

Optimisation Des Méthodes D'extraction Et Caractérisation Mécanique De La Fibre Alfa En Vue De Son Application Comme Renfort Des Matériaux Composites

Z. Belouadah¹, A. Ati², M. Rokbi³, A. Bezazi⁴, A. Imad⁵

¹ Laboratoire d'Elaboration et de Caractérisation des Matériaux et Modélisation LEC2M, UMMTO de Tizi-Ouzou, B.P. N°17, R.P. 15000, Algérie.

² Laboratoire de Technologie des Matériaux et du Génie des Procédés, Université A. Mira, Bejaia 06000, Algérie.

³ Laboratoire des Matériaux Non Métalliques, UFAS Sétif 19000, Algérie.

⁴ Laboratoire de Mécanique et Structures (LMS), BP. 401 Université de Guelma 24000 Algérie.

⁵ Laboratoire de Mécanique de Lille, Cité Scientifique, Avenue Paul Langevin, 59655 Villeneuve d'Ascq Cedex, France.

RESUME — A ce jour, les fibres courtes d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) ont connu des diverses applications dans l'industrie. Ces fibres sont obtenues par des méthodes d'extraction agressives qui éliminent les liants. Elles sont utilisées à leur état primitif (des tiges), en fibres très courtes n'ayant pas assez de performance mécanique ou bien pour la production du papier. Par contre, l'extraction de fibres longues, rigides et souples pour la production de fils et de tissus pour le renforcement des composites n'a pas trouvé une grande extension dans la littérature. En raison de leur composition chimique, il est difficile d'extraire des fibres longues (dégradation de la cellulose). Il existe quelques méthodes d'extraction : à l'eau de mer, à la soude et par rouissage sous terre. Ces méthodes peuvent affecter cependant la qualité des fibres obtenues. Ce fait constitue la motivation de ce travail qui se propose de combiner deux procédés d'extraction des fibres Alfa (ébullition puis évaporation) pour examiner l'effet sur l'évolution de leurs propriétés mécaniques en traction. Le temps d'ébullition et le temps d'évaporation sont mis en évidence concernant l'optimisation des propriétés mécaniques en traction en termes de rigidité, la contrainte à la rupture et la déformation correspondante. Une durée d'ébullition de 2h confère à la fibre d'Alfa une meilleure rigidité alors que la meilleure valeur de contrainte à la rupture est obtenue pour une durée d'ébullition de 3h. Enfin, nous enregistrons une dégradation notable de ces deux caractéristiques mécaniques lorsqu'un traitement d'évaporation d'une heure est additionné au traitement d'ébullition.

Mots clefs: *Fibres Végétales, Extraction, Stipa Tenacissima L., Caractérisation Mécanique.*

I. Introduction

Depuis une dizaine d'années, les industries et les institutions mondiales montrent un intérêt croissant pour les fibres végétales tant d'un point de vue économique (réduction du coût des matières), qu'environnemental (l'essor des tissus synthétiques et la réduction des impacts des produits industriels sur l'environnement).

Corresponding author: +213 7 71 85 99 24
Research field: Composites, Eléments Finis
Adress. Birhenni / khoubana / M'sila
E-mail: belouadah_z@yahoo.fr

Ces fibres séduisent de plus en plus par l'ensemble de leurs propriétés : bonne résistance mécanique, faible poids, biodégradabilité et faible coût [1]. Depuis l'année 2002, la production des fibres végétales a été pour la première fois insuffisante pour répondre à la demande qui ne cesse d'augmenter avec l'intérêt croissant des industriels [2, 3]. Plusieurs auteurs tentent de développer les fibres végétales pour une utilisation comme renfort des matériaux composites. Ces fibres peuvent être extraites des feuilles (Sisal, Abaca, etc.), d'enveloppes de fruits (Noix de coco) ou de tiges (Bambou, Lin, Chanvre etc.).

L'un des obstacles majeurs qui s'oppose à l'utilisation de ces fibres est sans aucun doute leur extraction surtout s'il s'agit de l'extraction des fibres longues. L'obtention des fibres se fait via un processus d'extraction qui dépend de la localisation de fibres dans la plante et de l'objectif visé. Le principe consiste à éliminer les liants non-cellulosiques, tels que la lignine et les pectines.

