

N° d'ordre :

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

UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



Domaine : **SCIENCE DE LA MATIERE**
Filière : **CHIMIE**
Spécialité : **CHIMIE DE L'ENVIRONNEMENT**

Mémoire de Master

Thème

**Caractérisation chimique par le protocole TAPPI et physique de
la farine de *Roseau Commun***

Présenté par : **TEMZI**

AMEL

HADDADI

LYNDA

Devant le Jury composé de :

<i>Nom et Prénom</i>	<i>Grade</i>	<i>Affiliation</i>	<i>Qualité</i>
<i>M^r KADOUCHE SLIMANE.</i>	<i>MCA</i>	<i>UMMTO</i>	<i>President</i>
<i>M^r RAHMOUNE M.A.</i>	<i>MCB</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Promoteur</i>
<i>M^{me} LOUNI DALLILA.</i>	<i>MAA</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Examinatrice</i>

Session 2020 / 2021

Remerciement

Au terme de ce modeste travail. Nous tenons à exprimer nos sincères remerciements

En premier lieu, on remercie le bon DIEU qui nous a donné la patience, le courage et la volonté nécessaires pour accomplir ce travail.

Nous tenons à présenter nos remerciements tous ceux et celles qui ont contribué au bon déroulement de ce travail.

Tout d'abord Je tiens à exprimer nos remerciements tout particulier à Monsieur Rahmoune Mohand Ameziane pour son encadrement au long de ce trimestre. Son enthousiasme, sa disponibilité, ses nombreuses idées, son aide si précieuse, et son soutien et surtout sa patience dans la correction de ce mémoire.

On veut aussi présenter nos sincères remerciements à Mr Kadouche d'avoir accepté la présidence du jury.

Nous remercions aussi Madame Louni pour les discussions qu'on a pu avoir avec elle, ses conseils avisés .et surtout pour son acceptation d'examiner les résultats de ce travail.

Nous souhaitons également exprimer nos remerciements sincères à l'ensemble des membres du laboratoire de LCAGC à HASSNAOUA et labo de chimie SNV à Tamda pour leur chaleureux accueil. Et surtout pour les personnels de labo chimie physique qui nous ont permis d'accéder pour faire quelques manipulations chez eux.

Nous remercions également le personnel du laboratoire d'université de Sétif pour l'analyse de l'ATG.

On désire remercier spécialement Monsieur Fetmouche. Pour ses encouragements dans les périodes plus difficile, pour son aide précieuse et pour sa gentillesse et sa disponibilité



Dédicaces

Je dédié ce travail

A mes chers parents ma mère et mon père

**A mon mari Said qui m'a encouragé, qui m'a donné
la force et la volonté de surmonter tous les obstacles et
les difficultés.**

A mon chère prince Ayane que Dieu le garde.

A mes Très chères sœurs karima kahina Hakima djamila Sabrina

A mes très chers frères Mohamed Marzouk Lyes

A ma cher binôme Amel

A toutes personnes chères à mon cœur

A toutes personnes qui m'aime

A toutes personnes que j'aime

LYNDA





Dédicaces

Je dédie ce mémoire avec grand amour, sincérité et de fierté

À ma chère grand-mère « Que dieu aie son âme ». Je t'aime très fort J'aurais aimé partager ce moment avec toi. Tu es le trésor de la famille.

À mes chers parents qui m'ont toujours motivé dans mes études

Ma mère: Djazia

L'être le plus chère de ma vie, source de tendresse et d'affection, Son amour infini, son soutien incorporable.

Mon père: Hanafi

L'épaule solide, tu as toujours été à mes côtés pour me soutenir et m'encourager, j'ai de la chance de t'avoir comme un père, tu me dois tout.

Aucune dédicace ne pourrait exprimer mon respect et mes profonds sentiments pour tous les sacrifices que vous avez consentis pour mes études.

À ma chère petite sœur Rania et mes frères Hocine et Malik.

À ma chère Yvonne pour son soutien moral depuis mon enfance.

À tous les membres de la famille Temzi

À mon très cher ami Hamid pour son encouragement, sa disponibilité et son soutien tout au long de mon parcours.

**À mes très chers amis en particulièrement Mériem, Ania, Lamia et kamilia.
À mon cher binôme Lynda ainsi sa famille, qui est toujours présente à mes côtés dans les bons et les mauvaise moments,**

Et nous remercions le dieu qui nous a accordé le courage, la force, la patience afin d'arriver à accomplir ce modeste travail.

AMEL



Figure 1: Exemples de fibres végétales (Roseau à droite et coton à gauche).....	3
Figure 2: Classification des fibres végétales par leur origine.....	4
Figure 3: Structure d'une fibre végétale.	5
Figure 4: Représentation schématique des différents composants des fibres (cellulose éthémicellulose, pectines, protéines).....	6
Figure 5: Représentation de la chaîne de cellulose	7
Figure 6: Les trois précurseurs monomères phénylpropanoïdes	7
Figure 7: représentation chimique d'une lignine.	8
Figure 8: Structure chimique d'hémicellulose.	9
Figure 9: Les constituants d'hémicellulose.....	9
Figure 10: Structure chimique de pectines	10
Figure 11: Constituants de la pectine.	10
Figure 12: Structure chimique d'acide palmitique.....	11
Figure 13: Platine de rétroviseur injectée en PP de fibre de chanvre.....	16
Figure 14: Éolienne composite renforcée par des fibres de lin	16
Figure 15: Production européenne de fibres végétales.....	16
Figure 16: Roseau commun (original).....	19
Figure 17: la morphologie de phragmites Australie.....	21
Figure 18: Exemples de quelques produits industriels de RC.....	23
Figure 19: le déchet de roseau commun.....	24
Figure 20: L'emplacement de CHAMLAL sur Google earth.	25
Figure 21: Tamis RETSCH.	26
Figure 22: Les étapes de changement du RC.	27
Figure 23: Les matériels utilisés pour mesurer le taux d'humidité.	28
Figure 24: Les matériels utilisés pour mesurer le taux de cendre.	29
Figure 25: MEB de type Philips.	30
Figure 26: L'analyse thermogravimétrique (ATG).....	31
Figure 27: Spectromètre infrarouge de Fourier.	32
Figure 28: Le solvant (Benzène et l'éthanol) et l'extrait.....	34
Figure 29: la solution obtenue après L'extraction à l'éthanol.....	34
Figure 30: Appareil d'extraction : le soxhlet (photo originale 2021).....	35
Figure 31: Appareillage de distillation (photo original).....	36
Figure 32: Rota vapeur (photo original2021).....	36

Figure 33: Préparation de la solution.....	38
Figure 34: Spectre IR de la farine de roseau à 250 μm	41
Figure 35: Spectre IR de la farine de roseau à 125 μm	42
Figure 36: Spectre IR de la farine de roseau à 45 μm	42
Figure 37: L'analyse thermique (ATG-DTG).....	45
Figure 38: Les photomicrographies de RC avant l'extraction.....	48
Figure 39: Les photomicrographies de RC traité après l'extraction.....	49

Tableau 1: Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales.....	12
Tableau 2: Adéquation/marché/procédés/nature des fibres végétales techniques fournies. Exemple de la plasturgie et des composites	13
Tableau 3: Les avantages et les inconvénients des fibres végétales.	18
Tableau 4: Exemple de composition chimique de la fibre de R.C	20
Tableau 5: les différents refus en fonction des différentes mailles.	26
Tableau 6: Les solvants qu'on a utilisé durant l'extraction.....	32
Tableau 7: Taux d'humidité d'eau en fonction des diamètres de RC.	39
Tableau 8: Les résultats de taux de cendre en fonction du diamètre de la farine de RC.	40
Tableau 9: Nombres d'ondes et les types de vibrations appropriées à des fonctions spécifiques pour chaque diamètre.	43
Tableau 10: les différents taux d'extraction en fonction du solvant utilisé.	46
Tableau 11: taux de lignine klason et lignine soluble.....	47
Tableau 12: les résultats obtenus après l'extraction à l'éthanol-benzène. Annexe	01
Tableau 13: les résultats obtenus après l'extraction à l'éthanol. Annexe	01
Tableau 14: les résultats obtenus après l'extraction à l'eau chaude. Annexe	01
Tableau 15: les résultats obtenus de lignine insoluble de RC Annexe	02
Tableau 16: les résultats obtenus de lignines soluble de RC. Annexe	02

ATG: Analyse thermogravimétrique

DTG: Dérivée thermogravimétrique

BMC: COMPOSÉS DE MOULAGE EN VRAC

BTP: Bâtiment et travaux publics

COOH: Acide

C: Celsius

CH₃: Méthyle

Cm: Centimètre

Cm⁻¹: Centimètres moin un

CO₂: Dioxyde de carbone

C₆H₁₂O₆: Le pyrocarbonate d'éthyle

C₆H₆: Benzène

DP: Degré de polymérisation

etc: Excetera

J: Jour

H: Hydrogène

h: Heure

ha: Hectares

HRGP: Glycoprotéines riches en hydroxyproline

H₂O: Eau

H₂SO₄: Acide sulfurique

IRTF: Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier

g: Grammes

Kbr: Bromure de potassium

Kv: Kilovolt

L: Litres

m: Masse

m: Mètre

mn: Minutes

MEB: Microscopie électronique à balayage

Mg: Milligrammes

ml: Millilitres

mm: Millimètres

ms: Matière sèche

nm: Nanomètres

N12: Route nationale

OH: Alcool

RC: Roseau commun

RIM: Reaction injection moulding

RTM: Resin transfer moulding

SMC: Composés de mouillage en toll

T: Transmittance

TAPPI: Technical Association of the Pulp and Paper Industry

TH: Taux d'humidité

Torr: Millimètres de mercure

UV: Ultraviolets

µm: Micromètre

%: Pourcentage

Liste figure
Liste tableaux
Liste abréviation

Introduction.....1

Chapitre I : Généralités sur les fibres végétales et le roseau commun.

Partie A : Les fibres végétales

I- Définition des fibres végétales..... 3
 II- Classification des fibres végétales..... 3
 III- La structure et la morphologie d'une fibre végétale 4
 III.1. La lamelle mitoyenne M 4
 III.2. La paroi primaire P 4
 III.3. La paroi secondaire 5
 IV- La composition chimique d'une fibre végétale 5
 IV.1. Cellulose 6
 IV.2. Lignine 7
 IV.3. Les hémicelluloses 8
 IV.4. Les pectines 10
 IV.5. Les cires 11
 V. Domaines d'utilisation 13
 VI. Les avantages et les inconvénients..... 17

Partie B: le roseau commun.

I. L'historique de roseau commun 19
 II. La définition de roseau commun (RC) 19
 III. Composition chimique du RC 20
 VI. La morphologie de RC 20

V. Classification et position systématique	21
VI. Domaine d'utilisation de RC	22
VI.1. Usages alimentaires	22
VI.2. Usages médicaux	22
VI.3. Usages industriels	22
VI.4. Usages agricoles	23
VI.5. Usages aquaculture	23
VII- Impacts sur l'environnement	24
 Chapitre II: Matériels et méthodes.	
I. L'échantillon.....	25
II. Préparation de la farine du roseau commun	25
III. Caractérisation physique	27
III. 1. Taux d'humidité	27
III.2. Taux de cendres (selon TAPPI 211)	28
III.3. Analyse de morphologie par Microscopie Électronique à Balayage (MEB).....	29
III.4. Analyse thermogravimétrique et sa dérivée (ATG / DTG).....	30
IV. La caractérisation chimique	31
IV.1. Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	31
IV.2. Extraction des extractibles selon le protocole TAPPI 264	31
IV.2.1.Extraction à l'éthanol/benzène (1/2)	33
IV.2.2.Extraction à l'éthanol	34
IV.2.3. Extraction à l'eau chaude	35
IV.3. Taux de lignine	36
IV.3.1. Lignine insoluble	36
IV.3.2. Lignine soluble	37

Chapitre III: Résultats et discussion.

I. Taux d'humidité.....	39
II- Taux de cendre	40
III- Analyse par IRTF.....	41
IV. ATG/DTG	44
V- Composition chimique (extractible et lignine).....	45
IV- Analyse de morphologie par Microscopie Électronique à Balayage (MEB).....	47
Conclusion	50
Référence bibliographiques	
Annexes	
Résumé	

INTRODUCTION

Dans la plupart des pays du monde, on assiste à un intérêt plus que croissant du grand public pour la protection de l'environnement. Les fibres végétales comme ressources renouvelables et biodégradables sont des matières premières, qui par les avancées réalisées par dans leur exploitation, d'une grande importance dans l'amélioration de la protection de l'environnement.

L'utilisation de fibres végétales comme éléments de renfort dans les matériaux polymères, en remplacement des fibres de verre ou synthétique d'une manière générale ont connu depuis les années quatre-vingt-dix du siècle dernier un véritable nouvel élan dans les secteurs de l'industriel [1,2].

De par leurs qualités et avantages indéniables, tels que leur faible coût, leur densité peu élevée, leur biodégradabilité, leur disponibilité, leur facilité de mise en œuvre, leur impact minimum sur l'environnement, et le fait qu'elles sont des ressources renouvelables, etc. [3,4,5], les charges et les fibres végétales sont concurrentes de charges et renforts classiques, Ceci dit, on les trouve dans les différents secteurs d'activité comme l'automobile, le bâtiment et très bientôt l'aviations et la médecine...etc.[6].

Dans notre travail on s'est intéressé au roseau commun ou *Phragmites australis* comme source de charge ou de fibre. Cette plante est très abondante et on l'a trouvé principalement dans les zones humides ou les plaines inondables, comme les marais d'eau douce ou saumâtre, les rives des lacs, des rivières et des fleuves, et les fossés de drainage en bordure des routes ou dans les champs agricoles[7,8].

Malgré l'importance économique du roseau commun [9], dans notre pays elle est négligée. En effet, cette plante peut être valorisée comme cela se fait dans d'autres pays du monde, d'autant plus qu'elle ne demande pas d'intrant chimique, contrairement au miscanthus, au lin et au chanvre.

Toutefois, avant toute utilisation, il faut savoir quantifier d'une manière exacte la composition chimique et propriétés physiques de la plante ou des éléments de la plante à exploiter, à l'exemple des fibres. En effet, à cause de la variabilité de la composition chimique et des propriétés physique d'une région à une autre du même pays et d'une partie du monde à une autre, toute valorisation, requiert la connaissance de la composition chimiques et propriétés physique de la plante ou de la partie envisagée.

Il est important de rappeler pour étayer notre propos que cette caractérisation est directement liée à l'utilisation des fibres dans les matériaux, de l'utilisation de la plante à des fins de dépollution, le bâtiment, et l'exploitation de molécules bioactives extraites de la plante, etc.

C'est dans cette esprit que s'inscrit notre modeste travail, qui se donne comme objectif d'utiliser les normes TAPPI (Technical Association of the Pulp and Paper Industry) principalement afin de caractériser chimiquement une farine de roseau commun obtenue par broyage, mais aussi de la caractériser du point de vue physique.

Les analyses chimiques en utilisant les normes TAPPI effectuées sont : la détermination des taux de cendre, d'extractions, taux de lignine et taux de cellulose. Nous avons aussi utilisé la spectrométrie infrarouge (IRTF) pour l'analyse spectrale, et la spectroscopie UV dans l'analyse de la lignine insoluble.

Pour ce qui est des analyses physiques, nous avons eu recours au test du taux d'humidité, ainsi que la microscopie électronique à balayage (MEB) et l'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG).

La préparation de notre échantillon ainsi les analyses ont été effectuées au sein de laboratoire de chimie SNV –Tamda et laboratoire de chimie pharmaceutique de l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, et pour l'ATG/DTG au niveau de l'université de Sétif.

Notre mémoire est organisé en trois parties :

Chapitre 1: consacré à une étude bibliographique où nous avons fait une présentation générale des fibres végétales et une présentation du roseau commun.

Chapitre 2: réservé aux différents protocoles et analyses effectuées sur les farines de roseau que nous avons obtenu par broyage.

Chapitre 3: comme dernier chapitre est dédié à la discussion et interprétation de nos différents résultats, et on le termine par une conclusion.

CHAPITRE I

Généralités sur les fibres végétales et le roseau commun.

PARTIE A

Les fibres végétales

I. Définition des fibres végétales

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires issues de la biomasse principalement composées de cellulose, d'hémicellulose, de lignine, de pectines et de cires. Elles contiennent aussi des protéines, des composés non organiques et en proportion relativement faible des extractibles. Les proportions de ces constituants dépendent de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante. En effet, les fibres peuvent être issues soit à partir des tiges (lin, jute chanvre, etc.) ou bien des graines (coton , kapok, etc.), feuille (sisal, abaca , etc.) ou encore des fruits (noix de coco, etc.) [10].

Les fibres végétales sont très utilisées pour leur faible densité, leur pouvoir d'isolation thermique, leur propriétés mécaniques et notamment dans certaines applications pour leur biodégradabilité [11].



Figure 1: Exemples de fibres végétales (Roseau à droite et coton à gauche) [12,13].

II. Classification des fibres végétales

Nous pouvons subdiviser les fibres végétales selon la taille en deux catégories : des fibres longues et des fibres courtes. Les fibres courtes sont généralement obtenues des fruits, des fleurs ou des graines de certaines plantes, alors que les fibres longues sont extraites de l'écorce ou du liber de la tige ou des feuilles des plantes [14].

Comme on peut parler de 5 groupes selon leur origine d'extraction de l'organe de la plante dont elles sont issues.

