

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Mohamed Boudiaf – M'sila

FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE CHIMIE
N° :.....



DOMAINE : SIENCE DE LA MATIERE
FILIERE : CHIMIE
OPTION : CHIMIE DE L'ENVIRONNEMENT.

Mémoire présenté pour l'obtention
Du diplôme de Master Académique

Par :

Fathi Er-romeysa
Boudjellal Hesna
Ben aissa Souheyr

Intitulé

Élaboration et caractérisation d'un matériau composite à base d'une résine thermodurcissables renforcé par la sciure de bois

Soutenu devant le jury composé de:

Mr Lebid Mahmoud	Université de M'sila	Président
Mr Benyahia Azzedine	Université de M'sila	Rapporteur
Mr Laib Nouri	Université de M'sila	Examineur

Année universitaire : 2019/2020

Remerciements

Nous tenons à remercier en premier lieu « Allah » le tout puissant de nous avoir donné la santé, le courage et la volonté pour préparer ce mémoire.

Nous tenons à présenter nos sincères remerciements à notre encadreur Mr Benyahia Azzedine, pour sa disponibilité, son écoute et ses conseils qui nous ont aidés tout au long de notre travail.

Nos remerciements s'adressent aussi aux membres du jury qui ont accepté d'évaluer ce mémoire.

Et tous ceux que l'on n'a pas cités Merci à vous.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

Ma merveilleuse et tendre mère, mon honorable et affectueux père

*Mes adorables sœurs Ibtissam, Omaima, Khadidja, mes chers frères Abd elhak et
Zino,*

Mon ange Nour

Ma chère grand-mère et mon cher grand-père

Mes tantes, oncles, cousins et cousines

Mes amis Chaima, Chahra, Hassna, Souheyr

Et tous ceux qui de près ou de loin ont contribué à la réalisation de ce travail

Er-romeysa



Dédicace

Je dédie ce travail

A ma chère mère et mon adorable père, qui sont la joie de ma vie et qui me procurent tant de soutien, d'amour et d'affection ; ma moindre réussite est le fruit de leur sacrifice, dévouement et persévérance ; je leurs dédie ce travail en signe d'une sincère reconnaissance et d'une gratitude éternelle.

Je dédie ce travail également à mes chères frères et sœurs : Badreddine, Nasserallah, Ahmed Islam, bouthyna, Imane et Wissal pour leurs encouragements et soutiens.

Sans oublier à tous mes amis qui j'ai passé les plus beaux moments avec eux.

Hesna



Dédicace

J'adresse mon vif remerciement à :

Mes chère parents pour l'affection et le soutien morale durant mes années d'études et pour l'éducation qu'ils m'ont prodigué.

A tout ma famille pour l'amour et le respect qu'ils m'ont toujours accordé.

Je n'oublierai pas d'associer dans mes remerciements mes collègues, les plus chers, et en particulier Er_romaissa, Hesna, Chahra, Omaima pour leur aide.

A toute personne m'a aide à franchir un horizon dans ma vie à tous ceux que j'aime.

Souheyr



ملخص

تهدف هذه المذكرة إلى التعرف على الطرق المستخدمة في معالجة الألياف النباتية من أجل استغلالها في تصنيع المواد المركبة ذات الخصائص الفيزيائية والميكانيكية الجيدة. اعتمدنا في هذا العمل على تجارب مختلفة لمجموعة من الباحثين الذين قاموا بدراسة تأثير المعالجة الكيميائية بالصودا على الألياف النباتية من أجل تطوير وتصنيف مواد مركبة جديدة تعتمد على البوليستر غير المشبع مقواة بنشارة الخشب. وحل مشكلة عدم التوافق في واجهة ألياف نشارة الخشب / البوليستر غير المشبع بواسطة هذه المعالجة من أجل الحصول على مواد مركبة ذات أداء ميكانيكي عالي.

الكلمات المفتاحية: المواد المركبة ، نشارة الخشب، بوليستر غير مشبع، الخصائص الميكانيكية.

Résumé

Cette mémoire est pour but d'identifier les méthodes utilisées dans le traitement des fibres végétales afin d'exploiter ces dernières dans la fabrication de matériaux composites avec de bonnes caractéristiques physiques et mécaniques.

Dans ce travail, nous nous sommes appuyés sur différentes expériences d'un groupe de chercheurs qui ont été étudié l'effet du traitement chimique de soude (NaOH) sur la fibre afin de développer et de caractériser de nouveau matériau composite à base de polyester insaturé renforcé par la sciure de bois et de résoudre le problème de l'incompatibilité dans l'interface de la sciure de bois /polyester insaturé. Pour afin d'obtenir des matériaux composites à haut rendement mécanique.

Mots Clés: Matériaux composites, la sciure de bois, polyester insaturé, comportement mécanique.

Abstract

The purpose of this brief is to identify the methods used in the processing of plant fibers in order to exploit them in the manufacture of composite materials with good physical and mechanical characteristics.

In this work, we relied on different experiments of a group of researchers who have studied the effect of the chemical treatment of soda (NaOH) on the fiber in order to develop and characterize new composite material based on unsaturated polyester reinforced by sawdust and solve the problem of incompatibility in the interface of sawdust / unsaturated polyester. For in order to obtain composite materials with high mechanical performance.

Key words: Composite materials, sawdust, unsaturated polyester, mechanical behavior.

Remerciements

Dédicace

Résumé

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Liste des symboles

Introduction générale..... 1

Chapitre I Généralités sur les fibres végétales

I.1 Définition de la fibre végétale 5

I.2 Classification des fibres végétales 5

I.3 Morphologie de la fibre végétale 6

I.4 Structure de la fibre végétale 7

I.5 Composition chimique de la fibre végétale 8

I.5.1 Cellulose 9

I.5.2 Hémicellulose 10

I.5.3 Pectines 10

I.5.4 Lignine 11

I.5.5 Cires 12

I.5.6 Extractibles 12

I.6 Applications des fibres végétales..... 12

I.7 Les avantages et les inconvénients des fibres végétales..... 13

I.8 Méthodes de modification de la surface des fibres végétales 14

I.8.1 Le traitement chimique des fibres végétales 14

I.8.1.1	Traitement alcalin	14
I.8.1.2	Traitement par le permanganate	16
I.8.1.3	Traitement par le silane	17
I.8.1.4	Traitement par l'acétylation	17
	Références	19

Chapitre II Les matériaux composites

II.1	Définition des matériaux composites	24
II.2	Constituants des matériaux composites	24
II.2.1	La matrice	25
II.2.1.1	Matrices organiques	25
II.2.1.1.1	Les résines thermoplastiques (TP)	26
II.2.1.1.2	Les résines thermostables (TS)	26
II.2.1.1.3	Les résines thermodurcissables (TD)	26
II.2.1.1.3.1	Les résines époxydes	26
II.2.1.1.3.2	Les résines de condensation	27
II.2.1.1.3.3	Les résines polyesters insaturés	27
II.2.1.2	Matrices minérales	28
II.2.2	Renforts	28
II.2.2.1	Différents types de renforts	29
II.2.3	Les charges	30
II.2.4	Les additifs	30
II.3	Préparation d'une résine polyester insaturé	31
II.3.1	Polymérisation de la résine polyester insaturé.....	31
II.3.1.1	Additifs	31
II.3.1.2	Mécanisme de polymérisation	32
II.4	Classification des matériaux composites	33
II.4.1	Classification suivant la forme des constituants	33

II.4.1.1 Composites à fibres	33
II.4.1.2 Composites à particules.....	33
II.4.2 Classification suivant la nature de la matrice.....	34
II.4.2.1 Composites à matrice organique (polymérique).....	34
II.4.2.2 Composites à matrice métallique.....	34
II.4.2.3 Composites à matrice céramique.....	34
II.5 Caractéristiques générales des matériaux composites.....	35
II.6. Paramètres affectant les propriétés des matériaux composites renforcés par des fibres végétales	35
II.6.1 La taille des fibres.....	35
II.6.2 L'orientation des fibres.....	35
II.6.3 Les différents traitements chimiques.....	36
II.7 Domaine d'utilisation des matériaux composites.....	37
II.8 Avantages et inconvénients des matériaux composites.....	37
Références.....	38

Chapitre III Matériels et méthodes

III.1 Essai d'absorption d'eau	44
III.2 Les essais mécaniques.....	44
III.2.1 Essai de traction.....	44
III.2.2 Essai de flexion.....	47
III.2.3 Essai de la dureté.....	49
III.2.4 Essai de compression.....	50
III.2.5 Mesure de l'impact.....	50
III.3 Essais thermiques.....	51
III.3.1 La conductivité thermique.....	51
Références.....	53

Chapitre IV Préparation des matériaux composites à base de la sciure de bois

IV.1 Fabrication et propriétés physiques et mécaniques d'un composite à base de matrice thermodurcissable (polyester insaturé) renforcé par la sciure d'agba.....	56
IV.1.1 Fabrication de la composite	56
IV.1.2 Résultats et discussions.....	57
IV.2 Traitements thermiques et chimiques pour les composites sciures / UP.....	58
IV.2.1 Préparations des composites	58
IV.2.2 Résultats et discussions.....	59
IV.3 Effet du traitement chimique sur les propriétés physiques et mécaniques d'un composite à base de matrice thermodurcissable (polyester insaturé) renforcé par la sciure de bois	60
IV.3.1 Préparations des composites	60
IV.3.2 Résultats et discussions.....	60
IV.4 Effet du volume de sciure sur les propriétés physique et mécaniques du matériau composite.....	61
IV.4.1 Préparations des composites	61
IV.4.2 Résultats et discussions.....	62
I.5 Etude de certaines propriétés mécaniques des composites sciure-polyester traités.....	62
IV.5.1 Préparations des composites	63
IV.5.2 Résultats et discussions.....	63
Références	65
Conclusion générale	66

Liste des figures

Figure. I.1. Classification des fibres végétales selon l'origine.....	6
Figure. I.2. Structure d'une fibre végétale au sein d'un faisceau	7
Figure. I.3. Structure de fibre végétale	8
Figure. I.4. Schéma de molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène	9
Figure. I.5. Structure d'un type de xyloglucane	10
Figure. I.6. Exemple de structure d'une chaîne de pectine (acide polygalacturonique) ...	11
Figure. I.7. Principales unités glucidiques constituant des pectines	11
Figure. I.8. Représentation des trois unités composant de la lignine	12
Figure. II.1. Représentation schématique d'un matériau composite	24
Figure. II.2. Différents types de matrices	25
Figure. II.3. Différents types de renforts	29
Figure. II.4. Réseau tridimensionnel d'une résine polyester insaturée	33
Figure. II.5. Classification des matériaux composites suivant la forme des constituants.	34
Figure. III.1. Machine de traction INSTRON 6959	46
Figure. III.2. Principe de l'essai de flexion 3 points	48
Figure. III.3. Essai de flexion sur machine de flexion de type Zwick	48
Figure. III.4. Duromètre universel	49
Figure. III.5. Essai de compression	50
Figure. III.6. Dispositif d'essai d'impact IZOD	51
Figure. III.7. Dispositif expérimental utilisé pour la mesure de la conductivité thermique ...	52
Figure. IV .1. Préparation d'un composite à base de la sciure de bois d'un moule	57
Figure. IV .2. Panneaux composites de sciure de bois	57
Figure. IV. 3. Les échantillons de composite	63

Liste des tableaux

Tableau I.1. Composition chimique de quelques fibres végétales	8
Tableau.II.1. Les avantages et les inconvénients des résines époxydes	27
Tableau.II.2. Les avantages et les inconvénients de polyesters insaturés	28

Liste des abréviations

PLA : Acide poly lactique.

ASTM : American Society for Testing Material.

APP : Ammonium polyphosphate.

MECP : Méthyle éthyle cétone peroxyde comme catalyseur.

MEB : Microscopie électronique à balayage.

MEKP : Peroxyde éthylique méthylique cétone.

UP : Polyester insaturé.

PP : Polypropylène.

TD : Résines thermodurcissables.

TP : Résines thermoplastiques.

TS : Résines thermostables.

RDM : Résistance des matériaux.

UV : Ultraviolets.

Liste des symboles

A : Absorption en %.

Δl : Allongement à la rupture.

ΔL : Allongement des éprouvettes (mm).

P : Charge appliquée sur l'éprouvette en (N).

P : Charge maximale à la flexion en (N).

σ : Contrainte (N/m²).

σ : Contrainte de rupture (GPa).

ε : Déformation (%).

ε : déformation de la longueur des éprouvettes.

L : Distance entre appuis en (mm).

L : Distance entre les appuis en (mm).

L₀ : Distance entre mords (mm).

ΔT : Écart de température entre surface chaude et surface froide (K).

E_c : Énergie absorbée par le choc en joules.

h : Épaisseur de l'éprouvette en (mm).

h : Épaisseur de l'éprouvette en (mm).

e : Épaisseur moyenne des deux éprouvettes (m).

f : Flèche en (mm).

ϕ : Flux de chaleur, égale à la moitié de la puissance électrique dissipée dans la plaque chaude (W).

F : Force de traction (N).

F : Force maximale en (N).

b : Largeur de l'éprouvette (mm).

b : Largeur de l'éprouvette en (mm).

l : Longueur finale de l'éprouvette.

l₀ : Longueur initiale de l'éprouvette.

E : Module d'élasticité (MPa).

E : Module d'Young (MPa).

I : Moment d'inertie.

D : Poids du spécimen après conditionnement.

W : Poids saturé du spécimen.

α_{iu} : Résistance au choc d'éprouvettes lisses en kN/m.

S : Section de l'éprouvette en (mm²).

S : Section rompue (mm²).

S : Surface de la zone centrale de chauffe (m²).

S : Surface ou section (mm²).



Introduction générale



Depuis leur avènement dans les années trente et jusqu'à nos jours, les matériaux composites ont fortement participé au développement de nos technologies. Les matériaux composites sont de plus en plus utilisés, notamment dans les domaines industriels (automobile, transports, bâtiment et les travaux publics, ferroviaires, maritimes, aériens et spatiaux.....) [1]. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, maintenance réduite, liberté de formes, et l'insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants. Ils permettent d'augmenter la durée de vie de certains équipements grâce à leurs propriétés mécaniques et chimiques. Ils contribuent au renforcement de la sécurité grâce à une meilleure tenue aux chocs et au feu. Ils offrent une meilleure isolation thermique ou phonique et pour certains d'entre eux, une bonne isolation électrique. S'adaptant parfaitement à toute sorte d'environnement, même les plus hostiles.

L'utilisation de fibres végétales comme renfort de matériaux composites présente plusieurs avantages. Premièrement, révolutionne peu à peu le paysage industriel, notamment dans l'automobile où le facteur environnement est une valeur forte, outre le critère de légèreté auquel répondent idéalement les fibres végétales, ces dernières participent à l'amélioration de la recyclabilité des véhicules. Ces fibres sont largement disponibles à faible coût et leur utilisation en construction constitue de nouveaux débouchés pour les matières agricoles d'autre part, D'autre part, la valorisation des fibres végétales permet la réduction des impacts environnementaux par rapport aux composites conventionnels puisque ce sont des matières premières renouvelables, biodégradables, neutres vis-à-vis des émissions de dioxyde de carbone (CO₂) et demandant peu d'énergie pour être produites. Dans les pays moins industrialisés, les fibres végétales sont une alternative économique et surtout écologique aux fibres synthétiques traditionnelles (fibres métalliques, minérales ou polymériques) [2]. De nos jours, plusieurs types de fibres végétales sont utilisées : le lin, le chanvre, le jute, le sisal, le kenaf, le bois.

De nouvelles idées ont vu le jour, tendant à développer d'autres types d'utilisations en utilisant les produits de la sciure de bois comme renforts de polymères. Les composites de la sciure de bois-polymère trouvent leurs principales applications dans les domaines du bâtiment (lames de terrasse, portes, fenêtres, etc.) et de l'industrie automobile (panneaux de porte, planchers intérieurs, etc.).

Cependant, le manque d'adhésion avec les matrices polymères est une difficulté qui peut empêcher un large usage des fibres de la sciure de bois dans les composites. Le caractère hydrophobe de la majorité des polymères et le caractère hydrophile des fibres de la sciure de

bois affectent négativement l'adhésion. En effet, le manque de compatibilité entre les deux matériaux engendre des défauts de transfert de charge à l'interface et génère de mauvaises propriétés mécaniques à l'échelle des composites. En conséquence, un traitement préalable des renforts de la sciure de bois est souvent nécessaire dans la fabrication des composites sciures de bois-polymère. De nombreuses études ont été menées sur le sujet. Pour minimiser ces problèmes, la modification de la surface des fibres est généralement nécessaire afin d'améliorer leur adhésion avec la matrice polymérique et réduire l'absorption d'humidité et l'amélioration des propriétés mécaniques de composites. Il a été démontré qu'un traitement approprié appliqué sur les fibres peut entraîner une compatibilité avec la matrice polymère, ce qui améliore la qualité des composites. Des méthodes variées comme le traitement alcalin, le traitement avec des silanes ou encore avec d'autres produits chimiques ont permis d'améliorer la compatibilité des fibres avec la matrice polymérique [3,4].

L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet de la modification chimique de fibre de la sciure de bois par la soude sur les propriétés physico-mécanique des composites polyester/fibre de la sciure de bois.

Notre travail en quatre chapitres présentés comme suit:

- Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique sur les fibres végétales.
- Le deuxième chapitre est généralité sur les matériaux composites.
- Le troisième chapitre est les matériels et les méthodes.
- Le quatrième chapitre est représenter la discussion des résultats de différents études passées pour la préparation des matériaux composites à base de fibre de la sciure de bois.

Références

- [1] M. Marzano, « Les matériaux Composites », Dossier pédagogique, ANFA, 2014, p89.
- [2] C. Magniont, « Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources », Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France, 2010, p343.
- [3] F.Saulnier, « Influence de traitements physico-chimiques des renforts sur le comportement mécanique des composites à base de co-produits de bois », Thèse de doctorat, Université Blaise Pascal, 2013, p207.
- [4] Y.Xie, A.S.Callum, Z.Xiao, H.Militz, C.Mai, « Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing », Vol. 41, 2010, p806– 819.



