



MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de :

MASTER

En Génie Mécanique

Option : Génie des matériaux

Présenté par :

KEBAILI KARIMA & BOUZIDI MARWA

Thème

L'ETUDE DE L'INFLUENCE DES TRAITEMENTS CHIMIQUE SUR L'INTERFACE DES COMPOSITES FIBRE/MATRICE

Devant le jury composé de :

NOM et Prénom	Grade	Qualité
BENARIOUA YOUNES	Pr	Président
MOUSSAOUI NAFISSA	MAA	Encadreur
ZEGGANE HAUARI	MCB	Examineur

Année Universitaire : 2020/2021

N° d'ordre : GM/2020/2021

عَلَّمَ الْقُرْآنَ

عَلَّمَ الْقُرْآنَ



Remerciements

Au terme de ce modeste travail, je tiens à remercier Dieu le tout puissant de m'avoir donné le courage, la volonté et la patience pour achever ce mémoire de fin d'études.

*Ce travail a été réalisé au laboratoire de mécanique. Je tiens à remercier à madame **moussaoui nafissa**, mon encadreur de mémoire, ma profonde reconnaissance pour l'encadrement et les conseils qu'elle m'a apportés*

Je veux également exprimer toute ma gratitude aux membres de jury qui me feront l'honneur de juger mon travail.

Mes vifs remerciements vont également à :

***khaldoun abderraouf** et **bouchareb khalef** pour leur assistance permanente, leur disponibilité et leur aide dans mes travaux expérimentaux au laboratoire et merci au chef du Laboratoire des mécaniques pour son assistance constante avec tout ce dont nous avons besoin.*

Mes remerciements vont aussi à tout le corps enseignant et administratif du Département de mécanique de l'université de M'sila.

Enfin, Merci à tous ceux qui, de près ou de loin, ont participé directement ou indirectement à la réalisation de ce travail.



Dédicas

Je dédie ce modeste travail :

À ma chère mère,

À mon cher père,

*Qui n'ont jamais cessé, de formuler des prières à mon
égard, de me soutenir et de m'épauler que je puisse
atteindre mes objectifs.*

Mes sœurs,

[mesak et narimane et noureshouda]

*Pour soutiens moral et leurs conseils précieux tout au long de mes
études Pour leurs indéfectibles soutiens et leurs patiences infinies.*

À mes chères ami (e) s,

[farida ; sawsen ; mesak ; marwa ; djahida ; .. ect]

Pour leurs aides et supports dans les moments difficiles.

À toute ma famille kebaili.

Kebaili Karima.



Dédicas

Je dédie mon humble travail à

Cher père, que Dieu lui fasse miséricorde

*Et à ma chère mère qui s'est sacrifiée et est restée debout pour mon
succès*

À mes frères Hisham, Zakaria, Islam et Qais

Et mes sœurs Rima, Scriya, Jamila, Maria

Et à mon fiancé.

Et à ma tante et son mari, Wahid

Aux filles de ma tante Fatima et Khawla

Et à mon oncle, Fadil

Et à ma tante et mon oncle

Et à toute ma famille, de loin et de près

À tous mes amis et ceux qui me connaissent de loin ou de près,

À tous, je dédie le fruit de ce travail.

BOUZIDIMARWA



Table des matières

Remerciement

Dédicace

Table des matières

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction Générale I

Chapitre I : Les composites à fibres végétales

I.1. Matériaux composites 3

I.1.1. Définition 3

I.1.2. Caractéristiques générales 4

I.2. Les constituants des matériaux composites 4

I.2.1. Les matrices 5

I.2.1.1. Les thermoplastiques : 5

I.2.1.2. Les thermodurcissables : 6

I.2.2. Les renforts 6

I.2.2.1. Différents types de renforts : 7

I.2.2.2. Définition de la fibre 7

I.2.2.3. Différent types de fibre [6]..... 7

I.3. Fibres végétales 10

I.3.1. Définition de fibre végétale 10

I.3.2. Présentation des fibres végétales 10

I.3.3. Propriétés des fibres végétales 14

I.3.4. Structure de la fibre végétale 15

I.3.5. Composition chimique des fibres végétales..... 17

I.3.5.1. La cellulose.....	18
I.3.5.2. Hémicellulose.....	18
I.3.5.3. Lignine.....	20
I.4. Méthodes d'extraction des fibres végétales.....	21
I.5. Utilisation des fibres végétales : avantages et inconvénients.....	22

Chapitre II: Les traitements chimiques des fibres végétale

II.1. Modification de surface du renfort végétal.....	24
II.1.1. Les traitements physiques.....	24
II.1.1.1. Traitement plasma.....	24
II.1.1.2. Le traitement thermique de séchage.....	25
II.1.1.3. Traitement UV.....	25
II.1.2. Traitements chimiques.....	26
II.1.2.1. Traitement des fibres par mercerisation.....	27
II.1.2.2. Traitement par agent de couplage.....	28
II.2. Traitement des fibres naturelles.....	30
II.3. Méthodes chimiques de modification de la surface des fibres.....	31
II.3.1. Oxydation.....	31
II.3.2. Esterification.....	33
II.3.3. Traitement par la soude.....	34

Chapitre III : Etude expérimentale

III.1. Introduction.....	36
III.2. Matériaux utilisés.....	36
III.2.1 Les fibres d'Eucalyptus.....	36

III.2.2 Produits chimiques utilisés.....	36
III.3 Description botanique de la plante d'eucalyptus	37
III.4. Procédure expérimentale.....	38
III.4.1 L'extraction chimique des fibres	38
III.4.2. Séchage thermique.....	39
III.4.3. Préparation de la solution NaOH.....	39
III.4.4. Traitements chimiques des fibres d'Eucalyptus	40
III.4.4.1. Traitement alcalin par NaOH :.....	40
III.4.4.2. Traitement au permanganate de potassium (KMnO4) :.....	40
III.4.4.3. Traitement par l'anhydride acétique :	41
III.4.5. Broyage.....	42
III.5. Les méthodes de caractérisation :	42
III.5.1. Caractérisation physique :.....	42
III.5.1.1. Détermination de la densité.....	42
III.5.2 Caractérisation mécanique :.....	44
III.5.2.1. Préparation des éprouvettes de traction :.....	44
III.5.2.2. L'élaboration des composites fibres d'eucalyptus/ résines	45
III.5.2.3 Essai de traction sur les fibres et les composites :.....	47
III.5.3 Caractérisation chimique :	48
III.5.3.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF	48

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1 Introduction :	50
IV.2 Propriétés Physique :	50
IV.2.1 Densité des fibres :	50
IV.3 Caractérisation microstructurale :	51
IV.3.1 Analyse structurale :	51
IV.3.2. Spectroscopie infra rouge :	52
IV.4. Caractérisation mécanique des fibres :	54
IV.4.1. Traction des fibres :	54
IV.4.2. Traction des composites :	55
IV.4.2. 1. La contrainte (σ) à la rupture des composites avec différentes résines (MPa) :	55
IV.4.2. 2. Le module de Young E(GPa) :	57
Conclusion générale	59
Références	

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1 : Composition d'un matériau composite	3
Figure I.2 : Matériau composite.....	5
Figure I.3 : Classification de différentes familles de matrice.	6
Figure I.4 : Organigramme des différents composites renforcés.	7
Figure I.5 : Fibres naturelles	9
Figure I.6 : Classification des fibres naturelles.....	9
Figure I.7 : Le jute.....	11
Figure I.8 : Le chanvre	11
Figure I.9 : Le sisalation de cordage, de tissus grossiers et de tapis.	12
Figure I.10 : La ramie	13
Figure I.11 : Fibre de lin	13
Figure I.12 : Structure de la fibre végétale.....	16
Figure I.13 : Modèle de la description de structure d'une fibre végétale.....	17
Figure I.14 : Représentation de la chaîne de cellulose.	18
Figure I.15: Structure du xylane et site d'attaque des xylanases. a polymère de xylane, Ac., Acetyl group; a-araf., a-arabinofuranose; a-4-O-Me-GlcUA, a-4-O-methylglucuronic acid; pcou., pcoumaric acid; fer., ferulic acid.b hydrolyse de xylo-oligosaccharides.....	19
Figure I.16 : Synthèse de monolignols.	20
Figure I.17 : Polymère de lignine : différentes liaisons possibles entre les différents monolignols.	21

Chapitre II

Figure. II.1. Schéma Principe d'interaction fibre naturelle/silane.	29
Figure. II.2 : Schéma. Activation du greffage Polymère (NR)/cellulose par le permanganate.	30

Figure II. 3 : Illustration schématique de la procédure de préparation de surfaces superhydrophobes sur substrat de coton	31
Figure II.4: La cellulose	32
Figure II.5: De la cellulose à la fibre	33
Figure II.6. Liaison chimique PP-g-AM/fibre cellulosique	34
Figure II.7. Observation au microscope électronique à balayage de traitement par le NaOH des fibres de banane : (a) 2% ; (b) 10%.....	35

Chapitre III

Figure.III.1 plante de l'Eucalyptusa.....	38
Figure. III. 2. Extraction chimique par rouissage au bicarbonate de sodium (NaHCO ₃).....	38
Figure. III. 3. Traitement thermique : l'étuvage des fibres d'eucalyptus	39
Figure. III. 4. Préparation de solution NaOH.....	39
a)NaOH et b) Dissolution de NaOH dans l'eau distillé	39
Figure. III.5. Le traitement par l'hydroxyde de sodium (3% NaOH).....	40
Figure. III.6. Traitement alcalin par permanganate potassium (KMnO ₄) :	41
Figure. III.7. Traitement par l'anhydride acétique.....	41
Figure. III.8. Machine de broyage.....	42
Figure. III.9. Le méthanol et la balance analytique (M du pycnomètre + M de méthanol	43
Figure. III.10. Machine de traction.	44
Figure. III.11. Préparation des éprouvettes de traction.....	45
Figure. III.12. Les moules des matériaux composites	46
Figure. III.13. L'élaboration des éprouvettes.....	46
Figure.III.14. Les échantillons obtenus.....	47
Figure. III.15. Machine de Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF.....	49

Chapitre IV

Figure. IV.1. Courbe FTIR des différents échantillons des fibres l'Eucalypyus . A (NT, KMNO ₄), B (NT, AC), C (NT, NAOH).....	51
-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	----

Figure. IV.2. Comparaison des spectres IR entre 520 cm-1 et 4900 cm-1 en fonction des traitements ; AC ;NaOH , Anhydride acétique et sans traitement.....	53
Figure. IV.3. La courbe force-déplacement de la fibre d'eucalyptus sans traitement	54
Figure. IV.4. (a) La contrainte des composites fibres/polyester	55
Figure. IV.4(b) La contrainte des composites fibres/époxy.....	56
Figure. IV.4. (c) La contrainte des composites fibres/vinylester	56
Figure IV.5. Courbe contrainte – déformation des composites à fibre d'eucalyptus traitée avec NaOH	57
Figure. IV.7. (a) Module de young des composites avec différents traitements de fibres et polyester..	57
Figure IV.7. (b) Module de young des composites avec différents traitements de fibres et époxy.....	58

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1 : Propriétés physiques de différentes fibres végétales.....	14
Tableau I.2 : Propriétés mécaniques en traction de quelques fibres végétales.	15
Tableau I.3 : Avantage et inconvénients des fibres naturels.....	23

Chapitre III

Tableau.III.1 : la densité des fibres de l'Eucalyptus sans et avec traitements.	43
--------------------------------------------------------------------------------------	----

Chapitre IV

Le tableau IV.1. La densité apparente des quatre échantillons de la fibre d'eucalyptus.	50
Tableau IV.2. Bandes associées aux fonctions des spectres dans l'étude des fibres végétales par spectrométrie infrarouge	52
Tableau IV.3. Les valeurs de contraintes des composites :	55
Tableau. IV.4. Module de young des composites à différentes résines et fibres	57



INTRODUCTION
GÉNÉRALE

Introduction Générale

Introduction générale

Le développement de matériaux de haute performance à base de ressources naturelles est d'actualité dans le monde entier, même Dans les régions déficientes en forêts, la production d'autres types de fibres a été développée comme les fibres de lin, de jute ou de sisal et fibre de l'Eucalyptus.

Dans ce cadre, les composites polymères renforcés de fibres naturelles connaissent actuellement une grande expansion et des applications dans de nombreux domaines, allant du secteur automobile au secteur de la construction en passant par le domaine médical. Le grand défi dans la production de composites contenant des fibres naturelles et présentant des caractéristiques contrôlées est surtout lié à la grande variation des propriétés et des caractéristiques des fibres. La qualité des fibres naturelles est en grande partie déterminée par l'efficacité des processus d'extraction et de traitement qui peuvent influencer considérablement sur les propriétés des composites finaux. Aujourd'hui, de nombreux efforts sont déployés pour optimiser les méthodes d'extraction en termes de qualité de la production des fibres, de réduction des problèmes environnementaux et de coûts de production. Notre travail vise à fournir une classification et caractérisation d'un type de fibres avec des qualités bien particulière, il s'agit de la plante l'Eucalyptus.

L'utilisation des fibres végétales prend de plus en plus d'ampleur. Elles peuvent permettre aux industriels des matériaux de réduire leur dépendance vis-à-vis du pétrole, grâce à leurs propriétés mécaniques, leur faible densité, leur résistance thermique, leur absorption phonique, leurs propriétés de surface, et leur biodégradabilité. La littérature scientifique a soulevé une faible affinité de ces fibres avec les matrices hydrophobes qui génère une mauvaise adhésion entre les deux matériaux. Ce problème d'interface peut être surmonté par un traitement chimique ou mécanique de la fibre naturelle. L'objectif principal de ce traitement est de substituer les groupements hydroxyles polaires de la surface des substrats cellulosiques par des groupements capables de renforcer les interactions avec les matrices polymériques généralement hydrophobes, et permettant même la préparation de composites uniquement à base de fibres cellulosiques (composites continus) [1]

Parmi ces plantes, nous avons utilisé la plante d'eucalyptus dans notre expérience, qui est la plus abondante dans la région de M'sila-el Hodna.

Notre thème de ce mémoire s'intitule :

« L'étude de l'influence des traitements chimiques sur l'interface des composites fibre/matrice.

Il est structuré en 4 chapitres dont :

Le premier chapitre présente les composites à fibres végétales. La morphologie ; la composition et le comportement mécanique des fibres sont décrites ;

Introduction Générale

Le deuxième chapitre présente les traitements chimiques des fibres végétales ; L'adhésion renfort –matrice, La modification de la surface des charges végétales peut se faire par des méthodes physiques ou chimiques.

Le troisième chapitre décrit les matériaux utilisés ainsi Que les techniques expérimentales utilisées.

Le quatrième chapitre est consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués.

Et enfin Le mémoire se termine par une conclusion générale rassemblant une synthèse des résultats.

CHAPITRE I

LES COMPOSITES À FIBRES VÉGÉTALES

I.1. Matériaux composites

I.1.1. Définition

Un matériau composite est constitué de deux ou plusieurs matériaux dont les propriétés individuelles se combinent pour former un matériau hétérogène ayant des performances globales fortement améliorées. (Source Action Composite)

Bien qu'il existe différentes sortes de matériaux composites (comme par exemple, le béton, la boue, le contreplaqué...), ce terme s'adresse plus particulièrement aux pièces plastiques constituées d'une matrice polymère et d'un élément renforçant de type fibreux tel que défini dans la **figure 1**. [1]

Le matériau composite est un assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles (mais ayant une forte capacité d'adhésion). Le nouveau matériau ainsi constitué possède des propriétés que les éléments seuls ne possèdent pas.

Ce phénomène, qui permet d'améliorer la qualité de la matière face à une certaine utilisation (légèreté, rigidité à un effort, etc.), explique l'utilisation croissante des matériaux composites, dans différents secteurs industriels. Néanmoins, la description fine des composites reste complexe du point de vue mécanique.

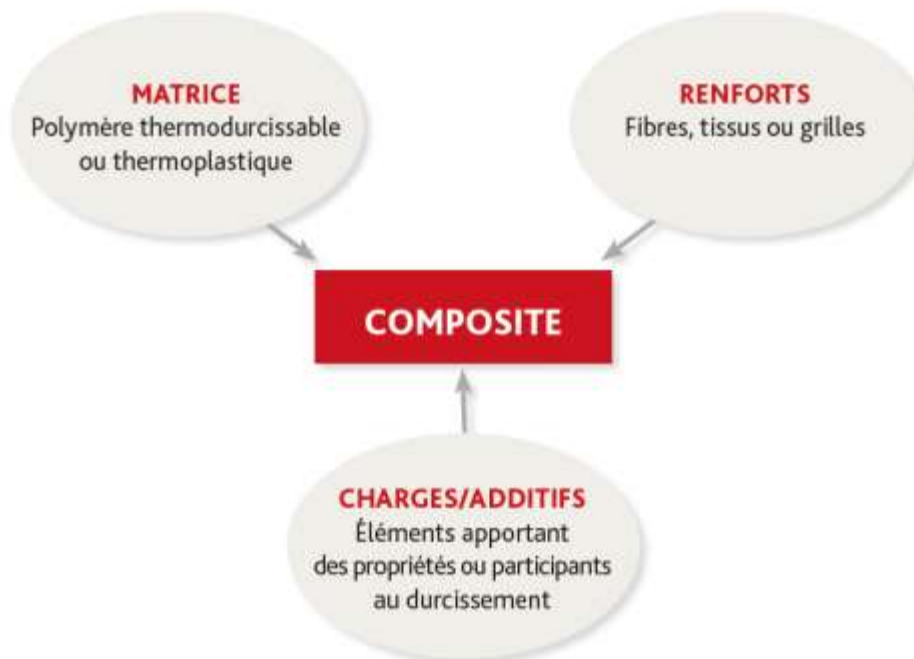


Figure I.1 : Composition d'un matériau composite [1]

I.1.2. Caractéristiques générales

Un matériau composite consiste dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue, dans le cas de plusieurs phases discontinues de natures différentes, le composite est dit hybride. La phase discontinue est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue. La phase continue est appelée la matrice. La phase discontinue est appelée le renfort ou matériau renforçant.[2]

Une exception importante à la description précédente est le cas de polymères modifiés par des élastomères, pour lesquels une matrice polymère rigide est chargée avec des particules élastomères.

Pour ce type de matériau, les caractéristiques statiques du polymère (module d'Young, contrainte à la rupture, etc.) ne sont pratiquement pas modifiées par l'adjonction de particules élastomères, alors que les caractéristiques au choc sont améliorées.

Les propriétés des matériaux composites résultent :

- ❖ Des propriétés des matériaux constituants,
- ❖ De leur distribution géométrique,
- ❖ De leurs interactions, etc.

Ainsi, pour accéder à la description d'un matériau composite, il sera nécessaire de spécifier :

- ❖ La nature des constituants et leurs propriétés,
- ❖ La géométrie du renfort, sa distribution,
- ❖ La nature de l'interface matrice-renfort. .[2]

I.2. Les constituants des matériaux composites

Un matériau composite est constitué d'un renfort et d'une matrice **Figure I.2**, L'importante diversité de renfort et de matrice permet de façonner les matériaux composites en fonction du besoin exprimé. L'amélioration des caractéristiques physicomécaniques de ces matériaux constitue une des clés de leur développement industriel. [3]

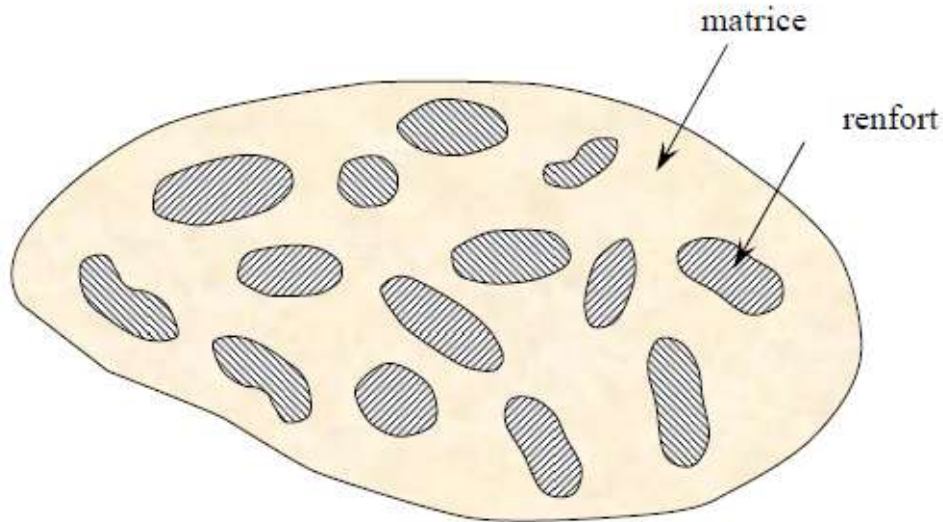


Figure I.2 : Matériau composite. [2]

I.2.1. Les matrices

Les matrices ont essentiellement pour rôle de transférer les contraintes apportées sur le matériau aux fibres, de les protéger contre les agressions extérieures et donnent la forme du matériau. Elles doivent être en outre assez déformable et présenter une certaine compatibilité avec le renfort. Ainsi, pour pouvoir apporter aux matériaux composites des propriétés mécaniques élevées, les résines doivent posséder des masses volumiques faibles.

