

People's Democratic Republic of Algeria

Ministry of Higher Education and Scientific Research

Mohamed Boudiaf University of M'sila

Faculty of Technology

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة المسيلة

كلية التكنولوجيا



Département de Génie Mécanique

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de :

MASTER

En Génie Mécanique

Option : construction mécanique

Présenté par :

TAREQ CHAARAOUI & okba difli

Thème

L'étude de l'influence des traitements chimique sur

l'interface des composites fibre matrice

Devant le jury composé de :

NOM et Prénom	Grade	Qualité
MENASRI Nouredine	MCA	Président
NAFISSA Moussaoui	MAA	Encadreur
ELHADI Abdelmalek	MCB	Examineur

Année Universitaire : 2020/ 2021

N° d'ordre : GM/...../2020

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciement

La présente étude a été réalisée au niveau du laboratoire de moulage , au département de Génie des mécanique, Faculté de Technologie de l'Université Msila.

*Je voudrais tout d'abord à remercier mon encadreur madame l'enseignante **Moussaoui Nafissa**, pour m'avoir suivie, je tien à souligner sa disponibilité, le soutien qu'elle m'apporté ces idées son expérience et la confiance qu'elle ma accordé.*

Comme j'exprime mon respect et mes remerciements aux membres de jury, Monsieur le ben Hamad ouche

Je remercie aussi la technicienne khaldoune .R du laboratoire de moulage , pour avoir mis à ma disposition tous les appareillages dont j'avais besoin.

Dédicaces

Je dédie ce travail

A mon cher père et ma chère mère.

A mes chers frères et sœurs.

A toute ma famille.

A tous ceux qui ont sacrifié leur temps pour la science et à tous ceux qui utilisent la science pour le bien et la prospérité de l'humanité.

TABLE DE MATIERE

<i>INTRODUCTION GENERALE</i>	14
I.1. INTRODUCTION.....	3
I.2.1. Définition	3
I.3. CLASSIFICATION DES MATERIAUX COMPOSITES.....	4
I.3.1. Classification suivant la nature des constituants	4
I.3.2. Classification suivant la nature de la matrice.....	4
I.4.CONSTITUANTS D'UN MATERIAUX COMPOSITES	5
I.5. MATRICE	5
I.5.1. Matrices thermoplastiques (TP) :	6
I.5.2. Matrices thermodurcissables (TD) :	6
I.6. RENFORT	6
I.7. GENERALITE SUR LES FIBRE VEGETALE	7
I.7.1. Définition de la fibre végétale.....	7
I.7.2. Classification des fibres végétales.....	7
I.7.3. Morphologie de la fibre végétale :	8
I.7.4. Structure d'une fibre végétale	8
I.8. COMPOSITION CHIMIQUES DES FIBRES VEGETALES	9
I.8.1. La cellulose	9
I.8.2. L' hémicellulose	10
I.8.3. lignine.....	10
I.8.4. Les pectines	11
I.8.5. Extractibles.....	11

I.9. CARACTERISTIQUES PHYSIQUES ET MECANIQUES DES FIBRES VEGETALES	12
I.10. EXTRACTION DES FIBRES VEGETALES	13
I.10.1. L'extraction mécanique	13
I.10.1.1. Le teillage	13
I.10.1.2. Par déflexion	14
I.10.1.3. laminage	14
I.10.1.4. Par explosion à la vapeur	14
I.10.2. L'extraction chimique :	15
I.10.2.1. Procédé Kraft	15
I.10.2.2. Procédé au bisulfite	15
I.10.2.3. Procédé acide	16
I.10.2.4. Procédé Soude-Anthraquinone	16
I.10.2.5. Procédé à la soude	16
I.10.3. L'extraction biologique	16
I.10.3.1. Le rouissage à terre	16
I.10.3.3 Par action microbienne (enzymatique)	18
I.10.3.4 L'extraction combinée	19
II.1. INTRODUCTION	26
II.2. TECHNIQUES DE MODIFICATION DES FIBRES NATURELLES	26
II.2.1. Traitement physique	26
II.2.1.1. Traitement Plasma	27
II.2.1.2. Traitement Corona	28
II.2.1.3. Traitement UV	28
II.2.2. Traitement Chimique	29
II.2.2.1. Traitement à la soude	30
II.2.2.2 Traitement par acide stéarique	31
II.2.2.3 Traitement au silane	32
II.2.2.4 Traitement aux anhydrides	32
II.2.2.5 Traitement au permanganate	33
II.2.2.6 Greffage enzymatique	33
II.3. INTERFACE FIBRE/MATRICE	34
II.3.1. Théories de l'adhésion	34
II.3.2 Type de liaison des interfaces des fibres / matrice	35
II.3.2.1. Enchevêtrement moléculaire et inter diffusion	35
II.3.2.2 <i>théorie Réaction chimique</i>	35
II.3.2.3 . <i>théorie des Attraction électrostatique</i> :	36
II.3.2.4. <i>Théorie Emboîtement mécanique</i>	36
II.4. COMPORTEMENT DE L'INTERFACE FIBRE-MATRICE DANS LES COMPOSITES	36
II.4.1. Généralité	36

II.4.2. Rôle des interfaces	37
II.5. CONCLUSION	38
III.1. INTRODUCTION	39
III.2 MATERIAUX UTILISES	39
III.2.1. Les fibres de l'eucalyptus	39
III.2.2 Produits chimiques utilisés	39
III.3. DESCRIPTION BOTANIQUE DE LA PLANTE D'EUCALYPTUS :	40
III.4. PROCEDURE EXPERIMENTALE.....	41
III.4.1. L'extraction biologique des fibres	41
III.4.2. Séchage thermique.....	42
III.4.3. La préparation de la solution NAOH et permanganate de potassium à (3%) :	43
III.4.4. Préparation de la solution du permanganate de potassium :.....	43
III.4.5. Préparation de la solution de l'anhydride acétique :.....	43
III.5. TRAITEMENTS CHIMIQUES DES FIBRES DE L'EUCALYPTUS.....	44
III.5.1 Traitement alcalin par NaOH :	44
III.5.2. Traitement au permanganate de potassium (KMnO ₄) :.....	44
III.5.3. Traitement par l'anhydride acétique :.....	45
III.6. <i>BROYAGE</i>	46
III.7. LES METHODES DE CARACTERISATION :	47
III.7.1. Caractérisation physique :	47
III.7.1.1. Détermination de la densité	47
III.7.1.2 Détermination de la section	49
III.7.2. Caractérisation mécanique :.....	49
III.7.2.1. Préparation des éprouvettes de traction :.....	50
III.7.2.2. L'élaboration des composites modelés résine/ fibres d'eucalyptus :	50
III.7.2.4. Essai de traction sur les fibres et les composites :	53
III.7.3. Caractérisation chimique :	54
III.7.3.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF.....	54

IV.1. INTRODUCTION	60
IV.2. PROPRIETES PHYSIQUE	60
IV.2.1. Densité des fibres	60
IV.3 MORPHOLOGIE DES FIBRES TRAITEES :	61
IV.4. CARACTERISATION MECANIQUE.....	61
IV.4. 1. L'essai de traction sur les types de fibres d'eucalyptus :	61
IV.4. 2. Traction des composites fibres d'eucalyptus /résines :	62
IV.4.2.1. Composites à fibres traitées à l'acétylation (AC) avec trois résines :	63
IV.4.2.2. Composites à fibres traitées à la mercerisations (NaOH) avec trois résines :	64
IV.4.2.3. Composites à fibres traitées au permanganate avec trois résines :	64
IV.4.2.4. Composites à fibres brutes avec trois résines :	65
IV.4.2.5. Traction des types de fibres d'eucalyptus pour chaque résine séparée	66
IV.4.2. Spectroscopie infrarouge :	69