Aujourd'hui, les principaux axes de développement technique des fibres et des matériaux associés résident dans l'amélioration des propriétés des fibres par la sélection, dans l'optimisation des cultures et des modes d'extraction, et dans l'optimisation des procédés de transformation [3]. La littérature a montré que la technique d'extraction adoptée a un effet significatif sur la distribution des fibres, leurs longueurs, leurs propriétés mécaniques ainsi que sur leurs composants [4, 5]. Il existe plusieurs modes d'extraction des fibres végétales : décortilage mécanique, rouissage à l'eau de mer, enfouissement dans la terre et la méthode chimique à la soude avec de faibles concentrations pour ne pas dégrader la cellulose. Les techniques de décortilage et de rouissage sont généralement employées pour la séparation des faisceaux de fibres de la plante. La taille de la fibre est régie par la sévérité du processus. Le décortilage, appelé aussi taillage, est un procédé permettant de rompre l'adhésion et de séparer les fibres entre elles du corps de la tige en ouvrant les faisceaux de fibres pour aboutir à des faisceaux plus fins [6]. Le rouissage à l'eau peut nécessiter de grande quantité d'eau propre donc chère et produit des déchets de fermentation inacceptables pour l'environnement bien que les fibres obtenues sont de bonne qualité [7]. L'extraction chimique est utilisée en général pour délignifier de la matière cellulosique. Il s'agit d'une cuisson chimique dans une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium (NaOH) et de sulfure de sodium (Na_2S) dans l'intervalle de température 170-175°C pendant 2h environ [8]. Il s'est avéré cependant qu'il y avait plusieurs paramètres à contrôler simultanément, rendant ainsi difficile l'optimisation des propriétés des fibres. La motivation de ce travail concerne

l'optimisation de la technique d'extraction des fibres Alfa récoltées dans la région du Hodna (M'sila). Deux méthodes d'extraction sont proposées : ébullition seule et ébullition + évaporation. Les fibres obtenues par ces deux méthodes sont ensuite caractérisées en traction pour quantifier leur module de Young (rigidité) et leur contrainte à la rupture. Le recours au microscope électronique à balayage a permis d'observer clairement l'influence de différentes techniques d'extraction sur la morphologie des fibres obtenues.

II. Matériaux et méthodes expérimentales

II.1. Présentation des fibres

Les fibres Alfa (*Stipa tenacissima* L.), sont récoltées dans la région du Hodna (M'sila) en février 2013. Elles se présentent sous forme de touffe d'herbe, (Fig. 1), constituée de tiges de forme cylindrique d'une hauteur maximale d'environ 1m avec une surface spécifique de 3 m²/g [9]. Les fibres Alfa sont principalement composées de 45% de cellulose, 24% d'hémicellulose, 24% de lignine, 2% de cendres et de 5% de cire [10].



Figure 1. Touffe d'herbe Alfa de la région du Hodna (M'Sila)

II.2. Prétraitement des fibres

Une fois les fibres Alfa récoltées, un travail préliminaire est nécessaire pour mieux préparer les tiges aux différents traitements et qui permet de faciliter et d'augmenter l'efficacité des prochaines opérations d'extraction. La matière première (tiges d'Alfa) se présente sous forme de bottes. Les tiges contiennent parfois de la terre, des tiges mortes, des racines et d'autres types d'impuretés. La première opération

consiste à éliminer toutes ces impuretés et/ou corps étrangers de façon à n'avoir que des tiges propres et utilisables. Après ce prétraitement, les tiges sont divisées en six paquets de 50g chacun.

II.3. L'extraction des fibres

Les fibres lignocellulosiques sont constituées par des micro-fibrilles et une matrice amorphe constituée de lignine et l'hémicellulose [11]. Le but principal de l'extraction des fibres Alfa est l'élimination des liants non-cellulosiques comme les pectines, la lignine et les cires. En revanche, les taux de cellulose et d'hémicellulose doivent restés les plus élevés pour obtenir des fibres les plus longues possibles. Dans notre cas, le procédé de l'extraction des fibres longues d'Alfa est conduit soit sous ébullition seule soit sous ébullition suivi d'une évaporation. Le tableau 1 résume les différents protocoles suivis lors de l'extraction.