Il existe plusieurs types de résines classées en deux grandes familles : les thermoplastiques et les thermodurcissables. Une nouvelle classe de résines, ayant les propriétés des deux précédentes familles, a vu le jour, il s'agit des thermostables. [4]

I.2.1.1. Les thermoplastiques :

Les thermoplastiques sont des chaînes polymères reliées entre elles par de faibles liaisons. Ils sont recyclables et possèdent au moins un solvant. Les thermoplastiques représentent le plus grand tonnage en termes de production à cause de leur facilité de mise en œuvre et des faibles coûts. Ce sont principalement les plastiques traditionnels (le polychlorure de vinyle PVC, le polyéthylène PVC, le polyéthylène PE, le polypropylène PP, le polyamide PA, les polycarbonates PC, etc.). Leur recyclabilité et leur thermo réversibilité constituent des avantages très importants. Il existe aussi des thermoplastiques à usage spécifique qui peuvent résister à des températures de l'ordre de 200°C et même plus. [4]

I.2.1.2. Les thermodurcissables :

Les thermodurcissables sont des polymères qui ne peuvent être mis en forme qu'une seule fois mais possèdent des propriétés mécaniques et thermomécaniques élevées par rapport aux thermoplastiques. On retrouve dans cette famille les polyesters insaturés (vinyliques, les dérivés allyliques, les polyesters condensés, etc.), les résines époxydes, les résines de condensation (les phénoliques, les aminoplastes, les furaniques ... etc.). [4]

La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la **Figure I.3**.

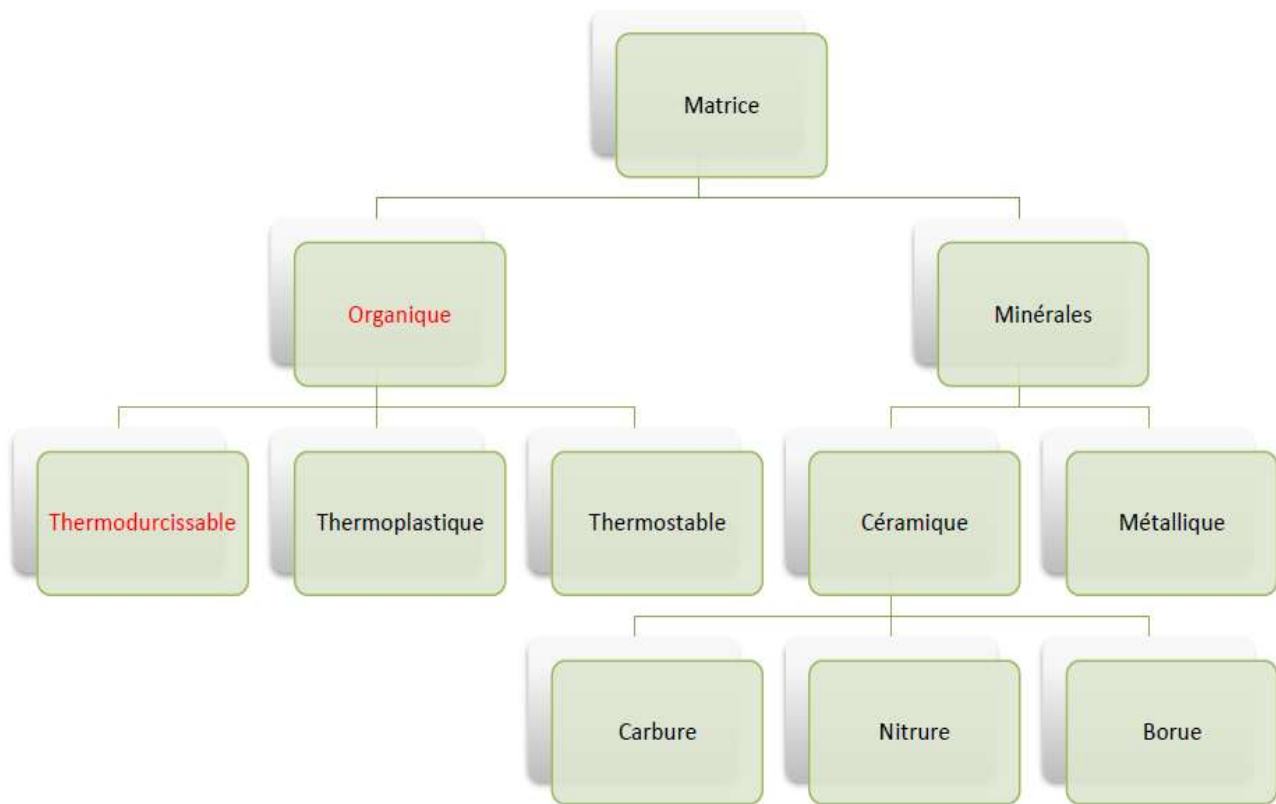


Figure I.3 : Classification de différentes familles de matrice. [3]

I.2.2. Les renforts

Les renforts contribuent à améliorer la résistance mécanique à la traction et la rigidité des matériaux composites et se présentent sous forme filamentaire (des fibres organiques ou inorganiques).

I.2.2.1. Différents types de renforts :

Il y a différents types de renfort **Figure I.4**

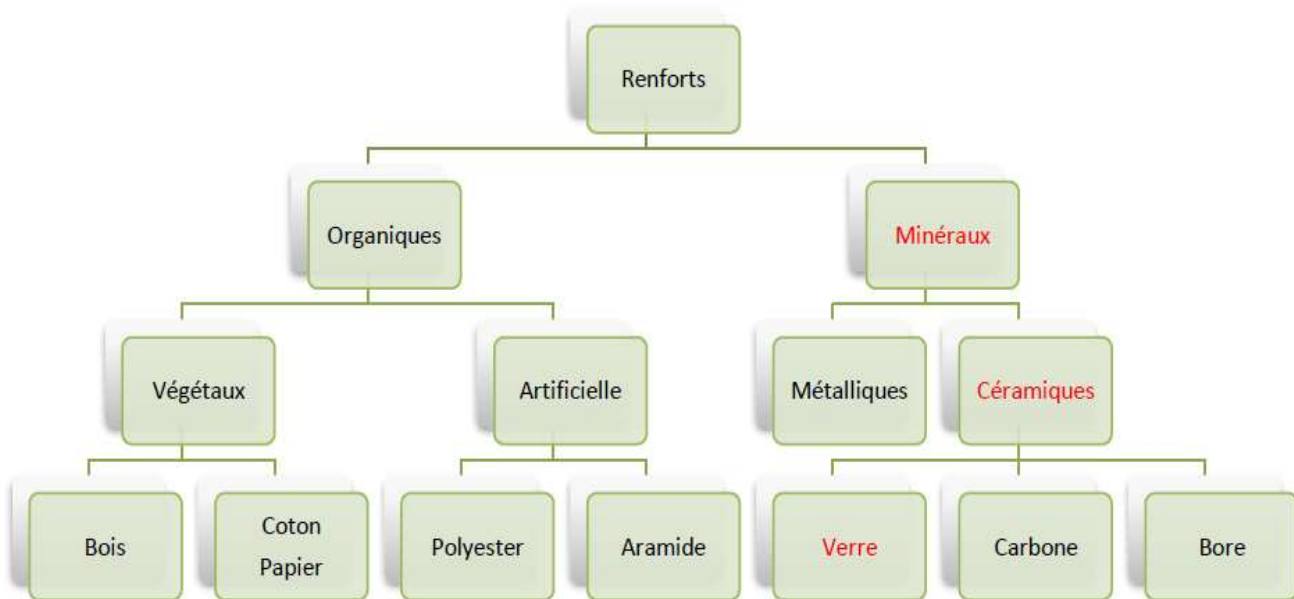


Figure I.4 : Organigramme des différents composites renforcés. [3]

I.2.2.2. Définition de la fibre

Le terme “Fibre” se rapporte à un corps solide flexible, de forme sensiblement cylindrique, d’un diamètre de quelque centimètre dont la longueur égale à quelques milliers de fois ce diamètre. Ce terme est généralement aussi utilisé pour définir le constituant élémentaire des structures textiles. Par ailleurs, on distingue la fibre de longueur réduite ou fibre courte, de 20 à 150 mm, de la fibre de grande longueur ou filament continu.[5]

I.2.2.3. Différent types de fibre [6]

a- Fibres de verre

Les fibres de verre ont un excellent rapport performance prix qui les placent de loin au premier rang des renforts utilisés actuellement dans la construction de structures composites.

b- Fibres de carbone

Les fibres de carbone ont de très fortes propriétés mécaniques et sont élaborées à partir d’un polymère de base, appelé précurseur. Actuellement, les fibres précurseurs utilisées sont des fibres

acryliques élaborées à partir du polyacrylonitrile (PAN). La qualité des fibres de carbone finales dépend fortement des qualités du précurseur. Le principe d'élaboration est de faire subir aux fibres acryliques une décomposition thermique sans fusion des fibres aboutissant à une graphitisation. Le brai qui est un résidu de raffinerie issu du pétrole ou de la houille est également utilisé pour produire des fibres de carbone. Quelques exemples de fibres de carbone classiquement rencontrées : T300, T800, MR40, TR50, IM6, IM7, GY, M55J.

c- Fibres aramides

Les fibres aramides ont des propriétés mécaniques élevées en traction comme les carbones mais leurs résistances à la compression est faible. La faible tenue mécanique en compression est généralement attribuée à une mauvaise adhérence des fibres à la matrice dans le matériau composite. Pour y remédier, des enzymages des fibres peuvent être utilisés. L'utilisation de composites à fibres hybrides permet également de remédier aux faiblesses des composites à fibres aramides. Des renforts hybrides de type verre kevlar ou carbone-kevlar sont largement utilisés dans le domaine des loisirs (ski, raquette de tennis). Quelques exemples de fibres aramides :

KEVLAR (Dupont de Nemours, USA), TWARON (Akzo, Allemagne-Hollande), TECHNORA (Teijin, Japon).

d- Fibres céramiques

Les matériaux composites de type céramiques sont souvent constitués de renforts et de matrice en céramique. Les fibres sont élaborées par dépôt chimique en phase vapeur sur un fil support. Ces fibres sont rencontrées dans des applications où la température est très élevée entre 500°C et 2 000°C. Ces matériaux sont utilisés notamment dans les parties chaudes des moteurs d'avions. Quelques exemples de fibres céramiques :

- fibres de Carbone de Silicium
- fibres de Bore
- fibres de Bore carbure de silicium

e- Les Fibres naturelles

Les fibres naturelles telles que le lin, le coton... etc, commencent à être utilisées de plus en plus souvent comme fibres de renfort dans les composites **Figure I.5**. C'est surtout dans le secteur

automobile et la construction (profilés de portes et de fenêtres, bardages etc.), plus écologique et faible cout. [3]



Figure I.5 : Fibres naturelles [3]

✚ Classification des fibres naturelles

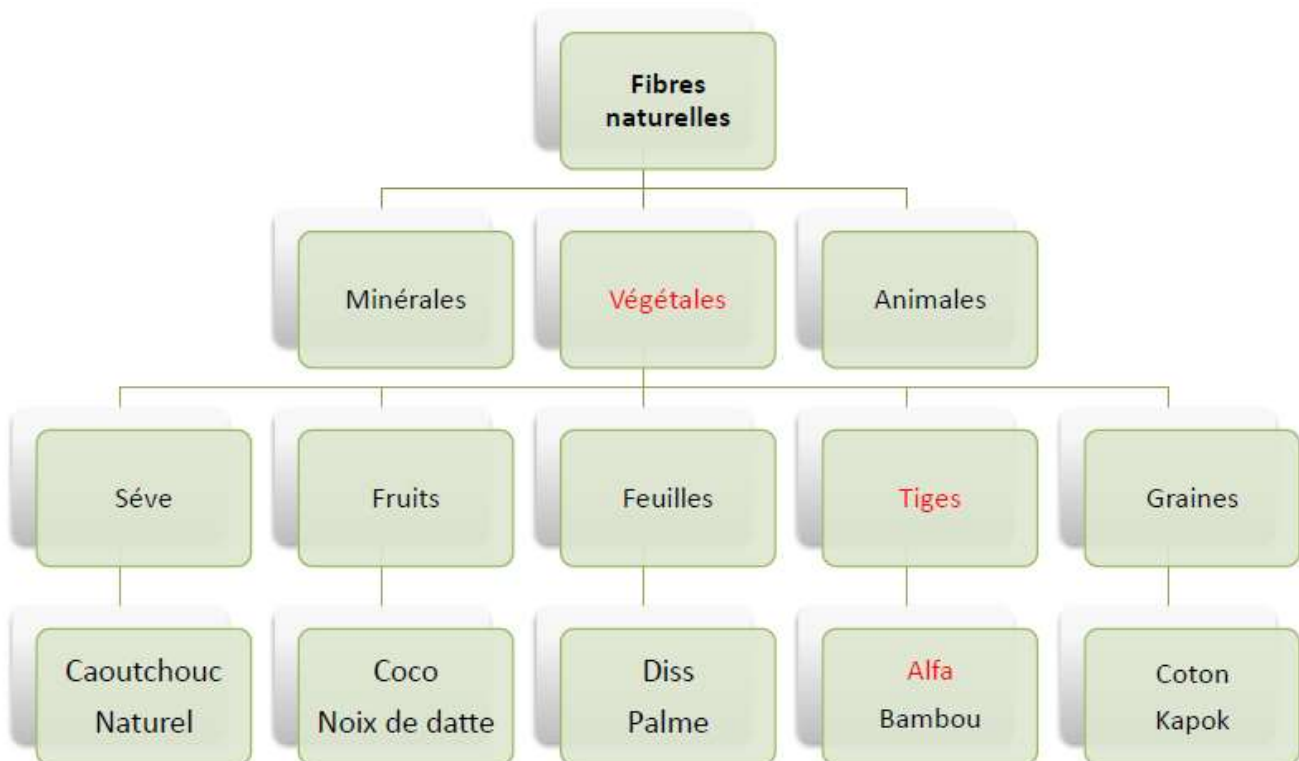


Figure I.6 : Classification des fibres naturelles. [3]

I.3. Fibres végétales**I.3.1. Définition de fibre végétale**

Les fibres végétales sont issues de la biomasse, elles peuvent être extraites du fruit, de la tige ou de la feuille d'une plante. Elles sont principalement composées de cellulose, d'hémicelluloses, de lignines et de pectines. Elles sont surtout utilisées pour leurs avantages inégalés : leur faible densité, leur pouvoir d'isolant thermique, leurs propriétés mécaniques, et notamment pour leur biodégradabilité et atouts écologiques.[7]

Les fibres végétales sont des matériaux filamenteux issus de la biomasse. Elles peuvent être extraites du fruit, de la tige ou de la feuille d'une plante cultivée, des arbustes et des herbes. Sont susceptibles d'être filées pour fabriquer des fils et des cordes. Elles sont tissées, tricotées ou tressées pour confectionner des textiles indispensables à la société.

La fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de leur origine. En effet, les dimensions des filaments végétales dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale.

Les fibres végétales sont également caractérisées par la diversité de l'épaisseur de leur paroi cellulaire résultant de la porosité fibreuse.

La forme morphologique de la fibre végétale peut également être un facteur important dans la compréhension du transfert de contrainte aux interfaces fibre-matrice. [8]

I.3.2. Présentation des fibres végétales

Il existe une grande variété de fibres végétales qui peuvent être utilisées pour le renforcement ou comme charges des matériaux composites.

✚ Fibres de jute

Le jute sont des arbustes de 2 à 4 m de haut, à tige rigide et fibreuse de 2 cm de diamètre environ, et ramifiée seulement dans la partie supérieure. Les feuilles, longuement pétiolées, à limbe triangulaire font 10 à 15 cm de long sur 5 cm de large **Figure I.7**. Le jute se situe en sud-est asiatique. Les principaux producteurs sont l'Inde, le Bangladesh et la Chine. [8]



Figure I.7 : Le jute

Fibres de chanvre

Le chanvre est une variété de plante cultivée. C'est une plante annuelle de la famille Cannabis **Figure I.8**. Les principaux producteurs sont la France et l'Italie. Les fibres de chanvre sont très recherchées comme renfort dans les composites à matrice thermoplastique à cause de sa grande rigidité et de son intérêt économique. Elles sont appliquées dans les structures internes, les pièces automobiles et les matériaux de construction.



Figure I.8 : Le chanvre [8]

✚ Fibres de sisal

Le sisal est le nom de la fibre extraite des feuilles d'une plante appelée l'Agave constituée par une rosette de grandes feuilles à section triangulaire allant jusqu'à 2m de long **Figure I.9**. L'originaire de



l'est du Mexique, cette fibre sert à la fabric

Figure I.9 : Le sisalation de cordage, de tissus grossiers et de tapis. [8]

✚ Fibres de ramie

Le nom scientifique de la Ramie est *Boehmeria nivea*. C'est une plante vivace herbacée de 1m à 2,5 m de haut, avec des feuilles de forme de coeur, de 7 à 15 cm de longueur et de 6 à 12 cm de large et de couleur blanche sur la face inférieure avec des petits poils denses.

Aujourd'hui, la ramie est principalement cultivée en Chine, Brésil, Philippines, Inde, Corée du Sud, Thaïlande et États-Unis d'Amérique.

Les fibres de ramie ont une longueur moyenne comprise entre 40 et 250 mm, un diamètre moyen de 45µm. Ces fibres sont utilisées comme renforts dans les composites à matrice polyester, époxy et polypropylène. [8]



Figure I.10 : La ramie

✚ Le lin

Le lin est une plante annuelle de la famille des linacées (*linum usitatissimum*), cultivée pour ses graines ou pour ses fibres (lin textile). Un plant de lin textile possède généralement une tige unique, qui atteint 0,60 à 1,20 m de hauteur et qui est plus longue que celle du lin oléagineux (à graines).

Le lin est récolté par déracinage des plants qui sont ensuite empilés pour sécher. Après la récupération des graines, la paille est traitée par rouissage permettant la séparation de la partie ligneuse des fibres. Le rouissage par immersion se fait dans certains pays ; les pailles sont plongées dans des mares ou ruisseaux où les micro-organismes favorisent la décomposition.

Après le rouissage, vient alors le teillage où les fibres de lin sont broyées. Cette étape donne naissance à deux sortes de fibres : les fibres linéaires (droites et longues) et la fillasse (fibres enchevêtrées et emmêlées). Les deux variétés de fibres sont employées dans l'industrie des composites.