Chapitre I

Généralités sur les fibres végétales



Les fibres naturelles peuvent être classées selon leur nature (végétale, animale et minérale), et dans le cadre de ce chapitre nous nous intéressons au type de fibre végétale. De nos jours, il existe plusieurs types de fibres végétales qui sont utilisées dans divers domaines industriels: le lin, le chanvre, le jute, le sisal, le kenaf, le bois [1].

Dans ce chapitre, après rappel de la définition de fibres végétales, nous décrivons succinctement la classification de fibres végétales, leur morphologie ainsi que leur structure et leurs composants. En outre nous apporterons un aperçu sur leurs applications et leurs avantages et inconvénients. Enfin nous mentionnons les méthodes de modification de la surface des fibres végétales.

I.1 Définition de la fibre végétale

Les fibres végétales sont des structures fibreuses biologiques constituées de trois composants de base de la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Elles sont également composées de petites proportions de matières extractibles, de protéines et de certains composés inorganiques. Les proportions de ces composants varient considérablement selon le type de fibres végétales (jute, bois, sisal, knaf, etc.) et leur âge [2].

I.2 Classification des fibres végétales

Il existe plusieurs critères de différenciation des fibres

I.2.1 Selon l'organe de la plante dont elles sont issues

Les fibres végétales produites dans le monde proviennent de quatre origines principales comme représenté sur la figure. I.1 :

- Les fibres provenant des graines (coton, kapok) ;
- Les fibres extraites de feuilles (sisal, abaca) ;
- Les fibres libériennes extraites de liber de plantes (lin, chanvre, jute, ramie) ;
- D'enveloppes de fruits (noix de coco) ou les fibres dures extraites des tiges de plantes [3,4].

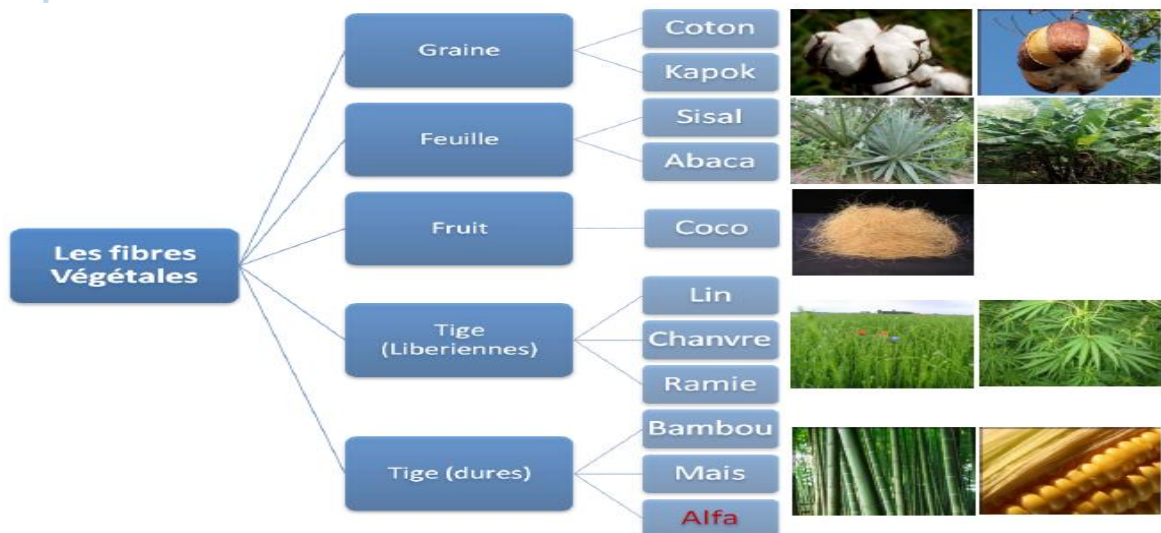


Figure. I.1. Classification des fibres végétales selon l'origine [3].

I.2.2 Selon leur teneur en cellulose, en hémicellulose et en lignine

Les fibres végétales peuvent être classées en deux catégories selon leur teneur de lignine :

- Les fibres ligneuses (dures et rigides) provenant de matériels ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois ;
- Les fibres non ligneuses (douces, souples) issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que le kénaf, le chanvre, le sisal, le jute et le lin [5].

I.2.3 Selon leur longueur

Les fibres végétales peuvent être classées en deux catégories selon leur longueur :

- Les fibres longues (appelées libérienne) provenant des tiges et d'écorce de tiges de plantes annuelles. Elles sont douces. Et aussi les fibres longues issues de feuilles ou de troncs d'arbre. Elles sont plus rigides à cause de leur richesse en lignine ;
- Les fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues [5].

I.3 Morphologie de la fibre végétale

Sur le plan morphologique, la fibre végétale présente une variabilité très importante dans leurs dimensions telles que le changement de la longueur et du diamètre des fibres du bas vers le haut. Se caractérise aussi par la variabilité de l'épaisseur de sa paroi cellulaire ; Cela peut s'expliquer par le fait que la croissance et l'épaisseur de la paroi cellulaire dépendent de l'accumulation de produits métaboliques (cellulose, hémicellulose, lignine, etc.), qui augmentent avec la maturité ainsi que des conditions environnementales de croissance des plantes. La morphologie des fibres végétales peut constituer une donnée importante pour bien appréhender les transferts de contrainte aux interfaces fibre-matrice [6,7].

I.4 Structure de la fibre végétale

La fibre végétale est un composite renforcé par les microfibrilles cristallines à base de cellulose, ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogènes et covalentes à la lignine, ces liaisons fournissent la résistance et la rigidité nécessaires aux fibres [8,9].

Les fibres sont constituées d'une paroi primaire très fine, et d'un espace vide au centre, le lumen, et d'une paroi secondaire composée de trois couches notées S1, S2 et S3. Les fibres utilisées dans les composites sont extraites essentiellement de la couche S2 qui est la plus épaisse. C'est aussi dans cette couche S2 que le taux de cellulose est le plus important [10].

D'après la figure. I.2 les fibres sont liées les unes aux autres au sein de faisceaux par une couche appelée lamelle mitoyenne.

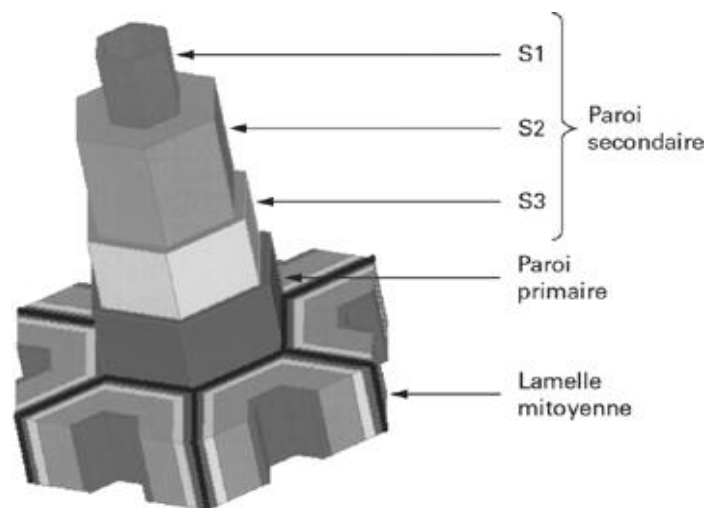


Figure. I.2. Structure d'une fibre végétale au sein d'un faisceau [1].

Les différentes couches sont composées en proportions variables de lignine, cellulose, hémicellulose et pectine. On trouve également des produits d'extraction (constituants secondaires des bois ou autres végétaux, pouvant en être extraits par dissolution dans l'eau, l'éther, l'éthanol ou le benzène, à froid ou à température peu élevée) et de la matière inorganique en faible quantité.

Les parois primaire et secondaire contiennent une armature formée de microfibrilles de cellulose, dans une matrice contenant des hémicelluloses et de la lignine; cette structure simplifiée est représentée schématiquement sur la figure. I.3. Les microfibrilles sont parallèles les unes aux autres et forment avec l'axe de la fibre un angle appelé angle microfibrillaire.

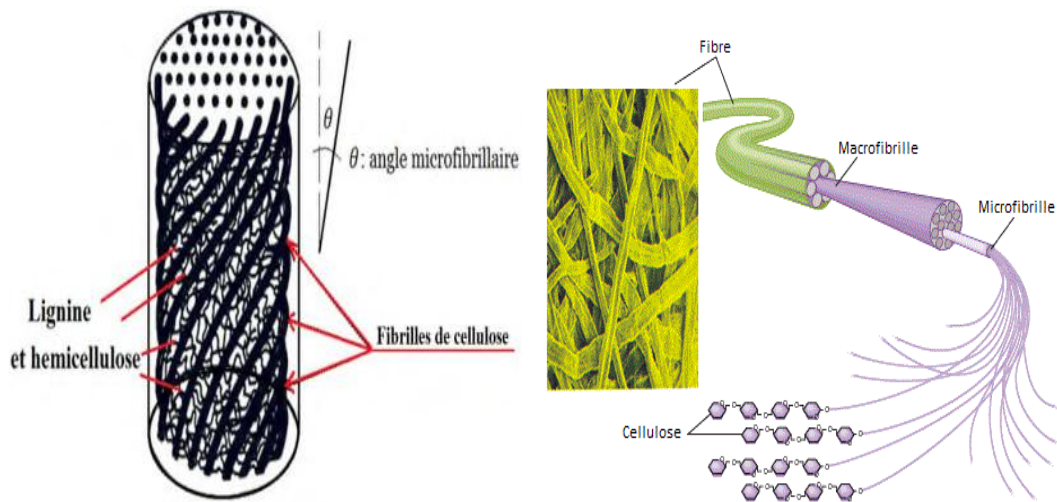


Figure. I.3. Structure de fibre végétale [11,12].

L'angle micro fibrillaire va conditionner les propriétés des fibres au niveau macroscopique. En général, pour des fibres ayant le même pourcentage de cellulose, plus cet angle sera faible, plus la résistance et la rigidité seront élevées, et plus l'angle sera grand, plus l'allongement à la rupture sera important [1].

I.5 Composition chimique de la fibre végétale

Les fibres naturelles se composent principalement de cellulose, d'hémicellulose et de lignine et de pectine et leurs proportions varient d'une espèce à une autre (tableau I.1). Les propriétés de chaque constituant contribuent à la propriété globale de la fibre. L'hémicellulose est responsable de la biodégradation, l'absorption d'humidité, et la dégradation thermique de la fibre. La lignine, thermiquement plus stable, est le responsable de la dégradation par les ultraviolets (UV). Il existe également des quantités faibles en protéines, extractibles et quelques composés inorganiques [9].

Tableau I.1. Composition chimique de quelques fibres végétales [13].

Fibres	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Pectine (%)
Genêt d'Espagne	44.5	16.3	18.5	13.3
Jute	70	14	18	2
Cotton	93	3	1	3
Lin	71	19	2	1
Ramie	75	15	1	2
Sisal	73	13	7	1
Alfa	45	24	24	-

I.5.1 Cellulose

La cellulose est le constituant qui assure la protection et le soutien dans les organismes végétaux. Se situe dans la paroi des fibres et constitue la substance organique la plus abondante dans la nature puisqu'on estime sa production mondiale à environ $1,3 \cdot 10^{10}$ Tonne par ans.

La cellulose est un homopolysaccharide composé d'unités β -D glucopyranose liées entre elles par une liaison glycosidique β sa formule brute est $(C_6H_{10}O_5)_n$ (figure. I.4). Les chaînes individuelles de cellulose sont associées par des liaisons hydrogène en micro fibrilles, elles-mêmes associées entre elles pour former des fibres ou des parois cellulaires. Ces parois sont incluses dans une matrice amorphe constituée d'hémicelluloses, de pectines, de lignine et parfois de protéines [14].

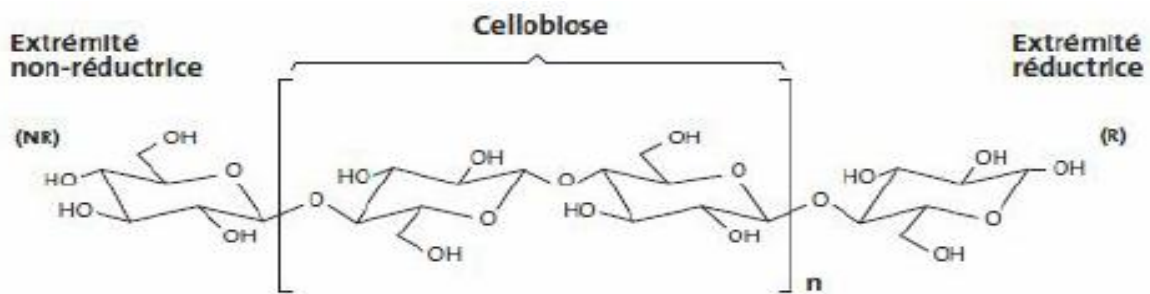


Figure. I.4. Schéma de molécules de cellulose, avec ses liaisons hydrogène [15].

➤ Utilisations

La cellulose est une matière première industrielle importante. Les fibres de cellulose sont utilisées sous forme de fibres brutes pour la fabrication de pâte à papier. Elles sont également employées après transformation dans l'industrie chimique pour la fabrication de matières plastiques: acétate de cellulose, celluloïd, cellophane, rholoïd... ainsi que dans la fabrication de fibres textiles artificielles : acétate de cellulose, viscose, lyocell, modal, rayonne... Les fibres de cellulose transformées sont, par ailleurs, utilisées comme précurseurs pour la production de fibres de carbone.

Et aussi utilisé pour produire :

- ✓ Les matériaux de friction (freins) ;
- ✓ les nappes tramées, les produits d'isolation thermique et phonique ;
- ✓ des produits divers utilisés en industrie agroalimentaire, comme les boyaux artificiels pour la charcuterie ;
- ✓ des additifs alimentaires (agents de texture) ;

✓ les films pour pellicules photographiques [16].

I.5.2 Hémicellulose

Les hémicelluloses sont les polysaccharides présents dans la paroi végétale et ne sont ni la cellulose ni la pectine, parmi lesquelles se trouvent les xylanes, les germains, l'arban, les galactanes et les glucanes. Les hémicelluloses caractérisés par des masses molaires inférieures à la cellulose et une structure moins régulières par la présence de différentes unités dans leurs chaînes et/ou de ramifications et ainsi que sa solubilité dans le milieu alcalin, Ils ont une possibilité de création de liaisons hydrogènes et jouent un rôle fondamental dans le maintien d'une architecture pariétale organisée en liant les fibrilles de cellulose entre elles. Ils sont constitués d'une chaîne principale composée d'unités glucose liées en β - (1-4) et de courtes chaînes latérales composées de xylose, galactose et fucose [17,18]. La figure. I.5 présente un exemple de structure d'un type de xyloglucane.

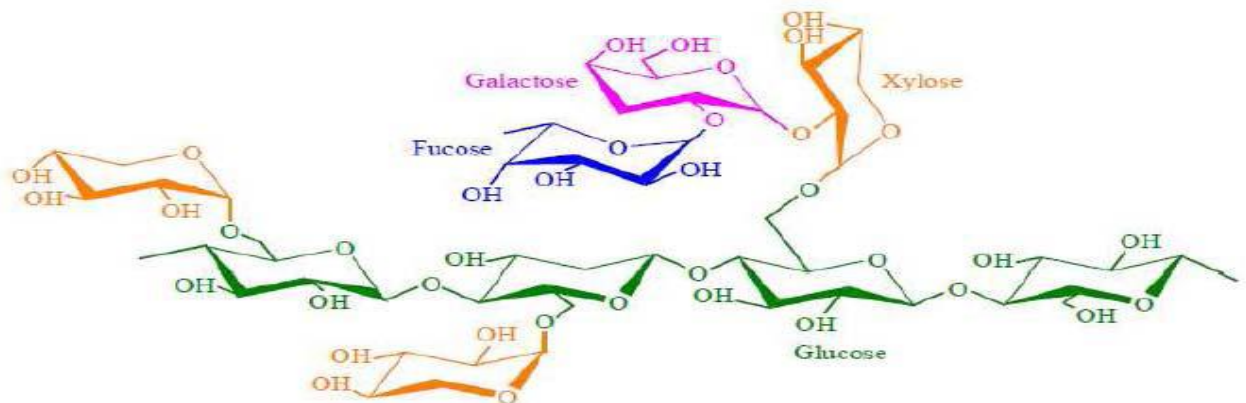


Figure. I.5. Structure d'un type de xyloglucane [19].

➤ Utilisations

Les hémicelluloses sont utilisées comme additifs alimentaires, épaississants, émulsifiants, agents gélifiants, adhésifs et adsorbants dans des domaines comme la médecine, l'agroalimentaire, la cosmétique et la pharmacie. Les hémicelluloses sont aussi utilisées pour l'obtention de dérivés esters ou éthers [17].

I.5.3 Pectines

Les pectines sont les hétéro-polysaccharides qui se trouvent généralement dans les parois cellulaires primaires des fibres végétales sauf le bois. Les pectines jouent un rôle capital dans l'architecture de la paroi végétale et le rôle de ciment intercellulaire et contribuent à la cohésion des tissus végétaux. La structure des pectines dépend de l'espèce végétale et ces substances pectiques sont présentes avec des proportions variées dans la plupart des végétaux (environ 1% dans le bois).

Les pectines sont les composés les plus hydrophiles dans les fibres végétales en raison de la présence de groupes acide carboxylique. La figure. I.6 présente un exemple de structure de pectine [20,21].

