Équation II.13 : rang moyen (troupeau-Johnson, Van Der Waerden).

$$P_i = \frac{i}{n+1} \quad (\text{II.13})$$

Équation II.14 : Kaplan-Meier.

$$P_i = \frac{i-0,375}{n+0,25} \quad (\text{II.14})$$

## II.5 La biodégradabilité

Afin de déterminer l'étendue de la dégradation du matériau et la période nécessaire à sa décomposition, le processus de biodégradation dans la nature a été simulé comme suit :

### II.5.1 Enfouissement dans le sol

Dans cette expérience (Figure II.11), trois types de composites produits ont été enterrés, qui sont :

- ✓ 40 % glycérine 0 % fibres ;
- ✓ 40 % glycérine 5 % fibres ;
- ✓ 40 % glycérine 10 % fibre.

avec un poids égal à 10 g dans quatre supports de formes différentes :

- Sol argileux humide.
- Sol argileux sec.
- Sol sablonneux humide.
- Sol sablonneux sec.

Les conteneurs ont été conservés dans un endroit bien ventilé à température ambiante pendant 10 semaines. Pendant cette période, les échantillons sont pesés à chaque fois.



**Figure II.11** Enfouissement dans le sol.

La perte de poids des échantillons a été calculée comme suit :

$$\text{Perte de masse (\%)} = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100 \quad (\text{II.15})$$

Avec :

$m_i$  : masse initiale des échantillons.

$m_f$  : masse des échantillons après un temps  $t$  (jours).

### II.5.2 Dégradation en milieu aqueux

Dans cette expérience, des échantillons de composites à base d'amidon (40 % glycérine, 0 % fibres, 40 % glycérine 5 % fibres et 40 % glycérine 10 % fibres, d'un poids égal à 10 g) ont été immergés dans l'eau puis conservés pendant 10 semaines à température ambiante (figure II.12). Pendant cette période, les échantillons sont régulièrement extraits de l'eau à chaque fois, et ils sont pesés à l'aide d'une balance, pour connaître la variance de masse des différents échantillons, afin d'étudier leur comportement vis-à-vis de l'eau.



**Figure II.12** Dégradation en milieu aqueux.

## II.6 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté les différents matériaux utilisés dans cette recherche, à savoir l'amidon et les fibres de Diss et le composite issu de ces matériaux. La disponibilité en abondance du Diss a suscité l'envie d'envisager une exploitation d'envergure, et son utilisation dans l'industrie des matériaux sources de biorenforts. Les fibres extraites constituent une matière première économique et stratégique pouvant être exploitée dans divers secteurs de la construction mécanique (matériaux composites, textile, ...), pourvu que l'on caractérise leurs comportements (caractéristiques mécaniques, caractéristiques physicochimiques,...), car ces matériaux répondent bien aux exigences préconisées par les différents secteurs industriels, dans notre cas, le choix des fibres de Diss comme renfort est un excellent choix, car nous remarquons une bonne compatibilité entre ces fibres cellulosiques et les matrices Amidon choisies.



Chapitre III

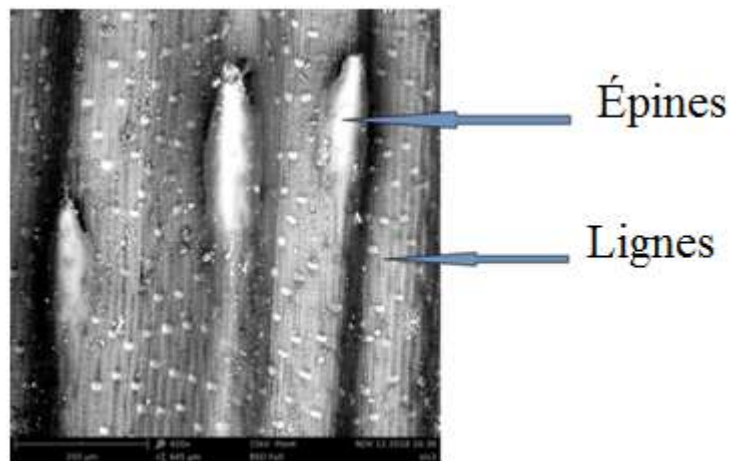
*Résultats et discussion*

### III.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous commençons par une analyse structurale des fibres en les examinant au microscopique, suivi d'une évaluation de leur densité. Ensuite, nous présentons les résultats obtenus, des différents tests expérimentaux effectués suivis des interprétations et remarques nécessaires. Puis, une analyse statistique des résultats de l'étude mécanique sera présentée, enfin des tests de biodégradation clôtureront le chapitre.

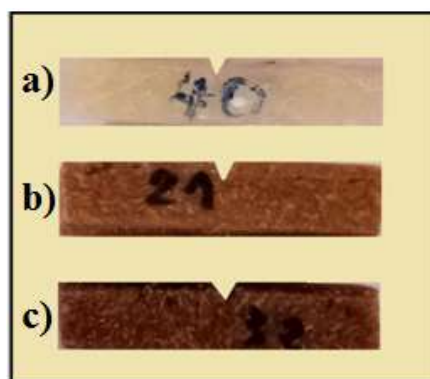
### III.2 Analyse morphologique (MEB)

Un examen au microscope électronique de la surface topographique longitudinale des fibres du Diss illustrée à la figure III.1, révèle une surface rugueuse avec des épines de longueur d'environ 200  $\mu\text{m}$  et de largeur d'environ 80  $\mu\text{m}$ , ce qui confère au composites, lors de sa fabrication, la propriété de renforcement du Diss. L'examen a également révélé la présence de lignes visibles ayant, toutes, la même orientation, recouvertes de petits pores imbriqués répartis sur toute la surface des fibres et qui peuvent être à l'origine du défaut responsable des valeurs dispersives des forces de rupture.



**Figure III.1** Observation au MEB de la structure externe de la fibre de Diss.

### III.3 Préparation de bio-plastique et bio-composite



**Figure III.2** Spécimens (a : amidon bioplastique ; b : amidon bio-composite/5% Diss ; c : amidon bio-composite/10% Diss).

Les Figures III.2 montrent des spécimens avec différents renforts : où la figure III.2.a représente un Bioplastique sans renfort, tandis que la figure III.2.b représente un bio-composite à renfort de 5 % de fibre Diss et la figure III.2.c représente un bio-composite renforcé à 10 % par fibre Diss.

### III.4 Mesure de la densité des fibres Diss

Cinq spécimens de fibres ont été choisis pour la mesure de leur densité à température ambiante. La valeur moyenne de cette densité est égale à  $0,85 \text{ g/cm}^3$ . Ce résultat est une comparaison très intéressante avec d'autre type de fibres aussi bien naturelles que synthétiques. Par exemple, la densité de la fibre de sisal est égale à  $1,45 \text{ g/cm}^3$  [80], et celle de la fibre de verre est égale à  $2,4 \text{ g/cm}^3$  [134]. L'utilisation de fibres Diss en fibre plastique renforcée permet de gagner en un  $\text{m}^3$  un poids égal à 600 Kg sur les fibres de sisal, et de gagner un poids égal à 1550 Kg sur les fibres de verre. D'un autre point de vue, on peut économiser du coût par rapport au prix, que lui a coûté, l'utilisation des fibres de sisal et des fibres de verre.

### III.5 Caractérisations mécaniques des fibres de Diss

#### III.5.1 Essai de traction

Des essais de traction sont effectués sur des fibres sans traitement chimique ou thermique. La figure III.3 montre les courbes contrainte-déformation d'un groupe de fibres à titre d'exemple.

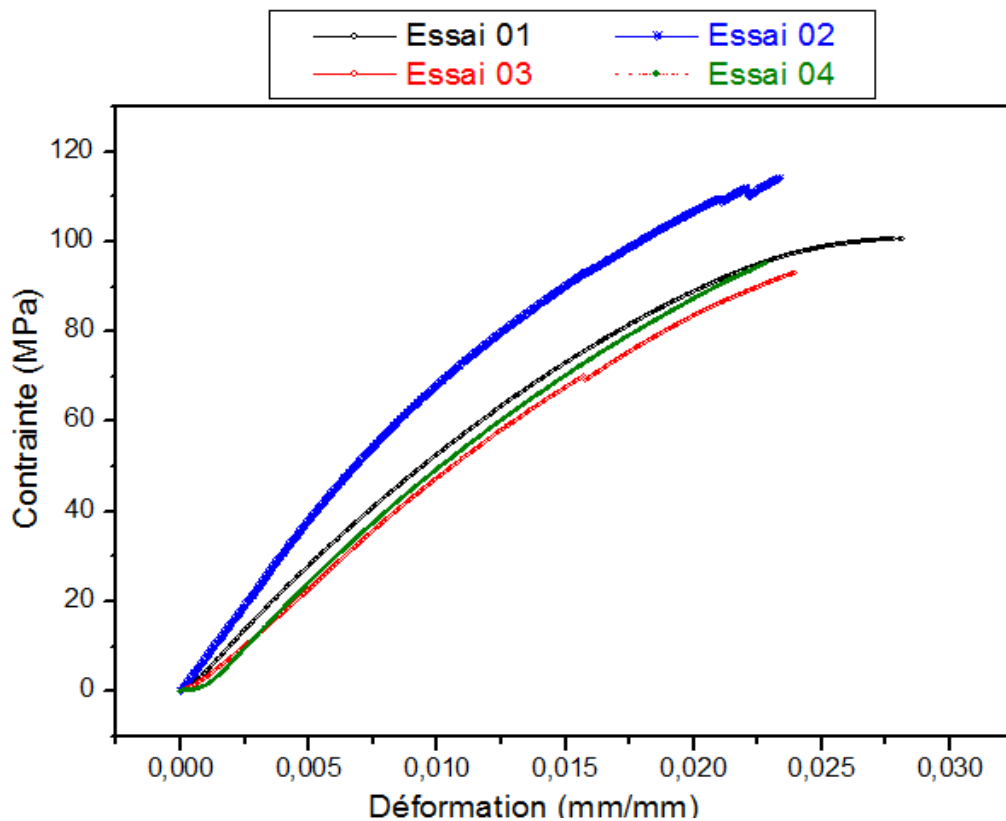


Figure III.3 Courbe contrainte-déformation pour une fibre de Diss.

À partir de la courbe contrainte-déformation (Figure III.3), nous observons que les fibres se comportent comme un matériau linéaire élastiques et ont une rupture fragile, qui commence généralement par des défauts préexistants dans les fibres tels que des fissures. D'après les résultats, on constate, dans la troisième expérience, que lorsque les fibres atteignent la contrainte de rupture (93,07 MPa), elles subissent une déformation égale à 2,39 % tandis que celles de la deuxième expérience quand elles atteignent la contrainte de rupture (114,18 MPa), elles subissent une déformation égale à 2,33 %. Cette différence entre les valeurs est due à plusieurs facteurs liés aux conditions de l'expérience et/ou aux caractéristiques de la plante, comme son âge, ses défauts et la méthode d'extraction de ses fibres.

De ce qui précède, nous pouvons conclure que les fibres de Diss dans les cas normaux ont une résistance à la traction très élevée d'environ 105 MPa et un module d'élasticité d'environ 8,5 GPa, et que le comportement mécanique des fibres Diss lors de l'exposition à une charge de traction est très raisonnablement compatible par rapport aux travaux antérieurs (pour d'autres types de plantes) bien connus et qui ont fait leurs preuves et présentés dans la littérature. Le tableau III.1 montre les propriétés mécaniques de différentes bio-fibres (végétales).

**Tableau III.1** Comportement mécanique des différents types de fibres végétales.

Fibres	$\sigma$ (MPa)	$E$ (GPa)	$\varepsilon$ (%)	Densités (g/cm <sup>3</sup> )	Réf
Kenaf	930	53	1.6	–	[134]
Sisal	468–640	9.4–22	3–7	1.45	[80]
Ramie	500	44	2	1.5	[135]
Bamboo	140–230	11–17	–	0.6–1.1	[134]
Coir	131-175	4–6	15-40	1.15	[74]
C. cardunculus L	40-60	2.1-6.3	3	1.000	[133]
Flax	345–1100	27.6	2.7–3.2	1.5	[74]
Jute	860	60	2	1.5	[135]
Pineapple	400–627	1.44	14.5	0.8–1.6	[133]
Diss	93-114	7-9	2	0.85	[Présent]

### III.5.2 Essai de choc Charpy

#### III.5.2.1 Résultats enregistrés au cours d'essai Charpy V

L'essai a été mené sur un grand nombre d'échantillons afin d'obtenir les résultats les plus précis. Les échantillons ont été divisés en 18 types répartis en deux groupes. Le premier groupe représente des échantillons de bioplastiques et contient 6 types d'échantillons variables selon le

pourcentage massique de glycérine dans la composition, tandis que le deuxième groupe représente des Biocomposites et contient 12 types d'échantillons variables selon les memes pourcentages.

Les valeurs d'énergie de rupture enregistrées pour chaque échantillon lors des essais sont présentées dans le tableau III.2 et le tableau III.3 les valeurs de Résilience KCV sont obtenues en appliquant l'équation II.4.

**Tableau III.2** Valeurs d'énergie de rupture enregistrées pour les bioplastiques.

% Gly	% Fibre	Epaisseur x10 <sup>-3</sup> m	Largeur x10 <sup>-3</sup> m	Section x10 <sup>-6</sup> m <sup>2</sup>	Energie absorbée à la rupture Kv (Joules)	Energie Moyenne Kv (Joules)	Résilience KCV=kv/s (J/m <sup>2</sup> )	Résilience Moyenne KCV (KJ/m <sup>2</sup> )
10% Gly	0% Fibre	10	10	100	0,1	0,104	1000	1
		10	10	100	0,1125		1125	
		10	10	100	0,1		1000	
20% Gly	0% Fibre	10	10	100	0,125	0,1416	1250	1,4
		10	10	100	0,15		1500	
		10	10	100	0,15		1500	
30% Gly	0% Fibre	10	10	100	1,111111	0,1087	11111,11	10,87
		10	10	100	1,180555		11805,55	
		10	10	100	0,972222		9722,22	
40% Gly	0% Fibre	10	10	100	1,4375	1,4851	14375	14,85
		10	10	100	1,375		13750	
		10	10	100	1,642857		16428,57	
50% Gly	0% Fibre	10	10	100	1,233333	1,72	12333,33	12,41
		10	10	100	1,25		12500	
		10	10	100	1,241666		12416,66	
60% Gly	0% Fibre	10	10	100	0,300476	0,32382	1904,76	3,23
		10	10	100	0,336923		5769,23	
		10	10	100	0,334081		2040,81	

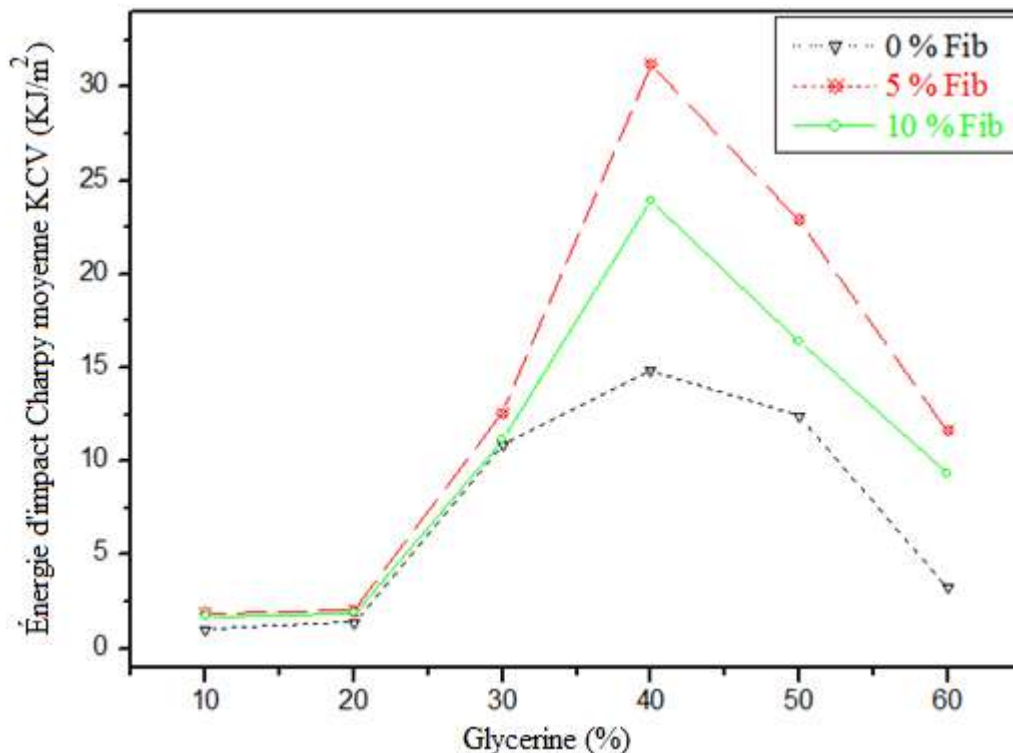
**Tableau III.3** Valeurs d'énergie de rupture enregistrées pour les Biocomposites.