Figure I.11 : Fibre de lin

I.3.3. Propriétés des fibres végétales

L'attrait des fibres végétales et leur retour comme matériaux potentiels dans le secteur du textile et des composites sont dûs aux différents avantages qu'elles présentent. Bien entendu, l'effet de ces avantages varie d'une fibre à une autre et dépend de la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage de cellulose, l'angle microfibrillaire, la section et le degré de polymérisation **Tableau I.1. [7]**

Tableau I.1 : Propriétés physiques de différentes fibres végétales. [7]

Fibres	Cellulose (%)	Angle microfibrillaire (°)	Diamètre (μm)	Longueur (mm)	Rapport L / d
Coton	85 - 90	33	19	35	1842
Lin	71	10	5 - 76	4 - 77	1687
Chanvre	70 - 74	6.2	10 - 51	5 - 55	960
Jute	61.1 - 71.5	8	25 - 200	9 - 70	110
Ramie	68.6 - 76.2	7.5	16 - 126	40 - 250	3500
Sisal	66 - 78	20	7 - 47	0.8 - 8	100
Coco	32 - 43	45	12 - 24	0.3 - 1	35
Alfa	45	-	5 - 95	5 - 50	1964

Parmi ces avantages, on peut citer

- ❖ Leur biodégradabilité
- ❖ Leur faible densité (allègement)
- ❖ Leur renouvelabilité
- ❖ Leurs bonnes propriétés mécaniques spécifiques (rapportées à leur densité et à leur section) (Tableau 4)
- ❖ Leurs bonnes propriétés d'isolation acoustique et d'inertie thermique
- ❖ L'absence de résidus après incinération

- ❖ Un bilan carbone faible.
- ❖ Une hydrophilie (propriétés d'absorption/désorption d'eau)
- ❖ Un faible comportement abrasif

Cependant, malgré ces nombreux avantages, les fibres végétales présentent certaines limites à leur utilisation, telles que :

- ❖ Une faible stabilité dimensionnelle
- ❖ Une faible tenue thermique (dégradation à 200° - 230°C)
- ❖ Une variabilité de propriétés assez importante selon l'âge, le lieu de croissance, Le climat, la direction (anisotropie) et même d'une fibre à une autre appartenant Au même lot
- ❖ Pour certaines applications, l'hydrophilie et la biodégradabilité peuvent être des freins
- ❖ Une dépendance de la récolte (point de vue qualitatif et quantitatif)

Tableau I.2 : Propriétés mécaniques en traction de quelques fibres végétales. [7]

Fibres	E (GPa)	All (%)	σ(MPa)	Densité
Coton	5,5 - 12,6	7 - 8	287 - 597	1,5 - 1,6
Lin	58	3,27	1339	1,53
Chanvre	35	1,6	389	1,07
Jute	26,5	1,5 - 1,8	393 - 773	1,44
Ramie	61,4 - 128	1,2 - 3,8	400 - 938	1,56
Sisal	9 - 21	3 - 7	350 - 700	1,45
Coco	4 - 6	15 - 40	131 - 175	1,15
Alfa	12.7	1.6	75 - 154	1.51

I.3.4. Structure de la fibre végétale

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de micro fibrille cellulose en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine. [5]

La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de micro fibrilles (S1, S2, S3). [5]

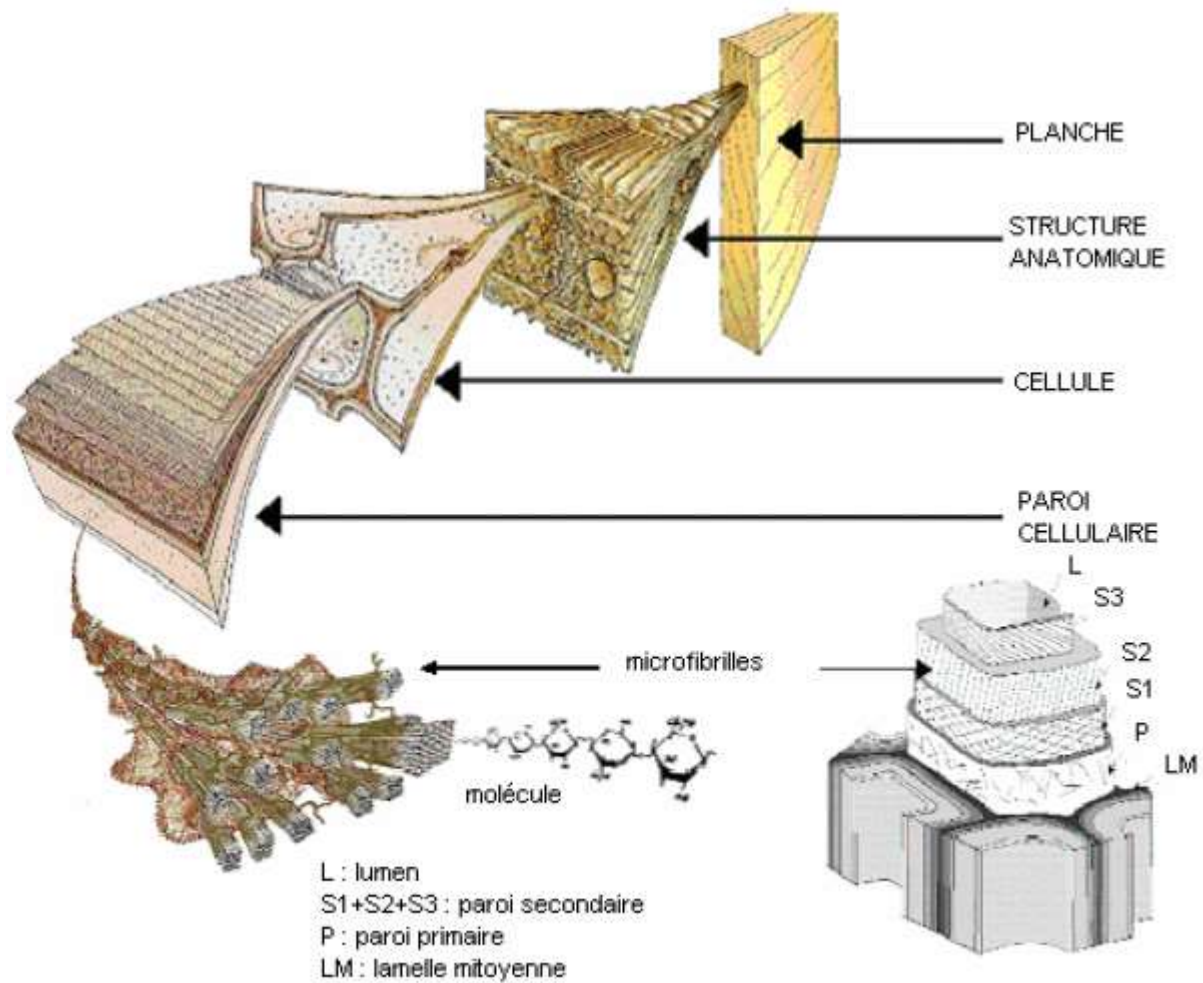


Figure I.12 : Structure de la fibre végétale. [10]

Les fibres végétales sont des expansions cellulaires assimilables à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose **Figure I.12**. La matrice est principalement composée d'hémicellulose et de lignine. L'ensemble est couvert en général avec des cires et des impuretés.

Les fibrilles cellulosiques sont disposées tout au long de la longueur des fibres, et présentent une structure multicouche complexe, avec une paroi primaire très mince qui entoure une couche secondaire plus épaisse. Cette structure est très similaire à celle de fibres de bois. [7]

La paroi cellulaire primaire (externe) est généralement très mince ($<1 \mu\text{m}$) et très élastique, elle se laisse détendre et déformer. Elle peut ainsi suivre l'augmentation de taille de la cellule en croissance. Les microfibrilles contiennent une proportion de cellulose de 8 à 14%, et forment un maillage lâche, un arrangement dit en structure dispersée.

La couche secondaire contient la proportion majeure de cellulose et est constituée des trois couches distinctes (S1, S2 et S3). Celle du milieu (également connue comme couche S2) étant de loin la plus épaisse et la plus importante dans la détermination des propriétés mécaniques. Des études ont précisé que dans cette couche, les microfibrilles de cellulose sont parallèles mais disposées en hélice suivant un angle nommé angle micro fibrillaire (MFA). L'angle micro fibrillaire et la teneur en cellulose sont des paramètres très importants dans la détermination du comportement mécanique de la fibre.[7]

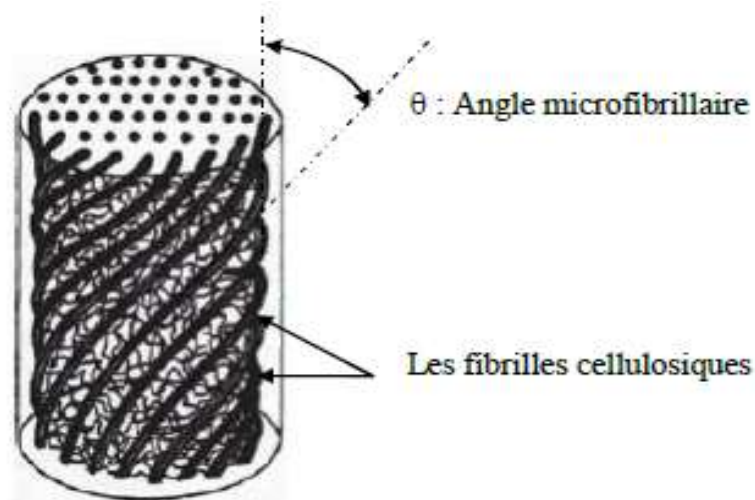


Figure I.13 : Modèle de la description de structure d'une fibre végétale. [7].

I.3.5. Composition chimique des fibres végétales

Les fibres végétales sont caractérisées par leur composition chimique qui influe énormément sur leur durabilité et spécialement dans les milieux alcalins.

La composition chimique des fibres végétales est formée de plusieurs constituants ligno cellulosiques et organiques :

I.3.5.1. La cellulose

C'est la principale composante des fibres végétales. C'est un polymère naturel du premier plan. Généralement, les fibres végétales sont constituées par une chaîne de fibres en cellulose. [10]

La cellulose est le constituant principal de la masse végétale. Ce polymère linéaire de glucose présente est à l'état presque pur (>90%) dans la fibre de coton. Il est aussi, avec de la lignine, l'un des constituant essentielle du bois (50%).

Selon Willtatter et Zechmeister (1913) la formule brute exacte de cette macromolécule est (C₆H₁₀O₅).

Elle est composée des unités de D-anhydrocopyranos reliées entre elle par des liaisons β 1-4. L'unité répétitive est le Cellobiose (deux glucoses réunis). Ces unités élémentaires s'associent par paquet pour former les microfibrilles. [11]

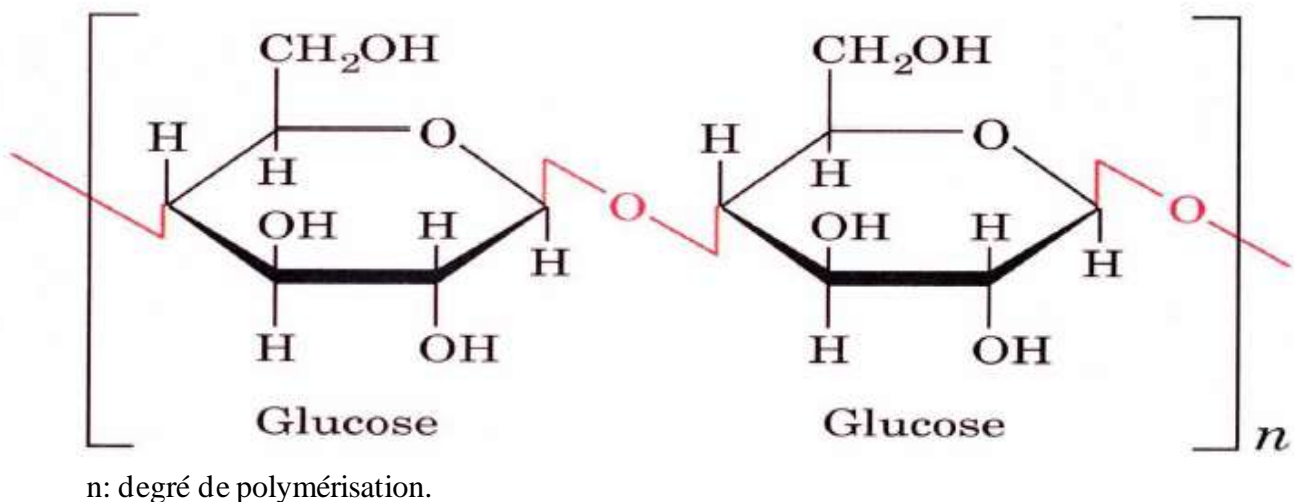


Figure I.14 : Représentation de la chaîne de cellulose. [11]

I.3.5.2. Hémicellulose

L'hémicellulose présente dans toutes les parois de ces fibres, est un polysaccharide à chaîne courte ramifiée et repliée sur elle-même. C'est le constituant responsable de l'élasticité des fibres et qui permet aux parois de s'allonger pendant la croissance. [10]

L'hémicellulose est une couche formée de différents polymères contenant une variété de sucres : xylose, arabinose, mannose. La particularité de l'hémicellulose est le mélange de monomère ainsi que de nombreuses ramifications. Le xyloglucan est un composant majeur de l'hémicellulose chez les dicotylédones. [12]

La proportion de xylane par rapport à la paroi cellulaire est de 15-30% et 7-10% respectivement pour les angiospermes et les gymnospermes. Ce polymère est formé de xylose avec des liaisons β -1-4. Les monomères peuvent être substitués par différents composés : α -L-arabinofuranoside, glucuronopyranosyl, 4-O-méthyl-D-glucuronopyranosyl, acetyl, feruloyl et/ou p-coumaroyl **Figure I.15**.

Le xylane réalise l'interface entre la cellulose et la lignine. Il constitue donc une couche importante de la paroi cellulaire secondaire, lui assurant une meilleure cohésion.

Compte tenu de la complexité du xylane, un large panel d'enzymes doit être mis en oeuvre afin d'arriver à sa dégradation complète. Les différentes activités enzymatiques ainsi que leurs cibles sont représentées en **Figure I.15**.

Des organismes capables de dégrader le xylane sont effectivement équipés d'une batterie enzymatique, *Trichoderma viride* et *Aspergillus niger* produisent respectivement treize et quinze xylanases différentes.

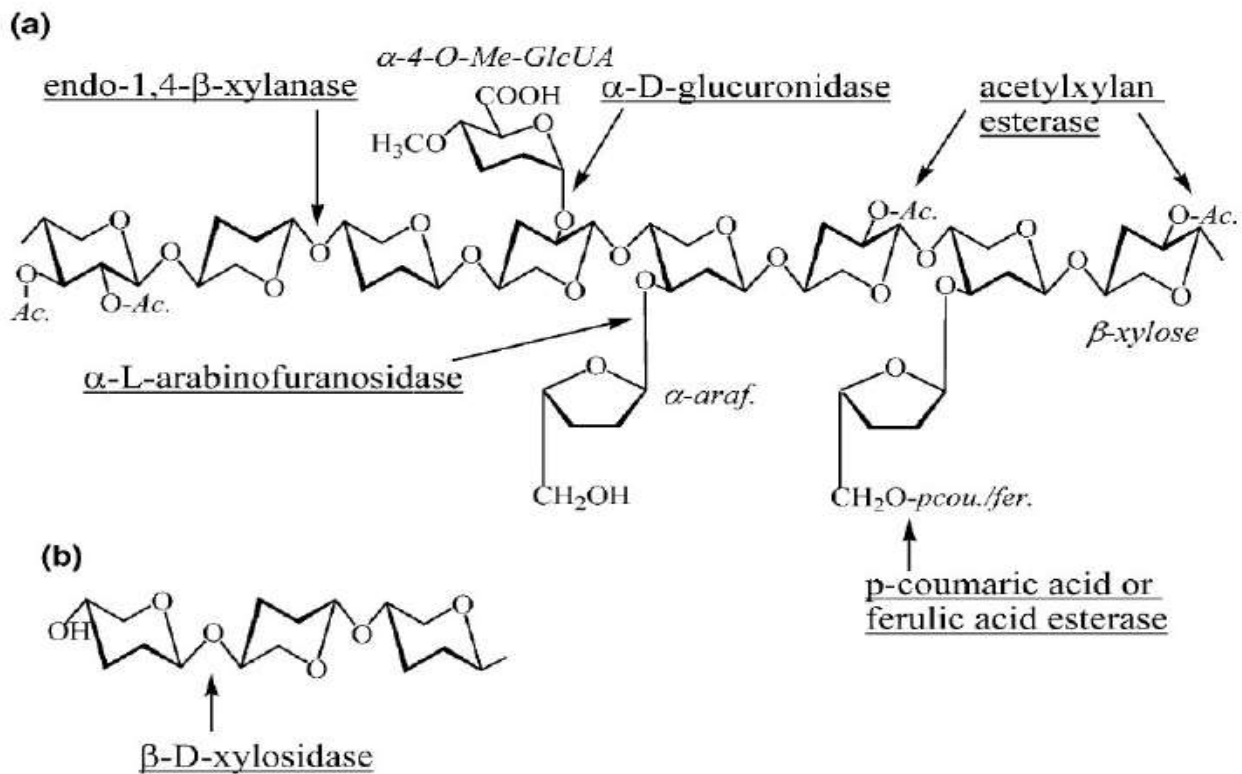


Figure I.15: Structure du xylane et site d'attaque des xylanases. a polymère de xylane, Ac., Acetyl group; a-araf., a-arabinofuranose; a-4-O-Me-GlcUA, a-4-O-méthylglucuronic acid; pcou., p-coumaric acid; fer., ferulic acid. b hydrolyse de xylo-oligosaccharides. [12]

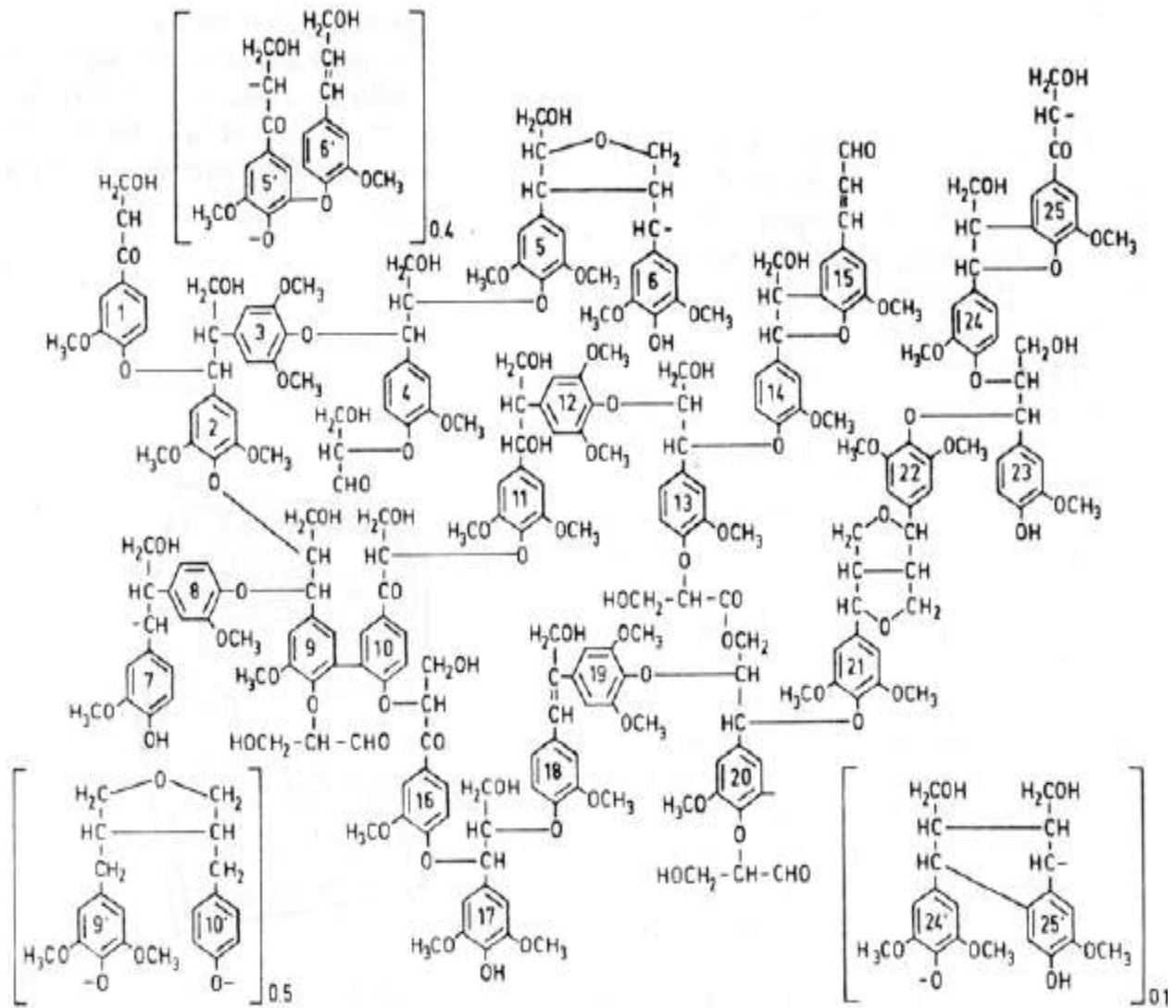


Figure I.17 : Polymère de lignine : différentes liaisons possibles entre les différents monolignols. [12]

I.4. Méthodes d'extraction des fibres végétales

Il existe six types de fibres végétales : les fibres provenant des poils qui recouvrent certaines graines, les fibres du liber, les fibres rugueuses des dicotylédones, les fibres vasculaires, les fibres dures extraites des feuilles et des tiges des monocotylédones, et les fibres extraites des troncs de certaines graminées. [13]

Les fibres végétales sont extraites des plantes par différentes méthodes mécaniques, chimiques et biologiques (utilisation des bactéries et enzymes) en fonction du type de fibre considéré. La méthode d'extraction traditionnelle, le rouissage, utilise des bactéries existant dans l'environnement pour dissoudre les extractibles.

Certaines bactéries, utilisées lors du rouissage à l'eau et certains champignons utilisés lors du rouissage à la rosée se sont révélés très efficaces pour attaquer les substances non cellulosiques des plantes et libérer la fibre.

Bien que le rouissage atmosphérique fournisse des fibres de qualité, il requiert un temps d'extraction relativement long durant lequel le contrôle de la qualité de la fibre n'est pas aisé.