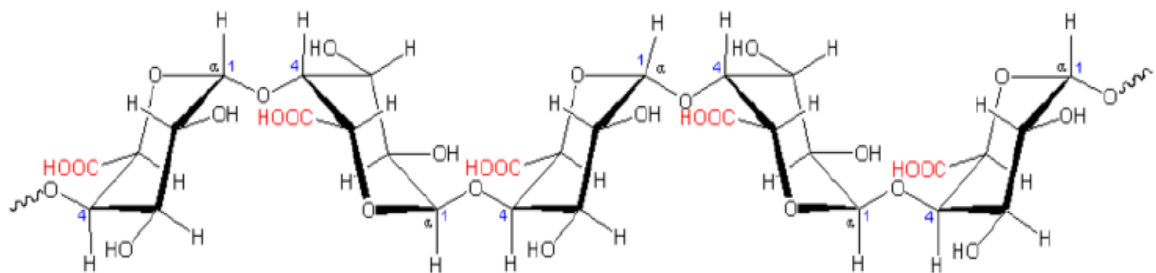


Figure. I.6.Exemple de structure d'une chaîne de pectine (acide polygalacturonique) [21].

La figure. I.7 représente les principales unités glucidiques constituant des pectines

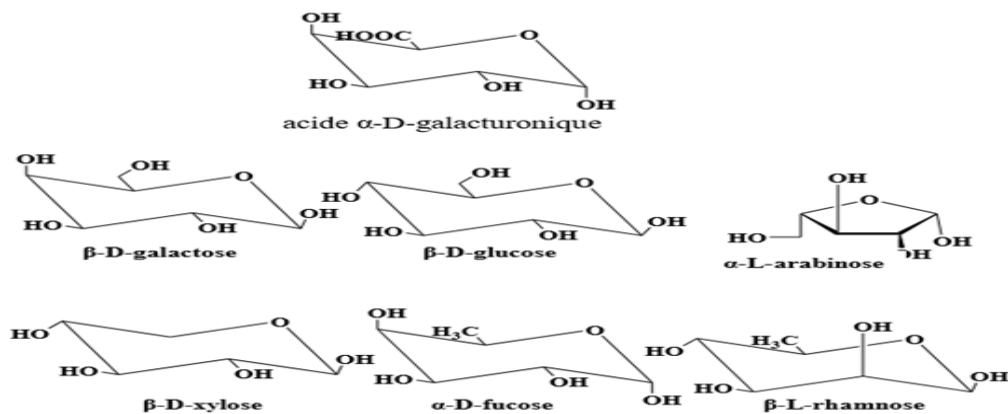


Figure. I.7.Principales unités glucidiques constituant des pectines [20]

I.5.4 Lignine

La lignine est un hétéro polymère phénolique complexe qui varie en fonction de l'espèce végétale, de l'âge du végétal, des conditions climatiques environnantes, La lignine représente une grande partie du carbone organique total dans la biosphère. Ses propriétés mécaniques sont plus faibles que celles de la cellulose [17,22].

Les lignines sont des polymères tridimensionnels provenant de la polymérisation radicalaire de trois unités monomères phénoliques; ces unités sont indiquées sur la figure. I.8 : l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique. Les unités aromatiques respectives de ces alcools dans la lignine sont le p-hydroxyphényl (H), le guaiacyl (2-méthoxy-phényl) (G), et le syringyle (2,6-diméthoxyphényl) (S). Ces unités phénoliques sont liées d'une manière covalente par différents types de liaisons d'éther et de carbone-carbone. Une des structures admises actuellement est celle proposée par Adler en 1977 La présence des liaisons carbone-carbone entre les unités rend la dégradation de la lignine en fragments de petites masses molaires difficile car ces liaisons sont stables et difficiles à couper [23].

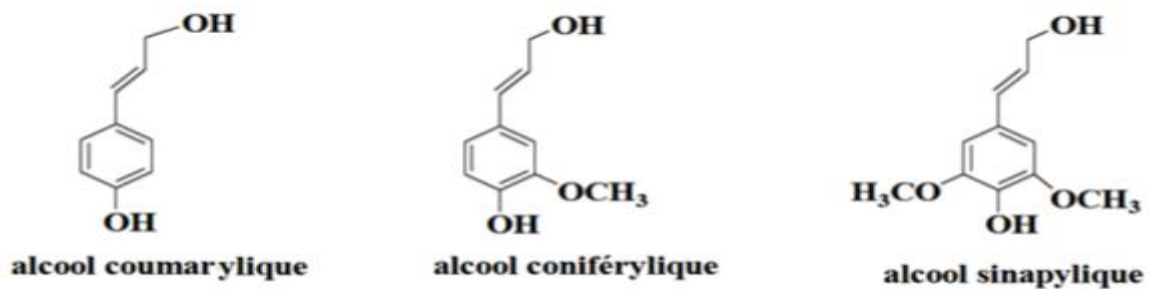


Figure I.8. Représentation des trois unités composant de la lignine [24]

A cause de son caractère plutôt hydrophobe, la lignine entraîne une résistance à l'eau et contrôle aussi le transport des solutions ainsi que la teneur en eau des plantes. Enfin, elle participe à la cohésion des fibres dans la partie boisée (ou chènevotte) [19].

I.5.5 Cires

Les cires appelées épicuticulaires sont des lipides qui recouvrent la couche externe des surfaces aériennes de toutes les plantes. La couche de cire a de nombreuses fonctions comme la protection des plantes contre les conditions environnementales et les attaques d'insectes. Par ailleurs, les cires épicuticulaires des feuilles jouent un rôle important dans l'interaction chimique plante-insecte.

Les lipides de surface des plantes sont extrêmement divers. Ils comprennent des composés aliphatiques alicycliques et à longue chaîne. Parmi les lipides les plus courants se trouvent les hydrocarbures, les esters de cire, les cétones, les alcools et les acides gras. Et parmi les lipides moins courants se trouvent les hydroxy cétones, les esters méthyliques et éthyliques d'acides gras et d'acide benzoïque, les estolides et d'autres composés, ont également été identifiés [25]. La structure et la composition de la couche des cires peuvent varier tout au long de la plante et de la tige [26].

I.5.6 Extractibles

Ce sont des molécules de faible masse molaire. Ils représentent 2 à 5 % de la masse sèche. La plupart de ces extractibles sont solubles dans l'eau ou des solvants organiques. La composition en extractibles varie en fonction de l'essence considérée et influe sur la couleur et l'odeur. Il s'agit de tanins, de pectines, de sucre et d'autres composés [27].

I.6 Applications des fibres végétales

L'utilisation des fibres végétales dans les matériaux composites est de plus en plus courante, notamment dans l'industrie d'automobile. Ces principales applications sont les suivantes :

- ✓ Garnissage des coffres;



- ✓ Revêtement pour plancher;
- ✓ Revêtement pour parois intérieures;
- ✓ Revêtement pour passage des roues;
- ✓ Habillage des sièges;
- ✓ Garnitures;
- ✓ Rembourrages en mousse;
- ✓ Filtre à huile (pour la transmission);
- ✓ Moquette de garnissage des panneaux de portières,
- ✓ Capitonage des panneaux de portières routières et ferroviaires;
- ✓ Tableaux de bord (injection de granulés) ;
- ✓ La firme Mercedes-Benz utilise des composites renforcés par des fibres de lin et de sisal pour les garnitures intérieures des portières de la Mercedes classe A [24].

I.7 Les avantages et les inconvénients des fibres végétales

Les fibres végétales présentent de nombreux avantages qui les rendent attractives pour une application industrielle, Il peut être utilisé comme renfort, mais elles ont aussi de nombreux inconvénients. Les fibres végétales ont un avantage économique certain, leur coût de production est beaucoup plus faible que pour les fibres synthétiques.

- **Les avantages** [24,28]

- ✓ Faible coût ;
- ✓ Propriétés mécaniques spécifiques importantes ;
- ✓ Biodégradabilité ;
- ✓ Non abrasif ;
- ✓ Bilan CO2 faible ;
- ✓ Pas de résidu après incinération ;
- ✓ Demande peu d'énergie pour être produite ;
- ✓ Non irritant lors de la manipulation des Fibres ;
- ✓ Bonne isolation thermique et acoustique ;
- ✓ Ressource renouvelable ;
- ✓ Faible densité ;
- ✓ Stock disponible important;
- ✓ Découpage et usinage faciles.

- **Les inconvénients** [24,28]

- ✓ Fort comportement hydrophile (Absorption d'eau) ;
- ✓ Faible stabilité dimensionnelle ;



- ✓ Biodégradabilité ;
- ✓ Faible tenue thermique ($< 230^{\circ}\text{C}$) ;
- ✓ Fibres anisotropes;
- ✓ Variation de la qualité dépendant des conditions de croissance de la plante ;
- ✓ Demande un contrôle pour une application industrielle ;
- ✓ Renfort discontinu ;
- ✓ Mauvaise tenue en vieillissement.

I.3 Méthodes de modification de la surface des fibres végétales

Il existe différentes méthodes de traitement des fibres végétales, parmi lesquelles les traitements chimiques. Parmi différentes méthodes de traitements chimiques de surface qui modifient les performances des fibres végétales: le traitement alcalin, le traitement aux iso cyanates, le traitement au permanganate et l'acétal.

I.8.1 Le traitement chimique des fibres végétales

Le traitement chimique des fibres végétales agit comme une modification de la cellulose, principal composant des fibres. Les effets des traitements chimiques provoquent des modifications des propriétés mécaniques des fibres:

- Diminution des propriétés de traction. Cette diminution est due au retrait et à la dégradation des chaînes pendant la chimiothérapie.
- L'allongement augmente lorsque ces fibres sont généralement cassées.

En outre, le traitement chimique permet de nettoyer la surface de la fibre, de modifier sa composition chimique, d'abaisser l'absorption de l'eau, d'amélioration de la rigidité des fibres [30].

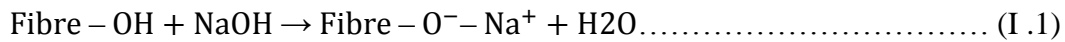
I.8.1.1 Traitement alcalin

Le traitement des fibres le plus couramment utilisé est le traitement alcalin également appelé mercerisation. La définition standard de mercerisation proposée par ASTM D 1965 est: le processus de soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse assez concentrée d'une base forte, pour produire un grand gonflement avec des changements résultants dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés mécaniques. La mercerisation conduit à:

- ✓ Une brillance qui provoque la décomposition du faisceau de fibres composites en fibres plus petites.
- ✓ Réduire le diamètre des fibres, ce qui augmente le rapport d'aspect, ce qui conduit au développement d'une topographie de surface rugueuse qui se traduit par une meilleure adhérence d'interface fibre-matrice et une augmentation des propriétés mécaniques.

✓ Augmenter le nombre de sites réactifs possibles et permet un meilleur mouillage des fibres [31-34].

L'addition de l'hydroxyde de sodium (NaOH) à la fibre végétale favorise l'ionisation du groupe d'hydroxyle selon la formule (I .1) suivante :



De plus, La mercerisation provoque des changements dans le degré cristallinité. L'augmentation de l'indice de cristallinité en pourcentage des fibres traitées aux alcalis se produit en raison de l'élimination sur les matériaux de cimentation, ce qui conduit à un meilleur tassement des chaînes cellulosiques. Le traitement avec NaOH entraîne une diminution de l'angle en spirale, et une augmentation de l'orientation moléculaire et a un effet durable sur les propriétés mécaniques des fibres, principalement sur la résistance et la rigidité des fibres. Ce traitement permet d'éliminer les constituants indésirables de la fibre, telles que la cire, une partie de la lignine, l'hémicellulose et la pectine. L'élimination de ces composants est nécessaire car du fait de leur structure amorphe, ils conduisent à une résistance en traction plus faible, La rupture de la liaison hydrogène dans la structure de réseau des fibres [31-34].

Une bonne quantité de caractère aléatoire est introduite dans l'orientation des cristallites en raison de l'élimination des matières non cellulosiques. Les modules élastiques des fibres, par exemple, devraient augmenter avec l'augmentation du degré d'orientation moléculaire. Les fibres cellulosiques bien orientées comme le lin ont un module d'Young beaucoup plus élevé que les fibres à orientation moyenne, comme le coton. En plus de la modification de l'orientation et de la consolidation des points faibles, d'autres facteurs importants concernant les propriétés mécaniques pourraient être la longueur et le degré de cristallinité des cristallites ainsi que l'élimination des fractions de cellulose à un très faible degré de polymérisation [31-34].

L'hémicellulose s'est révélée très sensible à l'action de la soude alcaline, qui n'exerce qu'un léger effet sur la lignine ou l' α -cellulose. Le traitement alcalin des fibres de jute, par exemple, font état de l'élimination de la lignine et de l'hémicellulose qui affecte les caractéristiques de traction des fibres. Lorsque les hémicelluloses sont éliminées, la région inter fibrillaire est probablement moins dense et moins rigide et rend ainsi les fibrilles plus capables de se réorganiser dans le sens de la déformation en traction [31-34].

D.Ray et al [33] ont été intéressés par le traitement des fibres de jute pendant leur traitement alcalin avec une solution de NaOH à 5% pendant 0, 2, 4, 6 et 8 heures à 30 ° C. Le module des fibres de jute s'est amélioré respectivement de 12, 68 et 79% après 4, 6 et 8 h de traitement. La ténacité des fibres s'est améliorée de 46% après 6 et 8 h de traitement et le% de déformation à la rupture a été réduit de 23% après 8 h de traitement. Pour 35% de composites

avec 4 h de fibres traitées, la résistance à la flexion s'est améliorée de 199,1 à 238,9 MPa de 20%, le module s'est amélioré de 11,89 à 14,69 GPa de 23% et la résistance au cisaillement laminaire est passée de 0,238 à 0,283 MPa de 19%.

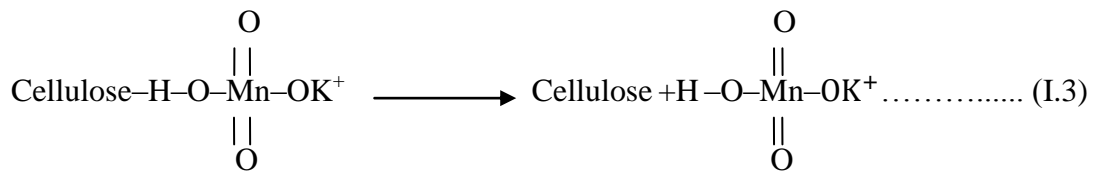
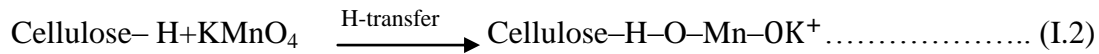
A. Benyahia et al [35] ont été intéressés par le traitement des fibres d'alfa par une solution de NaOH à 1, 3, 5 et 7% (en poids) pendant 24 heures à 25 ° C, en maintenant un rapport de liqueur de 15: 1. Les fibres ont été lavées plusieurs fois avec de l'eau pour éliminer toute solution alcaline collant à leur surface, neutralisées avec de l'acide acétique dilué puis lavées à nouveau avec de l'eau. Enfin, les fibres résultantes ont été séchées à 80 ° C pendant 48 h. Les résultats obtenus ont montré que Les propriétés de traction et de flexion de leurs composites ont été augmentées après un traitement alcalin et sont devenues meilleures pour un traitement alcalin à 7%. Par rapport aux composites de fibres non traitées, l'augmentation des résistances à la traction et à la flexion du composite traité à 7% était respectivement d'environ 30% et 50%; qui étaient dus à une forte amélioration de l'adhérence interfaciale de la fibre avec la résine polyester.

M. Rokbi et al [36] ont été traités les fibres Alfa avec des solutions de NaOH à différentes concentrations (1, 5 et 10%) et durant des périodes d'immersion de 0, 24 et 48h. Après traitement, les fibres sont rincées à l'eau distillée. Les traces de NaOH sont neutralisées par une solution d'eau distillée à 2% d'acide sulfurique durant 10 min. Par la suite, les fibres sont séchées à 60°C pendant 6 heures. Les résultats montrent que la contrainte et le module de flexion du composite renforcé par des fibres traitées à 10% de NaOH durant 24h s'améliorent de l'ordre de 60% et de 62% respectivement comparés à ceux du composite à renfort non traité. En revanche, pour un traitement des fibres (NaOH à 5%) durant 48h, les propriétés mécaniques du composite diminuent. Cette diminution est liée principalement à la réduction de la lignine qui lie les fibrilles de cellulose.

I.3.1.1 Traitement par le permanganate

C'est l'une des meilleures technologies qui produisent un verrouillage mécanique entre les fibres et la matrice, et à partir de là, les liaisons entre les fibres végétales traitées et la matrice sont améliorées, car le permanganate stimule les réactions de greffage entre elles. Le permanganate, comme le permanganate de potassium (KMnO_4), rend la surface des fibres végétale rugueuse, et améliorer des propriétés de traction des composites [37,38].

Le permanganate est un composé qui contient le groupe permanganate MnO^{-4} . Le traitement au permanganate conduit à la formation de radicaux cellulosiques par la formation d'ions MnO^{-3} . Ensuite, des ions Mn^{+3} hautement réactifs sont responsables de l'initiation de la copolymérisation par greffage, comme indiqué dans les réactions (I.2) et (I.3)

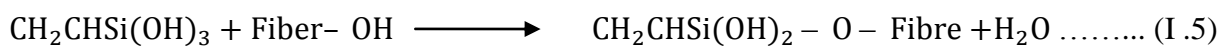


La plupart des traitements au permanganate sont effectués en utilisant une solution de permanganate de potassium (KMnO4) (dans l'acétone) à différentes concentrations avec une durée de trempage allant de 1 à 3 min après un prétraitement alcalin [37,38].

I.8.1.3 Traitement par le silane

Le silane est un composé chimique de formule chimique SiH₄. Ils sont utilisés comme agents de couplage pour améliorer l'adhérence entre les fibres naturelles et la matrice polymère [40,41] stabilisant le matériau composite [42].

