

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF – M'SILA

FACULTE : Des Sciences
DEPARTEMENT : De Chimie
N° :



DOMAINE : Sciences de la matière
FILIERE : Chimie
OPTION : Chimie Des Matériaux

**Mémoire présenté pour l'obtention
Du diplôme de Master**

Par :

Mahdi Ihab

Charif Abd elkarim

Intitulé

**Préparation d'un matériau composite
à base des fibres végétales (Cynodon)**

Soutenu devant le jury composé de :

Djerioui Ammar

Université de M'sila

Président

Laib Nouri

Université de M'sila

Rapporteur

Kheniche Abdelhakim

Université de M'sila

Examineur

Année universitaire : 2023 /2024

Remerciements

Tout d'abord je tiens à remercier **ALLAH** le tout puissant de m'avoir donné la santé, la volonté, le courage et la patience pour mener à terme ma formation et pourvoir réaliser ce travail de recherche.

Nos remerciements vont à nos parents Pour avoir toujours poussé dans nos études de nous avoir transmis les bonnes valeurs.

Tout d'abord, nous voudrions exprimer notre remerciement les plus sincères à notre promoteur **Dr. LAIB Nouri** pour notre avoir guidé pour la réalisation de cette étude et le soutien scientifique et moral.

Nos vifs remerciements iront aux membres de jury **Dr.Djerioui Ammar** et **Dr.Kheniche Abdelhakim** qui nous ferons l'honneur de juger notre travail.

Tout d'abord, un grande merci également le directeur de **Maghreb Pipe Industries** qui nous a aidé au cours de notre travaille surtout à l'ingénieur **Soufiane wulid sahli** qui a donnée tout les besoins au niveau du laboratoire.

Nous tenons également à remercier à notre collègues de chimie de matériaux pour les sympathiques moments qu'on a passé ensemble.

Dédicaces

Nous dédions ce modeste travail

A nos parents

A nos frères et sœurs

A toute la famille

A nos amis et collègues

الملخص:

الهدف من هذه الدراسة هو تحضير مواد مركبة انطلاقا من ألياف نبات النجم التي يتم معالجتها كيميائيا بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) بتركيز مختلفة (2%، 4%، 6%، 8%) خلال زمن ثابت (أربع ساعات)، من اجل استغلالها في المجال الصناعي.

الاختبارات التشخيصية المستعملة من اجل هذه الدراسة هي تحليل فورييه للأشعة تحت الحمراء (FTIR)، وتحليل الأشعة السينية (DRX) لمعرفة مدى تأثير المعالجة الكيميائية على ألياف النجم. واختبار الانحناء لمعرفة الخصائص الميكانيكية للمواد المركبة المحضرة.

الكلمات المفتاحية : ألياف النجم، المعالجة الكيميائية، اختبار الانحناء، الخصائص الميكانيكية.

Résumé :

L'objectif de cette étude est de préparé des matériaux composites à partir des fibres de la plante Cynodon, traitées chimiquement avec une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) à différentes concentrations (2%, 4%, 6% et 8%) pendant une durée fixe (quatre heures), afin de utiliser dans le domaine industriel.

Les tests diagnostiques utilisés pour cette étude sont l'analyse infrarouge par transformée de Fourier (FTIR) et l'analyse par rayons X (DRX) pour évaluer l'impact du traitement chimique sur les fibres de Cynodon, et un test de flexion est également réalisé pour déterminer les propriétés mécaniques des matériaux composites préparés

Les mots clés : les fibres de Cynodon, traitement chimique, test de flexion, propriétés mécanique.

Abstract:

The objective of this study is to prepare composite materials from Cynodon plant fibers, chemical treated with sodium hydroxide solution at different concentrations (2%, 4%, 6% and 8%) for a fixed duration (four hours).

The diagnostic tests used in this study include Fourier Transform Infrared (FTIR) analysis and X-ray (DRX) analysis to assess the impact of chemical treatment on the Cynodon fibers, bending test is also conducted to determine the mechanical properties of the prepared composite materials.

Key words: Cynodon fibres, chemical treatment, bending test, mechanical properties.

Liste des figures :

Figure I.1 : Classification des fibres naturelles en fonction de leur origine.....	Page 2
Figure I.2 : Quelques plantes, origine des fibres utilisées comme renfort dans le matrice...	Page 3
Figure I.3 : Structure schématique d'une fibre végétale.....	Page 3
Figure I.4 : Angle micro fibrilles.....	Page 4
Figure I.5 : Représentation de la hiérarchie structurale dans une fibre cellulosique.....	Page 4
Figure I.6 : Représentation schématique d'une fibre végétale.....	Page 6
Figure I.7 : Structure chimique de la cellulose.....	Page 6
Figure I.8 : Représentation schématique de la hiérarchie de dans une fibre cellulosique...	Page 7
Figure I.9 : Représentation schématique de l'alternance de zones cristallines.....	Page 7
Figure I.10 : Structure des précurseurs de la lignine.....	Page 8
Figure I.11 : molécule de l'hémicellulose.....	Page 9
Figure I.12 : Molécule de pectine.....	Page 9
Figure I.13 : Cynodon.....	Page 14
Figure I.14 : Composants du Cynodon.....	Page 15
Figure II.1 : Matériau composite.....	page 16
Figure II.2 : Structure d'un matériau composite.....	page 17
Figure II.3 : Différentes familles de matrice.....	page 18
Figure II.4 : Différents renforts existent.....	page 19
Figure II.5 : Schéma Modèle d'adhésion inter-fibres dans le cas des liaisons hydrogène...page	25
Figure III .1 : L'emplacement de l'usine Maghreb Pipe Industries.....	Page 33
Figure III.2 : Résine orthophtalique et vinylester.....	Page 34
Figure III.3 : Fibres de verre type E et C.....	Page 34
Figure III.4 : Les fibres de Cynodon.....	Page 35
Figure III.5 : Traitement des fibres de Cynodon par NaOH.....	Page 37
Figure III.6 : Fibre de Cynodon traité.....	Page 37
Figure III.7 : Machine de broyage.....	Page 38
Figure III .8 : Le tamis utilisé 1000µm.....	Page 38
Figure III.9 : les échantillons finaux des fibres de Cynodon.....	Page 38
Figure III.10 : Remplir les moules avec de fibres de Cynodon.....	Page 39
Figure III.11 : Imprégner les fibres avec la résine.....	Page 39
Figure III.12 : Les matériaux composites préparés.....	Page 9
Figure III.13 : L'appareille de DRX (X-Pert PRO MPD).....	Page 40
Figure III.14 : Principe de loi de Bragg.....	Page 40
Figure III.15 : L'appareille de FTIR utilisé (Cary 630 FTIR).....	Page 41
Figure III.16 : Représentation schématique de FTIR.....	Page 41
Figure III.17 : La machine d'essai universelle (UTM).....	Page 42
Figure IV.1 : Courbe FTIR de Cynodon avant traitement (UCF).....	Page 44
Figure IV.2 : Courbe FTIR de Cynodon après traitement (CFTA4).....	Page 45
Figure IV.3 : Courbe FTIR de Cynodon après traitement (CFTA6).....	Page 46
Figure IV.4 : Courbe FTIR de Cynodon après traitement (CFTA8).....	Page 46
Figure IV.5 : Courbe FTIR de Cynodon après traitement (CFTA2).....	Page 47
Figure IV.6 : Spectre de rayons X des fibres non traité (UCF).....	Page 48
Figure IV.7 : Spectre de rayons X des fibres non traité (CFTA2).....	Page 48

Figure IV.8 : Spectre de rayons X des fibres traitée (CFTA4).....	Page 49
Figure IV.9 : Spectre de rayons X des fibres traitée (CFTA6).....	Page 49
Figure IV.10 : Spectre de rayons X des fibres traitée (CFTA8).....	Page 50
Figure IV.11 : Courbe de flexion (UCF).....	Page 51
Figure IV.12 : Courbe de flexion (CFTA2).....	Page 51
Figure IV.13 : Courbe de flexion (CFTA4).....	Page 52
Figure IV.14 : Courbe de flexion (CFTA6).....	Page 52
Figure IV.15 : Courbe de flexion (CFTA8).....	Page 52

Liste des tableaux :

Tableau I.1 : Composition chimiques de quelques types des fibres végétales.....	page 10
Tableau I.2 : propriétés physique de certaines fibres végétales.....	page 11
Tableau I.3 : diamètre et propriétés élastique de certains fibres végétales.....	page 11
Tableau I.4 : avantages et inconvénients des fibres végétales.....	page 13
Tableau I.5 : classification systématique de Cynodon.....	page 14
Tableau II.1 : Classification suivant la forme des constituants.....	page 21
Tableau II.2 :Avantages et inconvénients des composites.....	page 23
Tableau IV.1 : Vibration des groupes fonctionnels caractéristique des fibres étudiées.....	Page 44
Tableau IV. 2 : Module de cristallisation des fibres brutes et traitées.....	Page 50

Liste des équations :

Equation II.1 : traitement Alcalin sur les fibres végétales.....	Page 27
Equation II.2 : traitement de silane sur les fibres végétales.....	Page 28
Equation II.3 : principe de permanganate.....	Page 29
Equation II.4 : traitement acétylation sur les fibres végétales.....	Page 29
Equation II. 5 : principe du traitement au peroxyde.....	Page 30
Équation II.6 : principe de Benzylation.....	Page 30
Équation II.7 : Réaction du silane avec des groupes OH de fibres naturelles.....	Page 31
Équation II.8 : Réaction possible entre cellulosique OH et le chlorure de benzoyle.....	Page 32

Liste des abréviations :

UCF : fibres de Cynodon non traitées.

CFTA2 : fibres de Cynodon traitées alcaline (concentration 2%).

CFTA4 : fibres de Cynodon traitées alcaline (concentration 4%).

CFTA6 : fibres de Cynodon traitées alcaline (concentration 6%).

CFTA8 : fibres de Cynodon traitées alcaline (concentration 8%).

FTIR : Spectroscopie infrarouge à transformé de fourrier.

DRX : Diffractions des rayons X.

T : Transmutante %.

Sommaire :

Remerciement.....	Page 1
Dédicaces.....	Page 1
Résumé.....	Page 1
Liste des figures.....	Page 1
Liste des tableaux.....	Page 1
Liste des équations.....	Page 1
Liste des abréviations.....	Page 1
Introduction générale.....	Page 1

Chapitre I : les fibres végétales.

I.1. Introduction.....	Page 1
I.2. Les fibres naturelles.....	Page 1
I.3. Les fibres végétales.....	Page 2
I.3.1. Définition des fibres végétales.....	Page 2
I.3.2. Structure d'une fibre végétale.....	Page 3
I.3.3. Classification des fibres végétales.....	Page 5
I.3.4. Composition chimique des fibres végétales.....	Page 5
I.3.4.1. La cellulose.....	Page 6
I.3.4.2. La lignine.....	Page 7
I.3.4.3. Les hémicellulose.....	Page 8
I.3.4.4. Les pectines.....	Page 9
I.3.5. Caractéristiques physique et mécaniques des fibres végétales.....	Page 10
I.3.6. Application des fibres végétales.....	Page 11
I.3.7. Avantages et inconvénients des fibres végétales.....	Page 12
I.4. Cynodon	Page 13
I.4.1. Définition de Cynodon	Page 13
I.4.2. Description de Cynodon.....	Page 14
Bibliographie du chapitre I.....	Page 14

Chapitre II : Les matériaux composites et les traitements chimiques des fibres végétales.

II.1. Introduction.....	Page 16
II.2. Présentation des matériaux composites.....	Page 16
II.2.1. Définition.....	Page 16
II.2.2. Caractéristiques générale.....	Page 17
II.2.3. Constitution d'un matériau composite.....	Page 18
II.2.3.1. Matrice.....	Page 18
II.2.3.2. Les renforts.....	Page 19
II.2.4. Classification des matériaux composites.....	Page 20
II.2.4.1. Classification suivant la nature des constituants.....	Page 20
II.2.4.1.1. Composites à matrice organique (polymère) (C.M.O)	Page 20
II.2.4.1.2. Composites à matrice métallique (C.M.M)	Page 20

II.2.4.1.3. Composites à matrice céramique (C.M.C)	Page 21
II.2.4.2. Classification suivant la forme des constituants.....	Page 21
II.2.4.2.1. Composites à fibres.....	Page 22
II.2.4.2.2. Composites à particules.....	Page 22
II.2.4.3. Classification des composites selon propriétés mécaniques.....	Page 22
II.2.5. Application des composites à base des fibres végétales.....	Page 23
II.3. Principaux avantages et inconvénients des composites.....	Page 23
II.4. Facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites.....	Page 24
II .4.1. La dispersion de la fibre.....	Page 24
II .4.2. L'orientation de la fibre.....	Page 24
II .4.3. Influence de la nature et la quantité des constituants.....	Page 24
II.4.4. L'effet de l'humidité.....	Page 24
II.4.5. Adhésion fibre-matrice.....	Page 25
II.5. Amélioration de la compatibilité charge-matrice.....	Page 26
II.5.1.Méthode de Modification Chimique de la surface des fibres végétales.....	Page 26
II.5.1.1.le traitement chimique.....	Page 26
II.5.1.1.1. Le traitement alcalin (NaOH) (mercerisage).....	Page 27
II.5.1.1.2.Traitement de Silane.....	Page 28
II.5.1.1.3.Traitement de permanganate.....	Page 28
II.5.1.1.4.Acétylation.....	Page 29
II.5.1.1.5. Traitement de peroxyde.....	Page 30
II.5.1.1.6.Benzylation.....	Page 30
II.5.2.Traitement thermique.....	Page 31
II.5.3.Méthodes physiques de modification de la surface.....	Page 31
II.5.3.1.Le Traitement au Plasma.....	Page 31
II.5.3.2.Les Agents de couplage.....	Page 31
II.5. 3.3. La Copolymérisation par Griffage.....	Page 32
Bibliographie chapitre II	

Chapitre III: Les matériaux et les méthodes expérimentales.

III.1. Introduction	Page 33
III.2. Usine de Maghreb Pipe Industries.....	Page 33
III.2.1. Définition d'usine.....	Page 33
III.2.2. Matières première de l'usine	Page 33
III.2.3. Applications de l'usine de Maghreb Pipe Industries.....	Page 35
III.3. Matériaux utilisées.....	Page 35
III.3.1. Les fibres de cynodon	Page 35
III.3.2. Les produits chimiques	Page 36
III.4. Techniques expérimentales	Page 36
III.4.1. Traitement chimique	Page 36
III.4.2. Broyage et tamisage des fibres	Page 37
III.4.3. Préparation des matériaux composites.....	Page 38
III.5. Appareillage de mesure et caractérisation.....	Page 40
III.5.1. Diffraction des rayons X	Page 40

III.5.2. La spectroscopie infrarouge à transformé de fourrier (FTIR)	Page 41
III.5.3. La machine d'essai universelle (UTM)	Page 42

Chapitre IV : Résultats et discussions.

IV.1 .Introduction.....	Page 43
IV.2 .Test FTIR sur les fibres de Cynodon	Page 43
IV.2 .1.Test (FTIR) de fibre Cynodon avant traitement.....	Page 44
IV.2 .2.Test (FTIR) de fibre Cynodon après traitement.....	Page 45
IV.2 .3.Etudier des effets des traitements NaOH	Page 45
IV.3 .Test DRX sur les fibres de Cynodon	Page 47
IV.4 .Test de Flexion.....	Page 51
Conclusion générale.....	

Introduction générale

Introduction générale

Aujourd'hui, l'homme a besoin de réfléchir davantage pour rechercher des sources alternatives non nuisibles à l'environnement. Ces dernières années ont vu l'émergence de nombreuses nouvelles normes environnementales visant à apporter des changements garantissant la sécurité et la durabilité de notre planète. Ces changements ont directement impacté le domaine de l'industrie, où les entreprises se sont tournées vers des produits propres et respectueux de l'environnement.

Le domaine des matériaux composites est l'un des secteurs qui s'est transformé en une nouvelle gamme de produits plus respectueux de l'environnement. En ce moment, Les fibres naturelles en tant que bio charges gagnent beaucoup en attractivité à cause de ses avantages considérables tels que le faible coût, la faible densité, la disponibilité, non cancérigènes et dégradables par rapport au synthétiques.

La différence entre la nature hydrophile de ces fibres et de celle hydrophobe de la matrice, engendre une interface pas favorable au transfert de contraintes, des poches d'eau causant des cavités lors de la transformation et une mauvaise dispersion, ce qui conséquent conduit à un matériau de faible propriétés mécaniques. Il est alors nécessaire de les améliorer de façon à ne pas pénaliser les propriétés mécaniques.

La disponibilité étendue de la plante de Cynodon dans notre région à M'Sila nous a donné l'opportunité de utilisé pour mener cette étude. Nous effectué un traitement chimique des fibres de Cynodon et les avons utilisées pour développer un matériau composite. Ensuite, nous avons réalisé un test de flexion pour identifier le comportement mécanique de ce matériau.

Ce mémoire composé se quater chapitre:

- Le premier chapitre consiste en une étude bibliographique sur les fibres naturelles et végétales. La morphologie, la composition et le comportement mécanique des fibres sont décrits et définis, ainsi que la définition et la description du Cynodon.
- Le deuxième chapitre est une étude bibliographique sur les matériaux composites, comprenant leur définition, leurs types et le traitement chimique des fibres végétales.
- Le troisième chapitre consiste en la présentation des produits, des appareilles et des méthodes expérimentales utilisés dans le traitement chimique et de préparation des matériaux composites.
- Le quatrième chapitre présente les résultats des analyses FTIR et DRX sur les fibres de Cynodon, ainsi que les résultats des tests de flexion sur les matériaux composites préparés.

Chapitre I

Les fibres végétales

I.1. Introduction

Depuis longtemps, l'homme a utilisé les fibres dans sa vie quotidienne dans de nombreux domaines pratiques, où les fibres végétales ont été utilisées dans la fabrication des textiles et des cordes, ainsi que comme renforcement pour certains matériaux traditionnels dans la fabrication de briques et de plâtres. Plus tard, avec le développement technologique, nous avons vu l'émergence des fibres synthétiques, ce qui a accru l'utilisation des fibres dans une large gamme d'applications.

De nos jours, avec l'apparition de nouveaux défis économiques et environnementaux, les chercheurs se tournent vers le renforcement des matériaux composites par les fibres végétales. Dans ce premier chapitre, nous présenterons les caractéristiques et les propriétés des fibres végétales ainsi que les connaissances liées à leur utilisation dans le renforcement des matrices métalliques, des polymères et autres.

I.2. Les fibres naturelles :

Les fibres naturelles possèdent de nombreuses propriétés intéressantes en tant que renfort pour les composites. Elles se caractérisent par leur faible densité, ce qui confère aux composites une légèreté relative tout en conservant des caractéristiques spécifiques élevées [1]. De plus, les fibres naturelles offrent des avantages significatifs en termes de traitement par rapport aux fibres synthétiques. Enfin, elles constituent une ressource renouvelable, réduisant ainsi la dépendance aux huiles de pétrole nationales et étrangères.

Les fibres sont classées selon leur origine (naturelles, synthétiques ou artificielles), leur dimension (macro ou microfibre), leur forme (droite, ondulées, aiguille, ...etc.) et aussi par leurs propriétés mécaniques. Les principales fibres utilisées sont [1].

Il est donc possible de distinguer trois grandes familles [2] :

- **Les fibres végétales** : elles se subdivisent elles-mêmes selon leur provenance. On peut donc citer les fibres libériennes qui sont extraites de tiges de plantes (chanvre, lin, ramie, jute), les fibres dures qui sont extraites de feuilles (sisal), de troncs (palmier), de fruits ou d'écorces de fruits (coir, noix de coco), et les fibres qui proviennent des poils séminaux de graines (coton, kapok), des herbes (arundo donax), de la paille (blé) du bois (résineux, feuillus).
- **Les fibres animales** : La fibre la plus importante et la plus utilisée est la fibre de laine connue pour ses qualités de bon isolant thermique, son pouvoir absorbant élevé (16-18%) et son élasticité importante (45%) . Les fibres animales sont classées selon leur provenance, on note essentiellement :
 - Poils : la laine (obtenue par la tonte de moutons), alpaga, angora, chameau, cachemire, ...
 - Sécrétions : soie, soie sauvage, fils d'araignée ;
- **Les fibres minérales** : telles que le basalte et l'amiante.