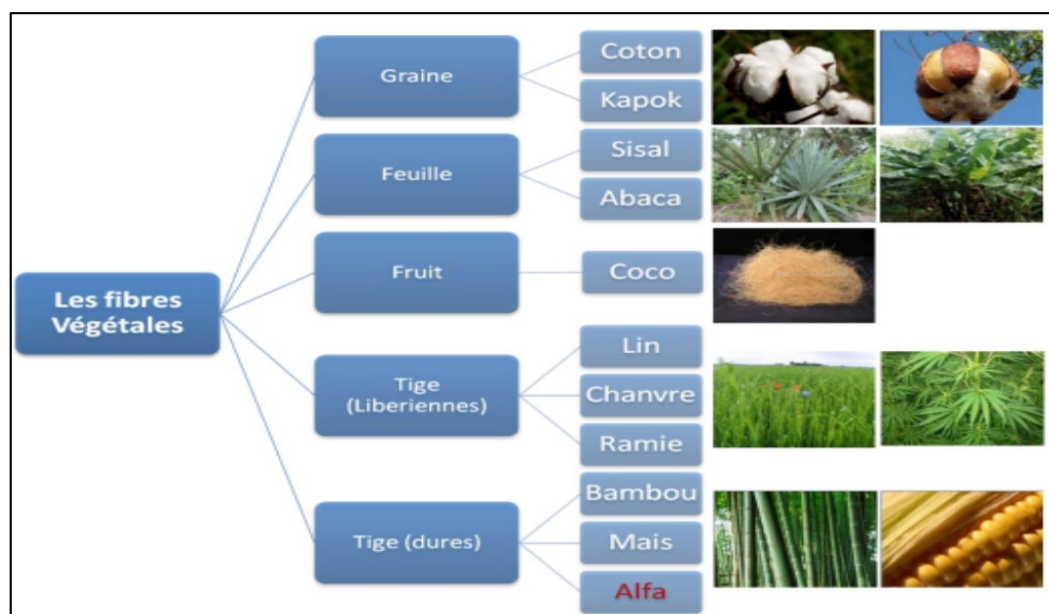


Figure 2: Classification des fibres végétales par leur origine [15].

III. La structure et la morphologie d'une fibre végétale

La structure d'une fibre végétale est constituée d'une lamelle et de deux parois (Primaire et secondaire) qui se forment en 3 étapes l'une après l'autre.

III.1. La lamelle mitoyenne M

C'est la base sur laquelle ira se déposer la paroi primaire puis secondaire. Elle sera perforée au niveau des ponctuations par les plasmodesmes qui permettront des échanges intercellulaires. Elle est d'épaisseur de 0.5 à 2 μ m en périphérie qui est commune aux cellules voisines. Elle est composée principalement de lignine (70%) associée à d'autres composés organiques tels les hémicelluloses, la pectine, la cellulose [16].

III.2. La paroi primaire P

Très mince (0,03 à 0,1 μ m), elle est située entre la lamelle moyenne et la paroi secondaire. Elle est constituée de 25 à 30% de cellulose, 30 à 65% d'hémicellulose, 5 à 35% de pectines et 0,5 à 5% de protéines [17].

III.3. La paroi secondaire

Considérée comme paroi principale, elle est située après la paroi primaire, de même composition que cette dernière, mais avec différentes proportions. Elle est divisée en trois parties essentielles sont:

- La paroi externe S1 mince (0.1 à 0.2 μm).
- La paroi centrale S2 de beaucoup la plus épaisse (0.5 à 8 μm) et la plus déterminante.
- La paroi interne S3 appelée paroi tertiaire, mince (0.04 à 0.1 μm).

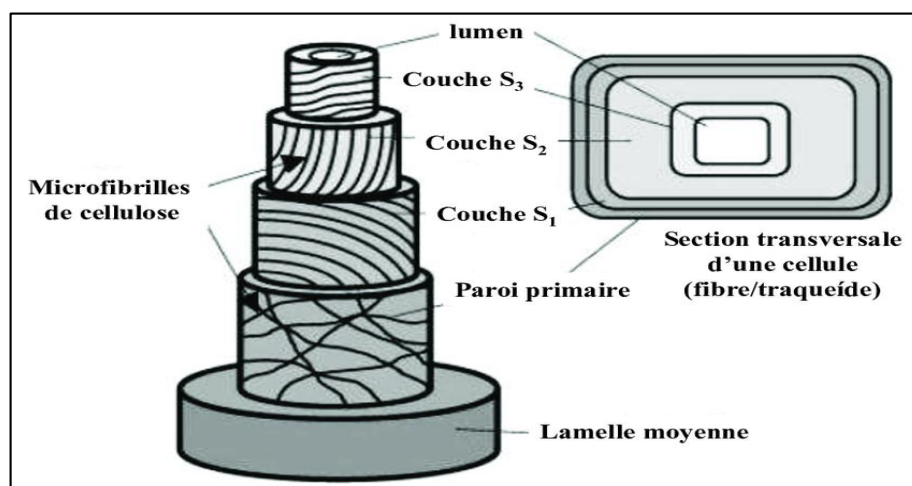


Figure 3: Structure d'une fibre végétale [18].

IV. La composition chimique d'une fibre végétale

Les fibres végétales sont constituées chimiquement de trois principaux constituants: la cellulose, les hémicelluloses et les lignines. Elles contiennent aussi des protéines, des extractibles et certains composés inorganiques en faible proportion [19].

Cette composition chimique dépend de l'origine de la fibre, des conditions de croissance, des conditions climatiques, de l'âge de la plante et de la provenance de la fibre (feuilles, tige, fruit,...) [20].

La proportion de cellulose, d'hémicelluloses et de lignine varie d'une espèce à une autre. À l'intérieur de chaque fibre, la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant la cellulose [21].

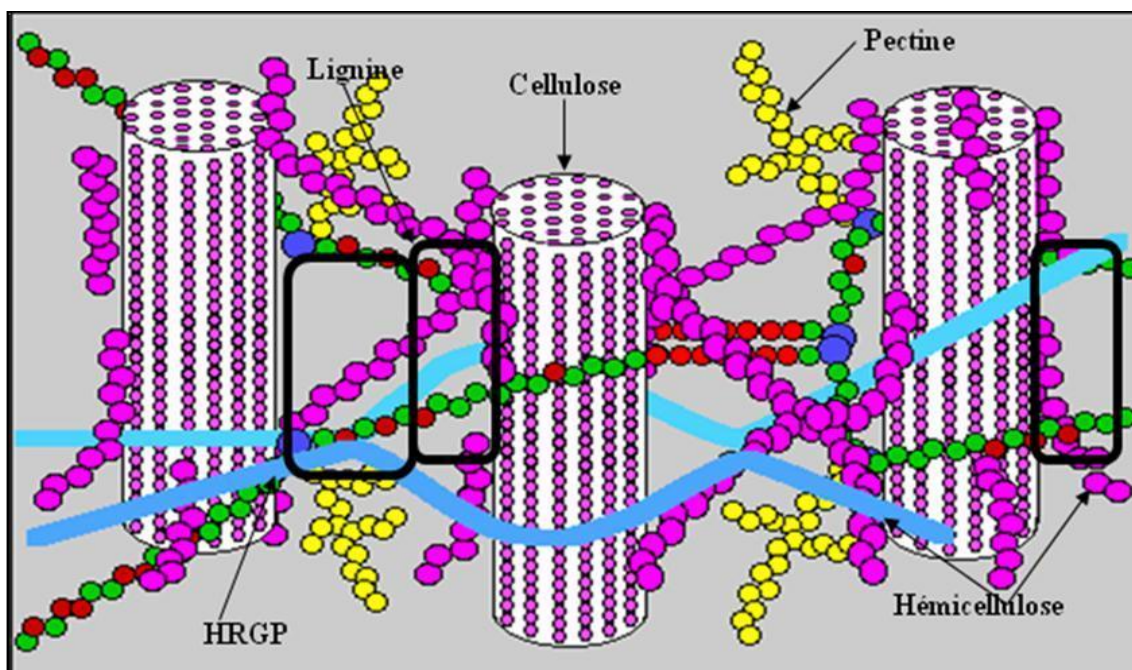


Figure 4: Représentation schématique des différents composants des fibres (cellulose et hémicellulose, pectines, protéines).

Avec HRGP: glycoprotéines riches en hydroxyproline

IV.1. Cellulose

La cellulose est la molécule organique la plus abondante puisqu'elle forme la plus grande partie de la biomasse terrestre (plus de 50%). Elle est le constituant principal de la paroi cellulaire de nombreux végétaux, notamment les plantes les arbres. C'est une source de matière première utile à la production de biomatériaux [22]. Sa proportion varie d'une espèce à une autre et suivant plusieurs facteurs déjà cités. Par exemple, le coton contient 82,7% de cellulose contre 65,8% pour les fibres de sisal et 64,4% pour le jute [23].

La cellulose est un polysaccharide, par conséquent c'est un biopolymère. Le motif de ce polymère est le glucose constituant avec une formule empirique $(C_6H_{10}O_5)_n$. Toutefois, certains sucres tels que le galactose, le mannose ou le xylose peuvent être incorporés en petite quantité dans les chaînes. Le nombre de maillons de glucose (ou degré de polymérisation) varie suivant l'espace végétales [24].

Le nombre de monomères de glucose, ou degré de polymérisation (DP) n'est pas connu dans la cellulose native, diffère énormément selon l'origine de la cellulose ; sa valeur peut varier de quelques centaines à quelques dizaines de milliers. Il est par exemple de 12000 pour le coton,

de 9000 pour le chanvre, 1000 pour la pâte de bois et encore 8000 pour l'épicéa. La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant le module d'élasticité le plus élevé, soit environ 136 GPa et comparable à la fibre de verre [25].

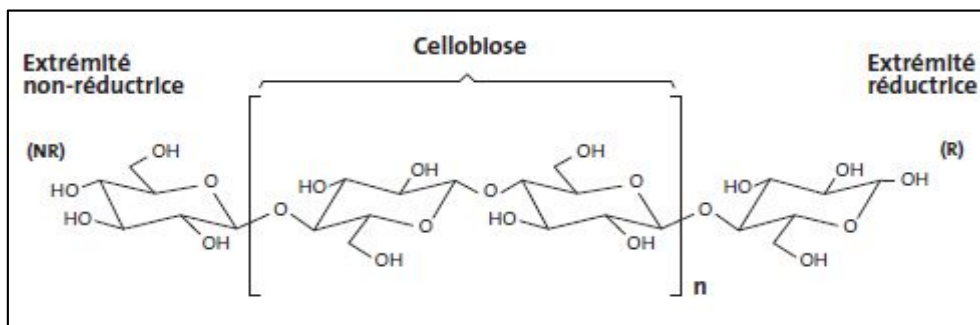


Figure 5: Représentation de la chaîne de cellulose [26].

IV.2. Lignine

La lignine c'est le deuxième principal composant constituant les fibres végétales après la cellulose. Il s'agit aussi d'un polymère hydrocarboné ayant une structure tridimensionnelle aléatoire permettant de former une matrice. La lignine forme lors de la formation de la paroi secondaire et se dépose autour des constituants polysaccharides et protéines de la paroi.

La lignine est polymérisée à partir de trois précurseurs monomères phénylpropanoïdes : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique, qui sont aussi connus comme les monolignols. Les trois monomères diffèrent par leur degré de méthylation des noyaux aromatiques [27]. La complexité des lignines, à proprement parler, provient de l'association des trois monolignols par différentes liaisons chimiques sans caractère ordonné ni répétitif pour former un polymère amorphe et hydrophobe [28].

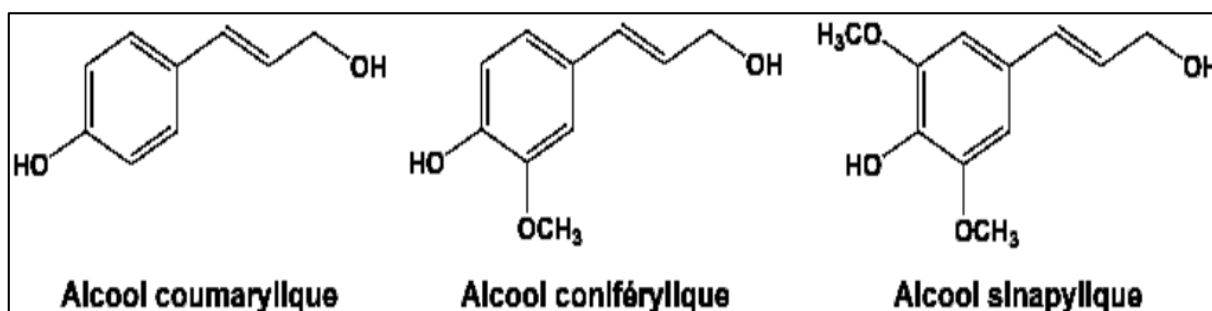


Figure 6: Les trois précurseurs monomères phénylpropanoïdes.

Sa structure dépend de l'espace végétales dont elles sont issues et du tissu végétale et de la strate pariétale où elles se trouvent et des facteurs environnementaux tels que la température, le manque d'eau ou encore les attaques de différentes pathogènes [29].

Comme on vient de le montrer, lignine est une macromolécule extrêmement, est un polymère aromatique hétérogène[30]. Elle est liée à la cellulose par des liaisons covalentes qui améliorent le caractère adhésif de l'interface entre cette matrice et les fibres celluliques, cette compatibilité est assurée par l'hémicellulose [31].

Les lignines possèdent une fonction protectrice, comparativement aux polysaccharides, contre la dégradation biologique et atmosphérique, mais aussi elles sont résistance à l'humidité [32].

Cependant, elles sont un des obstacles majeurs à la conversion de la biomasse lignocellulosique en carburants et produits chimiques biobasé [33].

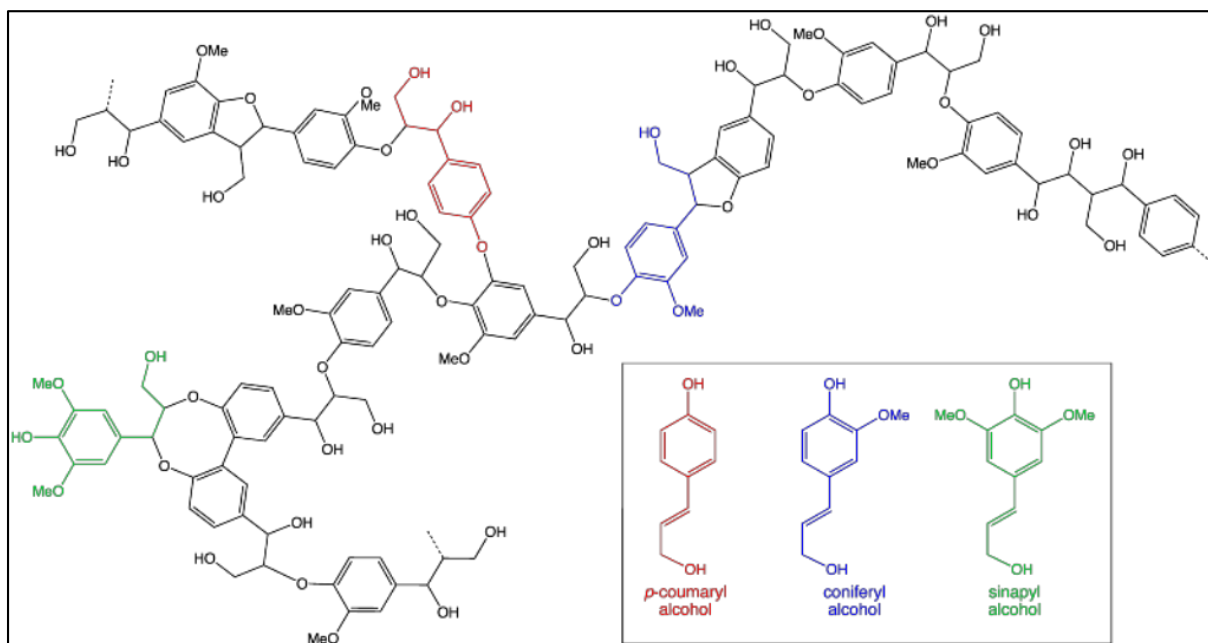


Figure 7: représentation chimique d'une lignine.

IV.3. Les hémicelluloses

Les hémicelluloses, qui se trouvent dans les végétaux, est le troisième principal composant. Il représente 25% de la biomasse [34]. Du point de vue chimique, c'est un polymère polysaccharidique caractérisé par des masses molaires beaucoup plus faibles que celle de la cellulose.

L'hémicellulose interagit avec la cellulose et la lignine, par des liaisons hydrogènes. En outre, Il faut savoir aussi que la similarité structurale entre la cellulose et les hémicelluloses favorise une forte association non-covalente (liaison hydrogène) entre les microfibrilles et des liaisons covalentes avec les pectines.

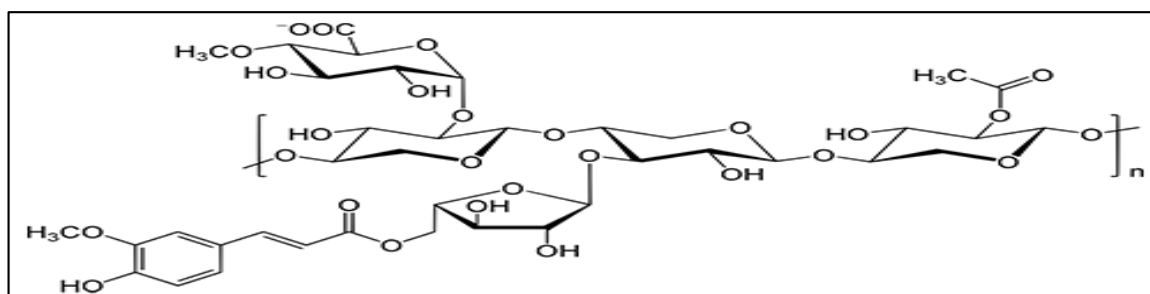


Figure 8: Structure chimique d'hémicellulose.