Une méthode de rouissage très pratiquée utilise des solutions alcalines, des solutions d'acide doux et des enzymes pour accélérer le processus de libération de la fibre. L'alcali le plus utilisé est la soude (ou hydroxyde de sodium) ; mais des acides doux comme l'acide sulfurique et l'acide oxalique en combinaison avec un détergent ont été aussi utilisés pour l'extraction des fibres. Les facteurs déterminant la qualité des fibres chimiquement extraites sont la teneur du composé chimique en usage et la durée du traitement. [13]

I.5. Utilisation des fibres végétales : avantages et inconvénients

Outre l'avantage direct de réduire l'impact négatif sur l'environnement au stade de la fabrication, un composite renforcé par des fibres naturelles peut également contribuer au respect de l'environnement durant la phase de production en plus de son poids réduit.

- ❖ Culture renouvelable,
- ❖ Culture non polluante : pas de traitements phytosanitaires (herbicides, fongicides),
- ❖ Bonne rentabilité économique pour les agriculteurs notamment dans les pays peu industrialisés.

Les fibres végétales constituent une alternative intéressante aux fibres de verre en raison de leur recyclabilité. Ces fibres présentent de nombreux avantages comme renfort de matériaux composites. En revanche, certains inconvénients peuvent être un frein au niveau du développement industriel. Les principaux avantages et inconvénients sont rassemblés dans le **Tableau I.3**.

Tableau I.3 : Avantage et inconvénients des fibres naturels. [13]

AVANTAGES	INCONVENIENTS
Faible coût.	Absorption d'eau
Biodégradabilité.	Faible stabilité dimensionnelle.
Neutre pour l'émission de CO ₂ .	Mauvaise tenue en vieillissement.
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres.	Faible tenue thermique (200 à 230 °C max).
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	
Non abrasif pour les outillages	



CHAPITRE II

LES TRAITEMENTS CHIMIQUES DES FIBRES VÉGÉTALE

II.1. Modification de surface du renfort végétal

Dans cette partie, nous allons discuter quelques procédés de modification des fibres naturelles présentés dans la littérature. Le radiogreffage sera discuté ultérieurement

II.1.1. Les traitements physiques [1]**II.1.1.1. Traitement plasma**

Un des traitements physiques utilisés pour l'amélioration des propriétés interfaciales fibre naturelle/matrice polymère est le traitement plasma. Pendant le traitement plasma, le substrat est bombardé par des particules de haute énergie se déplacement dans le flux de plasma. En conséquence, les propriétés de surface telles que la rugosité, la mouillabilité et la chimie de surface du substrat peut être modifiée sans avoir recours à des produits chimiques ou des solvants, Généralement, les traitements plasma modifie la surface des fibres naturelles par altération ou élimination des couches de surface faiblement attachée et la formation de nouveaux groupes fonctionnels (fonctionnalisation et réticulation).

Le traitement plasma à faible énergie fait partie des traitements de surface applicables aux fibres. A haute énergie, le procédé plasma peut atteindre le cœur de la fibre mais il la détériore, Le plasma peut être appliqué sous atmosphère d'oxygène, connu sous le nom de plasma oxygène. Ce dernier change la composition de la surface des fibres naturelles en l'enrichissant en fonctions $-C=O$, $-COOH$ et $-CO_2$. [2]

Selon le type et la nature des gaz utilisés, différentes modifications de surface pourront être introduites, Des réticulations de surface peuvent être introduites, la tension de surface peut être augmentée ou diminuée, des radicaux libres réactifs pourront être produits.

Avec un plasma oxygène par exemple, divers groupes polaires tels que $-OH$, $-C=O$, $-COOH$ et $-CO_2$, peuvent être introduits sur la surface des fibres traitées. Des modifications des morphologies des surfaces des fibres de bois ont été observées par Yuan et al. (2004) après traitement par des plasmas avec deux gaz différents : l'air et l'argon. Ces surfaces sont devenues plus rugueuses avec apparition de trous (pits) aléatoirement répartis. Ceci a pour conséquence d'augmenter l'accrochage mécanique au niveau de l'interface entre la fibre et la matrice. Seki et al. (2009) ont étudié l'effet du traitement plasma sous atmosphère oxygène sur les fibres de jute. Ils ont montré que pour certaines limites de puissance, des améliorations des propriétés mécaniques ont pu avoir lieu.

II.1.1.2. Le traitement thermique de séchage

Le séchage des fibres naturelles avant leur mise en oeuvre est un facteur important. Les quantités d'eau contenues dans les fibres sont parfois élevées et agissent comme agent de séparation entre la fibre et la matrice au niveau de l'interface, De plus, lors de la mise en oeuvre, l'évaporation de l'eau crée des vides dans les composites et conduit ainsi à la formation d'un réseau de défauts aléatoirement réparti et à de faibles propriétés mécaniques. Dans les cas des thermodurcissables, les températures de réaction dépassent généralement la température d'évaporation de l'eau. Aussi, les thermoplastiques sont mis en oeuvre à des températures largement au-dessus de 100°C. Dans ces deux cas, la présence de l'eau ou bien de sa vapeur favorise la formation de vides et de mauvaises propriétés interfaciales et macroscopiques.

Pour des composites époxy/jute, la contrainte limite en traction de composites réalisées avec des fibres séchées a augmenté d'environ 10% par rapport aux composites n'ayant pas subi de traitement. Quant au module élastique, il était 20% plus élevé. De Deus et al., (2005) ont étudié l'effet du séchage sur les propriétés des composites à fibres de piassava (lignocellulosiques) et à matrice polyester. Ils ont montré que l'élimination de l'eau dans les fibres affecte fortement le mouillage des fibres et améliore ainsi l'interaction entre fibre et matrice. Les composites produits avec les fibres pré-séchées montrent une meilleure résistance à la flexion.

II.1.1.3. Traitement UV [3]

Gassan et Gutowski ont également utilisé un traitement par rayonnements ultraviolets (UV) comme traitement physique de surface pour améliorer les propriétés mécaniques des composites fibre de jute/époxy.

Les fibres de jute ont été irradiées par des rayons UV de longueur d'onde 254 nm. Le traitement UV des fibres de jute a augmenté la polarité de leur surface en augmentant la teneur en groupes carboxyles de surface. Ceci est dû à l'oxydation de la surface des fibres de jute sous rayons UV et en présence d'oxygène. Ainsi, la mouillabilité des fibres et la résistance à la flexion du composite ont été améliorées. Après un traitement de 10 minutes à une distance de 150 mm de la lampe UV, la résistance à la flexion du composite a augmenté de 30 %. Ferrero et al. ont utilisé cette technique comme traitement chimique du coton. Les auteurs ont greffé du chitosane sur les tissus de coton pour des applications antibactériennes.

Le chitosane a été dissous dans une solution aqueuse d'acide acétique avec une concentration de 2 %m, sous agitation magnétique à température ambiante pendant 24 h.

Ensuite, le photo-amorceur radicalaire a été ajouté à une concentration 2% de la masse du chitosane. Le tissu a été imprégné pendant 12 h, séché pendant 10 min à 80 - 100 °C et enfin réticulé sous rayonnements UV. Les tissus imprégnés ont été exposés sur les deux cotés aux rayonnements UV en utilisant une lampe à mercure pendant 30 à 60 s. Une activité antimicrobienne élevée a été conférée aux échantillons de coton par l'addition du chitosane. La réduction du nombre de microorganismes est comprise entre 96,6 et 100%.

De plus, le traitement montre une bonne résistance au lavage, et maintient l'activité antibactérienne même après 30 cycles de lavage.

II.1.2. Traitements chimiques

Comme les fibres naturelles se composent majoritairement de groupements hydroxyle, elles se prêtent bien à une modification chimique. Des modifications chimiques peuvent activer ces groupes ou introduire de nouveaux groupements qui peuvent effectivement conduire à la formation de liaisons chimiques avec la matrice.

Les traitements chimiques permettent de nettoyer la surface de la fibre, de modifier la chimie de la surface, d'abaisser l'humidité et d'augmenter sa rugosité en vue d'améliorer les propriétés d'interface fibre/matrice.

Plusieurs procédés peuvent être envisagés : l'imprégnation, le couplage, le greffage, l'acétylation, la benzylation, l'estérification, l'étherification, ... (Bledzki & Gassan, 1999 ; Li *et al.*, 2007 ; John & Anandjiwala, 2008 ; Pandey *et al.*, 2010 ; Dittenber & GangaRao, 2012). Les traitements alcalins et ceux avec agents de couplage sont les principales méthodes chimiques de modification de la surface des substrats celluloseux décrites dans la littérature. Seuls ces traitements seront abordés dans ce qui suit.

Le rôle des traitements chimiques est de modifier la surface des fibres : amélioration du mouillage des fibres par la matrice par modification de l'état de surface des fibres et création des liaisons chimiques avec le polymère. L'intérêt de la création de liaisons chimiques est de former une interface durable, résistant aux environnements agressifs, en particulier l'humidité. La modification de la surface par des méthodes chimiques a permis le couplage entre les fibres celluloseux fortement hydrophiles et les polymères hydrophobes. Le choix du traitement se fait en fonction de la nature des fibres. Plusieurs méthodes ont été essayées, notamment :

II.1.2.1. Traitement des fibres par mercerisation

Le traitement des fibres le plus couramment utilisé est la mercerisation. Il s'agit d'une méthode ancienne largement adoptée dans le domaine du textile. La définition standard du mercerisage (proposée par la norme ASTM D 1965) est la suivante : procédé qui consiste à soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse concentrée d'une base forte, dans le but de provoquer un gonflement important résultant en des changements dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés mécaniques [4].

Ce traitement permet d'éliminer les constituants indésirables de la fibre, telles que la lignine, l'hémicellulose et la pectine. Ce qui entraîne des changements dimensionnels, morphologiques et mécaniques des fibres. La texturation de surface par apparition des micro fibrilles donne une rugosité de surface. Ceci peut faciliter l'adhérence mécanique en plus d'une meilleure imprégnation de la résine. Cependant, l'hydroxyde de sodium sous certaines proportions à tendance à faire diminuer la cristallinité des fibres. L'amélioration de leurs propriétés mécaniques dépend étroitement de la conservation de leur cristallinité.

L'effet de la soude sur la fibre de cellulose est une réaction de gonflement, au cours de laquelle la structure cristalline naturelle de la cellulose relaxe. La cellulose native (telle qu'elle existe dans la nature) possède un réseau cristallin monoclinique de cellulose-I, qui peut être transformé en différentes formes polymorphes par des traitements chimiques ou thermiques



Figure. II.1. Schéma Traitement des fibres par une solution de soude [5]

Ray et ses collaborateurs se sont intéressés à l'étude des propriétés mécaniques des composites vinylester renforcé par les fibres de jute qui ont subi un traitement alcalin. Les fibres de jute traitées avec 5% en masse de NaOH à la température ambiante pour différents temps, montrent une amélioration des propriétés des composites. Les fibres traitées ont une faible quantité d'hémicellulose, une cristallinité élevée et une réduction des défauts. Les résultats ont montré une amélioration des propriétés des fibres à des temps de traitement de 6- 8 heures ; alors que les composites ont des meilleures propriétés à un taux de fibres de 35% en masse traitées pendant 4 heures.

Taha et ses collaborateurs ont traité les fibres de palmier dattier par une solution de soude (2 à 5%) à 23°C pendant 2, 4, 6 et 24h pour l'incorporation dans des composites à base de polymères. Cette modification a permis un lavage des impuretés de surface des fibres et d'une partie des hémicelluloses

qui influe sur les propriétés d'absorption notamment celle de l'humidité. En effet, la réduction des hémicelluloses dans ces fibres réduit la capacité d'absorption d'eau dans la fibre.

S'est intéressée à l'élaboration et la caractérisation des composites à base de polyéthylène base densité renforcé par différents taux de farine de Genêt d'Espagne. La charge a été traitée avec une solution d'hydroxyde de sodium (1,25 N) à différents temps et à différentes températures. L'étude des propriétés mécaniques (traction) a montré que la contrainte et l'allongement à la rupture des composites diminuent avec l'augmentation du taux de farine. Mais il y a une certaine amélioration de ces derniers par le traitement alcalin.

Mishra et ses collaborateurs ont traité la fibre de sisal par différentes concentrations de soude (5 et 10%). A partir d'une comparaison entre les deux composites (polyester/sisal), il a été trouvé que la résistance à la traction du composite à fibres traitées par 5% de NaOH est meilleure que celle des composites à fibres traitées par la concentration de 10%. Car la délignification excessive de la fibre végétale, rend cette dernière plus faible ou endommagée. La résistance à la traction des composites à renfort végétal diminue rigoureusement au-delà d'une certaine concentration optimale de NaOH.

II.1.2.2. Traitement par agent de couplage

La surface de la fibre est traitée avec un composé, qui forme un pont de liaisons chimiques entre les fibres et la matrice. Les agents de couplage sont classés en trois groupes ; organiques, inorganiques et organiques-inorganiques. Les plus populaires sont les isocyanates, les silanes, et les copolymères-anhydrides modifiés, tels que le polypropylène greffé par de l'anhydride maléique (PP-g-AM) et l'anhydride acétique.

a) -Les silanes

Grâce à leurs réactivités, les silanes peuvent se coupler chimiquement avec les groupements de la matrice polymère, la modification chimique des fibres par les silanes se fait par la réaction des alcoxysilanes avec les groupes hydroxyle de la cellulose en milieu aqueux acide ou basique.

Les principes d'action des silanes sont présentés en quatre étapes (Schéma II.2.) :

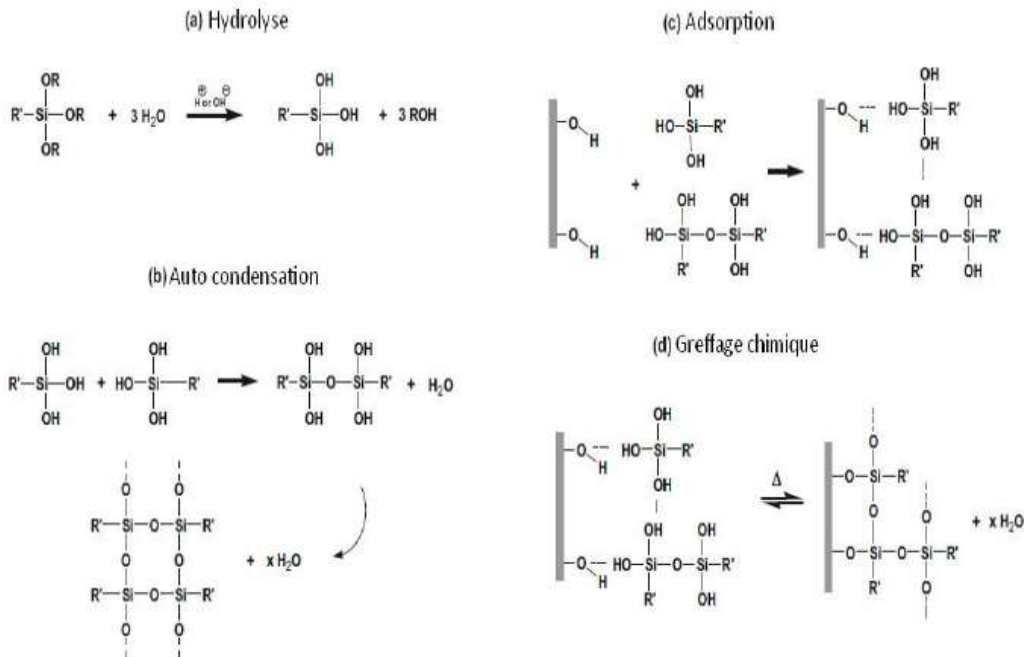


Figure. II.2. Schéma Principe d'interaction fibre naturelle/silane.

b) -Le polypropylène greffé par de l'anhydride maléique (PP-g-AM)

Le polypropylène modifié par de l'anhydride maléique (PP-g-AM) est un agent de couplage composé de longues chaînes de polymère avec un groupe fonctionnel AM greffés une extrémité (Schéma III.3.). Le PP-g-AM agit comme un pont entre le polypropylène non polaire et les fibres cellulosique polaires. Le groupe AM se lie à la surface de la fibre en formant des liaisons covalentes ou hydrogènes avec les groupes OH réactifs à la surface de la cellulose et la lignine. Le reste de la chaîne reste libre et forme des enchevêtrements avec les chaînes du polymère PP.

c)-Le permanganate

Le traitement par permanganate est indiqué comme l'un des meilleures méthodes pour améliorer la liaison à l'interface fibre - polymère. Le principe est basé sur l'immersion des fibres dans une solution de KMnO4 à différentes concentrations dans l'acétone pour un temps de traitement de 1 à 3 min, après prétraitement alcalin. Une réduction du caractère hydrophilique des fibres et du taux d'absorption d'eau des composites à fibres traitées avec l'augmentation de la concentration du KMnO4.

En vue d'améliorer l'adhésion des fibres de sisal et de coco dans le caoutchouc naturel (NR), Haseenaet ses collaborateurs ont traité ces fibres par une solution de KMnO4(1%) dans l'acétone pendant deux minutes suivies par un séchage à l'air ambiant. Le principe de ce traitement est la

création de sites radicalaires dans la cellulose des fibres ce qui augmente sa réactivité avec les matrices polymères.

Sreeku maret ses collaborateurs ont étudié l'effet de traitement de surface des fibres de sisal par KMnO_4 sur les propriétés mécaniques telles que la traction, la flexion et la résistance au choc, des composites polyester /sisal. Les résultats ont montré que les composites renforcés par des fibres traitées ont montré une amélioration de la résistance à la flexion de 25%.

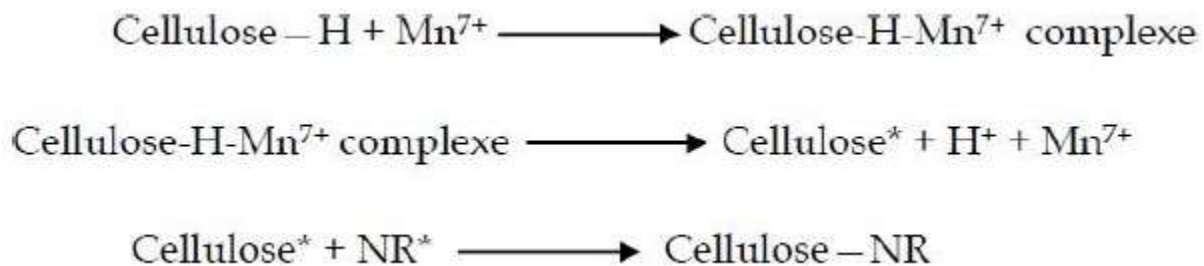


Figure. II.3 : Schéma. Activation du greffage Polymère (NR)/cellulose par le permanganate.

II.2. Traitement des fibres naturelles [2]

Xue et al ont préparé des tissus de coton superhydrophobes par modification chimique de leur surface. La technique consiste à transformer les fonctions hydroxyles $-\text{OH}$ de surface du coton en fonctions époxy par l'épichlorohydrine à $50\text{ }^\circ\text{C}$ pendant 5 h. Ensuite, le tissu a été traité par des nanoparticules de silice SiO_2 amino-fonctionnalisée puis par des nanoparticules de silice époxy-fonctionnalisée. Enfin, le tissu a été traité avec l'acide stéarique ou 1H,1H,2H,2H-perfluorodecyltrichlorosilane (PFTDS) (ou les deux) à $110\text{ }^\circ\text{C}$ pendant 1h (Figure II. 4). Le caractère hydrophobe a été analysé par mesure de l'angle de contact d'une goutte de $5\text{ }\mu\text{L}$ d'eau déminéralisée.

Le coton traité à l'épichlorohydrine peut être complètement mouillé par l'eau, ce qui indique que la modification époxy ne modifie pas le caractère hydrophile bien connu des textiles de coton. Après revêtement avec les particules de silice fonctionnalisées, l'angle de contact observé est de 68 ° . L'hydrophobicité conférée est attribuée à la présence de groupes $-\text{NH}_2$, époxy et $-\text{CH}_2$ sur les particules et à la rugosité de surface qui vient de ce traitement.