La figure I.1 illustre la classification des fibres naturelles

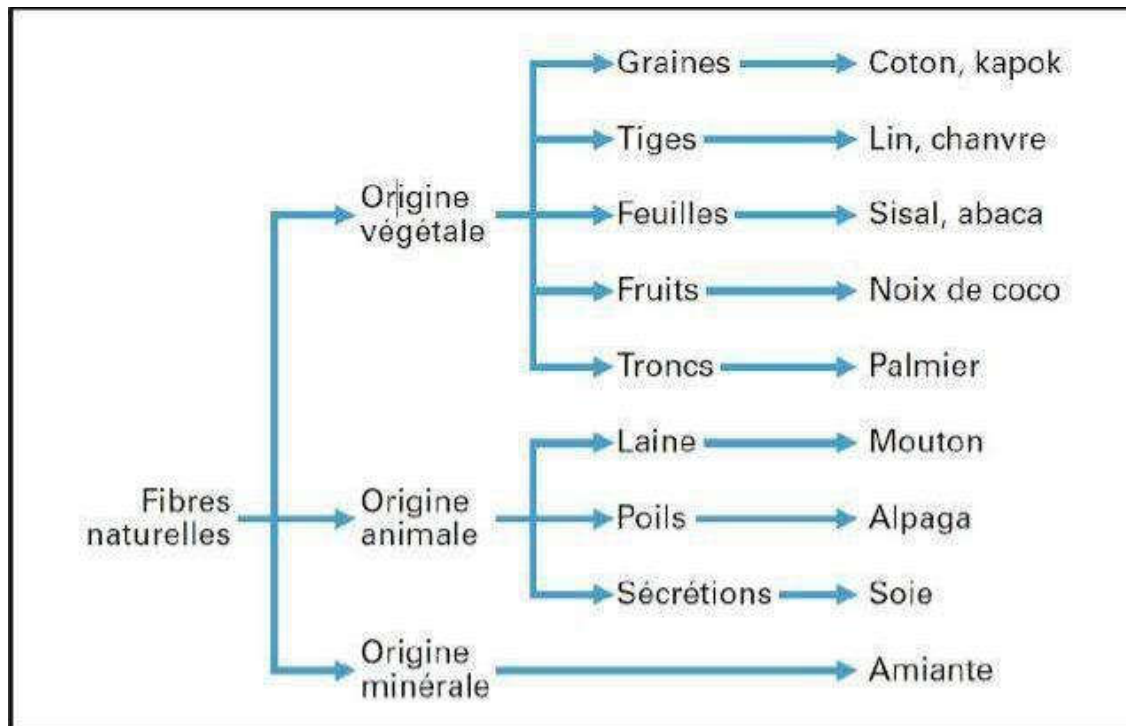


Figure I.1 : classification des fibres naturelles en fonction de leur origine [3].

I.3. Les fibres végétales :

Récemment, les industries européennes ont connu un regain d'intérêt, avec une utilisation accrue des fibres végétales. Avec l'intérêt croissant à l'environnement et l'encouragement des gouvernements et des intuitions à l'investissement durable, la tendance est de s'orienter vers ce type de fibres écologique et fonctionnelles. Ce retour est d'autant plus important, que les ressources pétrolières sont de plus rares et coûteuses.

I.3.1. Définition des fibres végétales :

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. En proportion relativement faible d'extractibles non azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales. Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [4] .

Les fibres sont présentées à l'état naturel un peu partout dans l'univers. Elles sont généralement l'ossature des végétaux (lin, coton...). On les rencontre aussi dans certains minéraux (amiante).

Bien évidemment, l'homme, par l'intermédiaire des industries, fabrique de nombreuses variétés de fibres synthétiques, semi-synthétiques, ou à partir d'éléments naturels, mais ne possédant pas ces formes (nylon, fibre optique...).

Les fibres peuvent être classées selon leur origine, leur longueur, leur consistance ou même selon leur utilisation.

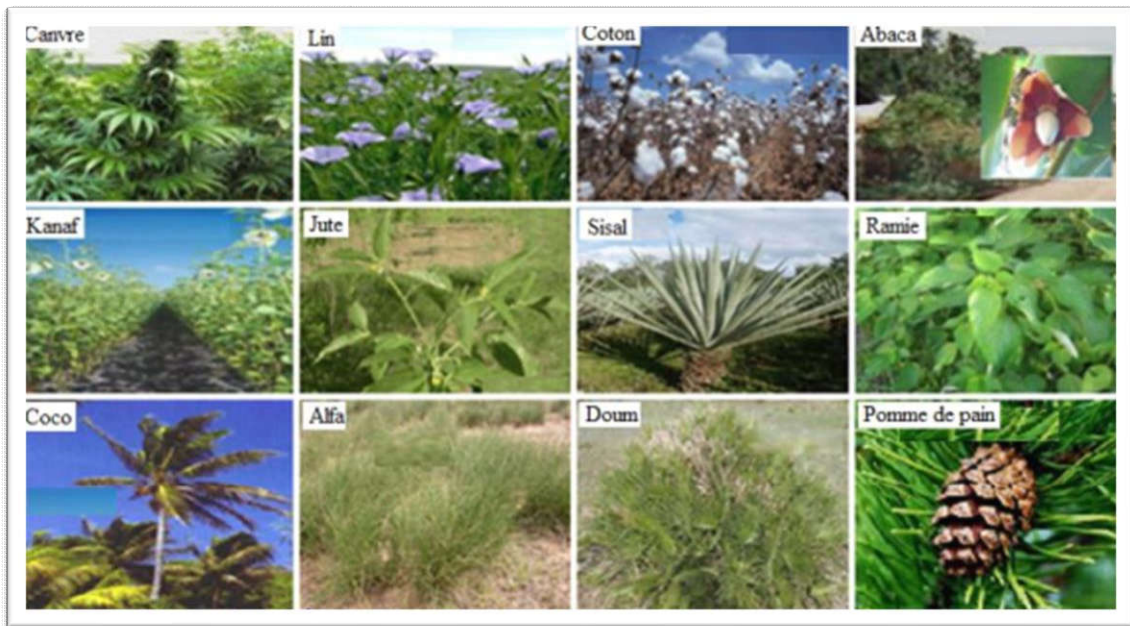


Figure I.2 : Quelques plantes, origine des fibres utilisées comme renfort dans les matrices et polymères.

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

I.3.2. Structure d'une fibre végétale :

Les fibres végétales sont des structures biologiques composées principalement de cellulose, hémicelluloses et de lignine (Figure I.3).

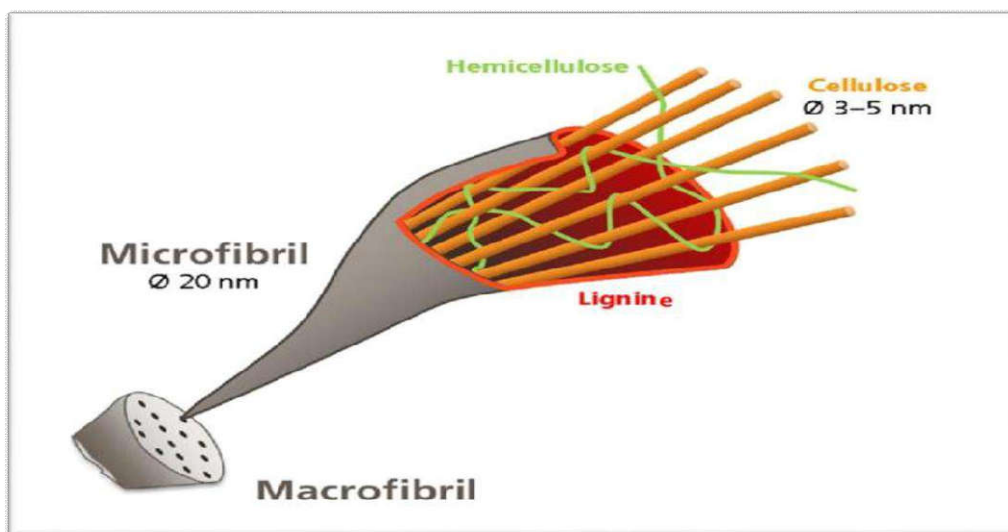


Figure I.3 : Structure schématique d'une fibre végétale [5].

Contrairement aux autres composantes des fibres qui possèdent une structure amorphe, la cellulose possède une structure en grande partie cristalline. A l'intérieur de la fibre, les chaînes celluloses sont réunies en micro fibrilles qui en s'agglomérant forment des fibrilles sur plusieurs couches. L'angle entre ces éléments très structurés et l'axe de la fibre conditionne la rigidité de la fibre (Figure I.4) [6].

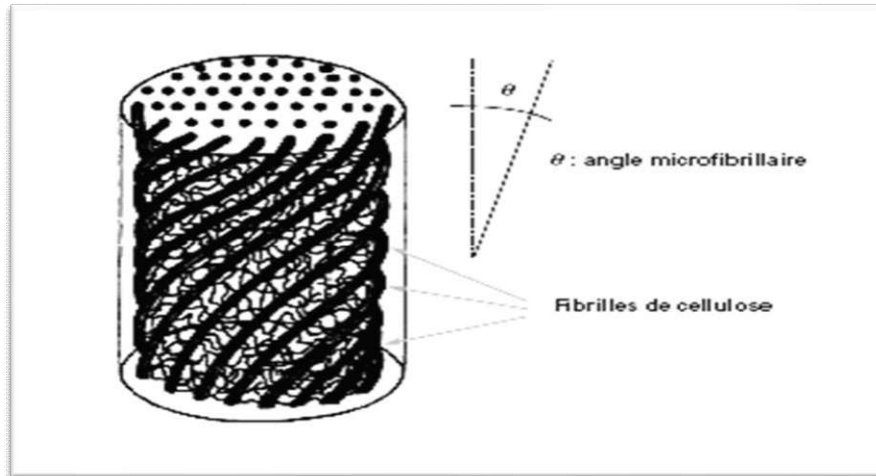


Figure I .4 : Angle micro fibrilles.

Une fibre végétale est un empilement de plis composites. Elle est composée d'une paroi primaire et d'une paroi secondaire, elle-même constituée de trois couches repérées notées S1, S2 et S3. Au centre, il peut exister une cavité appelée lumen si la cellule ne s'est pas entièrement remplie lors de son développement (remplissage de l'extérieur de la cellule vers l'intérieur). La couche S2 de la paroi secondaire représente environ 80% de la section et conditionne le comportement mécanique (Figure I.5).

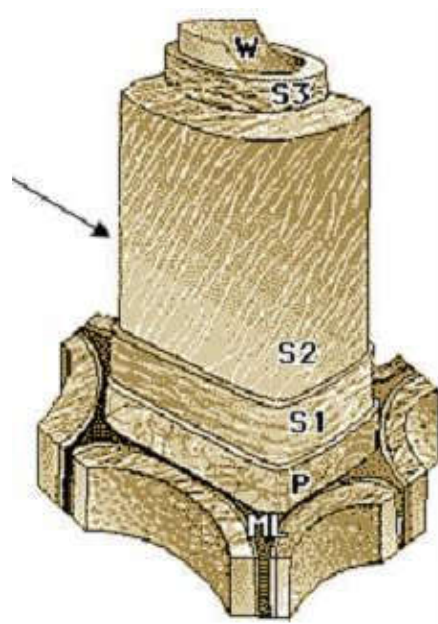


Figure I .5 : Représentation de la hiérarchie structurale dans une fibre cellulosique [7].

Une fibre végétale est assimilable à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose. La matrice est principalement composée d'hémicellulose et de lignine. Habituellement, dans un matériau composite, le taux de renfort et l'orientation des fibres conditionnent les caractéristiques élastiques et à rupture. De même, dans une fibre végétale, les propriétés physiques des fibres naturelles sont principalement déterminées par la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage de cellulose, l'angle micro fibrillaire, la section et le degré de polymérisation.

I.3.3. Classification des fibres végétales :

Plusieurs critères permettent de différencier les fibres végétales :

- En fonction de l'organe végétal dont elles proviennent, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (Kénaf, jute, lin, ramie), et de feuilles (Sisal, abaca, paille de graminée).
- En fonction de leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigide provenant de matériels ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois et 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).
- En fonction de leur longueur, les fibres végétales peuvent être groupées en deux catégories : fibres longues, dites libérienne, provenant des tiges et d'écorce de tiges de plantes annuelles. Elles sont douces, tandis que les fibres longues issues de feuilles ou de troncs d'arbre sont plus dures et plus rigides à cause de leur richesse en lignine. et fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues.

I.3.4. Composition chimique des fibres végétales :

À l'exception de l'eau, qui demeure la molécule indispensable à la survie de toute espèce végétale, les cellules végétales se composent principalement de polymère à bas de sucre (glucides) qui se combient avec de la lignine et d'autres produits d'extraction en quantité moindres.

La composition chimique varie d'une plante à une autre et dépend de l'espèce, de l'âge de la plante, des conditions climatiques, de la composition du sol et de la méthode d'extraction utilisée. Les fibres végétales se composent principalement de la cellulose, d'hémicellulose, de la lignine, de la pectine et des cires [9]. Les propriétés de chaque constituant contribuent à la propriété globale de la fibre. La cellulose est responsable de la résistance mécanique de la plante [10]. 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) [11].

Une fibre végétale est assimilable à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose. La matrice est principalement composée d'hémicellulose et de lignine [12,13] (figure I.6).

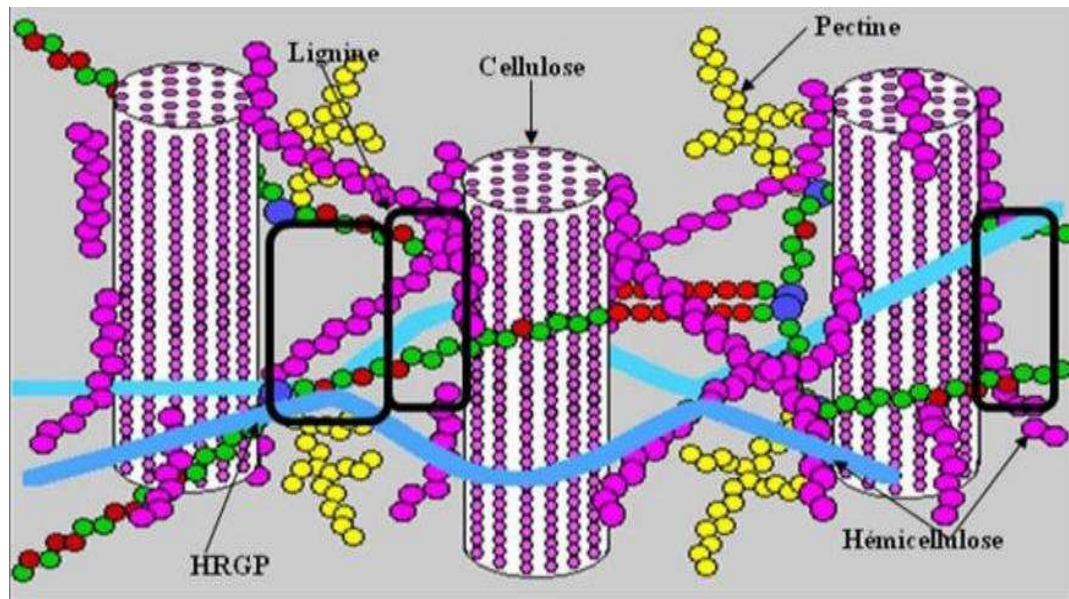


Figure I.6 : Représentation schématique d'une fibre végétale.

I.3.4.1. La cellulose :

La cellulose est le principal composé de la totalité des fibres végétales et représente la matière la plus abondante sur la surface de la terre (plus de 50 % de la biomasse) [14]. C'est une macromolécule formée de longues chaînes de polymères linéaires non ramifiées dont le motif de base est le glucose $C_6H_{12}O_6$ (figure 1.7).

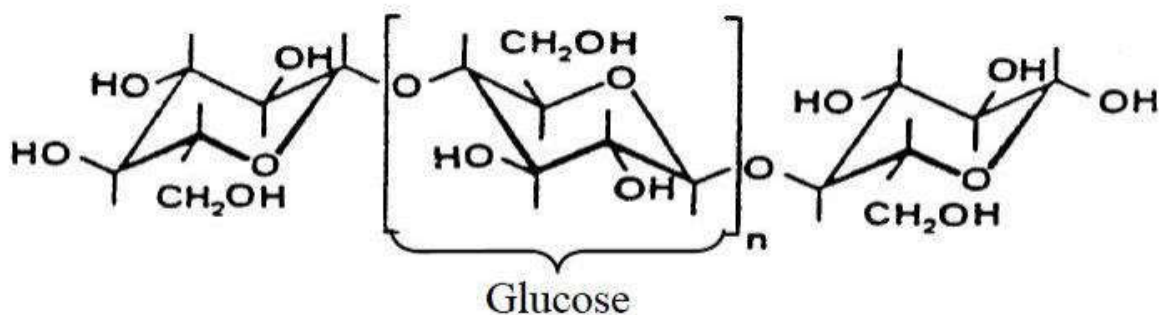


Figure I.7 : Structure chimique de la cellulose [15].

Cette disposition moléculaire ordonnée des chaînes cellulose parallèles entre elles est la base d'un édifice cristallin que l'on appelle micro fibrilles. La hiérarchie de structure et l'organisation supramoléculaire de la cellulose sont schématisées dans (Figure I.8)

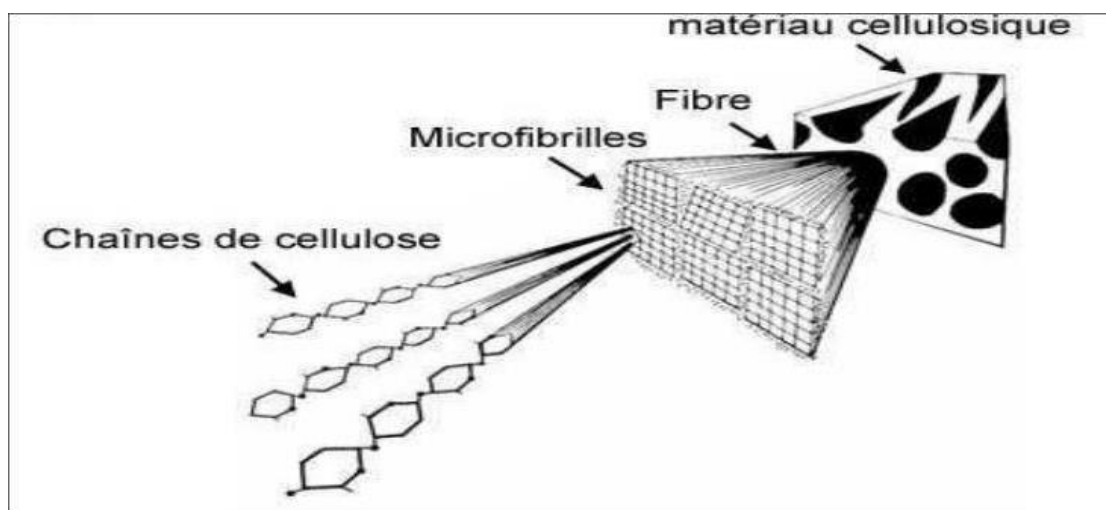


Figure I.8 : Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre cellulosique.

Dans la cellulose pure, la structure moléculaire est presque parfaitement régulière car elle ne contient de défauts que dans une unité sur mille environ. Le centre de ces microfibrilles est très cristallin tandis que les chaînes de surface sont de nature plus désordonnées et constituent des zones paracristallines. Ces zones, ainsi que les défauts de cristallinité qui surviennent lors de la biosynthèse de la cellulose forment la phase amorphe de la cellulose. Donc les microfibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines parfaitement ordonnées et de zones amorphes, au contraire, totalement désordonnées (Figure I.9).

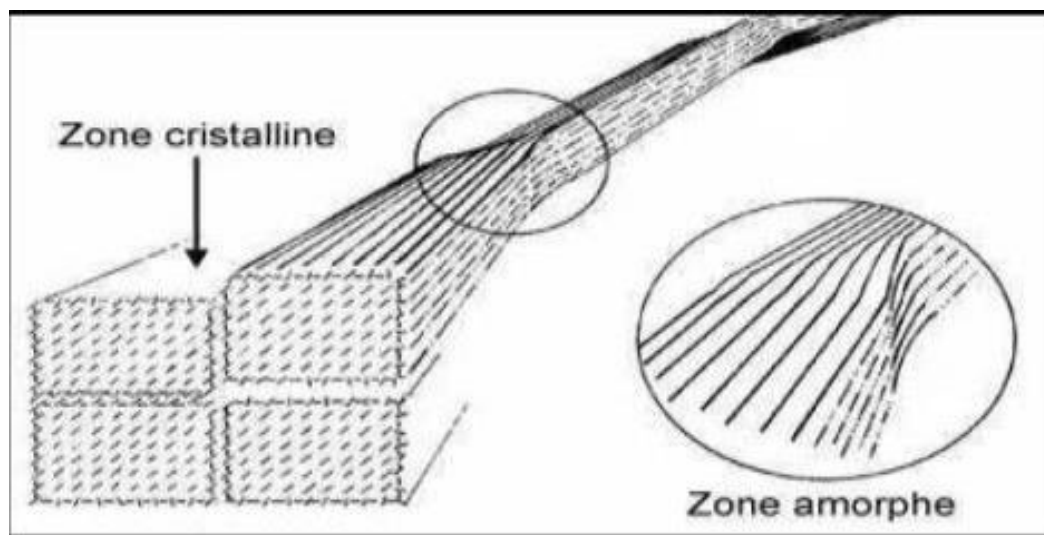


Figure I.9 : Représentation schématique de l'alternance de zones cristallines et désorganisées le long d'une microfibrille.

I.3.4.2. La lignine :

La lignine forme avec la cellulose et l'hémicellulose la grande majorité de la biomasse, elle est 2ème après la cellulose en termes d'abondance. Ses principales fonctions sont d'apporter de la rigidité, une imperméabilité à l'eau et une grande résistance à la décomposition (barrière de protection biologique) [9].

La lignine ou « les lignines » sont des polymères tridimensionnels provenant de la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropénoïques dont la structure, dépendant de l'espèce végétal ; est indiquée sur la figure I.10: l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique. La lignine est totalement amorphe et hydrophobe. Elle n'est pas hydrolysée par les acides, mais soluble à chaud dans la soude, facilement oxydée et facilement condensable avec du phénol [8,16].