L'hémicellulose diffère de la cellulose par trois aspects. Premièrement, elle est composée de sucres neutres: xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques alors que la cellulose ne contient que des unités 1,4-β-D-glucopyranose. Deuxièmement, elle présente un degré considérable de branchements contenant des groupes latéraux à l'origine de sa nature non-cristalline. Enfin, à l'état naturel, elle a un degré de polymérisation compris entre 50 et 300, tandis que celui de la cellulose native est 10-100 fois plus élevé et une structure en forme d'hélice qui leur confère une certaine souplesse [35].

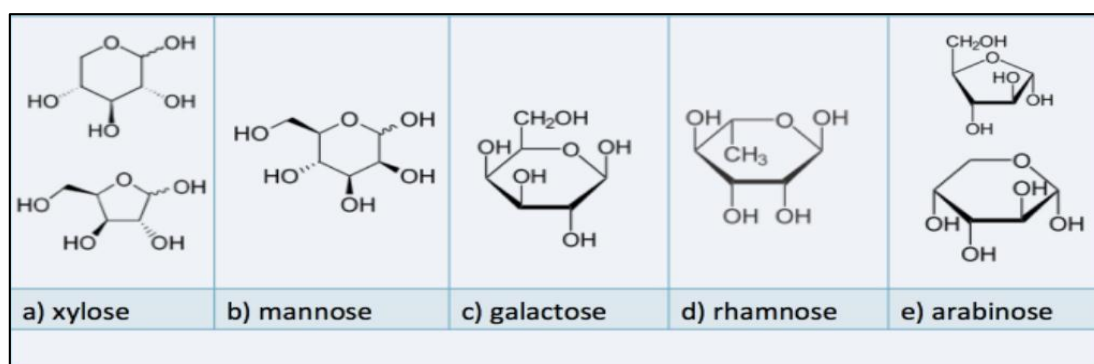


Figure 9: Les constituants d'hémicellulose.

L'hémicellulose est insoluble dans l'eau mais soluble en milieu alcalin [36] et elle est utilisée comme additifs alimentaires, plastiques (films et revêtements) et produits chimiques [37]. C'est le constituant responsable de l'élasticité des fibres et qui permet aux parois de s'allonger pendant la croissance [38].

IV.4. Les pectines

Les pectines sont des molécules polysaccharides complexes hétérogènes acides contrairement à la cellulose (elles sont constituées de nombreux monomères différents). Elles jouent le rôle de ciment intercellulaire principalement localisées au niveau de lamelle moyenne. Ils font partie des constituants des tissus végétaux et leurs actions dépendent des conditions ioniques du milieu [39].

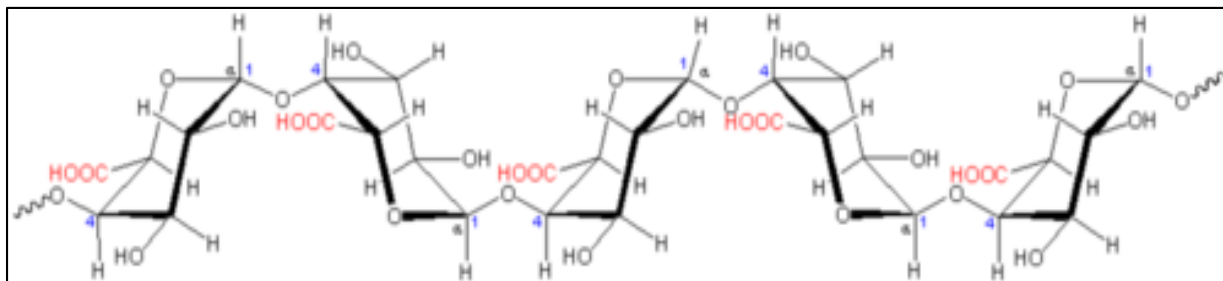


Figure 10: Structure chimique de pectines.

La chaîne principale des pectines est constituée d'un polymère: l'acide poly-galacturonique. L'acide galacturonique, qui est le monomère, est un dérivé du galactose (substitution d'une fonction alcool (-OH) par une fonction acide (-COOH) sur le carbone 6. La chaîne est rarement monotone. Certains acides galacturoniques sont méthylés (substitution d'un -H de la fonction acide par une fonction méthyle (-CH₃)) [40].

Ces acides sont associés à d'autres composants chimiques membranaires (cellulose, hémicellulose, lignine) par des liaisons physiques et/ou chimiques [41].

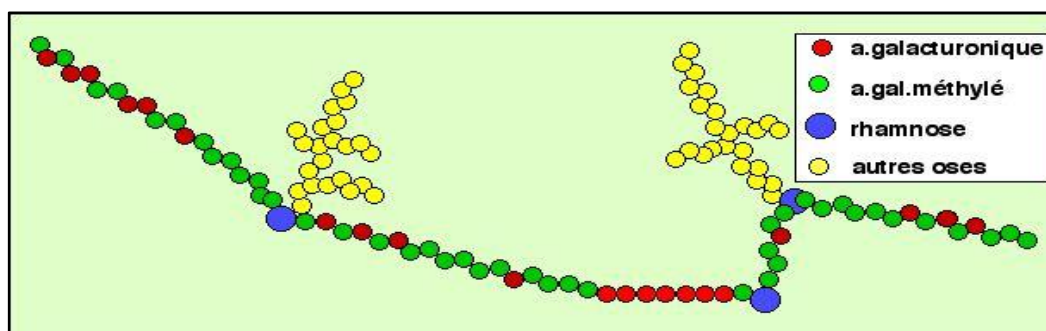


Figure 11: Constituants de la pectine.

IV.5. Les cires

La cire est une partie des fibres qui peut être extraite avec une solution organique. Elle est constituée de différents types d'alcools, qui sont insolubles dans l'eau et se gonflent dans plusieurs acides comme l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique [42].

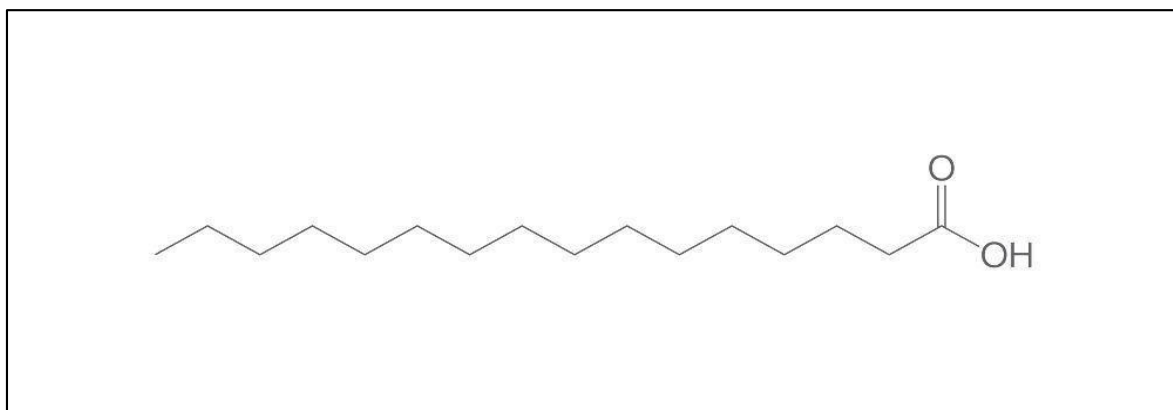


Figure 12: Structure chimique d'acide palmitique [43].

Le Tableau (1) donne la composition chimique et les proportions en pourcentage de chaque substance (cellulose, lignine, hémicelluloses, pectine et cire) des fibres végétales les plus utilisées au monde [44].

Tableau 1: Composition chimique (en%) de différentes fibres végétale.

Fibres	Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Pectine	Cire
Coton	85-90	5,7	0,7- 1,6	0-1	0,6
Lin	71	18,6-20,6	2,2	2,3	1,7
Chanvre	70-74	17,9-22,4	3,7-5,7	0,9	0,8
Jute	61,1-71,5	13,6-20,4	12-13	0,2	0,5
Ramie	68,6-76,2	13,1-16,7	0,6-0,7	1,9	0,3
Sisal	66-78	10-14	10-14	10	2
Coco	32-43	0,15-0,25	40-45	3-4	-
Alfa	45	24	24	5	2

V. Domaines d'utilisation

Depuis plus d'un siècle, les fibres végétales sont utilisées dans plusieurs domaines en raison de leur prix bon marché et leur capacité d'être recyclable et biodégradable [45].

De nos jours plusieurs secteurs utilisent ses fibres comme: le bâtiment (isolation, panneaux de particules, etc.), l'automobile, les équipements industriels, l'aéronautique, les emballages, l'électronique, le sport, les loisirs et même la médecine [46,47].

Tableau 2: Adéquation/marché/procédés/nature des fibres végétales techniques fournies. Exemple de la plasturgie et des composites [48].

Domaines d'utilisation	Procédés thermoplastiques	Procédés thermodurs	Produits
Automobile	Injection/ moulage, estampage, thermo-compression	SMC, BMC, RIM	Fibres (mm) fibres (cm), compounds, non tissés rovings/ fils
BTP	Extrusion laminage	Pultrusion, enroulement filamentaire	Fibres (mm), fibres (cm) Compounds, rovings/fils
Électricité/ électronique	Injection/ moulage Extrusion laminage	SMC BMC RIM	Poudres et farines, fibres (mm) , fibres (cm) ,compounds, non-tissés, rovings/fils
Aéronautique	Injection/moulage, extrusion	RTM, infusion	Non-tissés, tissus, UD, multiaxiaux, rovings
Ferroviaire		Moulage au contact, projection simultanée, RT M	Non-tissés aiguilletés, non-tissés hydroliés, tissus UD, multiaxiaux, rovings, fibres (mm), fibres (cm)
Sports et loisirs	Injection/moulage, extrusion,	Moulage au contact,	Fibres (mm), fibres (cm), compounds, non-tissés,

	estampage	projection simultanée,RT M, infusion, pultrusion	tissus,UD,multiaxiaux,rovings,fibres (mm) fibres(cm)
Médical	Injection/moulage, extrusion		Poudres et farines, fibres (mm), fibres (cm) ,compounds
Nautisme		Moulage au contact, projection simultanée,RT M, infusion,	Non-tissés aiguilletés, non-tissés hydroliés, tissus,UD, multiaxiaux,rovings, fibres (mm), fibres (cm)
Bien de consommatio n	Injection/moulage, extrusion, estampages	Pultrusion, enroulement filamentaire,S MC,BMC	Poudres et farines, fibres (mm) , fibres (cm) ,compounds,non-tissés, tissus,UD,multiaxiaux,rovings
Éolien		Moulage au contact, projection simultanée,R TM, infusion,	non-tissés, tissus,UD,multiaxiaux,rovings,fibres(m m),fibres(cm)

Leur progression est basée sur la capacité des filières à lever les principales contraintes technologiques encore existante, à savoir: (1) amélioration des performances mécaniques par le fractionnement, (2) apport de nouvelles fonctions dont le végétal est dépourvu naturellement, (3) amélioration de la mise en œuvre des fractions en semi-produits et en matériaux, (4) la maîtrise de la reproductibilité des performances [49].

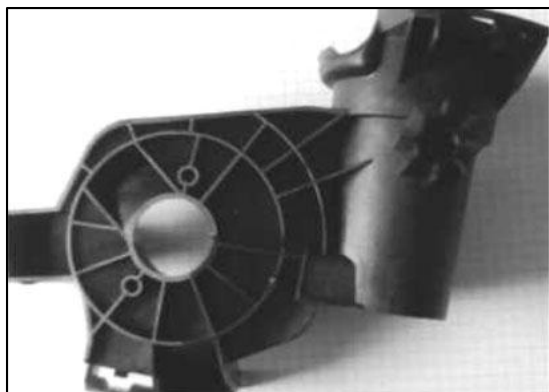


Figure 13: Platine de rétroviseur injectée en PP de fibre de chanvre.



Figure 14: Éolienne composite renforcée par des fibres de lin [50].

La figure (16) représente la production des fibres végétales (le coton, le lin et le chanvre) en Europe par pays (ha). Cependant la plus grande production de fibres c’est en Grèce et en France puis derrière c’est les autres pays. Et on remarque aussi que la production de coton est en première position avec 361.570 ha.

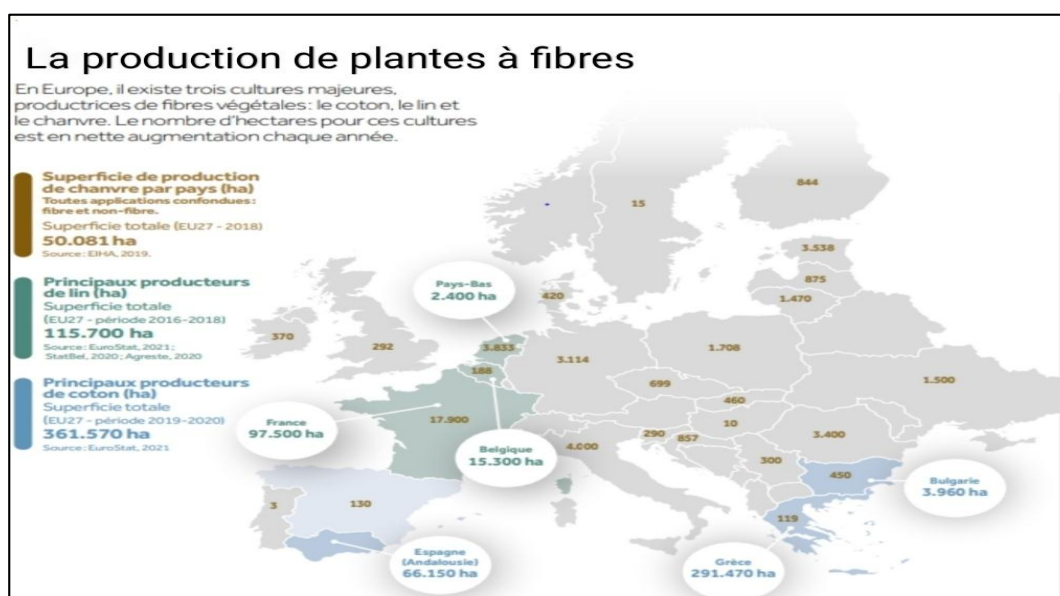


Figure 15: Production européenne de fibres végétales [51].

L'utilisation de fibres végétales techniques dans le domaine des matériaux est conditionnée par leur capacité à amener des fonctions différentes, dans le respect du cahier des charges des industriels d'application [52].

VI. Les avantages et les inconvénients

Les fibres végétales constituent une alternative intéressante aux fibres de verre en raison notamment de leur recyclabilité. Ces fibres présentent de nombreux avantages, entre autres elles peuvent être un renfort dans les matériaux composites. En revanche, certains inconvénients peuvent être un frein au niveau du développement industriel. On peut résumer les principaux avantages et inconvénients qui sont rassemblés dans le tableau 3.

Tableau 3: Les avantages et les inconvénients des fibres végétales.

Les avantages	Les inconvénients
Faible coût	Absorption d'eau
Biodégradable	Faible stabilité dimensionnelle
Neutre pour l'émission de CO₂	Mauvaise tenue en vieillissement.
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres	Faible tenue thermique (200 à 230°C au maximum)
Pas de résidus après incinération	Fibres anisotropes
Ressource renouvelable	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo...
Demande peu d'énergie pour être produite	Pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock
Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité).	Renfort discontinu
Bonne isolation thermique et acoustique	

PARTIE B

Le roseau commun.

I. L'historique de roseau commun

Le roseau commun ou *Phragmites australis*, a été décrit pour la première par Arundo Phragmites L en 1753. Le genre Phragmites issu de mot grec «phragma» signifie clôture/cloison. Est fixé pour distinguer le roseau commun sur les autres graminées. Et australis vient du latin et signifie «sud» est extraite du nom de l'Australie où à été découverte pour la première fois [53].

En Amérique du nord on dénombre plusieurs génotypes de roseau, au Québec notamment existe la plus ancienne colonie qui est d'origine exotique, il était présent depuis plus de 3000ans, plutôt clairsemé jusqu'à la fin des années 50, puis a pris depuis une trentaine d'années une expansion remarquable dans le sud-ouest du Québec. Malgré son absence dans la région en 1970, actuellement le roseau s'étend de l'Abitibi à la Gaspésie et occupe près de 250000m²[54].

II. La définition de roseau commun (RC)

Le roseau commun (*Phragmites australis* subsp. australis) est une plante vivace de la famille des graminées de grande de taille (plus de 6 m). Originaires d'Europe et d'Asie, il se propage par graines ou de manière végétative. C'est aussi une espèce héliophyte, cosmopolite et se rencontre jusqu'à une altitude de 1000m [55]. On le trouve dans les milieux humides et dans des endroits les plus variés: bordures des fossés, des routes et des champs, les marais, les bords de routes, les talus et canaux de drainage.



Figure 16: Roseau commun (original).