Les agents de couplage silane peuvent réduire le nombre de groupes hydroxyle de cellulose dans l'interface fibre-matrice. En présence d'humidité, un groupe alcoxy hydrolysable conduit à la formation de silanols. Le silanol réagit ensuite avec le groupe hydroxyle de la fibre, formant des liaisons covalentes stables à la paroi cellulaire qui sont chimisorbées sur la surface de la fibre [40]. Les schémas de réaction sont donnés dans les équations (I .4) et (I .5) suivantes :



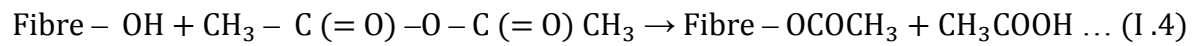
L'absorption de silane dépend de plusieurs facteurs, comme la température et le pH, le temps d'hydrolyse. Agrawal et al ont étudié l'effet de la modification chimique des fibres de palmier par le silane. Ils ont démontré que ce type de traitement augmente la compatibilité entre les fibres et la résine, et améliore la résistance de traction et la stabilité thermique des composites [43].

I.8.1.4 Traitement par l'acétylation

Le traitement par acétylation est une méthode utilisée pour modifier la surface des fibres végétales afin de la rendre moins hydrophile, et l'augmentation la stabilité dimensionnelle et thermique des composites [43], l'amélioration de l'adhésion fibre/matrice [44].

Dans la technique d'acétylation, la fibre végétale est trempée dans de l'anhydride acétique. L'anhydride acétique est préféré à l'acide acétique car ce dernier ne réagit pas suffisamment avec la cellulose. La modification chimique avec de l'anhydride acétique $\text{CH}_3 - \text{C} (= \text{O}) - \text{O}$

– C (= O) CH₃ remplace les groupes hydroxyle polymère de la paroi cellulaire par des groupes acétyle, modifiant les propriétés de ces polymères afin qu'ils deviennent hydrophobes [37]. La réaction de l'anhydride acétique avec la fibre est indiquée dans l'équation (I.4).



Références

- [1] C. Magniont, « Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources », Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France, 2010, p343.
- [2] F. Michaud, « Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post formage », Thèse Phd, univ Laval, 2003, p256.
- [3] M. Dallel, « Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil », Thèse de doctorat, Université de Haute Alsace - Mulhouse, 2012, p141.
- [4] C. Baley, «Fibres et renforts végétaux Solutions composites », Fibres Recherche Développement (FRD), Troyes – France, Mars 2012, p28.
- [5] L. Yahiaoui, « Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss) », Mémoire de magister, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, 2011, p96.
- [6] k. Charle, c. Morvan, J. Breard, J.P. Jernot, M. Gomina, «Etude morphologique d'un composite naturel la fibre de lin, revue des composites et des matériaux avancées», Vol16, 2006, p11-24.
- [7] C. Ververis, K. Georghiou, N. Christodoulakis, P. Santas, R. Santas, «Fiber dimensions, lignin and cellulose content of various plant materials and their suitability for paper production », Industrial Crops and Products, 2004, p245-254.
- [8] A. K. Bledzki, J. Gassan, «Composites reinforced with cellulose based fibres», Prog. Polym. Sci, 1999, p 221–274.
- [9] D. N. Saheb, J. P. Jog, « Natural fiber polymer composites: A review », Advances in Polymer Technology, Vol. 18, 1999, p351–363.
- [10] D.C. Nguyen, « Caractérisation de l'interface fibre/matrice. Application aux composites polypropylène/chanvre », thèse de doctorat, l'université de technologie de troyes, 2016, p125.
- [11] C. Baley, « Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites », Technique de l'ingénieure, 2005, p12.
- [12] M. Egal, « Structure and properties of cellulose / Naoh aqueous solutions, gels and Regenerated objects », Thèse de doctorat, Ecole des mines de Paris, France, 2006, p245.

- [13] V. K. Thakur, « Green composites from natural resources », CRC Press is an imprint of Taylor & Francis Group, an Informa business, 2014, p405.
- [14] A. Sbiai, «Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier Dattier: effet de l'oxydation au tempo sur les fibres», Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale Matériaux de Lyon, France, 2011, p236.
- [15] A.K. Bledzki, J. Gassan, « Composites reinforced with cellulose based fibers. Progress in polymer Science », 1999, p221-274.
- [16] S. Binet, S. Malard, M. Ricaud, A. Romero-Hariot et B. Savary, « Fibres de cellulose », Institut National de Recherche et de Sécurité (INRS), Fiche Toxicologique, 2011, p9.
- [17] A. Gandini et M. N. Belgacem, « La chimie des substances renouvelables», L'actualité chimique, 2002, p6-14.
- [18] H. B. Ly, « Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose », Thèse de doctorat, Institut national Polytechnique de Grenoble, France, 2008, p218.
- [19] D. Sedan, « Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite », Thèse de doctorat, Université de Limoges, France, 2007, p137.
- [20] B. Monties, « Les Polymères Végétaux, Polymères Pariétaux et Alimentaires non Azotés », Edition Gauthier –Villards, Paris, 1980, p66.
- [21] S. Bouzouita, « Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel », Thèse de doctorat, École Centrale de Lyon, France, 2011, p179.
- [22] J.L. Wertz, M. Deleu, S. Coppée, A. richel, « Hemicelluloses and lignin in biorefineries », 2018, p331.
- [23] A. Diop, « Extraction, depol ymerisation et valorisation de la lignine kraft de la liqueur noire », Thèse de doctorat, Université du québec à trois-rivières, 2014, p219.
- [24] S. Nekkaa, « Etude des propriétés d'un nouveau matériau composite à base de polypropylène renforcé par une fibre végétale locale », Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, 2007, p148.

- [25] E.N. Dubis, A.T. Dubis, J.W. Morzycki, « Comparative analysis of plant cuticular waxes using HATR FT-IR reflection technique », *Journal of Molecular Structure*, 1999, p173-179.
- [26] E. Rogge, « Extraction et Etude des Propriétés Physiques et Mécaniques des Fibres d'Alfa (Esparto Grass) en vue d'Applications Textiles », *Rapport de recherche dans le cadre du programme ERASMUS, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud-Alsace Mulhouse, France*, 2010, p84.
- [27] P. Boustingorry, « Élaboration d'un matériau composite à matrice gypse renforcé par bois fragmenté -amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqué en gypse », *Thèse de doctorat, Génie des procédés*, 2002.
- [28] F. Ilczyszyn, « Caractérisation expérimentale et numérique du comportement mécanique des agro-composites renforcés par des fibres de chanvre », *Thèse de doctorat, Université de technologie de Troyes*, 2013, p363.
- [29] A. Sellami, « Elaboration des composites cimentaires à base de fibres végétales locales (le diss) : Caractérisation, Durabilité et Application au cas de la maçonnerie », *Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar-Annaba*, 2015, p152.
- [30] K.E. Borchani, « Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa », *Thèse de doctorat, Université de Sfax École Nationale d'Ingénieurs de Sfax*, 2016, p137.
- [31] S.P.Kumar, « Effect of Alkali treatment on jute fibre Composites », *Thesis, Department of Metallurgical & Materials Engineering National Institute of Technology Rourkela*, 2007, p57.
- [32] S. Kalia, B.S. Kaith, I. Kaur, « Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites—A Review », *Department of Chemistry, Singhania University India*, 2009, p1254-1274.
- [33] D. Ray, B. K. Sarkar, A. K. Rana, N. R. Bose, « Effect of alkali treated jute fibres on composite properties, *Bull Mater Sci*», *Department of Materials Science Indian*, 2001, p129-135.
- [34] S. Mouhoubi, H. Osmani, T. Bali, S. Abdeslam, « Elaboration et etude des proprietes des composites polyester/ alfa traitee et non traitee », *article, université sétif 1*, 2012, p7.

- [35] A. Benyahia, A.Merrouche, M. Rokbi, Z. Kouadri, « Study the effect of alkali treatment of natural fibers on the mechanical behavior of the composite unsaturated Polyester-fiber Alfa», Article, Université de M'sila, 2013, p6.
- [36] M. Rokbi, H. Osmani, « L'effet des traitements de surface des fibres sur les propriétés mécaniques de composites Polyester-fibres Alfa », Article, Université de M'sila, 2011, p6.
- [37] N.Chand, M.Fahim, « Tribology of natural fiber polymer Composites », India, 2008, p213.
- [38] K. Joseph, aS. Thomast, C. Pavithran, « Effect of chemical treatment on the tensile properties of short sisal fibre-reinforced polyethylene composites », Mahatma Gandhi University, India, 1996, p11.
- [39] R.Kozlowski, M.Wladyka Przybylak , « Uses of natural fiber reinforced plastics, chapitre 14 (Natural fibers, Plastics and Composites), Kluwer Academic Publishers », 2004, pp 1-371.
- [40] P. K. Kushwaha, R.Kumar, « Effect of silanes on mechanical properties of bamboo fiber-epoxy composites », Indian Institute of Technology DelhiNew Delhi, 2009, p718-723.
- [41] K.Jha, R.Kataria, J.Verma, S.Pradhan , « Potential biodegradable matrices and fiber treatment for green composites: A review », journal, School of Mechanical Engineering, LPU, Phagwara, India, 2019,p138.
- [42] M. Farsi, « Thermoplastic Matrix Reinforced with Natural Fibers: a study on interfacial behavior », Article, Department of Wood and Paper Science, Sari Branch, Islamic Azad University, Iran, 2012, p226-250.
- [43]K.Elfehri.Borchani, « Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa », Thèse de doctorat, L'École Nationale d'Ingénieurs de Sfax, 2016, p131.
- [44] F. R.Milot, « étude de la mouillabilité et de la perméabilité d'un renfort unidirectionnel de lin-papier », Mémoire de magister, Université du québec à trois-rivières, 2013, p92.



Chapitre II

Les matériaux composites



Il existe un grand nombre de matériaux composites qui sont utilisés dans divers domaines et peuvent être classés selon différents critères (la nature de la matrice et la nature du renfort). Par exemple, Le contreplaqué a été utilisé par les anciens Égyptiens pour obtenir une résistance et une résistance supérieures à la dilatation thermique ainsi qu'au gonflement causé par l'absorption d'humidité [1].

Dans ce chapitre nous décrivons les différents constituants entrant dans mise en forme de matériaux composites, et on présente leurs classifications, ainsi que leurs caractéristiques générales. En outre, les paramètres affectant les propriétés des matériaux composites renforcés par des fibres végétales. Enfin nous apporterons un aperçu sur les domaines d'utilisations des matériaux composites et leurs avantages et inconvénients.

II.1 Définition des matériaux composites

Le terme «matériau composite» désigne un matériau solide et hétérogène, constituée d'une combinaison de deux ou plusieurs substances : le renfort et la matrice, qui doivent être compatibles entre eux et devenir solidaires pour former un troisième matériau. Pour cela, un agent de liaison, appelé interface, est nécessaire (figure. II.1). Les renforts, sous forme de fibres, contribuent à améliorer la résistance mécanique et la rigidité de matériau composite. La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres. Les charges et les additifs peuvent être ajoutés au composite sous forme d'éléments fragmentaires, de poudres ou liquide, afin de modifier une propriété de la matière à laquelle on l'ajoute (par exemple la tenue aux chocs, la résistance aux UV, la résistance au feu...)..... [1-3].

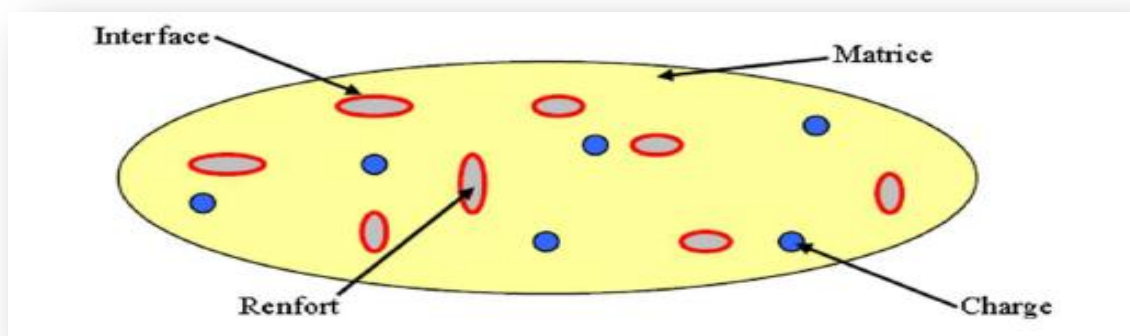


Figure. II.1.Représentation schématique d'un matériau composite [2].

II.2 Constituants des matériaux composites

En général les constituants principaux d'un matériau composite sont :

- La matrice (liant).
- Le renfort.
- Les charges et les additifs.

II.2.1 La matrice

La matrice est un matériau organique léger, facilement déformable. Le rôle de matrice est: lier les fibres du renfort fibreux entre elle, la répartition de la charge mécanique et les efforts (résistance à la compression ou à la flexion) sur tous les renforts, permet la cohésion des fibres pour une meilleure homogénéisation de l'ensemble et assure leur protection chimique. La matrice doit avoir une masse volumique faible afin de conserver aux matériaux composites des caractéristiques mécaniques spécifique élevées [4,5].

Il existe différentes types de matrices qui sont utilisées dans les matériaux composites comme représenté sur la figure. II.2.

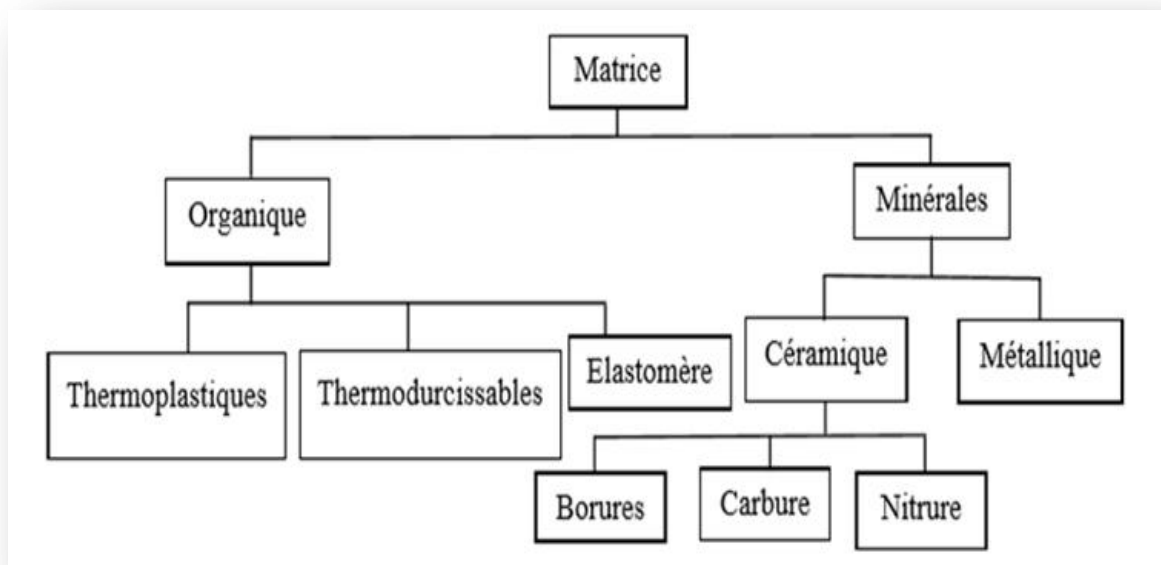


Figure. II.2. Différents types de matrices [4].

II.2.1.1 Matrices organiques

Dans le cas des composites à matrices organiques, on peut citer trois types de matrices utilisés : les résines thermoplastiques (TP), les résines thermostables (TS), les résines thermodurcissables (TD). Elles sont obtenues à partir de polymères, leurs propriétés sont les suivantes :

- ✓ Faible densité ;
- ✓ Faible coût ;
- ✓ Bonnes propriétés mécaniques ;
- ✓ Bonne résistance thermique ;
- ✓ Bonne résistance aux solvants et à l'humidité ;
- ✓ Bonne adhésion aux fibres ;
- ✓ Bonne résistance au feu et à l'émission des gaz toxiques [6].



II.2.1.1.1 Les résines thermoplastiques (TP)

Les résines thermoplastiques sont des polymères qui fondent lors du chauffage, deviennent formables et retrouvent leur forme solide lors du refroidissement, formés de chaînes distinctes bien compactées, liées entre elles par des seules liaisons secondaires (force de van der Waal, liaisons d'hydrogène) [7,8].

II.2.1.1.2 Les résines thermostables (TS)

Ce polymère présente des caractéristiques mécaniques stables sous des pressions et des températures élevées, supérieures à 200°C, appliquées de façon continue. Elles sont développées surtout dans les domaines de l'aviation et de l'espace [9].

II.2.1.1.3 Les résines thermodurcissables (TD)

Les thermodurcissables sont jusqu'à présent les plus utilisées dans l'industrie des composites à matrice organique du fait de leurs propriétés mécaniques et de leur stabilité une fois transformés. Elles subissent une transformation irréversible et durcit lors montée en température au cours de la polymérisation lors de la montée en température en formant un réseau tridimensionnel de monomères liés par liaisons covalentes. Après le traitement thermique les résines transforment en produits essentiellement infusibles et insolubles, ne peut être formé qu'une seule fois, Généralement associées à des fibres longues ou continues. Aussi Ces résines sont exceptionnellement utilisées avec renforts, en raison de leur fragilité [10,11].

Les principales résines thermodurcissables sont : les résines époxydes, les résines polyesters insaturés, les résines de condensation.

A. Les résines époxydes

Les résines les plus utilisées après les résines polyesters insaturées sont les résines époxydes. Elles sont préférentiellement utilisées pour les composites hautes performances [12].

Le tableau II.1.présente les avantages et les inconvénients des résines époxydes.