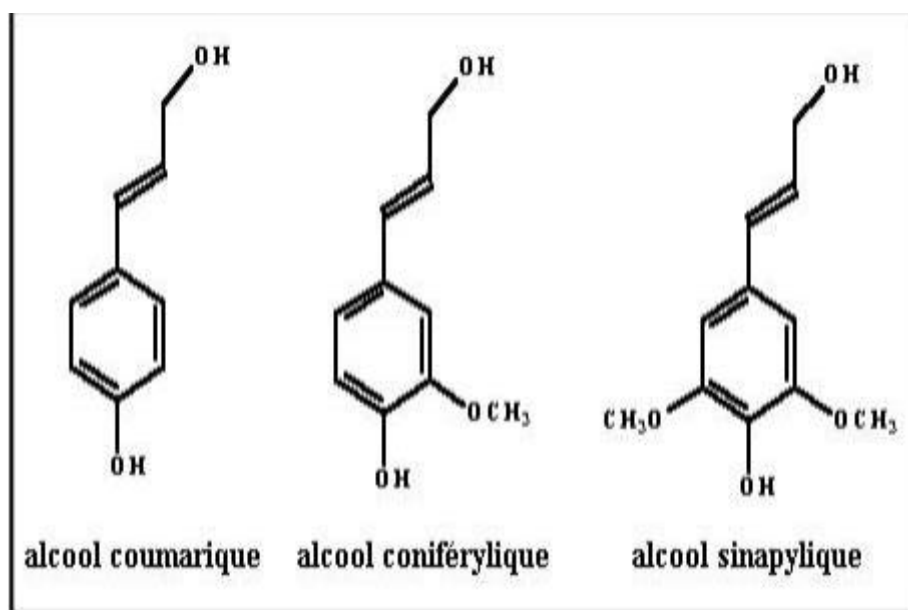


Figure I .10 : Structure des précurseurs de la lignine.

I.3.4.3. Les hémicellulose :

Les hémicelluloses représentent le 3ème composant principal juste après la cellulose et la lignine, avec une proportion en poids d'à peu près 25% de la biomasse [9]. Les hémicelluloses sont des polysaccharides, qui se trouvent dans tous les végétaux caractérisés par des masses molaires beaucoup plus faibles que celle de la cellulose et par des structures moins régulières à la fois par la présence de différentes unités dans leurs chaînes et/ou de ramifications [17], et sont constituées de monomères glucidiques variés, tels que, le xylose, le mannose, le galactose, le rhamnose et l'arabinose. L'hémicellulose est très hydrophile, soluble dans les solutions alcalines et facilement hydrolysée dans les acides [8,16].

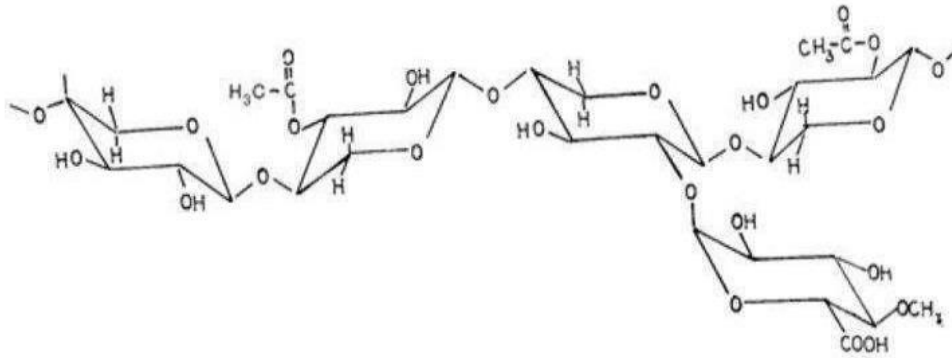


Figure I .11 : Molécule de l'hémicellulose [18].

I.3.4.4. Les pectines :

Les pectines se trouvent à la fois dans la lamelle moyenne et la paroi primaire des cellules, présentes avec de moindres quantités que la cellulose et la lignine mais qui restent un élément d'une importance significative. Comme les hémicelluloses, elles permettent de maintenir la cohésion entre les cellules des tissus végétaux où elles jouent le rôle de ciment intercellulaire, responsables de la rigidité et de la cohésion. Elles sont associées à d'autres composants chimiques membranaires (cellulose, hémicellulose, lignine) par des liaisons physiques et/ou chimiques.

Ce polysaccharide anionique linéaire est constitué majoritairement d'unités α -Dacidegalacturonique joints en α (1-4) par une liaison glycosidique.

Des molécules de Lrhamnose (1-4%) sont parfois introduites dans la chaîne en α (1-2) produisant des irrégularités. Plusieurs glucides neutres tels le galactose, le glucose, le rhamnose, l'arabinose et la xylose participent à sa structure par la formation de chaînes latérales (Figure I .12) .

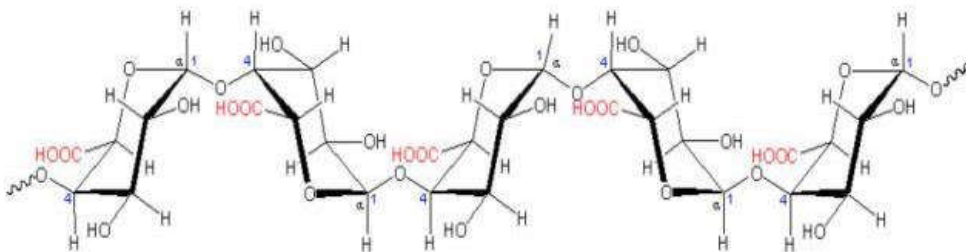


Figure I .12 : Molécule de pectine.

Le tableau I.1 illustre les compositions chimiques de quelques types des fibres végétales.

Fibre	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Graisses (%)
Bagasse	55.2	16.8	25.3	/
Bambou	26-43	30	21-31	/
Lin	71	18.6-20.6	2.2	1.5
Kénaf	72	20.3	9	/
Sisal	65	12	9.9	2
Chanvre	68	15	10	0.8
Ramie	68.6-76.2	13-16	0.6-0.7	0.3
Palmier dattier	32-35.8	22.4-28.1	26.7-28.1	7
Jute	61-71	14-20	12-13	0.5

Tableau I.1 : Composition chimiques de quelques types des fibres végétales [18].

I.3.5. Caractéristiques physique et mécaniques des fibres végétales :

La diversité dans les proportions des composants chimiques des fibres végétales entraîne une diversité des propriétés physico-mécaniques de ces fibres. De nombreuses études ont démontré que les fibres végétales présentent une gamme variée de propriétés mécaniques, même au sein d'une même espèce. Cette variation des propriétés constitue l'un des inconvénients des fibres végétales par rapport aux fibres synthétiques.

En règle générale, une fibre végétale se distingue physiquement par son diamètre, sa porosité, sa densité, son contenu en eau et son taux d'absorption d'eau. Sur le plan mécanique, elle se caractérise par sa résistance à la traction et à la rupture, ainsi que par son module d'élasticité [19]. En général, la résistance à la traction et le module de Young des fibres augmentent avec une concentration accrue de cellulose. Les fibres végétales sont généralement des renforts efficaces pour les matrices thermoplastiques ou thermodurcissables en raison de leur résistance relativement élevée et de leur faible densité [20].

En outre, il convient de noter que la structure cellulaire des fibres végétales peut également influencer leur propriétés physico-mécanique, Le diamètre et l'orientation des fibres jouent un rôle crucial dans leur comportement mécanique, De plus, les conditions de croissance de la plante ainsi que les techniques de transformation des fibres peuvent également affecter considérablement leurs caractéristique physique et mécanique [19].

Les tableaux I.2 et I.3 montrent la variation des propriétés physico- mécaniques de différentes espèces des fibres.

Propriétés	Densité (g /cm ³)	Longueur (mm)	Diamètre (μm)	Conductivité thermique (W /Km)
Coco	1.15-1.46	20-150	10-460	0.047
Palmier dattier	0.9-1.2	20-250	100-1000	0.083
Chanvre	1.4-1.5	5-55	25-500	0.115
Sisal	1.33-1.5	900	8-200	0.07

Tableau I.2 : propriétés physique de certaines fibres végétales [21].

Propriétés	Diamètre (μm)	Force de traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)
Jute	25-200	393-773	13-26.5	1.16-1.5
Lin	10-40	600-2000	12-85	1-4
Sisal	50-200	468-640	9.4-22.4	3-7
Coton	-	287-800	5.5-12.6	7-8
Fibre de Coco	100-450	131-175	4-6	15-40
Palmier dattier	100-1000	58-203	2-7.5	5-10

Tableau I.3 : diamètre et propriétés élastique de certaines fibres végétales [22].

I.3.6. Application des fibres végétales :

Pendant plusieurs décennies, les ressources naturelles ont été exploitées pour produire une large gamme de produits, comprenant à la fois des produits de base et des produits technologiques avancés. Des fibres naturelles telles que le doum, l'alfa, le chanvre, la fibre de coco et la bagasse de canne à sucre ont été utilisées dans la fabrication de textiles, de cordages, de toiles et de papiers. Depuis le début du XXe siècle, il y a eu des avancées dans le domaine des matériaux composites, qui ont été utilisés dans la fabrication de tubes et de tuyaux pour l'électronique, améliorant ainsi les performances et l'efficacité de cette industrie essentielle.

Actuellement dans les pays de l'UE, environ 75% du poids total des véhicules hors d'usage est recyclé, dont 25%, appelés broyage des résidus de l'automobile, sont éliminés comme le remblai en raison de leurs complexité. La réduction de ce pourcentage reste un défi majeur, l'End-of-Life

Véhicule (ELV) Directive Européenne stipule que d'ici 2015, seulement 5% du poids du véhicule peut être éliminés dans des sites de décharge. L'utilisation des matériaux qui se dégradent naturellement après leur utilisation est une manière d'éviter la complexité du recyclage. C'est dans ce sens que les chercheurs ont, depuis quelque temps développé l'utilisation des dérivés de fibres de jute, de chanvre, de lin, de sisal, et de noix de coco, à partir des matières végétales telles que BAST (l'extérieur de la tige), afin de renforcer le polymère. Ces fibres cellulosiques offrent une haute rigidité spécifique (par rapport aux poids) et ont peu d'impacts environnementaux par rapport aux produits issus de fibres synthétiques. Elles ont fait leurs preuves parmi les matériaux d'intérieur des véhicules [23-24]. En Europe, les constructeurs automobiles utilisent des tapis fabriqués à base d'abaca. Notamment, le lin et le chanvre sont utilisés dans la fabrication des portes à panneaux pressés, tablettes arrière, dossiers de siège, boucliers moteur et appuie-tête [25].

Pour les consommateurs, les composites à base de fibres naturelles dans les voitures fournissent une meilleure isolation thermique et acoustique, par rapport aux fibres synthétiques. Ils réduisent également l'irritation de la peau et du système respiratoire. Les composites à fibres naturelles offrent également de vastes possibilités d'exploitation en tant que matériaux de remplacement, en particulier les substituts du bois sur le marché de la construction [26]. Divers produits composites basés sur la fibre naturelle, tels que les stratifiés, les panneaux, les cloisons, les cadres de portes, les volets, et toiture constituent une alternative aux matériaux existants. D'autres applications de l'utilisation des fibres dans la matrice polymère sont présentes, comme la conservation des sols [24], la fabrication du matériel de sport et de plus en plus dans le secteur du sport automobile, en raison de leur potentiel de réduction de masse. Les structures d'impact dans le sport automobile sont tenues d'agir à la fois comme éléments porteurs et des dispositifs pour l'absorption d'énergie [27].

I.3.7. Avantages et inconvénients des fibres végétales :

La biodégradabilité des fibres peut être considérée comme un avantage, mais elle peut présenter aussi un inconvénient. Pour le recyclage, c'est un avantage certain. De toute manière, il n'existe pas de pièces industrielles à durée de vie illimitée. Tout matériau est voué à devenir déchet.

L'utilisation de ce type de matériau (à base de fibres végétales) impose, par une conception réfléchie, de placer la structure en matériaux composites en dehors des conditions de biodégradabilité. Cette démarche est appliquée depuis longtemps pour les ouvrages en bois qui sont très sensibles à certaines conditions d'environnement climatique extrêmes.

Un autre inconvénient que peut présenter l'utilisation des fibres naturelles dans le renforcement des matériaux composites est la faible adhérence interfaciale fibre/matrice, or l'efficacité de renforcement des fibres naturelles dépend surtout de la capacité de transférer l'effort de la matrice aux fibres et par conséquent de la bonne adhésion à l'interface fibres naturelles/ matrice. Le tableau I.4 présente les avantages et inconvénients des fibres végétales comme renfort de matériaux composites.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ✓ un recyclage facile (combustion). ✓ Demande peu d'énergie pour être produite. ✓ Faible coût. ✓ De bonnes propriétés mécaniques spécifiques (résistance et rigidité). Généralement, proches de celles des fibres de verre (module d'Young). ✓ Neutre pour l'émission de CO₂. ✓ Ressource renouvelable. ✓ Pas de résidus après incinération. ✓ Bonne isolation thermique et acoustique. ✓ Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres. ✓ Non abrasif pour les outillages. 	<ul style="list-style-type: none"> ✓ une calibration difficile. ✓ une méthode de mise en œuvre difficilement reproductible (non industrielle). ✓ des propriétés physiques non reproductibles. ✓ la quantité et la qualité des fibres dépendent de l'environnement et de l'humidité. ✓ Pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock. ✓ une reprise en eau importante : 8 ou 10 % du taux d'humidité. ✓ Fibres anisotropes. ✓ Renfort discontinu.

Tableau I.4 : avantages et inconvénients des fibres végétales comme renfort de matériaux composites [28].

Certains défauts tels que la faible capacité d'imprégnation, l'adsorption élevée d'humidité et l'incompatibilité avec les matrices polymères peuvent être éliminés grâce à des traitements chimique ou physique.

I.4. Cynodon :

I.4.1. Définition de Cynodon :

Le Cynodon est une plante vivace à climat chaud avec un système étendu de rhizomes rampants et de stolons. Bien qu'il pousse généralement prostré au sol, il peut atteindre 1,5 pied de haut, notamment dans des conditions quelque peu ombragées. Le Cynodon est couramment cultivé comme gazon ou fourrage dans les régions tropicales à tempérées chaudes. En raison de son habitude rampante vigoureuse, c'est une mauvaise herbe nocive dans de nombreuses situations où l'humidité est abondante en saison chaude. Le contact avec les plantes peut causer des dermatites chez les personnes sensibles, et le pollen est un allergène courant (figure 1.13).



Figure I .13 : Cynodon.

Classification systématique	
Règne	Plantae
Sous-règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Liliopsida
Sous-classe	Commelinidae
Ordre	Cyperales
Famille	Poaceae
Genre	Cynodon

Tableau I.5 : classification systématique de Cynodon.

I.4.2. Description de Cynodon:

Les rhizomes et les stolons de Cynodon sont minces, robustes et écailleux, produisant des racines aux nœuds. La plupart des rhizomes poussent dans les 2 premiers pouces du sol, mais certains peuvent s'étendre à des profondeurs de plus d'un pied. Les rhizomes survivent à une déshydratation et à une sécheresse considérables, mais pas à des périodes prolongées de températures de gel ou à l'exposition au soleil. De petits fragments de rhizomes et de stolons génèrent facilement de nouvelles plantes. Les plantes entrent en dormance et le feuillage devient brun lorsque les températures nocturnes descendent en dessous de zéro, lorsque la température moyenne en journée est inférieure à 10°C (50°F), ou lorsque la durée du jour diminue. Les rhizomes et les racines entrent en dormance à des températures du sol inférieures à 18°C [29].

Les tiges aériennes sont plus ou moins dressées, minces et peuvent être ramifiées. Les feuilles sont plates et flexibles, généralement moins de 2,5 pouces de long. Il y a généralement de longs

poils autour de la région du col, en particulier sur les bords. Son inflorescence est en ombelle, avec généralement 4 à 8 branches en forme de Spike de 1,5 à 3 pouces de long. Le Cynodon se reproduit végétativement à partir de ses rhizomes et de ses stolons, et par semences. Les fragments de rhizomes et de stolons se dispersent avec le mouvement du sol. Les graines se dispersent avec l'eau, le mouvement du sol, les machines agricoles et paysagères, en tant qu'impuretés de semences commerciales, dans les aliments pour animaux et la litière, et avec d'autres activités humaines. Les graines germent du printemps à l'automne lorsque les conditions de température et d'humidité sont favorables. Certaines graines survivent 3 à 4 ans dans des conditions sur le terrain, mais la plupart germent dans les deux ans (figure 1.14) [29].

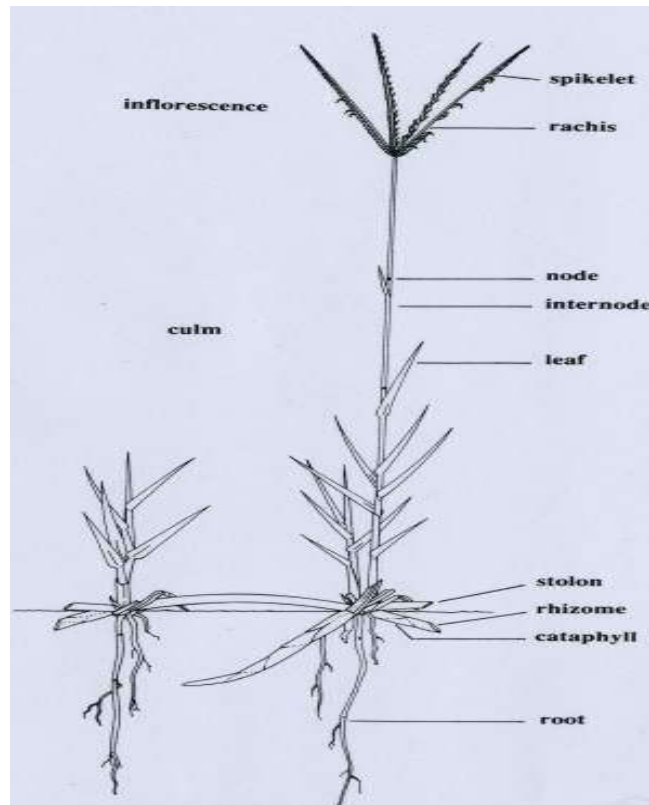


Figure I .14 : Composants du Cynodon.

Bibliographie du chapitre I:

- [1] Draman SFS, Daik R, Mohd N. Eco-friendly extraction and characterization of cellulose from lignocellulosic fiber. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*. 2016 ;11(16) : 9591-9595.
- [2] Baley C. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Technique de l'ingénieur*, AM5130, 2020.
- [3] Baley C. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Technique de l'ingénieur*, AM5130, 2013.
- [4] F.Laurans, A.Déjardin, J.Pilate, "Physiologie de la formation des parois de fibres de bois", *composites et matériaux avancés*, Vol.16, pp.27-39,2006.
- [5] Álvarez C, Reyes-Sosa FM, Díez B. Enzymatic hydrolysis of biomass from wood. *Microb biotechnol*. 2016 ; 9(2) :149-156.
- [6] CARMA, Glossaire des matériaux composite renforcés de fibres d'origine renouvelable, (Centre d'Animation Régional en Matériaux Avancés). Actualisation décembre 2006, France, 2006.
- [7] Adil 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, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2011.
- [8] DJOUDI, Tarek. Elaboration et caractérisation de composites bio-sourcés à base de fibres de palmier dattier. [Thèse doctorat]. Biskra : Université Mohamed Khider, Faculté des Sciences et de la technologie ;2019.
- [9] DALLEL, Mohamed. Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) : Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil [Thèse doctorat]. Mulhouse : Université de Haute Alsace ; 2012.
- [10] ACHOUR, Abderraouf. Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles : Valorisation des plantes locales [Thèse De Doctorat]. Tlemcen : Université Aboubakr Belkaïd, Faculté de Technologie ; 2017.
- [11] Nabi Saheb D, Jog JP. Natural fiber polymer composites: A review. *Advances in Polymer Technology*. 1999 ;18(4) : 351–363.
- [12] BENMEDDOUR, Djamila. Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de fibre végétale : Application à la plante d'Alfa [Mémoire de magister]. Sidi Bel Abbas : Université Djillali Liabes, Faculté des Sciences de l'ingénieur ;2012.
- [13] VIDIL, Lisa. Etude de matériaux naturels 2D – Potentialités d'utilisation comme renfort de matériaux composites [Thèse de Doctorat]. Pointe-à-Pitre : Université des Antilles, Faculté des Sciences Exactes et Naturelles ;2019.