% Gly	% Fibre	Epaisseur x10 <sup>-3</sup> m	Largeur x10 <sup>-3</sup> m	Section x10 <sup>-6</sup> m <sup>2</sup>	Energie absorbée à la rupture Kv (Joules)	Energie Moyen ne Kv (Joules)	Résilience KCV=kv/s (J/m <sup>2</sup> )	Résilience Moyenne KCV (KJ/m <sup>2</sup> )
10% Gly	5% Fibre	10	10	100	0,234375	0,1984	2343,75	1,9
		10	10	100	0,1875		1875	
		10	10	100	0,173611		1736,11	
20% Gly	5% Fibre	10	10	100	0,21875	0,2	2187,5	2
		10	10	100	0,208333		2083,33	
		10	10	100	0,175		1750	
30% Gly	5% Fibre	10	10	100	1,517857	1,257	15178,57	12,58
		10	10	100	1,041666		10416,66	
		10	10	100	1,214285		12142,85	
40% Gly	5 % Fibre	10	10	100	2,9375	3,125	29375	31,25
		10	10	100	3,3125		33125	
		10	10	100	3,125		31250	
50% Gly	5 % Fibre	10	10	100	2,142857	2,2916	21428,57	22,91
		10	10	100	2,535714		25357,14	
		10	10	100	2,196428		21964,28	
60% Gly	5% Fibre	10	10	100	1,1875	1,1666	11875	11,66
		10	10	100	1,125		11250	
		10	10	100	1,1875		11875	
10% Gly	10% Fibre	10	10	100	0,1875	0,1763	1875	1,7
		10	10	100	0,166666		1666,66	
		10	10	100	0,175		1750	
20% Gly	10% Fibre	10	10	100	0,228571	0,1999	2285,71	1,9
		10	10	100	0,185714		1857,14	
		10	10	100	0,185714		1857,14	
30% Gly	10% Fibre	10	10	100	0,11674	0,1113	11674	11,13
		10	10	100	0,11484		11484	
		10	10	100	0,10232		10232	

40% Gly	10% Fibre	10	10	100	2,4375	2,3928	24375	23,92
		10	10	100	2,530864		25308,64	
		10	10	100	2,210144		22101,44	
50% Gly	10% Fibre	10	10	100	1,765625	1,6406	17656,25	16,4
		10	10	100	1,71875		17187,5	
		10	10	100	1,4375		14375	
60% Gly	10% Fibre	10	10	100	1,041666	0,9374	10416,66	9,37
		10	10	100	0,989583		9895,83	
		10	10	100	0,78125		7812,5	

### III.5.2.2 Impact de l'essai de charpy sur les bioplastiques (amidon) renforcés ou sans fibres (Diss)

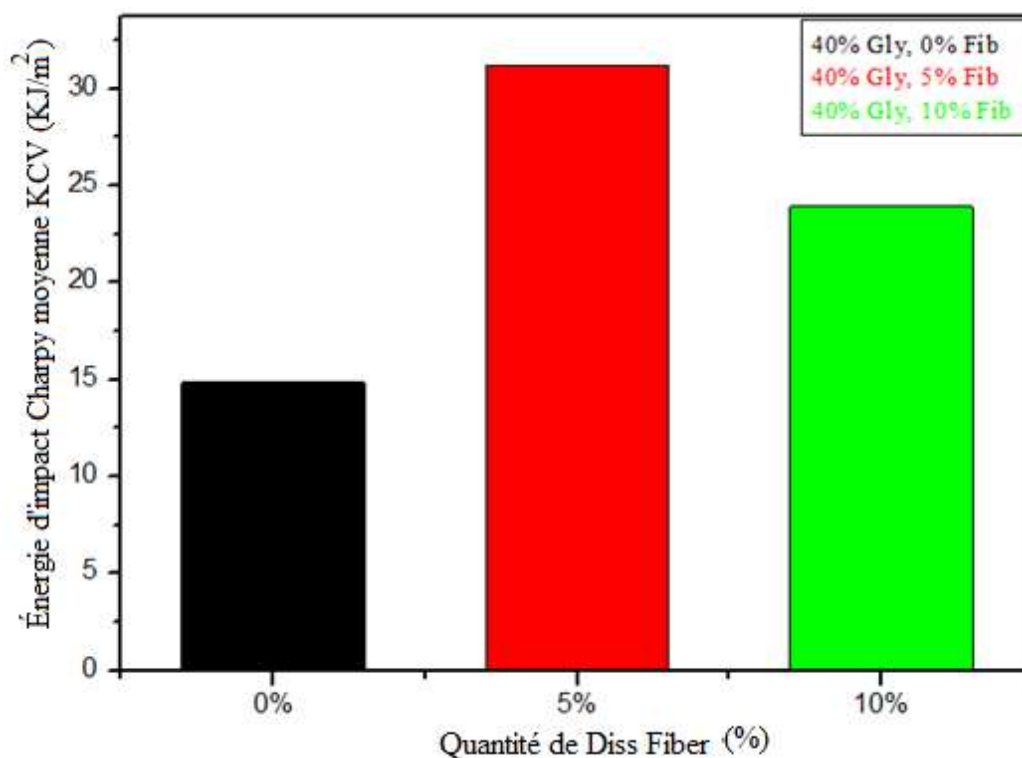
La figure III.4 montre la variation de la résilience moyenne au choc par test Charpy sur les matrices d'amidon ainsi que des bio-composites matrice-fibres "amidon/Diss" de différentes formes de composition.



**Figure III.4** Variation de l'impact Charpy sur du bio-plastique (Amidon) renforcé ou sans fibre Diss.

Les valeurs des résultats, avant et après le renfort fibreux pour les bio-composites avec les pourcentages suivants de glycérine 10 %, 20 % et 30 %, étaient proches et ceci est causé par la nature cassante et fragile de la matrice en raison du faible pourcentage de glycérine dans la composition. Comme pour le reste des échantillons, les valeurs ont varié selon le type de chaque

matrice. La plus grande valeur enregistrée pour la matrice d'amidon est de 14,85 (Kj/m<sup>2</sup>). Ce qui correspond aux échantillons SG40 (40 % de glycérine sans renfort). Quant au renfort en fibres à 5 %, la valeur la plus élevée enregistrée est de 31,25 (Kj/m<sup>2</sup>) ce qui correspond aux échantillons SG40/RF5 (40 % glycérine 5 % fibre renfort). Alors que la valeur maximale enregistrée à 10 % de renforcement est de 23,92 (Kj/m<sup>2</sup>) ce qui correspond aux échantillons SG40/RF10 (40 % de glycérine 10 % de renforcement). La remarque à tirer de ces valeurs maximales est qu'elles ont une composition relative en glycérine égale de 40 % de glycérine. Des résultats similaires suggèrent que le comportement est cohérent avec le comportement observé entre l'amidon et la glycérine lors de l'essai de traction, dans lequel une teneur en glycérine plus faible et plus élevée a conduit à des échantillons très fragiles ou au phénomène d'exsudation de la glycérine, respectivement [9, 136].



**Figure III.5** Énergie d'impact Charpy moyenne d'une matrice (40 % de glycérine) avant et après renforcement.

La figure III.5 montre les résultats obtenus pour les valeurs moyennes de la résilience des matrices (40 % de glycérine) avant et après le renforcement, avec les tests Charpy qui a été mené sur une série d'échantillons. Le renforcement des matrices d'amidon avec des fibres de Diss a considérablement amélioré la rigidité du bio-composite, ce qui est évident pour la matrice (40 % de glycérine), qui a grandement amélioré sa résilience après l'avoir renforcée avec des fibres.

Le module d'énergie d'impact Charpy des bio-composites renforcés de fibres Diss SG40/RF5 (40 % de glycérine avec 5 % de renforcement) était d'environ 31,25 (KJ/m<sup>2</sup>), ce qui



est 2,1 fois supérieur à celui obtenu à partir de la matrice SG40 (40 % de glycérine), et 1,3 fois plus élevé que ceux renforcés avec 10 % de fibres SG40/RF10 (40 % de glycérine à renfort 10 % de fibres). Des résultats similaires suggèrent que l'augmentation de la teneur en fibres dans une matrice renforcée de farine de bois diminue la résistance aux chocs et l'allongement à la rupture [137]. Concernant la caractérisation des biocomposites, leur stabilité a été clairement affectée par l'incorporation de 5 % de fibres de Diss [120]. Sukaree et al [101] ont étudié les effets de la teneur en jacinthe d'eau et d'un revêtement de cire d'abeille sur les propriétés de la mousse d'amidon ils ont montré que la mousse d'amidon avec 5 % en poids de poudre de Jacinthe d'eau avait les meilleures propriétés mécaniques, les plus faibles teneur en humidité et la distribution de taille de cellule la plus uniforme.

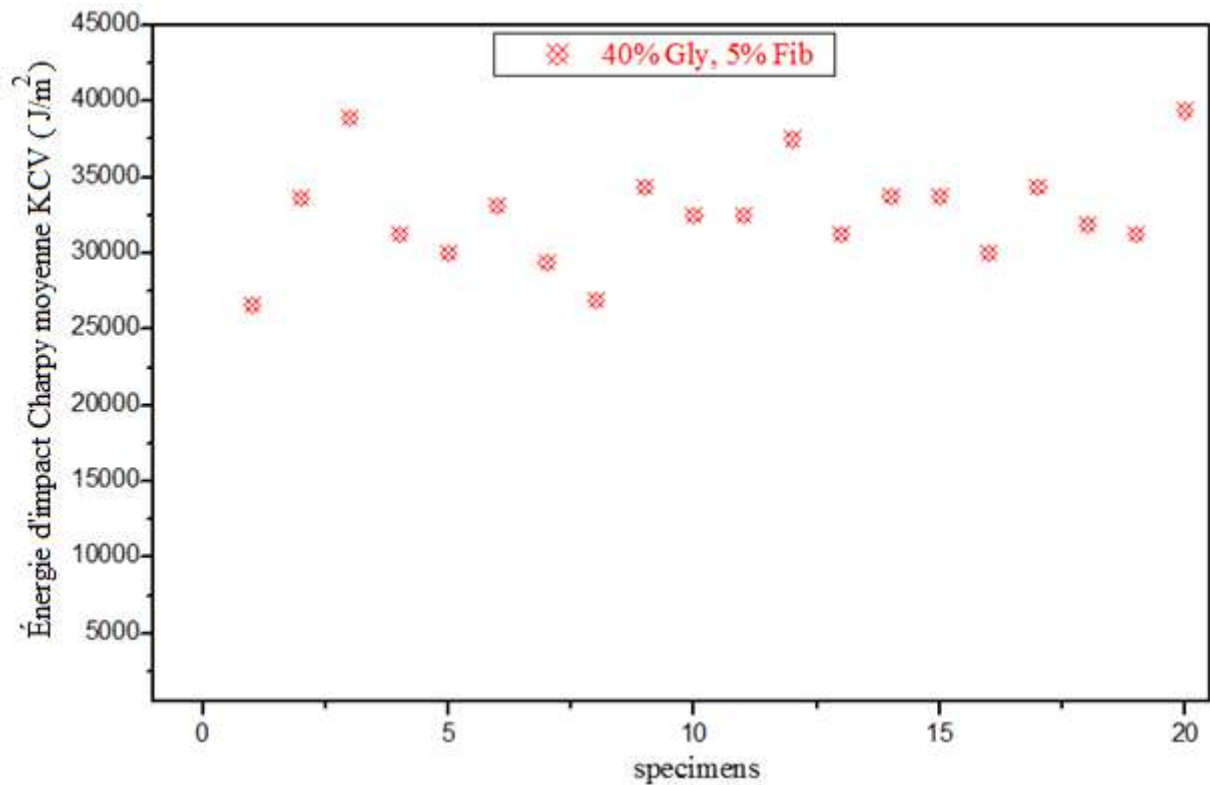
La figure III.6 illustre le comportement de chaque type d'échantillon dans le sens de la force de choc qui lui est appliquée avec un marteau pendule de Charpy, où une rupture accidentelle s'est produite endommageant (cassé) l'échantillon pur SG40 en deux parties distinctes (figure III.6.a) avec une force de 14,85 (KJ/m<sup>2</sup>), alors que cette force était insuffisante pour casser les échantillons renforcés de fibres (figure III.6.b et III.6.c). Ce renfort a nécessité une surface de rupture relativement plus importante et une énergie d'impact plus élevée requise pour rupture. L'incorporation de fibres entraîne une différence significative par rapport au composite pur (0 % de fibres), entraînant une rupture complètement transversale [6].



**Figure III.6** Aspect macrostructure des éprouvettes (Glycérine à 40 %) avant et après renforcement déformées après l'essai de charpy (a : bio-plastique SG40, b : bio-composite SG40/RF5, c : bio-composite SG40/RF10).

De plus, le pourcentage de fibres ajoutées affecte la résistance de l'échantillon au chocs, ce qui signifie qu'une augmentation excessive des fibres entraîne une diminution de la capacité des échantillons à résister au choc, de sorte que le rapport idéal de renforcement des fibres doit

être pris en compte et qui est de 5 %. Des résultats similaires ont mis en évidence cela sur d'autres fibres. Elfehri Borchani et al. [138] ont constaté que la ductilité des biocomposites diminue quelque peu avec une augmentation de la charge en fibres Alfa de plus de 15 % en poids. En outre, Morreale et al. [137] ont préparés des biocomposites à base d'amidon renforcé de la farine de bois, sous forme de fibres courtes, ils ont montré que la ductilité du matériau diminue rapidement lors de l'augmentation de la teneur en fibres de plus de 30 % en poids. Nos avons, aussi, constaté que ces spécimens SG40/RF5 ne cassent pas complètement (figure III.6 c), mais se plie, plutôt, légèrement en raison de la déchirure d'une partie des fibres et du retrait de l'autre au niveau de l'incision, ce qui réduira la force de l'impact du choc. En d'autres termes, si toutes les fibres étaient cassées et que l'échantillon était coupé en deux parties, l'énergie de choc absorbée serait supérieure à celle enregistrée et qui est de 31,25 (KJ/m<sup>2</sup>).

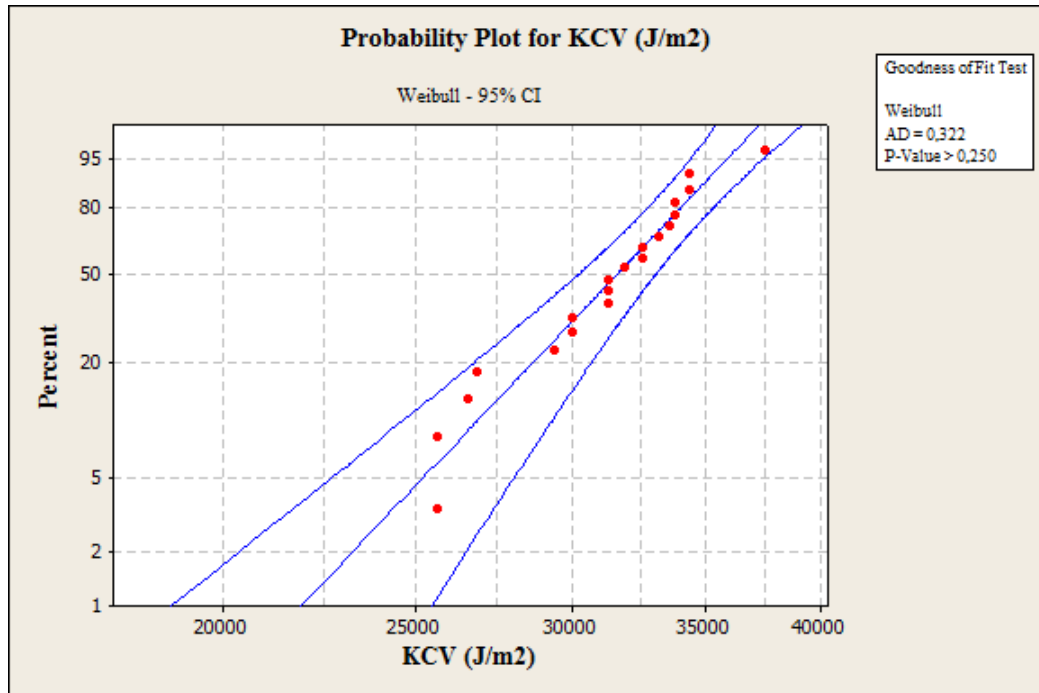


**Figure III.7** Variation des valeurs de résilience d'un test Charpy de bio-composites 5 % amidon/Diss (SG40/RF5).

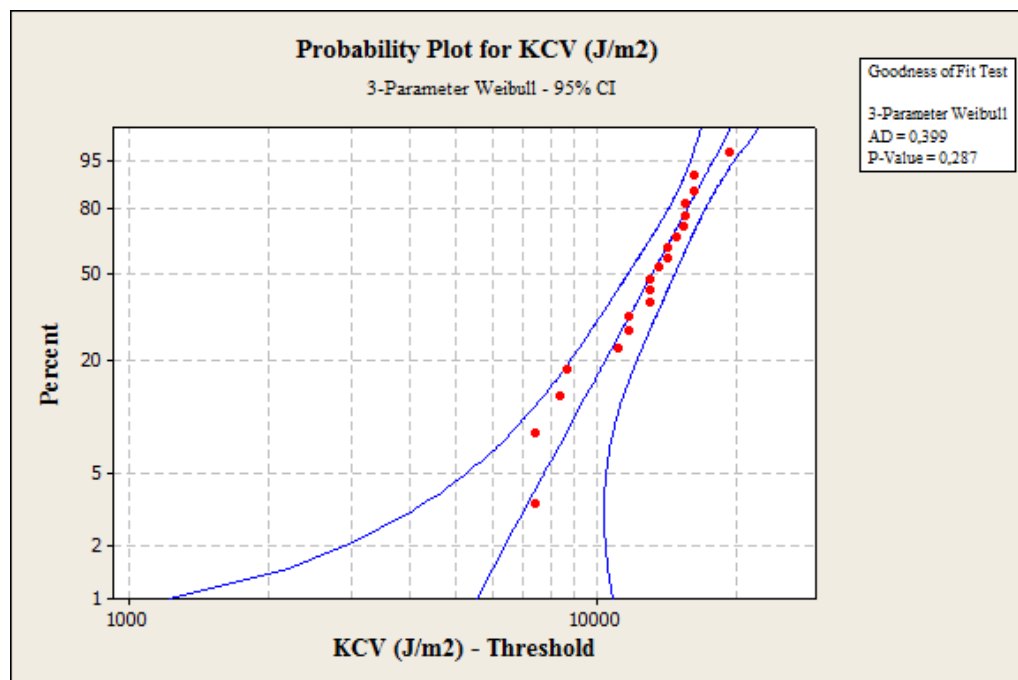
La figure III.7 montre la variation des valeurs de résilience d'un test Charpy de vingt (20) échantillons de bio-composites amidon/Diss SG40/RF5. Cette variation des valeurs peut être liée principalement aux facteurs qui ont changé au cours de l'essai ou à la présence de défauts dans les caractéristiques de la plante, comme l'âge ou le procédé d'extraction des fibres [133].