**Tableau. II.1.** Les avantages et les inconvénients des résines époxydes [13].

Les avantages	Les inconvénients
<ul style="list-style-type: none">• Excellentes propriétés mécaniques, thermiques (130 à 180°C) et un bon comportement chimique• Faible retrait (1 à 2 %).• Excellente adhérence sur fibres.• Auto-extinguibilité.• Mise en œuvre facile, sans solvant.	<ul style="list-style-type: none">• Prix élevé.• Sensibilité à l'humidité et aux UV.• Vieillessement sous température.• Sensibilité aux chocs.• Temps de polymérisation.

B. Les résines de condensation

Les résines de condensation comportent les résines phénoliques, les aminoplastes et les résines furaniques.

1. Les résines phénoliques sont les plus anciennes des résines thermodurcissables. Elles présentent une excellente stabilité dimensionnelle, une bonne tenue à la chaleur, une bonne résistance aux agents chimiques, de bonnes caractéristiques mécaniques et un faible coût [14].
2. Les caractéristiques des résines aminoplastes sont voisines de celles des résines phénoliques. Aux avantages de ces résines, il faut ajouter : la possibilité d'utilisations alimentaires et la possibilité de colorer les résines [14].
3. Les résines furaniques sont assez peu utilisées à cause de leur coût, trois fois plus élevé que les résines polyesters. Parmi leurs avantages : un durcissement plus rapide que les résines phénoliques et une grande inertie vis-à-vis des agents chimiques corrosifs [14].

C. Les résines polyesters insaturés

Un polyester insaturé est une résine linéaire de polyester basée sur les acides dibasiques et les alcools dihydriques ayant la capacité de se réticuler avec des monomères de vinyle dans le but de produire des copolymères thermodurcissables. Elle est le plus mise en œuvre dans matériaux composites [15].

Suivant leur module d'élasticité, les résines polyesters sont classées en : résines souples, résines semi-rigides et résines rigides. Les résines habituellement utilisées dans la mise en œuvre des matériaux composites sont du type rigide [14].

Aussi il existe différents types de résines :

- ✓ Ortho phtalique : la plus courante.
- ✓ Iso phtalique : qui donne une meilleure tenue à l'humidité.



- ✓ Chlorée : apportant une auto exigibilité.
- ✓ Bisphénol : possédant de bonnes caractéristiques chimiques et thermiques [16].

Les avantages et les inconvénients de polyesters insaturés sont représentantes dans le tableau. II .2.

Tableau. II. 2. Les avantages et les inconvénients de polyesters insaturés [16].

Les avantages	Les inconvénients
<ul style="list-style-type: none">• Bonne accroche sur fibres de verre• Translucidité• Bonne résistance chimique• Mise en œuvre facile• Tenue en température ($> 150\text{ °C}$)• Prix réduit	<ul style="list-style-type: none">• Inflammabilité (sauf résines chlorées) ;• Tenue vapeur et eau bouillante• Retrait important (6 à 15 %)• Durée de conservation en pot limitée• Emission de styrène

II.2.1.2 Matrices minérales

Ce sont des matrices formées à base de carbure de silicium et de carbone. Elles permettent d'atteindre de hautes températures.

- **Matrices métalliques**

Elles présentent plusieurs propriétés :

- ✓ rigidité et résistance mécanique élevées ;
- ✓ fragilisation par le renforcement fibreux ;
- ✓ bon comportement à haute température ;
- ✓ densité élevée ;
- ✓ mise en œuvre difficile [6].

- **Matrices céramiques**

Elles ont caractère réfractaire. Elles sont utilisées dans des pièces qui doivent subir sans dommage de très hautes températures, leur coût est très élevé.

II.2.2 Renforts

Le rôle de renfort se varie en fonction de son type dans la structure du matériau .Le but des renforts dans les matériaux composites est essentiellement d'accroître leurs propriétés mécaniques : rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc. et d'améliorer certaines propriétés physiques : comportement thermique, tenue en température, tenue au feu, résistance à l'abrasion, propriétés électriques...etc. Le renfort doit également être compatibles avec la matrice du composite sur le plan chimique. Il peut se présenter sous de nombreuses

formes: fibres courtes ou particules (mat) ou fibres continues (unidirectionnel, tissus ou textures multidirectionnelles) [9,17].

II.2.2.1 Différents types de renforts

Il y a différents types de renforts (figure. II.3)

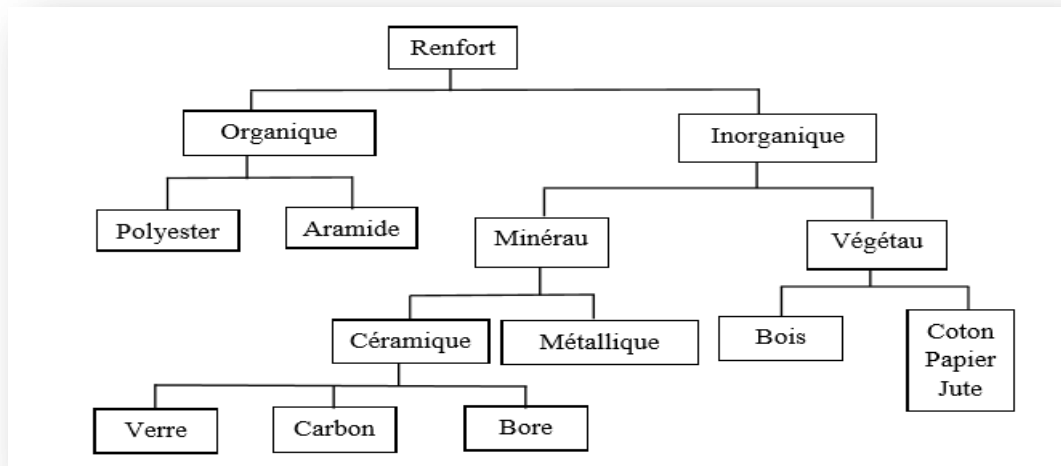


Figure. II.3. Différents types de renforts [18].

Il existe plusieurs types de renforts sont

➤ **Fibres céramiques**

Les matériaux composites de type céramiques sont souvent constitués de renforts et de matrice en céramique. Les fibres céramiques. Ces fibres sont destinées à des applications mécaniques hautes températures auxquelles les fibres de verre ne peuvent pas répondre. Ces matériaux sont utilisés notamment dans les parties chaudes des moteurs d'avions [10,11].

➤ **Fibres de verre**

Ces fibres sont à base de silice (SiO_2) combinée avec d'autres éléments (alumine, carbonate de chaux, magnésie, oxyde de bore). La fibre de verre est utilisée comme renfort grâce à ses propriétés mécaniques et à sa tenue à la chaleur très élevée. Leurs avantages incluent prix compétitif, disponibilité, et résistance élevée. Mais, leur rigidité relativement faible [9,19].

➤ **Fibres de carbone**

Les fibres de carbone utilisées comme renfort dans les polymères se présentent sous forme de graphite. Ces fibres sont utilisées comme renfort dans les matériaux composites sous forme de fibres continues ou discontinues, en raison de leurs propriétés mécaniques, et en particulier leur haute résistance à la traction [20].



➤ **Fibres métalliques**

Telles que les fibres d'acier, de cuivre, d'aluminium. Ces fibres sont utilisées avec des matrices métalliques pour leurs bonnes conductibilités thermique et électrique et leurs caractéristiques thermomécaniques élevées [21].

➤ **Fibres de bois**

Une fibre de bois est le matériau constituant l'essentiel du tronc, des branches et des racines de l'arbre constitué de : cellulose (40-50%), hémicellulose (20% environ), lignine (15-35%) et d'une proportion d'extractibles généralement faible (gommes, résines, protéines, etc.). La structure du bois est basée sur sa structure cellulaire qui assure parallèlement son support ainsi que les fonctions physiologiques de la plante. La qualité du bois est liée à sa structure macroscopique et microscopique, mais aussi à la structure des parois cellulaires déterminée par ses constituants chimiques [22-24].

Le bois est formé de différentes couches de cellules de formes variées aux tailles et fonctions bien différentes. Les parois des cellules peuvent, elles aussi, être décomposées en différentes couches ayant chacune une propriété bien différente, dépendant de la teneur et de l'organisation des trois polymères principaux du bois : la cellulose, l'hémicellulose et la lignine [22-24].

Le bois est un matériau hygroscopique, ce qui lui permet d'assurer l'équilibre avec la température, la pression et l'humidité environnantes. Le bois est un matériau anisotrope, fibreux et poreux, la porosité du bois est un avantage structurel qui lui assure sa faible densité et sa bonne réponse à l'usinage [22-24].

II.2.3 Les charges

Sont toute substance inerte, minérale ou végétale, qui ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés mécaniques et électriques ou thermiques. Ces charges sont améliorées l'aspect de surface ou bien et réduire le prix de revient du matériau transformé [3].

II.5.3 Les additifs

Les additifs se trouvent en faible quantité (quelques % et moins). Elles améliorent l'apparence ou les propriétés du produit final. Les plus fréquemment utilisés sont les colorants, suivis des lubrifiants. Parmi les autres additifs, on retrouve agents anti-retrait, les agents de protection contre les rayons UV, les agents antimicrobiens et les agents ignifuges [25,26].



II.3 Préparation d'une résine polyester insaturée

II.3.1 Polymérisation de la résine polyester insaturée

La réticulation de la résine conduit à des matériaux solides, infusibles et insolubles dans tous les solvants. La synthèse de ce matériau est réalisée en étapes [27].

II.3.1.1 Additifs

Un additif désigne une substance qui est ajoutée (habituellement en petite quantité) à un mélange pour modifier ou apporter une propriété spécifique. Dans le cadre des composites à base de résine polyester, ces additifs chimiques peuvent altérer plusieurs propriétés telles que la couleur, les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques ou encore la résistance au feu. Dans le processus de fabrication des composites, les principaux additifs utilisés sont le catalyseur, le promoteur, l'inhibiteur ainsi que les retardateurs de flamme [28].

a. Le catalyseur

Le peroxyde éthylique méthylique cétone (MEKP) est le catalyseur qui est recommandé pour activer la réaction de polymérisation. C'est un explosif puissant. A température ambiante, le MEKP est liquide, incolore. Cet initiateur a pour rôle d'amener la macromolécule de polyester à un niveau énergétique tel que la réaction de copolymérisation devient possible dans les conditions de transformations prédéterminées [29]. Également, il est essentiel que le catalyseur, dont la structure moléculaire soit soluble dans le monomère et ne pas réagir chimiquement avec celui-ci [27].

b. Inhibiteur (C4)

Le but de l'inhibiteur est de ralentir le mécanisme de polymérisation. Il a une fonction contraire à celle du catalyseur et ajouté à faible proportion (entre 0,01 et 0,1%), l'inhibiteur est ajouté à la résine juste avant le catalyseur [30].

Les polyesters insaturés sont fortement réactifs à la chaleur, à la lumière, à la contamination et à d'autres facteurs ; Ces facteurs, peuvent déclencher la réaction de réticulation par le biais du mécanisme de formation des radicaux libres, et cela développerait rapidement une structure de gel. Cette la gélification prématurée de la résine peut être évitée - lors de périodes de stockage prolongées dans des conditions normales, en incorporant des Ces inhibiteurs qui peuvent réagir rapidement avec les radicaux libres et les empêcher de réagir avec d'autres [28,15].

c. Accélérateur/promoteur

Pour obtenir un durcissement rapide à la température, des accélérateurs de polymérisation sont utilisés. Cette substance est ajoutée en faible quantité au catalyseur pour en augmenter l'activité. Les accélérateurs sont principalement des sels métalliques comme l'octate de cobalt ou la naphtéate de cobalt. Ces composés réagissent avec le catalyseur à

température ambiante libérant des radicaux libres qui initient la réaction de polymérisation [28].

d. Retardateur de flamme

Les composés phosphoriques sont souvent très utilisés en tant que retardateurs de flamme pour les polymères. L'ammonium polyphosphate (APP) est combiné sous la forme de poudre à des polymères riches en oxygènes tels que les polyesters [31]. Lors de la combustion du polymère, l'APP se décompose en groupes hydroxyde-acide qui se condense rapidement en acide polyphosphorique hautement réticulé. Celui-ci estérifie et déshydrate le polymère. Il y a alors formation de composés insaturés qui forment une couche carbonée protectrice stoppant la propagation de la flamme [28].

II.3.1.2 Mécanisme de polymérisation

1. Réaction d'inhibition: décomposition et inhibition du centre actif

L'inhibiteur de polymérisation a un rôle très important puisqu'il assure la conservation et fait varier le temps de gel en consommant les radicaux libres engendrés par la décomposition de l'amorceur [28].

2. Réaction d'amorçage : formation d'un centre actif

Les radicaux libres réagissent avec le styrène et le polyester insaturé pour créer des liens (réticulation). Cela mène à la formation de micro gels : les radicaux en fin de chaîne peuvent être alors coincés dans les micro-gels donnant lieu à une propagation interne ou en surface [28].

3. Cuisson : réaction de propagation

Les deux mécanismes de propagation entraînent la croissance des gels existants et la formation de nouveaux micro-gels. Lors de cette étape, la viscosité augmente graduellement jusqu'à l'obtention d'un solide. La gélification correspond approximativement au début de cette étape [28].

4. Post cuisson: réticulation complète

Bien que la résine soit solide, la réticulation complète peut prendre beaucoup plus de temps. La résine polymérisée forme un réseau tridimensionnel, présenté à la figure. II.4. La réaction de polymérisation est accompagnée d'une forte réaction exothermique et d'un retrait de la résine après la complétion de la réaction [28].

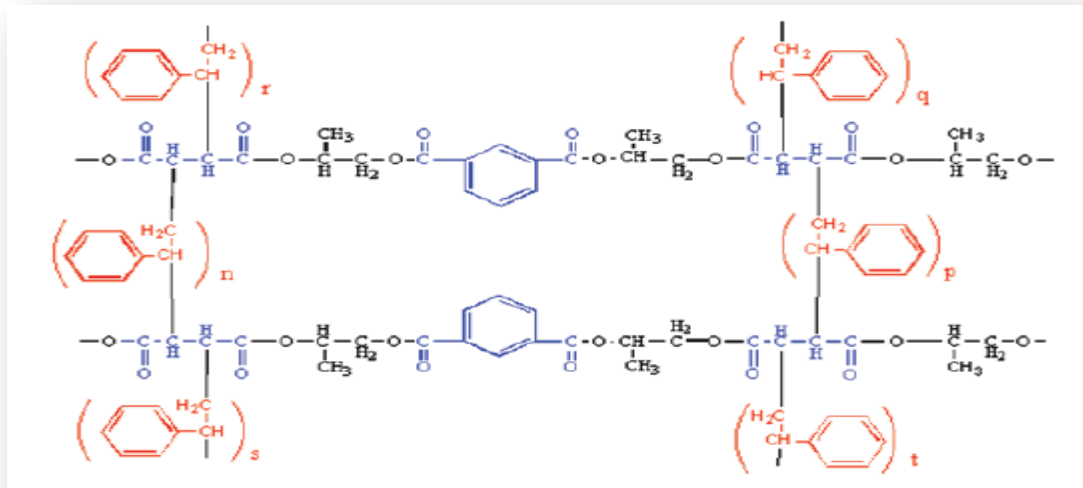


Figure. II.4. Réseau tridimensionnel d'une résine polyester insaturée [28].

II.4 Classification des matériaux composites

Les composites peuvent être classés suivant la forme des composants ou suivant la nature des composants.

II.4.1 Classification suivant la forme des constituants

En fonction de la forme des constituants, les composites sont classés en deux classes (figure. II.5).

II.4.1.1 Composites à fibres

Un matériau composite à fibre est un matériau renforcé par fibres. Les fibres utilisées peuvent se présenter sous forme de fibres continues ou sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes...etc. l'orientation et l'arrangement de ces fibres permettent de modéliser les propriétés mécaniques de ce composite [14,32].

II.4.1.2 Composites à particules

Un matériau composite est un composite à renfort particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possédant ni dimensions ni formes bien précises. Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait...etc. Dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques [14,32].

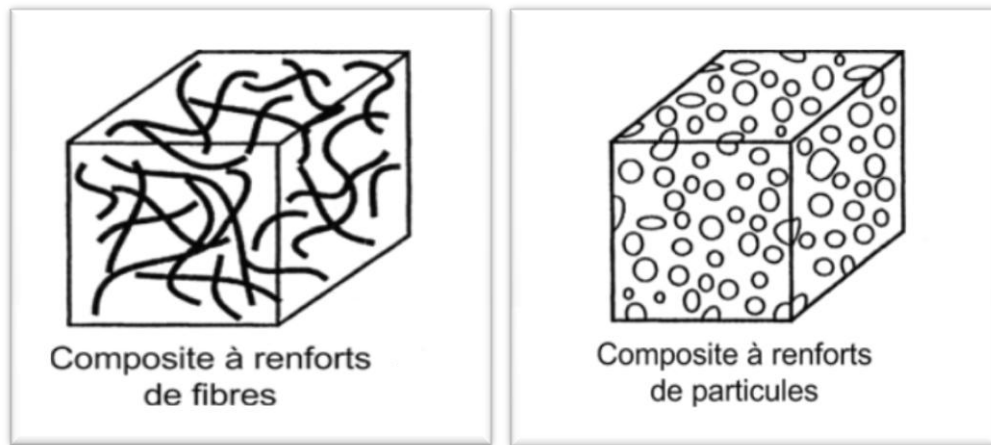


Figure. II.5.Classification des matériaux composites suivant la forme des constituants [19].

II.4.2 Classification suivant la nature de la matrice

Selon la nature de la matrice, Les matériaux composites peuvent également être classés comme suit des composites à matrice organique (polymérique), à matrice métallique ou à matrice céramique .Divers renforts sont associés à ces matrices.

II.4.2.1 Composites à matrice organique (polymérique) (résine, charges)

Les renforts des composites à matrice organique peuvent être :

- des fibres minérales : verre, carbone, etc.
- des fibres organiques : kevlar, polyamides, etc.
- des fibres métalliques : bore, aluminium, etc. [19,33].