- [14] BEN MLIK, Yosr. Valorisation des fibres de kénaf dans des applications textiles et paratextiles [Thèse de Doctorat]. Université de Monastir, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir.
- [15] SEDAN, David. Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite. [Thèse de doctorat]. Limoges : Université Limoges, Faculté des Sciences et Techniques ;2007.
- [16] John MJ, Thomas S. Biofibres and biocomposites. Carbohydrate Polymers. 2008 ;71 :343-364.
- [17] SBIAI, Adil. Matériaux composites à matrice époxyde chargée par des fibres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres [Thèse de Doctorat]. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon ;2011.
- [18] AMROUNE Salah, Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier [Thèse de Doctorat]. Guelma : Université du 8 Mai 1945 ;2016.
- [19] ALMI, Kenza. Développement et caractérisation de matériaux à base du bois de palmier dattier adaptés aux applications de développement durable en Algérie [Thèse de Doctorat]. Biskra : Université Mohamed Khider, Faculté des Sciences et de la technologie ; 2018.
- [20] DJEBLOUN, Youcef. Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales [Thèse de doctorat]. Biskra : Université Mohamed Khider, Faculté des Sciences et de la technologie ;2018
- [21] W. Ghori, N. Saba, M. Jawaid, M. Asim. A review on date palm (Phoenix dactylifera) fibers and its polymer composites. IOP Conf. Ser: Mater. Sci. Eng. 2018; 368 :1-17.
- [22] Alawar A, Hamed AM, Al-Kaabi K. Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement. Compos. Part B: Engineering, 2009 ;40 :601-606.
- [23]: A.K. Bledzki, J. Gassan, "Composites reinforced with cellulose based fibres", Prog. Polym.Sci. 24 221–274, 1999 [9] Sadov F.; Korchagin M.; Matetsky A. Chemical technology of fibrous materials 1978.
- [24] Étude prospective de la valorisation du lin par l'industrie automobile, Rapport de synthèse
- [25] Thesis: A New Composite Material Consisting of Flax Fibers, Recycled Tire Rubber and Thermoplastic. Submitted By Jimmy Chi-Ming Fung. October 2009.
- [26] Yanjun Xu.; Qinglin Wu.; Yong Lei.; Fei Yao. Creep behavior of Bagasse fiber reinforced polymer composites. Biore source Technol 2010; 101: 3280–3286.
- [27] Meredith J.; Ebsworth R.; Coles SR.; Wood BM.; Kirwan K. Natural fibre composite energy absorption structures. ComposSciTechnol 2012;72: 211-217.
- [28] glossaire des matériaux composites renforcés de fibres d'origine renouvelable (p 08).

[29] DiTamso, J.M, G.B Kyser et al.2013.Weed Control in Natural Areas in the Western UnitedStates. Weed Research and information Center, University of California. 544 pp.

Chapitre II

Les matériaux composites et les traitements chimiques

II.1. Introduction:

Les pressions environnementales mondiales et les nouvelles réglementations sur le recyclage des matériaux composites ont stimulé les efforts des constructeurs et des industriels pour développer de nouveaux matériaux à partir de sources renouvelables. De nombreux chercheurs se consacrent à trouver des alternatives aux produits dérivés de la pétrochimie dans le but de créer des composites avec une empreinte écologique améliorée. Les matériaux agro-composites ou bio composites connaissent une croissance annuelle d'environ 50 %, offrant des perspectives prometteuses à moyen et long terme, bien que leur utilisation reste actuellement minoritaire. L'intégration de fibres naturelles dans des matrices polymères, qu'elles soient biodégradables ou non, présente des avantages significatifs par rapport aux fibres traditionnelles telles que le verre, grâce à leur faible densité, leurs bonnes propriétés mécaniques et leur coût réduit.

II.2. Présentation des matériaux composites

II.2.1. Définition :

Le matériau composite est un assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles (mais ayant une forte capacité d'adhésion). Cela constitue un nouveau matériau aux propriétés supplémentaires que chaque élément seul ne possède pas. Ainsi, le phénomène qui se produit permet d'augmenter la qualité de la matière pour certaines utilisations. La matière devient ainsi plus légère, rigide, etc. Pour toutes ces raisons et pour la qualité du matériau, Le Composite est de plus en plus utilisé et pour de diverses applications.

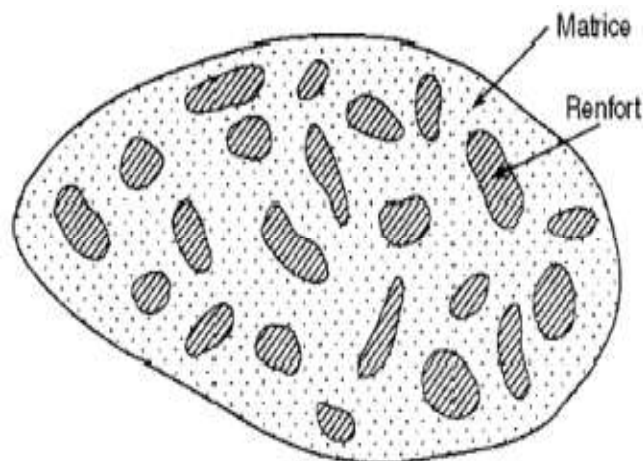


Figure II.1: Matériau composite.

II.2.2. Caractéristiques générales

Un matériau composite (comme son nom l'indique) est composé de plusieurs constituants, d'une phase continue appelée matrice (liant) et d'une ou plusieurs phases discontinues appelées renfort ou fibre, généralement plus dure et confie au matériau des propriétés mécaniques élevées. Dans le cas de plusieurs phases discontinues, le composite est appelé hybride [1].

En plus de ces deux constituants de base, il faut ajouter une interface qui assure la compatibilité renfort-matrice et transmet les contraintes de l'un à autre. Des produits chimiques entrent dans la composition mais n'interviennent pas dans le calcul des structures composites. Les propriétés des matériaux composites résultent des :

- Propriétés des matériaux constituants,
- De leur distribution géométrique,
- De leur interaction.

Ainsi pour procéder à la description du matériau composite, il est nécessaire de spécifier :

- La nature des constituants et leurs propriétés,
- La géométrie du renfort et sa distribution,
- La nature de l'interface renfort-matrice,

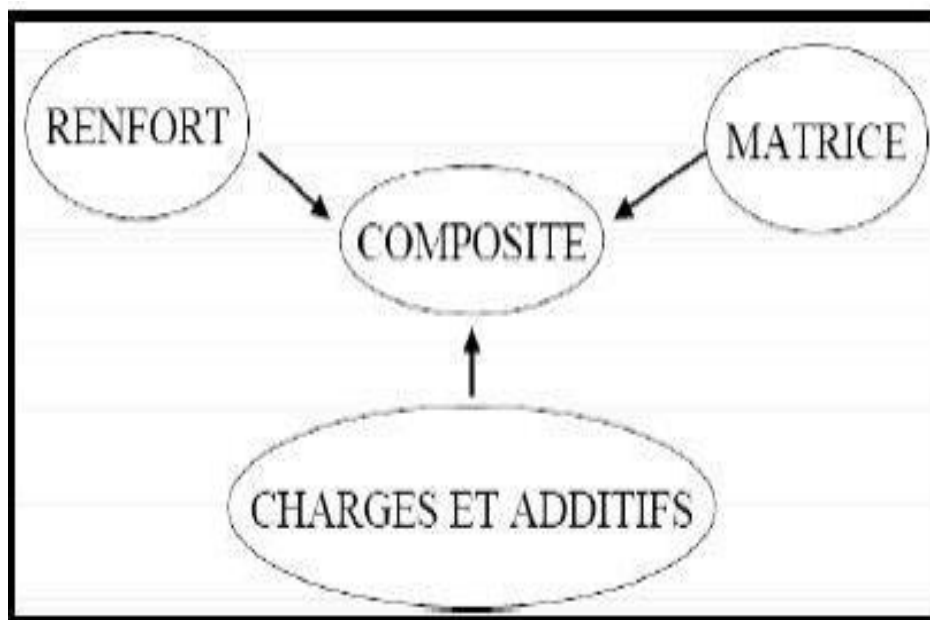


Figure II.2: Structure d'un matériau composite

II.2.3. Constitution d'un matériau composite:

II.2.3.1. Matrice:

La matrice permet de lier les fibres du renfort entre elles, ainsi que de répartir les efforts (résistance à la compression ou à la flexion). Elle est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres. Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère [2].

On peut décomposer les matières plastiques en deux grandes classes :

Les thermoplastiques et les thermodurcissables. Cette distinction se base sur leurs structures moléculaires et leur comportement sous l'effet d'une forte température [3].

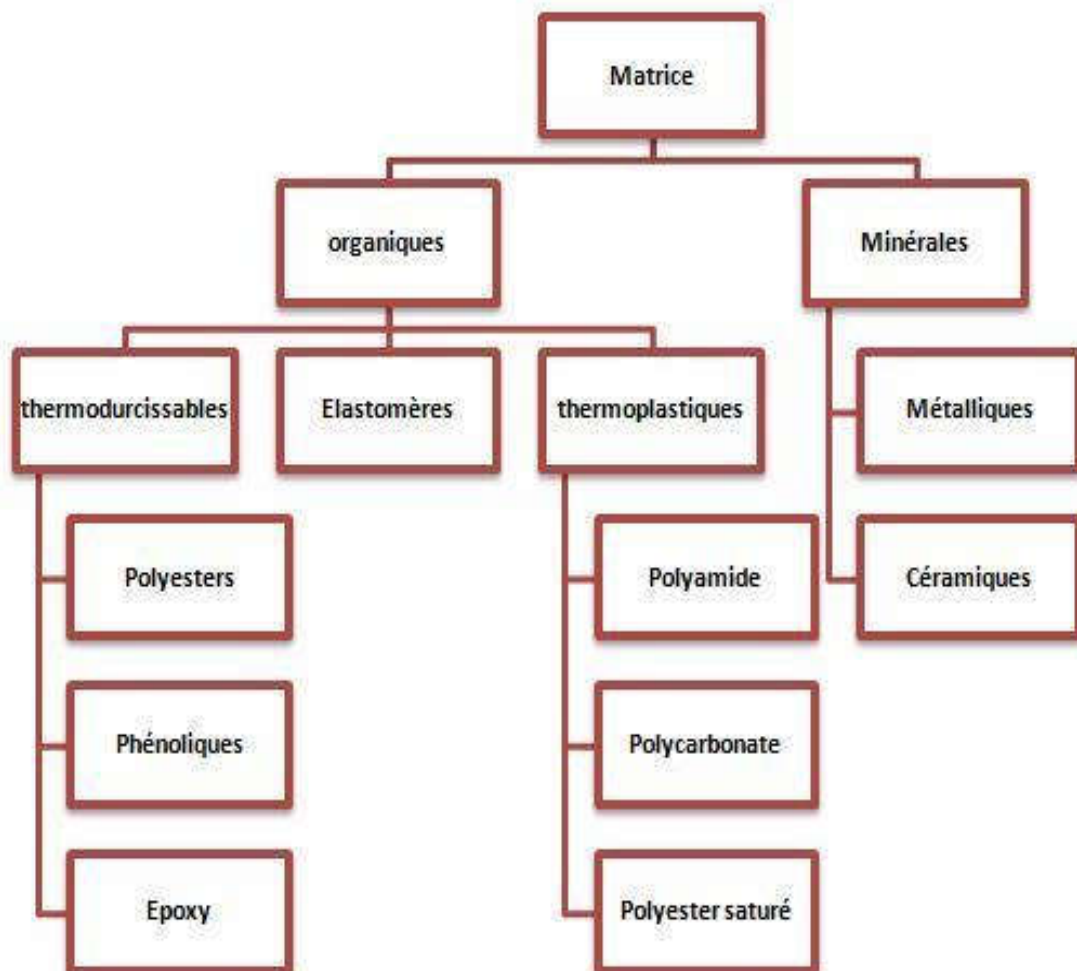


Figure II.3: Différentes familles de matrice

II.2.3.2. Les renforts :

Les renforts permettent d'améliorer les propriétés physico-chimiques des matériaux (par exemple, la résistance aux acides et bases pour le stockage de produits chimiques), mais aussi les propriétés mécaniques (résistance à la compression, à l'impact, l'abrasion...), électriques (résistance électrique, conductivité,...). Elle permet aussi de faciliter la mise en œuvre et de réduire le coût de fabrication d'un matériau.

Les différentes familles de charges peuvent être décomposées et classées suivant leur type :

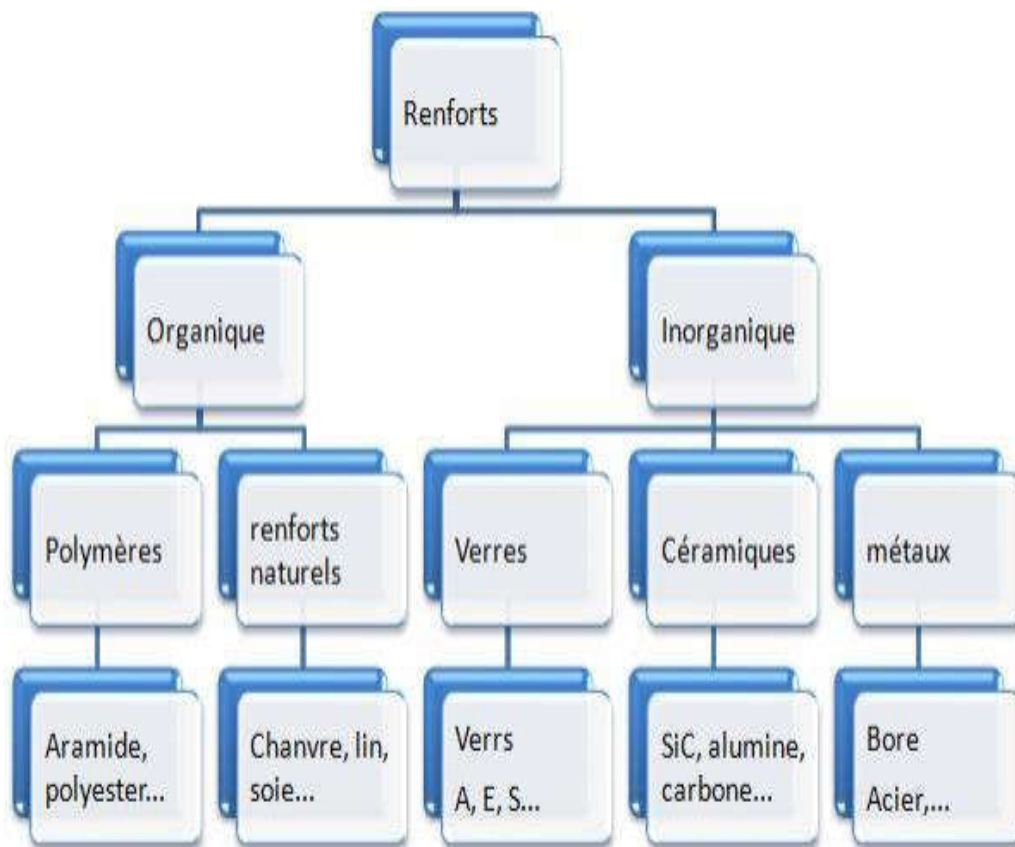


Figure II.4 : Différents renforts existent.

II.2.4. Classification des matériaux composites :

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

II.2.4.1. Classification suivant la nature des constituants :

La nature du matériau constituant la matrice permet de répertorier trois grandes classes de composites : les composites à matrice organique (polymère) (C.M.O.), les composites à matrice métallique (C.M.M.) et les composites à matrice céramique (C.M.C.) Classification selon la nature de la matrice et le type de renfort qui lui convient :

Composites à matrice organique (polymère) :

Des fibres minérales: verre, carbone, etc.

Des fibres organiques: Kevlar, polyamides, etc.

Des fibres métalliques: bore, aluminium, etc.

Composites à matrice métallique :

Des fibres minérales: carbone, carbure de silicium (SiC);

Des fibres métalliques: bore;

Des fibres métallo-minérales: fibres de bore revêtues de carbure de silicium (B SiC).

Composites à matrice minérale (céramique)

Des fibres métalliques: bore;

Des particules métalliques: cermets;

Des particules minérales: carbures, nitrures, oxydes réfractaires. Un matériau composite est un assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles avec une forte capacité d'adhésion. Le nouveau matériau ainsi élaboré possède des performances supérieures à celles des éléments pris séparément. A ces deux composants principaux peuvent s'ajouter des additifs qui permettent de modifier l'aspect, ou les caractéristiques du matériau.

II.2.4.1.1. Composites à matrice organique (polymère) (C.M.O) :

L'utilisation des C.M.O. reste limitée au domaine de températures inférieures à 200°C. Deux types de matrices sont utilisés : les thermodurcissables et les thermoplastiques.

II.2.4.1.2. Composites à matrice métallique (C.M.M.) :

Pour des applications de haute température jusqu'à 600°C. Les métaux ou alliages métalliques, utilisés dans la fabrication des C.M.M., sont généralement choisis en fonction de leurs propriétés spécifiques dans l'état non renforcé. Ainsi, l'aluminium, le titane et le magnésium sont les métaux les plus couramment utilisés. Les procédés de fabrication des C.M.M. diffèrent selon que la matrice se trouve, lors de l'introduction des renforts, à l'état liquide (forgeage liquide, fonderie moyenne pression, ...), dans un état semi-solide (rhé

moulage) ou dans l'état solide (métallurgie des poudres). Les C.M.M. présentent de bonnes caractéristiques mécaniques spécifiques, une bonne résistance en température et aux chocs thermiques ainsi qu'une bonne résistance à l'usure et à l'abrasion. Toutes ces aptitudes sont mises à profit dans la fabrication de pièces de structure (carter, inserts...) et d'organes fonctionnels (bielles, soupapes...) travaillant à haute température [4].

II.2.4.1.3. Composites à matrice céramique (C.M.C) :

Sont utilisés lorsque les températures sont supérieures à 1000°C. Dans ce type de composite, le renfort est généralement constitué de fibres longues en carbone, en silice ou en carbure de silicium, assemblées par tissage multidimensionnel. Ce renfort poreux est infiltré par la matrice (carbone, silice, carbure de silicium) qui se trouve soit en phase liquide soit en phase gazeuse. La dernière étape d'élaboration consiste à densifier le composite par frittage sous haute pression à haute température. Ces matériaux sont développés essentiellement dans le domaine aérospatial (disques de frein, tuyères, volets, tuiles ablatives...), le spatial, le nucléaire, le militaire, et le freinage (freins carbone) en raison de leur haute résistance thermomécanique spécifique [4].

II.2.4.2. Classification suivant la forme des constituants :

Le domaine des matériaux composites est très vaste. Ceux-ci peuvent être divisés en trois types. Le Tableau II.1 présente une classification schématique des matériaux composites en fonction de la forme des constituants. Nous y distinguons trois catégories principales: les composites renforcés par des particules, les composites renforcés par des fibres et les composites structuraux. Chacune de ces catégories se divise en au moins deux sous catégories [5].

Matériaux composites					
Structuraux		Renforcés par des fibres		Renforcés par des particules	
Stratifiés	Sandwich	Continue Fibres longues	Discontinue Fibres courtes	Grosses particules	Très fines particules

Tableau II.1 : Classification suivant la forme des constituants

II.2.4.2.1. Composites à fibres :

Un matériau composite est un composite à fibres si le renfort se trouve sous forme de fibres. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes, etc. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de moduler comme on veut les propriétés mécaniques des matériaux composites, pour obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan [6].

Le concepteur possède donc là un type de matériau dont il peut modifier et moduler à volonté les comportements mécanique et physique en jouant sur les paramètres suivants :

- la nature des constituants,
- la proportion des constituants,
- l'orientation des fibres, L'importance des matériaux composites à fibres justifie une étude exhaustive de leurs comportements mécaniques. La présente étude sera essentiellement consacrée par la suite à l'étude (la caractérisation) d'un type de ces matériaux.

II.2.4.2.2. Composites à particules :

Un matériau composite est dit composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée [6].

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.

Le choix de l'association matrice particules dépend des propriétés souhaitées. Par exemple, des inclusions de plomb dans des alliages de cuivre augmenteront leur facilité d'usinage.

Des particules de métaux fragiles tels le tungstène, le chrome et le molybdène, incorporés dans des métaux ductiles, augmenteront leurs propriétés à températures élevées, tout en conservant le caractère ductile à température ambiante.

Les cermets sont également des exemples de composites métal-céramique à particules, adaptés à des utilisations à températures élevées. Par exemple, les cermets à base d'oxydes sont utilisés pour les outils de coupe à vitesse élevée, et pour les protections à hautes températures [6].

II.2.4. 3. Classification des composites selon propriétés mécaniques:

On distingue :

- ✓ Les matériaux composites dits de grande diffusion GD dont les propriétés mécaniques sont plutôt faibles mais d'un coût compatible avec une production en grande série ;
- ✓ Les matériaux composites dits de hautes performances HP, présentant des propriétés mécaniques spécifiques élevées et un coût unitaire important. Ce sont les plus employés en aéronautique et dans le spatial

II.2.5. Application des composites à base des fibres végétales :

Les matériaux composites sont généralement utilisés dans différents secteurs :

Les bâtiments, les ponts et les structures tels que les coques de bateaux, les panneaux de piscine, les carrosseries de voiture de course, les cabines de douche, les baignoires, les réservoirs de stockage, l'imitation granites et les éviers et comptoirs en marbre de culture ils sont également de plus utilisés dans les applications automobiles générales

II.3. Principaux avantages et inconvénients des composites :

Si la production des composites fibre-résine trouve de plus en plus de place dans l'industrie, c'est parce que la fibre utilisée présente plusieurs avantages et peu d'inconvénient.

Avantages	Inconvénients
Faible coût et disponibilité.	Peu d'adhérence fibre-matrice.
Ressources renouvelables avec un caractère écologique.	Absorption d'eau.
Biodégradabilité.	Faible résistance à l'humidité conduit au gonflement.
Propriétés mécaniques élevées.	Mauvaise tenue au vieillissement (blanchiment, odeurs).
Pas d'irritations cutanées lors de la manipulation.	Faible tenue thermique
Non abrasive pour les outillages.	Nécessité de traitement à certains risques (moisissure par exemple).
Pas de résidus après incinération.	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de la météo

Tableau II.2 : Avantages et inconvénients des composites.

II.4. Facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites :

Le renforcement des matériaux thermoplastiques par des fibres végétales est gouverné par les paramètres suivants: dispersion de la fibre, adhésion fibre/matrice et l'effet de l'humidité.