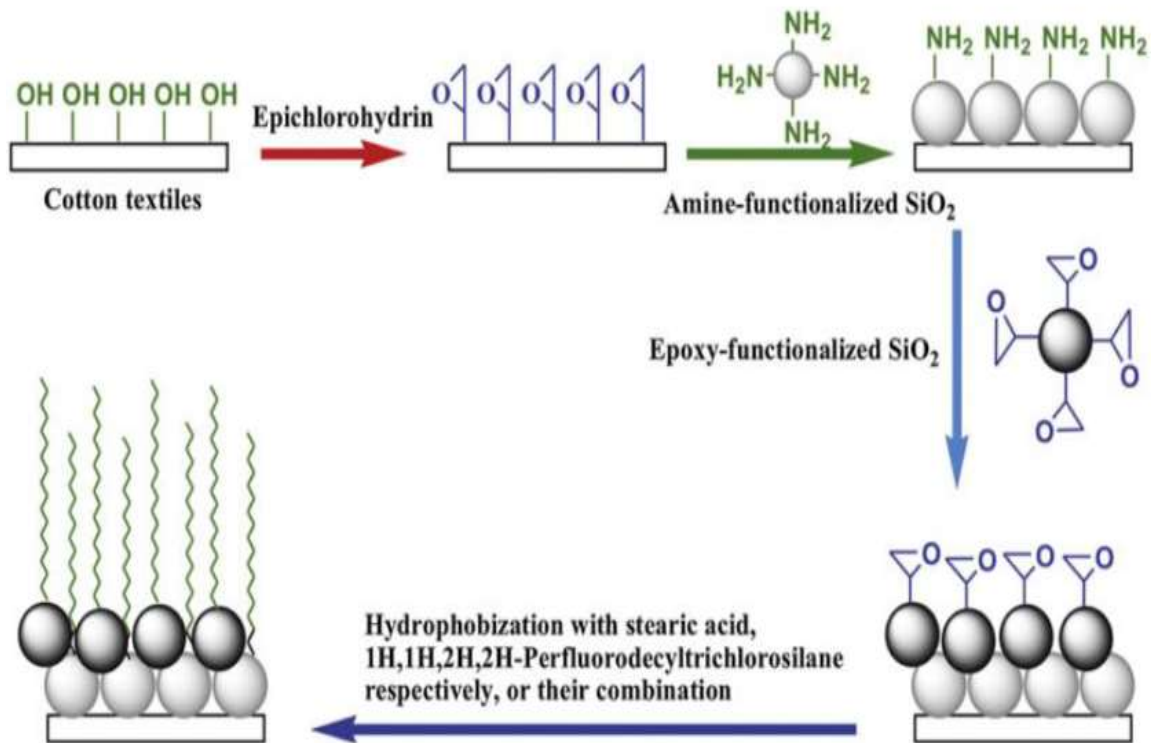


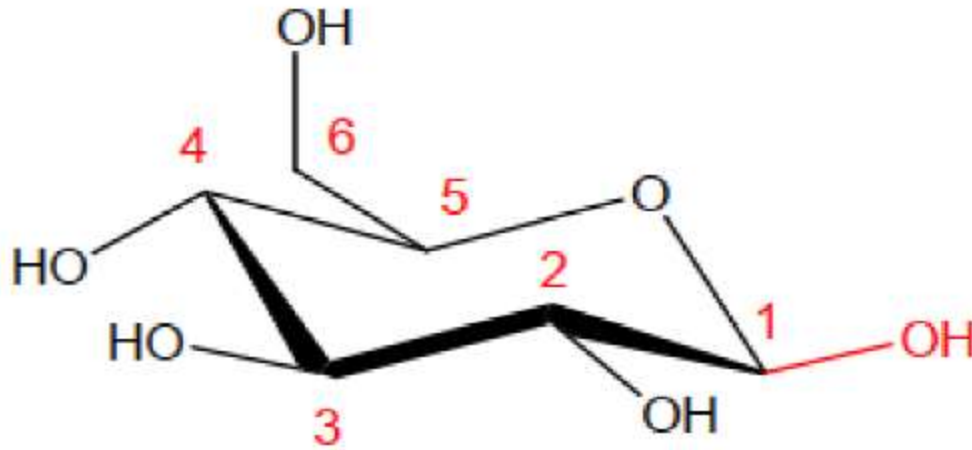
Figure II. 4 : Illustration schématique de la procédure de préparation de surfaces superhydrophobes sur substrat de coton

II.3. Méthodes chimiques de modification de la surface des fibres

La modification de la surface par des méthodes chimiques a pour objectif de rendre compatibles deux matériaux par l'introduction d'un troisième aux propriétés intermédiaires. Le couplage réalisé permet l'association des fibres cellulosiques fortement hydrophiles avec les polymères hydrophobes.

II.3.1. Oxydation [5]

La réaction se fait par une attaque des hydroxyles en position C2, C3 et C6 (Figure II-5) et il s'ensuit une formation de groupes carbonyles. L'aldéhyde formé en C6 peut être oxydé une seconde fois pour former un groupe carboxylique. L'oxydation sélective de l'hydroxyle primaire a été réalisée depuis un siècle en utilisant le dioxyde d'azote. L'inconvénient de cette technique est la dégradation importante du polymère (le degré de polymérisation (DP) est réduit) et l'oxydation non sélective qui nécessite une étape de réduction par le borohydrure de sodium. L'oxydation des hydroxyles secondaires (C-2 et C-3) génère quant à elle des cétones, et lorsqu'il y a ouverture de cycle, on forme des aldéhydes qui peuvent conduire à la formation d'acides carboxyliques.



Représentation chaise de β -glucopyranose

Figure II.5: La cellulose [5]

D'autres méthodes telles que la mercerisation, l'estérification, l'éthérification etc. ont été utilisées pour modifier chimiquement les propriétés de surface des fibres cellulosiques mais ne seront pas développées ici.

Comme il a été souligné, toutes ces méthodes chimiques sont couramment utilisées. Elles font intervenir des réactifs et des solvants qui nécessitent le plus souvent une purification et un recyclage. De plus en plus d'études se tournent vers l'utilisation de moyens physiques pour l'activation des fibres et leur comptabilisation.

Les fibres trachéides sont majoritairement composées de cellulose, d'hémicelluloses et de lignines. Les chaînes de cellulose s'assemblent entre elles pour former des microfibrilles, à leur tour les microfibrilles s'assemblent en microfibrilles, cimentées par les hémicelluloses et les lignines, enfin les microfibrilles font de même pour former les fibres [6]

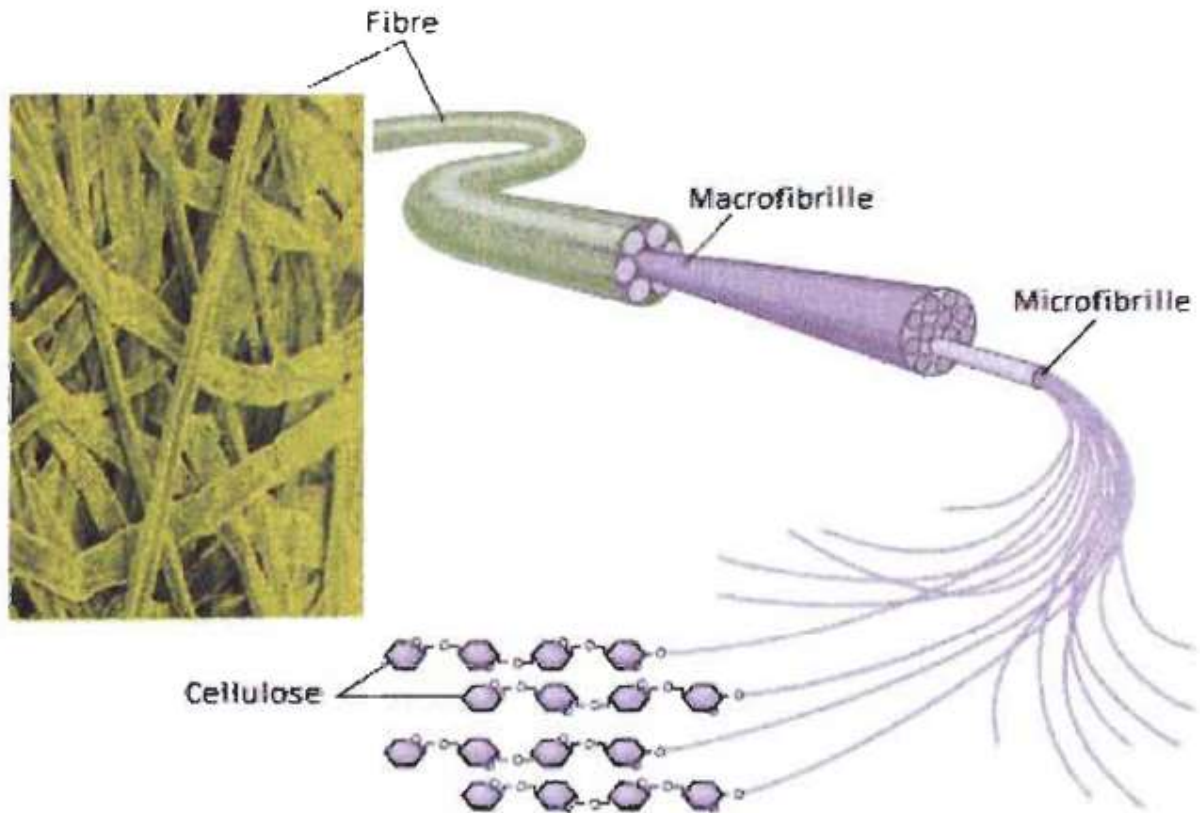


Figure II.6: De la cellulose à la fibre [6]

II.3.2. Esterification

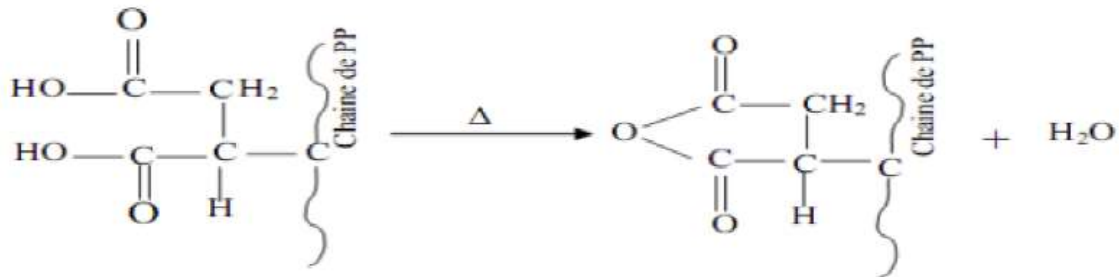
L'estérification de la cellulose est plus souvent réalisée dans un milieu acide avec des anhydrides correspondant à l'acide dans la plupart des cas. Elle permet d'obtenir les sulfates, phosphates, carbamates et acétates de cellulose et d'autres types de cellulose esters. Les modifications chimiques en profondeur permettent de rendre la cellulose thermoplastique. Mais néanmoins, il existe des traitements de surface de la cellulose nécessitant soit une étape d'activation par une réaction d'estérification suivie du traitement de surface, soit une estérification (correspondant dans ce cas au traitement de surface). [7]

La réaction est limitée à la surface en choisissant les conditions de greffage appropriées (solvant non gonflant, température et pression modeste, force ionique faible, etc.)

Les applications du greffage de l'AM se font sur plusieurs polymères (polystyrène (PS), polyéthylène (PE), polypropylène (PP) et styrène-éthylène-butylène-styrène (SEBS)). Le polypropylène greffé par l'anhydride maléique (PP-g-AM) est le copolymère greffé le plus largement utilisé dans les composites à base de fibres végétales. Le processus de liaison de (PP-g-AM) avec la

la fibre cellulosique est représenté sur le Figure II.6. Le mécanisme de la réaction peut être divisé en deux étapes :

a-Activation du copolymère par chauffage (à T= 170°C)



b- Esterification de la cellulose

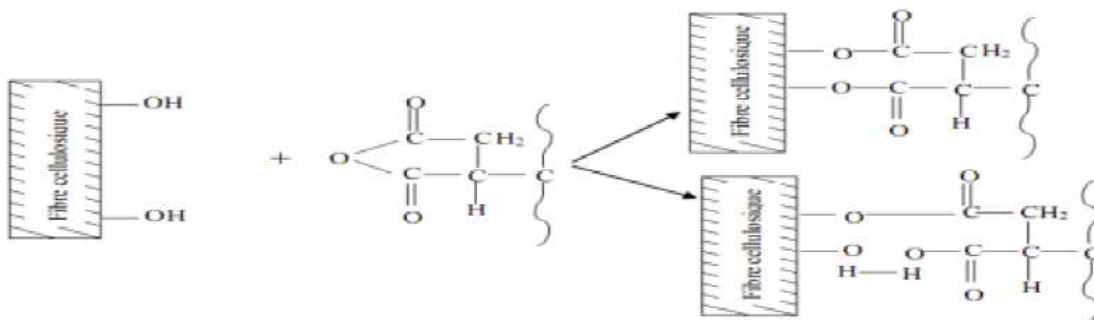


Figure II.6. Liaison chimique PP-g-AM/fibre cellulosique

II.3.3. Traitement par la soude [8]

La mercerisation a été découverte par John Mercer, qui a fait un brevet sur le processus en 1850. Elle a été utilisée pour améliorer des propriétés telles que l'affinité pour les colorants, la réactivité chimique, la stabilité dimensionnelle, la résistance à la traction et la brillance des tissus de coton.

La mercerisation est un traitement alcalin. Elle dépend de la concentration de la solution alcaline, de la température et du temps de traitement

Paul et al. ont étudié l'effet du taux de fibres et leurs traitements chimiques sur les propriétés thermophysiques (conductivité et diffusivité thermique) des matériaux composites fibres de banane/polypropylène. Parmi les traitements utilisés, ils ont immergés les fibres dans une solution alcaline à des concentrations différentes (2% et 10%) pendant 1h, après les fibres ont été lavées complètement avec de l'eau pour enlever l'excès de NaOH. Le lavage final a été fait avec de l'eau

contenant peu d'acide acétique. Les fibres ont été séchées à 70°C pendant 3h. Les résultats ont montré que la concentration en NaOH a une influence sur les propriétés thermophysiques des composites.

Les composites à base de fibre traitées par NaOH à 10% présentent les meilleures propriétés thermophysiques que celles à base des fibres traitées par NaOH à 2%. La réaction se produisant au cours du traitement alcalin est schématisée par l'équation:

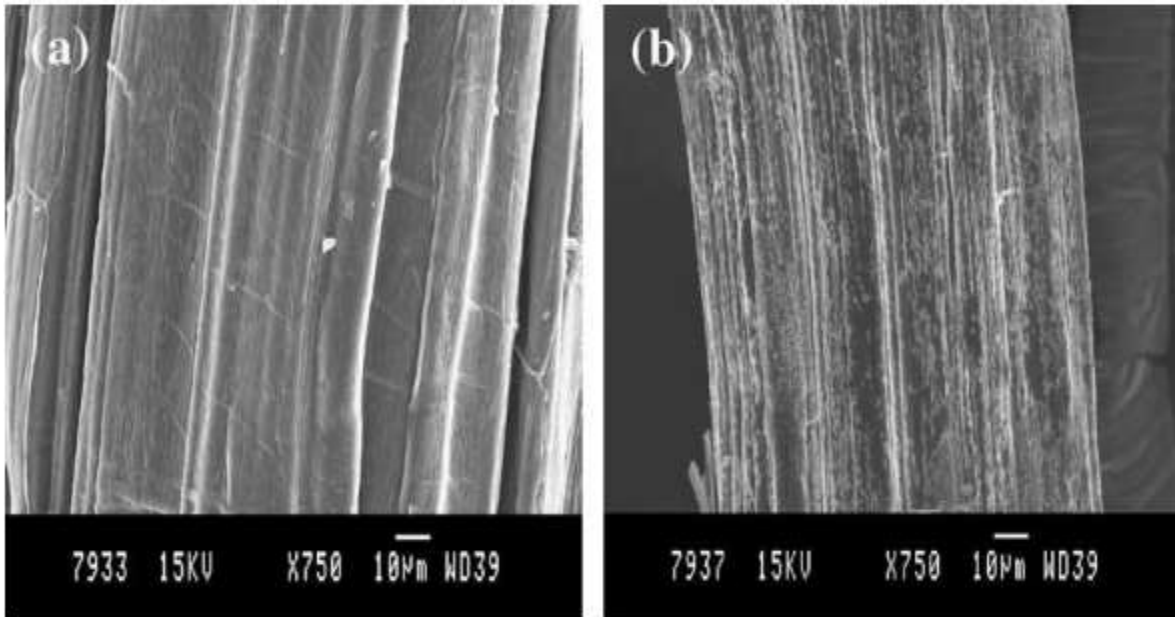
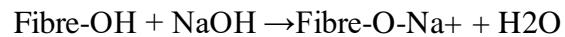


Figure II.7. Observation au microscope électronique à balayage de traitement par le NaOH des fibres de banane : (a) 2% ; (b) 10%. [9]



CHAPITRE III :

**ETUDE
EXPÉRIMENTALE**

III.1. Introduction

Le processus d'extraction consiste à extraire des faisceaux de fibres de la tige récoltée. Selon la littérature, l'extraction des fibres végétales peut être effectuée par un procédé mécanique, biologique, chimique ou par Combinaison entre les trois méthodes [1]

Ce chapitre présente l'ensemble des techniques et méthodes expérimentales de mise en œuvre pour l'extraction chimique et les différents traitements des fibres d'une nouvelle plante locale appelée **Eucalyptus**. La densité apparente de la fibre d'**Eucalyptus** est déterminée par la méthode du pycnomètre. On a aussi, déterminé les caractéristiques mécaniques de la fibre en utilisant l'essai de traction par le biais d'une machine universelle Zwick. L'effet du FTIR et DRX sur la poudre de **Eucalyptus** également fait objet de notre recherche.

III.2. Matériaux utilisés

III.2.1 Les fibres d'Eucalyptus

Dans notre expérience, nous avons utilisé les fibres de **Eucalyptus** comme élément de caractérisation afin de les utiliser comme élément de renforcement des matières thermodurcissables. Pour cela des caractérisations physiques, chimiques et mécaniques sont établies sur les fibres d'Eucalyptus

III.2.2 Produits chimiques utilisés

➤ **Méthanol :**

Produit chimique fourni par Biochem–Chemopharma

Formule chimique: CH₃OH

Masse molaire : M = 32 .04 g/mol

Densité (à 20°C) : 0.8051 g/cm³

➤ **Bicarbonate de sodium :**

Formule : NaHCO₃

Masse molaire : 84,007 g/mol

Densité (à 20°C) : 2.22 g/cm³

Point de fusion : 270 °C

➤ **L'hydroxyde de sodium (NAOH) :**

Produit chimique fourni par Biochem-Chemopharma

Formule chimique : NaOH

Masse molaire : $M = 20 \text{ g/mol}$ Pureté 99%

➤ **L'anhydride acétique :**

Produit chimique fourni par Biochem-Chemopharma

Formule chimique : $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_3$

Masse molaire : $M = 20 \text{ g/mol}$

Densité (à 20°C) : 1.0480 à 1.051.

➤ **Permanganate de potassium :**

Masse molaire : 15 g/mol

Formule : KMnO_4

Nom IUPAC : Potassium manganate (VII)

Densité : 2,7 g/cm³

Etat et couleur : cristaux violet foncé

Point de fusion : 240 °C

III.3 Description botanique de la plante d'eucalyptus

Le matériau de base utilisé dans notre recherche est «**la plante de l'*Eucalyptus*** », connu sous le nom scientifique (*Eucalyptus globulus*) (Fig.III.1), appelé en Italie (*l'Eucalipto*) et en Espagne (**el eucalipto**, forment un groupe très riche de plantes du genre **Eucalyptus**, de la famille des Myrtaceae et qui regroupait jusqu'en 1995 le genre *Corymbia*. Les eucalyptus sont originaires d'Australie, ils sont donc indigènes au continent australien, où ils dominent d'ailleurs 95 % des forêts. Plus, de six cents espèces étaient recensées dans les années 1960[2] ; et plus de 800 dans les années 2000 [3].

Les eucalyptus possèdent toute une gamme de mécanismes d'adaptation et ont une croissance rapide, ce qui leur permet d'être présents dans de nombreux environnements. On utilise aussi, moins fréquemment, le mot gommier pour parler des eucalyptus.

Certaines espèces, notamment *E. globulus*, ont été introduites en Europe, où elles se sont très bien acclimatées sur les rivages méditerranéens, où d'immenses forêts d'eucalyptus ont été plantées pour la production de pâte à papier. Ces espèces ont aussi été plantées en Afrique du Nord, notamment au Maroc, en Algérie, en Tunisie et en Libye. Reconnu depuis des siècles pour ses

propriétés médicinales, l'eucalyptus est la plante utilisée pour soigner les bronchites, les rhumes, les sinusites et autres infections respiratoires.



Figure.III.1 plante de l'Eucalyptusa

III.4. Procédure expérimentale

Notre technique expérimentale est subdivisée en deux parties pour faire l'étude des composites à fibre d'Eucalyptus.

Premièrement : la récolte des tiges de la plante et la méthode d'extraction chimique.

Deuxièmes : le traitement des fibres de l'Eucalyptus et leurs caractérisations.

III.4.1 L'extraction chimique des fibres

Les tiges de la plante de l'**Eucalyptus** sont récoltées dans la région de m'sila (**El-Hodna**). Elles se présentent sous forme d'Allongé après avoir été dépourvues de leurs feuilles. Les extrémités de ces tiges sont coupées, puis les brindilles obtenues sont immergées dans un bac d'eau contenant la solution du bicarbonate de sodium (NaHCO_3) pendant quatre (04) semaines. Après cette période, les fibres de l'**Eucalyptus** sont extraites manuellement à partir des brindilles citées précédemment (Fig.III.2.).