Le roseau se présente formé de colonies mono-spécifiques particulièrement denses pouvant contenir jusqu'à 325 tiges par mètre carré [56]. Les tiges, dont le diamètre varie de 4 à 10 mm, et dont le taux d'évapotranspiration peut atteindre 5 à 13 L par jour par mètre carré, sont produites à chaque printemps, mais elles meurent à la fin de l'automne. Elles demeurent toutefois érigées en hiver [57].

III. Composition chimique du RC

Le roseau commun comme les autres plantes possède un taux très élevé en matière sèche (MS) qui représente environ 93 % de la composition générale et 7 % d'eau [58].

Les fibres de roseaux sont constituées, comme toutes les fibres végétales, de cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Il y a d'autres composés minoritaires comme les extractibles, les protéines, l'amidon et des composants inorganiques, les cendres, etc.

Tableau 4: Exemple de composition chimique de la fibre de R.C [59].

La composition chimique	Cellulose	Lignine	L'hémi-cellulose	Cendre	Silice et les autres
Le pourcentage	44.72	22.8	20	3	9.48

VI. La morphologie de R.C

Les phragmites communs sont des plantes pérennes, rhizomateuses. Sa tige dressée, très forte (de 4mm à 10mm), non ramifiée et parfois pourprée, glabres, lisses, luisantes et sont à nœuds ordinairement recouverts par des gaines [60].

Ses feuilles sont longues (12 à 40cm de longueur) et planes, et les fleurs Inflorescence en forme de fanion ou de plume. La floraison se fait d'août à septembre. Elles sont d'abord pourpre, puis deviennent rousse et presque brun foncé à maturité. Le fruit est blanc, gris ou brun [61].

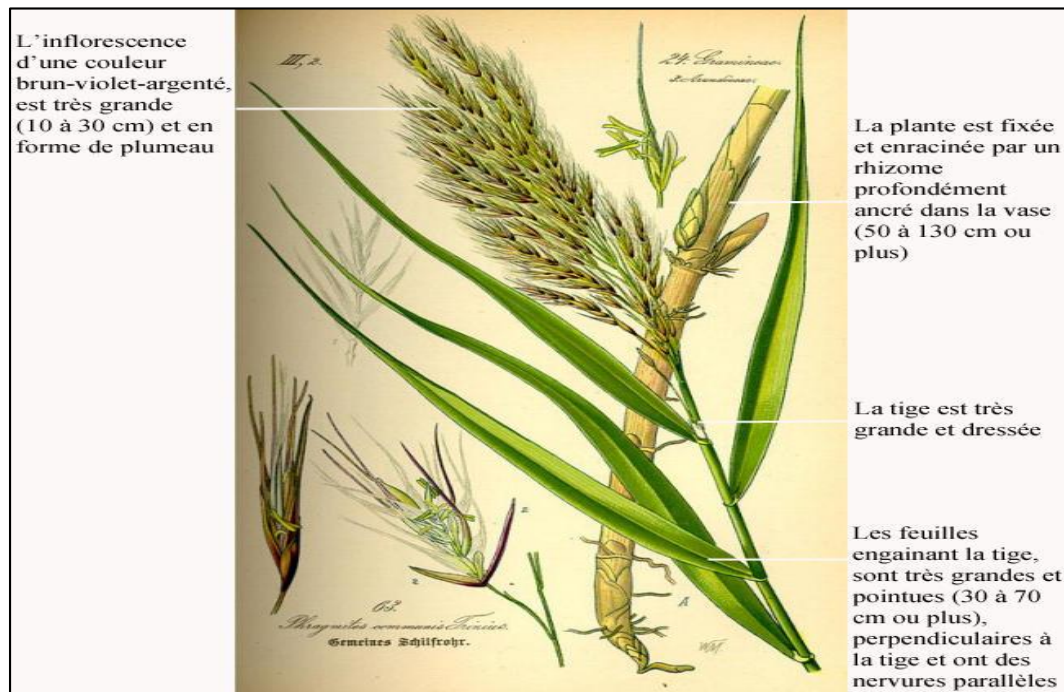


Figure 17: la morphologie de phragmites Australie [62].

V. Classification et position systématique

La plante *Phragmites australis* est classée comme suit [63]:

- Règne : végétale.
- Embranchement : Spermaphytes.
- Sous embranchement : Angiospermes.
- Classe : Monocotylédones.
- Sous classe : Commelinide.
- Ordre : Graminales (cyperales).
- Famille : Graminées (Poaceae).
- Genre : Phragmites.
- Espèce : *Phragmites australis*.

VI. Domaine d'utilisation de R.C

Le roseau est une nouvelle alternative aux ressources fossiles. Il présente des propriétés physiques et chimiques très intéressantes, qui font de lui utilisable dans différents domaines.

VI.1. Usages alimentaires

Les feuilles de roseau ont une valeur nutritive très intéressante. On peut les utiliser dans l'alimentation des ruminants, des équins et des lapins [64].

Les tiges sont employées comme clôtures de jardins et barrières pour les animaux, de plus, les *Phragmites* sont utilisés comme engrais et contribuent donc à la fertilisation de la terre, les graines sont également consommables [65,66].

VI.2. Usages médicaux

C'est une plante médicinale utilisée dans plusieurs pharmacopées traditionnelles. On utilise ses feuilles et ses rhizomes dans le traitement d'arthrites rhumatoïdes, rhumatismes, leucémie et autres types de cancer, problèmes des seins, diabète, jaunisse (hépatite), nausée et typhoïde [67].

Dans les régions tropicales, le *Phragmites australis* est utilisé comme traitement contre la bronchite, la diarrhée, la fièvre et les douleurs d'estomac. La poudre des graines est utilisée comme ingrédient dans les crèmes contre les brûlures, en plus, le rhizome de roseau est considéré comme diaphorétique, diurétique et émétique [68,69].

VI.3. Usages industriels

Cette plante est considérée comme matériau de base dans l'industrie, notamment dans le textile, la fabrication du carton, du papier où la qualité de ce dernier varie en fonction du pourcentage de roseau contenu dans la pâte de fabrication. Le papier produit avec 80% de roseau est considéré de bonne qualité et est destiné à l'emballage [70].

En outre, parce que cette plante possède des propriétés thermiques intéressantes, très résistante aux intempéries permet de diminuer la transmission thermique entre l'extérieur et l'intérieur, elle est utilisée aussi dans la construction des toitures [71].

On peut aussi l'utiliser dans la fabrication de produits de vannerie comme les nattes, les paniers, les chapeaux et les sacs [72].

Il est considéré comme une source importante d'énergie par le processus de combustion et la fabrication des biocarburants [73].

VI.4. Usages agricoles

Le roseau est étendu dans plusieurs pays et sa récolte est devenue actuellement un grand marché international [74]. Il est utilisé pour le pâturage des animaux car les bourgeons de roseau commun sont verts et doux. Il est récolté en été et stocké afin d'être utilisé comme une bonne source fourragère durant l'hiver [75].

VI.5. Usages aquaculture

Les potentialités épuratoires des plantes aquatiques et plus particulièrement du roseau ont été mises en évidence par Seidel dès 1946 pour traiter des effluents industriels contenant des substances chimiques tels que les phénols, en particulier, s'adapte facilement à divers types de milieux et il est doué d'une grande productivité aérienne facilement valorisable [76,77].

L'utilisation du roseau dans les bassins d'épuration des eaux usées constitue une technique très importante pour objectif de réduire le niveau de contamination en métaux lourds et en microorganismes et de les rendre réutilisables en agriculture [78,79].

Cette plante présente une forte tolérance à certains métaux: zinc, plomb, fer, cuivre et au cadmium au niveau des racines [80]. Ces éléments traces accumulés sont transportés ensuite vers les parties aériennes sous forme cationique liée aux acides organiques et/ou acides gras à courte chaîne aliphatique (fumarique, citrique, oxalique, propionique, butyrique) où sont stockés finalement dans les vacuoles des cellules foliaires [81,82].



Figure 18:Exemples de quelques produits industriels de RC.

VII. Impacts sur l'environnement

Le roseau est une espèce qui présente des inconvénients sur l'environnement que nous énumérons comme suit [83] :

- Plantes agressives très difficile à contrôler.
- Colonise rapidement un site grâce à des rhizomes et stolons qui peuvent s'étendre sur plusieurs mètres en quelques semaines.
- adaptable et résistant.
- Profite des périodes sèches et des sols dénudés par les travaux pour coloniser d'autres sites.
- Des fragments de tiges transportés avec le sol ou l'eau génèrent de nouvelles populations.
- Son expansion est favorisé par les perturbations humaines (lessivage d'engrais, la dégradation des berges).
- Les milieux envahis par le roseau commun sont denses et impénétrables, ils ont une flore peu diversifié et sont peu propices à la nidification des oiseaux aquatiques et la navigation y devient difficile et le paysage monotone.
- Il peut aussi envahir les champs et son abondante litière obstrue les canaux de drainage



Figure 19: le déchet de roseau commun [84].

Chapitre II

Matériels et méthodes

I. L'échantillon

La fibre végétale qui a fait l'objet de notre étude est le roseau commun issu de chamlal situé sur l'autoroute qui mène vers Oued Aissi (route nationale N12), à 7 Km à l'est de Tizi-Ouzo.



Figure 20: L'emplacement de CHAMLAL sur Google earth.

II. Préparation de la farine du roseau commun

Les échantillons doivent être préparés de façon identique pour limiter la variabilité des résultats qui peut facilement être élevée. Pour cela les protocoles on a suivi les normes des protocoles TAPPI (Technical Association of the Pulp and Paper Industry).

On doit passer au préalable obtenir une farine du roseau commun avant de l'utiliser pour nos analyses.

Les étapes suivies sont:

- Lavage: on a lavé le R.C plusieurs fois avec l'eau de robinet pour débarrasser tout les matières étrangères.
- Séchage: le R.C soumis un séchage à l'air libre (séchage naturel) pendant 3 jours afin de réduire le taux d'humidité. Ceci est dans le but de faciliter le broyage.
- Broyage: après que le R.C est coupé et réduit en petits morceaux, ces derniers ont subi un broyage en utilisant un moulin à café de la marque Krafte pour obtenir une poudre à dimensions différentes. Le but du broyage est d'augmenter la surface de contact entre le solvant d'extraction et la farine de R.C [85].

- Tamisage: le résultat obtenu par le broyage est tamisé manuellement dans un tamis RETSCH (Figure 21) afin d'obtenir une farine à différent diamètre (45 μ m, 63 μ m, 125 μ m, 250 μ m et 500 μ m) tel que montré sur le tableau 01. Ce tamisage a été réalisé au laboratoire de géologie au niveau de l'Université Mouloud Mammeri (Tamda).



Figure 11: Tamis RETSCH.

Tableau 5: les différents refus en fonction des différentes mailles.

Mailles (μ m)	Refus (g)	Refus cumulés (g)
500	302.24	302.24
250	266.95	570.19
125	172.16	724.35
63	78.87	821.21
45	50.98	872.2
Le fond de tamis	47.02	919.22



Figure 22: Les étapes de changement du RC.

III. Caractérisation physique

III. 1. Taux d'humidité

La teneur en humidité est le rapport exprimé en pourcentage indique la quantité de l'eau présente dans le R.C sur la masse du R.C anhydre (sec). Le R.C est dit «vert» ou «humide» quand sa teneur en humidité est supérieure à 19% [86].

Pour mesurer le taux d'humidité on doit passer par ces étapes suivantes :

- Peser les creusets à vide et prendre de la masse m_0 .
- Peser 1g d'échantillon pour chaque diamètre de (50 μ m, 250 μ m, 45 μ m) et on effectue 3 essai pour chaque diamètre.
- Introduire l'échantillon pour chaque diamètre dans un creuset et prendre la masse une autre fois (l'échantillon + creuset) et noté m_1 . Numéroté chaque creuset pour faire la différence entre eux.
- Mettre l'échantillon dans l'étuve à 105°C pendant 2h-3h, après sortir l'échantillon pour le refroidir dans dessiccateur pendant environ 20- 30min et prendre sa masse.
- Remettre une autre fois l'échantillon dans l'étuve pendant 1h et le faire sortir pour le refroidir encore dans un dessiccateur et le peser. Cette étape est refaite jusqu'à ce que le poids soit la masse soit constante.
- Une fois le poids est constant la masse note m_2 est notée.



Figure 23: Les matériels utilisés pour mesurer le taux d'humidité.

Le taux d'humidité est donné par la formule suivante :

$$TH \% = \frac{m_1 - m_2}{m_2 - m_0} \times 100$$

Avec: m_0 : creuset vide, m_1 : creuset + R.C et m_2 : creuset +RC sans humidité.

III.2. Taux de cendres (selon TAPPI 211)

Le taux de cendre est le résidu en sels minéraux et en matières inorganiques obtenus après l'ignifugation à la température à 525°C. Pour le déterminer on doit passer par les étapes suivantes:

- Nettoyer et sécher les creusets et aussi le roseau dans une étuve à 105°C.
- Peser les creusets à vide (m_0).
- Peser 1g d'échantillon pour chaque diamètre de 500 μ m, 250 μ m et 45 μ m (on fait 3 essais pour chaque diamètre) et peser les creusets + l'échantillon noté m_1 .
- Mettre l'échantillon dans un four à moufle et régler en même temps la température (chaque 5min la température augmente avec 10°C) jusqu'à atteindre une température stable de 525°C, elle reste une heure.
- Laisser les creusets remplis avec les échantillons dans le four pendant 3h.
- Retirer les creusets et les mettre dans un dessiccateur pour les refroidir.
- Pesée tout les creusets avec des cendres et noter m_2 .



(a) : La balance électronique

(b) : Le four a moufle

(c) : Le dessiccateur

(d) : Le cendre

Figure 24: Les matériels utilisés pour mesurer le taux de cendre.

Le taux de cendre est donné par la formule suivante:

$$\text{Taux de cendre \%} = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

Avec M_0 : la masse de creuset vide, M_1 : la masse d'échantillon + le creuset avant ignifugation et M_2 : La masse de creuset + l'échantillon après ignifugation.

III.3. Analyse de morphologie par Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

Le premier appareil doté d'un système de balayage a été conçu en 1935 par l'ingénieur allemand M. Knoll lors de travaux sur les tubes cathodiques de téléviseurs pour la Telefunken Company [87].

Le premier microscope électronique à balayage pour échantillons massifs est développé en 1942 aux États-Unis (Laboratoire RCA) par V. Zvorykine (1889-1982), J. Hillier (1915-2007) et R.L. Snyder [88].

Le microscope électronique à balayage (MEB) est un appareil d'analyse, pouvant fournir rapidement des informations sur la morphologie et la composition chimique d'un objet solide (en 3 dimensions avec une très haute résolution de l'ordre du nanomètre) [89]. Cette technique d'analyse microscopique est basée sur le principe des interactions électrons-matière.

La surface de l'échantillon à observer est balayée par un faisceau électronique et les électrons secondaires détectés sont amplifiés, puis interprétés pour reconstruire une image en

fonction de l'intensité du courant électrique produit. Le MEB réalise donc une topographie de l'échantillon à analyser.

On a fait l'analyse au laboratoire de HASNAOUA (chimie physique) au niveau de l'université UMMTO avec un MEB est de type Philips ESEM XL 30 à filament de tungstène couplé à un système complet de la microanalyse X avec des conditions opératoires suivantes: tension d'accélération de 20kV, pression de 0,5Torr, et à différent agrandissement: 100, 250 et 500.



Figure 25 : MEB de type Philips.

III.4. Analyse thermogravimétrique et sa dérivée (ATG / DTG)

Analyse thermogravimétrique basée sur la mesure de la variation de la masse en fonction de la température ou du temps [90]. Cette technique est souvent utilisée pour caractériser la décomposition et la stabilité thermique des matériaux. On l'a trouve reportée avec sa dérivée DTG [91], qui peut servir à étudier la cinétique et la vitesse de dégradation.

L'appareil utilisé est le Q600 SDT-TA INSTRUMENTS, se décompose en plusieurs parties distinctes : un ordinateur, un contrôleur et un boîtier de commande. Une unité de commutation de gaz et l'unité de mesure.

L'analyse a été réalisée à l'université de Sétif, sous air entre 20 et 600°C à la vitesse de 10°C/min sous argon comme gaz inerte et une masse initial de 3.154 mg.



Figure 26: L'analyse thermogravimétrique (ATG).

IV. La caractérisation chimique

IV.1. Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La spectrométrie IR est une méthode efficace pour l'analyse rapide et sensible de la plupart des molécules existantes. Dans notre étude, elle est utilisée pour la caractérisation des principaux groupements fonctionnels des composants chimiques dans la farine de R.C.

La Spectroscopie IRTF est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau étudié afin de détecter les vibrations caractéristiques des liaisons et les groupements chimiques [92]. Elle permet de distinguer, au sein d'un même spectre, les nombres d'onde de vibration des liaisons caractéristiques des polysaccharides et des lignines [93].

Pour rappel, l'analyse du rayonnement incident et transmis à travers l'échantillon, permet d'obtenir un spectre de pics caractéristiques des différents types de liaisons mis en jeu. Dans le spectre, nous retrouvons la transmittance T ou l'absorbance A de l'échantillon, et chaque pic d'intensité correspond à un nombre d'onde spécifique et à un groupe chimique particulier [94].

Les échantillons à analyser sont préparés sous forme de poudres (broyage des fibres très finement pour avoir des bons résultats) puis pastillées avec le bromure de potassium (KBr). L'absorption par l'échantillon est mesurée en fonction de la longueur d'onde, typiquement de 4000cm^{-1} à 600cm^{-1} [95]. La marque de l'appareil utilisé est IRAffinity-1S. On a fait l'analyse au laboratoire de LCAGC à HASNAOUA.