### III.5.2.3 Analyse statistique (distribution de Weibull)

Pour déterminer statistiquement l'énergie d'impact de Charpy et analyser la dispersion et le degré de variation des résultats obtenus, ainsi que l'étendue de leur capacité d'étude par la loi de Weibull (2P, 3P) d'en déterminer laquelle est la plus appropriée, pour cela, nous avons utilisé le programme Minitab version 16, de sorte que les résultats étaient comme indiqués dans les figures III.8 (a et b), III.9 et III.10.

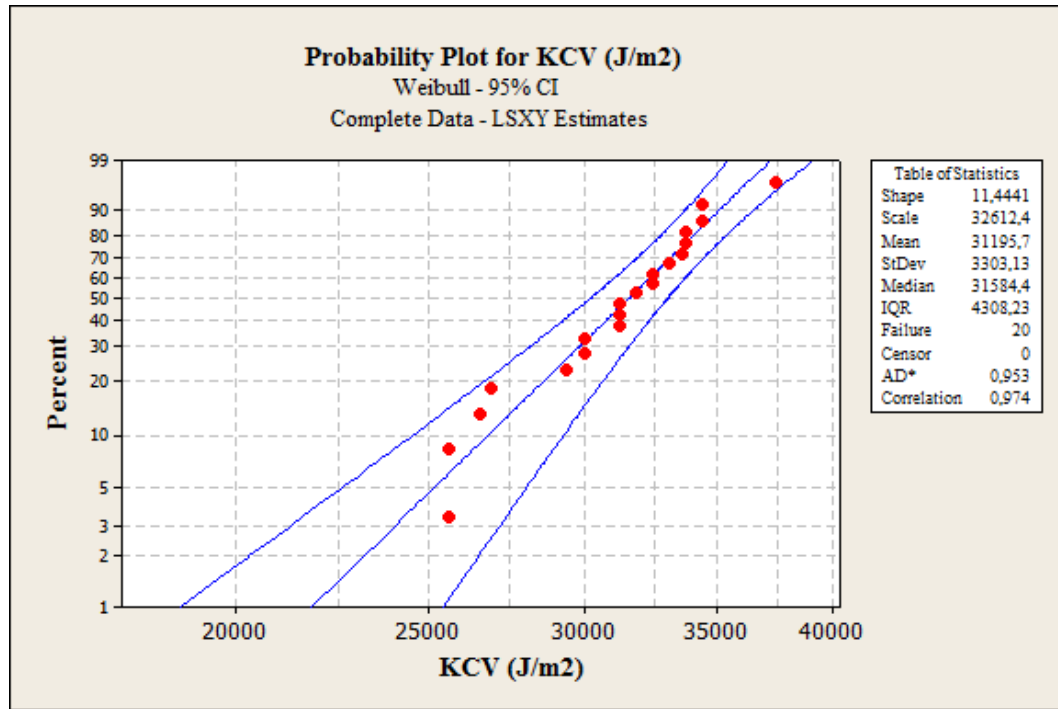


**Figure III.8.a** Test d'identification de distribution individuelle des valeurs dans la distribution de Weibull (2P).

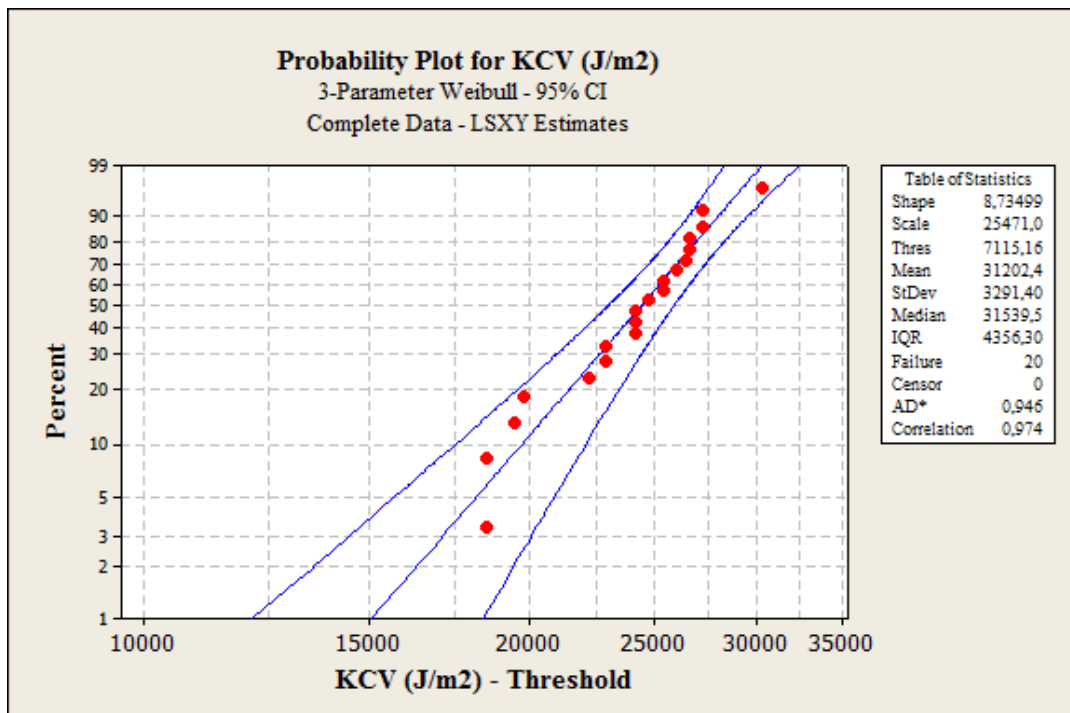


**Figure III.8.b** Test d'identification de distribution individuelle des valeurs dans la distribution de Weibull (3P).

Les figures III.8 (a et b) représentent le test de capacité à étudier les valeurs avec la distribution de Weibull (2P, 3P) et où les résultats étaient comme suit : (AD = 0,399 ; PV = 0,287) pour la distribution de Weibull (3P), et (AD = 0,322 ; PV > 0,250) concernant la distribution de Weibull (2P), montrant que les valeurs peuvent être étudiées par les distributions de Weibull (2P) et (3P) et que les valeurs obtenues peuvent être analysées à l'aide de ces deux distributions.



**Figure III.9** Analyse de distribution paramétrique de la distribution de Weibull (2P).



**Figure III.10** Analyse de distribution paramétrique de la distribution de Weibull (3P).

Le paramètre de forme «  $\alpha$  » de la distribution de Weibull (2P) et (3P) a été déterminé graphiquement par la pente de la courbe représentant une droite linéaire. De même, les paramètres d'échelle et de position peuvent être déterminés.

À travers les figures III.9 et III.10, on peut comparer deux types de probabilités (deux et trois paramètres de Weibull) pour l'énergie d'impact de Charpy. De ce qui précède, nous avons déduis que les paramètres de forme " $\alpha$ " et d'échelle " $\beta$ " de la distribution de Weibull à deux paramètres sont respectivement égaux à 11,44 et 32612,4, tandis que ceux obtenus par Weibull à trois paramètres sont : de forme " $\alpha=8,73$ ", d'échelle " $\beta=25471$ " et de position " $\mu=7115,16$ ".

Les résultats expérimentaux et ceux obtenus statistiquement sont présentés dans le tableau III.4.

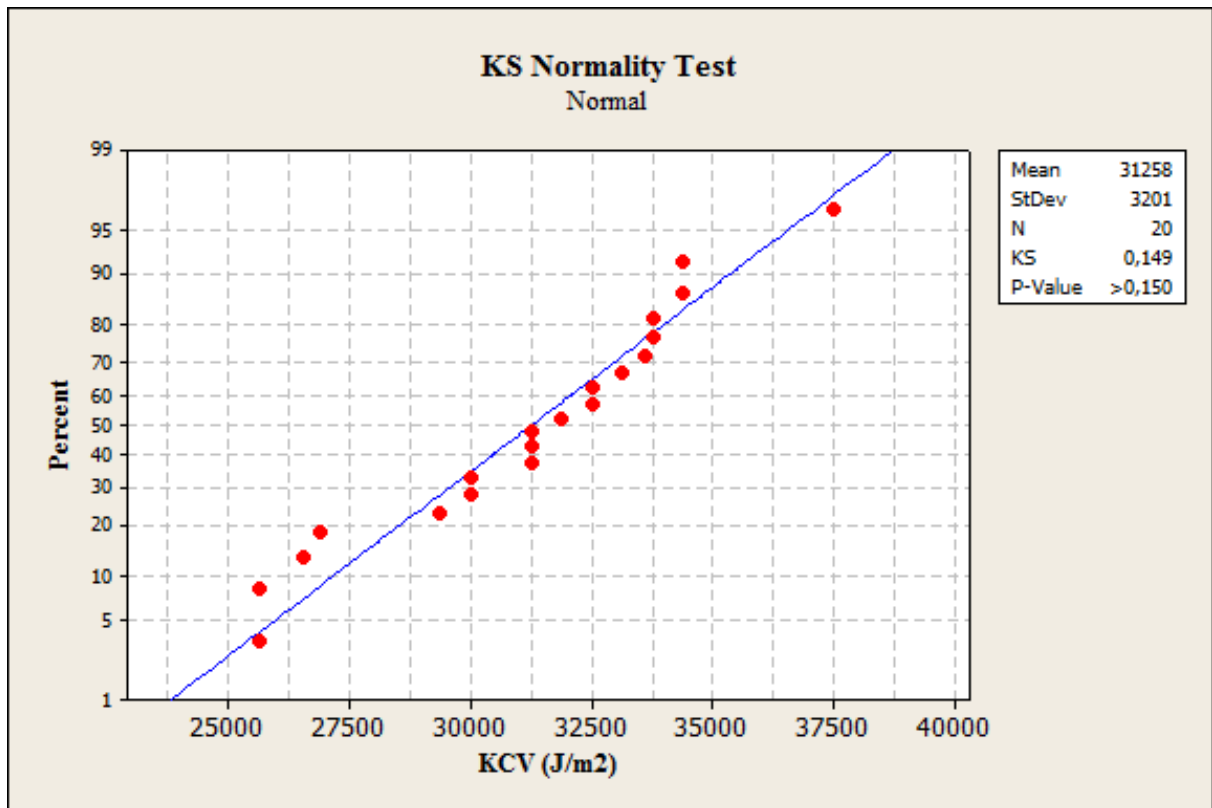
**Tableau III.4** Comparaison des résultats obtenus à partir des données expérimentales et de la distribution de Weibull (2P, 3P).

Paramètres	Résultats expérimentaux	Weibull-2P	Weibull-3P
$\alpha$	-----	11,44	8,73
$\beta$	-----	32612,4	25471
$\mu$	-----	-----	7115,16
Moyenne $\mu$ [J/m <sup>2</sup> ]	31257,81	31195,7	31202,4
Ecart type $\sigma$ [J/m <sup>2</sup> ]	3200,75	3303,13	3291,4

L'analyse des résultats présentés dans le tableau montre que la moyenne expérimentale et l'écart type des valeurs d'énergie d'impact Charpy pour les bio-composites amidon/fibre SG40/RF5 sont respectivement égaux à 31257,81 et 3200,75 (J/m<sup>2</sup>). Tandis que celles obtenues par Weibull à deux paramètres sont 31195,7 et 3303,13 (J/m<sup>2</sup>), respectivement, et les valeurs obtenues par le Weibull à trois paramètres, dans l'ordre, sont 31202,4 et 3291,4 (J/m<sup>2</sup>).

D'après ce qui précède, nous pouvons dire que la distribution de Weibull à trois paramètres est la méthode la plus appropriée dans notre cas, car les estimations de l'énergie d'impact Charpy moyenne obtenues sont les plus proches de celles obtenues expérimentalement.

Enfin, pour valider les résultats obtenus, on a effectué un test de normalité à l'aide du test de normalité KS avec un réglage de précision de 95 %, le résultat est illustré à la figure III.11.



**Figure III.11** Test de normalité par test K-S.

La figure III.11 représente le test de normalité par K-S pour les résultats obtenus. Ce qui a montré que la valeur statistique de K-S est de 0,149 tandis que  $P\text{-value} > 0,150$ . Par conséquent, on peut dire que les résultats de Weibull sont acceptables selon ce test.

### III.6 La Biodégradabilité

La biodégradabilité des composites produits par enfouissement dans le sol a été évaluée par différents milieux qui diffèrent selon le type de sol et de son humidité, et afin de donner une vision plus globale, les composés ont été immergés dans l'eau pour connaître leur comportement dans ce milieu.

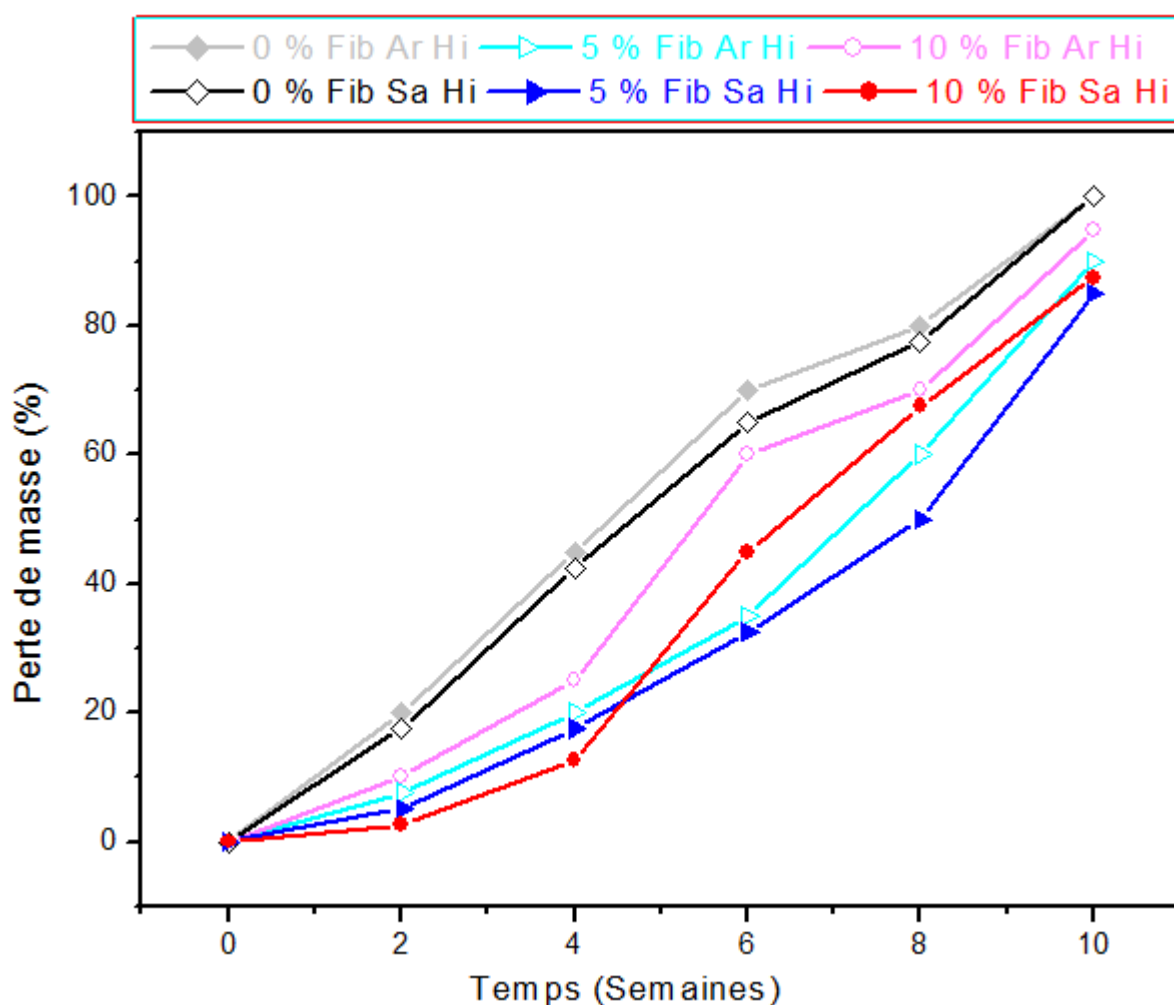
#### III.6.1 Enfouissement dans le sol

L'objectif général des expériences d'évaluation de la biodégradabilité des composés produits est de déterminer l'étendue de la dégradation du matériau ainsi que la période nécessaire à sa décomposition, et pour cela, plusieurs échantillons qui diffèrent par leur composition massique ont été enterrés dans le sol dans différents milieux qui diffèrent selon le type de sol et son humidité.