Figure. III. 2. Extraction chimique par rouissage au bicarbonate de sodium (NaHCO_3)

III.4.2. Séchage thermique

Après l'opération d'extraction, les fibres de l'Eucalyptus sont placées dans une étuve de séchage à une température de 70°C durant 6 heures pour améliorer leur propriété mécanique (Fig. III.3.).



Figure. III. 3. Traitement thermique : l'étuvage des fibres d'eucalyptus

III.4.3. Préparation de la solution NaOH

Nous dissolvant de l'hydroxyde de sodium dans de l'eau distillée à l'aide d'un agitateur pour avoir une solution de NaOH avec une concentration de 3% (Fig.4.).



Figure. III. 4. Préparation de solution NaOH

a) NaOH et b) Dissolution de NaOH dans l'eau distillé

III.4.4. Traitements chimiques des fibres d'Eucalyptus

Le but principal de ces traitements est l'élimination de certaine quantité de lignine de cire et d'impuretés qui recouvrent la surface externe des fibres et cela en raison leurs conférer des fonctions pour les rendre hydrophobes. Donc automatiquement vont entrainer une compatibilité avec la matrice polymère, qui améliore la qualité des composites.

Les différents traitements qu'on a appliqués sont :

III.4.4.1. Traitement alcalin par NaOH :

Les fibres de l'Eucalyptus ont été émergées dans une solution alcaline de NaOH avec une concentration de 3% pendant 3 heures à une température ambiante, les fibres sont lavées à plusieurs reprises par de l'eau, puis lavées une seconde fois avec de l'eau distillée, puis 1% de H_2SO_4 durant 10 min pour neutraliser les traces de NaOH restantes sur la surface des fibres de l'Eucalyptus. Pour s'assurer, on refait le rinçage et on mesure chaque fois le pH de la solution jusqu'à avoir un pH = 7 (Fig. III.5.).



Figure. III.5. Le traitement par l'hydroxyde de sodium (3% NaOH)

III.4.4.2. Traitement au permanganate de potassium ($KMnO_4$) :

Les fibres qui vont être traitées dans la solution de $KMnO_4$ de 3% pendant 3 minutes, sont déjà été trempées aux alcalis avec une concentration de 3% de NaOH pendant 3 heures. Ces fibres ont ensuite été décantées, bien rincées et séchées à l'air (Fig. III.6.).



Figure. III.6. Traitement alcalin par permanganate potassium (KMnO_4) :

III.4.4.3. Traitement par l'anhydride acétique :

L'acétylation des fibres par l'anhydride acétique a été menée en masse et sous l'action catalytique de l'acide sulfurique. Le rapport réactif/catalyseur utilisé dans la présente étude a été proposé par Ola rue t al. [4].

L'anhydride acétique a été mélangé manuellement avec l'acide sulfurique dans un bécher à large diamètre. Après avoir ajouté les fibres au milieu réactionnel, le bécher a été couvert par un film en aluminium pour minimiser l'hydrolyse de l'anhydride acétique sous l'effet de l'humidité environnante (Fig. III.7.). L'acétylation a été menée à température ambiante, sans agitation, pendant 3 h. A la fin de la réaction, les fibres ont subi une série de lavages avec de l'eau déminéralisée jusqu'à pH neutre. Après lavage, les fibres modifiées ont été séchées à température ambiante. Il est à noter que les fibres n'ont pas été séchées à l'étuve pour conserver leur résistance mécanique [5, 6].



Figure. III.7. Traitement par l'anhydride acétique

III.4.5. Broyage

Après l'application des différents traitements, les Fibres de l'Eucalyptus ont été laissées pour quelques jours afin de réduire leur taux d'humidité. Ensuite, ont été coupées en petits morceaux, étuvées à une température de 70°C pendant 2 heures, enfin ont subi un broyage en utilisant un broyeur de la marque FRITSCH (PULVERISETTE 6 classic line) made in Allemagne (Fig. III.8). Et cela pour obtenir une poudre qui nous permet de caractériser les différents échantillons de notre plante.

La vitesse de rotation : 200 tour/min

Nombre de tour : 7

Temps de chaque tour : 20 min

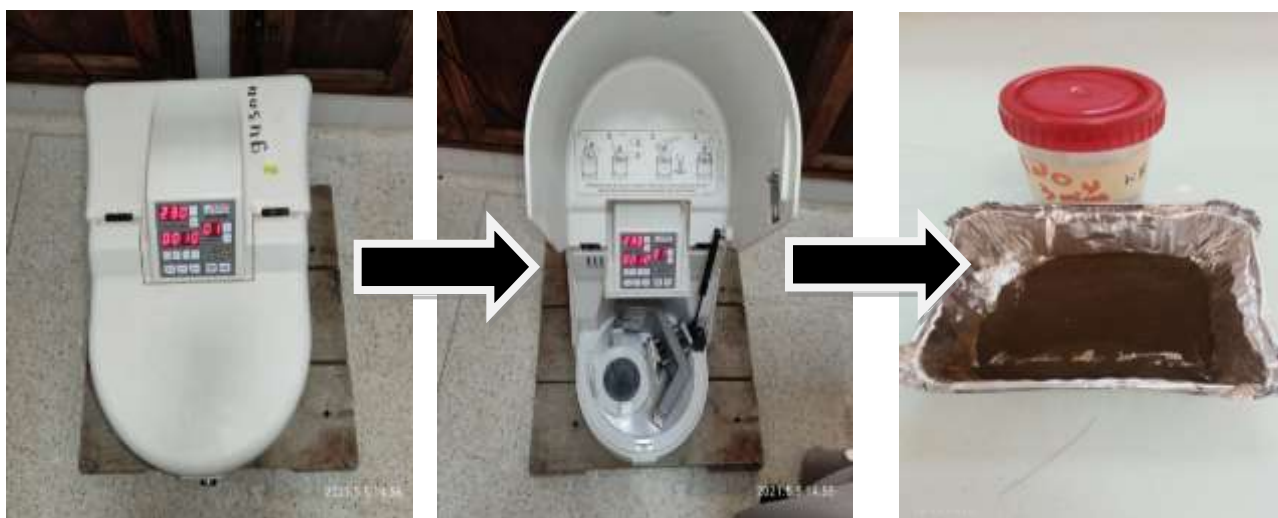


Figure. III.8. Machine de broyage

III.5. Les méthodes de caractérisation :

III.5.1. Caractérisation physique :

III.5.1.1. Détermination de la densité

Pour déterminer la densité, nous avons utilisé un pycnomètre de 50 ml et une balance analytique de 0,0001g de précision (Fig.III.9.). Le Méthanol est utilisé comme solvant, sa densité est de 0,8051 g/cm³.

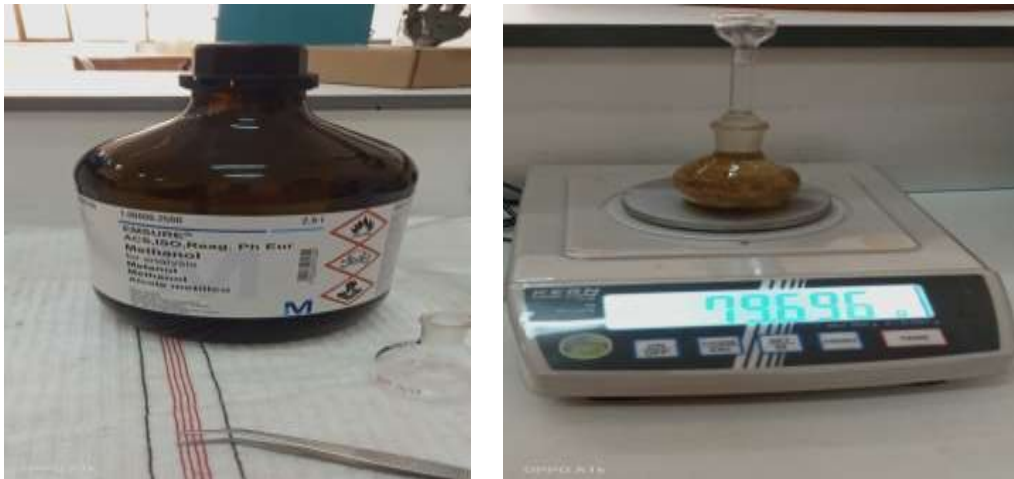


Figure. III.9. Le méthanol et la balance analytique (M du pycnomètre + M de méthanol)

Pour mesurer la densité de différentes fibres de l’Eucalyptus traitées et non traitées, nous avons suivile protocole de la méthode du pycnomètre suivant

$$\rho_f = \frac{m_2}{m_2 - (m_3 - m_1)} \rho_{eth} \tag{1}$$

m₁ : La masse de (pycnomètre +méthanol)

m₂ : La masse d’échantillons des fibres

m₃ : La masse de (pycnomètre + méthanol + échantillons)

ρ_{eth}: La densité de méthanol

ρ_f: La densité des fibres

Trois pesés de masses sont réalisées pour chaque échantillon et cela pour minimiser les erreurs possibles.

Tableau.III.1 : la densité des fibres de l’Eucalyptus sans et avec traitements.

Les fibres de l’Eucalyptus	Densité (g.cm-3)
Sans traitement	1.3534
NAOH	1.4644
Anhydride acétique	1.5370
Permanganates potassium	1.7380

III.5.1.2 Détermination de la section

La section est calculée à partir de la masse de fibre qui a une longueur fixe qu’on a choisi (L= 150mm) et la densité. Et cela sera pour toutes les fibres des quatre échantillons.

Pour la pesée de masse de la fibre d'Eucalyptus, nous avons mesuré 25 fibres pour chaque type d'échantillons sans et avec traitement au (NaOH, KMnO₄ et C₄H₆O₃).

III.5.2 Caractérisation mécanique :

Les essais de traction sur les différentes fibres de l'Eucalyptus étudiées sont menés sur une machine micro traction. Elle est équipée d'une cellule de charge de 2.5 KN. La vitesse de la traverse mobile est de 1 mm/min. Le pilotage et l'acquisition des données sont faits par le logiciel micro Excel. La Figure (III.10.) présente la fixation des éprouvettes.

Alors que les essais de traction sur les différents composites des fibres d'Eucalyptus / résines étudiées sont menés sur une machine de traction universelle ZWICK /ROELL à Magreb Pipe. Elle est équipée d'une cellule de charge de 2.5 KN. La vitesse de la traverse mobile est de 1 mm/min. Le pilotage et l'acquisition des données sont faits par le logiciel TESTEXPERT.

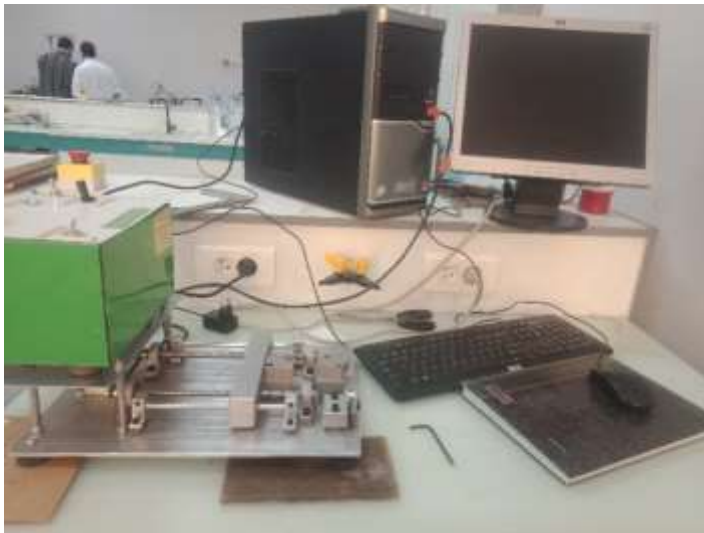


Figure. III.10. Machine de traction.

III.5.2.1. Préparation des éprouvettes de traction :

On a constaté que les fibres glissent ou s'écrasent au niveau des mors de fixation. Pour remédier à ces problèmes nous avons confectionné des échantillons sur des feuilles en carton perforées (Fig.11.). Vu la dispersion des résultats, chaque nuance nécessite la préparation au moins 25 éprouvettes

Les étapes de préparation sont :

- Préparation des feuilles de supports des fibres.
- Collage des fibres sur les feuilles de supports à l'aide de la colle

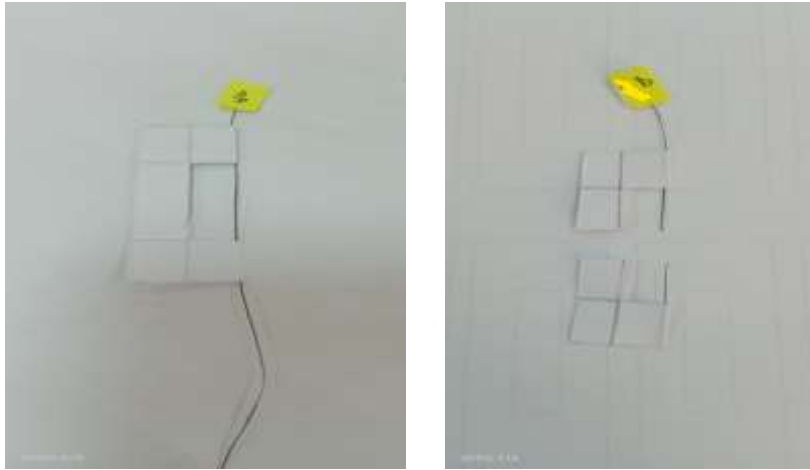


Figure. III.11. Préparation des éprouvettes de traction

III.5.2.2. L'élaboration des composites fibres d'eucalyptus/ résines

L'élaboration des matériaux composites Eucalyptus/ résine nécessite l'utilisation des fibres de l'eucalyptus (traitées et non traitées) avec trois différentes résines thermodurcissables. On élabore chaque type de fibres avec les trois résines pour pouvoir comparer entre eux et voir le meilleur et le plus adapté à notre fibre d'eucalyptus.

Les trois résines utilisées sont :

- **La résine polyester insaturé**, qui est une résine thermodurcissable. La résine, ayant un code commercial R596 834, sa densité est de 1.2 kg/cm³, transparente avec une réticulation rapide accompagnée d'une réaction exothermique obtenue **par la société Magreb Pipe de M'sila**. La réticulation de cette résine est assurée par l'ajout de 2% de durcisseur correspondant et l'agitation pendant 10 minutes
- **La résine Vinylester**, est le produit de la dissolution du vinylester dans un solvant copolymérisable, qui est souvent le styrène. Les résines vinylesters se rapprochent des résines polyesters par leur mode de polymérisation et leurs applications. Il a été livré par **Magreb Pipe de M'sila**.
- **La résine époxy**, qui est aussi une résine thermodurcissable livré par **la société Granitex d'Alger**. La résine, ayant un code commercial MEDAPOXY STR, sa densité est de 1.1 kg/cm³, transparente avec une réticulation rapide. Elle se présente sous forme de kit pré dosé de deux composants :

Elément A : résine 1Kg,

Elément B : durcisseur 0.666 Kg.

Les composites ont été fabriqués par la technique de moulage par contact dans des moules qui ont été fabriqués à leurs tour selon la norme ASTM désirée (de traction) par une machine spéciale (Figure. III.12.). Les éprouvettes sont façonnées en plaçant les fibres et la résine dans ces moules (Figure. III.13.).

Pour obtenir des composites d'épaisseur uniforme et supprimer les bulles d'air empiégé, le moule a été bien installé et pressé en utilisant le bulleur et le contre moule. A la fin on obtient les éprouvettes de composites qui seront testées(Figure.III.14.).



Figure. III.12. Les moules des matériaux composites



Figure. III.13. L'élaboration des éprouvettes



Figure.III.14. Les échantillons obtenus

III.5.2.3 Essai de traction sur les fibres et les composites :

Notre objectif est l'étude du comportement mécanique des fibres **Eucalyptus** et de voir l'effet des traitements sur le comportement mécanique.

Les valeurs mesurées directement lors de l'essai de traction sont la force **F** et l'allongement ΔL , plutôt que les contraintes et la déformation. La contrainte σ , rapportée dans un diagramme de traction est la force divisée par la section initiale S_0 de l'éprouvette (contrainte nominale).

$$\sigma = F / S_0 \quad (2)$$

De même la déformation ε , se réfère à la longueur initiale L_0 de la partie délimitée par l'extensomètre (déformation nominale).

$$\varepsilon = \Delta L / L_0 = (L - L_0) / L_0 \quad (3)$$

La **Figure.III.12** illustre l'allure que peuvent avoir les courbes de traction de différents matériaux. [6]

Les différents éléments donnés par les courbes d'essais sont :

- le module de Young **E**, ou module d'élasticité longitudinale.
- la limite élastique **Re** ou **σe**, qui sert à caractériser un domaine conventionnel de réversibilité.
- la résistance maximale à la traction **Rm** ou **σm**.
- l'allongement à la rupture **A**, qui mesure la capacité d'un matériau à s'allonger sous charge avant sa rupture.

III.4.3 Caractérisation chimique :

III.4.3.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) a été utilisée pour suivre l'évolution de la composition chimique de la surface des fibres de lin, de la résine et du composite au cours des cycles de vieillissement. Les analyses ont été conduites sur un spectromètre Nicolet™ impact 380 en mode réflectance totale atténuée (ATR), utilisant un diamant Durascope.

Le principe de l'ATR consiste à mettre en contact un cristal (dans notre étude, le diamant) avec l'échantillon à analyser. Le faisceau infrarouge circule dans le cristal. Si l'indice de réfraction du cristal est supérieur à celui de l'échantillon, alors le faisceau subit des réflexions totales au-delà d'un certain angle d'incidence à l'interface échantillon/cristal. En ATR, on travaille donc au-delà de l'angle critique. En réalité une onde, dite onde « évanescente », émerge du cristal et est absorbée par l'échantillon. C'est cette onde qui « produit » le spectre infrarouge observé. Cette méthode permet de caractériser la surface des échantillons sur une profondeur de l'ordre de 10 μm

Pour chaque mesure, 32 scans ont été effectués, avec une résolution de 4 cm^{-1} sur une plage de longueur d'onde de 400 à 4000 cm^{-1} . Le spectre typique obtenu pour des fibres de lin non-vieilles est présenté en Figure.III 13. Pour leur comparaison, les spectres ont été corrigés par rapport à leur ligne de base. Pour les fibres, ils ont été normalisés par rapport au pic présent à 1160 cm^{-1} caractéristique de la liaison C-C de la cellulose qui est supposée ne pas être impactée au cours du vieillissement, comme rapporté par Alix et al.[7].

Les analyses FTIR ont été faites dans notre département de Génie mécanique Faculté de technologie M'sila.

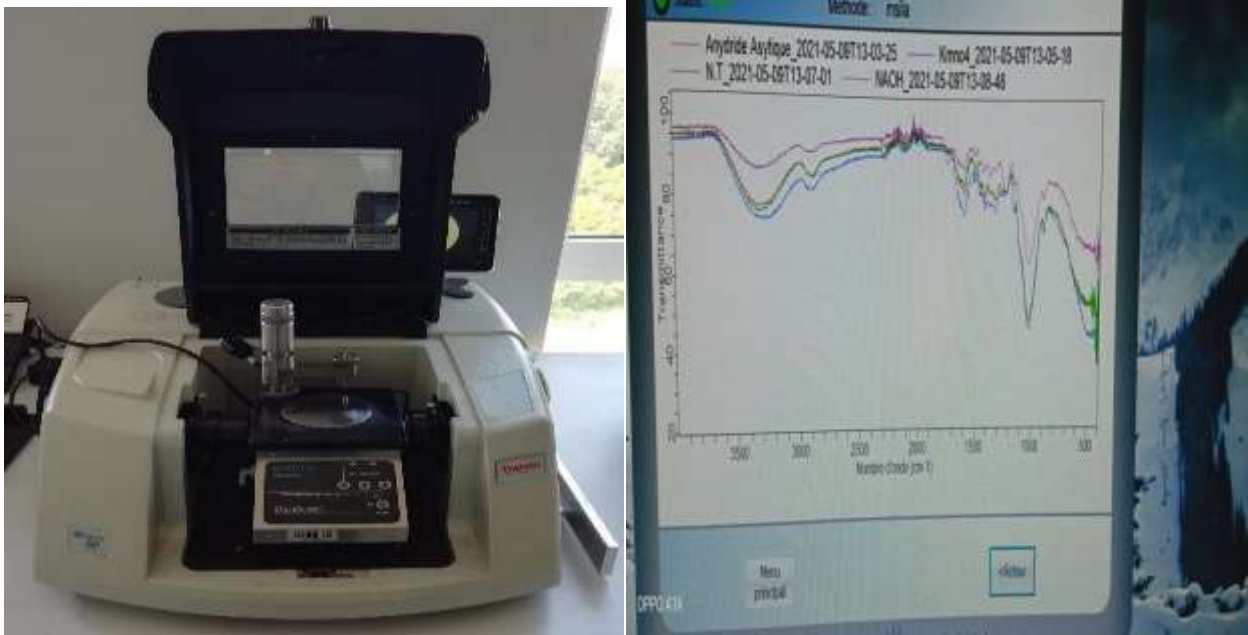


Figure. III.15. Machine de Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF



CHAPITRE IV :

**RÉSULTATS ET
DISCUSSION**

IV.1 Introduction :

Ce chapitre présente les résultats obtenus par des caractérisations physico-chimique et mécanique des fibres de l'**Eucalyptus** subies les différents traitements : L'hydroxyde de sodium (**NAOH**) ; anhydride acétique(**C₄H₆O₃**) et Permanganate de potassium (**KMnO₄**) à température ambiante plus les fibres qui ne sont pas traitées. Nous avons conclu la variation de densité de fibre de l'**Eucalyptus** dans la marge des densités des fibres végétale. Et on a discuté les résultats du FTIR et l'essai de traction sur la fibre de l'**Eucalyptus**.