Liste des figures

Figure .I.1	Structure d'un matériau composite	3
Figure I.2	Principe d'un matériau composite	4
Figure I.3	Structures géométriques des composites.	5
Figure. I.4	Différentes familles de matrices	5
Figure I.5	Types de renforts. de renfort	6
Figure .I.6	Modèle de description de la structure d'une fibre végétale	8
Figure I.7	Représentation schématique d'une fibre de bois	8
Figure I.8	Molécule de la cellulose.	9
Figure. I.9	Structure de la micro fibrille de cellulose	9
Figure I.10	Structure d'un type de xyloglucane.	10
Figure I.11	Structure de la molécule de lignine	10
Figure. I.12	structure de la pectine .	11
Figure. I.13	a) Ecang pour teillage manuel b) cylindres cannelées pour teillage mécanique	13
Figure.I.14	. Rouissage du lin (Copyrights © Lin et Chanvre de Bretagne)	17
Figure.I.15	Rouissage à l'eau de tiges de jute.	17

Figure I.16	Application des composites à base des fibres végétales	20
Figure II.1	Schématisation du mercerisage de la fibre naturelle	30
Figure II.2	Essai de traction sur des fibres de jute traitées avec différentes solutions de soude.	30
Figure II.3	Modification chimique de la cellulose pour comptabilisation avec la matrice PP	32
Figure II.4.	Enchevêtrement moléculaire	35
Figure II.5	Réaction chimique entre les groupes A sur une surface et les groupes B sur l'autre surface	35
Figure II.6	Attraction électrostatique	36
Figure II.7	Emboîtement mécanique	36
Figure II.8	Paramètres qui conditionnent les performances d'un composite.	37
FigureIII.1	Arbre de l'Eucalyptus avec ces feuilles et fleurs	40
Figure.III.2	a) Procédé biologie pour l'extraction des fibres de l'eucalyptus b) L'obtention des fibres après le procédé d'extraction Traitement thermique : l'étuvage	41
Figure III.3	Préparation de la solution NaOH avec une concentration de 3%	42
Figure III. 4	Préparation de la solution KMnO ₄ à 3%	42
Figure. III.5	a) : Traitement des fibres de l'Eucalyptus par 3% de NaOH b) : Fibres de l'Eucalyptus obtenues après traitement avec 3% de NaOH	43
Figure III.6	. a) Traitement des fibres de l'Eucalyptus au permanganate de potassium . b) les Fibre de l'Eucalyptus traité par permanganate de potassium	44

Figure III .7	a) Traitement des fibres de l'Eucalyptus par l'anhydride acétique b) Fibre de <i>l'Eucalyptus</i> traité par l'anhydride acétique	45
Figure III.8	a) Broyage Des fibres b) Echantillon de fibres broyées	46
Figure .III.9	a) Balance analytique b) <i>Méthanol</i>	46
Figure.III.10	La méthode pycnométrique par la pesé de : a) La masse de fibres b) La masse du (pycnomètre + M de l'éthanol).	48
Figure..III.11	Machine micro-traction	51
Figure. III.12	Machine de traction de Magreb Pipe	51
Figure .III. 13	Eprouvettes de traction	52
Figure.III.14	Le moule des éprouvettes de composite fibre/résine	53
Figure .III. 15	La préparation de la résine du polyester	53
Figure .III. 16	La préparation de la résine époxy	54
Figure .III. 17	Les éprouvettes des composites fibre Eucalyptus/ résine	54
Figure .III. 18	Les éprouvettes de différentes résines.	55
Figure .III. 19	Schéma de principe de la spectrométrie FTIR-ATR sur des échantillons fibreux	57

Figure .III. 20	Machine spectre FTIR ET ATR	57
Figure .VI.1	Morphologies des fibres obtenues par les différents traitements a) KMNO4- b)sans traitement , c) Anhydride acétique, d) NAOH	61
Figure VI.2	Courbe Force-Déplacement des différents échantillons des fibres l'Eucalyptus. A) Sans traitement, B) NaOH, c) KMnO4, d) Anhydride acétique	62
Figure .VI. 3	Courbes d'évolution des contraintes en fonction de déformation des composites à différentes résines par traitement chimique AC (3%) des fibres eucalyptus	63
Figure VI. 4	Courbes d'évolution des contraintes en fonction de déformation des composites à différentes résines par traitement chimique NaOH (3%) des fibres eucalyptus	64
Figure VI. 5	Courbes d'évolution des contraintes en fonction de déformation des composites à différentes résines par traitement chimique KMnO4 (3%) des fibres eucalyptus	65
Figure VI. 6	Courbes d'évolution des contraintes en fonction de déformation des composites à différentes résines par des fibres eucalyptus brutes	66
Figure VI. 7	Histogramme de contraintes des composites	67
Figure VI. 8	Histogrammes de l'évolution des modules de Young des composites	68
Figure VI. 9	Histogramme de l'évolution des déformations des composites	69
Figure VI. 10	a) Spectres ATR-FTIR des fibres eucalyptus utilisés (non traitée + NaOH) b) Spectres ATR-FTIR des fibres eucalyptus utilisés (non traitée + KMNO4-) C) Spectres ATR-FTIR des fibres eucalyptus utilisés (non traitée + KMNO4-)) d) Spectres ATR-FTIR des fibres eucalyptus utilisés	72

Liste des Tableaux

Tableaux .I.1	Tableau. I.1 : Caractéristiques principales des matrices thermodurcissables (TD)	6
Tableaux .I.2	Composition chimique de quelques fibres végétales	12
Tableaux I.3	représente les caractéristiques physiques et mécaniques de quelques fibres végétales .	13
Tableaux I.4	présente les avantages et les inconvénients des fibres végétales comme renfort dans les composites.	19
Tableaux .III.1	la densité des fibres de l'Eucalyptus	50
Tableaux . IV.1	Résume les résultats de la densité des différents traitements des fibres de l'Eucalyptus..	60
Tableaux IV .2	Les caractéristiques mécaniques des composites à fibres acétylées	63
Tableaux IV .3	résume les valeurs des propriétés mécaniques des composites avec fibres de NaOH.	64
Tableaux IV .4	résume les valeurs des propriétés mécaniques des composites avec fibres de KMnO4.	65
Tableaux IV .5	nous expose les valeurs des caractéristiques mécaniques des composites à fibres brutes	66
Tableaux IV 6	Les principales bandes observées sur le spectre FTIR	71

Introduction générale

Introduction Générale

L'utilisation croissante de fibres végétales comme renforts dans les composites à matrices thermodurcissables ou thermoplastiques fournit des avantages environnementaux très intéressants. Les caractéristiques marquantes de ces fibres sont leur faible coût, faible masse, haut module spécifique. Le défi majeur dans l'utilisation de ces fibres comme éléments de renforcement dans les matériaux composites est de réaliser une bonne liaison entre les fibres et la matrice polymère. Les fibres naturelles sont de nature hydrophile, car elles sont dérivées de la cellulose, qui contient des groupes hydroxyles fortement polarisés. La mauvaise adhérence inter faciale fibre/matrice et les difficultés dans le mélange en raison de mauvais mouillage de la fibre avec la matrice limitent l'utilisation de ces fibres comme matière de renforcement dans les matériaux bio-composites.

Les eucalyptus, appelés gommiers, ont été découverts avec l'Australie. C'est un genre très vaste et diversifié, de l'arbuste aux arbres parmi les plus hauts du monde. Leur résistance au froid est souvent méconnue, il faudrait tester plus d'espèces en Europe pour l'agrément de nos jardins. Avec plus de 800 espèces, le genre *Eucalyptus* est vaste, de l'arbuste au très grand arbre. Les eucalyptus composent 95 % des forêts australiennes, ils sont indissociables de l'image de ce pays-continent. Ce sont des arbres très adaptables, de croissance souvent rapide, qui présentent une grande diversité au niveau de la taille adulte, de la couleur de l'écorce, de la couleur des fleurs, de la forme et de la couleur des feuilles, de la résistance aux basses températures.