Tab.1 : Procédés d'extraction des fibres pour chaque paquet d'Alfa de 50g.

Désignation des paquets	Extraction	
	Ebullition (h)	Evaporation (h)
T0200	2	0
T0201	2	1
T0300	3	0
T0301	3	1
T0400	4	0
T0401	4	1

Les fibres Alfa sont brossées mécaniquement à l'aide d'un peigne aux dents métalliques juste après chaque protocole suivi. Le peigne est déplacé dans le sens longitudinal des tiges qui compte tenu de leur diamètre, vont être réduites pour pouvoir passer à travers les dents jusqu'à ce que les fibres soient délignifiées et non adhérentes. Enfin, les fibres sont séchées dans une étuve à 70°C pendant 6 heures. Les fibres obtenues sont présentées dans la figure 2.

II.4. Essais sur les fibres

Les performances mécaniques des fibres Alfa constituent les propriétés techniques les plus importantes : elles contribuent activement au

comportement de ses fibres pendant le renforcement des composites. Dans ce travail les performances mécaniques des fibres obtenues concerne le comportement mécanique en traction simple. Avant l'essai de traction, nous avons d'abord déterminé la section de chaque fibre en utilisant un microscope MotiC binoculaire équipé d'un logiciel de pilotage MotiC images 2000 et d'une caméra.

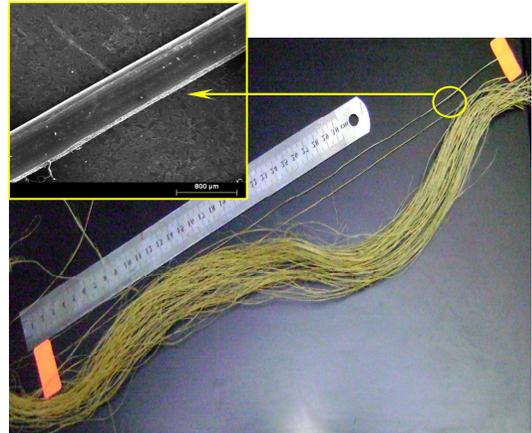


Figure 2. Fibres Alfa obtenues après l'extraction.

L'observation des fibres au microscope optique (voir Fig. 3) révèle une variation de diamètre tout le long de sa longueur. Pour cela, neuf mesures sont prise pour chaque fibre: trois mesures sur chaque côté de l'éprouvette et trois au milieu de la fibre ont été prises et une valeur moyenne est calculée. Les fibres d'Alfa ont été testées sur une machine de traction Zwick/Roell Z005 selon la norme ASTM D3379-75 [12].

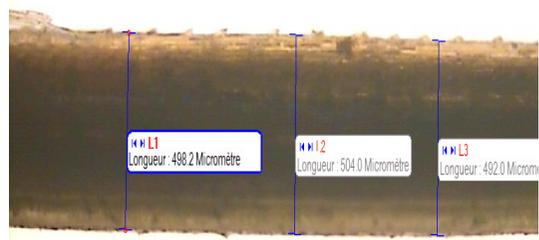


Figure 3. Mesure du diamètre d'une fibre Alfa observée au microscope optique binoculaire.

Un dispositif est conçu spécialement pour la

fixation des fibres. Les fibres fixées ont été sollicitées à une vitesse de 2,5 mm/min. Les efforts ont été mesurés à l'aide d'un capteur de force de 5 KN. La distance entre pinces est fixée à 40 mm. Ce protocole d'essai de traction nous a permis de déterminer les contraintes, les allongements et les modules de Young moyens des différentes fibres d'Alfa.

III. Résultats et discussions

III.1. Comportement en traction de la fibre Alfa

La figure 4 illustre l'allure typique en traction de la courbe moyenne charge-extension issue de 15 fibres d'Alfa testées. Chaque barrette représente la valeur maximale et celle minimale autour de la valeur moyenne obtenues sur les quinze essais. Cette courbe met en évidence un comportement quasi-linéaire jusqu'à la rupture brutale des fibres.