### III.6.1.1 Enfouissement dans le sol humide

L'objectif de cette expérimentation est d'évaluer la biodégradabilité des composés produits en milieu humide en enfouissant différents échantillons en fonction de leur composition massique dans un sol humide (argileux ou sableux).

Les résultats obtenus sont présentés sur la figure III.12.

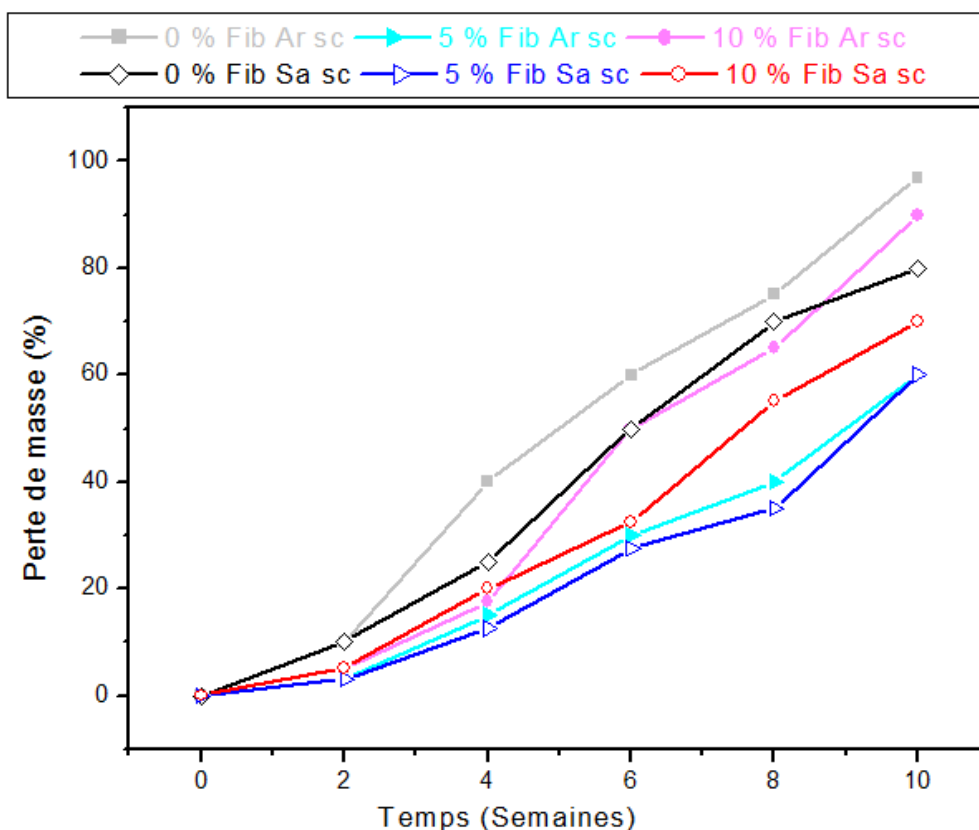


**Figure III.12** Perte de masse (%) de la matrice (40 % de glycérine) avant et après renforcement par le temps dans des milieux humides.

À travers la courbe de perte de masse de la matrice, avant et après renforcement, enfoui en milieu humide (figure III.12), on peut remarquer que la vitesse de dégradation des biocomposites varie selon deux critères : le premier selon le type de composé ou selon la composition massique du biocomposite, et le second selon la qualité du sol, argileux ou sableux. Il ressort de la courbe que la dégradation est plus prononcée dans les milieux argileux humides que dans les milieux sableux humides.

### III.6.1.2 Enfouissement dans le sol sec

L'objectif de cette expérimentation est d'évaluer la biodégradabilité des composés produits en milieu sec en enfouissant différents échantillons en fonction de leur composition massique dans un sol sec (argileux ou sableux). Les résultats obtenus sont présentés sur la figure III.13.



**Figure III.13** Perte de masse (%) de la matrice (40 % de glycérine), avant et après renforcement dans des milieux secs, en fonction du temps.

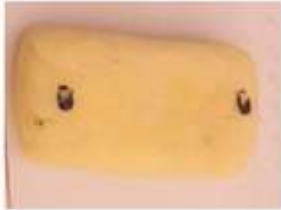








À travers la courbe de perte de masse de la matrice, avant et après renforcement et enfouissement en milieu sec (Figure III.13), on peut remarquer que la vitesse de dégradation des biocomposites varie, aussi, selon deux critères : le premier selon le type de composé ou selon la composition massique du biocomposite, et le second selon la qualité du sol, argileux ou sableux. Il ressort de la courbe que la dégradation en milieu argileux sec est plus accrue qu'en milieu sableux sec.

### III.6.2 Analyse d'images

Des observations visuelles d'échantillons soumis à la biodégradation (Figure III.14) montrent qu'ils commencent à changer de forme et à perdre du poids. Ces changements visibles résultent d'une hydrolyse chimique des échantillons et/ou d'une biodégradation (décomposition par des champignons) qui accélérerait la cinétique de dégradation [139].



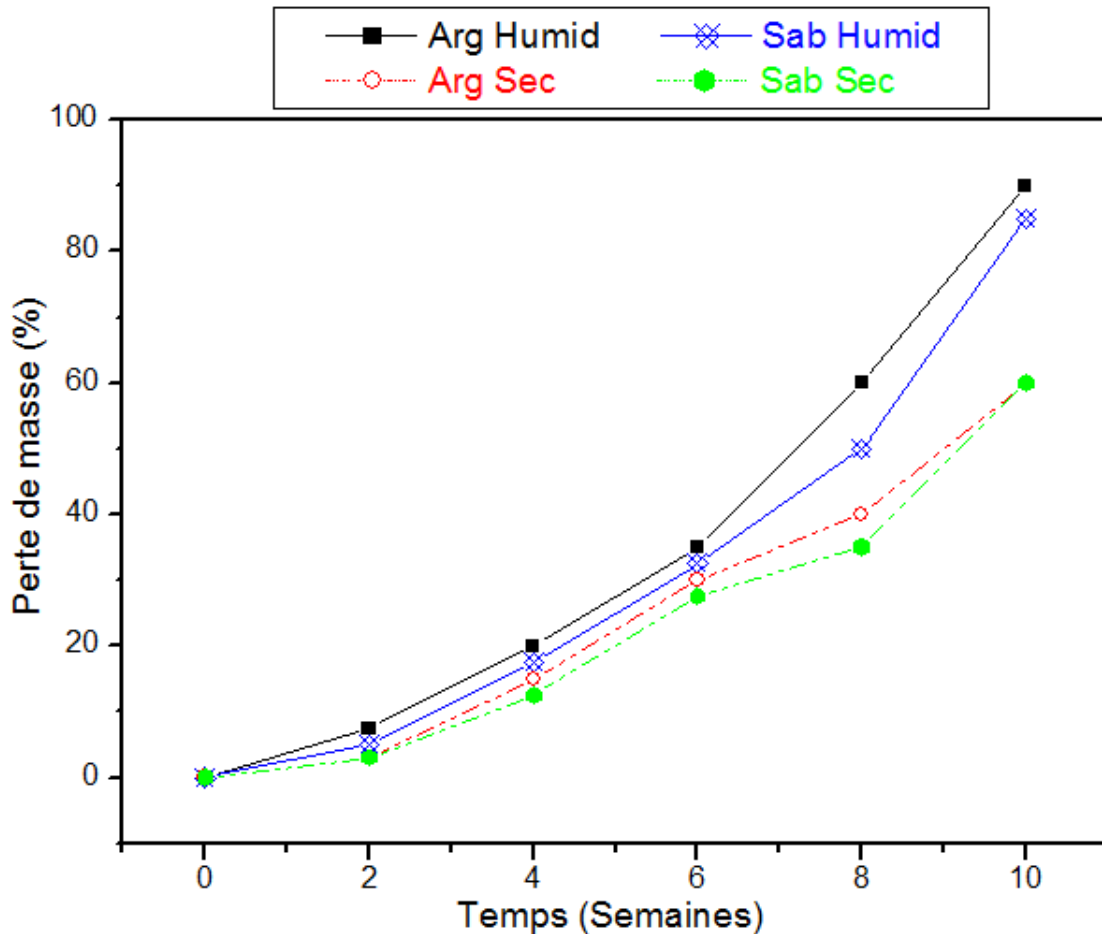
Après quatre semaines d'incubation, on constate que les spécimens, tout en perdant leur poids, perdent également leurs formes et deviennent très fragiles et à la fin de la période d'enfouissement, on constate que les spécimens sont brisés en morceaux, car des parties d'entre elles ont disparus dans le sol et qu'il était difficile de les extraire au sol. Enfin, l'ajout des fibres a légèrement diminué la cinétique de dégradation précisément pour les fibres, car les renforts fibreux ont une structure plus stable que l'amidon [140].

	Bio-plastique SG 40	Bio-composite SG40/RF5	Bio-composite SG40/RF10
Avant enfouissement			
Après 4 semaines			
Après 8 semaines			

**Figure III.14** Observations visuelles des échantillons soumis à la biodégradation.

### III.6.3 Influence du type de milieu d'enfouissement sur la dégradation des Biocomposites

Il ressort de l'étude qui a été menée ci-dessus, que le meilleur composite produit est le Biocomposites SG40/RF5. En conséquence, dans cette partie de l'étude, ce type d'échantillon a été enterré dans quatre milieux différents (Argile humide, Argile sèche, Sable humide et sec Sable) pour voir l'effet de la qualité du milieu sur la vitesse de la dégradation et les résultats obtenus sont montrés dans la Figure III.15.

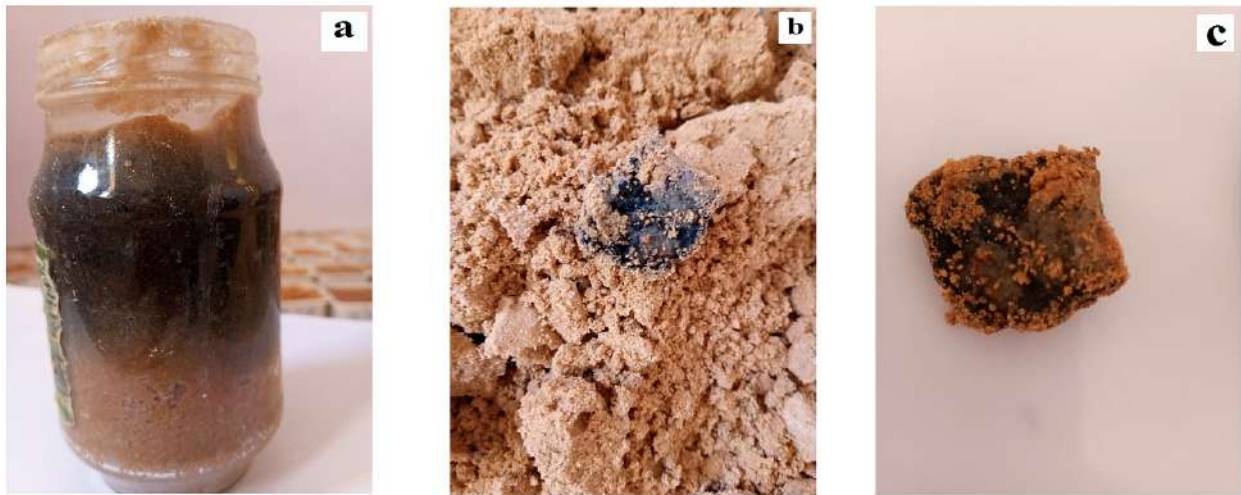


**Figure III.15** Perte de masse des biocomposites SG40/RF5 enfouis dans différents milieux du sol.

À travers la courbe de perte de masse des biocomposites SG40/RF5 enfouis dans différents milieux du sol (Figure III.15), on peut remarquer que le taux de dégradation des biocomposites varie selon le type de sol dans lequel ils sont enfouis. Il ressort de la courbe que la dégradation est plus accentuée en milieu argileux qu'en milieu sableux et en milieu humide plus qu'en milieu sec. Ceci est dû à l'activité des bactéries et des champignons qui est présente dans le milieu argileux humide beaucoup plus que dans les autres milieux.

Au cours des étapes d'enfouissement des échantillons du biocomposite SG40/RF5 dans un sol argileux humide à l'intérieur du récipient en verre transparent (Figure III.16) et avec le début de la dégradation, on a observé un virement de la couleur du sol vers le noir doublé d'une odeur de pourriture. Et en retirant l'échantillon du sol, nous avons constaté que sa couleur a également virée au noir. Cela indique que le composé produit a subi une biodégradation (bactéries et champignons). Les travaux sur la biodégradation des matériaux composites montrent que le temps nécessaire à la décomposition est variable d'une étude à l'autre et dépend

principalement des dimensions des échantillons préparés ainsi que de la nature, de la température et de l'humidité du sol [141].



**Figure III.16** Dégradation en milieu argileux humide (a: sol pendant la dégradation, b et c: biocomposites SG40/RF5 pendant la degradation).

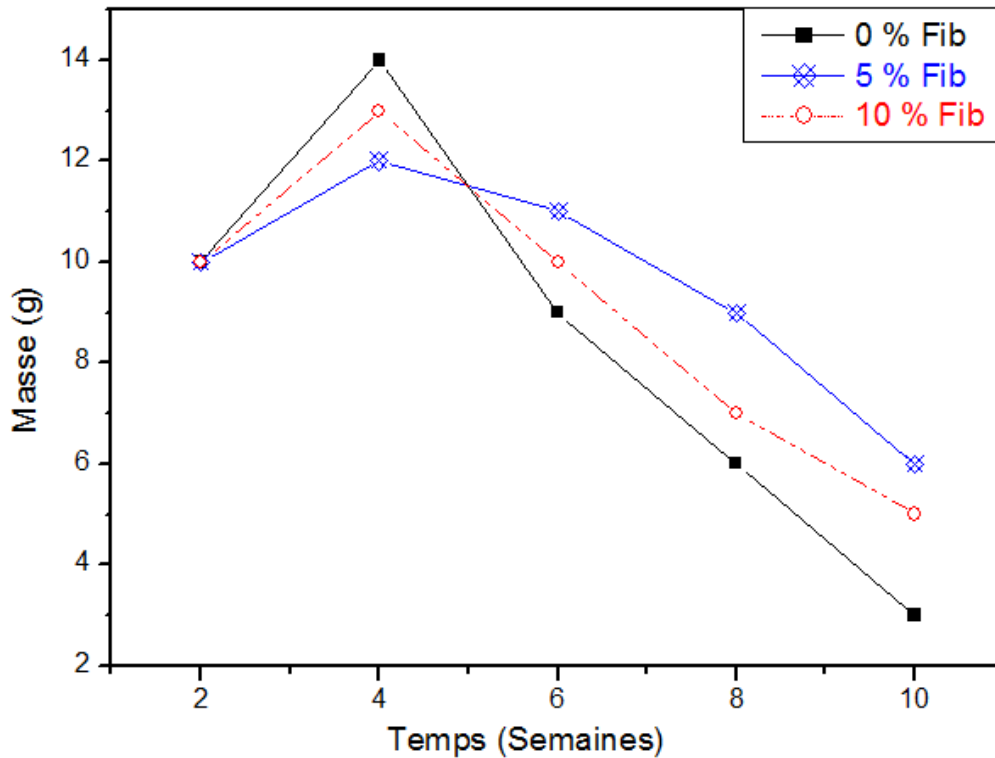
Les travaux présentés sur la biodégradation des matériaux composites montrent que le composite produit est biodégradable et que le temps nécessaire à sa dégradation varie d'un composite à l'autre (selon la composition massique, avec ou sans renfort) et d'un milieu d'enfouissement à l'autre (sol, sable, humide ou sec). Dans la littérature, les travaux menés sur la biodégradabilité des composites montrent que l'effet des fibres de renfort sur la vitesse et la facilité de biodégradabilité des matériaux dépend de la nature du polymère dans lequel elles sont introduites ainsi que de la capacité d'absorption d'eau [142, 143].

#### III.6.4 Dégradation en milieu aqueux

Dans la deuxième partie des expérimentations destinées à l'évaluation de la biodégradabilité des composés produits, et afin de donner une vision plus complète du comportement du composé vis-à-vis de la détérioration, nous avons remplacé le milieu du sol par un milieu aqueux où plusieurs échantillons qui diffèrent en termes de leur composition massique ont été immergés dans l'eau pour voir leur comportement dans ce milieu. La dégradabilité des composés produits dans le milieu aqueux est évaluée en enregistrant les mesures de masse d'échantillons avant immersion dans l'eau puis après immersion à différents intervalles (figure III.17).