IV.2 Propriétés Physique :

IV.2.1 Densité des fibres :

Pour traiter les différents échantillons de fibre l'**Eucalyptus**, nous avons utilisé la technique du pycnomètre, qui a déterminé les valeurs de densité pour quatre échantillons suivants : Sans traitement ; **NAOH** ; anhydride acétique ; Permanganate de potassium. Atteindre une valeur fiable de la densité était difficile en raison de la nature poreuse des fibres. Nous avons effectué de 3 mesures de densité pour chaque type de traitement. Les résultats obtenus sont illustrés par le **tableau (IV.1)**.

Le tableau (IV.1) La densité apparente des quatre échantillons de la fibre d'eucalyptus.

LES FIBERS DE l'Eucalyptus	Densité (g.cm-3)
Sans traitement	1.3534
NAOH	1.4644
Anhydride acétique	1.5370
Permanganate de potassium	1.7380

Le tableau (IV.1). Rassemble les différents résultats obtenus. La densité apparente obtenue par pycnomètre des feuilles Diss **non traitées** est de l'ordre de (1.3534±0.1g/cm³). Par contre, pour un traitement de **3 heures** à la **NAOH (3%)** elle est de l'ordre de (1.4644±0.1g/cm³), pour un traitement de **3 heures** à l'anhydride acétique est de l'ordre de (1.5370±0.1g/cm³). et pour un traitement des fibres de **3 minutes** à la **permanganate potassium**, la densité est de l'ordre de (1.7380±0.1g/cm³). Cette augmentation de valeurs est due probablement à l'extraction de produits

solubles de la fibre par différents traitements, ce qui favorise la diminution du nombre de pores présent dans la fibre.

D'après les résultats obtenus, il s'avère que les densités trouvées sont dans la marge des densités des fibres végétale.

D'où la fibre de l'Eucalyptus est une fibre naturelle favorable pour le renforcement des bio-composites.

IV.3 Caractérisation microstructurale :

IV.3.1 Analyse structurale :

Cette analyse a pour objectif, la caractérisation structurale de la fibre eucalyptus. Dans une analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR, d'après l'anglais « Fourier Transform Infrared Spectroscopy »), on obtient un spectre montrant des vibrations moléculaires **Figure. IV.1.**

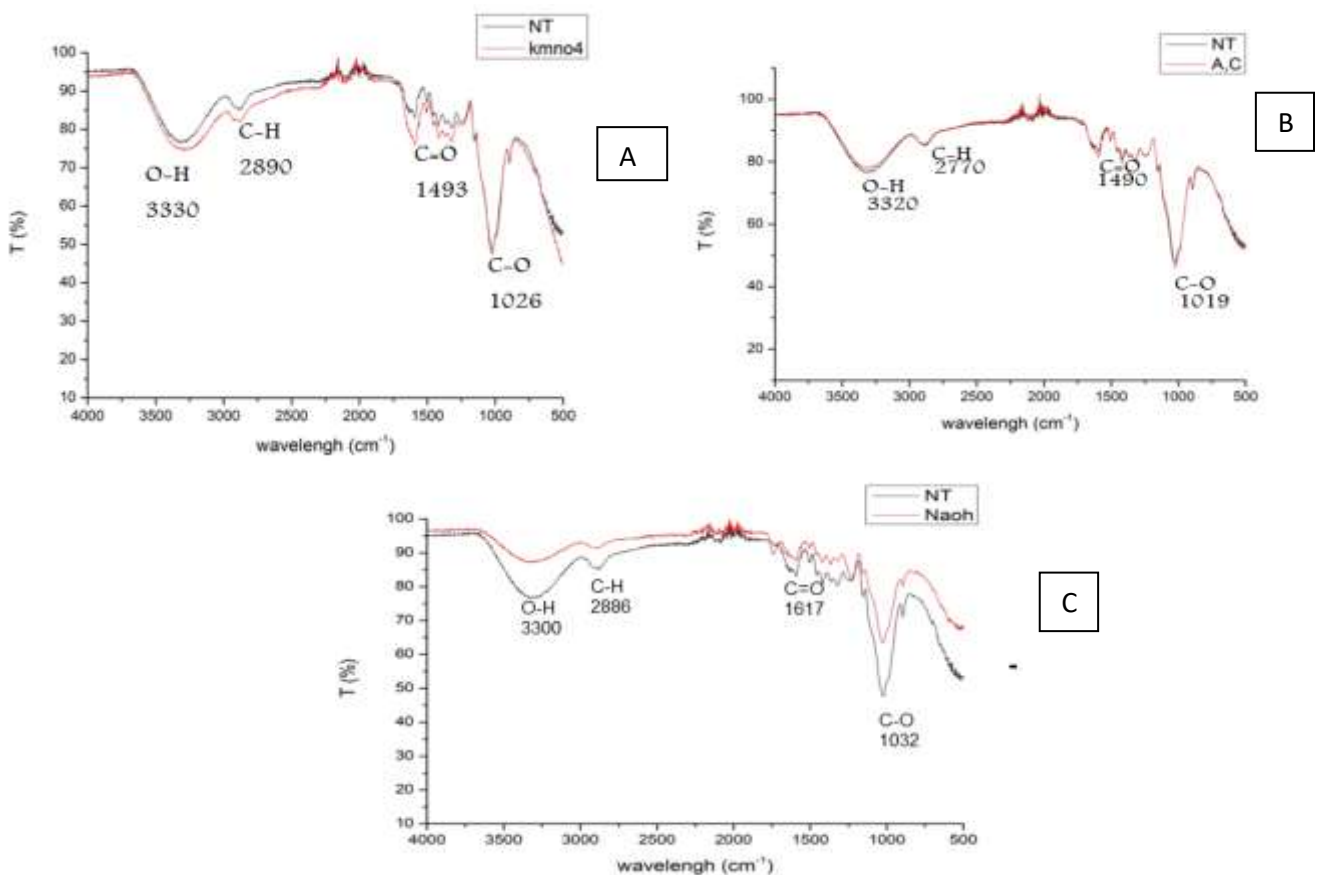


Figure. IV.1. Courbe FTIR des différents échantillons des fibres l'Eucalyptus . A (NT, KMNO4), B (NT, AC), C (NT, NAOH)

IV.3.2. Spectroscopie infra rouge :

Des spectres infrarouges obtenus par transmittance des fibres l'Eucalyptus brutes et modifiées après un temps de traitement chimique de 3h **Figure. IV.2.**

Par comparaison entre les différents spectres de l'Eucalyptus et le spectre témoin de la cellulose pure obtenus. L'interprétation se fait à l'aide des bandes associées aux fonctions les plus fréquemment rencontrées dans l'étude des fibres végétales par spectrométrie infrarouge (**Tab. IV.2**)

Tableau IV.2. Bandes associées aux fonctions des spectres dans l'étude des fibres végétales par spectrométrie infrarouge

Fréquence (cm-1)	Attributions possibles	Éléments	Réf
3440	Liaison O-H (vibration d'élongation)	Polysaccharides et eau d'hydratation	[GRO, WGT0]
2920	C-H (vibration d'élongation)	cellulose	[SIN0]
2850	H3C-O (vibration d'élongation)	Lignines et Graisses	
2350			
1740	Groupe ester et acides C=O (élongation symétrique)	Xylanes (hémicelluloses)	[HAQ]
1650	Liaison hydrogène H2O adsorbée dans la cellulose cristalline	Eau	
1505	C=C cycle aromatique (élongation symétrique)	Lignines	
1430	Déformation dans le plan de groupes C-H et Vibration aromatique	Pectine, hémicellulose pectates de calcium lignine	[ALI0, SU0]
1325	Déformation dans le plan de groupe CH2	Polysaccharides	
1250	C-O cycle aliphatique	Cellulose	
1030	Déformation des groupes acétyles (xylanes)	Lignine	
1162	C-O-C (élongation antisymétrique)	Cellulose, hémicelluloses	
900	Vibration des liaisons glycosidiques	Polysaccharides	
670	C-OH de déformation	Cellulose	
Fréquence (cm-1)	Attributions possibles	éléments	Réf
3440	Liaison O-H (vibration d'élongation)	Polysaccharides et eau d'hydratation	[GRO, WGT0]
2920	C-H (vibration d'élongation)	cellulose	[SIN0]
2850	H3C-O (vibration d'élongation)	Lignines et Graisses	
2350			
1740	Groupe ester et acides C=O (élongation symétrique)	Xylanes (hémicelluloses)	[HAQ]
1650	Liaison hydrogène H2O adsorbée dans la cellulose cristalline	Eau	
1505	C=C cycle aromatique (élongation symétrique)	Lignines	
1430	Déformation dans le plan de groupes C-H et Vibration aromatique	Pectine, hémicellulose pectates de calcium lignine	[ALI0, SU0]

1325	Déformation dans le plan de groupe CH ₂	Polysaccharides	
1250	C-O cycle aliphatique	Cellulose	
1030	Déformation des groupes acétyles (xylanes)	Lignine	
1162	C-O-C (élongation antisymétrique)	Cellulose, hémicelluloses	
900	Vibration des liaisons Glycosidiques	Polysaccharides	
670	C-OH de déformation	Cellulose	

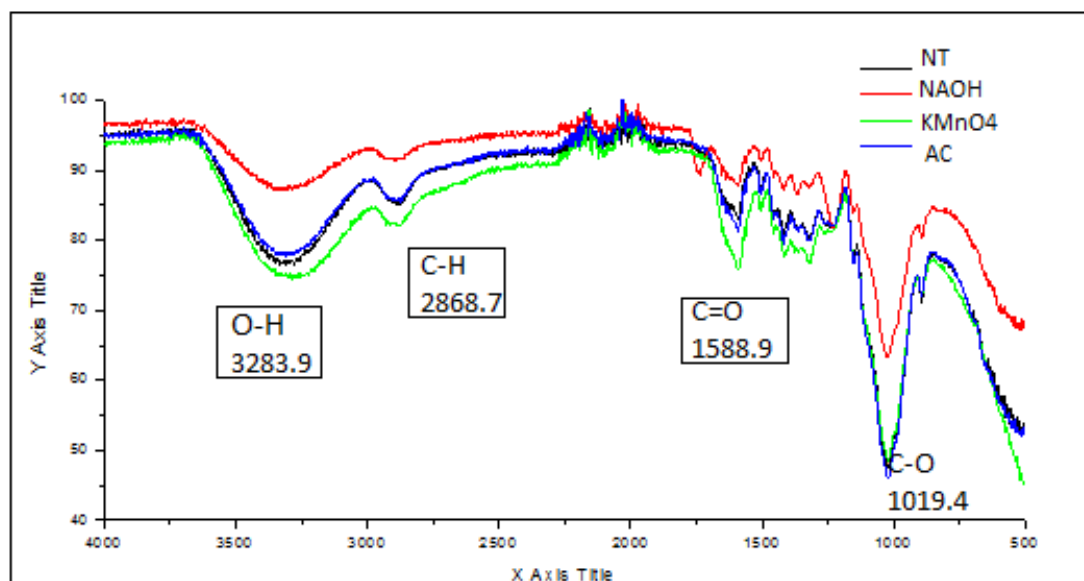


Figure. IV.2. Comparaison des spectres IR entre 520 cm⁻¹ et 4900 cm⁻¹ en fonction des traitements ; AC ;NaOH , Anhydride acétique et sans traitement.

Tous les pics des nombres d'onde supérieure à 3283.9 cm⁻¹ viennent des groupes hydroxyde (O-H). Ces groupes peuvent venir de plusieurs composants que possèdent un ou plusieurs groupes hydroxyde dans leur structure. L'intensité est clairement plus élevée pour luffa traitée. Il est probable à cause de la soude (NaOH) résiduelle si les fibres ne sont pas bien rincées après le traitement. Ensuite le petit pic 2868.7 cm⁻¹ indiquent de groupe (C-H) de la cellulose. Les nombres d'onde caractéristiques de la lignine se situent à 1513 cm⁻¹ entre 1422 cm⁻¹ et 1367 cm⁻¹ et proche de 700 cm⁻¹ . à 1513cm⁻¹ et proche de 700 cm⁻¹

L'intensité de luffa traitée est plus élevée que celle de luffa brut, mais entre 1422 cm⁻¹ et 1367 cm⁻¹ c'est l'inverse.

La présence des pics de lignine dans le spectre de luffa traitée démontre que les fibres contiennent encore de la lignine. Les les pectines se trouvent autour de 1588.9 cm⁻¹ (C=O) où

l'intensité des deux spectres est plus ou moins identique. le pic des pectines est moins pointu . en tout cas , ce pic confirme la présence de pectines résiduelles. Entre 1367 cm^{-1} et 1019.4 cm^{-1} (C-O) se trouvent d'autres pic de cellulose. Globalement les intensités pour luffa traitée sont supérieures à celles de luffa brut.

Les pic 1240 cm^{-1} et 1160 cm^{-1} sont liés à la déformation de la cellulose. le **tableau. IV.2** aides pour l'interprétation des courbes.

IV.4. Caractérisation mécanique des fibres :

Dans notre expérience, nous avons utilisé deux types de traction :

_Traction des fibres euclyptuse

_Traction des composites fibres /résine

IV.4.1. Traction des fibres :

Les caractéristiques mécaniques sont des paramètres intrinsèques de la fibre végétales l'Eucalyptus d'après les courbes tracées de la force en fonction du déplacement (Figure.V.3.)

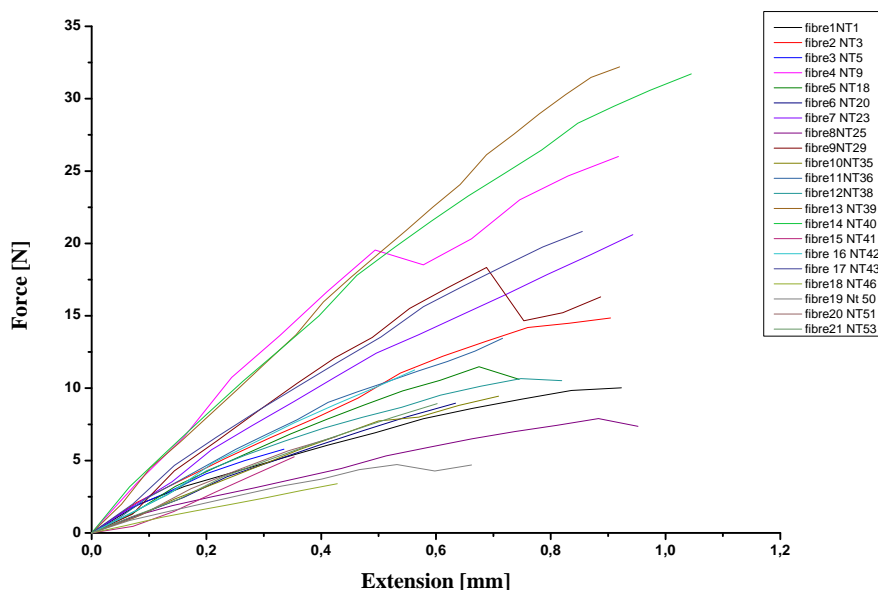


Figure. IV.3. La courbe force-déplacement de la fibre d'eucalyptus sans traitement

D'après la **figure (IV.3.)** on remarque que l'allure de la courbe force-déplacement de 21 fibres est linéaire et cela prouve que la fibre est de nature fragile. Sa force peut aller jusqu'à 35N avec un déplacement 1,2 mm.

On a donné un exemple de courbe force-déplacement parmi quatre courbes de différents traitements de notre fibre puisqu'ils nous donne la même allure.

IV.4.2. Traction des composites :

L'analyse des résultats des tests de traction sur les différentes nuances de composites de l'eucalyptus avec différents résine (polyester ; époxy ; vinylester) nous a permis de déterminer les paramètres intrinsèques de cette fibre composite : Tableaux (IV. 3.), (IV.4.) et (IV.5.).

IV.4.2. 1. La contrainte (σ) à la rupture des composites avec différentes résines (MPa) :

D'après les valeurs obtenues par l'essai de traction longitudinale sur nos différentes éprouvettes de composites à fibres traitées et non traitées et avec différentes résines qui se trouvent dans le tableau (IV.3.), les histogrammes Figures (IV.4.) et Figure (IV.5.), on remarque que la plus grande valeur de contrainte est celle avec les fibres traitées à NaOH.

Tableau IV.3. Les valeurs de contraintes des composites :

Composite fibre d'eucalyptus/résine	σ polyster	σ epoxy	σ vinylester
Sans.T	36.5	35.5	23.25
KMNO4	34.5	20.2	31
NAOH	38.25	51.75	55.25
AC	35.2	33	27.5