Les eucalyptus ont été introduits dans de nombreux pays, pour la production de bois ou pour assécher les sols. Les feuilles éloignent les insectes, d'où des plantations en Afrique pour diminuer la propagation de la malaria. Ils peuvent par contre entraîner des problèmes par rapport à la flore locale.

En 1995, 80 espèces d'eucalyptus ont été transférées dans un nouveau genre : *Corymbia*. D'autres genres ont été créés : *Symphomyrtus*, *Eudesmia*, *Monocalyptus*. La classification botanique est donc devenue beaucoup plus complexe et il est difficile de s'y retrouver. C'est pourquoi nous continuons à parler tout simplement d'*Eucalyptus* pour décrire des plantes qui ont beaucoup de caractères en commun. L'objectif de ce mémoire est de parler sur la fibre extraite du arbre eucalyptus ensuite faire une étude comparative entre les différentes références disponibles qui fournissent un lien direct avec le sujet.

Ce mémoire est composé de trois chapitres :

Le premier chapitre est consacré, à l'étude sur les composites à base de fibre végétales, nous apportons une connaissance des matériaux composites en présentant les différents constituants des composites. (définition, caractéristiques générales, classification, avantages et inconvénients...et utilise de autre application en construction).

Le deuxième chapitre, on s'intéresse à une étude sur modification des fibres végétales et interface

Le troisième chapitre est de parler sur les travaux réalisés sur les fibres des eucalyptus pour procédure expérimentale présente méthode extraction et étude traitement chimique des fibres eucalyptus par (NAOH et permanganate potassium et acétylation) et différence caractérisation avec chimique (FTIR) et physique (avec mesure la densité pour traité et non traité des fibres eucalyptus) et caractérisation mécanique des essai traction des fibres et composites

En fin, ***le quatrième chapitre***, est consacré à la discussion de l'ensemble des résultats obtenus à partir des différents tests effectués. essai des traction des fibres et composites Nous avons obtenu une étude de contrainte et de déformation et module de Young des traite et non traité des fibres par différence Les résines thermodurcissables ont des propriétés mécaniques élevées. Ces résines ne peuvent être mises en forme qu'une seule fois. (époxy et vinelyster et polyesters), et il y a une différence dans les valeurs Nous avons également étudié la matrice seule et l'avons comparée avec des (résine + fibres) composites et résultat des FTIR

Le mémoire se termine par une conclusion générale rassemblant une synthèse des résultats et une présentation des perspectives à envisager lors d'étude complémentaires

Chapitre I

Généralité sur les composites à fibres végétale

I.1. INTRODUCTION

Un matériau composite est constitué d'un ensemble de fibres résistantes noyées dans une matrice dont les propriétés mécaniques sont nettement plus faibles. Les fibres jouent le rôle de renfort tandis que la matrice assure la cohésion du composite et le transfert des efforts aux fibres [1]

I.2. Généralité sur les matériaux composites

I.2.1. Définition

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux nommés renfort et matrice, où l'assemblage final ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. La matrice assure la cohésion et l'orientation des fibres, elle permet également de transmettre les sollicitations auxquelles sont soumises les pièces. Les matériaux ainsi obtenus sont très hétérogènes et anisotropes [2]. Les propriétés des matériaux composites dépendent.

- Des propriétés des matériaux constitutifs.
- De distribution géométrique des fibres.
- De interaction fiber -matrices.

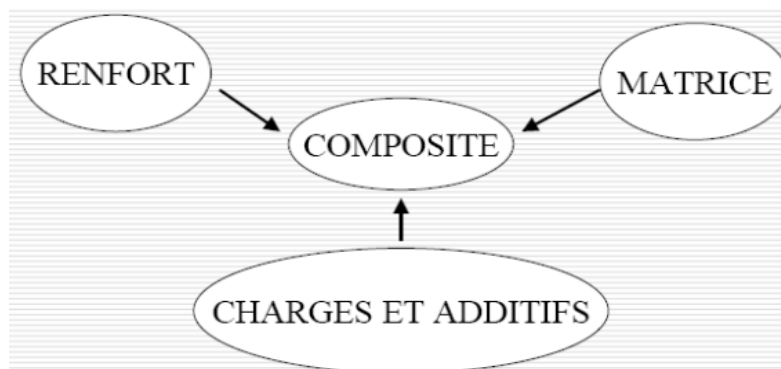


Figure .I.1. : Structure d'un matériau composite [3]

Enfin, depuis peu, on trouve une nouvelle classe de matériaux que l'on nomme "bio composites". Il existe d'autres appellations proches comme "éco-composites" et "agro composites" qui s'inscrivent également pleinement dans les concepts émergents de chimie verte et de chimie durable. Les bio-composites (composites biodégradables) sont une catégorie particulière de matériaux composites. Ils comprenant une ou plusieurs phases d'origine biologique. En termes de renforcement, cela inclut des fibres végétales telles que le coton, le lin, alfa, sisal, cellulose et autres, puisqu'elles sont produites à partir d'une ressource renouvelables. Les matrices utilisées pourraient être des polymères issus de ressources renouvelables comme

l'amidon [4]. Fluctuations du prix du baril de pétrole le remplacement de composites fabriqués à partir de matières premières pétrochimiques par des bio-composites devrait donc être favorisé [5]. D'une manière générale, les propriétés d'un polymère seul sont insuffisantes pour conférer à l'objet que l'on veut fabriquer toutes les propriétés souhaitées en terme de rigidité, résistance mécanique, légèreté ou autre propriété physico-chimique, électrique, optique... C'est pour quoi on s'oriente de plus en plus vers les matériaux composites.

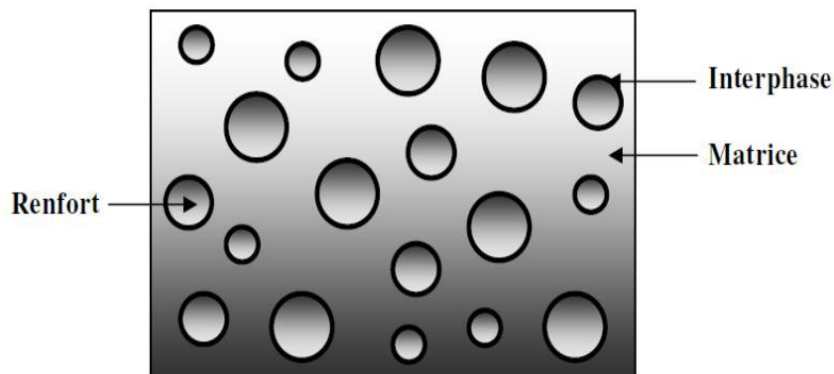


Figure I.2 : Principe d'un matériau composite [4].

I.3. Classification des matériaux composites

Les composites peuvent être classés suivant la forme des constituants ou suivant la nature des Composants [6].

I.3.1. Classification suivant la nature des constituants

En fonction de la forme des constituants, les composites sont classés en deux grandes classes : -

Composites à fibres : On appelle composite à fibre, si le renfort se trouve sous forme de fibre (soit fibres continues, soit fibres discontinues, coupées ou courtes)

- **Composites à particules :** On appelle composite à particule, lorsque le renfort se trouve sous forme de particule. Au contraire d'une fibre, la particule n'a pas de dimension privilégiée. 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... etc. mais dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques. Ce type de composite recouvre un domaine étendu dont le développement s'accroît sans cesse.