De la figure III.17 on constate une augmentation du poids des échantillons au départ, et cela est dû à la capacité des composites à absorber l'eau. On note également que l'absorbabilité varie en fonction du pourcentage de renforcement. L'absorption d'eau est grande pour le

composite sans renfort, et cette absorption diminue dans les composites renforcés de fibres 5 %. Après saturation des échantillons en eau, on constate que le poids commence à diminuer, mais dans des proportions variables selon le type de composite, cette diminution est due au processus de dégradation. Il découle de l'expérience que le renforcement des composites avec des fibres réduit le processus de dégradation en absorbant moins d'eau.



**Figure III.17** Dégradation en milieu aqueux de la matrice (40 % de glycérine) avant et après renforcement par le temps.

Dans la littérature, des travaux sur la biodégradation des composés montrent que l'incorporation de fibres dans la matrice diminue légèrement le processus de dégradation, car elles absorbent beaucoup moins d'eau que l'amidon [100], et que pour améliorer la résistance à l'eau du composé, on peut le recouvrir de cire d'abeille [101].

### III.7 Conclusion

Dans cette partie expérimentale de notre étude, on s'est intéressé à l'évaluation des caractéristiques des composites amidon/Diss. Des résultats présentés dans ce chapitre, nous pouvons déduire ce qui suit :

- ✓ La surface des fibres Diss est rugueuse en raison de ses épines d'environ 200  $\mu\text{m}$  de long et d'environ 80  $\mu\text{m}$  de large. Les fibres Diss ont une résistance à la traction d'environ 105 MPa et un module d'élasticité d'environ 8,5 GPa et une densité égale à 0,85  $\text{g}/\text{cm}^3$ , ce qui

confère aux fibres du Diss la propriété de renforcement de la fabrication composite, et ce qui en fait un bon choix dans l'industrie du matériau composite.

- ✓ Concernant les résultats de l'essai de Charpy sur des échantillons du matériau composite (amidon/Diss), le module d'énergie d'impact Charpy des bio-composites renforcés de fibres du Diss SG40/RF5 (40 % de glycérine avec 5 % de renforcement) était d'environ 31,25 (KJ/m<sup>2</sup>), ce qui est 2,1 fois supérieur à celui obtenu à partir de la matrice SG40 (40 % de glycérine), et 1,3 fois plus élevé que ceux renforcés avec 10 % de fibres SG40/RF10 (40 % de glycérine renfort 10 % de fibres).
- ✓ Pour l'analyse statistique, la moyenne expérimentale et l'écart type des valeurs d'énergie d'impact Charpy pour les bio-composites amidon/fibre SG40/RF5 sont respectivement égaux à 31257,81 et 3200,75 (J/m<sup>2</sup>), tandis que celles obtenues par Weibull deux paramètres sont 31195,7 et 3303,13 (J/m<sup>2</sup>), respectivement, et les valeurs obtenues par le Weibull à trois paramètres dans l'ordre sont 31202,4 et 3291,4 (J/m<sup>2</sup>). Et les résultats du test de normalité par K-S ont révélé que la distribution de Weibull est acceptable selon ce test. D'après ce qui précède, nous pouvons dire que la distribution de Weibull de trois paramètres est la méthode la plus appropriée dans notre cas.
- ✓ La dégradation des biocomposites varie selon deux critères : le premier selon le type de composé ou selon la composition massique du biocomposite, et le second selon la qualité du sol (argileux ou sableux, humide ou sec...).

Chapitre IV

# *Méthodes d'optimisation*

## IV.1 Introduction

Dans ce chapitre sera dédié à la présentation des principes de base, fonctions et propriétés de l'algorithme génétique, considérée comme étant la méthode la plus efficace pour résoudre les problèmes difficiles de recherche et d'optimisation. Des techniques génétiques seront appliquées aux résultats expérimentaux de l'essai Charpy afin de suggérer le taux massique optimal de glycérine, de Diss pour produire un composé avec un maximum résilience.

## IV.2 Méthodes d'optimisation stochastiques

Les méthodes d'optimisation stochastiques s'appuient sur des mécanismes de transition probabilistes et aléatoires. Cette caractéristique indique que plusieurs exécutions successives de ces méthodes peuvent conduire à des résultats différents pour une même configuration initiale d'un problème d'optimisation.

Ces méthodes ont généralement une capacité plus forte à trouver l'optimum global du problème. Contrairement à la plupart des méthodes déterministes, elles ne nécessitent ni la définition d'un point de départ, ni la connaissance du gradient de la fonction objectif pour atteindre la solution optimale. Cependant, elles demandent un nombre important d'évaluations avant d'arriver à la solution du problème [144].

### IV.2.1 L'algorithme génétique (AG)

L'algorithme génétique (AG) est un algorithme de recherche basé sur les mécanismes de la sélection naturelle et de la génétique, le principe de calcul des algorithmes génétique est inspiré des principes évolutifs darwiniens : les espèces s'adaptent "de génération en génération" à leur environnement par l'acquisition, la sélection et la conservation de certaines caractéristiques [144, 145].

Avant tout, nous allons définir la terminologie utilisée dans la description de la méthode numérique [144]:

- Un individu représente une solution potentielle (candidate) du problème d'optimisation;
- Un gène est la valeur codée d'une seule variable de contrôle;
- Un chromosome (ensemble de gènes) représente numériquement le vecteur de contrôle;
- Une population est formée par l'ensemble des solutions candidates;
- La génération est le passage d'une population à une autre;

- Les parents sont les individus sélectionnés pour former une nouvelle génération.

#### IV.2.1.1 Principe de l'algorithme génétique

Dans l'espace de recherche, les algorithmes génétiques manipulent un ensemble de points, appelé population d'individus. Chaque chromosome ou individu représente une solution possible du problème posé. Il est constitué d'éléments, appelés gènes, dont les valeurs sont appelées allèles. En utilisant des opérateurs inspirés de la théorie de l'évolution (la sélection, le croisement et la mutation) les algorithmes génétiques font évoluer cette population d'individus par générations successives [146].

Le but des algorithmes génétiques est de déterminer les extrêmes d'une fonction  $f : X \rightarrow \mathbf{R}$ , où  $X$  est un ensemble quelconque appelé espace de recherche et  $f$  est appelée fonction d'adaptation ou fonction d'évaluation ou encore fonction fitness.

Pour utiliser l'algorithme, on doit disposer des cinq éléments suivants [144, 146] :

1. Un principe de codage de l'élément de population;
2. Un mécanisme de génération de la population initiale;
3. Une fonction à optimiser. Celle-ci retourne une valeur appelée fitness ou fonction d'évaluation de l'individu;
4. Des opérateurs permettant de diversifier la population au cours des générations et d'explorer l'espace d'état;
5. Des paramètres de dimensionnement : taille de la population, nombre total de générations ou critères d'arrêt, probabilités d'application des opérateurs de croisement et de mutation.

#### IV.2.1.2 Description de l'algorithme génétique

##### a) Codages

Premièrement, il faut représenter les différents états possibles de la variable dont on cherche la valeur optimale sous une forme utilisable par un AG : c'est le codage. Cela permet d'établir une connexion entre les valeurs de la variable et les individus de la population de manière à imiter la connexion qui existe en biologie entre le génotype et le phénotype. Il existe principalement deux types de codage : le codage binaire et le codage réel [144]. Mais le codage binaire entraîne certains problèmes et le codage réel est plus précis [147].



### - Codage binaire

C'est la méthode choisie par le créateur des algorithmes génétiques (Holland) et développée ensuite par son élève (Goldberg) sous le nom de "Théorie des Schémas". Cette théorie suggère de prendre les alphabets les plus réduits possibles pour coder le problème, donc par exemple un codage binaire pour coder des entiers ou des réels. Ce codage permet de faciliter la conception du croisement entre les individus. L'inconvénient majeur de ce codage est qu'une petite variation consistant à changer le bit de poids fort correspond à une modification importante de la valeur entière qui est codée (quand le codage est de type binaire naturel) [144].

### - Codage réel

Peut-être utile notamment dans le cas où l'on recherche le maximum d'une fonction réelle. Les deux seules opérations qui sont différentes des opérations binaires lorsqu'on code en réel sont la reproduction (croisement) et la mutation [144, 148].

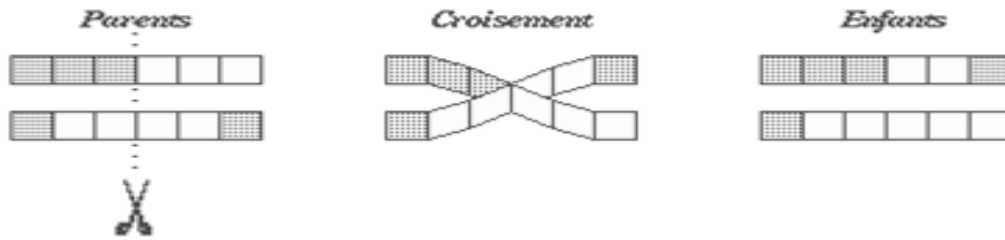
### b) Génération de la population initiale

Ce mécanisme doit être capable de produire une population d'individus non homogène qui servira de base pour les générations futures. Le choix de la population initiale est important, car il peut rendre plus ou moins rapide la convergence vers l'optimum global. Dans le cas où l'on ne connaît rien du problème à résoudre, il est essentiel que la population initiale soit répartie sur tout le domaine de recherche [144].

#### IV.2.1.3 Opérateur de croisement

L'opérateur de croisement permet la création de nouveaux individus selon un processus fort simple. Il permet donc l'échange d'information entre les chromosomes "individus" (Figure IV.1). Tout d'abord, deux individus, qui forment alors un couple, sont tirés au sein de la nouvelle population issue de la reproduction. Enfin, selon une probabilité  $P_c$  que le croisement s'effectue, les segments finaux (dans le cas d'un seul site de croisement) des deux parents sont alors échangés autour de ce site [144].

- Le croisement double : est plus généralement à plusieurs sites, il permet d'échanger des morceaux de chromosomes compris entre deux sites de croisement.
- Le croisement moyen : il propose de calculer la moyenne de certains gènes choisis au hasard chez les deux parents.
- Le croisement multi parental : il consiste à combiner les gènes de plus de deux parents en utilisant par exemple la méthode du simplexe pour orienter la recombinaison.

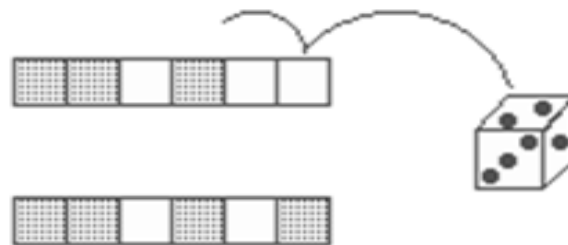


**Figure IV.1** Croisement [144].

#### IV.2.1.4 Opérateur de mutation

Il permet de transformer au hasard le codage d'un individu afin d'apporter une certaine diversité dans la population et empêcher que celle-ci converge trop vite vers un seul type d'individu parfait, incapable de sortir d'un minimum local. La mutation est réalisée en modifiant un gène d'un individu pris au hasard (Figure IV.2). L'amplitude de la modification peut-elle même être déterminée aléatoirement où correspondre à une valeur fixée [144].

Très couramment, la mutation consiste à rajouter + 1 ou - 1 à la valeur d'un gène, suivant une probabilité de mutation qui est en général assez faible : comprise entre 0,001 et 0,005 [144]. En général, la mutation permet de garder une diversité dans l'évolution des individus et d'éviter les optimums locaux [149].



**Figure IV.2** Mutation [144].

#### IV.2.1.5 Principes de sélection

L'opération de sélection se base essentiellement sur l'évaluation des solutions qui consiste à donner une valeur à un chromosome en fonction de sa qualité, la sélection permet d'identifier statistiquement les meilleurs individus d'une population et d'éliminer partiellement les mauvais [149].

La sélection s'effectue de différentes façons : Généralement elle est réalisée à partir d'un tirage probabiliste basé sur le principe de la "Roue de la fortune" découpée en secteurs. Chaque secteur correspond à un individu de la population, la superficie de chaque secteur étant proportionnelle à la réponse de la fonction objective : plus un individu est adapté, plus le secteur

qui lui correspond est grand. C'est la méthode préconisée par (Holland) et (Goldberg) et c'est aussi la plus employée. On obtient donc une roue de la fortune découpée en quatre secteurs (pourcentages arrondis à la valeur entière) : Pour réaliser la sélection, il suffit de faire "tourner" la roue de la fortune autant de fois qu'il y a d'individus dans une population. Comme on le voit sur l'exemple (Figure IV.3), l'individu trois qui a la meilleure fonction objective, se voit attribuer une portion plus importante de la roue. Si la loi de distribution est répartie uniformément de 0 à 1, chaque tirage à une probabilité de 0,303 de tomber sur le secteur qui correspond à l'individu 3. De cette façon, les individus bien adaptés ont un plus grand nombre de chances d'être utilisés pour la reproduction de la génération suivante [144].

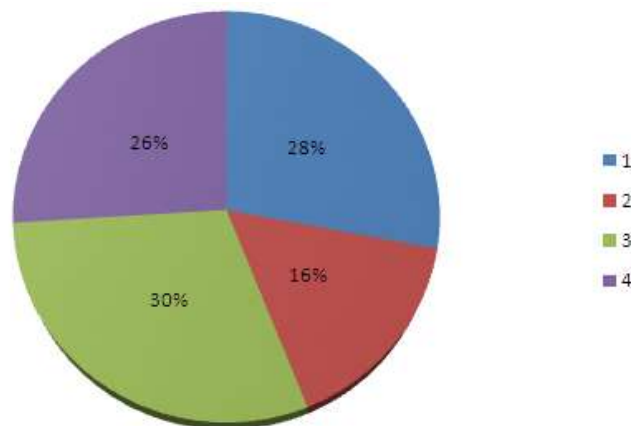


Figure IV.3 Sélection par roue de la fortune [144].

#### IV.2.1.6 Autres paramètres de l'algorithme génétique

Les opérateurs de l'algorithme génétique sont guidés par un certain nombre de paramètres fixés à l'avance. La valeur de ces paramètres influence la réussite ou non d'un algorithme génétique. Ces paramètres sont les suivants [144] :

- La taille de la population  $N$  et la longueur du codage de chaque individu  $l$ . Si  $N$  est trop grand, le temps de calcul de l'algorithme peut s'avérer très important, et si  $N$  est trop petit, il peut converger trop rapidement vers un mauvais chromosome;
- La probabilité de croisement  $P_c$  : elle dépend de la forme de la fonction de fitness. Son choix est en général heuristique. Plus elle est élevée, plus la population subit de changements importants. Les valeurs généralement admises sont comprises entre 0.5 et 0.9;
- La probabilité de mutation  $P_m$  : Ce taux est généralement faible, puisqu'un taux élevé risque de conduire à une solution sous-optimale. Plutôt que de réduire  $P_m$ , une autre façon d'éviter que les meilleurs individus soient altérés est d'utiliser la reconduite explicite de l'élite dans une certaine proportion.

### IV.2.2 La méthode d'essai particulière (PSO)

L'optimisation par essaim de particule (OEP) ou bien (PSO : Particle swarm optimization), a été inventée par Russel Eberhart et James Kennedy en 1995. Au départ J. Kennedy et R. Eberhart cherchaient à simuler la capacité des oiseaux à voler de façon synchrone et leur aptitude à changer brusquement de direction tout en restant en une formation optimale. Le modèle qu'ils ont proposé à ensuite été étendu en un algorithme simple et efficace d'optimisation. L'optimisation par essaim de particule est une technique utilisée pour explorer l'espace de recherche d'un problème quelconque pour trouver l'ensemble des paramètres qui maximise/minimise un objectif particulier. Cet objectif est atteint en suivant un algorithme [144]. Le mécanisme responsable de la génération de nouvelles solutions potentielles est l'imitation du comportement global du voisinage [150].

### IV.2.3 Méthodologie de la régression linéaire multiple

L'équation IV.1 a été utilisée pour ajuster les données expérimentales pour construire le modèle de la régression linéaire multiple.

$$y = A_0 + A_1x_1 + A_2x_2 + A_3x_1x_2 + A_4x_1^2 + A_5x_2^2 + A_6x_1x_2^2 + A_7x_1^2x_2 + A_8x_1^3 + A_9x_2^3 \quad (IV.1)$$

Où  $X_1$ ,  $X_2$ , sont les valeurs des variables indépendantes,  $Y$  représente la variable de réponse correspondante,  $A_0$  est une constante,  $A_1$  et  $A_2$ , sont les coefficients linéaires,  $A_3$ ,  $A_6$  et  $A_7$  sont les coefficients interactifs,  $A_4$  et  $A_5$  sont les coefficients quadratiques,  $A_8$  et  $A_9$  sont les coefficients cubiques [144].

Par la suite, l'équation (IV.1) est utilisée afin d'estimer la variable de réponse maximale et les variables correspondantes.

## IV.3 Résultats et discussion

### IV.3.1 Base de données expérimentales

Pour mener cette étude, nous avons réalisé dix-huit (18) autres essais avec les paramètres mentionnés dans le tableau IV.1.