II.4.1. La dispersion de la fibre :

La dispersion du renfort conduit à un mélange plus ou moins homogène des composants qui influence propriétés physico-mécaniques du matériau composite. En effet, les fibres ont tendance à se regrouper et à s'agglomérer ce qui crée des hétérogénéités.

L'orientation des fibres génère une anisotropie, qui détermine des «Axes forts » pour le polymère, selon lesquelles les fibres seront sollicitées longitudinalement (direction la plus résistante de la fibre) [8].

II.4.2. L'orientation de la fibre :

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, dépend beaucoup de l'orientation individuelle de chaque fibre par rapport à l'axe d'étirement.

Li et ses collaborateurs ont permis d'établir expérimentalement que la force nécessaire pour arracher une fibre orientée d'un angle θ quelconque est supérieure à celle qui est suffisante pour arracher une fibre orientée perpendiculairement au plan de référence ($\theta=0$) [9].

II.4.3. Influence de la nature et la quantité des constituants :

L'augmentation du pourcentage de renforts améliore quasi systématiquement la rigidité d'un composite. Cependant, une trop grande quantité de renforts implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performances dans certains cas. D'après la littérature, il est assez peu fréquent de trouver des composites fabriqués qui contiennent un pourcentage de fibres supérieur à 50-60%, sans rencontrer de nombreuses difficultés lors du moulage. Plusieurs études ont montrés qu'à partir d'un taux de 50% en fibres, le matériau devient rugueux et la surface présente des ruptures. L'augmentation de la proportion de fibres lignocellulosiques a aussi pour conséquence directe, la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygroscopique et putrescible [10].

II.4.4. L'effet de l'humidité :

Les propriétés mécaniques des composites renforcés par des fibres naturelles peuvent être réduites en grande partie dans des conditions humides. C'est une préoccupation profonde car il y a des potentielles d'applications extérieures, où l'absorption d'humidité peut avoir une influence significative sur ces matériaux. Les liaisons entre les fibres naturelles (qui contiennent l'hydroxyle et d'autres groupes polaires) et les matrices relativement hydrophobes de polymère seraient affaiblies avec la prise d'eau élevée. L'interface affaiblie va causer la réduction des propriétés mécaniques des composites. Par conséquent, l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques est essentiel pour les applications des composites renforcés par des fibres naturelles.

À cet égard, la résistance à l'eau de ces matériaux a pu être améliorée par la modification des fibres [11].

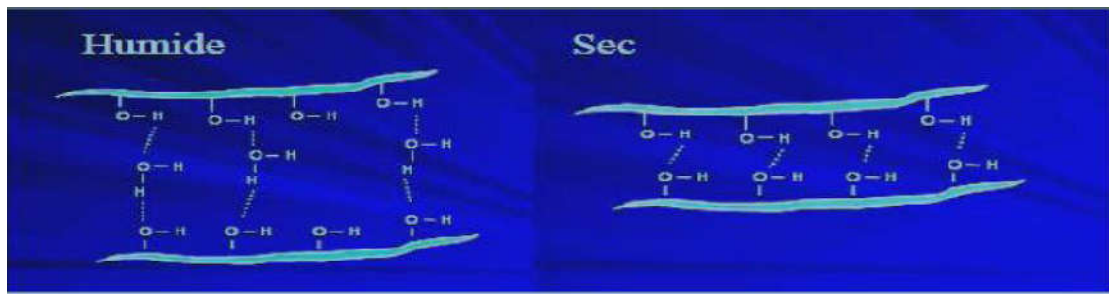


Figure II.5 : Schéma de Modèle d'adhésion inter-fibres dans le cas des liaisons hydrogène en phase humide et sèche [12].

Bisanda et ses collaborateurs ont étudié l'effet du traitement chimique de la surface des fibres de sisal par le silane, sur l'évolution des propriétés mécaniques et physiques des composites époxyde/fibres de sisal. Les résultats ont montré que les deux traitements montrent une amélioration de la résistance à l'absorption d'eau des composites [13].

II.4.5. Adhésion fibre-matrice

Deux matériaux (fibre - résine) de nature et de propriétés différentes, peuvent conduire à la formation de véritables interphases aux propriétés intrinsèques. Ces interfaces et interphases doivent être en mesure de supporter toutes les contraintes mécaniques, Résiduelles ou externes, et de les transmettre de la matrice à la fibre pour que les matériaux composites présentent les propriétés mécaniques à l'usage requises [14].

Freire et ses collaborateurs ont étudié les propriétés mécaniques, morphologiques et l'absorption d'eau des composites polyéthylène basse densité chargé de fibres cellulosiques non modifiées et modifiées. La modification de la surface des fibres améliore l'adhésion inter faciale avec la matrice polymérique, augmente les propriétés mécaniques et diminue le taux d'absorption d'eau [15].

Liao et ses collaborateurs ont étudié l'influence des fibres de bois modifiées chimiquement sur les propriétés des composites de polyéthylène à basse densité/fibres de bois. Le traitement a montré une amélioration des propriétés mécaniques comparés aux composites à fibres de bois non traitées [16].

II.5. Amélioration de la compatibilité charge-matrice :

Une des difficultés de la fabrication des composites est de créer une bonne adhésion entre les fibres et la matrice. La nature hydrophile des fibres végétales est à l'origine du manque de compatibilité avec la matrice plus hydrophobe. Très peu de liaisons existent entre la phase renfort et la phase matrice. Cette incompatibilité provoque une mauvaise dispersion des fibres dans la matrice et la formation d'un matériau hétérogène [17].

Plusieurs études ont déjà tenté de modifier les propriétés de surface des fibres de cellulose afin d'améliorer leur adhésion avec une matrice polymérique.

II.5.1.Méthode de Modification Chimique de la surface des fibres végétales :

Les fibres végétales doivent être traitées afin d'améliorer leur accrochage et leur dispersion dans les matrices polymères. Les différents traitements qui peuvent être appliqués sont généralement classés en deux catégories : chimiques et physiques. On s'intéresse dans cette partie plutôt au traitement chimique qui permet de nettoyer la surface de la fibre, de modifier sa composition chimique, d'abaisser la rétention de l'humidité, d'augmenter sa rugosité, de modifier les propriétés mécaniques et d'améliorer sa stabilité thermique. La modification chimique des fibres végétales revient en réalité à modifier la cellulose, composant majoritaire des fibres. La conformation spatiale de la cellulose contrôle ses propriétés chimiques et physiques. En effet, la zone amorphe est beaucoup plus accessible à l'attaque des réactifs que la zone cristalline [18].

Les modifications chimiques qui ont été menées sur les fibres naturelles dans la littérature, ont entraîné une amélioration de la qualité de surface qui adhère bien à la matrice polymère. En conséquence, il existe de nombreuses méthodes chimiques importantes dans ce domaine.

II.5.1.1.le traitement chimique :

Le traitement chimique des fibres végétales agit comme 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 [19].

les traitement chimique des fibres végétales les plus adaptées sont généralement : l'acétylation, traitement alcaline, de silane, de benzoilation, de peroxyde et eux agents d'accouplement mallâtes. Dans notre cas on a effectué un traitement alcalin.

C'est l'un des traitements chimiques les plus employés sur les fibres Naturelle destinées pour le renforcement des plastiques.

II.5.1.1.1. Le traitement alcalin (NaOH) (mercerisage) :

Il représente la méthode la plus commune pour produire des fibres de haute qualité. Ce traitement améliore l'adhérence de l'interface et réduit le diamètre des fibres (la lignine et l'hémicellulose ont été dissout), augmentant ainsi le rapport d'aspect. Ce qui conduit à une augmentation des propriétés mécaniques [20]. Par ailleurs, le mercerisage augmente le nombre des zones réactives, améliore le mouillage des fibres et permet d'obtenir un effet sur la composition chimique des fibres (équation II.1).



Equation II.1 : traitement Alcalin sur les fibres végétales

Dans ce traitement, les fibres sont immergées dans une solution de NaOH pendant une période bien déterminée. En d'autres termes, le traitement alcalin réduit le diamètre des fibres et augmente ainsi le facteur de forme (L/d) [21]. Par conséquent, on assiste à une meilleure adhésion à l'interface fibre-matrice et à une amélioration des propriétés mécaniques. Par l'élimination des impuretés et de certains composés cimentaires, la quantité de la cellulose exposée à la surface sera plus importante, ce qui accroît le nombre de sites de réaction possibles ainsi que leur accessibilité [22].

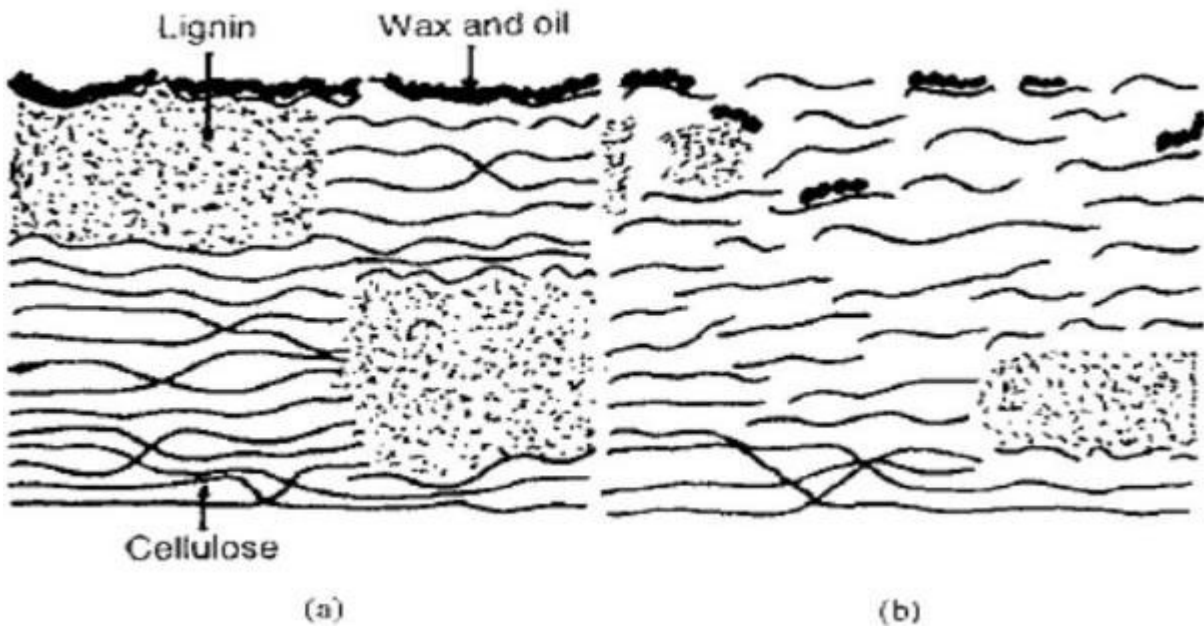


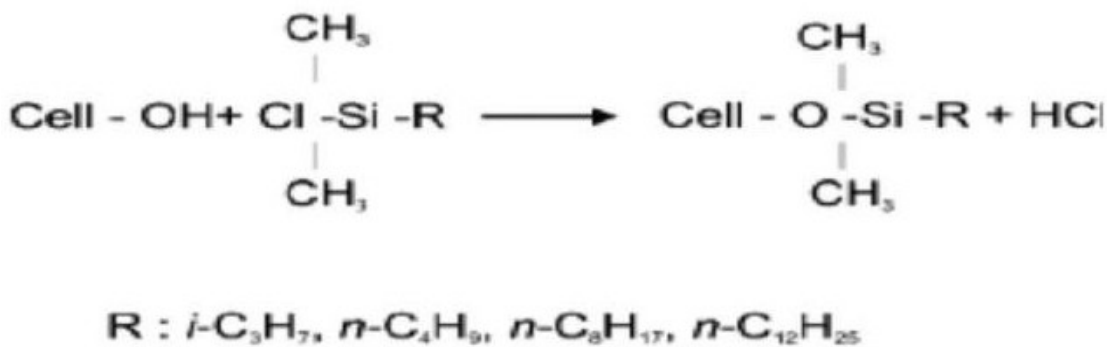
Figure II.6 : Structure typique d'une fibre cellulosique non traitée

(a) et mercerisée (b) [22].

L'utilisation d'hydroxyde de sodium pour le traitement alcalin entraînera un gonflement plus important [23].

II.5.1.1.2. Traitement de Silane:

Des fibres courtes de henequen ont été modifiées avec un agent de couplage au silane afin de découvrir son mécanisme de dépôt à la surface des fibres et l'influence de ce traitement chimique sur les propriétés mécaniques du composite. Il a été montré que l'élimination partielle de la lignine et d'autres composés solubles dans les alcalis de la surface des fibres augmente l'adsorption de l'agent de couplage silane tandis que la formation de polysiloxanes inhibe ce processus. L'existence d'une liaison chimique entre l'agent de couplage et la fibre henequen a été confirmée par spectroscopie XPS et FTIR. Il a en outre été vérifié que l'interaction entre la fibre et la matrice est beaucoup plus forte lorsque la topographie de surface de la fibre est combinée avec la modification chimique de la surface de la fibre avec un agent de couplage silane [24].

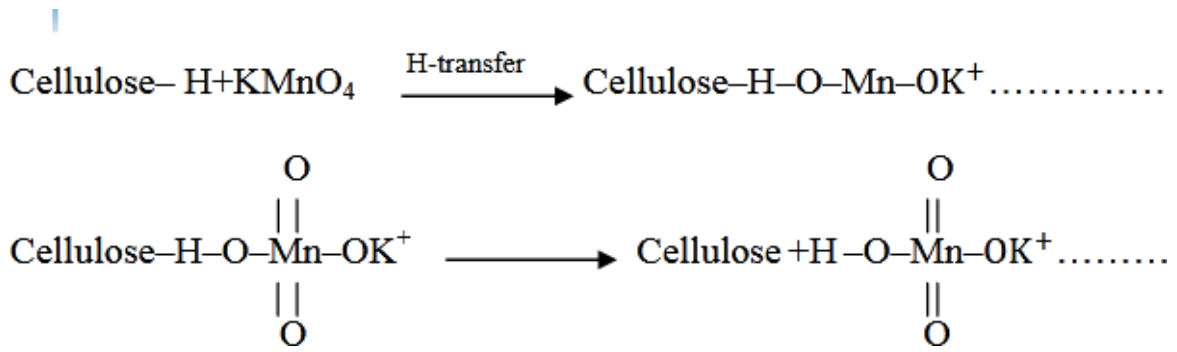


Equation II.2: traitement de silane sur les fibres végétales

II.5.1.1.3. Traitement de 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 de potassium (KMnO_4). Rend la surface des fibres végétale rugueuse, et améliorer des propriétés de traction des composites [25 ; 26].

Le permanganate est un composé qui contient le groupe permanganate MnO_4 . Le traitement au permanganate conduit à la formation de radicaux cellulose 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 équations II.3)



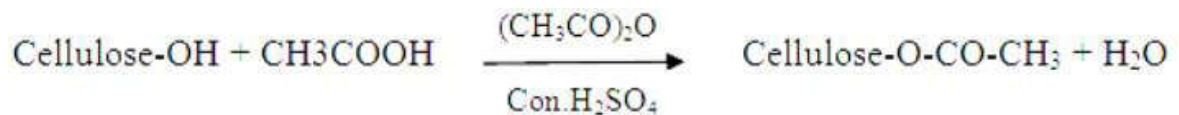
Equation II.3: principe de permanganate

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 [27 ; 28].

II.5.1.1.4. Acétylation:

L’acétylation a été largement appliquée à la cellulose de bois afin de stabiliser la paroi cellulaire et d'améliorer la stabilité dimensionnelle ainsi que la dégradation. Le procédé consiste à traiter les fibres végétales par l’anhydride acétique en présence ou non d’un catalyseur acide, comme il est montré ci-dessous (Equation II.4).

- Acétylation en présence d’un catalyseur acide:



- Acétylation en absence d’un catalyseur acide:



Equation II.4 : traitement acétylation sur les fibres végétales [29].

II.5.1.1.5. Traitement de peroxyde :

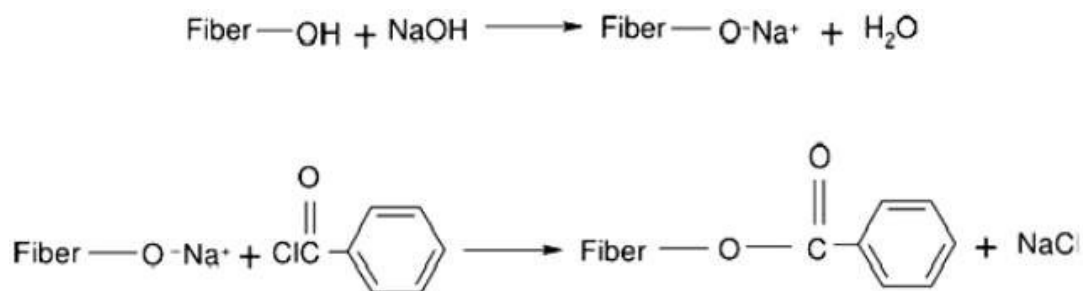
Le traitement au peroxyde des fibres végétales a attiré l'attention de plusieurs chercheurs en raison de la facilité du processus de la modification chimique et l'amélioration des propriétés mécaniques des fibres. Les peroxydes organiques ont tendance à se décomposer aisément en radicaux libres (RO) qui réagissent ultérieurement avec les groupements hydrogènes de la cellulose et de la matrice aussi (Équation II.5) [30].



Equation II. 5 : principe du traitement au peroxyde [30]

II.5.1.1.6. Benzylation:

Le chlorure de benzoyle est souvent utilisé pour la Benzylation des fibres. L'insertion du groupement benzoyle (C₆H₅CO) dans la structure des fibres permet de réduire le caractère hydrophile des fibres traitées. Le principe du traitement repose sur un traitement initial avec la soude afin d'activer les groupements hydroxyles de la cellulose et de la lignine suivi d'un traitement au chlorure de benzoyle (équation II.6) [31].



Équation II.6 : principe de Benzylation [31].

II.5.2. Traitement thermique:

Ce traitement a été considéré comme une solution alternative aux traitements chimiques. La transformation des lignines et des hémicelluloses au-dessous de 185°C, rend les particules lignocellulosiques moins sensibles au phénomène de reprise d'humidité. Le poids par exemple devient plus hydrophobe avec la température. Sa stabilisation est alors de l'ordre de 30 à 50% [32].

II.5.3. Méthodes physiques de modification de la surface:

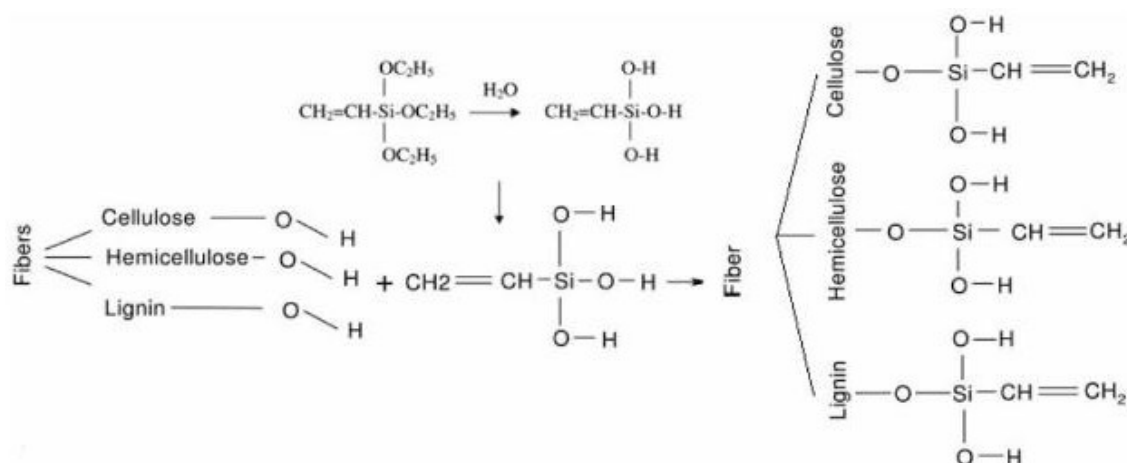
Les méthodes physiques induisent un changement des propriétés structurales et surfaciques de la fibre cellulosique. Parmi ces méthodes on cite le calandrage, l'étirement, le traitement thermique. Ces techniques ne causent pas de modification chimique. Dans ce qui suit on cite quelques techniques très répandues pour le traitement physique des fibres végétales.

II.5.3.1. Le Traitement au Plasma :

Le traitement au plasma par décharge électrique (effet Corona ou plasma froid) consiste à envoyer un gaz ionisé dont le nombre de charges (positives ou négatives) est équivalent à celui de la surface à traiter. Le type de gaz ionisé et la durée de l'exposition ont pour effet de modifier la surface de la fibre et du polymère [33]

II.5.3.2. Les Agents de couplage:

Les agents de couplage Silanes améliorent habituellement le degré de réticulation dans la zone d'interface et offrent une adhérence parfaite [34]. Alcoxy ou éthoxy sont les groupes terminaux réactifs qui ont une extrémité capable de réagir avec le type de la matrice et à l'autre extrémité réagit avec les groupes hydroxyles. En présence d'humidité, un groupe Alcoxy hydrolysable conduit à la formation de silanol. Le silanol réagit ensuite avec les groupes hydroxyle de la fibre (équation II.7), en formant des liaisons covalentes stables sur la paroi cellulaire [35].