I.3.2. Classification suivant la nature de la matrice

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés :

- **Composites à matrice organique (résine, charges) :** peuvent être utilisés dans le domaine des températures ne dépassant pas 300°C.

- **Composites à matrice métallique** (alliages légers et ultra légers d'aluminium, de magnésium, de titane) : domaine des températures jusqu'à 600°C.

- **Composites à matrice minérale (céramique)** : domaine des températures jusqu'à 1000°C.

Ce type de composite (matrice) peut être associé à divers renforts

I.4. Constituants d'un matériaux composites

Les deux constituants de base d'un matériau composite sont la matrice et le renfort. Le renfort assure la tenue mécanique tandis que la matrice assure la cohésion de la structure et le transfert de charges entre les renforts. A ces deux composants principaux peuvent s'ajouter des additifs qui permettent de modifier l'aspect, ou les caractéristiques du matériau. [8] les figure I,3 des constitue d'un matériaux composites

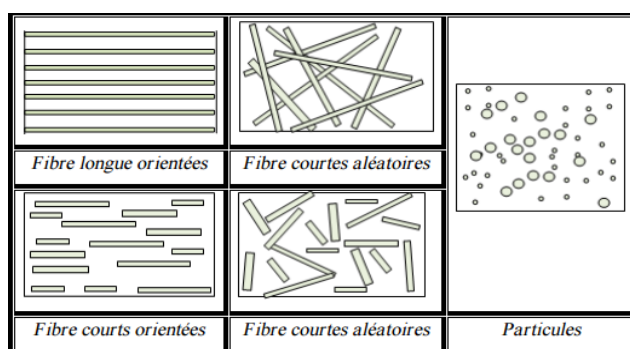


Figure I.3. Structures géométriques des composites. [7]

I.5. Matrice

Les matrices ont essentiellement pour rôle de lier les fibres, de transférer les contraintes imposées sur le matériau aux fibres, de les protéger contre les agressions extérieures et de donner la forme finale du matériau. Elles doivent être en outre assez déformable et présenter une certaine compatibilité avec le renfort. Ainsi, pour pouvoir apporter aux matériaux composites des propriétés mécaniques spécifiques élevées, la matrice doit posséder une bonne affinité aux fibres et une masse volumique faible [9]. Il existe différentes familles de matrices utilisées dans les matériaux composite (**Fig. I.4**).

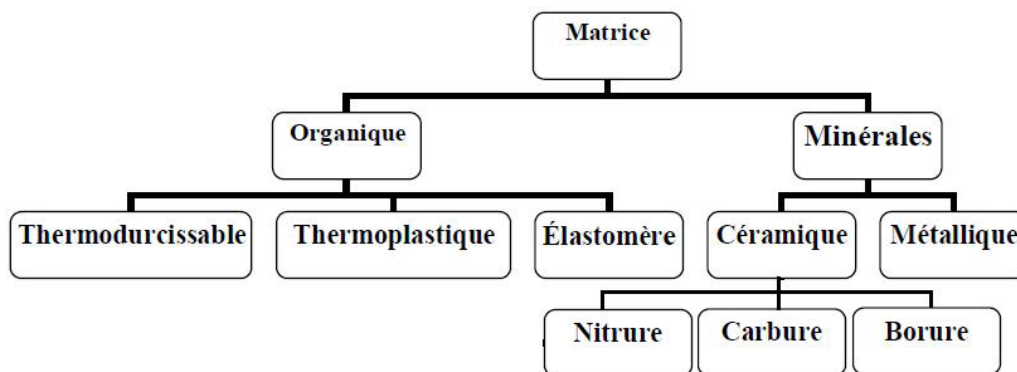


Figure. I.4. Différentes familles de matrices [9].

I.5.1. Matrices thermoplastiques (TP) :

Les résines thermoplastiques sont des solides généralement solubles, formés de chaînes distinctes bien compactées, liées entre elles par des seules liaisons secondaires (force de van der Waal , liaisons d’hydrogène) et mis en forme par chauffage et refroidissement [38].

I.5.2. Matrices thermodurcissables (TD) :

Les résines thermodurcissables sont des polymères, qui, après un traitement thermique ou physico-chimique (*catalyseur, durcisseur*), se transforment en des produits essentiellement infusibles et insolubles. Ces résines ont donc la particularité de ne pouvoir être mises en forme qu’une seule fois [39].

Matrices Thermodurcissables	Masse Volumique	Module D’elasticite	Module De Cisaillement	Coefficient De Poisson	Contrainte De rupture	Allongement à rupture	Coefficient de Dilatation
Epoxyde	1200	4500	1600	0.4	130	2	11*10 ⁻⁵
Polyester	1200	4000	1400	0.4	80	2.5	8*10 ⁻⁵
Vinylester	1150	3300	75			4	5*10 ⁻⁵

Tableau. I.1 : Caractéristiques principales des matrices thermodurcissables (TD) [48]

I.6. Renfort

Le renfort est le squelette supportant les efforts mécaniques, il contribue à améliorer la résistance mécanique et la rigidité des matériaux composites. Il se présente sous forme filamentaire (organique ou inorganique comme les fibres de verre, carbone, aramide et les fibres naturelles (lin, sisal, ramie, jute, chanvre, abaca et grignon d’olive) [10].

(Figure I.5) La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la

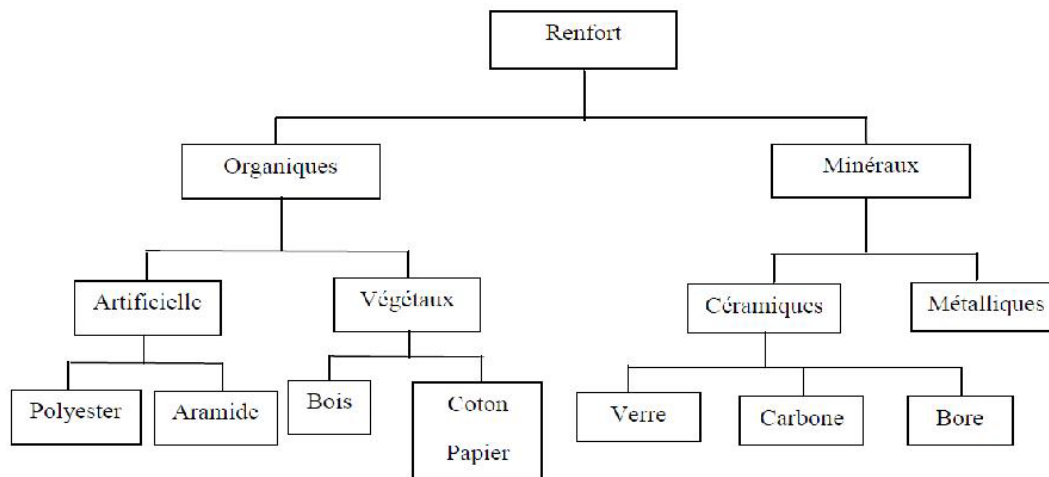


Figure I.5. Types de renforts. de renfort [10]

I.7. Généralité sur les fibre végétale

I.7.1. Définition de la fibre végétale

Les fibres végétales dites encore fibres lignocellulociques, 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. Les fibres végétales sont considérées comme élément de différenciation, elles peuvent limiter les répercussions environnementales liées à la fabrication et à l'utilisation des plastiques et répondre à l'épuisement des ressources fossiles. Ainsi les composites renforcés par les fibres végétales peuvent présenter des aspects [11] (Environnementaux, Economiques, Technologiques).

I.7.2. Classification des fibres végétales

Les fibres végétales sont classées en trois groupes suivant [12].