III.2. Propriétés mécaniques de la fibre

Les tests de traction simple sur fibres végétales d'Alfa sont difficiles à réaliser et à analyser, en raison de la grande dispersion des valeurs obtenues. Cette dispersion peut être principalement liée à plusieurs facteurs [13, 14] : (i) conditions et paramètres d'essai, (ii) caractéristiques de la plante : âge ou maturité, conditions climatiques de l'endrofit du développement de la plante et (iii) l'hypothèse de la section transversale circulaire de la fibre. En ce qui concerne les caractéristiques des plantes, les facteurs pouvant affecter leur comportement mécanique sont la source végétale, l'âge, le mécanisme de la procédure d'extraction des fibres et la présence des défauts [13]. En effet, nos éprouvettes sont des faisceaux de fibres ultimes qui ne comportent jamais le même nombre de fibres à chaque fois. Ce fait s'ajoute aux causes de cette dispersion.

Les valeurs des caractéristiques mécaniques en traction (contrainte à la rupture, module de Young et déformation à la rupture) rassemblées dans le tableau 2 représente une moyenne de 15 essais par type de fibre. Il est remarquable de constater que les fibres Alfa extraites par

ébullition durant 2 heures (fibres T0200) possèdent le module de Young le plus élevé.

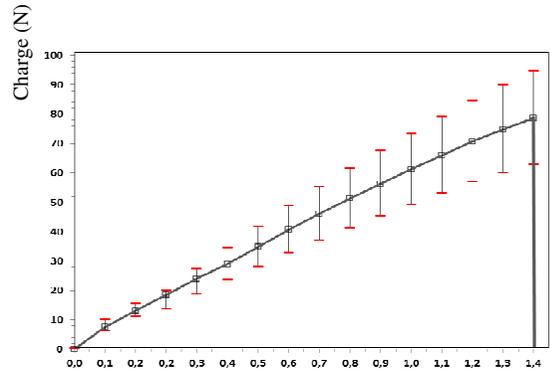


Figure 4. Courbe moyenne charge-Extension issue des 15 fibres d'Alfa testées en traction. Chaque barrette représente la valeur maximale et celle minimale autour de la valeur moyenne

En revanche, les fibres extraites après 3 heures d'ébullition (fibres T0300) semblent être les plus résistantes en termes de contrainte à la rupture. Une réduction importante des propriétés mécaniques des fibres est observée à la suite de l'exposition des fibres Alfa à la vapeur pendant 1 heure. Cela semble se traduire par la dissolution d'une partie de l'hémicellulose sous l'effet de vapeur. L'exposition des fibres Alfa à cette vapeur (température supérieure à 100 °C) favorise le départ de l'eau libre de la matrice végétale. De plus après un certain temps d'exposition, le degré de polymérisation, qui définit la longueur d'une chaîne polymère, se réduit [15].

Les micrographies de la figure 5 obtenues au microscope électronique à balayage (MEB) des fibres extraites par ébullition présentent des filaments cellulotiques non dégradés et alignés parallèlement (Fig. 5a). Ces filaments sont collés par les hémicelluloses formant ainsi le faisceau. Ce qui traduit l'efficacité d'extraction ainsi que leur résistance.

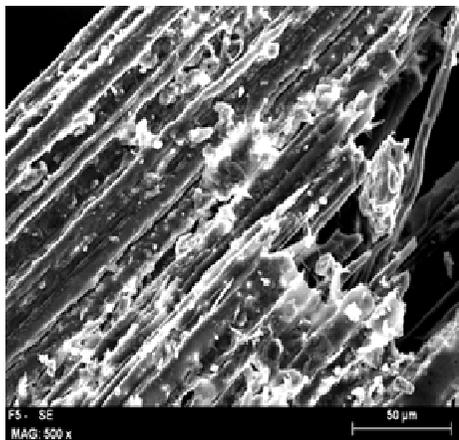
Dans le cas de l'extraction par ébullition suivie d'une évaporation d'une heure, un changement structurel matérialisé par une dégradation des filaments cellulotiques des fibres a été observés (Fig. 5b), donnant lieu à une baisse importante de la contrainte à la

rupture de l'ordre de 88%, 70% et 40% respectivement pour les fibres T0201, T0301 et T0401. Une baisse notable des valeurs du module de Young est également enregistrée qui est de l'ordre de 76%, 30% et 46% respectivement pour T0201, T0301 et T0401.