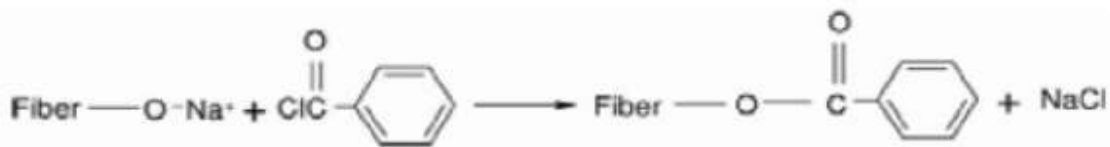
Équation II.7 : Réaction du silane avec des groupes OH de fibres naturelles [35]

II.5.3.3 .La Copolymérisation par Griffage:

C'est l'une des méthodes les plus communes. Ce procédé consiste, à greffer des copolymères à la surface des fibres, créant ainsi une zone active. Pour réaliser ce greffage, on utilise de l'anhydride maléique polypropylène (MAH-PP), l'acylation ou le titanate. Le greffage est permis car le benzoyle (C₆H₅-CO-) réagit avec le groupe hydroxyle (OH) de la fibre, diminuant ainsi la nature hydrophile de la fibre traitée. Une réaction chimique s'opère ensuite entre ces copolymères épine dorsale et la matrice polymérique [36].

Les techniques classiques de greffage des fibres végétales exigent beaucoup de temps et d'énergie. Il a été constaté que le greffage sous radiations micro-ondes est le meilleur en termes de consommation de temps et de rentabilité [37].

Le pré-trempe dans une solution de NaOH nécessite une durée de 30 min pour pouvoir activer les groupes hydroxyle de cellulose et de lignine dans la fibre, suivie d'une filtration et d'un lavage avec de l'eau (équation II.8)



Équation II.8 : Réaction possible entre cellulose

OH et le chlorure de benzoyle.

Bibliographie du chapitre II :

- [1] Makhloufi Nouredine, Simulation numérique de la fissuration des composites par fatigue, Mémoire de Magister, Université El-Hadj Lakhdar, Batna, 2012.
- [2] K. Bledzki Gassan, Composites reinforced with cellulose based fibres, Review, J Progress in Polymer Science, 1999; 24: 221-274.
- [3] F. Zhou, G. Cheng, B. Jiang, Effect of silane treatment on microstructure of sisal fibers, Applied Surface Science, 2014 ; 292 : 806- 812.
- [4] SCD (service commun de ladocumentation) Doc'INSA ;Elasticité anisotrope Et endommagement desmatériauxcomposites:docinsa.insalyon.fr/these/2000/ducret/chapitre1.pdf
- [5] David 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.
- [6] CompoMechAsia, Généralités sur les matériaux composites www.compomechasia.com/IMG/pdf/Chapitre_01-2010.pdf
- [7] A. Wachowski. « Les Parois de Cellules Végétales », [en ligne], 2006. disponible sur <http://www.lycees.ac-rouen.fr/lgcorneille/SPIP/IMG/DS206.pdf>
- [8] M. Ragoubi, « Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne ». Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, France, 2010, 186 p. [En ligne], disponibles sur http://docnum.univlorraine.fr/public/SCD_T_2010_0135_RAGOUBI.pdf
- [9] V.C. Li, 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, pp. 132-140.
- [10] S. Bouhank, « Effet d'absorption d'eau sur le comportement mécanique des composites PP/farine cellulosique », Mémoire de Master, Faculté de Technologie, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas Sétif, 2012, 63 p.
- [11] C.P.L. Chow, X.S. Xing et R.K.Y. Li. « Moisture absorption studies of sisal fibre reinforced polypropylene composites », Composites Science and Technology., Vol. 67, 2007, pp. 306-313.
- [12] P. Castéra. « Comportement Physico-Mécanique des Matériaux Fibreux Cellulosiques Considérés Comme des Milieux Aléatoires » [en ligne], 2002. Disponible sur : pem.utbm.fr/materiaux_2002/file/pdf/CM2077.PDF
- [13] E.T.N. Bisanda et M.P. Ansell. « The Effect of Silane Treatment on the Mechanical And Physical Properties of Sisal-Epoxy Composites ». Composites Science and Technology. Vol. 41, 1991, pp. 165-178.
- [14] M. Nardin, « Interfaces fibre-matrice dans les matériaux composites », Revue de composites et des matériaux avancés, Lavoisier, Vol. 16, 2006, pp. 49-62.
- [15] C.S.R. Freire et al. « Composites Based on Acylated Cellulose Fibers and Low-Density Polyethylene: Effect of the Fiber Content, Degree of Substitution and Fatty Acid Chain Length, on Final Properties ». Composites Science and Technology. Vol. 68, 2008, pp. 3358-3364.
- [16] A. Fadel et H. Hazam, « Etude des propriétés d'agromatériaux composites PEBD/farine de Genêt d'Espagne avant et après mercerisation ». Mémoire d'ingénieur d'Etat, Faculté de

Technologie, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, 2010, 74 p.

[17] A. M. Brandt. «Fibre reinforced cement-based (FRC) composites after 40 years of development in building and civil engineering». Composite structures. Vol. 86, 2008, pp. 3-9

[18] Regiani , A.M., Frollini , E ., Marson G, A ., El Seoud , O.A . Second International Symposium on Natural Polymers and composites, 1998, p : 235_239

[19] 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

[20] Kalia, S., Kaith, B., et Kaur, I. (2009). Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites—a review. *Polymer Engineering & Science*, 49(7) : 1253–1272.

[21] Bogoeva-Gaceva G; Avella M; Malinconico M; Buzarovska A; Grozdanov A, Gentile G. Natural Fiber Ecomposites, *Polymer Composites*, 2007, 28, 98-107.

[22] Mwaikambo L.Y; Ansell M.P. « The effect of chemical treatment on the properties of hemp, sisal, jute and kapok for composite reinforcement, *Die Angewandte Makromolekulare Chemie* », 1999, 272, 108-116.

[23] Fengel, D. ; Wegener, G. Wood : « Chemistry, Ultrastructure, Reactions ; Walter de Gruyter et Co ». : Berlin, Germany, 1983 .

[24] Valadez. Gonzalez, A., Cervantes –Uc, J. M., Olayo, R. and Herrera-Franco, P. J. (1999) . « Chemical Modification of henequen fibers with Organosilane Coupling Agent , *Composites* » : Part B , 30 : 321-331.

[25] G.H.D Tonoli, U.P. Rodriguez Filho b, H.Savastano Jr.c, J.Bras d, M.N.Belgacem d, F.A .Rocco Lahr « Cellulose modified fibres in cement based composites », *Composites : Part A* 40 2046_2053 .2009

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

[27] N. Chand , M.Fahim , « Tribology of natural fiber polymer Composites », India, 2008, p213

[28] K. Joseph, aS.Thomast, C. Pavithran, « Effet of chemical treatment on the tensile properties of short sisal fibre-reinforced polyethylene composites », Mahatma Gandhi University, India, 1996, p11

[29] Mwaikambo L.Y; Ansell M.P. « The effect of chemical treatment on the properties of hemp, sisal, jute and kapok for composite reinforcement, *Die Angewandte Makromolekulare Chemie* », 1999, 272, 108-116.

[30] Susheel Kalia, B.S. Kaith, Inderjeet kaur, « Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in Polymer composites »-A Review, 2009, 49(7), 1253-1272

[31] Mwaikambo L.Y ; Ansell M.P . « The effect of chemical treatment on the properties of hemp, sisal, jute and kapok for composite reinforcement, *Die Angewandte Makromolekulare Chemie* », 1999, 272, 108-116.

- [32]Akyildiz, M. H., et Ates, S. (2008). « Effect of heat treatment onequilibrium moisture content (emc) of some wood species in turkey.ResearchJournal of Agriculture and Biological Sciences », 4(6) :660–665.
- [33]Goring, D., et Bolam, F. (1976) « plasma-induced adhesion in cellulose and synthetic polymers ».The Fundamental Properties of Paper Related to itsuses
- [34]Coutinho, F., Costa , T. H ., et Carvalho, D. L. (1997).Polypropylene_ wood fiber composites :effet of treatment and mixing conditions on mechanical properties . Journal of Applied PolymerScience, 65(6) : 1227_1235 .
- [35]Agrawal, R., Saxena, N., Sharma, K., Thomas, S., et Sreekala, M.(2000).Activation energy andcrystallization kinetics of untreated and treatedoil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites.Materials Science andEngineering : A, 277(1) :77–82.
- [36]Joseph, K., Mattoso, L., Toledo, R., Thomas, S., De Carvalho, L., Pothen, L., Kala, S., et James, B. (2000) .« Natural fiber reinforced thermoplastic composites » . Natural polymers and agrofibers composites, 159 .
- [37]Kaith, B., et Kalia, S. (2008). « Preparation of microwve radiation induced graft copolymers and their applications as reinforcing material in phenolic composites » .Polymer Composites, 29(7) : 791_797 .

Chapitre III

Les matériaux et les méthodes expérimentales

III.1. Introduction:

L'utilisation de fibres végétales dans la fabrication de matériaux composites nécessite plusieurs étapes pour comprendre en profondeur les propriétés physiques et chimiques de ces fibres végétales, commençant par la préparation des fibres utilisées, puis leur traitement chimique, jusqu'à leur utilisation dans la fabrication des matériaux composites, et enfin le test de leurs propriétés physiques et mécaniques.

Dans ce chapitre, nous allons détailler les différentes techniques expérimentales utilisées et les matériaux employés ainsi que les traitements effectués sur les fibres de Cynodon.

III.2. Usine de Maghreb Pipe Industries:

III.2.1. Définition d'usine:

L'usine de Maghreb Pipe a été fondée en 2004 et bénéficie d'une vaste expérience dans la fabrication de systèmes de tuyauterie pour divers usages tels que les systèmes d'assainissement, d'irrigation, d'eau potable et d'eau industrielle. Grâce à son expérience développée au fil des ans, l'usine a pu maîtriser pleinement les technologies de production modernes pour offrir des produits de haute qualité conformes aux normes internationales.



Figure III.1 : l'emplacement de l'usine Maghreb Pipe Industries.

III.2.2. Matières première de l'usine:

Résines et leurs caractéristiques:

Les types de résines utilisées dans l'usine se divisent en trois types: le polyester isophtalique, le polyester orthophtalique et le vinylester. Ces résines se caractérisent par plusieurs propriétés importantes telles que le durcissement à température ambiante, la résistance chimique et une liaison très forte avec les fibres de verre. Le polyester isophtalique et le polyester orthophtalique peuvent supporter une température de service maximale d'environ 50 degrés Celsius. Le vinylester se distingue par ses excellentes propriétés chimiques et ses propriétés mécaniques élevées dans les fibres renforcées. Les propriétés des résines sont mesurées chaque fois que nécessaire selon le plan de contrôle qualité interne de l'usine de Maghreb Pipe Industries et le plan d'inspection (Figure III.2).



Figure III.2 : résine orthophtalique et vinylester.

Les Fibres de verre:

Les fibres de verre peuvent être divisées en deux types différents en fonction de leurs compositions en verre (Figure III.3):

- La fibre de verre "C" qui se distingue par sa résistance à la corrosion chimique.
- La fibre de verre "E" qui se distingue par sa très haute résistance mécanique.

Ces types peuvent être utilisés en fonction de leur composition et de leur structure interne et externe sous différentes formes:

1. Assemblage de verre "C" sont utilisées comme renfort pour la première couche du stratifié.
2. Les matelas de fibres de verre coupées "E" sont utilisés dans les opérations de moulage à la main telles que la fabrication des raccords.
3. Les couches continues de stratifié en verre "E" sont utilisées dans les opérations de laminage pour obtenir des structures non homogènes où la résistance mécanique est répartie dans la direction des fibres continues.
4. Des couches de stratifiés coordonnées sont utilisées dans les opérations de moulage à la main en alternant les couches de stratifiés coordonnées et les matelas pour renforcer la résistance mécanique du stratifié.

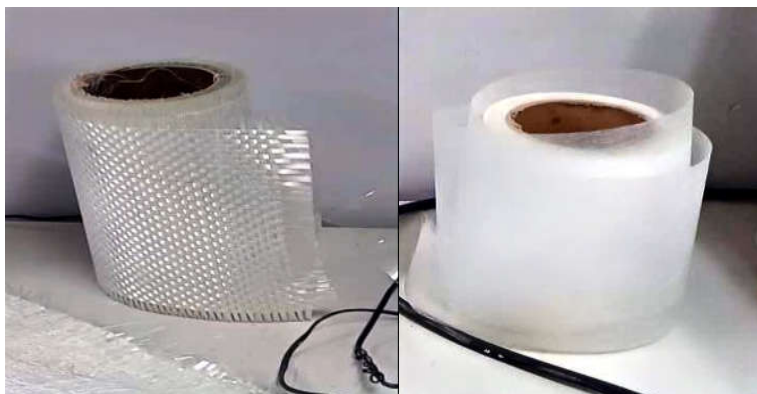


Figure III.3 : Fibres de verre type E et C.

Sable de silice:

Le sable de silice (SiO_2) est principalement ajouté à la couche structurelle composite pour augmenter l'épaisseur et ainsi renforcer la dureté des tuyaux.

III.2.3. Applications de l'usine de Maghreb Pipe Industries :

Maghreb Pipe Industries fabrique et fournit des systèmes de tuyauterie PRV pour répondre aux besoins des applications dans divers domaines, tels que la distribution d'eau dans les zones urbaines et industrielles, ce qui est vital, et il est nécessaire de prendre soin des réseaux d'assainissement dans ces zones. De plus, le transport des eaux brutes nécessite une planification minutieuse et une exécution précise. Les réseaux d'irrigation agricole doivent être efficaces et fiables, en plus de prendre en compte les réseaux d'assainissement pour une élimination appropriée des eaux usées. Les points de collecte des eaux de refroidissement dans les usines doivent être soigneusement conçus, et il faut respecter l'environnement lors du rejet des eaux usées dans la mer.

Il est également important de prendre soin des pipelines de transport maritime et des détroits des rivières pour assurer leur sécurité, ainsi que de garantir que les lignes de production des usines industrielles sont avancées et efficaces. Les réseaux d'extinction d'incendie doivent être prêts pour une intervention rapide, et il convient de manipuler avec précaution les liquides polluants et les tuyaux d'évacuation des gaz d'échappement. Les enveloppes des puits et les pipelines verticaux des puits de pompage doivent être robustes et fiables, et les tuyaux de force doivent être conçus avec précision pour garantir l'efficacité. Il est nécessaire de procéder à une élimination appropriée du soufre des gaz de combustion, et le réseau de distribution et de distribution de l'essence doit être sûr et fiable. Il est essentiel de prendre en compte les pipelines d'évacuation des gaz d'échappement pour préserver l'environnement.

III.3. Matériaux utilisés:**III.3.1. Les fibres de cynodon:**

Les fibres végétales utilisées sont celles du Cynodon en raison de leurs propriétés mécaniques robustes et de leur disponibilité (Figure III.4).



Figure III.4 : les fibres de Cynodon.

III.3.2. Les produits chimiques:

Hydroxyde de sodium:

L'hydroxyde de sodium utilisée a été produite par la société « SIGMA-ALDRICH »

- Formule générale : NaOH
- Nom : hydroxyde de sodium
- Masse molaire : 40 g/mol
- Masse volumique : 2.13 g/cm³
- La couleur : blanc
- Odeur : Inodore

Acide acétique :

- Formule générale : C₂H₄O₂
- Masse molaire : 60.05 g/mol
- Masse volumique : 1.049 g/cm³
- Point d'ébullition : 117.9 °C
- Point de fusion: 16.6 °C

Phénolphtaléine:

- Formule générale : C₂₀H₁₄O₄
- Masse molaire : 318.31 g/mol
- Masse volumique : 1.299 g/cm³
- Point d'ébullition : 557.8 °C
- Point de fusion: 260 °C

III.4. Techniques expérimentales:

III.4.1. Traitement chimique:

○ Préparation d'hydroxyde de sodium NaOH :

Nous calculons les quantités de NaOH nécessaires pour préparer les concentrations qui seront utilisées dans le traitement des fibres et les dissoudre dans l'eau distillée.

Les concentrations préparées sont de 2%, 4%, 6% et 8%. Nous préparons 1000 ml de chaque concentration.

○ Traitement des fibres par NaOH :

nous avons traité les fibres de Cynodon en les divisant en quatre échantillons et en les plaçant dans des solutions de NaOH (500 ml) de différentes concentrations (2%, 4%, 6% et 8%) avec agitation magnétique, la durée de traitement de chaque étant de 4 heures (figureIII.5) .



Figure III.5 : Traitement des fibres de Cynodon par NaOH.

○ **Neutralisé de NaOH :**

Après avoir terminé le processus de traitement, les fibres de Cynodon a été filtrées des solutions de NaOH, puis lavées à l'eau distillée et vérifiées pour présence ou l'absence de NaOH à l'aide de la phénolphtaléine. Si le réactif change de couleur (rose), nous lavons a nouveau ces fibres avec l'acide acétique (0.1 mol/l) et de l'eau distillée, puis nous vérifions a nouveau à l'aide de la phénolphtaléine l'absence totale de NaOH. Après la neutralisation, nous plaçons les échantillons pour les faire sécher (figure III.6).



Figure III.6 : fibres de cynodon traitées.

III.4.2. Broyage et tamisage des fibres:

Pour faciliter l'utilisation des fibres de Cynodon dans la fabrication de matériaux composites, nous les avons broyées afin de réduire leur taille à l'aide d'une machine de broyage (figure III.7).



Figure III.7 : machine de broyage.

Après le broyage, nous avons tamisé l'échantillon afin d'obtenir des fibres d'une taille de 1000 μm (1 mm) (figure III.8).



Figure III.8 : le tamis utilisé 1000 μm .



Figure III.9 : les échantillons finaux des fibres de cynodon.

III.4.3. Préparation des matériaux composites :

Le processus de préparation des matériaux composites commence par la fabrication du moule aux dimensions standard connues (longueur 110 mm; largeur 20 mm et l'épaisseur 4 mm). Selon les conditions réglementaires (ASTMD 790), nous enduisons les moules pour éviter l'adhérence du matériau

composite à l'intérieur du moule, puis nous remplissons les moules avec des fibres de Cynodon, distribuées dans tous les coins et surfaces du moule (figure III.10).

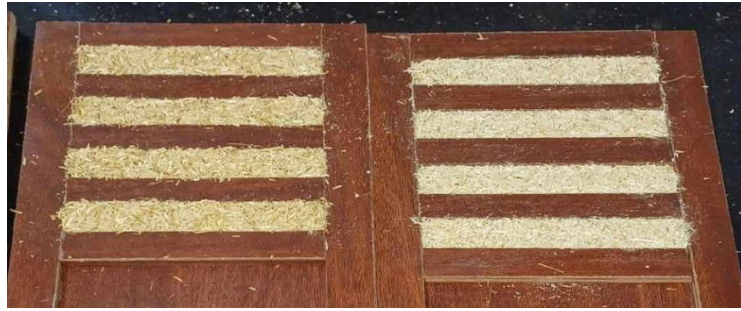


Figure III.10 : remplir les moules avec de fibres de Cynodon.

Nous préparons la résine (orthophtalique) mélangée au cobalt et ajoutons le catalyseur pour chaque 100 gde résine, nous ajoutons 1 ml de catalyseur. Nous versons la résine contenant le catalyseur sur les fibres tout en les remuant légèrement pour répandre la résine dans le moule (figure III.11).



Figure III.11 : Imprégner les fibres avec de la résine.

Ensuite, les moules sont laissés à sécher, puis les moules des matériaux composites sont retirés (figure III.12).



Figure III.12 : Les matériaux composites préparés.

III.5. Appareillage de mesure et caractérisation:

III.5.1. Diffraction des rayons X :

La diffraction des rayons X est une méthode efficace et non destructive pour analyser les matériaux cristallins, fournissant des informations sur leurs structures cristallines, orientations préférées et tailles de cristallite, notamment pour les matériaux nanométriques. Elle utilise l'interférence des rayons X pour examiner les niveaux cristallins d'un échantillon, offrant une vision de la distribution atomique dans les cristaux (figure III.13).



Figure III.13 : l'appareille de DRX (X-Pert PRO MPD).

Le principe de cette méthode (DRX) est basé sur la loi de Bragg.

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

θ : est la moitié de la déviation

n : est un nombre entier appelé «ordre de diffraction».

d : distance entre 2 plans d'indice de Miller hkl en A

Il consiste à l'enregistrement en intensité des raies (rayons) diffractées par un échantillon selon l'angle entre les raies (rayons) incidents et l'échantillon sur le support. Selon cette loi, on peut ainsi associer chaque sommet avec un plan atomique imaginaire. Ces plans peuvent être indiqués par les indices de Miller (hkl). On peut ainsi de la même façon associer ces indices (hkl) avec les sommets de diffraction. C'est l'indexation des pics (figure III.14).

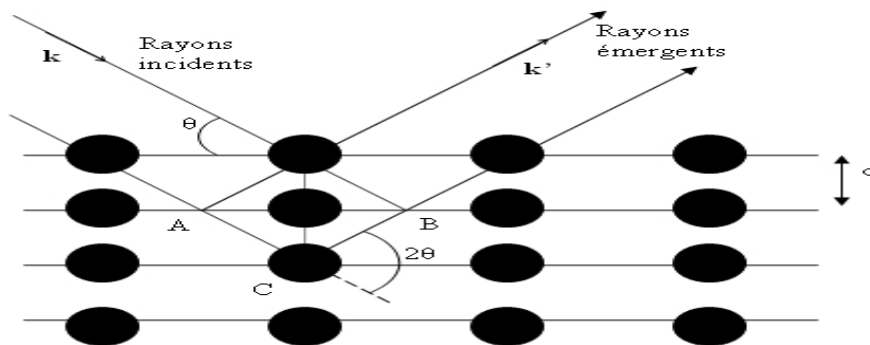


Figure III.14 : principe de loi de Bragg.