- Les fibres végétales peuvent être classées selon l'organe dont elles sont issues, dans ce cas elles comprennent : fibres de tiges (Kénaf, jute, lin, ramie) ; et de feuilles (Sisal, abace, paille de graminée) ; les fibres provenant des poils séminaux de graines (coton, kapok) ; d'enveloppes de fruits (noix de coco).

- Les fibres peuvent être classées suivant leur teneur en cellulose, en hémicellulose et en lignine. On distingue alors les fibres ligneuses (dures et rigides telles que celles provenant du Développement de bio-composites à base de fibres végétales et de colles écologiques bois et les fibres non ligneuses (douces et souples dérivées de végétaux non ligneux souvent annuels tels que le jute et le sisal).

- Une troisième classification peut se faire suivant la longueur:

- Les fibres longues et douces (fibres libériennes)
- Les fibres longues, dures et rigides (provenant des feuilles et des troncs d'arbres)
- Les fibres courtes, dites encore étoupes, elles sont associées aux fibres longues

I.7.3. Morphologie de la fibre végétale :

Morphologiquement, la fibre végétale varie énormément en fonction de leur origine. En effet. Les dimensions des fibres végétales dépendent de degré de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. Le diamètre présente une variabilité très importante même au niveau de la même fibre végétale [13]. La fibre végétale varie aussi selon le caractère de l'épaisseur de sa paroi cellulaire qui lui-même dépend de celle de la porosité des fibrilles.

La morphologie des fibres végétales peut constituer une donnée importante pour bien comprendre les transferts d'une contrainte aux interfaces fibre-matrice.

I.7.4. Structure d'une fibre végétale

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de micro fibrille cellulosiques en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine [14]. La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de micro fibrilles (S1, S2, S3) (Fig. I. 6).

Les micro fibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle microfibrillaire (MAF) dont la valeur varie d'une espèce à l'autre. L'orientation des micro fibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres, plus que l'angle des micro fibrilles augmente, le module de Young (une mesure de la rigidité) décroît, tandis que l'extensibilité des parois augment [15].

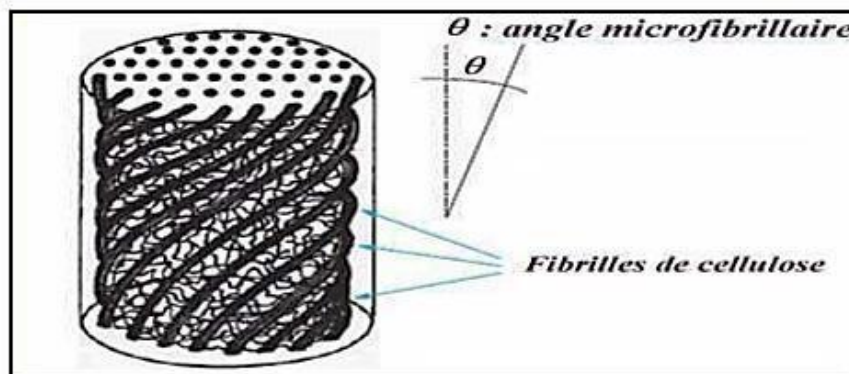


Figure .I.6.Modèle de description de la structure d'une fibre végétale [14].

I.8. Composition chimiques des fibres végétales

Les fibres végétales sont caractérisées par leur composition chimique qui influe énormément sur leur durabilité et spécialement dans les milieux alcalins. La composition chimique des fibres végétales est formée de plusieurs constituants ligno cellulosiques et organiques :

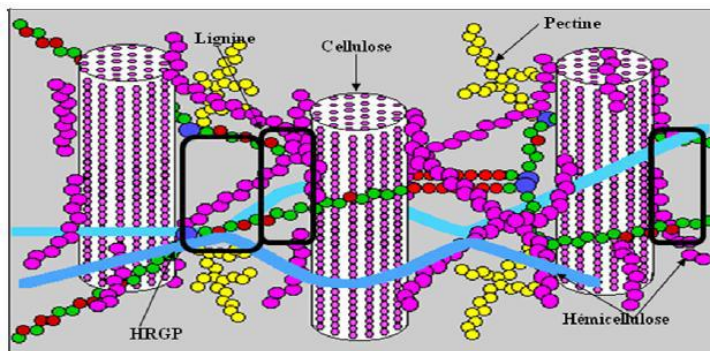


Figure I.7.Représentation schématique d'une fibre de bois [41].

I.8.1. La cellulose

La cellulose est un polymère naturel dont les molécules, formées de longues chaînes, sont constituées de D-anhydroglucopyranoses liés par des liaisons β -(1,4)-glycosidiques en position C1 et C4 (**Figure I.8**). Le degré de polymérisation (DP) est d'environ 10 000, il varie selon l'espèce végétale. Chaque unité de répétition comporte trois groupes hydroxyles. Ces groupes hydroxyles et leur capacité à réaliser des liaisons hydrogène jouent un rôle majeur pour la cristallinité [16].

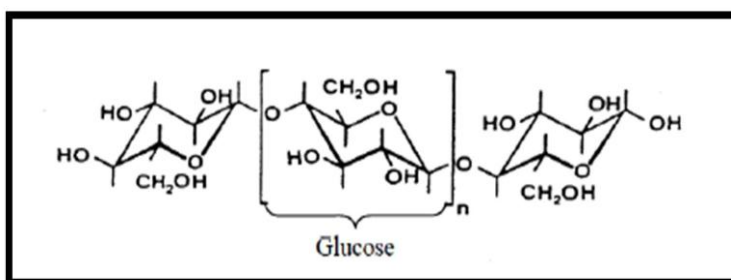


Figure I.8 : Molécule de la cellulose. [16]

Les chaînes de cellulose sont rassemblées en structures basiques appelées micro fibrilles (**Figure I.9**) qui ont des diamètres de 2 à 20 nm. Chaque micro fibrille peut être considérée comme des chaînes de cristaux de cellulose liés par des domaines amorphes. Contrairement aux autres composants des fibres qui possèdent une structure amorphe, la cellulose possède en effet une structure en grande partie cristalline. La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant le module d'élasticité le plus élevé, soit environ 136 GPa à comparer aux 75 GPa de la fibre de verre. Les propriétés de la cellulose sont étroitement corrélées à la forte densité de liaisons

hydrogène qui se développent entre les chaînes. Malgré la présence de groupements fonctionnels hautement réactifs que sont les hydroxyles, la cellulose réagit difficilement. La cellulose n'est pas hydrosoluble mais est fortement hydrophile, propriété qui est à l'origine, pour les fibres exploitées, de leur grand confort en tant que fibres textiles. Dans les conditions normales d'utilisation, elle peut contenir jusqu'à 70% d'eau plus ou moins liée. [16].

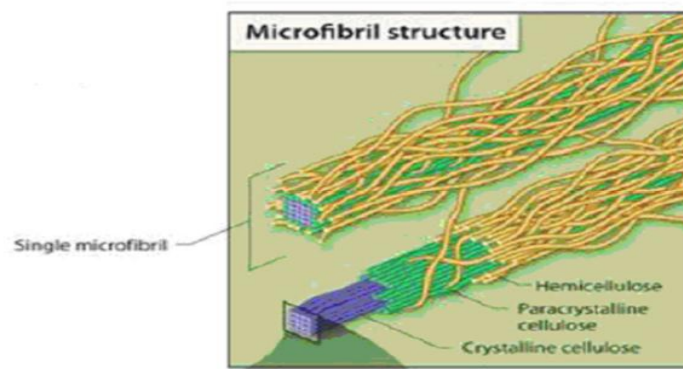


Figure. I.9. Structure de la microfibrille de cellulose

I.8.2. L' hémicellulose

L'hémicellulose présente dans toutes les parois de ces fibres, est un polysaccharide à chaîne courte ramifiée et repliée sur elle-même. C'est le constituant responsable de l'élasticité des fibres et qui permet aux parois de s'allonger pendant la croissance [17].