Selon la conception expérimentale du tableau IV.1, les échantillons ont été préparés selon la norme ASTM-A370, sous la forme d'un prisme à quatre dimensions avec les mesures suivantes (10×10×55 mm), avec une encoche en V d'une profondeur de 2 mm pour chaque cas. Les spécimens ont été testés avec un marteau pendule Charpy dans une machine "Karl frank GmbH Weinheim Birkenau" type "53565", avec un marteau 4J, les différentes mesures illustrées dans le tableau IV.1.

**Tableau IV.1** Résultats expérimentales de la résilience.

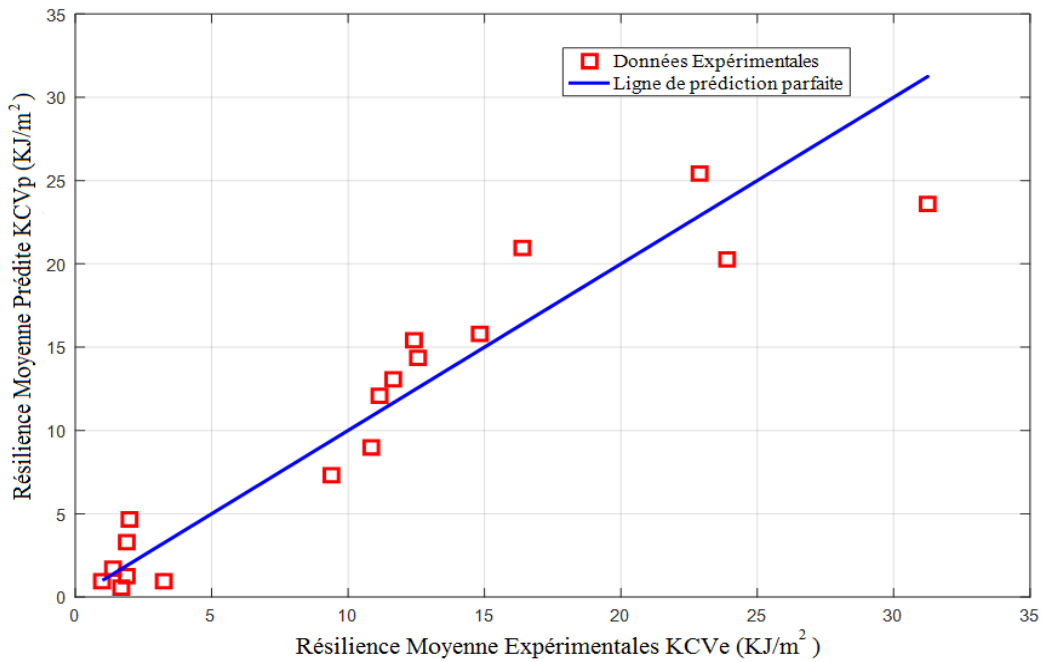
Glycérine (%)	Fibre (%)	Résilience Moyenne KCV (KJ/m <sup>2</sup> )
10	0,00	1,00
20	0,00	1,40
30	0,00	10,87
40	0,00	14,85
50	0,00	12,41
60	0,00	3,23
10	5,00	1,90
20	5,00	2,00
30	5,00	12,58
40	5,00	31,25
50	5,00	22,91
60	5,00	11,66
10	10,00	1,70
20	10,00	1,90
30	10,00	11,13
40	10,00	23,92
50	10,00	16,40
60	10,00	9,37

Dans cette étude, le coefficient de détermination ( $R^2$ ) des variables de réponse est  $R^2=0.89$ , ce qui indique que le modèle modifié pouvait décrire avec succès la progression des performances du matériau dans l'ensemble des tests de cette étude.

Le modèle de la régression linéaire multiple de la résilience est donné par l'équation (IV.2).

$$Kcv = 13,369278 - 213,47032x_1 + 8,99925x_1x_2 + 1003,5883x_1^2 - 0,16845667x_2^2 - 0,672x_1x_2^2 - 1,3589286x_1^2x_2 - 1137,037x_1^3 + 0,014372667x_2^3 \quad (IV.2)$$

Les données de la résilience prédite par le modèle de la régression linéaire multiple ont été tracées par rapport aux données expérimentales correspondantes de la résilience, comme le montre la figure IV.4.

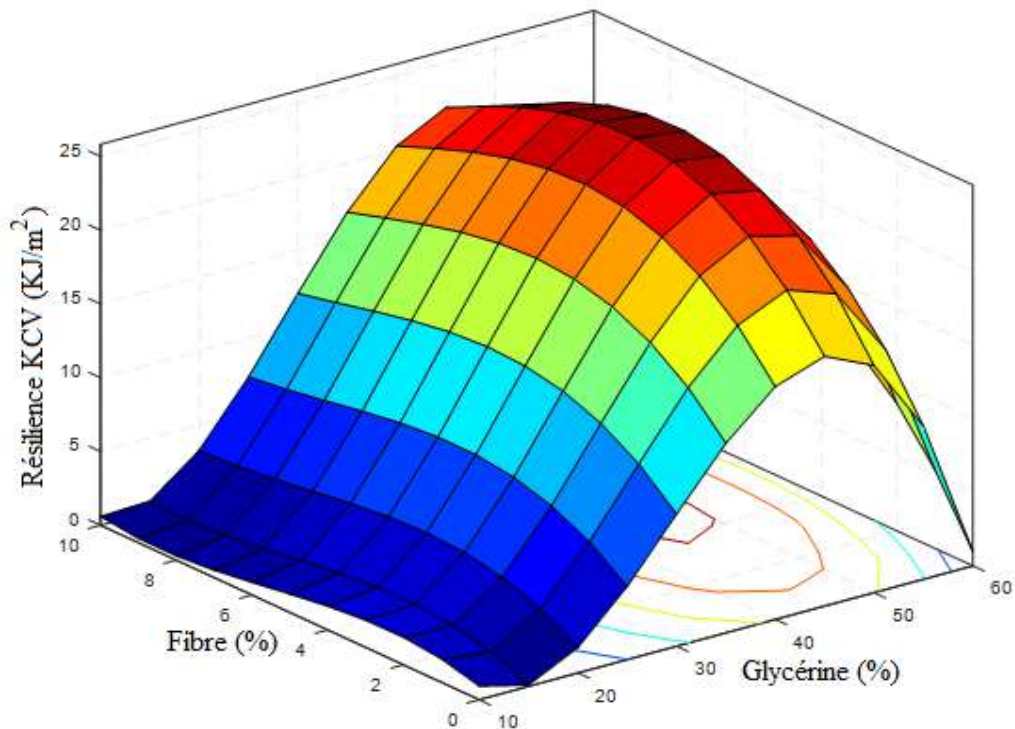


**Figure IV.4** Prédiction de la résilience.

Les prédictions du modèle de la régression linéaire multiple sont proches de la ligne de prédiction parfaite, ce qui indique que ce modèle avait une capacité de modélisation beaucoup élevée.

#### IV.3.2 Effet d'interaction des combinaisons des variables indépendantes

L'effet d'interaction des combinaisons des variables indépendantes sur la résilience a été en outre évalué comme le montre la figure IV.5.

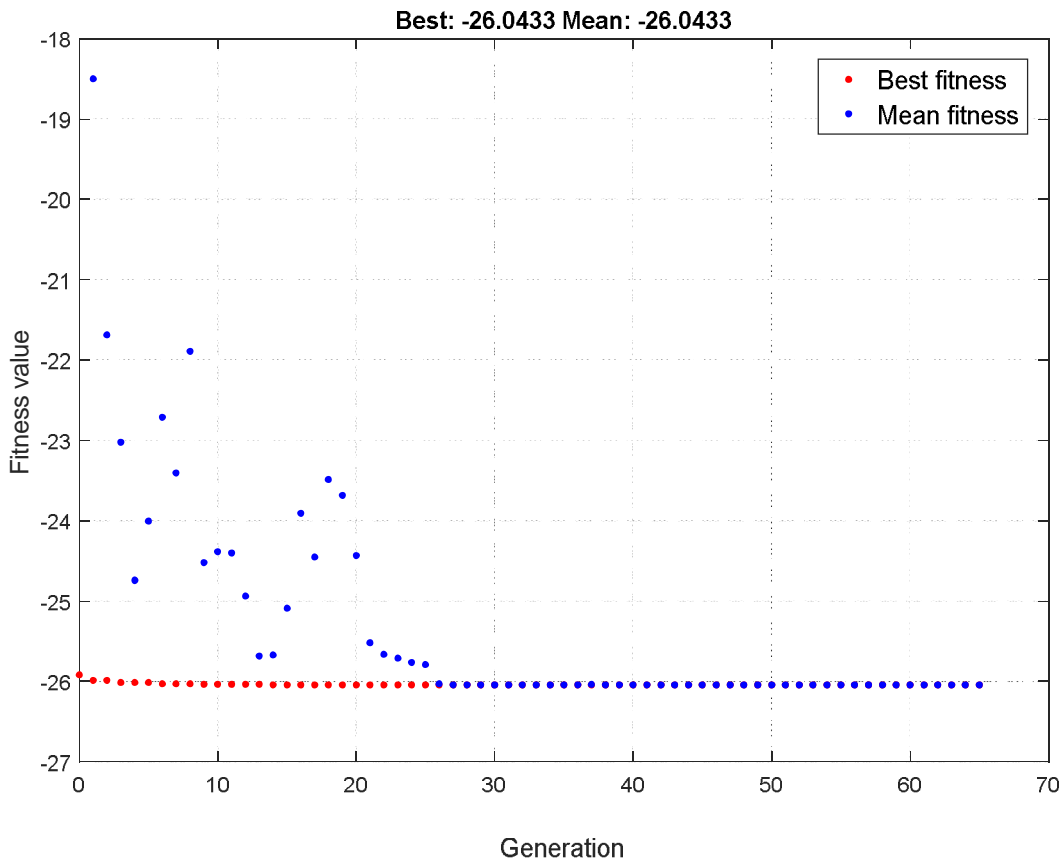


**Figure IV.5** Variation de la résilience par l'algorithme génétique en fonction des pourcentages de glycérine et Diss.

Ces combinaisons de traitement des variables indépendantes basées sur la conception expérimentale comprennent l'effet d'interaction entre la glycérine et la fibre. On remarque que les valeurs maximales obtenues de la résilience sont dans la fourchette 30 et 50 pour la glycérine (%) et 4 à 6 pour la fibre (%).

#### IV.4 Optimisation

Nous utilisons l'algorithme génétique pour trouver les valeurs optimales de la glycérine et la fibre qu'ils sont maximum la résilience.



**Figure IV.6** Convergence de l'algorithme génétique.

La figure IV.6 montre que le nombre de génération choisie est suffisant pour la convergence de la méthode. L'exécution de l'algorithme d'optimisation nous a conduit à trouver les valeurs optimums mentionnées sur le tableau IV.2.

**Tableau IV.2** Valeurs optimums par l'algorithme d'optimisation.

Glycérine optimale (%)	Fibre optimale (%)	KCV max
46,9	5,312	26,04

#### IV.5 Conclusion

D'après l'étude des résultats pour les valeurs de KCV, obtenus expérimentalement, par la méthode d'optimisation stochastiques, le modèle de la régression linéaire multiple de la résilience est donné par l'équation :

$$Kcv = 13,369278 - 213,47032 \cdot x_1 + 8,99925 \cdot x_1 \cdot x_2 + 1003,5883 \cdot x_1^2 - 0,16845667 \cdot x_2^2 - 0,672 \cdot x_1 \cdot x_2^2 - 1,3589286 \cdot x_1^2 \cdot x_2 - 1137,037 \cdot x_1^3 + 0,014372667 \cdot x_2^3$$

En conséquence, les valeurs optimales du rapport de masse ont été estimées pour la glycérine et la fibre de Diss dans la fabrication du matériau composite à résilience maximale. D'après l'optimisation par l'algorithme génétique, les valeurs étaient les suivantes : 46,9 % glycérine et 5,312 % de renfort de Diss avec un coefficient de détermination ( $R^2$ ) des variables de réponse est  $R^2 = 0.89$ .



# *Conclusion générale*

### *Conclusion générale*

Les travaux de cette thèse constituent une contribution à la recherche d'une solution au problème lié à la pollution des plastiques, en préparant des matériaux à base de biomasse végétale à partir des ressources naturelles abondantes présentes en Algérie, pour développer des matériaux composites biodégradables (fibres et matrices). Par conséquent, cette étude vise à préparer des bioplastiques à partir d'amidon et de glycérine et à les renforcer avec des fibres naturelles extraites de la plante Diss pour améliorer les propriétés mécaniques des biocomposites en général.

Dans la première partie de l'étude expérimentale, nous avons examiné l'extraction des fibres de Diss à partir de feuilles d'*Ampelodesma Mauritanica* pour évaluer la possibilité de les utiliser comme renfort des matrices d'amidon. Des études sur le comportement mécanique des renforts ont montré que les fibres de Diss sont un bon choix pour renforcer les matériaux composites en raison de leurs propriétés mécaniques élevées. Des observations microscopiques ont révélée que la surface rugueuse de la plante de Diss est une source de résistance aux forces de rupture, ce qui lui a conféré une bonne propriété de renforcement dans l'élaboration de matériaux composites. Ces mêmes observations ont révélée aussi que la dispersion de la force de déchirure peut être due aux micro-pores répartis sur toute la surface. Il est important de noter que des études antérieures ont souligné que les paramètres tels que la nature, le lieu de culture et les conditions de récolte des fibres végétales influencent de manière importante sa composition chimique.

La deuxième partie du travail consiste à élaborer les matériaux composites à base d'amidon renforcés de fibres de Diss, où l'influence de la variation du taux massique de la glycérine par rapport à la matrice ainsi que l'effet de la variation du taux massique des fibres de Diss par rapport à la masse du composite dans son ensemble sur les propriétés mécaniques de ces composites ont été étudiés.

D'après les résultats des caractérisations mécaniques, les fibres de Diss agissent comme des obstacles à la propagation des fissures résultant de la force d'impact qui leur est appliquée par le marteau durant le test Charpy. Les résultats ont également montré que le module d'impact de Charpy des bio-composites constitués de 40 % de glycérine et un renfort de 5 % de fibres (SG40/RF5) était beaucoup plus élevé et plus uniforme et a donné une meilleure dispersion par

## Conclusion générale

---

rapport au reste des bio-composites, il était d'environ 31257,81 (j/m<sup>2</sup>) et un écart type de 3200,75 (j/m<sup>2</sup>), soit 2,1 fois supérieur à celui obtenu mesuré à partir de la matrice SG40 (40 % de glycérine), et 1,3 fois supérieur à ceux enrichis avec 10 % de fibres SG40/RF10 (40 % de renfort de glycérine 10 % de fibres).

Vu la dispersion observée dans les résultats expérimentaux d'impact de l'essai de Charpy, nous avons entrepris une analyse statistique des propriétés mécaniques pour apporter une estimation probable du comportement fragile de ces Biocomposites, basée sur la théorie de la distribution Weibull à deux et trois paramètres. La distribution de Weibull à trois paramètres s'est avérée être la méthode la plus appropriée dans notre cas, car les estimations moyennes d'énergie d'impact Charpy obtenues sont les plus proches de celles obtenues expérimentalement.

Les mesures de biodégradation qui ont été évaluées par enfouissement dans le sol et immersion dans l'eau montrent que le composite a la capacité de se dégrader dans divers milieux environnementaux et que les cinétiques de dégradation des composites diffèrent selon la nature du polymère et le pourcentage de renforcement et varie également selon le milieu de dégradation.

Enfin, les rapports massiques optimaux de glycérine et de Diss dans la fabrication de matériaux composites à résilience maximale d'après l'optimisation par l'algorithme génétique sont de 46,9 % glycérine et 5,312 % de renfort de Diss avec un coefficient de détermination ( $R^2$ ) des variables de réponse est  $R^2 = 0.89$ .

En termes de perspectives, il serait intéressant de compléter ces travaux de thèse avec d'autres études, à savoir le comportement à la traction et la flexion.

Il est intéressant de réaliser, également, des études similaires sur des fibres traitées. Selon nombreux chercheurs le traitement permet d'améliorer le comportement mécanique et thermique des fibres, d'augmenter leur stabilité thermique et de favoriser leur adhérence avec la matrice.

En guise d'autre perspective, l'étude des polymères différents tels que l'amidon d'origine différente pour améliorer les propriétés mécaniques et thermique des composites ou mener une étude liée à l'amélioration du comportement des matériaux composites à l'eau en les recouvrant de cire d'abeille par exemple.

Il est également intéressant de réaliser des études similaires en utilisant des fibres Diss de différentes longueurs, étudier le comportement d'interface matrice fibre et l'influence des billes d'air.

## Conclusion générale

---

Enfin, nous espérons à travers cette modeste étude apporter une nouvelle réponse et un élément alternatif afin de répondre aux besoins d'innovation et de conception de nouveaux matériaux pour la construction mécanique et industrielle.