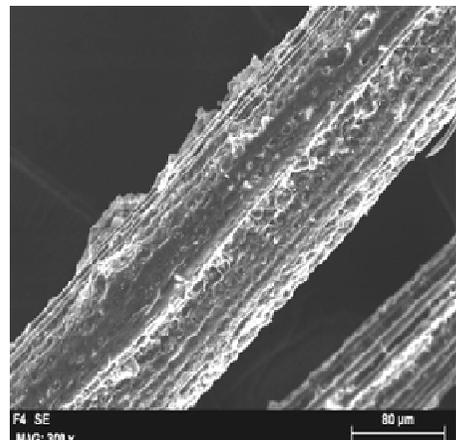
La fibre Alfa extraite par ébullition durant 2 h a enregistré une valeur moyenne du module de Young pratiquement voisine à celle trouvée par Paiva et al. [17] sur des fibres Alfa extraites par voie chimique. Alors que, la contrainte à la rupture est plus grande de 58% que celle obtenue par les mêmes auteurs.

Tableau 2 : Comparaison entre les différentes caractéristiques mécaniques obtenues dans ce travail et les autres résultats de la littérature.

Fibre	Type extraction	Longueur de la Gauge (mm)	Contrainte à la rupture (MPa)	Module de Young (GPa)	Déformation à la rupture (%)	Références
Alfa	T0200	40	590 ± 200	21 ± 08	3,2±0.7	Travail actuel
Alfa	T0201		70 ± 30	5 ± 03	2.2±0.7	
Alfa	T0300		1000 ± 400	13 ± 04	3.1±0.7	
Alfa	T0301		300 ± 100	09 ± 03	2.5±0.7	
Alfa	T0400		300 ± 200	13 ± 5	2.8±0.3	
Alfa	T0401		180 ± 100	7 ± 04	1.8±1.1	
Alfa	NaOH-NaClO	250	134–220	13–17.8	1.5–2.4	Ben Brahim et al. [10]
Alfa	Immersion à l'eau (24h)	-	264.79	11,18	4,08	Ghali et al. [16]
Alfa	NaOH-NaClO	20	271± 104	19,3± 0,9	-	Paiva et al. [17]
		40	237± 111			
		60	245± 84			
Sisal	Rouissage sous terre	20	462 ± 71	7.47 ± 1.37	7.83 ± 1.25	Belladi et al. [13]
Palmier	Immersion à l'eau	10	170 –275	5–12	5-10	Al-Khanbash et al. [18]



(a)



(b)

Figure 5. Image MEB de deux types de fibres Alfa :(a) Fibre T0200, (b) Fibre T0201 (voir tableau 1).

Comparée à la technique d'immersion utilisée par Ghali et al. [16], le module de Young et la contrainte à la rupture de la fibre Alfa, extraite par ébullition durant 2h, sont supérieurs de 46% et 55% respectivement. Enfin, si l'on compare nos résultats à ceux obtenus sur d'autres fibres végétales (Sisal et Palmier), nous pouvons affirmer que la technique d'ébullition d'une durée optimale de 2h favorise l'obtention de fibres Alfa plus résistantes et plus efficaces.

IV. Conclusion

Ce travail constitue une contribution sur la méthode d'extraction de fibres Alfa à partir de la plante *Stipa Tenacissima* L. disponible dans la région du Hodna (M'sila). Cette plante aux vertus écologiques, économiques et sociales, ouvre la voie à de nouvelles applications tout à fait intéressantes (plus particulièrement comme renforts dans les matériaux composites). Se basant sur la littérature et les travaux effectués sur les fibres végétales, nous proposons une nouvelle technique d'extraction des fibres Alfa basée sur l'ébullition et l'évaporation. Le facteur principal (temps d'ébullition et temps d'évaporation) a été étudié pour optimiser les caractéristiques en traction de la fibre Alfa (contrainte à la rupture, module de Young et déformation à la rupture). Comparée aux autres méthodes d'extraction citées dans la littérature, la méthode proposée est une technique simple, économique et permet de produire d'excellente qualité de fibres longues. De plus, elle offre l'avantage de ne pas faire appel à des produits chimiques.