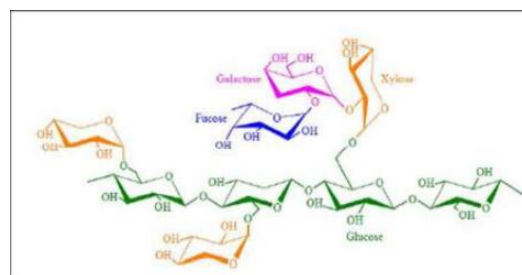


Figure I.10. Structure d'un type de xyloglucane. [17]

I.8.3. lignine

La lignine est le composant liant dans les tiges d'alfa et en général dans les plantes. C'est le liant entre les fibres formant des faisceaux ou des tiges. Sans la lignine, les tiges d'alfa n'existeraient pas. L'extraction des fibres consiste en la libération des fibres ultimes en dégradant les composants non-cellulosiques comme la lignine. L'élimination de la lignine est appelée la délignification. Une structure de base (**Figure.I.11**) de la lignine existe avec deux groupes fonctionnels qui peuvent varier, ainsi réalisant plusieurs molécules différentes de lignine. Par conséquent en réalité, le nom « la lignine » n'est pas correct car il s'agit de plusieurs molécules.

Il est donc mieux de parler « des lignines ». Les liaisons covalentes sont relativement fortes, conduisant à une bonne résistance biologique et chimique. C'est pour cela que l'élimination de la lignine afin d'obtenir des fibres d'alfa est difficile. Les propriétés mécaniques des lignines sont faibles[18]. La lignine est une macromolécule extrêmement hétérogène composée de polymères aromatiques. Elle représente, après les polysaccharides, le polymère naturel le plus abondant sur terre. Elle participe à la rigidité structurale des parois cellulaires et protège les plantes contre l'attaque des organismes pathogènes. La lignine est une molécule à trois dimensions composée d'unités de phényle propane[19].

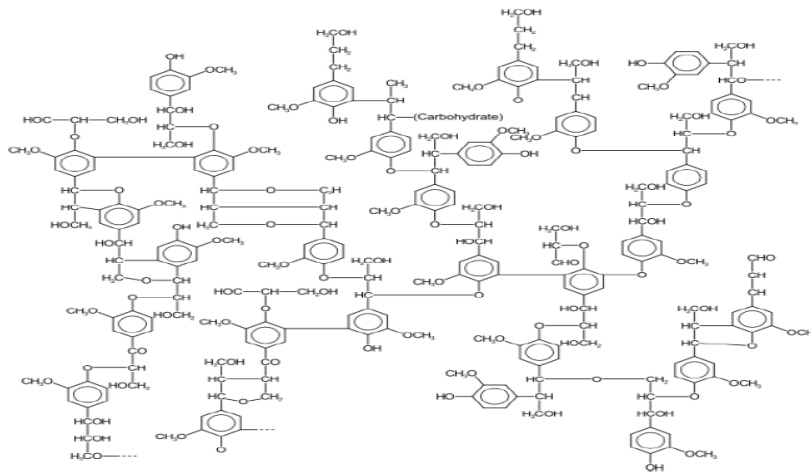


Figure I.11. Structure de la molécule de lignine[20]

I.8.4. Les pectines

Les pectines jouent un rôle capital dans l'architecture de la paroi végétale. Ces substances pectiques sont présentes avec des proportions variées dans la plupart des végétaux (environ 1% dans le bois) [21].

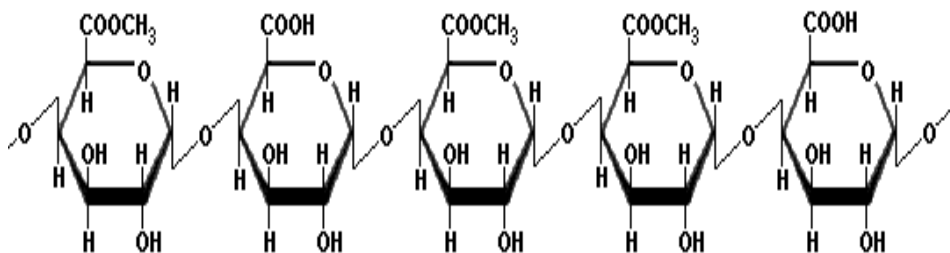


Figure.I.12. structure de la pectine [22].

I.8.5. Extractibles

Ce sont des molécules de faible masse molaire qui remplissent la lumière des cellules. Ils représentent 2 à 5 % de la masse sèche. La plupart de ces extractibles sont solubles dans l'eau ou des solvants organiques [21].

Le tableau I.2. présente la composition chimique de quelques plantes à fibres

Fibres naturelles	% cellulose	Hémicellulose %	Lignine %	Pectine %	Graisses %	Eau %	Angle de micro fibrille (°)
Chanvre	70- 74	17.9 - 22.4	3.7- 5.7	0.9	0.8	6.2 - 12	2 - 6.2
Lin	71	18.6 - 20.6	2.2	2.3	1.7	8 - 12	5 - 10
Jute	61 - 71.5	13.6 - 20.4	12 -13	0.2	0.5	12.5 -13.7	8
Coton	85 -90	5.7	---	0 1	0.6	7.85 -8.5	---
Sisal	66- 78	10 - 14	10 -14	10	2	10 - 22	10 - 22
Ramie	68.6 - 76.2	13.1- 16.7	0.6 - 0.7	1.9	7.5 -15	0.3	7.5
Kéna f	45 - 57	21.5	8 -13	3 - 5	---	--	--

Tableau I.2 : Composition chimique de quelques fibres végétales [23].

I.9. Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales

Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre, sa densité, son teneur en eau et son pourcentage d’absorption d’eau. Et elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, son élongation à la rupture et son module d’élasticité [21].

Fibres	Densité	Module en traction	Résistance en traction	Allongement
Line	1.5	28	345 - 1100	2.7 - 3.2
Jute	1.45	13- 27	350 - 5500	1.2 - 2.5
Chanvre	1.48	29 -70	350 -900	1.6 -3.5
Ramie	1.5	20 – 70	550 - 900	1.6 - 4
Kéna f	1.47	6 -8	1580	2.7
Abaca	1.35	20	900	3.5
Sisal	1.45	9 -20	400 – 700	2 -14
Coco	1.15	4 – 6	130 -120	15 - 40
Coton	1.5	5 - 12	300 - 800	3 - 10

Le tableau . I.3 représente les caractéristiques physiques et mécaniques de quelques fibres végétales

I.10. Extraction des fibres végétales

Le processus d'extraction consiste à extraire des faisceaux de fibres de la tige récoltée. Selon la littérature, l'extraction des fibres végétales peut être effectuée par un procédé mécanique, biologique, chimique ou par Combinaison entre les trois méthodes[24].

I.10.1. L'extraction mécanique

L'extraction mécanique des fibres comprend diverses étapes, développées depuis l'Antiquité, principalement pour récupérer les fibres de chanvre et de lin. Aujourd'hui, ce traitement est un processus complètement automatisé mais les étapes n'ont pas changé[24].