II.4.2.2 Composites à matrice métallique

Dans ces composites, des matériaux métallique comme alliages légers et ultra légers d'aluminium, de magnésium, de titane sont renforcés avec

- des fibres minérales : carbone, carbure de silicium.
- des fibres métalliques : bore, etc.
- des fibres métallo-minérales : fibres de bore revêtues de carbure de silicium [19,33].

II.4.2.3 Composites à matrice céramique

Dans ces composites, des matériaux céramiques comme le verre et le carbure de silicium (SiC) sont renforcés avec

- Des fibres métalliques : bore.
- Des particules métalliques : cermets.
- Des particules minérales : carbures, nitrures, etc. [19,33].

II.5 Caractéristiques générales des matériaux composites

Les principales caractéristiques des matériaux composites sont :

- ✓ Le gain de masse ;
- ✓ La bonne tenue en fatigue (durée de vie élevée) ;
- ✓ L'absence de corrosion ;
- ✓ L'absence de plasticité (leur limite élastique correspond à la limite de rupture) ;
- ✓ Le vieillissement sous l'action de l'humidité et de la chaleur ;
- ✓ L'insensibilité à certains produits chimiques courants (solvants, peinture, huiles, pétroles...)
- ✓ Tenue aux impacts et aux chocs très moyenne ;
- ✓ Très forte anisotropie [34].

II.6 Paramètres affectant les propriétés des matériaux composites renforcés par des fibres végétales

II.6.1 La taille des fibres

La taille des fibres est un paramètre qui affecte sur les propriétés mécaniques des composites (polymères / fibres végétales). Les composites à fibres longues ont les meilleures propriétés à cause de leur pouvoir de transmettre les contraintes de la matrice.

D.González et al [35] ont étudié un composite avec de matrice PLA (acide polylactique) renforcés par de fibre de bambou, ont constatés l'influence de la taille des fibres non seulement sur les propriétés mécaniques mais également sur l'absorption d'eau. Trois tailles de fibres ils ont été utilisées : farine ($<150\mu$), fibres courtes (entre 150 et 500μ) et fibres longues (entre 150 et 1000μ). Aucune variation significative de module n'est observée, par contre la contrainte et la déformation à rupture sont augmentées mais uniquement quand on passe de la farine aux fibres courtes tandis que la résistance à l'impact augmente chaque fois que la longueur des fibres croît. En ce qui concerne l'absorption d'eau, une augmentation de la longueur des fibres conduit à une reprise d'eau plus élevée. Une plus grande longueur de fibres facilite la pénétration d'eau dans le composite.

II.6.2 L'orientation des fibres

L'orientation des fibres est un autre facteur important qui influe sur le comportement des composites. Car les fibres sont rarement orientées dans les matériaux composites en une seule direction, laquelle est nécessaire pour que les fibres donnent un effet de

renforcement maximal. Le degré de renforcement dans les composites à base des fibres courtes, dépend beaucoup de l'orientation individuelle de chaque fibre par rapport à l'axe d'étirement [36].

L.Victor et al [37] ont été étudié l'effet de l'orientation et de la longueur de fibres de nylon et de polypropylène (PP) sur la charge maximale et l'énergie de rupture, pour un angle d'inclinaison variant entre 0° et 75° . Les résultats de leur essais montrent que la force et l'énergie augmentent avec l'accroissement de l'angle d'inclinaison jusqu'à atteindre un maximum de 45° et elles diminuent ensuite pour les plus grands angles.

II.6.3 Les différents traitements chimiques

Les traitements chimiques (alcalins, le permanganate, le bichromate et l'anhydride acétique) sont améliorer les propriétés mécaniques, c'est-à-dire la traction et propriétés de flexion des composites traités par rapport à ceux non traités grâce à l'amélioration du collage interfacial [38].

A.benyahia et al [38] ont été étudié l'influence des différents traitements chimiques sur les fibres d'alfa. Selon les tests de traction et de flexion, les composites traités ont montré de meilleures performances mécaniques par rapport les composites non traités. Les composites renforcés de fibres traités au permanganate ont montré 43,02% d'augmentation de la résistance à la traction et 31,59% du module de Young, tandis que les composites renforcés de fibres acétylées ont montré une amélioration maximale de la résistance à la flexion d'environ 23,80%. En outre, le module de flexion a également été amélioré de 35,7% par rapport aux composites de fibres Alfa non traités. Aussi, l'indice de cristallinité augmentait de 20,53% après traitement alcalin. Les observations microscopie électronique à balayage MEB sur la surface des fibres ont montré que les différents traitements chimiques ont modifié la fibre ce qui a amélioré l'adhérence fibre-matrice.

S.Mouhoubi et al [39] ont été étudié l'effet de traitement chimique des fibres Alfa sur les propriétés mécaniques et physiques du matériau composites Alfa / Ployester. Les fibres ont subi un traitement alcalin d'une concentration de 5% de NaOH pendant 6 heures. Les résultats obtenus ont montré que le traitement chimique a un effet très notable sur les propriétés physiques et mécaniques des composites et sur la nature de l'interface fibre matrice, et provoque une légère chute de la contrainte à la rupture. Même effet est observé pour les valeurs du module de Young.

A.Bezazi et al [40] ont été trempé les fibres des bras de grappe du palmier dattier dans une solution de NaOH de 1 et 2% de concentration pendant des durées d'immersions de



48 et 72 h. Le traitement par le NaOH permet d'améliorer les propriétés mécaniques. Le meilleur cas est obtenu suite à un traitement par le NaOH avec une concentration de 2% pendant 48h qui permet une augmentation de 131% de la contrainte à la rupture et de 98% de la valeur du module de Young par rapport aux fibres non traitées, et augmentation du taux de cristallinité de 32,43% par rapport à la fibre non traitée.

II.7 Domaine d'utilisation des matériaux composites

De nos jours, les matériaux composites ont pris une place importante dans divers domaines

- ✓ L'industrie aérospatiale ;
- ✓ Electricité: éoliennes, antennes ;
- ✓ Le transport aérien, routier et ferroviaire ;
- ✓ Domaine militaire : Hélicoptère, Fusée, Avions ;
- ✓ Canalisation ;
- ✓ Construction navales ;
- ✓ Sports : ski, raquette de tennis ;
- ✓ Bâtiment ;
- ✓ Loisirs.

II.8 Avantages et inconvénients des matériaux composites

• **Avantage des matériaux composites [41]:** Les composites sont préférés à d'autres matériaux parce qu'ils offrent des atouts liés à :

- ✓ Leur légèreté.
- ✓ Leur résistance à la corrosion et aussi à la fatigue.
- ✓ Leur insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants.
- ✓ Leur possibilité de prendre plusieurs formes, d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit.

• **Inconvénients des matériaux composites [41]**

- ✓ Mauvaise isolation acoustique (n'amortissent pas).
- ✓ La tenue au feu n'est pas bonne pour certaines catégories d'âmes.
- ✓ Les risques de flambement sont plus élevés que pour les structures classiques.

Références

- [1] R.M. Jones, « Mechanics of composite materials, Mc Graw-Hill Company », 1975, p270.
- [2] J. Aucher, « étude comparative du comportement composite à matrice thermoplastique ou thermodurcissable », Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Rouen, France, 2009, p220.
- [3] Centre d'animation régional en matériaux avancés, « glossaire des matériaux composite », Document, Actualisation décembre 2004, p33.
- [4] E. Jao Jules, « Couplages entre propriétés thermiques, réactivité chimique et viscosité des matériaux composites thermodurcissables en relation avec les conditions de leur élaboration fondée sur l'hystérésis diélectrique », Thèse de Doctorat, L'école nationale supérieure d'arts et métiers Paris Tech, 2001, p242.
- [5] B.Hami, « Elaboration et caractérisation physico-mécanique d'une structure sandwich multicouches », Thèse de Doctorat, Université M'hamed Bouguerra Boumerdès, 2017/2018, p118.
- [6] K.Hacini, « Etude du comportement mécanique en flexion 3 points d'un matériau composite par les éléments finis », Diplôme de Magister, Université Badji Mokhtar-Annaba, 2009, p85.
- [7] H.H. Kausch, N. Heymans, C. J. Plummer, and P. Decroly, « Matériaux polymères : propriétés mécaniques et physiques », Vol.14, 2001, p676.
- [8] F.Z.Moulay, «Etude par algorithme génétique de l'effet d'humidité sur l'endommagement de l'interface d'un Bio-composite bois- polypropylène», Mémoire de Master, Université de Saida, 2018, p62.
- [9] M.Laarej, « Etude par spectroscopie raman et modélisation d'une résine composite RTM », Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine de Metz, 2010, p130.
- [10] C.Paris, « Étude et modélisation de la polymérisation dynamique de composites à matrice thermodurcissable», Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2011, p144.
- [11] L.Gornet, « Généralités sur les matériaux composites », Ecole centrale Nantes, France, 2011, p43.



- [12] C.Zapata.Massot, « synthèse de matériaux composite par Co-broyage en voie sèche et caractérisation des propriétés physico-chimique et d'usage des matériaux », Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse, 2004, p278.
- [13] C.A.R.M.A, « Glossaire des matériaux composites », centre d'animation régional en matériaux avances, Livre, Actualisation octobre 2006, p34.
- [14] J. M. Berthelot, « Matériaux composites comportement mécanique et analyse des structures », Tec & Doc, livre 4 éme édition 2005, p641.
- [15] M.Ladghem chikouche, « Renforcement d'un polymère (polyester insaturé) par des fibres végétales (Arundo donax) », Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas-Setif 1, 2016, p110.
- [16] F.Z.Yahi, « Caractérisation physique d'une fibre végétale (le DISS) », Mémoire de master, Université Mohamed Boudiaf – M'sila, 2016, p57.
- [17] A.Mostar, « influence des ajouts de fins minérales sur les performances mécaniques des bétons renforcé de fibre végétales de palmier dattier », Mémoire Magister, Université de Kasdi Merbah Ouargla option génie civil, 2006, p79.
- [18] A.Houideg, « Transfert de charge et frottement Fibre/ Matrice d'un Matériau Composite (T300/914) », Mémoire Magister, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed Boudiaf, 2011, p22.
- [19]P. Pongtorn, «caractérisation de la propagation de délaminage des stratifiés composites multidirectionnels», Thèse de Doctorat, Université Toulouse III, 2007, p318.
- [20] M. R. Ksouri, « Modélisation et caractérisation des polymères (bismaléimide et époxyde) renforcés par des fibres de carbone », Thèse de doctorat, Université 8 Mai 1945 Guelma, p115.
- [21] F. M. L. Rekbi, «contribution à l'analyse de l'endommagement des matériaux composites », Thèse de doctorat, Université mohamed khider – biskra, 2016, p119.
- [22] F.Bouras, « Instabilités des éléments de structures en bois en zones sismiques», Tèse de doctorat, Université 08 mai 1945 de Guelma, 2015, p115.



- [23] M.Ali Lahmar , « Caractérisation d'un composite boispolymère pour utilisation en plaques de bardage par l'extérieur », Thèse de Doctorat, Université Claude Bernard Lyon 1, 2016, p162.
- [24] J.Bosco Mbagou, « Variabilité intra-arbre des propriétés physico mécaniques et chimiques du tessmania africana en provenance de gabon», Thèse de Doctorat, Université laval, 2017, p155.
- [25] Ministère des ressources naturelle, « produite composite Bois-polymère », Rapport, centre de recherche industrielle du Québec, 2003, p53.
- [26] B.Bakhouché, « Caractérisation d' un matériau composite stratifié à fibre de verre/époxy en flexion 3 points statique », Mémoire de master, Université Baadji Mokhtar Annaba, 2018, p62.
- [27] J. Adami, « Études rhéocinétiques et diélectriques de systèmes réactifs à base de polyester insaturé (résines UP). Application au suivi en temps réel du processus de polymérisation dans le procédé RTM », Thèse de doctorat, Institut National des Sciences appliquées de Lyon, 2004, p198.
- [28] F.Bensadoun, « développement et caractérisation d'un procédé de fabrication de composites et biocomposites à base de nanoparticules d'argile et de résine polyester insaturée destinés à l'industrie du transport», Diplôme de Magister, Université de montréal, 2011, p190.
- [29] N. A. Milas, A. Golubović, « Studies in Organic Peroxides. XXV. Preparation, Separation and Identification of Peroxides Derived from Methyl Ethyl Ketone and Hydrogen Peroxide », Journal of the American Chemical Society, vol.81, 1959, p5824-5826.
- [30] J.P. Mercier, E. Maréchal, « Chimie des polymères: synthèses, réactions, dégradations Lausanne », 1993, p480.
- [31] F. Laoutid, L. Bonnaud, M. Alexandre, J. M. Lopez-Cuesta, P. Dubois, « New prospects in flame retardant polymer materials: from fundamentals to nanocomposites, »; Engineering R: Reports, vol.63, 2009, p 25-100.



[32] M. Kharoubi, «Etude du comportement mecanique de matériaux composite sous chargement cyclique et dynamique », Thèse de doctorat, Université 08 mai 45 guelma , 2009, p107.

[33] A.Bounadja, « Etude expérimentale du comportement mécanique des stratifiés à renfort métallique sollicités en flexion 3 points », Mémoire de Magister, Université M'hamed Bouguerra Boumerdès, 2006, p84.

[34] Ch.Belkacemi, « étude expérimentale du comportement mécanique des stratifiés à renforts en matière végétale », Thèse de doctorat, Université M'Hamed Bouguerra Boumerdes, 2006, p57.

[35] D.González, V.Santosa, J.C.Parajó, « Manufacture of fibrous reinforcements for biocomposites and hemicellulosic oligomers from bamboo », Chemical Engineering Journal 167, 2011, p 278-287.

[36] P. Jandura, B.V. Kokta et B. Riedl. « Thermal Degradation Behavior of Cellulose Fibers Partially Esterified With Some Long Chain Organic Acids. », Polymer Degradation and Stability, Vol.70, 2000, p387-394.

[37] L.Victor, S. Wang et M. Backer. « Effect of Inclining Angle, Bunding and Surface Treatment on Synthetic Fiber Pull-out From a Cement Matrix », Composites, Vol.21, 1990, p132-140.

[38] A.Benyahia, Z.E.A.Rahmouni, « Study of the mechanical properties of a composite material: Alfa fibers/ unsaturated polyester », Article in Romanian journal of materials, University of Med Boudiaf, M'sila, Algeria, 2016, p25-33.

[39] S. Mouhoubi, H. Osmani, T. Bali, S. Abdeslam, « Elaboration et étude des propriétés des composites polyester/Alfa traitée et non traitée, Verres, Céramiques & Composites », Vol.2, Institut d'Optique et Mécanique de Précision, Université Sétif 1, 2012, p34-40.

[40] A.Bezazi , S.Amroune ,F.Scarpa, « Analyse statistique et effet des traitements chimique sur le comportement physico-mécanique des fibres des bras de grappe des palmiers dattier », Article, 2015, p108-120.

[41]M.Haddadi, «étude numérique avec comparaison expérimental des propriétés thermoplastique des matériaux composites à matrice polymère», Mémoire de master, Université Al Hadj Lakhdar, Batna, 2011, p91.



Chapitre III

Matériels et méthodes



Le propos de ce chapitre est de présenter les techniques expérimentales les plus couramment utilisées pour caractériser les matériaux composites étudiés, telle que les essais physiques (absorption d'eau), les essais mécaniques (traction, flexion,...), ainsi que les essais thermiques (conductivité thermique).

III.1 Essai d'absorption d'eau

Le premier objectif est de connaître la façon dont notre matériau absorbe de l'eau et à quelle vitesse il va atteindre un éventuel niveau de saturation.

Expérimentalement, l'échantillon de matériau composite est immergé dans l'eau à une température déterminée. La masse d'eau absorbée est obtenue par la variation pondérale observée. Il est à noter qu'il n'est pas possible de transposer le pouvoir d'absorption d'eau de la résine seule sur le comportement de la matière renforcée en raison de l'influence exercée par le renforcement de la fibre et par la mise en œuvre. Cet essai s'effectue sur des temps longs, la durée pour atteindre un régime permanent se compte en semaines, voir en mois [1].

L'absorption de l'eau est calculée en % de poids comme illustré par la relation (III. 1)

$$A(\%) = [(W-D)/D] \times 100 \dots \dots \dots (III. 1)$$

Avec

- A : absorption en %.
- W : poids saturé du spécimen.
- D : poids du spécimen après conditionnement [2].

III.2 Les essais mécaniques

Les essais mécaniques comprennent un essai de traction, essai de flexion et essai de la dureté, essai de compression.

III.2.1 Essai de traction

L'essai de traction est le plus fréquemment utilisé pour déterminer certaines caractéristiques mécaniques et certains comportements des matériaux. Il consiste à placer une éprouvette du matériau à tester entre deux mors d'une machine de traction et de tirer jusqu'à sa rupture. Il permet d'obtenir une sollicitation simple de contrainte uni-axiale sur une éprouvette standardisée à vitesse constante. Cette éprouvette est directement obtenue dans le matériau à tester et représente un échantillon massique de celui-ci. L'essai de traction permet de déterminer certaines caractéristiques mécaniques du matériau comme : le module d'élasticité longitudinale E (assimilé au module de Young) en MPa ou GPa suivant le matériau, la limite d'élasticité R_e ou σ_e , qui correspond à la contrainte maximale que peut supporter le matériau avant d'entrer dans sa zone de déformation plastique



(déformation irréversible) ou encore la résistance limite à la traction R_m ou σ_m , qui caractérise la contrainte maximale du matériau [3].

Objectif de l'essai est de définir ce qui Contrainte et déformation conventionnelles, contrainte et déformation réelles et courbes contrainte-déformation réelle et conventionnelle. En plus de déterminer à partir d'une courbe d'essai de traction les caractéristiques mécaniques suivantes :

- ✓ Le module d'élasticité ou module de Young E ;
- ✓ La limite de proportionnalité ;
- ✓ La limite d'élasticité ;
- ✓ La limite conventionnelle d'élasticité ;
- ✓ La résistance à la traction (contrainte ultime) ;
- ✓ L'allongement à la rupture ;
- ✓ La striction à la rupture ;
- ✓ Le coefficient de Poisson [4].