On arrive au résultat grâce au logiciel de traitement installé dans l'ordinateur relié au spectromètre.



Figure 27: Spectromètre infrarouge de Fourier.

IV.2. Extraction des extractibles selon le protocole TAPPI 264

Les extractibles sont des substances que l'on peut extraire grâce à des solvants. Sur le tableau 2 on donne les solvants que nous avons utilisés et conformément au protocole TAPPI.

Tableau 6: Les solvants qu'on a utilisé durant l'extraction

Les solvants	Formule chimique	Température d'ébullition	La densité	Sécurité/risque
Benzène	C_6H_6	80	0.88	Inflammable toxiques Cancérogènes
L'éthanol 95%	C_2H_5OH	78	0.79	Un peu toxiques
L'eau	H_2O	100	1	/

Les solvants neutres, l'éthanol et le benzène, sont utilisés pour éliminer les matériaux qui ne font pas partie de la matière ligneuse ou qui peuvent interférer avec certaines analyses

(extraire les cires, les graisses, certaines résines et éventuellement certaines portions de gommages de bois). L'eau chaude pour extraire les tanins, les gommages, les sucres, les amidons et les matières colorantes [96].

IV.2.1. Extraction à l'éthanol/benzène (1/2)

Pour faire cette extraction, nous avons préparé un volume d'éthanol (100ml)+ 2volumes de benzène (200ml), soit un volume total de 300 ml. Les étapes suivantes sont suivies :

- Sécher l'échantillon (125µm) ainsi que la cartouche du soxhlet et laver tout les matériaux utilisés (soxhlet + Le ballon d'extraction (500ml) + Le condenseur), et veiller à faire un séchage du matériel lavé.
- Peser 2g d'échantillon et la masse de la cartouche, le ballon d'extraction avec le solvant.
- Mettre l'échantillon dans une cartouche et inséré la cartouche dans l'appareil soxhlet.
- remplir le ballon d'extraction avec 300ml de solvant (éthanol/benzène (1/2)) dans une hotte à vapeur pour éviter toute inhalation.
- Assembler le tout au système de refroidissement (réfrigérant à boule) et lancer l'extraction sans oublier de mettre en marche le chauffe-ballon. L'extraction a duré pendant 6h.
- à la fin de l'extraction, mettre la cartouche de cellulose à l'étuve et évaporer à l'évaporateur rotatif la solution du ballon (Pour séparer le solvant de l'extrait). Lorsque l'évaporation est finie, peser tout une autre fois (le ballon et le solvant, ainsi que la cartouche) et l'extrait après qu'il soit asséché du solvant.



(a): Le solvant + L'extrait. (b): L'extrait avec un (c): Le solvant après le séparé solvant.

Figure 28: Le solvant (Benzène et l'éthanol) et l'extrait.

IV.2.2. Extraction à l'éthanol

Après l'extraction à l'éthanol benzène, l'échantillon est transféré dans un entonnoir et l'excès de solvant est éliminé. L'échantillon est lavé avec l'éthanol pour éliminer ce qui reste de benzène. Par la suite les étapes suivante sont suivies :

- Remettre l'échantillon dans la cartouche et insérer la cartouche dans le soxhlet.
- Remplir le ballon avec 300ml d'éthanol dans une hotte à vapeur toujours.
- Extraire pendant 4h.
- à fin d'extraction, mettre la cartouche à l'étuve pour faire évaporer l'éthanol.
- Lorsque l'évaporation est finie, peser l'extrait seul, la cartouche et la masse de solvant.

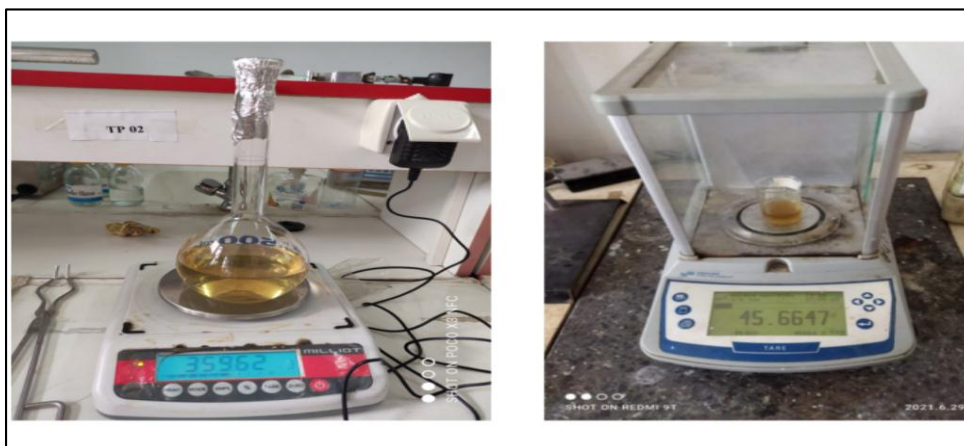


Figure 29: la solution obtenue après L'extraction à l'éthanol.

IV.2.3. Extraction à l'eau chaude

Après l'extraction à l'éthanol, l'échantillon est lavé avec l'eau distillée pour éliminer le reste d'éthanol. Ensuite s'ensuit les étapes suivantes:

- Mettre l'échantillon dans une fiole et ajouter 500ml d'eau distillée bouillante et le transférer dans un ballon.
- Laisser l'échantillon dans l'eau en ébullition durant 1h.
- Insérer le ballon dans le bain avec l'eau bouillante.
- Filtrer et laver avec 500ml d'eau distillée bouillante.
- Laisse l'échantillon pour qu'il sèche.
- Peser le ballon et l'extrait.

L'appareil d'extraction utilisé dans notre étude, comme déjà signalé est un soxhlet, que la figure (30) montre:



Figure 30 : Appareil d'extraction: le soxhlet (photo originale 2021)

La loi de pourcentage des extractibles :

$$\text{Extractibles en } \% = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$$

Avec:

m_1 = le poids séché initial de RC avec la cartouche en g.

m_2 = poids final séché de RC a en g.

Après extraction, la rote à vapeur est utilisée pour séparer le solvant de l'extrait et une distillation pour séparer les deux solvants (benzène et l'éthanol). Ce dernier point est utile dans l'objectif de réutiliser les deux solvants pour de nouvelles manipulations et éviter le gaspillage.

La distillation est un procédé pour séparer deux solvants dont la température d'ébullition est différente.



Figure 31: Appareillage de distillation
(photo original).



Figure 32 : Rota vapeur (photo original2021).

IV.3. Taux de lignine

Le dosage de la lignine est réalisé selon la norme TAPPI 222 et on a utilisé la spectroscopie pour la lignine soluble.

Le solvant utilisé est le H_2SO_4 de 95-97% avec une masse molaire à 98.08 et d'une densité de 1.840.

IV.3.1. Lignine insoluble

Cette méthode consiste en la dissolution par l'acide sulfurique concentré, puis diluée à l'ébullition, de la totalité de la matière organique à l'exception des lignines[97].

Au préalable une solution de 250ml d' H_2SO_4 à 72% massique est préparée à partir d'un acide à 96% massique. Les étapes suivantes sont respectées:

- Mettre dans une étuve à 105°C l'échantillon et peser très précisément une fois refroidie (La même chose pour tous les matériaux qu'on doit utiliser).
- Peser 1g d'échantillon dans verre de montre et ensuite le transvaser dans un Bécher.
- Ajouter progressivement dans un Bécher contenant l'échantillon 20ml d' l'acide sulfurique à 72% et froid (10 à 15°C).
- Après que le l'échantillon soit bien dispersé, couvrir le bécher avec le verre de montre et laisser le Bécher dans un bain à 20°C pendant 2h, tout en remuant et fréquemment.
- Diluer le mélange par l'ajout de l'eau dans le but d'obtenir une solution à 3% d'acide sulfurique.
- Faire bouillir la solution pendant 4h en maintenant un volume constant en ajoutant fréquemment de l'eau chaude.
- Laisser décanter la matière insoluble (lignine) en maintenant le ballon en position inclinée pendant 24h.
- Filtrer le mélange sous vide en utilisant le creuset préalablement lavé à l'eau distillée, séché à l'étuve ventilée, refroidie dans un dessiccateur et enfin pesé.

La formule donnant le taux de lignine est:

$$\text{Taux de lignine \%} = \frac{A}{W} \times 100$$

Avec :

A = poids de lignine en g, et W = poids sec à l'étuve de l'éprouvette en g.

IV.3.2. lignine soluble

Dosage des lignines solubles est effectué par analyse spectrophotométrique en suivant la méthode UM-250 (TAPPI 1985b) décrite par Lin et Dence (1992) pour une longueur d'onde $\lambda = 205$ nm et en utilisant une cuve en quartz de trajet optique 1 cm.

Après avoir filtré la lignine insoluble de la solution nous pouvons déterminer la lignine soluble on utilise l'acide sulfurique à 3% comme solution blanc [98].

La loi est :

$$\text{Taux de lignine \%} = \frac{A}{b} \times 100$$

Avec :

$$a = 1101 \text{ g}^{-1}\text{cm}^{-1}, b = 1$$



Figure 33: Préparation de la solution.

CHAPITRE III
RÉSULTATS ET DISCUSSION

I. Taux d'humidité

Nous avons déjà mentionné que le roseau commun est une plante aquatique non boisée commune dans les zones humides. Mais certaines applications sensibles à l'humidité rendent que l'étude de ce facteur physique est importante.

Les résultats obtenus après l'étude qu'on a faite sur l'humidité d'un R.C avec différents diamètres sont donnés dans le tableau suivant:

Tableau 7: Taux d'humidité d'eau en fonction des diamètres de RC.

Échantillon en μm	45	125	250
Taux d'humidité (%)	7,53	4,17	3,45

D'après le tableau, nous avons remarqué que le taux d'adsorption des échantillons diminue en fonction du diamètre de la farine. En effet, le taux d'humidité de la farine de R.C en $45\mu\text{m}$ est supérieur avec une valeur de 7,53% et puis RC en $125\mu\text{m}$ avec 4,17% et au final celui de $240\mu\text{m}$ avec 3,45%.

On sait pertinemment que plus les fibres végétales sont riches en matières lignocellulosique qui du point de vue chimique, mis à part la lignine, polaires et donc ont une capacité de rétention d'eau importante. Toutefois, la cellulose est cristalline, et cette rétention est plus difficile que l'hémicellulose, qui est amorphe et flexible. Pour ce qui est de la lignine, comme nous l'avons déjà signalé, elle est hydrophobe de par sa constitution riche en noyaux benzéniques et sa structure thermodurcissable.

Nos résultats, suggèrent que probablement au fait que le broyage occasionne de la porosité, ce qui peut être à l'origine de plus de phénomène de capillarité dû à la diminution du groupement hydroxyle et au caractère hydrophile qui renferme la structure chimique de la fibre. Mais aussi, tel que montré par d'autres auteurs [99,100] le cisaillement lié au broyage pourrait être à l'origine de la dégradation d'une certaine quantité de cellulose et d'hémicellulose, et ce fait est plus prononcé pour la farine à diamètre fin, ce qui a pour effet de rendre les groupes hydroxyles plus accessible, notamment pour les hémicellulose, et par voie de conséquence ceci fait augmenter le taux d'humidité.

Comme l'hémicellulose est amorphe à cause de ses ramifications, ce qui l'a rend plus flexible que la lignine et la cellulose, les groupes hydroxyles de cette macromolécule vont être plus accessibles. Du fait du cisaillement de nouvelles structures amorphes sont engendrées [101], ce qui rend l'adsorption d'eau plus importante pour la farine fine.

II. Taux de cendre

Les résultats du taux de cendre pour la moyenne de chaque diamètre après que l'échantillon subit une calcination à 525°C sont données dans le tableau suivant:

Tableau 8: Les résultats de taux de cendre en fonction du diamètre de la farine de RC.

Echantillon	45 μm	125 μm	250 μm
Taux de cendre (%)	6,45	5,86	5,83

D'après ces résultats on remarque que la matière minérale est plus dans l'échantillon de 45 μm avec de 5,69% et puis se suit celui de 125 μm avec 5,25% et au final l'échantillon à 250 μm avec 5,31%, donc plus l'ouverture de la maille du tamis est importante plus le taux de cendre diminue.

Après l'incinération de la farine de roseau de commun on déduit que la matière organique est disparue, il n'a reste que la matière minérale (cendre), plus le taux de cendre est élevé plus la farine est chargée en minéraux.

Rappelant que le roseau est une plante bio-accumulatrice, cette espèce est riche en matière minérale. Ceci peut être expliqué par la région de provenance et le type de sol où elle implante, sachant qu'elle préfère les milieux humides d'eau douce ou salée (rivières, marais ou de lac...), mais aussi on le trouve parfois dans les écosystèmes plus sec (milieux forestiers, sablonneux et rocaillieux...) [102].

Pour les farines dont l'origine est le broyage de morceaux de roseau préalablement lavés, séchés et coupés, nous pouvons avancer que comme le test du taux de cendre est utilisé avec les mêmes quantités pour chaque test et pour chaque farine à diamètre connue, ce qui fait que les farines fines sont plus denses que les farines moins fines.

Donc, ceci peut être une explication des écarts des valeurs, mais surtout au fait que la farine 45 μm contient plus de matière minérale.

III. Analyse par IRTF

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) est une technique basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau étudié, ce qui engendre des déformations des liaisons et groupes fonctionnels constituant le matériau [103].

On a utilisé cette technique d'analyse pour obtenir le spectre d'absorption de RC pour pouvoir identifier les principaux groupes fonctionnels dont est constitué de notre échantillon.

Les figures suivantes représentent les résultats d'analyse IRTF de farine RC à 3 diamètres différents (250 μm , 125 μm , 45 μm).

à 250 μm

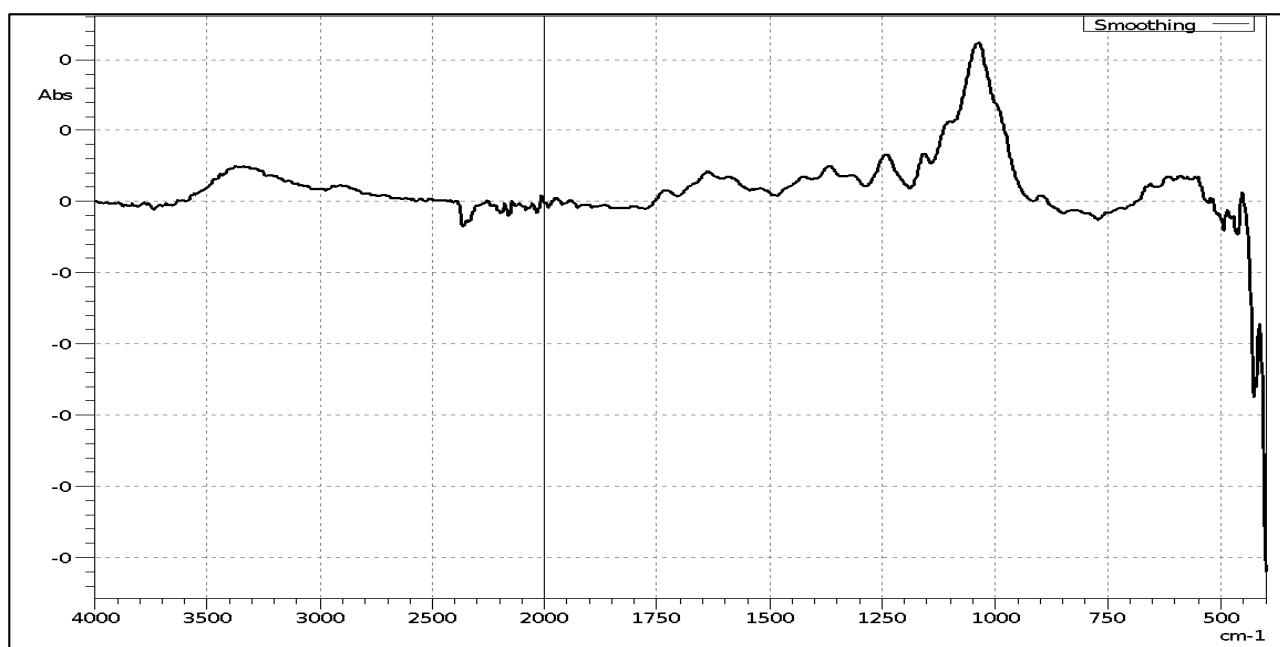


Figure 34: Spectre IR de la farine de roseau à 250 μm .