I.10.1.1. Le teillage

Il s'agit d'un procédé permettant de rompre l'adhésion et séparer les fibres entre elles du corps de la tige en ouvrant les faisceaux de fibres pour aboutir à des faisceaux plus fins. Durant ce processus le coeur de la tige est brisé à plusieurs reprises en petits morceaux tout en gardant les propriétés des fibres. Ils existent deux méthodes principalement utilisées pour cet effet : les rouleaux tournants et les broyeurs à marteau[25, 26]. Cette technique est plutôt utilisées pour extraire les fibres de lin ou de chanvre, les tiges sont prises par leurs extrémités et insérées dans le tilleul ou l'écang (instrument manuel à levier) si l'opération est manuelle. Les tiges sont battues pour enlever le bois, et cette opération est répétée jusqu'à ce que les fibres soient le plus souples possible. Les morceaux de bois récupérés sont appelés les «anas». Cette méthode ancestrale a été toujours effectuée manuellement avant de laisser la place aux machines, nous retrouvons aujourd'hui des systèmes complètement automatisés qui engagent, maintiennent et dégagent automatiquement les tiges sans aucune intervention humaine grâce à des systèmes de roues cannelées à grosses dentures au début puis à plus fines denture (**Figure I.13**). Par la suite, elles passent sous la cannelure des rouleaux avec un angle proche de 90° pour rendre le broyage plus efficace. L'opération est effectuée successivement côté pied et côté tête. Les fibres courtes appelées aussi étoupes, moins résistantes, Et les anas sont récupérées par aspiration et séparées. Cette technique est améliorée si les tiges au départ son dures et sèches, d'où la nécessité d'une étape préliminaire qui consiste à chauffer les tiges dans un four ou par un fumage. Enfin, pour donner aux fibres obtenues un meilleur aspect, les faisceaux de fibres sont divisés et parallélisés par une opération de peignage et séparées selon leur longueur [27].

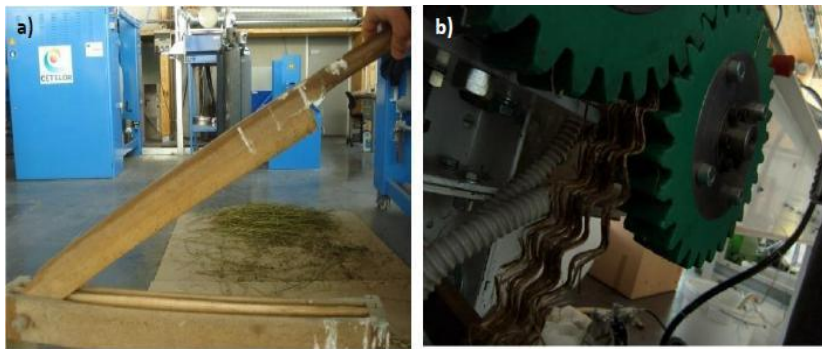


Figure. I.13. a) Ecang pour teillage manuel b) cylindres cannelés pour teillage mécanique[20]

I.10.1.2. Par déflexion

L'extraction des fibres se fait par action combinée de grattage et de battage, les machines s'appellent « raspadors » (grattoir en langue espagnole), elles râpent les feuilles de la plante et libèrent les fibres. Ces machines principalement constituées par un axe rotatif entraîné par un moteur, sur lequel des supports maintiennent des batteurs en acier ont été fixés. Les tiges insérées en amont de la machine, sont prises entre ces batteurs et une table à ciseaux, râpées et guidées vers le côté opposé [28]. La poudre et le bois passent à travers des cribles. La distance qui sépare les lames est réglable en fonction du lot [29].

I.10.1.3. laminage

Les tiges sont découpées en morceaux qui sont ensuite écrasés sous presse ou par laminage ou encore par combinaison des 2 traitements. Ceci est effectué plusieurs fois de suite jusqu'à ce que les fibres soient le plus possible séparées [30]

I.10.1.4. Par explosion à la vapeur

L'explosion à la vapeur connue également sous l'appellation anglaise « Steam explosion » parue en 1924 est un procédé thermo mécano chimique qui permet la déstructuration de la matière lignocellulosique par l'action combinée de la chaleur issue de la vapeur, des hydrolyses induites par la formation d'acides organiques et du cisaillement résultant de la chute brutale de pression [31]. [33]. Le procédé est composé de deux phases distinctes:

- Le vapocraquage

cette 1ère phase consiste à faire pénétrer la vapeur sous haute pression par diffusion à l'intérieur de la structure du matériau. La vapeur va ainsi se condenser et en présence d'une haute température va initier l'hydrolyse des groupements acétylés et méthylglucuroniques contenus dans les xylanes et dans certaines fractions galactomannanes. Les acides organiques libérés augmentent l'acidité du milieu et catalysent la dépolymérisation de la lignine [20].

- La décompression explosive

cette 2ème phase consiste à une chute brutale de pression ce qui va provoquer la vaporisation d'une partie de l'eau présente dans le matériau. Cette expansion brutale de la vapeur d'eau va créer des forces de cisaillement assez importantes pour réussir un éclatement mécanique dans la structure du matériau. Ces actions combinées vont, selon les conditions, modifier les propriétés physiques du matériau (surface spécifique, rétention d'eau, coloration, taux de cristallinité de la fraction cellulosique,...), améliorer l'hydrolyse des fractions hémicellulosiques et induire des modifications dans la structure des lignines, ce qui facilite leur extraction. Le schéma de principe de la ligne d'explosion à la vapeur est composé d'un générateur de vapeur qui alimente un réacteur, celui-ci sera soumis à une dépressurisation brutale. Lors de la dépressurisation, la matière est éjectée du réacteur et est récupérée au niveau d'un éclateur[32]

I.10.2. L'extraction chimique

Plusieurs méthodes basées sur la séparation chimique de la cellulose des autres composants non cellulosiques existent dans la bibliographie. Elles permettent d'éviter les inconvénients de l'extraction mécanique, et surtout un gain de temps et d'énergie considérables. En ce qui concerne le rouissage à l'eau à terre, les processus chimiques sont parfois préférables, car ils produisent des fibres caractérisées par une qualité constante et élevée, quelles que soient les conditions climatiques, généralement dans des durées plus courtes [24].

De nombreux traitements chimiques peuvent être effectués sur les fibres en fonction de leur type, du processus de rouissage à appliquer et des applications finales. [20, 29,33]

I.10.2.1. Procédé Kraft

Ce procédé alcalin visant à éliminer la lignine, les pectines et les hémicelluloses sous l'action d'une solution d'Hydroxyde de Sodium (NaOH) et de Sulfure de Sodium (Na₂S), ce dernier est un réducteur, il protège la cellulose et évite son oxydation. La température de cuisson est comprise entre 170° et 175°C pour une durée de 2 à 4 heures. Lors de la cuisson, le sulfure de sodium est hydrolysé en soude, en NaHS et en H₂S. Les différents composés soufrés présents réagissent avec la lignine pour donner des Thio lignines plus facilement solubles. La soude joue aussi un rôle de délignification qui s'associe à celui du sulfure et de ses dérivés. La liqueur appliquée au matériau est appelée liqueur blanche. La liqueur extraite du réacteur contenant les composés éliminés de la paroi est appelée liqueur noire [20,34].

I.10.2.2. Procédé au bisulfite

Le procédé au bisulfite permet de séparer la lignine des fibres de cellulose en utilisant divers sels de l'acide sulfureux. Les sels utilisés dans le processus de réduction sont en fonction du pH: des sulfites (SO_3^{2-}) ou bisulfites (HSO_3^-). Il est basé sur la réaction sur la lignine de l'hydrogénosulfite de calcium, sodium, ammonium ou magnésium contenant de l'anhydride

sulfureux libre. L'anhydride sulfureux est préparé par combustion à partir du soufre dans un excès d'air. Le bisulfite est directement obtenu par réaction de l'anhydride sulfureux. Le pH est situé entre 1.5 et 5 (sulfites ou bisulfites), la durée est entre 4 et 14 heures et la température de 130° jusqu'à 160°C qui sont aussi en fonction de la base utilisée [20].