Le principe d'essai de traction consiste à soumettre une éprouvette du matériau à étudier à une traction et à mesurer l'allongement ΔL correspondant à une force F . L'éprouvette est serrée dans les mâchoires de traction, une extrémité est maintenue fixe, sur l'autre extrémité, un effort de traction progressif est exercé suivant l'axe de l'éprouvette jusqu'à la rupture. Une jauge de déformation (extensomètre) mesure l'élongation. La contrainte obtenue à la force appliquée la plus élevée est la résistance à la traction. La limite d'élasticité est la contrainte pour laquelle une portion spécifique de déformation plastique (généralement 0.2%) est produite. L'allongement est défini par la proportion d'étirement de l'éprouvette avant rupture [5].

Pour effectuer les essais mécaniques de traction on utilise la machine de traction de marque INSTRON 5969 dotée d'une cellule de 10 KN. La déformation est mesurée avec un extensomètre à pince et le logiciel de commande et d'acquisition de données de la machine permet la réalisation des séquences de chargement complexes. Cette machine est disponible au niveau du laboratoire de RDM (résistance des matériaux) du département de génie mécanique de l'université de Biskra Machine d'essai de traction, (voir figure. III.1) [6].

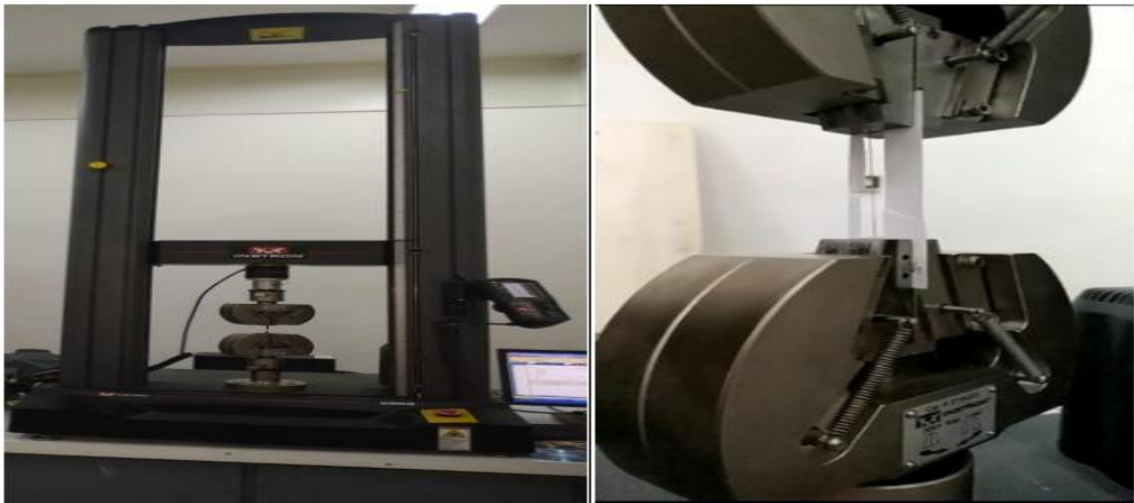


Figure. III.1. Machine de traction INSTRON 6959 [6].

Les caractéristiques mécaniques déterminées par l'essai de traction sont

➤ **Module d'élasticité**

C'est le rapport de la contrainte de traction à la déformation correspondante dans la limite de contrainte maximale qu'une matière peut supporter [7,8]. Il représente un critère de rigidité, il s'exprime comme par la relation (III. 2)

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \dots \dots \dots (III. 2)$$

Avec

- E: Module d'élasticité (MPa);
- σ : Contrainte (N/m²);
- ε : Déformation (%).

➤ **La contrainte de la rupture**

C'est la charge de traction supportée par l'éprouvette à l'instant de sa rupture par unité de surface [7,8]. Elle est donnée par la relation (III. 3)

$$\sigma_r = \frac{F}{S} \dots \dots \dots (III. 3)$$

Avec

- F : Force de traction (N)
- S : Section rompue (mm²)
- σ : Contrainte de rupture (GPa).

➤ **Le module d'Young**

C'est le facteur de proportionnalité entre la contrainte σ et la déformation ε [7,8]. Est représenté dans l'équation (III. 4)

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{F.L_0}{S.\Delta L} \dots\dots\dots (III. 4)$$

Avec

- E : Module d'Young (MPa).
- L_0 : Distance entre mors (mm).
- S : Surface ou section (mm²).
- ε : La déformation de la longueur des éprouvettes $\varepsilon = \Delta L/L_0$.
- ΔL : L'allongement des éprouvettes (mm).

➤ **Allongement à la rupture**

C'est l'augmentation de la distance entre les repères sur la partie calibrée de l'éprouvette produite par une charge de traction au moment de la rupture de l'éprouvette [7,8]. Il est indiqué en pourcentage comme illustrée dans l'équation (III. 5)

$$\varepsilon_r = \frac{\Delta l}{l_0} (\%) \dots\dots\dots (III. 5)$$

Avec

- $\Delta l = l - l_0$: Allongement à la rupture;
- l_0 : Longueur initiale de l'éprouvette;
- l : Longueur finale de l'éprouvette.

III.2.2 Essai de flexion

Les essais de flexion trois points sont effectués à température ambiante sur des échantillons élaborés suivant la norme ISO 178 qui précise les dimensions de l'éprouvette, la distance L entre les appuis et la vitesse d'essai.

Le principe de cet essai est de mesurer un déplacement (flèche « y ») à partir d'un effort (F) placé au milieu de deux appuis. Des relations issues de la résistance des matériaux permettent de faire le lien entre ces deux grandeurs (y et F), la géométrie de la pièce (L, h et b) et les caractéristiques du matériau (σ , ε et E). L'éprouvette parallélépipédique, supportée comme une poutre, est soumise à une flexion, au milieu de la portée (flexion 3 trois points), à une vitesse constante 5KN, jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Les appuis de flexiomètre sont de forme Hémisphérique de diamètre 36 mm pour les deux appuis inférieurs et 11mm pour le poinçon, (voir figure. III.2) [9].

Les essais sont effectués à la température ambiante 331 sur une machine de type Zwick équipée d'un capteur de force de 2 kN et piloté par le logiciel testexpert 9.11 (figure. III.3).

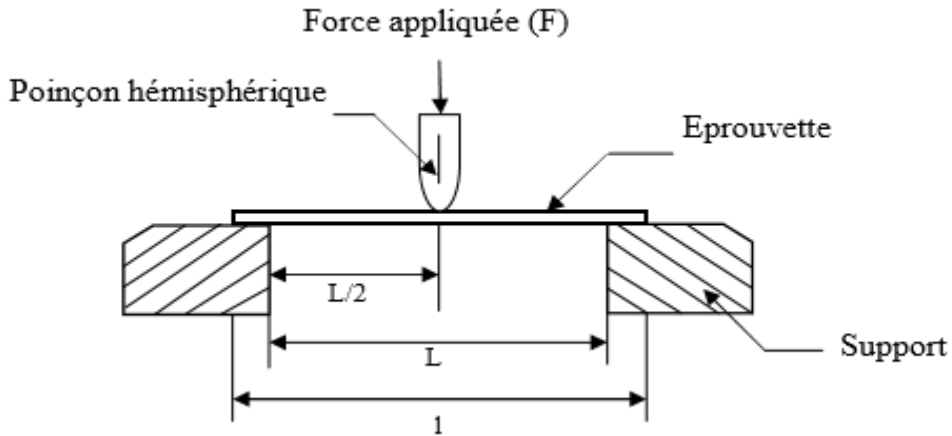


Figure. III.2.Principe de l'essai de flexion 3 points [9].



Figure. III.3.Essai de flexion sur machine de flexion de type Zwick [9].

Les différentes caractéristiques peuvent être estimées grâce aux relations ci-dessous (III. 6) et (III. 7)

➤ **La contrainte**

$$\sigma_f = \frac{3.P.L}{2.b.h^2} \dots\dots\dots (III. 6)$$

Avec

- P : la charge appliquée sur l'éprouvette en (N)
- L : la distance entre les appuis en (mm).
- b : largeur de l'éprouvette en (mm).
- h : l'épaisseur de l'éprouvette en (mm).

➤ **Module de Young de flexion :**

$$E_f = \frac{P.L^3}{6.f.I} \dots\dots\dots (III. 7)$$

Avec

- P : la charge maximale à la flexion en (N).
- L : la distance entre appuis en (mm).
- f : la flèche en (mm).
- I : le moment d'inertie =bh³/12.

III.2.3 Essai de la dureté

La dureté d'un matériau est une propriété mécanique représentant la résistance à la pénétration d'un indenter dont la forme dépend du procédé d'indentation choisi .Pendant l'essai de dureté, il se forme une empreinte d'indentation entourée d'une zone déformée plastiquement. Plus la dureté n'est élevée, plus l'empreinte et la zone déformée sont réduites. La déformation plastique est le résultat de microdéformations intervenantes à l'échelle de la maille cristalline à partir des défauts microstructuraux comme les précipités, les atomes en insertion ou en substitution et les dislocations. Cet essai sert à mesurer la dureté d'un métal en tenant compte de la profondeur à laquelle une pointe pénètre dans le métal lorsqu'on applique une charge donnée. Les essais de dureté peuvent être réalisés à l'aide de plusieurs appareils de mesure. La principale différence entre les divers essais réside dans la forme de la pointe [10].

Les tests de dureté on été réalisé au moyen d'un duromètre universel à indenter Brinell, Rockwell et Vickers (figure. III.4) [11].



Figure .III.4.Duromètre universel [11].

III.2.4 Essai de compression

Un matériau composite est soumis à un régime de compression (figure .III.5) simple si on applique à ses extrémités deux forces axiales égales et directement opposées, qui tendent à la raccourcir avec une vitesse constante [12].



Figure .III.5.Essai de compression [12].

La résistance à la compression définie par la relation (III. 8)

$$R_c = \frac{F}{S} \dots\dots\dots (III. 8)$$

Avec

- R_c : La résistance à la compression.
- F : la force maximale en (N).
- S : la section de l'éprouvette en (mm²).

III.2.5 Mesure de l'impact

Le test d'impact permet de mesurer la résistance au choc d'un matériau et ainsi estimer sa ténacité. A l'aide d'un machine un pendule Zwick/Roell, modèle HIT.5P de capacité maximale de 5 Joules comme illustrée à la figure. III.6. Libéré d'une certaine hauteur, le pendule sert à rompre l'éprouvette tout en continuant son mouvement jusqu'à atteindre une hauteur inférieure à la hauteur initiale [13].



Figure. III.6. Dispositif d'essai d'impact IZOD [13].

On mesure la résilience du matériau (exprimée en kJ/m), à partir de la relation (III. 9)

$$a_{iu} = \frac{E_c}{b.h} \times 100 \dots\dots\dots (III. 9)$$

Avec

- a_{iu} : Résistance au choc d'éprouvettes lisses en kN/m ;
- b : Largeur de l' éprouvette (mm) ;
- h : Épaisseur de l'éprouvette en (mm) ;
- E_c : Énergie absorbée par le choc en joules [13].

III.3 Essais thermiques

III.3.1 La Conductivité thermique

Elle est généralement mesurée en régime permanent avec un champ de température unidirectionnel. Pour une plaque renfermant des résistances chauffantes, telle que cette plaque est constituée d'une partie centrale de mesure et de deux autres latérales sur chauffées de façon à annuler les fuites de chaleur latérales, on apporte la chaleur aux éprouvettes du matériau situées de part et d'autre de la plaque centrale. L'énergie traversant les éprouvettes est dissipée par deux plaques froides disposées sur ces deux éprouvettes. La puissance électrique apportée à la plaque chaude est mesurée par les méthodes électriques classiques et le gradient de température de part et d'autre des éprouvettes sont mesurée par un thermocouple [1].

Le dispositif expérimental utilisé pour la mesure de la conductivité thermique, est donné par la figure. III.7. Il comprend l'élément TPS, une alimentation stabilisée en tension, un

pont de Wheatstone, une centrale d'acquisition de type FLUKE HYDRA et un micro-ordinateur pour le contrôle et le traitement des données [15].



Figure. III.7. Dispositif utilisé pour la mesure de la conductivité thermique [14].

Le coefficient de conductivité thermique à une température moyenne est déduit par la relation (III.10)

$$\lambda_t = \frac{\varphi \cdot e}{S \Delta T} \dots \dots \dots (III.10)$$

- φ : Flux de chaleur, égale à la moitié de la puissance électrique dissipée dans la plaque chaude (W) ;
- e : épaisseur moyenne des deux éprouvettes (m) ;
- S : surface de la zone centrale de chauffe (m²) ;
- ΔT : Écart de température entre surface chaude et surface froide (K) [1].



Références

- [1] L. Kherbouche, «Introduction aux modélisations et aux méthodes de calcul de matériaux composites», Diplôme de magister, Université mouloud mammeri tizi-ouzou, 2010, p122.
- [2] S. Cherchari, «Étude comparative du comportement d'un béton polymère à matrice organique thermodurcissable et thermoplastique», Diplôme de master, Université Mohamed Boudiaf - M'sila, 2016, p83.
- [3] J.B.Sauvage, «Caractérisation et modélisation de l'adhérence dans les assemblages collés», Thèse de doctorat, Université de haute alsace, 2016, p185.
- [4] G.Belhi, «polycopie de resistance des materiaux pour deuxieme annee tronc commun.», Travaux pratiques, Université mohamed khider – biskra, 2017, p45.
- [5] A. Bounadja, «Etude expérimentale du comportement mécanique des stratifiés à renfort métallique sollicités en flexion 3 points.», Mémoire de magister, Université m'hamed bouguerra boumerdès, 2006, p84.
- [6] S. Boughediri, «Réalisation d'un nouveau matériau biocomposite à base de matrice résine», mémoire de master, Université Mohamed Khider de Biskra, 2019, p88.
- [7] N. T.Doyen, « Etude expérimentale et numérique du comportement thermomécanique de matériaux réfractaires modèles », Thèse de doctorat, Université de limoges, 2003, p133.
- [8]A. Fadel, «Influence des diverses modifications du Genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique», Diplôme de magister, Université sétif1, 2014, p106.
- [9] K. Rouam, «Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles», Diplôme de Magister, Université m'hamed bougara boumerdes, 2014, p69.
- [10] A. Berbiti, « Durcissement d'écrouissage et par affinement des grains», Diplôme de Master, Université badji mokhtar – annaba, 2017, p62.
- [11] O. Taâmallah, «Effet des traitements mécaniques de surface (TMS) sur l'écrouissage et la ténacité d'un acier», Diplôme de magister, Université badji mokhtar annaba, 2012, p115.
- [12] M. Bouznad, M. Karou, «Influence du vieillissement et du recyclé sur les caractéristiques mécaniques d'un matériau composite», Diplôme master, Université mouloud mammeri de tizi-ouzou, 2014, p94.

[13] M. Benali, « Effet du traitement thermique des fibres sur les propriétés des composites bois-polymère », Diplôme de Magister, Université du québec en abitibi-témiscamingue, 2016, p121.

[14] M. Merzoud, «Elaboration et caracterisation d'un materiau composite a base de fibres de diss dans la fabrication de la maconnerie», Thèse de doctorat, Universite badji mokhtar-annaba, 2007, p123.



Chapitre IV

Préparation des matériaux composites à base de la sciure de bois





Divers traitements ont été développés et appliqués à la sciure de bois dans le but de diminuer son caractère hydrophile et d'augmenter son adhésion avec d'autres matériaux. Par exemple, Le traitement par hydroxyde de sodium (NaOH) est couramment utilisé pour améliorer l'interface entre les fibres végétales et les matrices polymères. Le procédé est assez simple et peu coûteux : il consiste en une immersion des fibres dans une solution alcaline.

Plusieurs études dans le passé ont déjà étudié les modifications des propriétés de surface des fibres de sciure de bois afin d'améliorer leur adhésion avec une matrice polymérique (résine thermodurcissable), réduire l'absorption d'humidité et augmenter les propriétés mécaniques.

Dans ce chapitre, nous mentionnons certaines de ces études précédemment étudiées.

IV.1 Fabrication et propriétés physiques et mécaniques d'un composite à base de matrice thermodurcissable (polyester insaturé) renforcé par la sciure d'agba [1]

L.E.Obogai et al [1] ont été fabriqués des composites renforcées par la sciure de bois agba à base d'un résine polyester insaturée. Ils ont été basés sur les effets de deux paramètres :

- Le taux de la sciure de bois.
- Le traitement chimique.

Ils ont été préparés la sciure par les étapes suivantes :

1. Les particules de sciure ont été séchées au four à 60 °C pendant 1 jour (24 heures), puis tamisées à une taille de particule de 150 micromètres.
2. Les traitements chimiques de la sciure ont été effectués en utilisant respectivement 0,4 M de solution d'hydroxyde de sodium (NaOH), d'acide citrique ($C_6H_8O_7$) et de silane (SiH_4).
3. Les solutions ont été ajoutées dans un bêcher contenant la sciure tamisée et bien agitées avec une tige d'agitation. Celui-ci a été conservé pendant 1 heure à température ambiante tout en étant agité.
4. La sciure de bois a ensuite été soigneusement lavée avec de l'eau distillée afin d'éliminer l'excès des réactifs de traitement chimique collant à la sciure de bois et a ensuite été séchée dans un four pour éliminer les traces d'humidité.

IV.1.1 Fabrication de la composite

E.L.Obagai et al [1] ont été fabriqués composite avec les étapes suivantes :

1. Les différents teneurs en poids (0, 10, 20,30 %) de la sciure d'agba ont été traités par l'hydroxyde de sodium, l'acide citrique et le silane et ajoutés à la résine polyester, bien agités.
2. Ils ont été ajoutés 1% de naphténate de cobalt et 1,5% de peroxyde de méthyléthylcétone et agités soigneusement.