à 125 μm

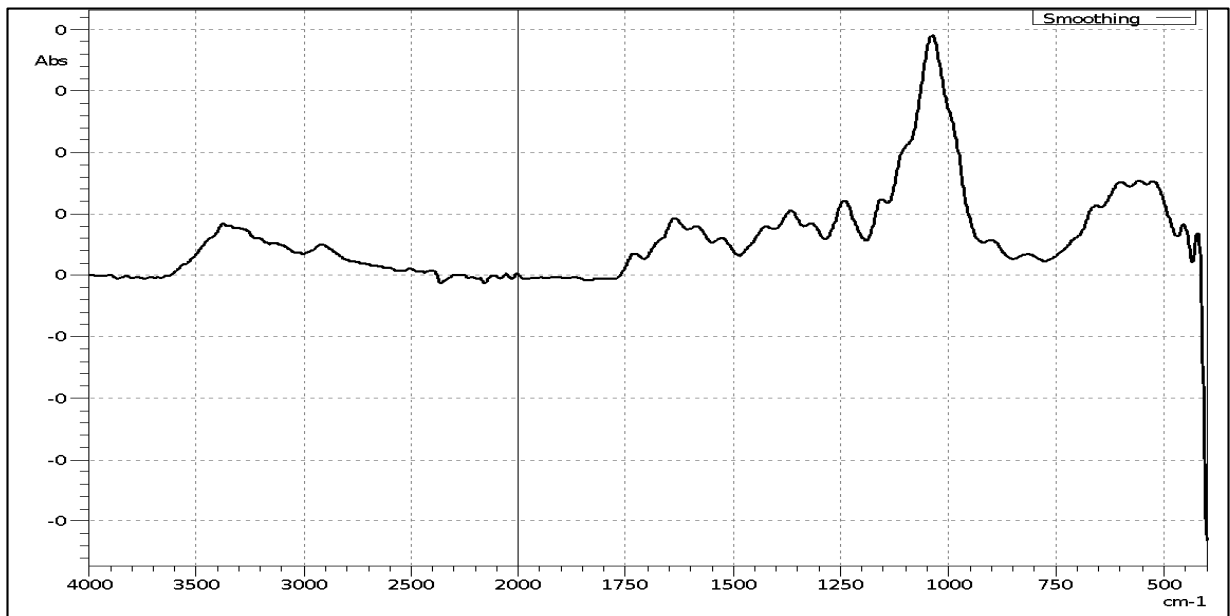


Figure 35: Spectre IR de la farine de roseau à 125 μm .

à 45 μm

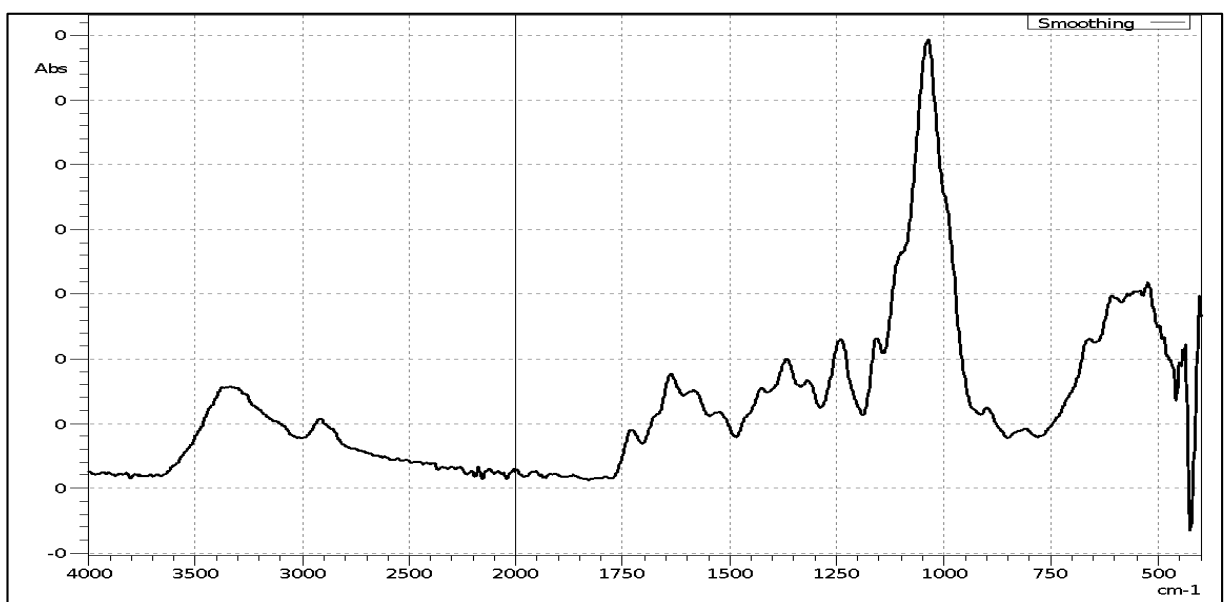


Figure 16: Spectre IR de la farine de roseau à 45 μm .

Tableau 9: Nombres d'ondes et les types de vibrations appropriées à des fonctions spécifiques pour chaque diamètre.

Diamètre 250µm		
Nombre d'onde (cm⁻¹)	Type de vibration	Source
3330	OH	Polysaccharide [104]
2950	CH	Hémicellulose [105]
1730	C=O	Pectines hémicellulose [106]
1500	C=C	Hémicellulose [107]
1340	C-O	Cellulose [108]
830	C-H	Lignine [109]
Diamètre 125µm		
Nombre d'onde	Type de vibration	Source
3320	OH	Polysaccharide
2935	CH	Hémicellulose
1727	C=O	Pectines, hémicellulose
1490	C=C	Hémicellulose
1334	C-O	Cellulose
824	C-H	Lignine
Diamètre 45µm		
Nombre d'onde	Type de vibration	Source
3316	OH	Polysaccharide
2924	CH	Hémicellulose
1723	C=O	Pectine, hémicellulose
1486	C=C	Hémicellulose
1331	C-O	Cellulose
819	C-H	Lignine

D'après les spectres, nous remarquons que le broyage fait augmenter certains pics, et des déplacements chimiques sont à noter sur le tableau 9 des différentes bandes d'absorptions des liaisons et groupes fonctionnels caractéristiques des charges ou fibres végétales.

Nous observons la vibration des groupes hydroxyles (-OH) correspond aux polysaccharides, hémicellulose et cellulose entre autre, se présentent sous la forme d'une bande aux alentours de 3330 cm^{-1} pour la farine à $250\ \mu\text{m}$, aux alentours de 3320 cm^{-1} pour la farine à $125\ \mu\text{m}$ et aux alentours de 3316 cm^{-1} pour la farine à $45\ \mu\text{m}$.

Le pic 2930 cm^{-1} est caractéristiques des vibrations du groupe C-H des hémicelluloses [110]. Des groupements carbonyle C=O présente une absorption à 1735 cm^{-1} traduit l'existence de l'acétyle et acides carboxyliques, des esters, des xylanes présents dans les lignines et hémicelluloses. On note également des cétones conjuguées présentent leurs bandes de vibrations en deçà de 1705 cm^{-1} et un pic s'étend sur le pic 1512 cm^{-1} qui traduit la vibration de déformation de C=C de la lignine. La bande d'absorption se trouve entre $1490\text{-}1430\text{ cm}^{-1}$ est signe de l'existence d'hémicellulose, et la vibration C-O des groupements méthoxy de la lignine est entre $1320\text{-}1260\text{ cm}^{-1}$ et aussi indique la résonance de la cellulose [111]. Une déformation des groupements C-H de noyau aromatiques de la lignine à 800 cm^{-1} [112].

IV. ATG/DTG

Il existe plusieurs techniques thermiques de caractérisation des matériaux. Dans notre étude nous avons utilisé l'ATG-DTG. Cette analyse est effectuée pour mesurer la variation du pourcentage de perte de la masse en fonction de la température. Elle permet de suivre les phénomènes de décomposition thermique, évaporation, désorption et d'adsorption.

Sur la figure (37) est donné le thermogramme de notre farine de roseau. Comme nous pouvons le remarquer, nous avons une ATG et une DTG. Cette dernière est la dérivée de l'ATG en fonction du temps, c'est-à-dire la vitesse.

La première perte de masse sur la courbe ATG est entre 40°C et 100°C correspond au départ d'eau (évaporation), il s'ensuit un palier stable jusqu'au alentour de 200°C puis la décomposition thermique de la lignine et l'hémicellulose [113] avec une dégradation des

hémicelluloses qui commence aux alentours, courbe DTG aidant, de 210°C à 260°C (réaction exothermique). Ensuite, la dernière perte qui s'ensuit est attribuée à la pyrolyse de la cellulose principalement, une réaction endothermique, qui s'effectue va de 260 à jusqu'au environ de 360°C [114].

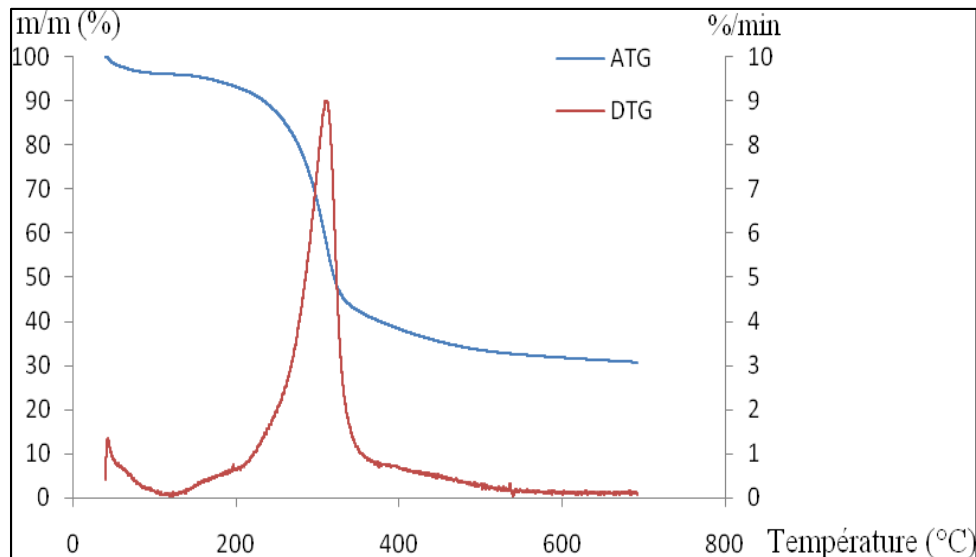


Figure 37: L'analyse thermique (ATG-DTG).

Pour mieux étayer notre propos, la courbe DTG montre en effet un extrémum exothermique lié à la dépolymérisation en chaîne de la cellulose.

La lignine est le composé du RC qui commence à se dégrader en premier, mais qui résiste le mieux à la chaleur. Il est stable thermiquement relativement par rapport aux autres constituants des charges végétales [115], et sa décomposition est un processus long qui peut atteindre les 900°C [116].

V. Composition chimique (extractible et lignine)

S'agissant l'extraction des extractibles, le principe de cette manipulation consiste à éliminer les extractibles (les matières pouvant être entraînés par les différents solvants comme les volatiles, tanins et cires). Comme déjà indiqué dans la partie matériels et méthodes, trois solvants ont été utilisés à savoir: benzène, l'éthanol et l'eau. L'extraction au soxhlet, a été suivie, donc moyennant l'intervention de la chaleur.

Sur le tableau (10) est donné les différents taux d'extraction en fonction du solvant utilisé

Tableau 10: les différents taux d'extraction en fonction du solvant utilisé.

Solvant utilisé	Taux d'extraction
Benzène + éthanol	1,71
Éthanol	2,003
L'eau	3,20

Avec à le mélange éthanol-benzène, les cires, les graisses et certaines portions de gommages de bois subissent une extraction [118] l'éthanol seule est utilisé pour parfaire à la première extraction et enfin l'eau chaude elle permet d'extraire certains sucres, les amides et les matières colorantes [118].

Nous remarquons sur le tableau que les taux d'extractibles différents varient d'une étape à une autre. Et en somme, le RC contient presque 6.913% d'extractibles. Ce taux est comparable à celui trouvé par d'autres auteurs [119,120]. Il faut savoir que les différences qui existent sont liées à l'environnement de la plante ainsi qu'à la génétique de la plante. Ces facteurs influencent sa croissance et sa composition.

La détermination de taux de lignine se fait sur RC d'écorce anhydre et sans extractibles, les particules ont une taille de 125 µm. La manipulation se fait en deux étapes, une étape pour la lignine soluble et une autre pour la lignine insoluble.

La lignine est très importante du point de vue chimique que biologique. Elle est résistante à divers agents chimiques et à la dégradation biologique.

Tableau 11: taux de lignine klason et lignine soluble.

Lignines	Taux de lignine
Lignine klason	19,85
Lignine soluble	2,525
La somme	22,14

Sur le tableau (11) est porté les taux de lignine insoluble dans l'acide, dite Klason et de la lignine soluble soit une somme totale de 22,14%. La comparaison dutaux de la lignine insoluble à la littérature et même additionné de la lignine soluble, montre que nos résultats sont comme ceux de certains auteurs [121, 122], mais différent comparativement à d'autres travaux [123]. Ceci est dû à la génétique et au milieu de notre roseau, qui le rend comparable à d'autre roseau commun, mais ayant ses propres différences. Il faut savoir que même le même roseau pris dans le même champ ou à des périodes de temps différentes peut avoir une composition différente. Rien qu'en comparant avec le travail fait en 2013, nous remarquons des différences.

IV. Analyse de morphologie par Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

Dans le but d'observer la morphologie de la surface de notre échantillon RC avant et après extraction des extractibles nous avons utilisé le microscope à balayage (MEB).

Les figures suivantes présentent des photomicrographies en 3d de RC traité avant et après l'extraction à différents agrandissements (x100, x250, x500, x1000).

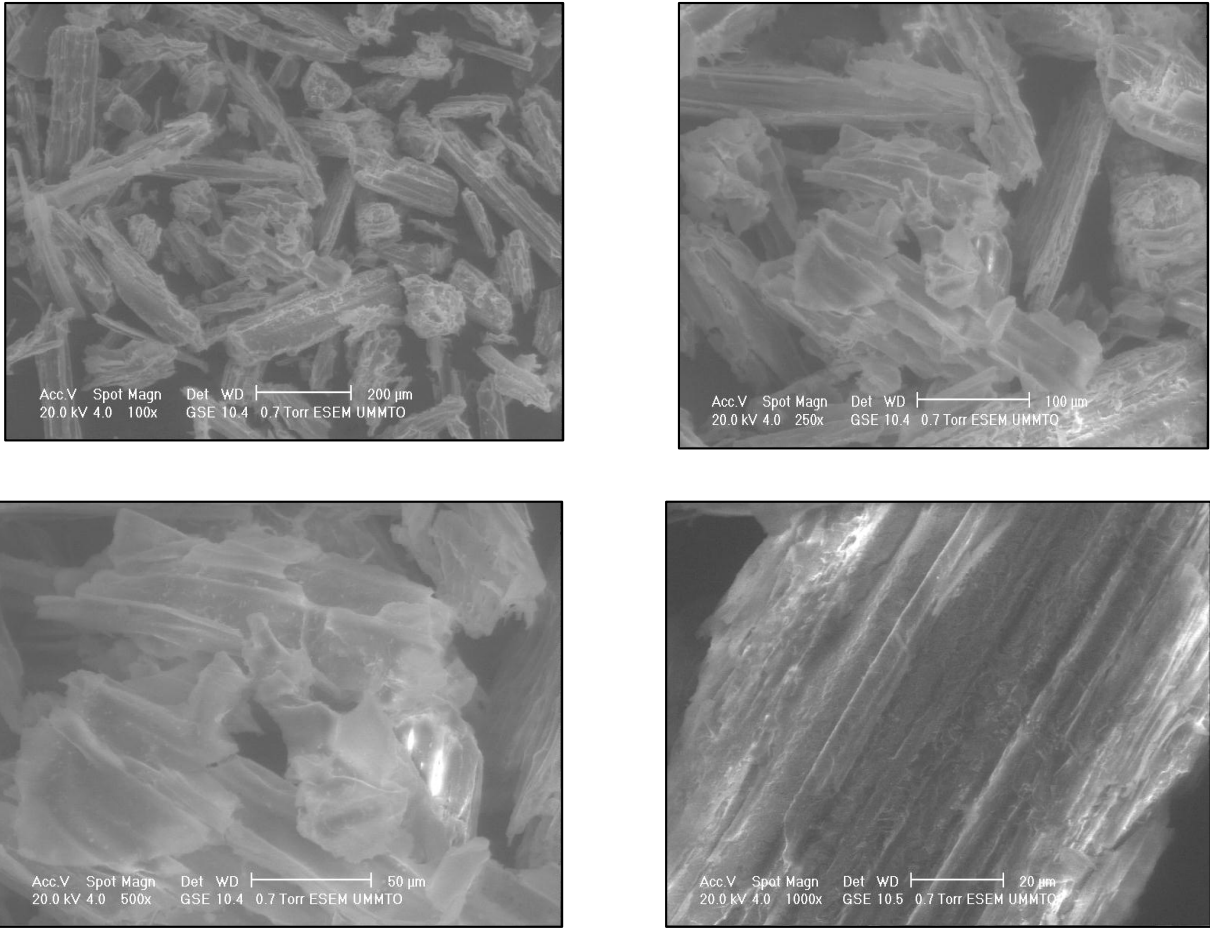


Figure 38: Les photomicrographies de RC avant l'extraction.