## *Références bibliographiques*

## Références bibliographiques

- [1] Fonseca-García A, Jiménez-Regalado EJ, Aguirre-Loredo RY. Preparation of a novel biodegradable packaging film based on corn starch-chitosan and poloxamers. *Carbohydrate Polymers*. 2021;251:117009.
- [2] Jiang T, Duan Q, Zhu J, Liu H, Yu L. Starch-based biodegradable materials: Challenges and opportunities. *Advanced Industrial and Engineering Polymer Research*. 2020;3:8-18.
- [3] Huang L, Zhao H, Yi T, Qi M, Xu H, Mo Q, et al. Preparation and Properties of Cassava Residue Cellulose Nanofibril/Cassava Starch Composite Films. *Nanomaterials*. 2020;10:755.
- [4] Boudjema H, Bendaikha H. Studies on the properties of cellulose fibers reinforced thermoplastic starch composites. *Journal of Chemistry and materials research*. 2015;3:21-5.
- [5] Ibrahim M, Moustafa H, Rahman ENAE, Mehanny S, Hemida MH, El-Kashif E. Reinforcement of starch based biodegradable composite using Nile rose residues. *Journal of Materials Research and Technology*. 2020;9:6160-71.
- [6] Simonassi NT, Pereira AC, Monteiro SN, Margem FM, Rodríguez RJS, Deus JFd, et al. Reinforcement of polyester with renewable ramie fibers. *Materials Research*. 2017;20:51-9.
- [7] Nasir NN, Othman SA. Feasibility of Irradiated Corn-Based Bioplastics as Packaging Material. *Solid State Phenomena: Trans Tech Publ*; 2021. p. 241-50.
- [8] Pirsá S, Mohtarami F, Kalantari S. Preparation of biodegradable composite starch/tragacanth gum/nanoclay film and study of its physicochemical and mechanical properties. *Chemical Review and Letters*. 2020;3:98-103.
- [9] Boudjema HL, Bendaikha H. Composite materials derived from biodegradable starch polymer and Atriplex halimus fibers. *e-Polymers*. 2015;15:419-26.
- [10] Boonsuk P, Sukolrat A, Bourkaew S, Kaewtatip K, Chantarak S, Kelarakis A, et al. Structure-properties relationships in alkaline treated rice husk reinforced thermoplastic cassava starch biocomposites. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2021;167:130-40.
- [11] Hasan M, Gopakumar DA, Olaiya N, Zarlaida F, Alfian A, Aprinasari C, et al. Evaluation of the thermomechanical properties and biodegradation of brown rice starch-based chitosan biodegradable composite films. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2020;156:896-905.
- [12] Mittal A, Garg S, Bajpai S. Fabrication and characteristics of poly (vinyl alcohol)-starch-cellulosic material based biodegradable composite film for packaging application. *Materials Today: Proceedings*. 2020;21:1577-82.
- [13] Nohut S. Three-parameter (3P) weibull distribution for characterization of strength of ceramics showing R-Curve behavior. *Ceramics International*. 2021;47:2270-9.
- [14] Garrido A, Caro-Carretero R, Jiménez-Octavio JR, Carnicero A, Such M. A new approach to fitting the three-parameter Weibull distribution: An application to glass ceramics. *Communications in Statistics - Theory and Methods*. 2019:1-18.
- [15] Crawford CB, Quinn B. 3 - Plastic production, waste and legislation. In: Crawford CB, Quinn B, editors. *Microplastic Pollutants*: Elsevier; 2017. p. 39-56.

- [16] Bruder U. Chapter 7 - Plastic and the Environment. In: Bruder U, editor. User's Guide to Plastic (Second Edition): Hanser; 2019. p. 70-5.
- [17] Mendes JF, Paschoalin RT, Carmona VB, Sena Neto AR, Marques ACP, Marconcini JM, et al. Biodegradable polymer blends based on corn starch and thermoplastic chitosan processed by extrusion. *Carbohydrate Polymers*. 2016;137:452-8.
- [18] Nagavally RR. Composite materials-history, types, fabrication techniques, advantages, and applications. *Int J Mech Prod Eng*. 2017;5:82-7.
- [19] Marc Marzano PC. Les matériaux composites. ANFA2014.
- [20] Moncef C. Conception et Caractérisation des Biosandwichs Auxétiques à Hautes performances avec coefficient de Poisson Négatif : Approche Numérique et Expérimentale.: Kasdi Merbah Ouargla; 2021.
- [21] Liang S. Etude de comportement en fatigue des composites renforcés par fibres végétales: prise en compte de la variabilité des propriétés: Dijon; 2012.
- [22] Latifa MBH. Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables: Université de Mostaganem; 2016.
- [23] Gornet L. Généralités sur les matériaux composites. France2008.
- [24] BOUFAIDA Z. Analyse des propriétés mécaniques de composites taffetas verre/matrice acrylique en relation avec les propriétés d'adhésion des fibres sur la matrice: Université de lorraine; 2015.
- [25] Harris B. Engineering composite materials. London: The Institute of Materials; 1999.
- [26] Scaffaro R, Botta L. Chapter 5 - Nanofilled Thermoplastic–Thermoplastic Polymer Blends. In: Thomas S, Shanks R, Chandrasekharakurup S, editors. Nanostructured Polymer Blends. Oxford: William Andrew Publishing; 2014. p. 133-60.
- [27] Biron M. Thermoplastics and thermoplastic composites: William Andrew; 2012.
- [28] Fourquet\_Bandeira C, Montoro SR, Brocks T. Chapter 1 - Thermoset-Thermoplastic Nanostructured Blends. In: Thomas S, Shanks R, Chandrasekharakurup S, editors. Design and Applications of Nanostructured Polymer Blends and Nanocomposite Systems. Boston: William Andrew Publishing; 2016. p. 1-13.
- [29] El Hadji Babacar L. Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose: thèse de doctorat, institut national polytechnique de Grenoble; 2008.
- [30] Sommers A, Wang Q, Han X, T'Joel C, Park Y, Jacobi A. Ceramics and ceramic matrix composites for heat exchangers in advanced thermal systems—A review. *Applied Thermal Engineering*. 2010;30:1277-91.
- [31] Dejou J. Les céramiques. Support de cours de la Société Francophone Des Biomatériaux Dentaires. 2009;2010.
- [32] Gao X, Cui W, Yao L, Zhou Y, Wang G. Construction of Knowledge Map of Continuous Fiber Reinforced Ceramic Matrix Composites. *Proceedings of the 2019 8th International Conference on Computing and Pattern Recognition*. Beijing, China: Association for Computing Machinery; 2019. p. 501–6.
- [33] Chawla KK. Matrix Materials. *Composite Materials*. Springer2019.
- [34] Khayal OMES. Manufacturing And Processing Of Composite Materials. ScienceDirect; 2019.
- [35] Asma S. Elaboration des composites cimentaires à base de fibres végétales locales (le diss): caractérisation, durabilité et application au cas de la maçonnerie: Université Badji Mokhtar; 2015.

- [36] Feng C, Chu Z. Fiber reinforcement. *Composite Materials Engineering, Volume 1*: Springer; 2018. p. 63-150.
- [37] Bunsell AR. Fibers for composite reinforcements: Properties and microstructures. *Composite Reinforcements for Optimum Performance*: Elsevier; 2021. p. 3-34.
- [38] Hassanpour M, Shafigh P, Mahmud HB. Lightweight aggregate concrete fiber reinforcement – A review. *Construction and Building Materials*. 2012;37:452-61.
- [39] Arisoy B, Wu H-C. Material characteristics of high performance lightweight concrete reinforced with PVA. *Construction and Building Materials*. 2008;22:635-45.
- [40] Martynova E, Cebulla H. Chapter 7 - Glass Fibers. In: Mahltig B, Kyosev Y, editors. *Inorganic and Composite Fibers*: Woodhead Publishing; 2018. p. 131-63.
- [41] Cevahir A. 5 - Glass fibers. In: Seydibeyoğlu MÖ, Mohanty AK, Misra M, editors. *Fiber Technology for Fiber-Reinforced Composites*: Woodhead Publishing; 2017. p. 99-121.
- [42] Newcomb BA, Chae HG. 21 - The properties of carbon fibers. In: Bunsell AR, editor. *Handbook of Properties of Textile and Technical Fibres (Second Edition)*: Woodhead Publishing; 2018. p. 841-71.
- [43] Pusch J, Wohlmann B. Chapter 2 - Carbon Fibers. In: Mahltig B, Kyosev Y, editors. *Inorganic and Composite Fibers*: Woodhead Publishing; 2018. p. 31-51.
- [44] Mahltig B, Pastore C. Chapter 8 - Mineral and Ceramic Fibers. In: Mahltig B, Kyosev Y, editors. *Inorganic and Composite Fibers*: Woodhead Publishing; 2018. p. 165-93.
- [45] Yalamaç E, Sutcu M, Basturk SB. 9 - Ceramic fibers. In: Seydibeyoğlu MÖ, Mohanty AK, Misra M, editors. *Fiber Technology for Fiber-Reinforced Composites*: Woodhead Publishing; 2017. p. 187-207.
- [46] Elmogahzy YE. 8 - Fibers. In: Elmogahzy YE, editor. *Engineering Textiles (Second Edition)*: Woodhead Publishing; 2020. p. 191-222.
- [47] Boudet A. *Polymères Leurs structures et leurs propriétés*. France: spirit-science; 2005.
- [48] Hami B. *Elaboration et caractérisation physico-mécanique d'une structure sandwich multicouches*: Université M'hamed Bougara de Boumerdès, Département Génie; 2018.
- [49] Mohanty AK, Misra M, Drzal LT. *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*: CRC press; 2005.
- [50] Chawla KK. *Nonconventional Composites*. *Composite Materials*: Springer; 2019.
- [51] Ilyas R, Sapuan S. Biopolymers and biocomposites: chemistry and technology. *Current Analytical Chemistry*. 2020;16:500-3.
- [52] Shamshina JL, Berton P, Rogers RD. *Advances in Functional Chitin Materials: A Review*. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*. 2019;7:6444-57.
- [53] Mohan S, Oluwafemi OS, Kalarikkal N, Thomas S, Songca SP. Biopolymers–application in nanoscience and nanotechnology. *Recent advances in biopolymers*. 2016;1:47-66.
- [54] Ibrahim S, Riahi O, Said SM, Sabri MFM, Rozali S. *Biopolymers From Crop Plants*. *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*: Elsevier; 2019.
- [55] Wijesinghe WPSL, Mantilaka MMMGPG, Ruparathna KAA, Rajapakshe RBSD, Sameera SAL, Thilakarathna MGGSN. 4 - Filler matrix interfaces of inorganic/biopolymer composites and their applications. In: Goh KL, M.K A, De Silva RT, Thomas S, editors. *Interfaces in Particle and Fibre Reinforced Composites*: Woodhead Publishing; 2020. p. 95-112.
- [56] Snell KD, Singh V, Brumbley SM. Production of novel biopolymers in plants: recent technological advances and future prospects. *Current Opinion in Biotechnology*. 2015;32:68-75.



- [57] Silva SS, Rodrigues LC, Fernandes EM, Reis RL. Chapter 1 - Fundamentals on biopolymers and global demand. In: de Moraes MA, da Silva CF, Vieira RS, editors. *Biopolymer Membranes and Films*: Elsevier; 2020. p. 3-34.
- [58] Silveira JWd, Meireles AB, Ferreira EdP. Chapter 10 - Biopolymer membranes for dentistry applications. In: de Moraes MA, da Silva CF, Vieira RS, editors. *Biopolymer Membranes and Films*: Elsevier; 2020. p. 243-72.
- [59] Devatha CP, Pavithra N. Isolation and identification of *Pseudomonas* from wastewater, its immobilization in cellulose biopolymer and performance in degrading Triclosan. *Journal of Environmental Management*. 2019;232:584-91.
- [60] Bledzki AK, Gassan J. Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science*. 1999;24:221-74.
- [61] Fiechter A, Sautter C. *Green Gene Technology: Research in an Area of Social Conflict*: Springer; 2007.
- [62] Altman A, Hasegawa PM. *Plant biotechnology and agriculture: prospects for the 21st century*: Academic press; 2011.
- [63] David M, Nguyen T. Membranes par melange de polymeres—I. Morphologie. *European polymer journal*. 1994;30:1013-23.
- [64] Niaounakis M. 7 - Medical, Dental, and Pharmaceutical Applications. In: Niaounakis M, editor. *Biopolymers: Applications and Trends*. Oxford: William Andrew Publishing; 2015. p. 291-405.
- [65] Niaounakis M. 3 - Packaging. In: Niaounakis M, editor. *Biopolymers: Applications and Trends*. Oxford: William Andrew Publishing; 2015. p. 139-83.
- [66] Dhaliwal JS. *Natural fibers: applications. Generation, Development and Modifications of Natural Fibers*. 2019.
- [67] Niaounakis M. 4 - Agriculture/Forestry/Fishery. In: Niaounakis M, editor. *Biopolymers: Applications and Trends*. Oxford: William Andrew Publishing; 2015. p. 185-232.
- [68] Niaounakis M. 6 - Automotive Applications. In: Niaounakis M, editor. *Biopolymers: Applications and Trends*. Oxford: William Andrew Publishing; 2015. p. 257-89.
- [69] Andresen C, Demuth C, Lange A, Stoick P, Pruszko R. *Biobased automobile parts investigation. A report developed for the USDA Office of energy policy and new uses*. 2012.
- [70] Kozłowski RM, Mackiewicz-Talarczyk M. 1A - Introduction to natural textile fibres. In: Kozłowski RM, Mackiewicz-Talarczyk M, editors. *Handbook of Natural Fibres (Second Edition)*: Woodhead Publishing; 2020. p. 1-13.
- [71] Townsend T. 1B - World natural fibre production and employment. In: Kozłowski RM, Mackiewicz-Talarczyk M, editors. *Handbook of Natural Fibres (Second Edition)*: Woodhead Publishing; 2020. p. 15-36.
- [72] Richel A. *Les fibres textiles : faut-il avoir peur de nos vêtements ?* : Theme ColorMag par ThemeGrill; février 20, 2020.
- [73] de Souza SF, Cherian BM, Leão AL, Kozłowski RM, Thomas S. 15 - Natural fibres for geotextiles. In: Kozłowski RM, Mackiewicz-Talarczyk M, editors. *Handbook of Natural Fibres (Second Edition)*: Woodhead Publishing; 2020. p. 499-530.
- [74] Behnam Hosseini S. Chapter 13 - Natural fiber polymer nanocomposites. In: Han B, Sharma S, Nguyen TA, Longbiao L, Bhat KS, editors. *Fiber-Reinforced Nanocomposites: Fundamentals and Applications*: Elsevier; 2020. p. 279-99.
- [75] Ray D, Sain S. 1 - Plant fibre reinforcements. In: Ray D, editor. *Biocomposites for High-Performance Applications*: Woodhead Publishing; 2017. p. 1-21.

- [76] Manayan Parambil A, Abraham J, Kosappallyilom Muraleedharan P, Gopakumar D, Thomas S. Fiber-Reinforced Composites. In: Jafar Mazumder MA, Sheardown H, Al-Ahmed A, editors. *Functional Polymers*. Cham: Springer International Publishing; 2018. p. 1-30.
- [77] S. Mouhoubi HO, T. Bali, et S. Abdeslam,. élaboration et étude des propriétés des composites polyester/alfa traitée et non traitée. *Verres, Céramiques & Composites*, 2012;2,:34-40.
- [78] BOUHANK S. *Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne: Formulations et caractérisations 2017*.
- [79] Ramamoorthy SK, Skrifvars M, Persson A. A review of natural fibers used in biocomposites: plant, animal and regenerated cellulose fibers. *Polymer reviews*. 2015;55:107-62.
- [80] Malkapuram R, Kumar V, Negi YS. Recent Development in Natural Fiber Reinforced Polypropylene Composites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*. 2009;28:1169-89.
- [81] Dallel M. *Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil: Université de Haute Alsace-Mulhouse; 2012*.
- [82] Song H, Liu J, He K, Ahmad W. A comprehensive overview of jute fiber reinforced cementitious composites. *Case Studies in Construction Materials*. 2021;15:e00724.
- [83] Zakaria M, Ahmed M, Hoque MM, Islam S. Scope of using jute fiber for the reinforcement of concrete material. *Textiles and Clothing Sustainability*. 2017;2:1-10.
- [84] Barreto ACH, Rosa DS, Fachine PBA, Mazzetto SE. Properties of sisal fibers treated by alkali solution and their application into cardanol-based biocomposites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2011;42:492-500.
- [85] Roy S, Lutfar LB. 3 - Bast fibres: ramie. In: Kozłowski RM, Mackiewicz-Talarczyk M, editors. *Handbook of Natural Fibres (Second Edition)*: Woodhead Publishing; 2012. p. 61-9.
- [86] Kozłowski RM, Mackiewicz-Talarczyk M, Wielgusz K, Praczyk M, Allam AM. 5A - Bast fibres: flax. In: Kozłowski RM, Mackiewicz-Talarczyk M, editors. *Handbook of Natural Fibres (Second Edition)*: Woodhead Publishing; 2020. p. 93-162.
- [87] Baley C, Le Duigou A, Morvan C, Bourmaud A. 8 - Tensile properties of flax fibers. In: Bunsell AR, editor. *Handbook of Properties of Textile and Technical Fibres (Second Edition)*: Woodhead Publishing; 2018. p. 275-300.
- [88] Kaid-Harche M, Djabeur A. 12 - Fibre plants of arid regions of North Africa. In: Kozłowski RM, Mackiewicz-Talarczyk M, editors. *Handbook of Natural Fibres (Second Edition)*: Woodhead Publishing; 2020. p. 417-32.
- [89] Essabir H, Bouhfid R, Qaiss A. 8 - Alfa and doum fiber-based composite materials for different applications. In: Jawaid M, Md Tahir P, Saba N, editors. *Lignocellulosic Fibre and Biomass-Based Composite Materials*: Woodhead Publishing; 2017. p. 147-64.
- [90] Ragoubi M. *Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne: Nancy 1; 2010*.
- [91] Jönsson AS. 5 - Membranes for lignin and hemicellulose recovery in pulp mills. In: Figoli A, Cassano A, Basile A, editors. *Membrane Technologies for Biorefining*: Woodhead Publishing; 2016. p. 105-33.