Références

- [1]. Fibres Recherche Développement (FRD) : Fibres et renforts végétaux Solutions composites, Troyes-France, Mars 2012, 28P.
- [2] R. Boughriet, Fibres végétales : de nouvelles applications prometteuses émergent, <http://www.actu-environnement.com/>, Octobre 2009.
- [3] Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie- ADEME : Etude de marché des nouvelles utilisations des fibres végétales, Note de synthèse, Décembre 2005, 37P.
- [4] M. S. Sreekala, M. G. Kumaran, S. Thomas, Oil palm fibers: Morphology, chemical composition, surface modification, and mechanical properties, *J. Applied Poly.*, 66(5), 821-835, 1998.
- [5] M.E. Malainine, A. Dufresne, D. Dupeyre, Mahrouz M., R. Vuong, M.R. Vignon, Structure and morphology of cladodes and spines of *Opuntia ficus-indica*. Cellulose extraction and characterisation, *Carbohydr. Polym.*, 51(1), 77-83, 2003.
- [6] Munder F, Füll C, Hempel H., (2005), Processing of Bast Fibre Plants for Industrial Application, in *Biopolymers, and Biocomposites*, CRC Press LLC, Boca Raton (FL).
- [7] L. Y. Mwaikambo, Review of the history, properties and application of plant fibres, *African Journal of Science and Technology (AJST)*, Science and Engineering Series, 7(2), 120 – 133, 2006.
- [8] F.S. Chakar , A.J. Ragauskas , Review of current and future softwood kraft lignin process chemistry, *Ind. Crops. Prod.*, 20(2), 131-141, 2004.
- [9] M. Abdelmouleh, S. Boufi, MN. Belgacem, A. Dufresne, Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading, *Compos. Sci. Technol.*, 67(7-8), 1627–1639, 2007.
- [10] S. Ben Brahim, R. Ben Cheikh, Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite, *Compos. Sci. Technol.*, 67(1), 140-147, 2007.
- [11] K. M. Mohan Rao, K. Mohana Rao, Extraction and tensile properties of natural fibers: Vakka, date and bamboo, *Comp. Struct.*, 77(3), 288–295, 2007.
- [12] ASTM D3379-75 : Standard Test Method for Tensile Strength and Young's Modulus for High-Modulus Single-Filament Materials, 1998.
- [13] A. Belaadi, A. Bezazi, M. Bourchak, F. Scarpa, Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres, *Mater. Des.*, 46, 76–83, 2013.
- [14] T. M. Gowda, A.C.B. Naidu, R. Chhaya, Some mechanical properties of untreated jute fabric-reinforced polyester composites, *Composites: Part A*, 30(3), 277–284, 1999.
- [15] Josette Ross, Étude des composés chimiques extraits des lixivats issus de la thermotransformation du pin gris (*Pinusbanksiana* Lamb.), Mémoire présenté comme exigence partielle de la maîtrise en ressources renouvelables, Université du Québec à Chicoutimi, 71P, Mai 2004.
- [16] L. Ghali, M. Zidi, S. Roudesli, Physical and Mechanical Characterization of Technical Esparto (Alfa) Fibres, *J. Appl. Sci.*, 6(11), 2450-2455, 2006.
- [17] M.C. Paiva, I. Ammar, A.R. Campos, R.B. Cheikh, A.M. Cunba, Alfa fibres: Mechanical, morphological and interfacial characterization, *Compos. Sci. Technol.*, 67(6), 1132–1138, 2007.
- [18] A. Al-Khanbashi, K. Al-Kaabi, A. Hammami, Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement : Fiber Characterization, *Polym. Compos.*, 26(4), 486–497, 2005.