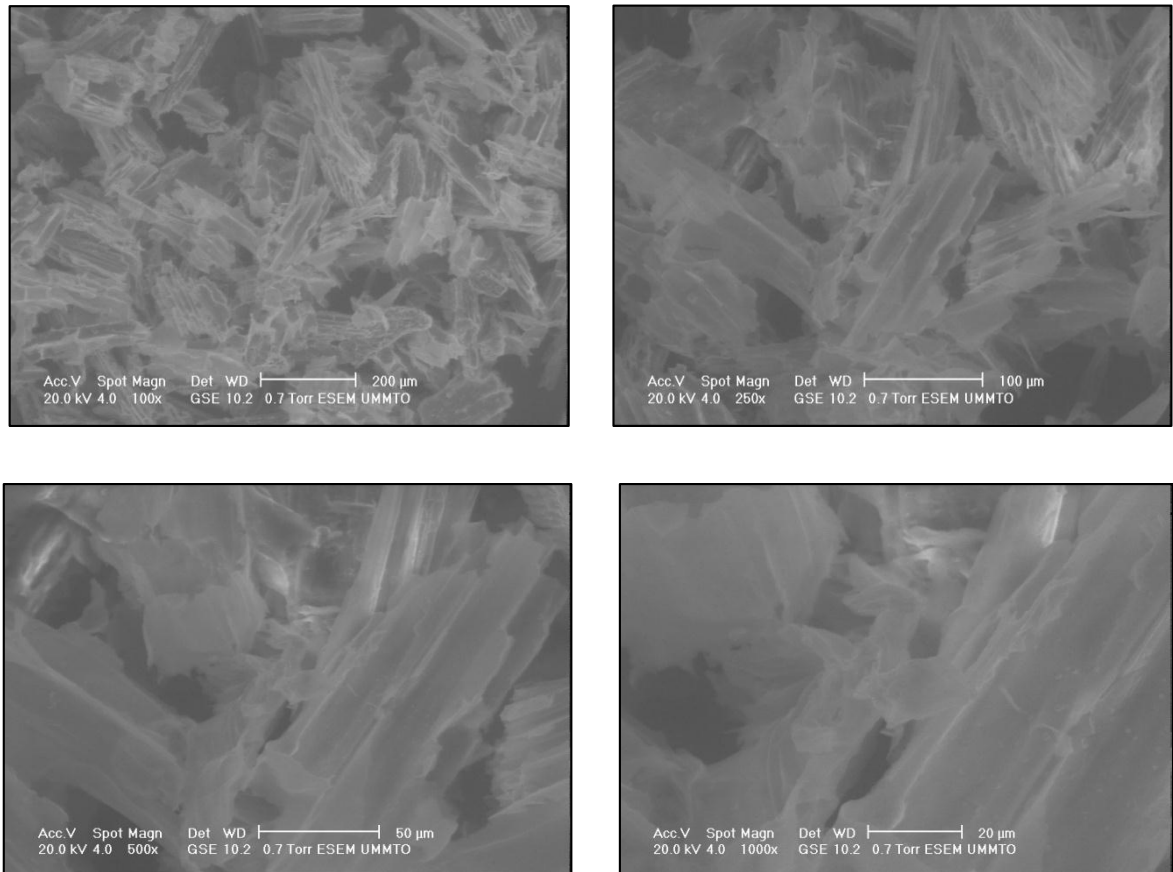


Figure 39: Les photomicrographies de RC traitées après l'extraction.

Nous observons des images MEB à un agrandissement de 100 l'aspect fibrillaire de la farine de roseau. Toutefois, la taille des fragments en moyenne est plus importante dans la farine avant extraction qu'après extraction. Ceci est un résultat logique, du moment que les solvants ont des polarités qui leurs permettent d'extraire des constituants de la farine ayant des polarités comparables. Nous rappelons que les solvants apolaires ont tendance à extraire des constituants apolaire et les solvants polaires ont tendance à extraire des constituants polaires. L'extraction se faisant à chaud, ceci engendre des cassures ou une forme de dégradation des morceaux de roseau constituant la farine.

Aussi, les images à agrandissement de 250 à 1000 que la farine ayant subi l'extraction est plus lisse que son vis à vis. En effet, l'extraction entraîne la disparition de certains constituant tel que cire, tanin, etc. [123, 121,124] et ceci ne peut que rendre la surface des morceaux de roseaux plus lisse, enlevant ainsi des défauts, qui peuvent être dommageable lors de l'élaboration de matériaux par exemple.

CONCLUSION

L'objectif principal de ce travail est la caractérisation physico-chimique d'une fibre végétale locale qu'est le roseau commun (RC).

Les différentes analyses effectuées nous ont permis de conclure :

- le taux d'humidité de notre échantillon RC diminue en fonction de son diamètre ceci est peut-être dû au broyage qui pourrait être à l'origine de la dégradation d'une certaine quantité de cellulose et d'hémicellulose, et ce fait est plus prononcé pour la farine à diamètre fin, ce qui a pour effet de rendre les groupes hydroxyles plus accessible, notamment pour les hémicellulose, et par voie de conséquence ceci fait augmenter le taux d'humidité .
- après l'incinération de différents diamètres de la farine de RC, nous avons remarqué que la farine ayant une dimension de 45 μ m a à taux plus important en cendre, ceci est dû au fait que plus les farines sont plus fines, plus elles sont plus denses et ainsi ont en somme plus de matières minérales.
- les résultats d'analyses de l'IRTF de différents diamètres (250 μ m, 125 μ m, 45 μ m), permet d'identifier les différentes fonctions (OH, CH, C=O, C=C, C-O, C-H) caractéristique les charges végétales.
- l'analyse de l'ATG/DTG permet de suivre les pertes de la farine en fonction de la température et du temps. Cette analyse à montrer que le début de dégradation se fait aux alentours de 200°C, et une accélération drastique de la décomposition, notamment de la cellulose aux alentours de 260 à jusqu'au environ de 360°C.
- L'analyse des taux d'extraction fait ressortir que l'extraction à l'eau chaude est plus élevée (3,2%) par rapport à l'extraction d'éthanol (2,003%) et à l'extraction à l'éthanol benzène (1,026%), ceci est lié à la pénétration de l'eau chaude et à sa polarité vis des constituants extrait. Pour ce qui est de la lignine dont le taux est de 22,14%, il montre clairement que nous avons un résultat est comparable à d'autres travaux, mais différent. Ceci est dû à des considérations génétiques et environnementales (sol-air-eau).
- Les photos de MEB ont montré que la farine à 125 μ m ayant subi une extraction est plus lisse et à moins de défaut par conséquent que celle restée à l'état brute. Ceci est le fait que les constituant extractibles sont enlevé de la farine du roseau choisit.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

- [01] Ernst & Young, 2005. «Etude de marché des nouvelles utilisations des fibres végétales» Note de synthèse, Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie, Paris-france.
- [02] Bewa.H, 2012.« Une disponibilité régulée de la ressource », Journée : Fibres de lin et de chanvre : Une solution naturelle pour l'industrie des composites. Solutions opérationnelles et performantes de chimie-verte, Paris - France.
- [03] BOURAHLI M.E.H, 2014. Caractérisation d'un composite verre / époxy. Thèse de doctorat. Université Ferhat Abbas-Sétif.137P.
- [04] Duy Cuong NGUYEN, 2016.Caractérisation de l'interface fibre/matrice. Application aux composites polypropylène/chanvre. Thèse de doctorat. Université de technologie de troyes.112P.
- [05] Mohamed Dallel, 2012. Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil. Autre. Université de Haute Alsace - Mulhouse. France.
- [06] Touloum.F,Benchabane.A, Kaci. A,2012. Valorisation des fibres naturelles de renfort pour matériaux composites.LGEM, Université de Biskra, B.P. 145 R.P. 07000 Université de Cergy-Pontoise, L2MGC, EA 4114, F – 95000 Cergy-Pontoise, France.
- [07] propriétés physico-chimiques de cette fibre végétale RC .Jodoin, Y., C. Lavoie, P. Villeneuve, M. Thériault, J. Beaulieu et F. Belzile, 2008. Highways as corridors and habitats for the invasive common reed *Phragmites australis* in Quebec, Canada. *Journal of Applied Ecology*.
- [08] Meyerson, L.A., K. Saltonstall, L. Windham, E. Kiviat et S. Findlay, 2000. A comparison of *Phragmites australis* in freshwater and brackish marsh environments in North America. *Wetlands Ecology and Management*, 8 : 89-103.
- [09] FADEL Ahlem, Université Sétif-1-Faculté de Technologies ,Mémoire fin d'études du diplôme Master 2014 ,''Influence des diverses modifications du genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice tthermoplastique'' .106P
- [10] A.Y. Nenonene,2009.'''Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage'' , thèse de doctorat de l'université de Toulouse, Institut National Polytechnique de Toulouse, Sciences des Agro ressources,
- [11] Jasmin G. Packer et al,2018. Valorisation des fibres de kénaf dans des applications textiles et paratextiles, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir, BEN MLIK Yosr.
- [12] Biological Flora of the British Isles: *Phragmites australis* . *Journal of Ecology* 2017, 105, 1123–1162

- [13] Fatima S, 2017. Guide des textiles, Esmod Editions, Florence Ferrari. les fibres végétales.
- [14] Nessah Dalila, Université M'hamed Bougara_ Boumerdes, Mémoire fin d'études du diplôme Master 2016/2017. influence de la quantité de fibres naturelles (alfa) et commerciale (polypropylène) sur les propriétés physico-mécanique des mortiers fibres, 15p.
- [15] Mohamed Dallel, 2012. Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil. Autre. Université de Haute Alsace - Mulhouse. France.
- [16] Rouam kamila, Université M'hamed bougara_ Boumerdes, Mémoire fin d'études du diplôme Master 2013/2014, Élaboration, caractérisation mécanique et hydrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles, p23.
- [17] <https://www.cours-pharmacie.com/biologie-vegetale/les-parois-vegetales.html>
- [18] https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fwww.researchgate.net%2Ffigure%2Fstructure-tridimensionnelle-de-la-paroi-dune-cellule-de-xyleme-fibre-ou-tracheide-La_fig2
- [19] khir Amel, Bouchiba Maria, université MOHAMED BOUDIAF - M'SILA, Mémoire fin d'études du diplôme Master (2018/2019), Effet des techniques d'extraction des fibres végétales sur leurs caractéristiques physiques chimiques et mécanique, p11.
- [20] Rowell Roger M., Jacobson Rodney, and Lynch O'Dell Jane, 1995 "Use of Natural Fibers in Resine Transfer molding," in International Conference on Wood fiber - plastic Composites, USA.
- [21] D. Sedan. 2007, « Etude des Interactions Physico-Chimiques aux Interfaces Fibres de Chanvre/Ciment. Influence sur les Propriétés Mécaniques du Composite ». Thèse de Doctorat, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoges, France.
- [22] Klemm D., Schmauder H. P., Heinze T. 2002, Dans: Biopolymers, vol. 6. Eds. E. andamme, S. De Beats, A. Steinbüchel, Willey-VCH, Weinheim. 290-292.
- [23] khir amel et bouchiba maria, Université MOHAMED BOUDIAF - M'SILA, mémoire fin d'études du diplôme Master (2018/2019), Effet des techniques d'extraction des fibres végétales sur leurs caractéristiques physiques chimiques et mécanique, p13.
- [24] Joly N Limoges. 2003, Synthèse et caractérisation de nouveaux films plastiques obtenus par acylation et réticulation de la cellulose, thèse de doctorat, Limoges, Université de Limoges.
- [25] FADEL Ahlem, Université Sétif-1-Faculté de Technologies, Mémoire fin d'études du diplôme Master 2014, "Influence des diverses modifications du genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique" .p10.
- [26] Karama ELFEHRI B, 2016. « Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'alpha » Thèse doctorat Matériaux et Environnement université de Sfax.

- [27] <http://www.plantphysiol.org/cgi/content/full/153/3/895> OU BIEN WWW.VALBIOM.be
- [28] J.F.MOROT-GAUDRY, 2010.Les lignines, Introduction, Académie d'agriculture de France
- [29] Guillaume Marchande, 2018. Thèse de doctorat. Université de limoges.
- [30] MASSAD MOGNI, 2015. Fractionnement des complexes lignines polysaccharides issus de différentes biomasses Lignocellulosiques par extrusion BI-VIS et séparation, Doctorat de l'Université de TOULOUSE.
- [31] Gandini, A., Belgacem, M. N, 2002. La chimie des substances renouvelables. L'actualité chimique. November-December, Pages 6-14.
- [32] FADEL Ahlem, Université Sétif-1-Faculté de Technologies, Mémoire fin d'études du diplôme Master 2014,'Influence des diverses modifications du genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique.p11.
- [33] Document FARR-Wal-Avec le soutien de la Région Wallonne- DG03/4 .Réf.2010
- [34] Mostar Abdessamed, 2006. « Influence des ajouts de fins minérales sur les performances mécaniques des bétons renforcé de fibre végétales de palmier dattier », université de Kasdi Merbah Ouargla option génie civil.
- [35] Borchani K, 2016. Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'alyon.Lyon.
- [36] Wertz Jean-Luc, 2011 "Document de synthèse Les Hémicelluloses," Gembloux Agro-Bio Tech, Université de Liège.
- [37] Juergen Puls and Saake Bodo, Hemicelluloses: science and technology, chapitre 2: Industrially.
- [38] Eva Rogge, 2009 – 2010. Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'alfa (esparto grass) en vue d'applications textiles. Ecole nationale supérieure d'ingénieurs sud-alsace (uha).
- [39] Privas E, 2013. Matériaux ligno-cellulosiques:" Élaboration et caractérisation": Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [40]
<http://www.fsm.rnu.tn/useruploads/cours/ulpcsm/biologie/module1/apprendre/chapitre3/paroi/paroi1det.htm>.
- [41] Mr. Ghedadba. UNIVERSITE Batna 2, faculté des sciences. Mémoire fin d'études du diplôme 2020/2021.Métabolisme secondaire chez les végétaux.p09.
- [42] ACHOUR A, 2017. Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles: Valorisation des plantes locales. Université de Tlemcen.

[43] <https://www.sandre.eaufrance.fr/>

[44] S.Taj,M.Ali Muna war and S.Khan, mars2007.<< Natural fibre-reinforced polymer composites >>,Proceedings of Pakistan Academy of Sciences,Vol144(2).

[45] Zabia B, Hidani I, UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA, Mémoire fin d'étude du diplôme master (2016/2017), Extraction et caractérisation mécanique des bio-fibres,p 13.

[46] ZimniewskaM.,Wladyka Przybylak M., Mankowsky j, 2011. <<Cellulosic Bast Fibres, their Structure and Properties Suitable For Composite Applications>>, Cellulose Fibres : Bio-and Nano-polymer Composites,p.97-119.

[47] Van de Velde K., Kiekens P, 2002. « Biopolymers: overview of several properties and consequences on their applications », Polymer Testing, vol. 21, p. 433–442.

[48] Matériaux : les nouveaux champs de recherche et développement pour la valorisation des fibres végétales techniques (lin fibres et chanvre) - Scientific Figure on ResearchGate. Available from: https://www.researchgate.net/figure/Adequation-marche-procedes-nature-des-fibres-vegetales-techniques-fournies-Exemple-de-la_fig3_283029553 [accessed Oct 8, 2021].

[49] Pierre Bono, Anne Le Duc, Marie Lozachmeur, Arnaud Day, 2015. Matériaux : les nouveaux champs de recherche et développement pour la valorisation des fibres végétales techniques (lin fibres et chanvre). OCL, 22(6) D613.

[50] BOURGEOIS M, avril 2011. Fibres agrosourcées. Institut français du textile et de l'habillement (IFTH)", N2520,v1.

[51] Gérardon.C.et Fain.O.(2021). Panorama des fibres végétales en Europe et en Wallonie.Valbiom.p44.

[52] Pierre. Camille Poutrin. Elodie Nguyen,2018. Matériaux à base de fibres végétales techniques, (N° 236). France.

[53] Clayton WD, (1967). Studies in the Gramineae, Journal of plant taxonomi: XIV. Kew Bulletin. 21 (1),111-117.

[54] Recherche et rédaction : Héléne Godmaire etStéphanie coté Conception visuelle et mise en page : Marie-Ève Brais-Villemur et Héléne Godmaire ou www.nature-actio.qc.ca.

[55] CHETOUANE M. Université de Mouloud Mammeri,Mémoire fin d'études du diplôme Master 1982 Étude de la variabilité morphologique et biogéochimique de quelque population de phragmites communis du nord est algérien. Mémoire en biologie végétale intitulé. 67P.

[56] Bouchard C. J., Néron R. & Guay L. (1998). Guide d'identification des mauvaises herbes du Québec. Conseil des productions végétales du Québec, Québec.

[57] Claude Lavoie, Ph.D,(Octobre 2007).Envahissement du roseau commun le long des corridors autoroutiers : état de situation, causes et gestion, ISBN Bibliothèque nationale du Québec.