- [92] Ansell MP, Mwaikambo LY. The structure of cotton and other plant fibres. Handbook of textile fibre structure: Elsevier; 2009. p. 62-94.
- [93] Saadi Z. Etude de la dégradation fongique des polymères: cinétique de dégradation des polymères et caractérisation des sous-produits de dégradation: étude de l'écotoxicité de ces polymères: Le Mans; 2008.
- [94] Stanojlovic-Davidovic A. Matériaux biodégradables à base d'amidon expansé renforcé de fibres naturelles Application à l'emballage alimentaire: Toulon; 2006.
- [95] Schmiele M, Sampaio UM, Pedrosa Silva Clerici MT. Chapter 1 - Basic Principles: Composition and Properties of Starch. In: Silva Clerici MTP, Schmiele M, editors. Starches for Food Application: Academic Press; 2019. p. 1-22.
- [96] Morrison WR, Karkalas J. 9 - Starch. In: Dey PM, editor. Methods in Plant Biochemistry: Academic Press; 1990. p. 323-52.
- [97] Agama-Acevedo E, Flores-Silva PC, Bello-Perez LA. Chapter 3 - Cereal Starch Production for Food Applications. In: Silva Clerici MTP, Schmiele M, editors. Starches for Food Application: Academic Press; 2019. p. 71-102.
- [98] Thakur R, Pristijono P, Scarlett CJ, Bowyer M, Singh SP, Vuong QV. Starch-based films: Major factors affecting their properties. International Journal of Biological Macromolecules. 2019;132:1079-89.
- [99] Soykeabkaew N, Laosat N, Ngaokla A, Yodsuwan N, Tunkasiri T. Reinforcing potential of micro-and nano-sized fibers in the starch-based biocomposites. Composites Science and Technology. 2012;72:845-52.
- [100] Bodirlau R, Teaca C-A, Spiridon I. Influence of natural fillers on the properties of starch-based biocomposite films. Composites Part B: Engineering. 2013;44:575-83.
- [101] Chaireh S, Ngasatool P, Kaewtatip K. Novel composite foam made from starch and water hyacinth with beeswax coating for food packaging applications. International Journal of Biological Macromolecules. 2020;165:1382-91.
- [102] Ibrahim MM, Moustafa H, Rahman ENAEL, Mehanny S, Hemida MH, El-Kashif E. Reinforcement of Starch Based Biodegradable Composite Using Nile Rose Residues. Journal of Materials Research and Technology. 2020;9:6160-71.
- [103] Sugih AK. Synthesis and properties of starch based biomaterials: University Library Groningen][Host]; 2008.
- [104] Le V. Bio-plastics production from starch. Environmental Chemistry and Technology; 2020.
- [105] Yang J, Ching YC, Chuah CH, Liou N-S. Preparation and Characterization of Starch/Empty Fruit Bunch-Based Bioplastic Composites Reinforced with Epoxidized Oils. Polymers. 2021;13:94.
- [106] Van Soest J, De Wit D, Vliegthart J. Mechanical properties of thermoplastic waxy maize starch. Journal of Applied Polymer Science. 1996;61:1927-37.
- [107] Narvaez EH. Development of starch-based materials. Wageningen University, The Netherlands 2009.
- [108] Lourdin D, Bizot H, Colonna P. "Antiplasticization" in starch-glycerol films? Journal of Applied Polymer Science. 1997;63:1047-53.
- [109] Zergane H, Abdi S, Xu H, Hemming J, Wang X, Willför S, et al. Ampelodesmos mauritanicus a new sustainable source for nanocellulose substrates. Industrial Crops and Products. 2020;144:112044.
- [110] Maroc ko. Encyclopedia du Maroc. ISBN (Ensemble) 9981-03-000-7.

- [111] Khaled L, Azeddine L, Khaled O, Taibi K, Azzaz M. Elaboration and characterization of an activated carbon from Diss and Esparto grass for the wastewater treatment. *Applied Mechanics and Materials: Trans Tech Publ*; 2013. p. 1508-14.
- [112] Luzi F, Puglia D, Sarasini F, Tirillò J, Maffei G, Zuorro A, et al. Valorization and extraction of cellulose nanocrystals from North African grass: *Ampelodesmos mauritanicus* (Diss). *Carbohydrate Polymers*. 2019;209:328-37.
- [113] Touati Z, Boulahia H, Belhaneche-Bensemra N, Massardier V. Modification of diss fibers for biocomposites based on recycled low-density polyethylene and polypropylene blends. *Waste and Biomass Valorization*. 2019;10:2365-78.
- [114] Abdelhak M. Study of Some North African Grasses (*Ampelodesma mauritanica* and Esparto Grass). *Grasses: Benefits, Diversities and Functional Roles*. 2017;43.
- [115] Gheris A, Hamrouni A. Treatment of an expansive soil using vegetable (DISS) fibre. *Innovative Infrastructure Solutions*. 2020;5:1-17.
- [116] Merzoud M, Habita MF. Elaboration de composite cimentaire à base de diss «*Ampelodesma Mauritanica*». *Afrique Science: Revue Internationale Des Sciences Et Technologie*. 2008;4.
- [117] Toudert N, Djilani S, Djilani A, Dicko A, Soulimani R. Antimicrobial activity of the butanolic and methanolic extracts of *Ampelodesma mauritanica*. *Advances in Natural and Applied Sciences*. 2009;3:19-21.
- [118] Mustapha B, Bahim I, Mourad B, Abderrahim B. Effect of fiber volume fraction in the tensile properties of renewable Diss fiber/polyester composite. *Engineering Solid Mechanics*. 2016;4:91-6.
- [119] Sellami A, Merzoud M, Amziane S. Improvement of mechanical properties of green concrete by treatment of the vegetals fibers. *Construction and Building Materials*. 2013;47:1117-24.
- [120] Touati Z, de Hoyos-Martinez PL, Belhaneche-Bensemra N, Charrier-El Bouhtoury F. Influence of Different Diss Fiber Treatments over the Properties of Poly Propylene/Recycled and Regenerated Low Density Polyethylene Based Biocomposites. *Journal of Polymers and the Environment*. 2021;29:291-303.
- [121] Mohammed C. *Résistance des Matériaux*. Université Ahmed Ben Bella Oran.2018.
- [122] Bourahla N. *Résistance des matériaux de base*. Université Saad Dahlab Blida, Edition GEOTEC. 2000.
- [123] Amroune S, Belaadi A, Bourchak M, Makhlof A, Satha H. Statistical and experimental analysis of the mechanical properties of flax fibers. *Journal of Natural Fibers*. 2020:1-15.
- [124] Pommier S. *Mecanique des materiaux*. Universite Paris-Saclay2017.
- [125] Moustabchir H. *Etude des défauts présents dans des tuyaux soumis à une pression interne*: Université Paul Verlaine-Metz; 2008.
- [126] He JS, Hu X, Zhu XM. Changes of the Fracture Toughness of ZG40Cr25Ni20 Furnace Tube after Service and the Corresponding Change of the Microstructure of the Fracture Surface. *Applied Mechanics and Materials*. 2017;853:262-5.
- [127] Bourahli M. Uni-and bimodal Weibull distribution for analyzing the tensile strength of Diss fibers. *Journal of Natural Fibers*. 2018;15:843-52.
- [128] Yuan C, Liang Y. Relative Entropy Method Applied for the Fatigue Life Distribution of Carbon Fiber/Epoxy Composites. *Entropy*. 2021;23:224.

- [129] Badawi ASA, Hasbullah NF, Yusoff SH, Khan S, Hashim A, Zyoud A, et al. Weibull Probability Distribution of Wind Speed for Gaza Strip for 10 Years. *Applied Mechanics and Materials*. 2019;892:284-91.
- [130] Nandagopal RA, Narasimalu S, Chai GB. Study of statistically significant strength degradation of hygrothermal aged CFRP and its weibull analysis. *Composites Communications*. 2021;23:100566.
- [131] Shi Y, Xiu YL, Koch D. Investigation of Statistical Distribution of C/C-SiC Composite's Mechanical Properties. *Key Engineering Materials*. 2019;809:131-9.
- [132] Teixeira GS, Pereira GKR, Susin AH. Aging Methods—An Evaluation of Their Influence on Bond Strength. *European Journal of Dentistry*. 2021.
- [133] Issasfa B, Benmansour T, Valle V, Bouakba M. Experimental Study of Mechanical Behaviour of Renewable Fibre Reinforced Composite Materials Type (*Cynara Cardunculus L/Polyester*). *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*. 2020;30.
- [134] Issasfa B. Contribution à l'étude du comportement mécanique des matériaux biosourcés de type composite: Université Freres Mantouri Constantine; 2021.
- [135] Al-Oqla FM, Salit MS. 2 - Natural fiber composites. In: Al-Oqla FM, Salit MS, editors. *Materials Selection for Natural Fiber Composites*: Woodhead Publishing; 2017. p. 23-48.
- [136] Wattanakornsiri A, Pachana K, Kaewpirom S, Sawangwong P, Migliaresi C. Green composites of thermoplastic corn starch and recycled paper cellulose fibers. *Songklanakarinn Journal of Science & Technology*. 2011;33.
- [137] Morreale M, Scaffaro R, Maio A, La Mantia F. Effect of adding wood flour to the physical properties of a biodegradable polymer. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2008;39:503-13.
- [138] Elfehri Borchani K, Carrot C, Jaziri M. Biocomposites of Alfa fibers dispersed in the Mater-Bi® type bioplastic: Morphology, mechanical and thermal properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2015;78:371-9.
- [139] Torres F, Troncoso O, Torres C, Díaz D, Amaya E. Biodegradability and mechanical properties of starch films from Andean crops. *International Journal of Biological Macromolecules*. 2011;48:603-6.
- [140] Djellali S. Élaboration caractérisation et biodégradation des mélanges PEBD/PLA et PEBD/EGMA/PLA: Université Ferhat Abbas; 2014.
- [141] Mostafa H, Sourell H, Bockisch F. Mechanical properties of some bioplastics under different soil types used as biodegradable drip tubes. *Agricultural Engineering International: CIGR Journal*. 2010;12.
- [142] Zhang W, Yang X, Li C, Liang M, Lu C, Deng Y. Mechanochemical activation of cellulose and its thermoplastic polyvinyl alcohol ecocomposites with enhanced physicochemical properties. *Carbohydrate Polymers*. 2011;83:257-63.
- [143] Curvelo A, De Carvalho A, Agnelli J. Thermoplastic starch–cellulosic fibers composites: preliminary results. *Carbohydrate Polymers*. 2001;45:183-8.
- [144] Abderrahim B. Cours Optimisation. Université Ouargla. Université Ouargla 2020.
- [145] Holland J. adaptation in natural and artificial systems, university of michigan press, ann arbor,”. Cité page. 1975;100:33.
- [146] Durand N, Alliot J-M, Noailles J. Algorithmes génétiques: un croisement pour les problèmes partiellement séparables. *Proceedings of the Journées Evolution Artificielle Francophones* 1994.

- [147] Wright AH. Genetic algorithms for real parameter optimization. Foundations of genetic algorithms: Elsevier; 1991. p. 205-18.
- [148] Cormier G. L'algorithme genetique en genie electrique: application a l'ellipsometrie et aux reseaux de Bragg2006.
- [149] Karray A. Contribution à l'ordonnancement d'ateliers agroalimentaires utilisant des méthodes d'optimisation hybrides: Ecole Centrale de Lille; École nationale d'ingénieurs de Tunis (Tunisie); 2011.
- [150] Kennedy J. The particle swarm: social adaptation of knowledge. Proceedings of 1997 IEEE International Conference on Evolutionary Computation (ICEC'97): IEEE; 1997. p. 303-8.

### Résumé

Ce travail est basé sur une investigation expérimentale pour développer des matériaux composites renouvelables, biodégradables et sans danger pour l'environnement. Les fibres utilisées dans ce travail sont extraites de la plante *Ampelodesma Mauritanica*, qui est une plante sauvage produite en abondance dans les régions méditerranéennes.

A travers ce travail, nous présenterons un aperçu des fibres de Diss, sur le développement de composés utilisant différentes matrices d'amidon renforcées avec des fibres de Diss et l'évaluation de leur comportement mécanique au moyen d'essais Charpy pour déterminer les échantillons d'essai standard afin d'estimer les paramètres de Weibull appropriés pour le composé en utilisant des méthodes statistiques basées sur la distribution de Weibull.

Les résultats montrent que le bio-composite amidon/Diss à 40 % Glycérine et 5 % renfort fibreux (SG40/RF5) avait de meilleures propriétés par rapport au reste du bio-composite et le module d'énergie au choc Charpy était d'environ 31,25 (KJ/m<sup>2</sup>), soit 2,1 fois plus élevé que celui obtenu mesuré à partir de la matrice SG40 (40 % glycérine), et 1,3 fois plus élevé que ceux enrichis avec 10 % de fibres SG40/RF10 (40 % renforcement glycérine 10 % fibres). L'étude statistique a confirmé les résultats obtenus, en particulier Weibull a trois paramètres. D'après l'optimisation par l'algorithme génétique, les valeurs étaient les suivantes : 46,9 % glycérine et 5,312 % de renfort de Diss avec un coefficient de détermination  $R^2=0.89$ .

**Mots clés :** Bio-Composite, Amidon, Diss Fiber, *Ampelodesma Mauritanica*, Essais d'impact Charpy ; Dureté, distribution de Weibull.

### المخلص

يعتمد هذا العمل على دراسة استقصائية لتطوير مواد مركبة حيوية قابلة للتجديد وقابلة للتحلل الحيوي وأمنة بيئيًا. يتم استخراج الألياف المستخدمة في هذا العمل من نبات (*Ampelodesma Mauritanica*) ، وهو نبات بري يتم إنتاجه بكثرة في مناطق البحر الأبيض المتوسط. من خلال هذا العمل، تم تقديم لمحة عامة عن ألياف الديس، وتطوير المركب الحيوي باستخدام مصفوفة نشا مختلفة معززة بألياف الديس، وتقييم سلوكها الميكانيكي باستخدام اختبارات شاربي لتحديد عينات الاختبار القياسية لتقدير معالم ويبيل المناسبة للمركب باستخدام الطرق الإحصائية على أساس توزيع ويبيل. النتائج التي تم الحصول عليها، وجدت أن المركب الحيوي النشا/الديس (الجلسرين 40% والمقواة 5% ألياف) كان له نتائج أفضل مقارنة بباقي المركب الحيوي، كان معامل طاقة تأثير شاربي حوالي 31.25 (KJ / m<sup>2</sup>) ، وهو أعلى بمقدار 2.1 مرة من ذلك الذي تم قياسه من مصفوفة 40% جلسرين، وأعلى 1.3 مرة من تلك المعززة بنسبة 10% ألياف ، و أكدت الدراسة الإحصائية النتائج التي تم الحصول عليها وخاصة توزيع ويبيل الذي يحتوي على ثلاث معاملات. وفقًا للتحسين بواسطة الخوارزمية الجينية ، كانت القيم كالتالي: 46.9% جلسرين و 5.312% تقوية بالديس بمعامل تحديد  $R^2=0.89$ .

**الكلمات المفتاحية :** المركب الحيوي، النشاء، الياف الديس، تجربة شاربي توزيع ويبيل.

### Abstract

This work is based on an investigation study to develop bio-composite materials that are renewable, Bio-degradable, and environmentally safe. The fibers used in this work are extracted from the plant *Ampelodesma Mauritanica*, It is a wild plant that is produced in abundance in the Mediterranean regions. Through this work, an overview of Diss fibers was provided, developing bio-composite using different starch matrix reinforced by Diss fibers, and evaluate their mechanical behavior using Charpy-tests to determine standard test specimens to estimate Weibull parameters suitable for the composite using statistical methods based on Weibull distribution. The obtained results, it was found that the bio-composite starch/Diss 40% Glycerol and 5% fiber reinforcement (SG40/RF5) had better results compared to the rest of the bio-composite, The Charpy impact energy modulus was about 31.25 (KJ/m<sup>2</sup>), which is 2.1 times higher than that achieved Measured from SG40 matrix (40% glycerol), and 1.3 times higher than those fortified with 10% fiber SG40/RF10 (40% glycerol reinforcement 10% fiber), and the statistical study confirmed the distribution of the results obtained, especially Weibull, which has three parameters. According to the optimization by the genetic algorithm, the values were the following: 46.9% glycerin and 5.312% reinforcement of Diss with a coefficient of determination  $R^2=0.89$ .

**Keywords:** Bio-Composite, Starch, Diss Fiber, *Ampelodesma Mauritanica*, Charpy Impact Tests; Toughness, Weibull Distribution.