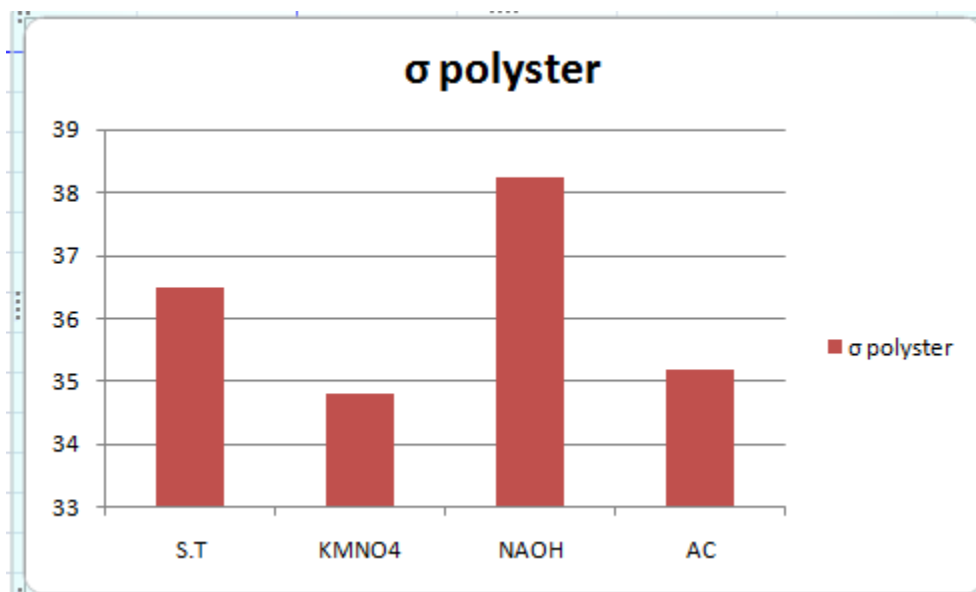


Figure. IV.4. (a) La contrainte des composites fibres/polyester

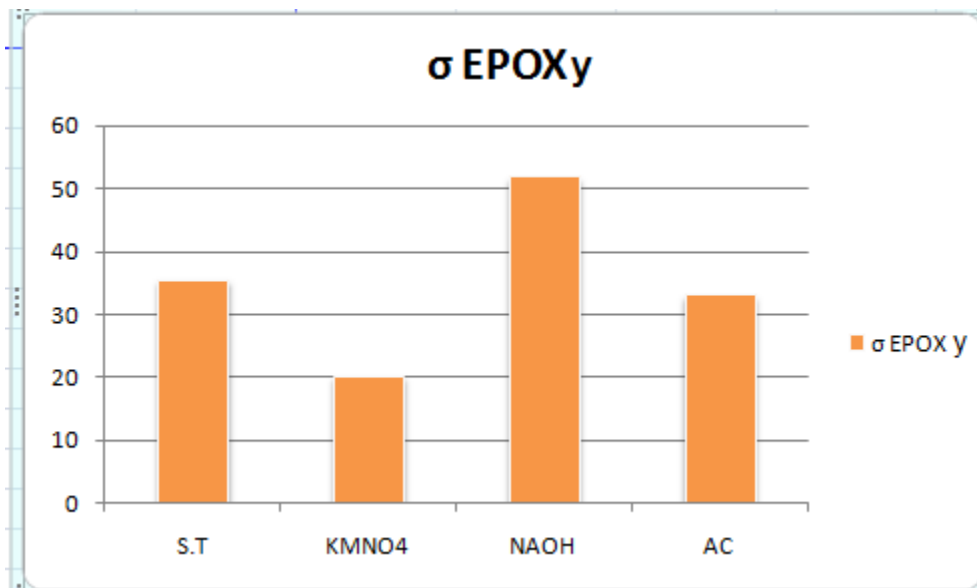


Figure. IV.4(b) La contrainte des composites fibres/époxy

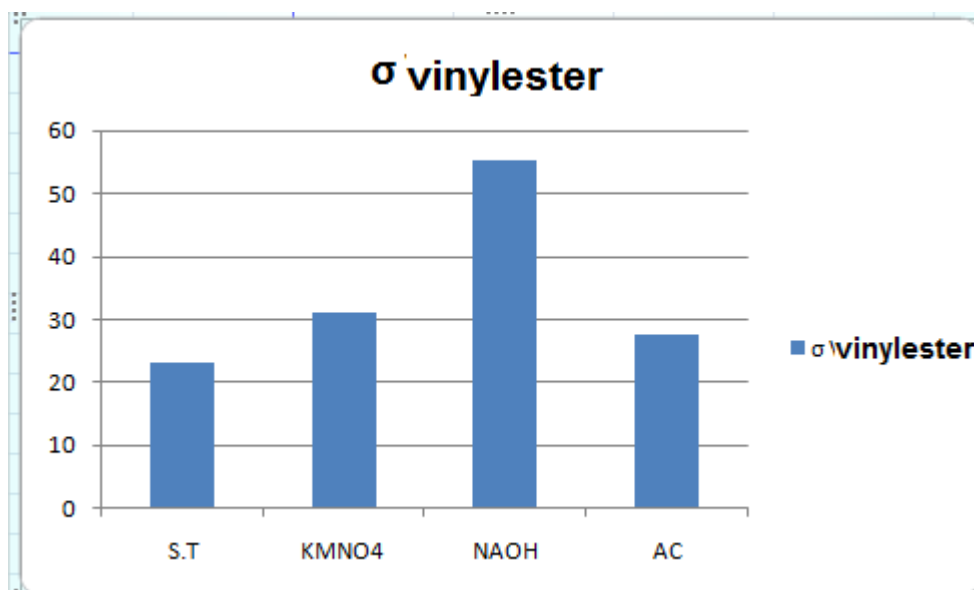


Figure. IV.4. (c) La contrainte des composites fibres/vinylester

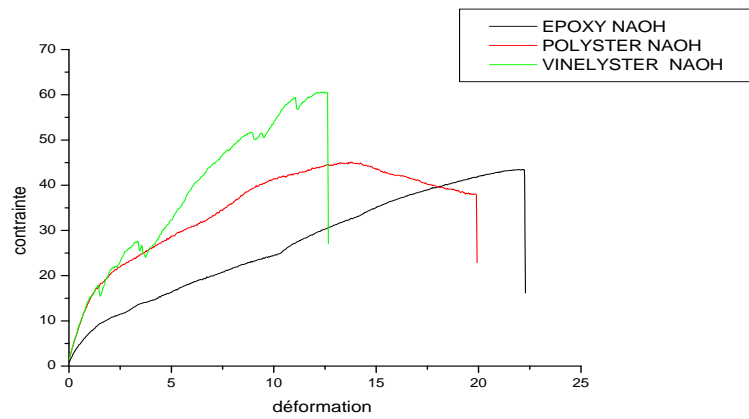


Figure IV.5. Courbe contrainte – déformation des composites à fibre d’eucalyptus traitée avec NaOH

IV.4.2. 2. Le module de Young E(GPa) :

Concernant le module de young E des composites à différents types de fibres et trois types de résines : on constate que le module de young des composites à fibres acétylés qui nous donnent la valeur la plus élevée tableau (IV.4.) et Figure (IV.6.).

Tableau. IV.4. Module de young des composites à différentes résines et fibres

TRAITEMENT Résine	E (POLYESTER)	E (Époxy)	E (VINYLESTER)
Sans T.	1.1	2.9	4.4
KMNO4	6.9	3.96	4.95
NAOH	3.17	2.6	5.2
AC	6.06	3.97	7.02

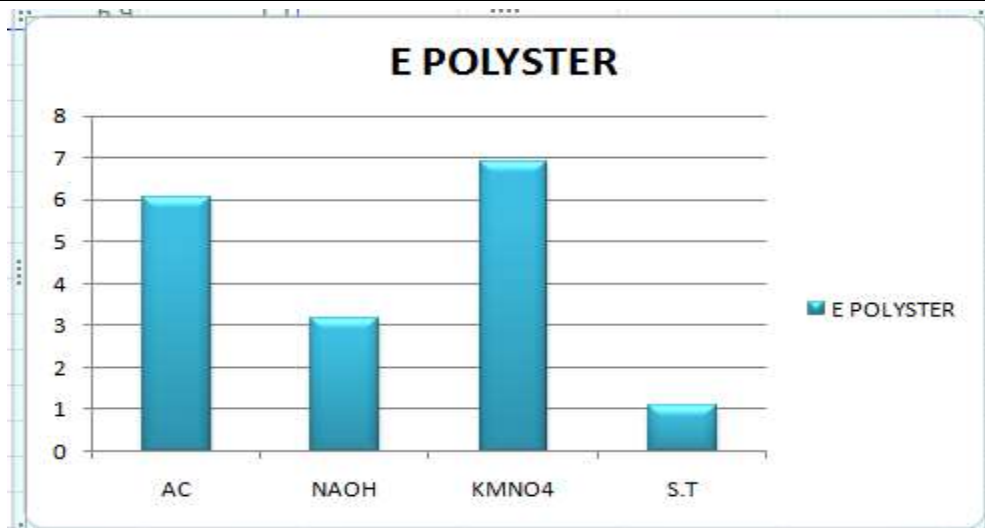


Figure IV.7. (a) Module de young des composites avec différents traitements de fibres et polyester

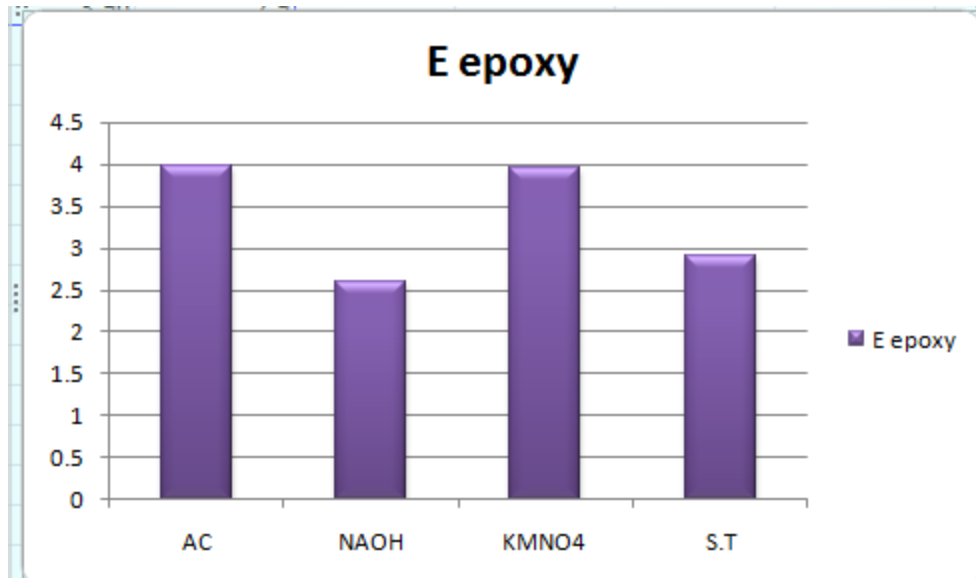


Figure IV.7. (b) Module de young des composites avec différents traitements de fibres et époxy

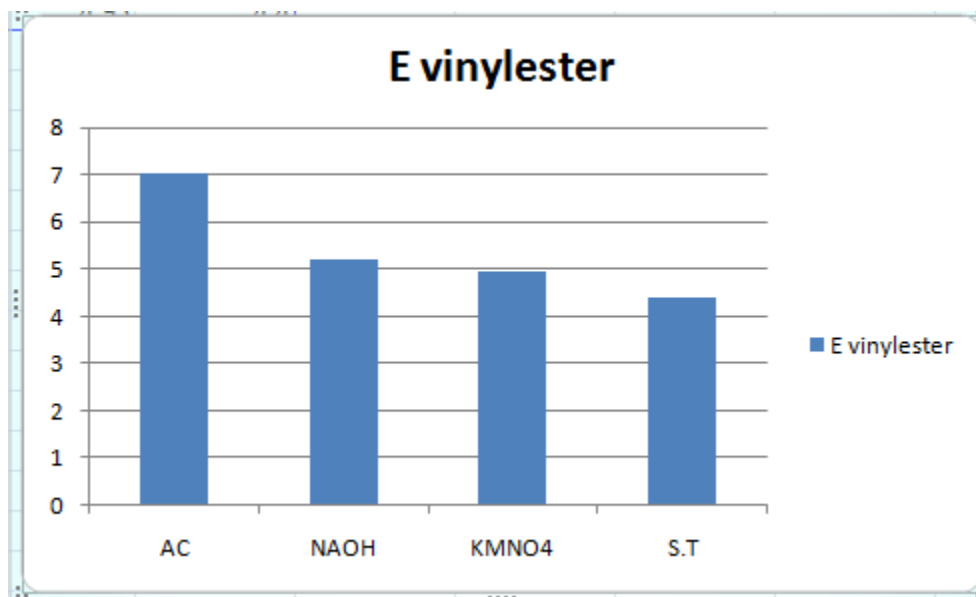
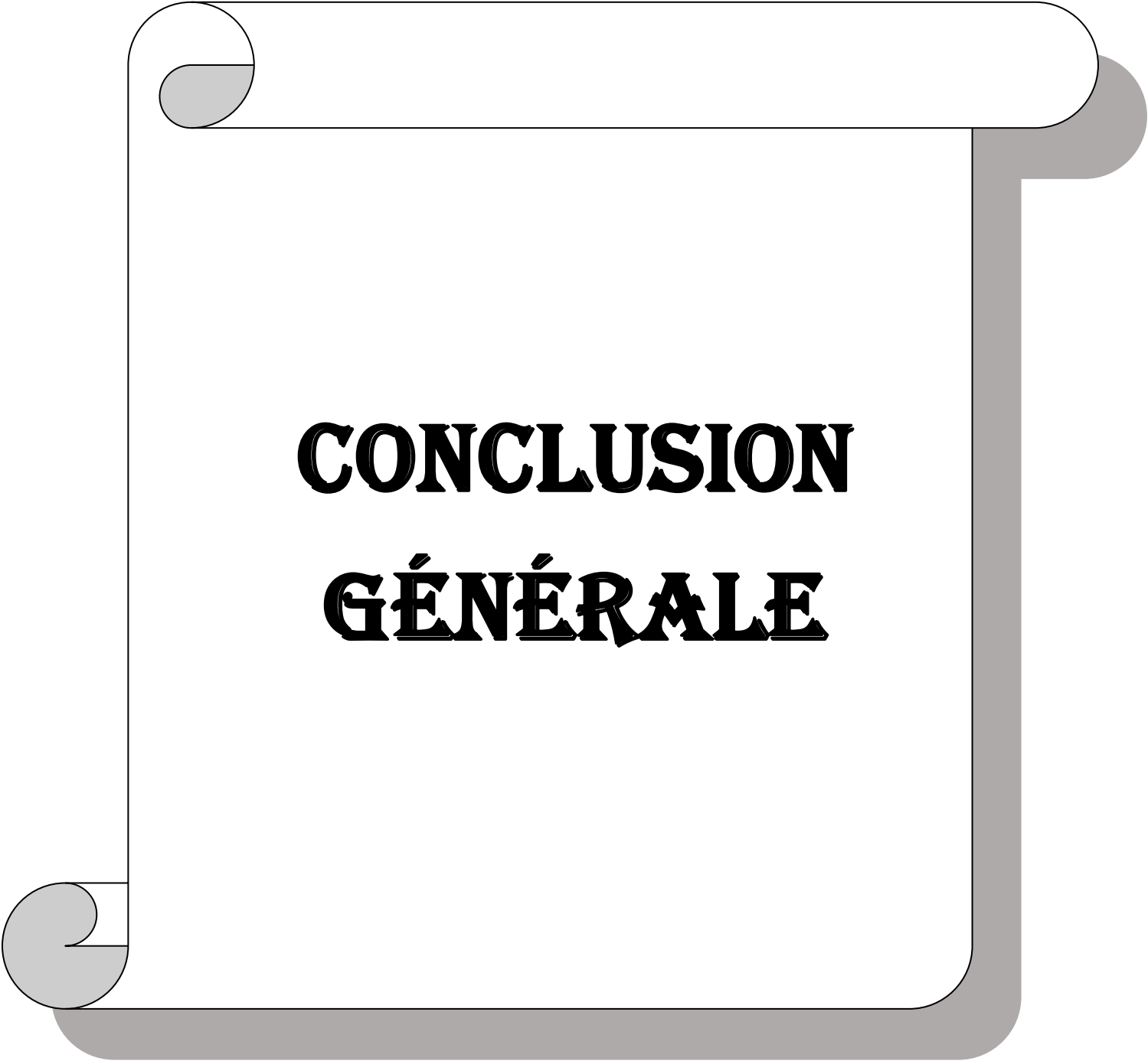


Figure IV.7. (c) Module de young des composites avec différents traitements de fibres et vinylester



**CONCLUSION
GÉNÉRALE**

Conclusion Générale

Conclusion générale

L'objectif de ce travail de mémoire consiste à modifier chimiquement et physiquement les fibres d'une plante qui s'appelle **l'Eucalyptus**, par des procédés simples et écologiques, dans le but de les insérer dans des matrices polymériques permettant ainsi d'élaborer des matériaux performants à partir de la biomasse.

Cependant et malgré les multiples avantages des fibres cellulosiques tels que la faible densité, le faible coût et la chimie, leur utilisation à l'état naturel est limitée par leur caractère hydrophile qui diminue leur affinité avec les matrices hydrophobes. Pour remédier à ce problème.

L'analyse chimique a révélé que les fibres de Diss sont constituées principalement de cellulose, Hémicellulose, pectine et de lignine.

Les résultats des tests physico-chimiques sur les fibres obtenues montrent que les propriétés des fibres de DISS varient considérablement. Ces propriétés sont gouvernées par la composition chimique et structurale et dépendent du type de la fibre et des conditions de croissance. La cellulose, le composant principal de toutes les fibres végétales, la composition structurale peuvent varier de façon substantielle en fonction du procédé et des conditions d'extraction. De plus, Nous avons déterminé la densité de la fibre de l'Eucalyptus. Cette valeur est dans la marge des densités des fibres naturelles : Sisal, Alfa, Coton, fibre de Palmier etc. elle varie pour les différents traitements entre (1.00 et 1.7 g/cm³).

La technique de caractérisation mécanique de la fibre de DISS montre que cette fibre pour les quatre types d'échantillons (s traités, l'anhydride acétique, kmno₄, naoh) a un comportement linéaire fragile.

Cela provient du fait que la rupture est due à la propagation des défauts préexistants. Il est à signaler que la fibre de **l'Eucalyptus** peut atteindre un module de

Young important surtout pour les traitements à la Permanganate de potassium(kmno₄)

D'après les valeurs obtenues par l'essai de traction longitudinale sur nos différentes éprouvettes de composites à fibres traitées et non traitées et utilisation de plusieurs types de résine (polyster ,vinylester ,epoxy) ; on remarque que la plus grande valeur de contrainte est celle avec les fibres traitées à NaOH.

Concernant le module de young E des composites à différents types de fibres et trois types de résines : on constate que le module de Young des composites à fibres acétylés qui nous donnent la valeur la plus élevée.

Références bibliographiques :

[1] **Jérémie AUCHER**, « Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable i », Thèse de doctorat. Institut National des sciences Appliquées de Rouen,2009.

Chapitre 1

[1] : Les matériaux composites, édité avec le concours de l'Éducation nationale, ANFA / Édition 2014.

[2] : **Jean-Marie Berthelot**, Mécanique des Matériaux et Structures Composites, Le Mans, France

[3] : **Korichi.A/Tiaiba.W**, Amélioration et élaboration d'un matériau composite à base d'une matrice thermodurcissable (iso et ortho polyester insaturé) renforcé par les déchets de MAGHREB PIPE "M'sila",2019.

[4] : **Toufik ACHOUR**, étude des techniques de réparation des structures composites endommagées, 2011.

[5] : **Nassah Dalila**, Influence de la quantité de fibres naturelles (alfa) et commerciales (polypropylène) sur les propriétés physicomécaniques des mortiers fibrés,2017.

[6] : **DEBABIZ BOUGUERRA.A**, Effet des traitements chimiques sur la morphologie structurale des fibres végétales ublisées dans un matériau composite,2019.

[7] : **Mohamed DALLEL**, Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.) : Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil, Université de Haute Alsace Laboratoire de Physique et Mécanique Textiles (LPMT), 2012.

[8] : **DJEBLOUN Youcef**, Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales, 2018.

[9] : **FALI Allaoua& MERZOUG A/aziz**, Etude de l'effet du traitement sur le comportement physico-chimique et mécanique d'une fibre végétale, 2019.

[10] : **FRANCK MICHAUD**, rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude au postformage, faculté de foresterie et de géomatique université laval Québec, Canada, Franck Michaud, 2003.

[10] : **Mokhtari Abdessamed**, Influence des ajouts de fines minérales sur les Performances Mécaniques des Bétons Renforcés de Fibres Végétales de Palmier Dattier, 2006.

Références bibliographiques

[11] : **Yahiaoui Lamia**, Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss),2011.

[12] : **Didier HATSCH**, Interaction hôte/pathogène : étude du modèle *Humulus lupulus* / *Fusarium graminearum*. Identification, génomique et transcriptomique du pathogène, Docteur de l'Université Louis Pasteur Strasbourg I, 2004.

[13] : **ROUAM Kamila**, Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles,2014.

Chapitre II

[1] : **Sofien Bouzouita**, Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel, Pour obtenir le grade de DOCTEUR Spécialité Génie Des Matériaux, 19 décembre 2011.

[2] : **Raymond Hajj**, Procédés de Modification des Fibres naturelles (PROMOF), Unité de recherche Centre des Matériaux des Mines d'Alès (C2MA), 2018.

[3] : **Lisa VIDIL**, Etude de matériaux naturels 2D – Potentialités d'utilisation comme renfort de matériaux composites, École doctorale pluridisciplinaire, UNIVERSITE DES ANTILLES, 22 juillet 2019.

[4] : **HARRACHE Rabia**, Elaboration et Caractérisations des Composites à Matrice Polymère et à Renforts Végétal et Nanométrique Lamellaire, En vue de l'obtention du diplôme de MAGISTER, 2015

[5] : **Jérémie AUCHER**, « Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable i », Thèse de doctorat. Institut National des sciences Appliquées de Rouen,2009.

[6] **Beldjoud nedjmeddine & Ghadbane faith**, L'impact du traitement écologique à base du bicarbonate de sodium sur les propriétés des fibres végétales, 2020

[7] : **Pierre-Antoine FAUGERAS**, Valorisation des fibres lignocellulosiques de la pâte à papier, thèse docteur de l'université de limoges, 2012.

[8] : **Meriana beztout**, étude de l'effet du traitement chimique de la cellulose sur les propriétés physicomécaniques des composites pvc/cellulose, 2010.

[9] : **ZERDOUMI Naziha**, Elaboration de composites à base de PEBD: Etude des effets du taux de charges et des interactions à l'interface, En vue de l'obtention du diplôme de MAGISTER, 2015.

Chapitre III

- [1]: **Kalia S.** Lignocellulosic Composite Materials: Springer; 2017.
- [2]: **Bergamini, D.** 1964. The land and wildlife of Australia. Life Natural Library, New York (États-Unis).
- [3]: **Leon Costermans,** Trees of Victoria and adjoining areas, Frankston, Costermans publishing, 2006, 164 p.(ISBN 0959910549), p. 164
- [4] : **Jean-Marie Berthelot.** Mécanique des Matériaux et Structures Composites. Institut Supérieur des Matériaux et Mécaniques Avancés. Le Mans.France
- [5] : **Jérémie AUCHER,** « Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable i », Thèse de doctorat. Institut National des sciences Appliquées de Rouen,2009
- [6] : **Cf.** L'évolution du métier à tisser p.16 et La mécanique Jacquard p.17
- [7]: **Alix S, Philippe E,** Bessadok A, Lebrun L, Morvan C, Marais S. Effect of chemical treatments on water sorption and mechanical properties of flax fibres. BioresourTechnol 2009; 100:4742–9. doi: 10.1016/j.biortech.2009.04.067.

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