III.5.2. La spectroscopie infrarouge à transformé de fourrier (FTIR) :

La méthode d'analyse connue sous le nom de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une variante puissante de la spectroscopie infrarouge classique. Elle permet de déterminer les liaisons et les groupes fonctionnels présents dans un échantillon, facilitant ainsi l'analyse de sa composition. FTIR capture le signal de manière différente, permettant des mesures plus rapides par rapport à la spectroscopie infrarouge traditionnelle (figure III.15).



Figure III.15 : l'appareille de FTIR utilisé (Cary 630 FTIR).

Lorsque le rayon infrarouge traverse l'échantillon, une partie de son énergie est absorbée lorsque la fréquence de vibration des liaisons correspond à celle du rayon infrarouge. Le spectromètre détecte les absorptions d'énergie et enregistre la quantité absorbée pour chaque nombre d'onde correspondant. Cette absorption d'énergie se traduit ensuite par une diminution de l'intensité du rayon infrarouge, formant ainsi le spectre avec l'intensité et le nombre d'onde. Étant donné que le spectre mesuré est celui de la combinaison air-échantillon, il est nécessaire d'enregistrer également le spectre de l'air. La soustraction de ces deux spectres permet d'obtenir celui de l'échantillon. Ce spectre est analysé en identifiant les pics, chaque pic correspondant à une liaison ou une configuration caractéristique. En combinant les informations de chaque pic, il est possible de déterminer les différents composants d'un échantillon hétérogène. La spectroscopie infrarouge est ainsi un outil puissant pour les analyses qualitatives, bien qu'elle présente l'inconvénient de ne pas permettre une analyse quantitative, c'est-à-dire la détermination des proportions de chaque composant (figure III.16).

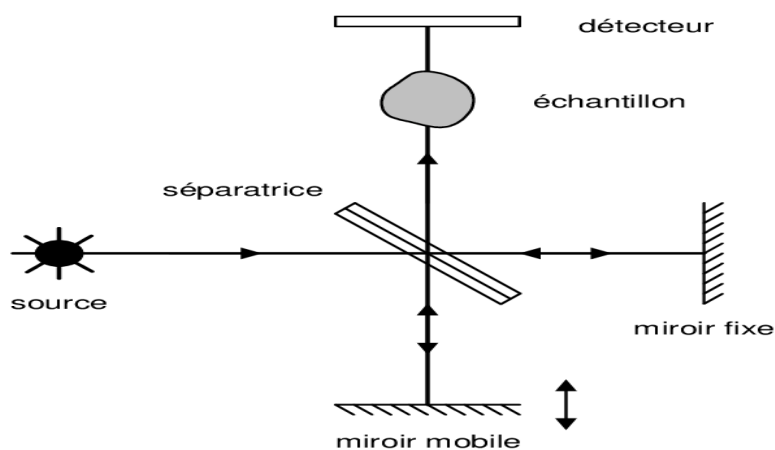


Figure III.16 : représentation schématique de FTIR.

La spectroscopie infrarouge permet seulement de déterminer si un certain composant est présent ou absent dans un échantillon à base de la présence ou l'absence des pics correspondants. De cette façon il est possible de comparer deux échantillons. Si un des deux à un grand pic et le pic correspondant dans l'autre spectre est presque invisible, il est probable que le taux du composant considéré soit plus faible dans le deuxième échantillon. Un deuxième inconvénient de la spectroscopie infrarouge est que seulement certaines liaisons sont réactives sous un rayon infrarouge, parce qu'il faut un moment dipôle, c'est-à-dire une répartition des électrons asymétrique.

Par contre, un avantage est qu'il ne faut pas travailler sous vide car l'oxygène et l'azote dans l'atmosphère ne possèdent pas un tel moment dipôle et n'absorbent ainsi pas de rayons infrarouges. Il est intéressant d'examiner les spectres de Luffa brute et des meilleures fibres parce que cela donne une idée de la composition.

III.5.3. La machine d'essai universelle (UTM) :

La machine d'essai universelle, également connue sous le nom de testeur UTM, de machine d'essai de matériaux ou de cadre d'essai de matériaux, est utilisée pour tester la résistance à la traction et la résistance à la compression des matériaux, ainsi que d'autres propriétés mécaniques telles que la tension, l'application de contraintes de traction, de compression ou transversales. Elle effectue également différents tests tels que le test de pelage, le test de flexion, le test de tension, le test de flexion, le test de frottement, le test de ressort, etc. Les machines UTM ont différents rôles dénués de capacités ou commercialisées pour des industries et secteurs spécifiques qui jouent des rôles uniques dans le développement de l'infrastructure, des routes et des autoroutes. L'UTM est l'un des meilleurs équipements polyvalents pour les laboratoires de R&D ou le département de contrôle qualité. En termes simples, voici quelques exemples de ce que les machines UTM peuvent faire :

- Test de traction : Lorsque vous prenez une seule pièce de n'importe quoi et que vous tirez ce matériau depuis son extrémité jusqu'à ce qu'il se casse en deux parties, une telle mesure de tension/allongement est appelée résistance à la traction des matériaux.
- Test de compression : Il s'agit de la résistance à la compression des matériaux, ce qui signifie que c'est complètement le contraire du test de résistance à la traction mentionné ci-dessus, fondamentalement une pression maximale doit être appliquée sur n'importe quel objet jusqu'à ses points de rupture. C'est ce qu'on appelle la résistance à la compression de n'importe quel objet. Ce test est également utile pour déterminer quelle charge peut supporter les piliers des ponts, les poutres de construction, etc.



Figure III.17 : la machine d'essai universelle (UTM).

Chapitre IV

Résultats et discussions

IV.1 .Introduction :

Une des difficultés de la fabrication des composites est de créer une bonne adhésion entre les fibres et la matrice. La nature hydrophile des fibres végétales est à l'origine du manque de compatibilité avec la matrice plus hydrophobe. Très peu de liaisons existent entre la phase renfort et la phase matrice. Cette incompatibilité provoque une mauvaise dispersion des fibres dans la matrice et la formation d'un matériau hétérogène.

Plusieurs études ont déjà tenté de modifier les propriétés de surface des fibres de cellulose afin d'améliorer leur adhésion avec une matrice polymérique. par exemple traitées alcaline.

IV.2 .Test FTIR sur les fibres de Cynodon:

La caractérisation des fibres végétales par FTIR permet de savoir les effets des traitements chimiques pour améliorer les propriétés mécanique car préparation des matériaux composites.

Longueur d'onde (Cm-)	Type de vibration	Source	Références
~3330	-OH elongation	Polysaccharides	De Rosa et al, 2010
~2918	-CH elongation	Cellulose, hémicellulose	Lopattananon et al, 2006 Terpáková et al, 2012
~2850	-CH elongation	Cellulose, hémicellulose	De Rosa et al, 2010
~1730	-C=O elongation	Pectines, hémicellulose	Oujai and Shanks, 200
~1630	-OH	Eau	Gañãñ and Mondragon
~1513	-C=C aromatique, élongation symétrique	Lignine	Gañãñ and Mondragon
~1422	-CH ₂	Cellulose	De Rosa et al, 2010
~1367	-CH, CO aromatique	polysaccharides	De Rosa et al, 2010
~1318	-CH, CO aromatique	polysaccharides	De Rosa et al, 2010
	H déformation dans le	Cellulose	Terpáková et al, 2012
~1240	-C-O elongation	Hémicellulose	De Rosa et al, 2010
		Lignine	Sgriccia et al, 2008
~1160	Déformation anti métrique de la liaison C	Cellulose	De Rosa et al, 2010
~1030	-CO, -OH elongation	Cellulose	De Rosa et al, 2010

~895	Elongation des liaison β -glucosidique des anneaux de glucose	Polysaccharides	Gañãñ and Mondragon
~660	-COOH deformation	Polysaccharides	Terpáková et al, 2012
~830	-CH aromatique : déformation hors plan	Lignine	Oujai and Shanks, 200

Tableau IV.1 : Vibration des groupes fonctionnels caractéristique des fibres brutes étudiées.

IV.2 .1. Test (FTIR) de fibre Cynodon avant traitement:

En analysé structure de fibre de Cynodon où l'on remarque une large bande dans les limites de $3309,87\text{cm}^{-1}$ cette bande remonte à groupe hydroxyle élongation (OH) caractérisé par polysaccharide, et une bande dans les limites $2908,25\text{cm}^{-1}$ cette bande remonte à groupe (CH) elle correspondent à cellulose+ Hémicellulose ,et le groupe hydroxyle (OH) est en $1611,14\text{cm}^{-1}$ est indiqué l'existence de l'eau absorbé, la bande $1374,45\text{cm}^{-1}$ indique groupe (OH,CO aromatique) est signe de l'existence de polysaccharide. Les groupements carbonyle et hydroxyle $1020,35\text{cm}^{-1}$ traduisent l'existence des celluloses (figure IV.1).

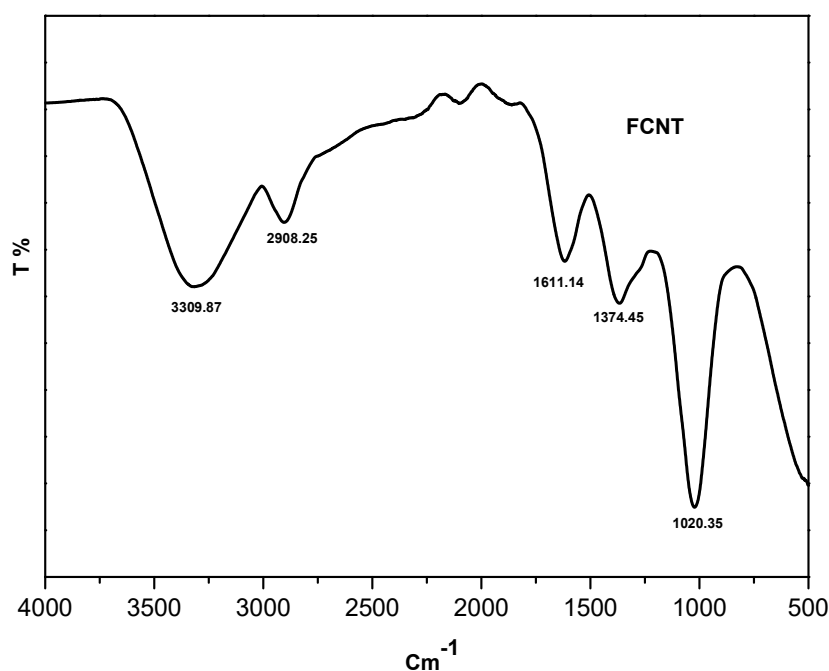


Figure IV.1 : courbe FTIR de Cynodon avant traitement (UCF).

IV.2 .2.Test (FTIR) de fibre Cynodon après traitement:

L'intérêt dans l'utilisation de l'infrarouge est de mesurer le degré de changement dans la composition de la surface des fibres après traitement.

D'après la courbe de la (figure IV.2), On observe une large bande dans la limite $3280,05 \text{ cm}^{-1}$, cette bande est due principalement aux groupement hydroxyle élancement (OH) caractérisation des polysaccharides. la bande $2895,21 \text{ cm}^{-1}$ et le groupe (CH) elle correspondent à cellulose+ Hémicellulose, des groupement hydroxyles dans la bande $1601,82 \text{ cm}^{-1}$ traduisent l'existence de l'eau absorbé.

IV.2 .3.Etudier des effets des traitements NaOH:

Les effets des traitements chimiques sur les fibres ont été analysées à l'aide de FTIR des fibres non traitées et alcalines (traité par NaOH) à différents sur le transmittance % et nombre d'onde. on remarque pour les fibres traitées que cette bande a une transmutante faible et largeur de pic(nombre d'onde) variable par rapport aux fibre non traitées. Cela indique la réduction de la liaison hydrogène dans les groupes hydroxyles cellullosique.

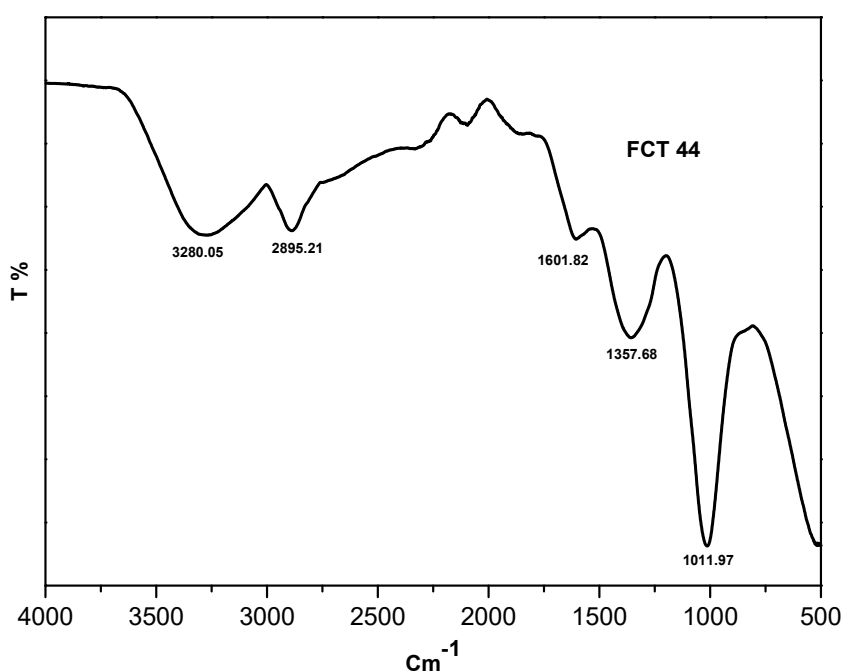


Figure IV.2 : courbe FTIR de Cynodon après traitement (CFTA4).

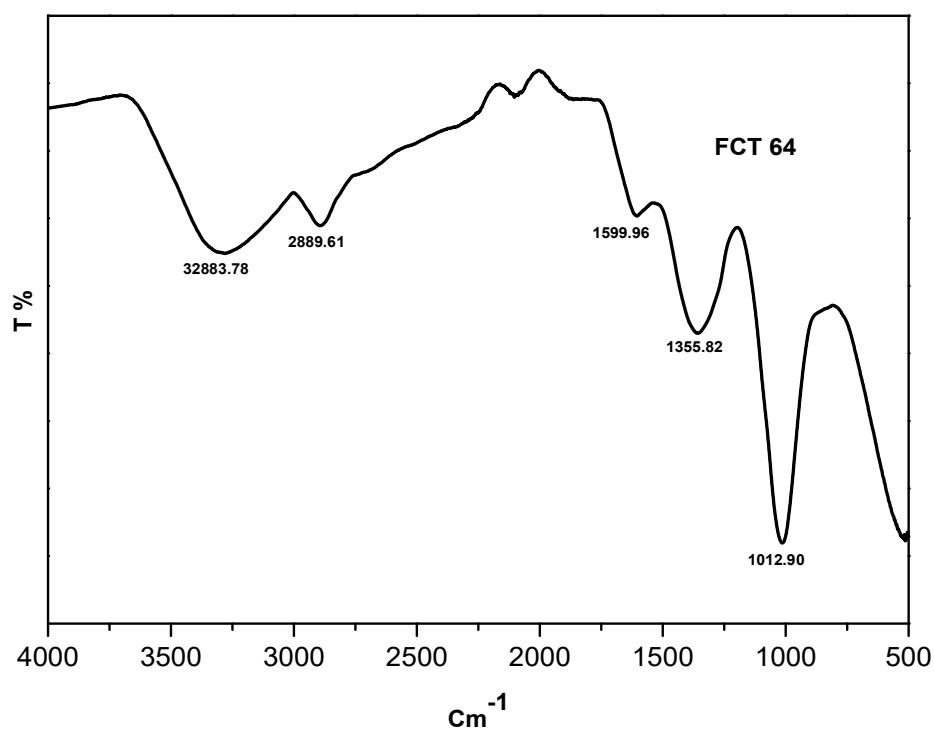


Figure IV.3 : courbe FTIR de Cynodon après traitement (CFTA6).

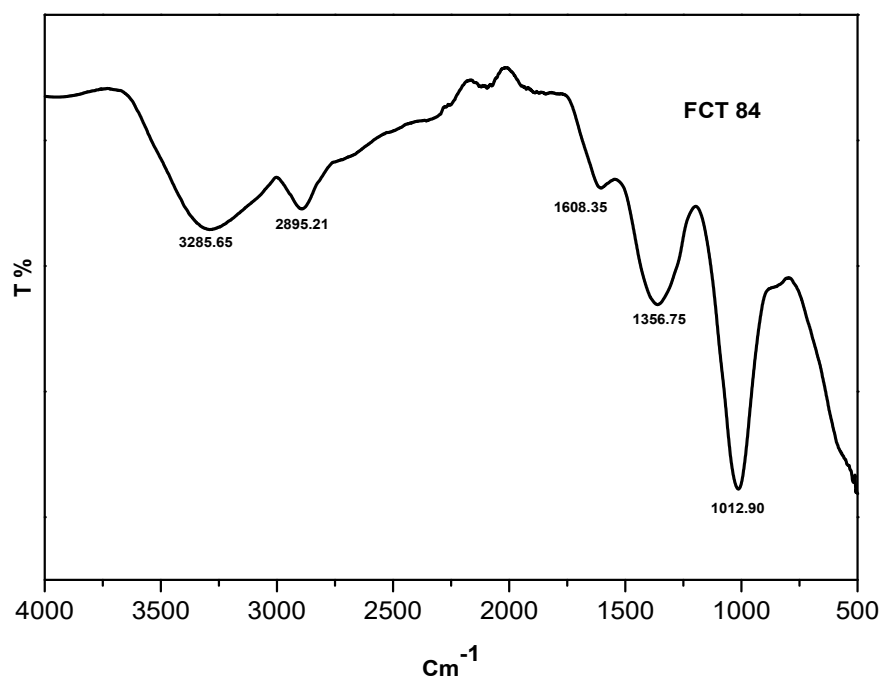


Figure IV.4 : courbe FTIR de Cynodon après traitement (CFTA8).

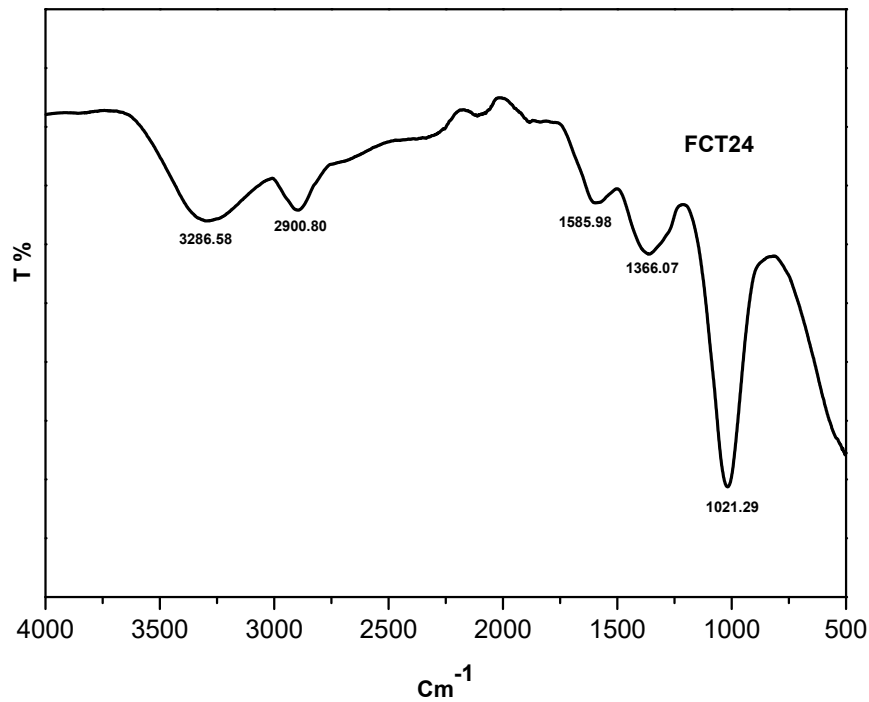


Figure IV.5 : courbe FTIR de Cynodon après traitement (CFTA2).

IV.3 .Test DRX sur les fibres de Cynodon:

Les rayons X (DRX) permettent d'étudier la structure cristalline des fibres végétales, on suppose que le résultat du traitement alcalin améliore Le pourcentage de cristallisation de la cellulose dans la fibre Afin de le vérifier, nous avons testé les échantillons étudiés et calculé le coefficient de cristallisation (%CrI) sera rapporté de manière pour tous les échantillons étudiés.

$$\text{CrI} = \frac{I_{002} - I_{\text{Am}}}{I_{002}} \times 100$$

I₀₀₂ : le niveau 002 distingue la phase cristalline et non cristalline.

I_{Am} : Distingue les régions amorphes.