- [58] Baran M, Váradyová Z, Krácmár S, Hedbávn J,(2002). The Common Reed (*Phragmites australis*) as a Source of Roughage in Ruminant Nutrition. ACTA VEREE BRNO. 71, 445-449.
- [59] ROWELL R.M., YOUNG R.A., ROWELL J.K., (1997): Paper and composites from agro-based resources, Ed Rowell R.M, Lewis publishers, Boca Raton, usa.
- [60] Copyright © 2000 INRA, tous droits réservés ; J.-P. Lonchamp, nov. 2000
http://www.dijon.inra.fr/bga/hyppa/hyppa-f/phrco_fh.htm, 12/04/2007.
- [61] Dessin: Crow, G. E., et C. B. Hellquist (2000). Aquatic and Wetland Plants of Northeastern North America: A Revised and Enlarged Edition of Norman C. Fassett's A Manual of Aquatic Plants. Volume Two - Angiosperms: Monocotyledons. University of Wisconsin Press, Madison, Wisconsin.
- [62] COROLLA Jean-Pierre, KUPFER Michel, 29/03/2019 : *Phragmites australis* (CAV) in DORIS.
- [63] Quezal P, Santa L, (1962-1963). Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionale. Edition CNRS, tome 2. Paris. 170p.
- [64] Kadi SA, Ouendi M, Slimani M, Selmani K, Bannelier C, Berchiche M, Gidenne T, (2012). Nutritive value of common reed (*Phragmites australis*) leaves for rabbits. Nutrition. 513–517.
- [65] Köbbing JF, Thevs N, Zerbe S, (2014). The utilisation of reed (*Phragmites australis*): a review. Mires and Peat. 13, 1-14 ité sur le R.C.
- [66] ANAB, 2016. Roseau, Roseau commun, Roseau à balais, Altwiller.
- [67] Bouich Noria et Boucedra Djahida, Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem, mémoire fin d'études du diplôme Master 2019, la biodégradation des feuilles du Roseau commun par les bactéries, p07.
- [68] Bouich Noria et Boucedra Djahida, Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem, mémoire fin d'études du diplôme Master 2019, la biodégradation des feuilles du Roseau commun par les bactéries, p07.
- [69] Brink M, Achigan-dako EG, (2012). Plant Resources of Tropical Africa 16. Fibres. Economic Botany. 66 (3), 312- 313.
- [70] Mal T K, et LNarine, (2004). The biology of Canadian weeds. 129. *Phragmites australis* (Cav.) Trin.ex Steud. Canadian Journal of Plant Science, 84(1), 365-396.
- [71] Le ROSEAU, UN ISOLANT NATUREL, ÉCOLOGIQUE ET DERNIÈRE GÉNÉRATION
préservation du patrimoine. 28 août 2018 / Environnement.

- [72] Köbbing JF, Thevs N, Zerbe S, (2014).The utilisation of reed (*Phragmites australis*):a review. *Mires and Peat*. 13, 1-14 ité sur le R.C.
- [73] Bouich Noria et Boucedra Djahida, Université Abdelhamid Ibn Badis Mostaganem, mémoire fin d'études du diplôme Master 2019, la biodégradation des feuilles du Roseau commun par les bactéries,p08.
- [74] Brink M, Achigan-dako EG,(2012). *Plant Resources of Tropical Africa* 16. *Fibres. EconomicBotany*. 66 (3), 312- 313.
- [75] Asaeda T, Rajapakse L, Manatunge J, Sahara N,(2006).The effect of summer harvesting of *Phragmites australis* on growth characteristics and rhizome resource storage. *Hydrobiologia*. 553,327-335.
- [76] Abissy, M. & Mandi, L. (1999). Utilisation des plantes aquatiques enracinées pour le traitement des eaux usées urbaines : cas du roseau. *Revue des sciences de l'eau / Journal of Water Science*, 12(2), 285–315.
- [77] HASLAM S.M., 1972. *Biological flora of the British Isles*. *The journal of ecology*, 60.
- [78] Bonanno G,(2013).Comparative performance of trace element bioaccumulation and biomonitoring in the plant species *Typhadomingensis*, *Phragmitesaustralis* and *Arundodonax*. *Ecotoxicology and Environmental safety*. 97, 124-130.
- [79] Giudice RL, Bonanno G,(2010). Heavy metal bioaccumulation by the organs of *Phragmitesaustralis*(common reed) and their potential use as contamination indicators. *Ecological Indicators*. 10,639- 645.
- [80] Ait Ali N, Bernal MP, Ater M, (2004).Tolerance and bioaccumulation of cadmium by *Phragmites australis* grown in the presence of elevated concentrations of cadmium, copper, and zinc. *Aquatic Botany*. 80, 163-176.
- [81] Kleche M, (2013). «Utilisation des systèmes biologiques dans l'épuration des eaux usées cas de la région d'Annaba »Thèse doctorat université de Annaba.
- [82] Windham L, Weis JS, Weis P,(2003). Uptake and distribution of metals in two dominant salt marsh macrophytes,*Spartinaalterniflora* (cordgrass) and *Phragmitesaustralis*(common reed).
- [83] J. Saint, OBV du Fleuve, Une espèce exotique envahissantes : Le roseau commun ou *phragmites australis*.
- [84] Le Nevé,ARNAUD.HILY.CHRISTIAN.LE FLOC'H,Pierre ; BARGAIN, Bruno, *Sciences Eaux et territoires*,2011.
- [85] BELMILOUD M, Université MOULOUD MAMMERI de Tizi faculté des sciences sciences, mémoire de fin d'études du diplôme Master 2013, extraction et caractérisation physicochimiques des huiles des graines de figue de barbarie,p26.
- [86] <https://cecobois.com>

- [87] <http://physique.unice.fr/sem6/2005-2006/PagesWeb/microscope/Historique.htm>
- [88] J. Philibert ,1968. La microscopie électronique à balayage et ses applications métallurgiques. *Revue de Physique Appliquée, Société française de physique / EDP*, 3 (4), pp.325-330.
- [89] Pôle Matériaux et Structures (MAS),laboratoire MASSMAT.Mécanique des sols, Structures et Materieux UMR8579.Lyon ou <https://www.ecam.fr/materiaux-structures/microscope-electronique-a-balayage/>
- [90] Pierre Claudy, 2005. *Analyse Calorimétrique Différentielle – Théorie et applications de la DSC*
- [91] K. Sinko, A. Meiszterics, L. Rosta, 2008. Comparative Study of Calcium Silicate Bulk Systems Produced by Different Methods. *Progr Colloid Polym Sci* 135, pp130–138.
- [92] Magamou Gueye, 2016. Caractérisation par infrarouge à transformée de Fourier des réactions chimiques entre post-décharges et précurseurs organosiliciés : cas du 3-aminopropyltriéthoxysilane (APTES).Autre. Université de Lorraine, Français.
- [93] Maxime Letellier, 2012. Valérie Fleurentdidier. Caractérisation chimique, physique et mécanique de pieux anciens. *Sciences de l'ingénieur [physics]*. .
- [94] I.Benakli, F.Hamani, 2016 . Etude des Biocomposites à Base de Polymère Biosourcé PHBV et Fibres Alfa, Université Abderrahmane MIRA de Bejaia.
- [95] <https://www.bruker.com/fr/products-and-solutions/infrared-and-raman/ft-ir-routine-spectrometer/what-is-ft-ir-spectroscopy.html>.
- [96] Michael B ,2007.``solvent extractives of wood and pulp (Proposed revision of T204 cm-97)''(2).
- [97] Hatfield, R.D., Jung, H.-J.G., Ralph, J., Buxton, D.R., and Weimer, P.J. (1994). A comparison of the insoluble residues produced by the Klason lignin and acid detergent lignin procedures. *J. Sci. Food Agric.* 65, 51–58.Hatfield, R.D., Ralph (2), 585-609.
- [98] Schoening, A. G., and Johansson, G., 1965. “Absorptiometric Determination of Acid-Soluble Lignin in Semicemical Bisulfite Pulps and in Some Woods and Plants,” *Svensk Papperstid* 68 (18): 607.
- [99] Min Wu ,Fei Gao , Dong-Min Yin , Qi Luo 1, Zong-Qiang Fu and Yu-Guang Zhou *Poly* 2018.Processing ssing of Superfine Grinding Corn Straw Fiber-Reinforced Starch Film and the Enhancement on Its Mechanical Properties , 10, 855.
- [100] Guanya Ji, Lujia Han , Chongfeng Gao, Weihua Xiao, Yang Zhang, Yaoyao Cao *Bioresource Technology* 241 (2017) .Quantitative approaches for illustrating correlations among the mechanical fragmentation scales, crystallinity and enzymatic hydrolysis glucose yield of rice straw ,262–268.

[101] Hideyuki Shinzawa,b Yuki, Kimie Awa,a, 2014. Spectroscop,An Effect of Cellulose Crystallinity on the Moisture Absorbability of a Pharmaceutical Tablet Studied by Near-Infrared Spectroscopy Society for Applied Spectroscopy. Volume 68, Number 6, 325-632.

[102] MALT.K., NARINE.L,(2004): The biology of canadian weeds. 129. Phragmites australis (Cav.)Trin.Ex Steud. Canadian Journal of Science, 84, 365-396.

[103] AROUN OUAHIBA et AGROUCHE DJEDJIGA. Université UMMTO, Mémoire fin d'études du diplôme Master 2017, Elaboration et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de PVC et farine de roseau commun et de grignon d'olive.

[104] Rosa I M, Kenny J M, Puglia D, Santulli C, Sarasini F (2010). Morphological and thermal characterisation of okra (*Abelmoschus esculentus*) fibres as potential reinforcement in polymer composites.

[105] Terpakova E., Kidalova L., Estokova A., Cigasova J., Stevulova N., 2012. Chemical modification of hemp shives and their characterization. Procedia Eng. 42: 931-941.

[106] Ouajai S., shanks R.A., 2005. Composition, Structure and thermal degradation of hemp cellulose after chemical treatments. Polym. Degrad. and stab. 89:327-335

[107] Rosa I M, Kenny J M, Puglia D, Santulli C, Sarasini F (2010). Morphological and thermal characterisation of okra (*Abelmoschus esculentus*) fibres as potential reinforcement in polymer composites.

[108] Rosa I M, Kenny J M, Puglia D, Santulli C, Sarasini F (2010). Morphological and thermal characterisation of okra (*Abelmoschus esculentus*) fibres as potential reinforcement in polymer composites.

[109] Tableau de fréquences de vibration des principales fonction rencontrés dans les composés organiques.

[110] Fiore V., Scalici T., Valenza A., 2014. Characterization of a new natural fiber from *Arundo donax* L. as potential reinforcement of polymer composites. Carbohy. Polym. 106:77–83.

[111] Reddy K. O., Ashok B., Reddy K. R. N., Feng Y., Zhang J., & Rajulu A. V., 2014. Extraction and characterization of novel lignocellulosic fibers from *Thespesialampas* plant. Inter.J. Polym. Analy. and Characterization. 19: 48–56.

[112] A.Oussaid, Elaboration et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de PVC et de la farine de bois de chêne zeen modifiée, mémoire master, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, 2016.p 29.

[113] J.R.Araujo, W.R.Waldman, M.A.De Paoli, Polym. Degrad. Stab, 2008.

[114] K.L.Fung, X.S.Xing, R.K.Y.Lia, S.C.Tjonga, Y.W.Mai, Compos. Sci. Technol, 2003.

[115] V.Tserkia,P.Matzinosa,S.Kokkoub,C.Panayiotoua,Co,pos, 2005.

- [116] Haiping Yang, Rong Yan, Hanping Chen, Dong Ho Lee, Chuguang Zheng, 2007; Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis; Fuel 86, 1781-1788.
- [118] Michael B., ``solvent extractives of wood and pulp (Proposed revision of T204 cm-97)''(2),(2007).
- [119] AYHAN TOZLUOĞLU,2018. Bioethanol production from common reed (*Phragmites australis*): Biological and chemical pretreatments, Romanian Biotechnological Letters Vol. 23, No. 2, .
- [120] Gianluca Cavalaglio *, Anna Laura Pisello, Mattia Gelosia, David Ingles and Enrico Pompili, Sustainability, 2015. Sustainable Ethanol Production from Common Reed (*Phragmites australis*) through Simultaneous Saccharification and Fermentation Franco Cotana, 7, 12149-12163;
- [121] Influence of Extractive Parameters on the Preparation of a Solution from *Psidium guajabum* Robinie Ítalo V. SILVA; Marcel S. FERREIRA; Almir G. WARDERLEY , Maria J. FERNANDES, Luiz A.L. SOARES & Tatiane P. DE SOUZA .Latin American Journal of Pharmacy, 28 (1): 116-20 (2009).
- [122] Analyse des composition chimiques structuraux (lignines, cellulose) et des composés phénoliques du bois de Robinier.
- [123] Cogrounding Wood Fibers and Tannins: Surfactant Effects on the Interactions and Properties of Functional Films for Sustainable Packaging Materials AndréL. Missio, Bruno D. Mattos, Caio G. Otoni, Marina Gentil, Rodrigo Coldebella, Alexey Khakalo, Darci A. Gatto, and Orlando J. Rojas Biomacromolecules 2020, 21, 1865–1874
- [124] Saâd Inès, Ben Marzoug Imed and Sakli Faouzi, 2016. Effect of solvent extraction on Tunisian esparto wax composition. Algerian Journal of Natural Products 4:2 .308-315.

ANNEXES

ANNEXE 01 : Les tableaux suivants donnent les résultats obtenus après l'extraction des extractibles.

Tableau 1: les résultats obtenus après l'extraction à l'éthanol-benzène.

	masse initial de RC inséré dans la cartouche (g)	masse totale de cartouche avant extraction(g)	masse totale de la cartouche après extraction (g)	Taux d'extractibles %
1	2	7,32	7,17	2,04
2	2	7,36	7,23	1,77
3	2	7,61	7,51	1,32

Avec ses résultats on doit faire une moyenne des taux d'extractibles

$$\text{Moyenne\%} = \frac{2,04+1,77+1,32}{3} = 1,71 \%$$

Tableau 2: les résultats obtenus après l'extraction à l'éthanol.

	la masse de RC après la 1 ^{er} extraction	la masse de RC après l'extraction d'éthanol	Taux d'extractibles %
1	7,17	7,04	1,81
2	7,23	7,08	2,07
3	7,51	7,35	2,13

$$\text{Moyenne\%} = \frac{1,81 + 2,07 + 2,13}{3} = 2,003\%$$

Tableau 3: les résultats obtenus après l'extraction à l'eau chaude.

	la masse de RC après la 2 ^{em} extraction	la masse de RC après l'extraction d'eau	Taux d'extractibles %
1	7,04	6,83	2,98
2	7,08	6,85	3,24
3	7,35	7,10	3,40

$$\text{Moyenne \%} = \frac{2,98+3,24+3,40}{3} = 3,2\%$$

Chaque solvant à combien d'extractibles pourra extrait, cependant l'eau extrait un grande pourcentage d'extractibles par rapport aux d'autres solvants

ANNEXE 02: les tableaux suivants donnent les résultats obtenus après l'extraction de lignines.

Tableau 4: les résultats obtenus de lignine insoluble de RC

	la masse de RC initiale en g	la masse de RC + l'acide initialement en g	la masse finale de RC en g	taux de lignine %
1	1	83,98	83,74	19,7
2	1	83,93	83,73	20

$$\text{Moyenen \%} = \frac{19,7 + 20}{2} = 19,85\%$$

Tableau 5: les résultats obtenus de lignines soluble de RC.

	Absorbance
1er essaie	2,552
2em essaie	2,498

$$\text{Moyenne\%} = \frac{2,552 + 2,498}{2} = 2,525\%$$

Résumé

L'utilisation et la valorisation des ressources renouvelables sont devenues plus qu'importante dans la mesure où elles peuvent servir dans plusieurs domaines à l'exemple de L'énergétique, les matériaux, les applications techniques, etc. Toutefois, avant toute utilisation connaître leurs propriétés est capital en vue de toute utilisation ou valorisation. Notre travail consiste en la caractérisation chimique par le protocole TAPPI et physique d'une faine végétale (roseau commun). Cette dernière de trois granulométries différentes (45µm, 125µm et 250 µm) est obtenue par broyage et tamisage. Les différentes analyses qu'on a effectué montrent que les taux de cendre et d'humidité sont plus élevée pour la farine à 45 µm, qui est la plus fine. L'analyse IRTF des trois farines a permis d'identifier les groupements fonctionnels caractéristiques des charges végétales comme les groupes -OH, -CH₂, -C=O, C=C, C-O-C, avec de léger déplacement des nombres d'onde d'une farine à une autre.

L'ATG/DTG, qui permet de suivre la dégradation de RC, montre pour la farine à 125 µm que le début de dégradation commence par la décomposition de la lignine et hémicellulose à 200 °C, et s'ensuit une dégradation de la cellulose entre 260 °C et 360 °C et la dégradation continue de la lignine et peut atteindre 900 °C. Les taux d'extractibles et de la lignine montrent que le premier est plus élevé à l'eau chaude (3,2%), et le taux de lignine est de 22,14%. Enfin l'analyse au MEB fait ressortir que l'extraction entraîne la disparition de certains constituants, ce qui rend la surface de la faine du roseau plus lisses, enlevant ainsi des défauts, qui peuvent être dommageable lors de l'élaboration de matériaux par exemple.

Mots clés : Roseau Commun, fibre végétale, protocole TAPPI, caractérisation.

Abstract

The use and valorization of renewable resources have become more than important insofar as they can be used in several fields such as energy, materials, technical applications, etc.

However, before any use to know their properties is capital for any use or valorization.

Our work consists in the chemical characterization by the TAPPI protocol and physical characterization of a plant faine (common reed). The latter of three different granulometries (45µm, 125µm and 250 µm) is obtained by grinding and sieving. The different analyses we performed show that the ash and moisture contents are higher for the flour at 45 µm, which is the finest. The FTIR analysis of the three flours allowed the identification of the functional groups characteristic of the vegetable fillers such as -OH, -CH₂, -C=O, C=C, C-O-C groups, with slight shift of the wave numbers from one flour to another. The ATG/DTG, which allows to follow the degradation of RC, shows for the 125 µm flour that the beginning of degradation starts with the decomposition of lignin and hemicellulose at 200 °C, and then follows a degradation of cellulose between 260 °C and 360 °C and the continuous degradation of lignin and can reach 900 °C. The rates of extractives and lignin show that the former is higher in hot water (3.2%), and the lignin rate is 22.14%. Finally, the SEM analysis shows that extraction leads to the disappearance of some constituents, which makes the surface of the reed smoother, thus removing defects, which can be harmful during the elaboration of materials for example.

Key words: Common reed, vegetable fiber, TAPPI protocol, characterization.