3. Un agent de démoulage a été appliqué sur le moule.
4. Les composants ont été coulés dans un moule en aluminium de dimensions 300 mm x 300 mm x 5 mm. Comme indiqué sur la figure. IV.1. Les échantillons ont été préparés avec différentes teneurs en sciure. On a laissé les échantillons durcir à température ambiante pendant 24 heures.
5. Les échantillons ont été démoulés, et découpés (figure. IV.2) pour être appliqués des tests mécaniques.



Figure. IV .1. Préparation d'un composite à base de la sciure de bois d'un moule [1].



Figure. IV. 2. Panneaux composites de sciure de bois [1].

Parmi les essais physiques et mécaniques ils ont été étudiés

- Essai d'absorption d'eau.
- Essai de traction.
- Essai de flexion.

IV.1.2 Résultats et discussion

D'après les résultats obtenus par E.L.Obagai et al [1] les conclusions suivantes peuvent être tirées

- Le traitement de surface réduit l'absorption d'eau, améliorant l'adhérence entre la charge et la matrice.
- L'absorption d'eau augmente à mesure que la teneur en charge augmente. Ceci est dû à la nature hydrophile de la sciure de bois.



- La résistance de traction et de flexion des composites diminuaient avec l'augmentation des teneurs en charge. Ceci est dû à l'augmentation de la zone interfaciale qui aggrave la liaison interfaciale entre la sciure de bois et le polyester.
- Les modules de traction et de flexion du composite ont leurs pics à une charge de sciure de 20% en poids. Il y a eu une forte baisse des modules à 30% en poids de charge.

IV.2 Traitements thermiques et chimiques pour les composites sciures / UP [2]

M.H.Alzuhairi et al [2] ont été étudiés les effets de traitement alcalin et la fraction volumique de la sciure de bois sur les propriétés mécaniques et thermique des composites renforcées par de la sciure provenant de White Cham (un type de bois) a base de polyester insaturé (UP).

IV.2.1 Préparation des composites

M.H.Alzuhairi et al [2] ont été préparés les composites par les étapes suivantes :

1. Processus de tamisage à une taille granulaire $<425 \mu\text{m}$.
2. La sciure a séché à 80°C pendant trois heures.
3. Déterminé le poids des matériaux en utilisant une balance sensible.
4. Une masse 10 g de sciure de bois ont été immergés dans une solution d'hydroxyde de sodium à différentes concentrations de 0,5, 1, 1,5 et 2% (p / v) à température ambiante, sous agitation mécanique pendant trois heures. Le mélange a été filtré et soigneusement lavé avec de l'eau distillée 8 à 10 fois jusqu'à l'obtention d'un $\text{pH} = 7$ avant séchage pour éliminer tout alcali absorbé. La sciure de bois traitée a ensuite été d'abord séchée au soleil pendant une période de 72 heures, puis séchée au four à (80°C) pendant 3 heures pour éliminer l'humidité.
5. Un traitement thermique à différentes températures ($40, 60, 80$ et 100°C) et un traitement chimique avec NaOH à des concentrations de 2% (p / v) ont été effectués par système fermé et mélangés par un agitateur magnétique pendant 3 heures.

La sciure de bois avant et après un traitement chimique / thermique à différentes fractions de volume (20, 30 et 40%) a été mélangée manuellement avec une résine de polyester insaturé jusqu'à ce que le mélange devienne homogène. Le mélange a été versé correctement dans le moule pour obtenir les échantillons finaux uniformes.

Parmi les essais mécaniques et thermiques ils ont été étudiés

- Essai de traction.
- Essai d'allongement à la rupture.
- Essai de rigidité.



- Test de conductivité thermique.

IV.2.2 Résultats et discussions

D'après les résultats obtenus par M.H.Alzuhairi et al [2] les conclusions suivantes peuvent être tirées

- La résistance de traction pour la sciure de bois brute et traitée a diminué progressivement avec l'augmentation de la fraction volumique, où la valeur la plus élevée a été obtenue lorsque $V_f = 20\%$, cela se produit car à mesure que la teneur en sciure augmente, cela entraîne une augmentation de la faible surface interfaciale entre la sciure et la matrice par groupement hydroxyle dans la sciure de bois. La mauvaise liaison interfaciale provoque des micro-espaces partiellement séparés entre la sciure de bois et la matrice polymère.
- Lorsque la fraction volumique de la sciure de bois est diminuer, la rigidité à la matrice est augmente due à la cellulose a un degré élevé de polymérisation et de cristallinité et est responsable de la résistance de bois.
- La diminution de la valeur d'allongement en% avec des augmentations de la teneur en sciure.
- Les valeurs de rigidité diminuent avec l'augmentation de la fraction volumique de la sciure de bois.
- Le traitement alcalin par NaOH élimine certains composés (par exemple la lignine) de la sciure de bois. En conséquence, le transfert des contraintes à lieu facilement et de meilleures propriétés mécaniques sont atteintes.
- Les résultats ont montré que les propriétés mécaniques de la sciure de bois étaient traitées avec des températures différentes de 40, 60, 80 et 100 °C à 2% de NaOH augmenté au traitement thermique d'augmentation à 40,60 et 80 °C, tout en diminuant à 100 °C. La valeur maximale a été trouvée à 80 °C, ce qui pourrait être attribué à l'augmentation de l'indice de cristallinité de la sciure de bois lorsque le traitement thermique / alcalin a été effectué, tandis que la valeur minimale, cela est considéré que la dégradation thermique de la sciure de bois peut se produire à 100 °C.
- L'augmentation de la teneur en sciure a provoqué une obstruction à la transition de l'énergie thermique et diminuera ainsi les valeurs transmises par l'énergie thermique et provoquera une baisse des valeurs de conduction thermique.



IV.3 Effet du traitement chimique sur les propriétés physiques et mécaniques d'un composite à base de matrice thermodurcissable (polyester insaturé) renforcé par la sciure de bois [3]

M.F.Hossain et al [3] ont été préparés des composites renforcées par les particules de la sciure de bois à base d'un résine polyester insaturée. Ils ont été basés sur les effets de un paramètre :

- L'effet de traitement chimique sur la résistance de traction et le comportement d'absorption d'eau des composites.

Ils ont été traités les particules de la sciure de bois par la méthode suivante :

Les particules moyennes et grossières des différents bois ont été traitées chimiquement séparément avec une solution de NaOH à 10%. Pour un traitement chimique approprié, une particule équivalente à seulement 5% (en poids) du volume total de solution a été ajoutée. La particule de bois a été maintenue dans la solution pendant environ une heure et demie à température ambiante. Ensuite, la particule de bois a été séparée de la solution de NaOH, lavée avec de l'eau du robinet plusieurs fois et enfin, elle a été lavée avec de l'eau distillée. La particule de bois traitée et lavée a été séchée pendant cinq heures dans un four à 110 °C pour éliminer toute la teneur en humidité absorbée.

IV.3.1 Préparation des composites

M.F.Hossain et al [3] ont été préparés des composites par la méthode suivante :

Avant de couler le polyester liquide dans des matrices, il a été rendu exempt de gaz / air en évacuant dans une chambre à vide. Pour chaque temps de processus sous vide, cela prenait environ 10 minutes. Ensuite, un durcisseur (peroxyde de méthyléthylcéton $C_6H_{18}O_6$) de la proportion requise a été ajouté à l'intérieur du polyester liquide sans gaz et agité convenablement pour obtenir un mélange uniforme de polyester liquide et de l'éleveur. Au cours de cette agitation, l'air est également dissous à l'intérieur du mélange. Ainsi, le mélange est à nouveau évacué. En raison de l'ajout de durcisseur, le mélange a formé une masse pâteuse en 2 à 3 minutes. Après le processus de vide complet, la masse pâteuse a été coulée dans la filière pour obtenir des échantillons pour divers tests.

Parmi les essais physiques et mécaniques ils ont été étudiés

- Essai d'absorption d'eau.
- Essai de la résistance de traction.

IV.3.2 Résultats et discussions

D'après les résultats obtenus par M.F.Hossain et al [3] les conclusions suivantes peuvent être tirées



- ✓ La résistance de traction des composites augmente considérablement en raison du traitement chimique des particules de bois
- ✓ Le traitement chimique de la sciure de bois augmente considérablement la résistance des composites à matrice polymère renforcés de particules de bois.
- ✓ L'addition de la sciure de bois comme matériau de renforcement diminue légèrement la résistance du polymère à partir de son état pur. ceci est dû à la difficulté d'un mélange et d'une distribution uniformes des particules à l'intérieur de la matrice. des grappes de particules de bois se forment à différents endroits, responsables d'une faible adhérence. Ainsi, la résistance du composite diminue progressivement avec l'augmentation des proportions de la particule de bois.
- ✓ Pour tous les types de particules de bois, le comportement d'absorption d'eau des composites s'est avéré augmenter avec le traitement chimique. Les résultats ont également indiqué que l'absorption d'eau des composites augmente avec l'augmentation du pourcentage de particules de bois et de la période de vieillissement.

IV.4 Effet du volume de sciure sur les propriétés mécaniques et physiques du matériau composite [4]

A.G.Dyachenko et al [4] ont été fabriqué des échantillons de matériaux composites à base de résines polyester insaturées renforcées par de la sciure de bois. Ils ont été basés sur les effets de deux paramètres :

- le taux de la sciure de bois.
- le traitement chimique.

IV.4.1 Préparation des composites

A.G.Dyachenko et al [4] ont été préparés des composites par les étapes suivantes :

1. Pour déterminer les rapports des fibres de la sciure de bois, une unité vibrante avec un ensemble de tamis a été utilisée. En conséquence, trois volumes de la sciure de bois ont été sélectionnés (5 mm^3 , 25 mm^3 , 120 mm^3).
2. Les échantillons ont été soumis à trois types de charge (pression, cisaillement et flexion) pour déterminer l'effet du volume de la sciure sur les caractéristiques de résistance des matériaux composites.
3. La sciure de bois (volume 5 mm^3 , 25 mm^3 , 120 mm^3) a été traitée avec de l'eau à température ambiante pendant 2, 4, 6 et 8 jours.
4. Un masse 100 grammes de la sciure de bois ont été placés dans un récipient en plastique, versés avec 1 litre d'eau et laissés pendant 2, 4, 6 et 8 jours. Ensuite, l'eau a été versée et la masse a été versée avec de l'eau distillée pendant 1 heure.



5. Après ce temps, la sciure de bois a été retirée et séchée dans une étuve pendant 24 heures à une température de 110 °C. En outre, toutes les études ont également été réalisées à température ambiante.

6. Pour obtenir trois échantillons de composites. Ils ont été imprégnée la sciure de divers volumes (5 mm³ 25 mm³, 120 mm³ avec 10% d'éther de polyuréthane, bien mélangée.ont été ajoutés un durcisseur et le mélange ont été versé dans des moules.

Parmi les essais physiques et mécaniques ils ont été étudiés

- Essai de flexion des matériaux composites.
- Essai de compression des matériaux composites.
- Essai d'absorption d'eau.

IV.4.2 Résultats et discussions

D'après les résultats obtenus par A.G.Dyachenko et al [4] les conclusions suivantes peuvent être tirées

➤ Après le traitement de l'eau, les composites renforcés avec de la sciure de bois présentent une plus grande résistance de flexion. Cela est dû à la rugosité accrue de la surface de la sciure de bois et, par conséquent, à l'extension de l'adhérence de la surface avec la base composite. En outre, le traitement de l'eau améliore la résistance de l'échantillon sous compression.

➤ Les échantillons créés sur la base de la grande sciure de bois prennent une importance particulière. Cela est dû à la formation de trous sur la surface de la sciure de bois qui améliore également l'adhérence entre eux et la base de polymère composite.

IV.5 Etude de certaines propriétés mécaniques des composites sciure-polyester traités [5]

L. O. Adekoya et al [5] ont été étudiés les effets du traitement chimique sur certaines propriétés physiques et mécaniques des composites à base d'un résine polyester insaturée renforcées par la sciure de bois.

Ils ont été utilisés les étapes suivantes pour préparer et traiter la sciure de bois

1. La sciure de bois a été séchée au soleil puis pulvérisée pour réduire la taille des particules.
2. La sciure de bois a été tamisée en utilisant une tamiseuse modèle 16155 et une taille de tamis de 150 µm.
3. Deux cents grammes de sciure tamisée ont été traités chimiquement avec une solution d'hydroxyde de potassium à 4% (KOH) à 70 °C pendant 2 heures dans un bain-marie à agitation. La sciure de bois traitée a été filtrée de la solution de KOH et ensuite lavée



plusieurs fois avec de l'eau distillée pour éliminer tout KOH collant à la surface. Ceci a été suivi d'une neutralisation avec HCl dilué pour garantir qu'un pH final de 7 est maintenu. La sciure de bois traitée a été séchée dans un four à 35 °C pendant 7 h.

IV.5.1 Préparation des composites

L. O. Adekoya et al [5] ont été fabriqués les composites avec la méthode suivant

Les échantillons composites ont été produits à partir de résine de polyester insaturé avec la sciure de bois brute et traitée. Chaque échantillon a été soigneusement mélangé avec 1,0 g de Cobalt 2% comme accélérateur et méthyle éthyle cétone peroxyde (MECP) comme catalyseur. Dans un bêcher en verre et le mélange a été versé pour remplir les moules de traction et d'impact. On a laissé les échantillons durcir pendant 2 heures avant de les retirer soigneusement des moules.

Les échantillons de composites été obtenues après de les retirer soigneusement des moules sont présentés dans la figure. IV.3.



Figure. IV.3. Les échantillons de composite [5].

Parmi les essais physiques et mécaniques ils ont été étudiés

- Détermination de la propriété de dureté.
- Détermination des propriétés de traction.
- Détermination de la propriété d'impact.
- Essais d'absorption d'eau

IV.5.2 Résultats et discussions

D'après les résultats obtenus par L. O. Adekoya et al [5] les conclusions suivantes peuvent être tirées

➤ La résistance de traction, le module élastique, la dureté et la résistance aux chocs des composites sciure-polyester traités chimiquement étaient supérieurs à ceux des composites non traités.

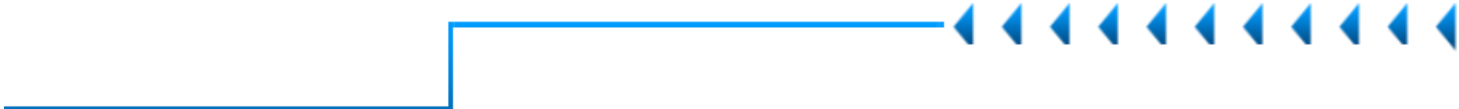


- La résistance de traction des composites sciure-polyester bruts et traités diminuait avec l'augmentation du pourcentage de sciure tandis que le module d'élasticité, la résistance aux chocs et la dureté augmentait avec l'augmentation du pourcentage en poids de sciure.
- Le taux d'absorption d'eau augmentait à mesure que le pourcentage en poids de sciure de bois augmentait pour les composites de sciure de bois traités et non traités. Cependant, les composites sciure-polyester traités absorbaient moins d'eau que ceux produits à partir de sciure brute.
- L'analyse statistique a montré qu'il existe des différences significatives entre les propriétés mécaniques des composites sciure-polyester traités et bruts. L'étude a conclu que le traitement chimique était efficace pour améliorer les propriétés mécaniques des composites sciure-polyester.



Références

- [1] L.E. Obogai , Z.N.Vandi, S.A. Chukwunwike, D.Obidimma, « Fabrication, mechanical and physical properties of AGBA (pioria balsamifera) sawdust reinforced polyester composite », International journal of applied science and engineering review, 2020, p7-16.
- [2] M. H. Alzuhairi, K.M. Shabbeb, A. H.Alsaedy, «Heat and Chemical Treatments for Sawdust/UPE Composites», Journal, University ofTechnology/Baghdad, 21/4/2016, p1626-1636.
- [3] M.F.Hossain, M.K.Islam, M.A.Islam, « Effect of Chemical Treatment on the Mechanical and Physical Properties of Wood Saw Dust Particles Reinforced Polymer Matrix Composites », Bangaldesh university of engineering and technologie, Volume 90, 2014, P39-45.
- [4] А. Г. Дьяченко, Т. П. Савостина, Б. И. Саед, « Влияние объема древесных опилок на механические свойства композитного материала: Effect of sawdust volume on mechanical properties of composite material », Вестник Донского государственного технического университета, Т.18, 2018, p300-305.
- [5] T.A.Adewole, L. O. Adekoya, « An investigation of some méchanical properties of treated sawdust-polyester composites », jornal, department of mechanical engineering obafemi awolowo university.lle-lfe. nigeria, 2015, p422-427.



Conclusion Générale



L'objectif général de ce travail est fabriquer et développer de nouvelles matériaux composites à base d'un résine thermodurcissable (polyester insaturé) renforcé par la sciure de bois.

Nous nous sommes intéressés particulièrement au problème d'adhésion à l'interface fibre de bois/matrice. Les fibres présentent un caractère hydrophile qui les rend incompatibles avec les polymères qui présentent un caractère hydrophobe. Cette incompatibilité est à l'origine du problème d'adhésion au niveau de la surface entre les deux matériaux. Afin de surmonter ce problème, des traitements chimiques par l'hydroxyde de sodium(NaOH).

Divers traitements par NaOH des fibres végétales permettent la modification de leurs surfaces. Ces traitements réduisent la rétention d'eau, améliorent l'ancrage de la fibre, créent un lien fort à l'interface fibres-matrice et par conséquent accordent de meilleures propriétés physiques et mécaniques aux matériaux composites.

En fin, les matériaux composites des fibres de la sciure de bois / polyester sont encore peu utilisés et en court de développement. Nous espérons trouver une continuité de ces travaux dans les années à venir afin de pour répondre aux besoins de l'industrie.