D'après les courbes obtenues, le spectre de diffraction des rayons X dans le domaine étudié (10-60) tous les spectres Il contient deux impulsions, dont l'une est $2\Theta = 23^\circ$, représentant l'intensité maximale attribuée à la cellulose (phase cristalline et non cristalline), et l'impulsion $2\Theta = 28^\circ$ représente l'intensité minimale et est attribuée à l'hémicellulose et à la lignine (phase amorphe).

Le traitement alcalin conduit alors à une diminution de la quantité de substance non cristalline dans les fibres (dissolution d'hémicellulose, de graisses et de cires).

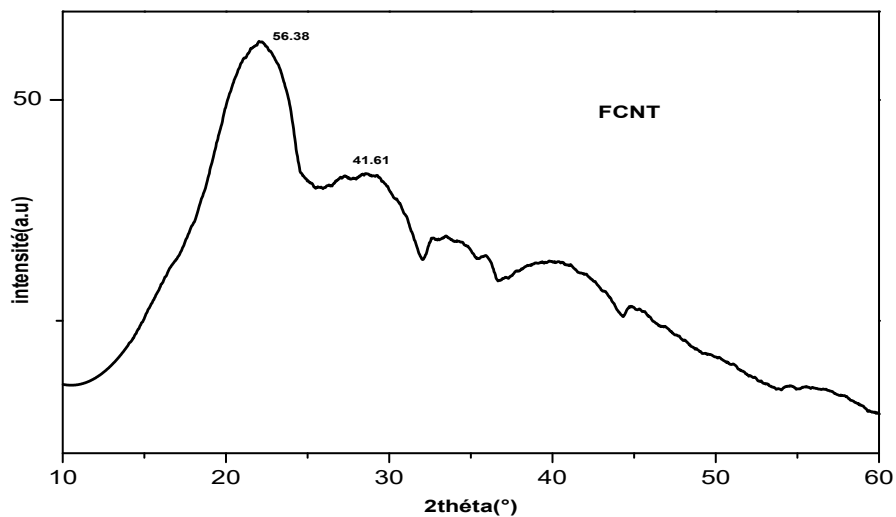


Figure IV.6 : Spectre de rayons X des fibres non traitée(UCF).

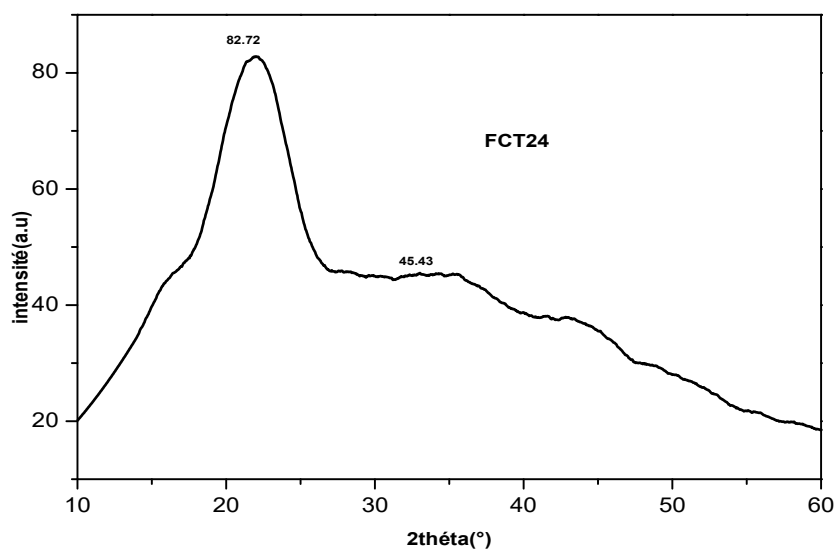


Figure. IV.7 : Spectre de rayons X des fibres traitée (CFTA2)

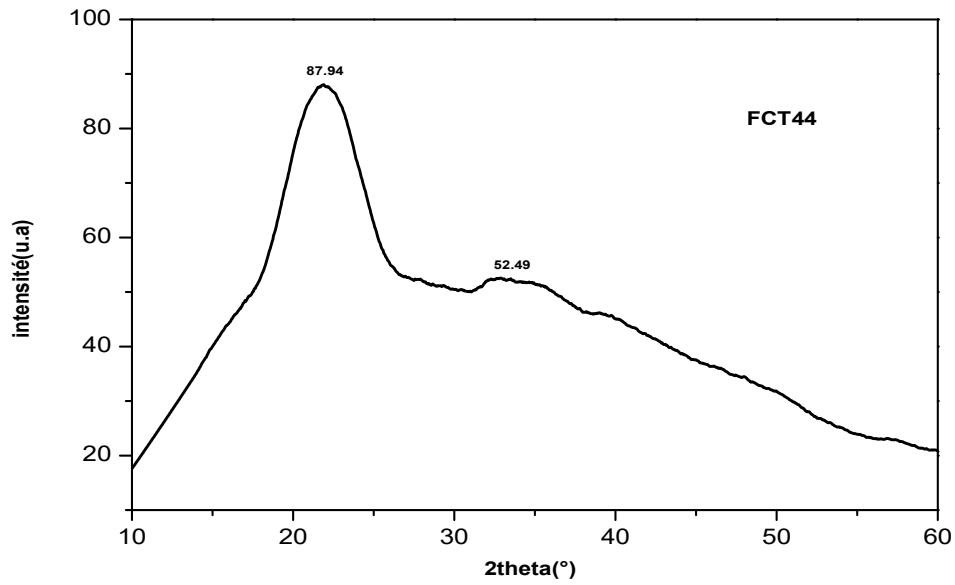


Figure. IV.8 : Spectre de rayons X des fibres traitée (CFTA4)

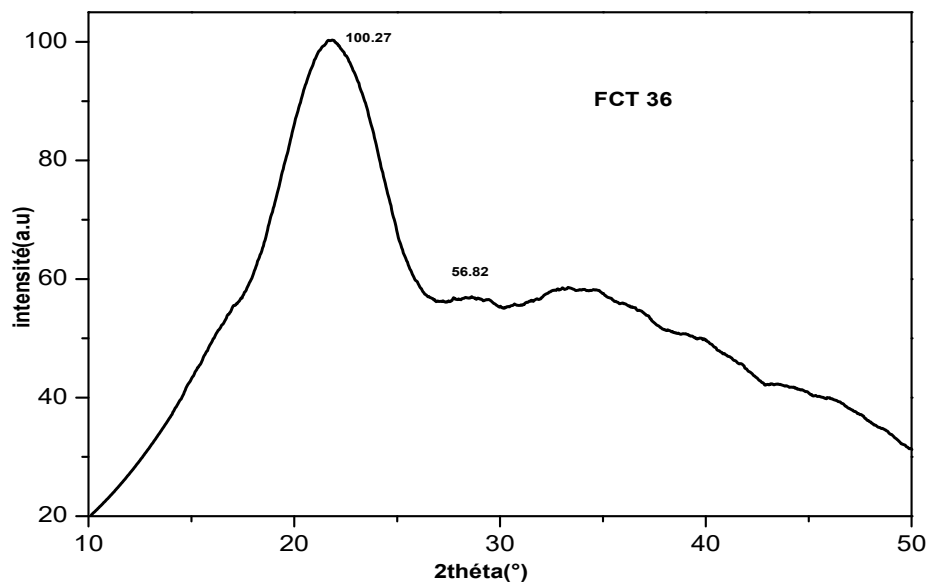


Figure. IV.9 : Spectre de rayons X des fibres traitée (CFTA6)

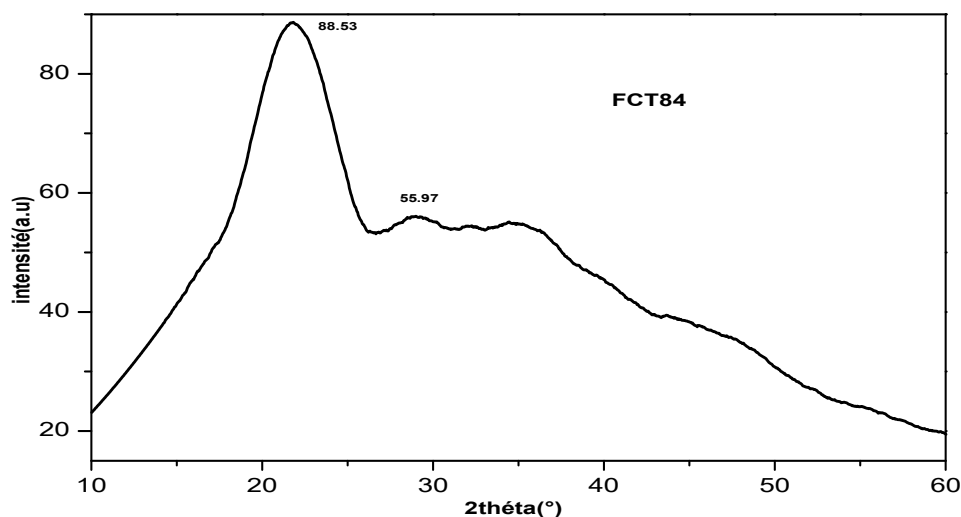


Figure. IV.10 : Spectre de rayons X des fibres traitée (CFTA8)

Grâce aux courbes de rayons X de différentes concentrations et en adoptant la méthode SQL, les résultats suivants ont été obtenus, Le tableau ci-dessous (IV.2) représente le module de cristallisation des fibres brutes et traitées.

Echantillons	I002	I_{Am}	CrI%
UCF	56,38	41,61	26,91
CFTA2	82,72	45,43	45,07
CFTA4	87,94	52,49	40,31
CFTA6	100,27	56,82	43,33
CFTA8	88,53	55,97	36,77

Tableau IV. 2: Module de cristallisation des fibres brutes et traitées.

D'après les courbes aux rayons X des fibres traitées avec différents concentrations (%) 18,16 en poids à température constante (25°C et sur un temps fixe) (t=4 h) et l'a comparée aux fibres non traitées, en se basant sur le calcul du coefficient de cristallisation pour chacune d'elles, qui est montré dans Le tableau (IV.2) il s'avère que les meilleurs traitements étaient le (CFTA2), qui a une coefficient de cristallisation égal à 45,07 %, qui peut être Cela est dû à l'élimination de l'hémicellulose et de la lignine amorphe du DIS ainsi qu'au réarrangement des régions cristallines, ce qui améliore le degré de La cristallisation des fibres est cohérente avec les travaux publiés sur le traitement de diverses fibres végétales utilisées pour améliorer les propriétés mécaniques pour les matériaux composites.

IV.4 .Test de Flexion :

Le test de flexion est considéré comme l'un des tests de plus importants pour déterminer les propriétés mécaniques des matériaux composites fabriqués à partir des fibres de Cynodon. D'après les courbes de flexion nous avons observé à travers ce test que la stress appliquée sur les matériaux composites à base fibres traitées est plus élevée que sur les fibres non traitées.

D'après la courbe la valeur maximale de test de flexion (UCF) est 29.7 MPa (figure IV.11).

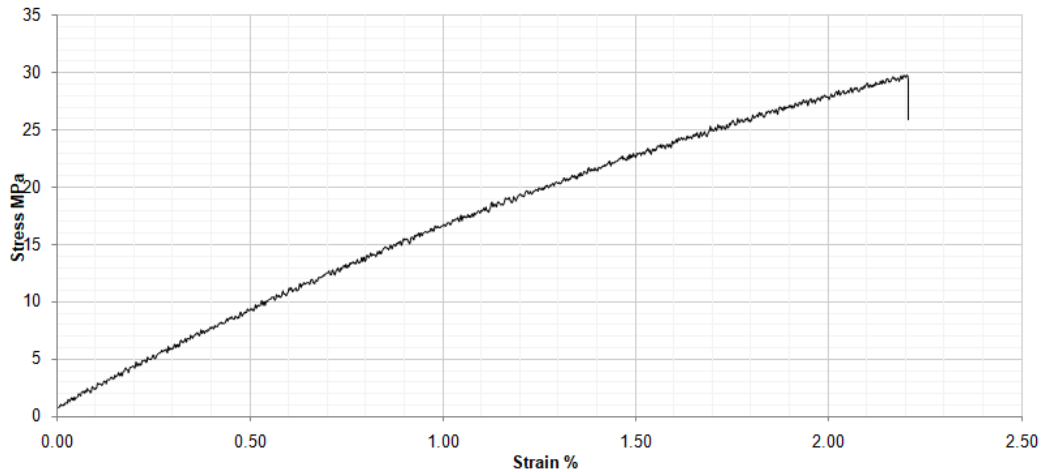


Figure IV.11 : courbe de flexion (UCF).

D'après la courbe la valeur maximale de test de flexion de (CFTA2) est 32.2 MPa (figure IV.12).

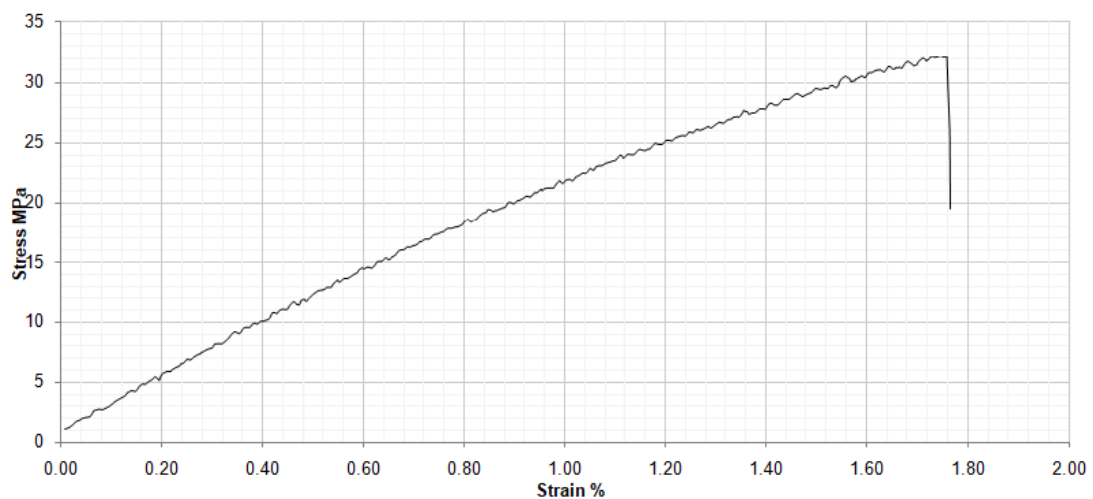


Figure IV.12 : courbe de flexion (CFTA2).

D'après la courbe la valeur maximale de test de flexion (CFTA4) est 34.7 MPa (figure IV.13).

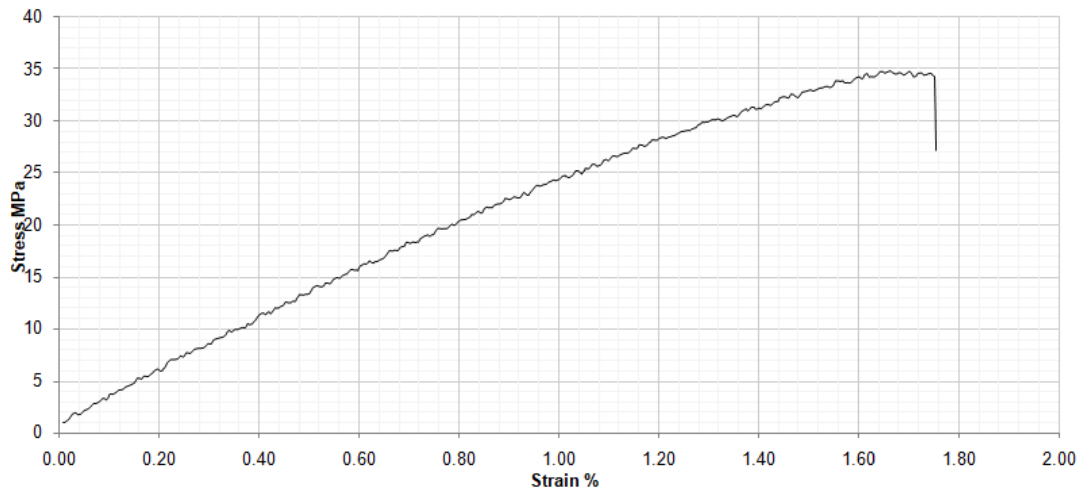


Figure IV.13 : courbe de flexion (CFTA4).

D'après la courbe la valeur maximale de test de flexion (CFTA6) est 36.8 MPa (figure IV.14).

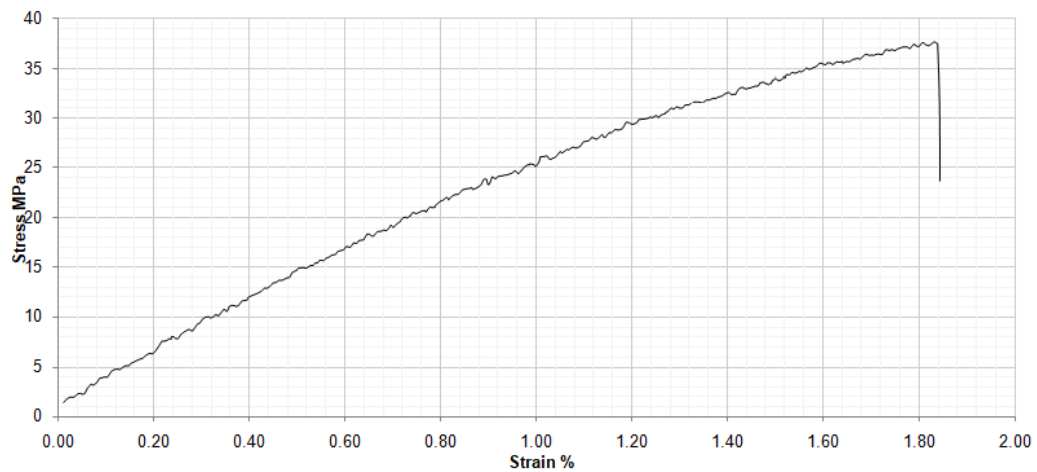


Figure IV.14 : courbe de flexion (CFTA6).

D'après la courbe la valeur maximale de test de flexion (CFTA8) est 37.7 MPa (figure IV.15).

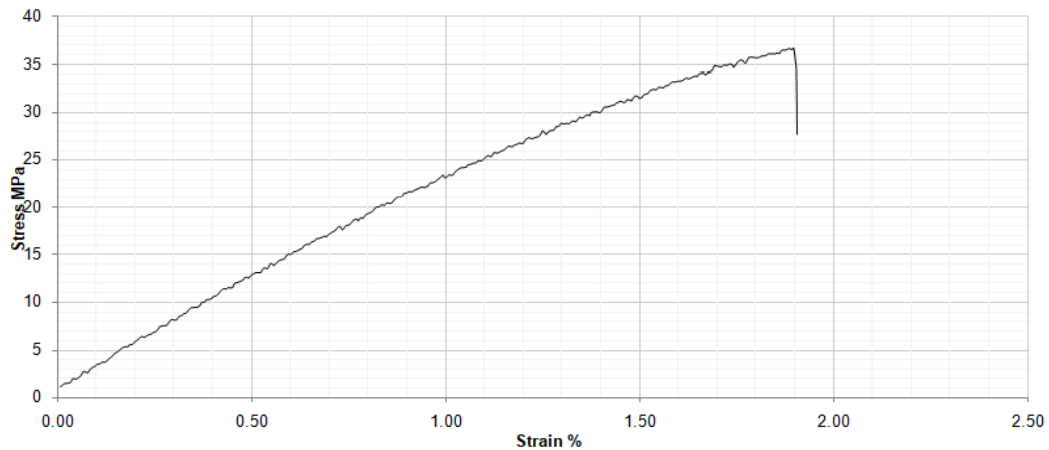


Figure IV.15 : courbe de flexion (CFTA8).

Conclusion générale

Conclusion générale

L'objectif principal de ce travail était de développer un matériau composite à matrice polymérique et à renfort de fibres de cellulose. Le traitement chimique des fibres végétales a un rôle positif dans l'augmentation du processus d'adhésion entre les fibres, il est utilisé pour améliorer l'efficacité et les propriétés mécaniques des matériaux composites à travers cette étude, l'effet de traitement chimique utilisant la photo sur la fibre végétale représentée par Cynodon.

nous avons utilisé un appareil infrarouge des tests chimiques sur divers échantillons de fibres de Cynodon ont prouvé que les traitements chimiques réduisent les groupes hydroxyles qui filtrent sur les fibres sont de nature hydrophile, ce qui indique que le traitement alcalin réduit la propriété hydrophile des fibres de Cynodon, augmentant le processus de Cynodon la matrice, lors de la formation de composés en raison de la rugosité de surface des fibres et de la solubilité des pectines, des lignines et des cires.

L'analyse aux rayons X a montré une amélioration de l'indice et de la taille des cristaux de fibre de Cynodon et augmentation de coefficient de cristallisation après traitement.

Le test de flexion du composite préparé avec des fibres de Cynodon a montré dans quelle mesure le traitement améliorerait les propriétés mécaniques des matériaux traités avec de la soude à une concentration Les matériaux sont en fibres végétales, et l'augmentation de valeur de flexion de les fibres traité par rapport les fibres non traité. Ces résultats filtrent les fibres de fibres végétales dans la formation de composés d'origine végétale et leur utilisation dans domaine industriel.

A noter aussi que l'introduction des fibres de Cynodon dans une matrice polyester n'est pas nécessairement pour l'amélioration des propriétés mécaniques. En effet, les fibres de Cynodon ont pour rôle aussi d'améliorer la ténacité du polyester et la dégradabilité du matériau. Ce quilleur confère une valeur ajoutée.