I.10.2.3. Procédé acide

Les composants non cellulosiques sont éliminés par l'action d'un acide de préférence fort tel que l'acide sulfurique qui transforme la lignine en acide lignosulfonique soluble, ou l'acide chlorhydrique qui, grâce à ses ions chlorates, forme des chlorolignines solubles dans l'hydroxyde de sodium[20]

I.10.2.4. Procédé Soude-Anthraquinone

Le procédé Soude-Anthraquinone ou Kraft-Anthraquinone utilise un catalyseur tel que les composés qu'ioniques dont fait partie l'anthraquinone. De ce fait, le temps de cuisson peut être réduit et le rendement en pâte augmenté. Les propriétés de ces pâtes sont comparables à celles des pâtes kraft. L'indice kappa est comparable à celui des pâtes kraft. L'effet de l'anthraquinone est plus marqué sur le procédé à la soude (procédé n'utilisant que la soude comme agent de délignification) [24].

I.10.2.5. Procédé à la soude

Ce procédé n'utilise que la soude NaOH pour dissoudre les substances non cellulosiques telles que la lignine, la pectine et l'hémicellulose, ainsi que les différents constituants formant la réserve et la paroi extérieure de la tige de plante. La température, la pression, la concentration et la durée du traitement sont à définir en fonction du lot, l'âge et le type de la plante de telle façon à ne pas dégrader les fibres cellulosiques. Il est conseillé de contrôler le pH de la solution et l'ajuster autour de 7. Des réducteurs peuvent être rajoutés pour empêcher l'oxydation de la cellulose[35] [20].

I.10.3. L'extraction biologique

I.10.3.1. Le rouissage à terre

Le rouissage à terre (au champ) est un procédé naturel destiné à favoriser l'extraction des fibres, il consiste à étaler les tiges dans un champ après sa récolte, afin de bénéficier de l'action combinée du soleil et de la pluie ce qui va favoriser le développement de microorganismes capables de dissocier les éléments non cellulosiques de la partie fibreuse de la plante par élimination des liaisons qui les relient ensemble. Cette opération peut durer 6 à 8 semaines en fonction de la météo [36]. Malgré l'efficacité de cette méthode, elle connaît plusieurs handicaps qui résident dans sa dépendance entière des conditions météorologiques, le moindre problème tel qu'un excès d'humidité ou un manque peut affecter directement la qualité des fibres obtenues.

En effet si les tiges sont trop rouies, elles doivent être brûlées obligatoirement car elles pourrissent difficilement et lentement, et favorisent ainsi l'écllosion de maladies pour la culture suivante. Si la récolte n'est pas assez rouie, elle n'est pas transformable, et donc invendable. Un autre paramètre difficile à contrôler et qui nécessite un bon dosage, c'est le vent qui peut être à la fois un ennemi et un allié lors du rouissage [37]. Quand il souffle trop fort, les tiges sont emportées vers l'extrémité du champ, mais il est nécessaire au séchage, c'est donc l'alternance des périodes de sec et d'humidité avec un vent léger qui favorise un bon rouissage. Une autre difficulté de ce procédé est sa durée très longue. Donc le rouissage à l'air est un procédé efficace si la météo est bonne mais qui reste très lent, par conséquent c'est un procédé aléatoire [20]. La rouille récoltée est dispersée dans les champs où des microorganismes indigènes, principalement des champignons filamenteux, se développent sur la plante et dégradent en partie les polysaccharides dans les parois cellulaires et les lamelles moyennes, libérant ainsi les fibres pour un traitement ultérieur. Toutefois, le rouissage à terre présente plusieurs inconvénients: seules quelques régions du monde ont un climat approprié, une qualité de fibre variable et inférieure est produite par rapport au rouissage à l'eau, des risques de dépassement de la surface se produisent et une terre inutilisable pendant de longues périodes. La poussière et les contaminants fongiques peuvent également causer des problèmes de santé [42]



Figure.I.14 . Rouissage du lin (Copyrights © Lin et Chanvre de Bretagne) [42]

I.10.3.2. Le rouissage à l'eau

Ce type de rouissage repose sur le même principe de développement de micro-organismes que le rouissage à l'air, la différence est que les tiges sont plongées dans l'eau pendant plusieurs jours. Les bottes de 5 à 7 Kg sont soumises à l'action de bactéries anaérobies. Dès que les fibres se détachent sur toute la longueur, la plante est sortie de l'eau pour être séchée. Cette technique donne des résultats moins aléatoires que la première mais elle présente un handicap majeur : la pollution de l'eau. Le rouissage à l'eau est effectué en général en cuve, dans de l'eau tempérée (37°C) jusqu'à ce que les fibres soient délignifiées et non adhérentes. Cette technique est en

régression au profit du rouissage à terre[29]. Voir (Figure.I.15) La quantité considérable de recherches investies dans l'amélioration du procédé montre clairement que le rouissage constitue une limite majeure à la production efficace de fibres de lin. Le rouissage à l'eau, qui dépendait de la fermentation des polysaccharides de la matrice par les bactéries anaérobies, était la principale méthode utilisée auparavant. La pollution résultant de ce processus de fermentation ainsi que les coûts élevés liés à la dessiccation et à l'assèchement de la nappe phréatique sont remplacés par la formation de rosée comme principale méthode d'isolement des fibres au cours des dernières décennies [42].



Figure.I.15. Rouissage à l'eau de tiges de jute.

I.10.3.3 Par action microbienne (enzymatique)

L'extraction microbiologique est une méthode d'extraction traditionnelle et très répandue. Elle est généralement effectuée à l'aide d'enzymes de la pectine sécrétées par la microflore [43]. Trois groupes d'agents microbiens sont capables de dégrader les composants non cellulosiques présents dans les tiges ou les feuilles des plantes : les bactéries, les protozoaires et les champignons. Dans la première catégorie de bactéries, il existe trois espèces, une qui possède une activité dépolymérisante et une autre glycosidasique capables d'hydrolyser la chaîne principale et de couper les chaînes latérales en utilisant les oligosaccharides et les oses libérés. La deuxième possède uniquement une activité dépolymérisante mais incapable d'utiliser les produits d'hydrolyse des hémicelluloses. Enfin la troisième, qui possède des activités glycosidasiques mais dépourvue d'activité dépolymérisante. Plusieurs espèces des protozoaires sont capables de dépolymériser les hémicelluloses, ainsi que pour les substances pectiques, mais elles n'ont qu'une capacité limitée à utiliser les produits d'hydrolyse comme source d'énergie. Concernant les champignons, ils sont capables de dépolymériser les hémicelluloses et d'utiliser les oligosaccharides et les oses libérés, et de solubiliser partiellement la lignine. Cependant, elles ne peuvent pas dépolymériser les pectines [29]

I.10.3.4 L'extraction combinée

Ce procédé d'extraction consiste à la combinaison de plusieurs procédés d'extraction des procédés cités auparavant, pour avoir des fibres de meilleures qualités. Les types d'extractions choisis dépendent de plusieurs facteurs, entre autre le type de plante et les qualités voulues [26].

I.11. Avantages et inconvénients des fibres végétales

Les avantages et les inconvénients des fibres végétales en tant que renfort de matériaux polymères sont présentés **Tableau.4.** [44].

<i>Avantage</i>	<i>Inconvénients</i>
<i>Faible coût</i>	Absorption d'eau
<i>Biodégradable (pour l'environnement)</i>	Biodégradabilité (pour le matériau)
<i>Resource renouvelable</i>	Fibres anisotropes
<i>Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité)</i>	Pour des applications industrielles, nécessite de gestion d'un stock
<i>Demande peu d'énergie pour la production</i>	Faibles stabilité dimensionnelle
<i>Non abrasif pour les outillages</i>	Faible tenue thermique (200 à 300°C max)
<i>Bon isolant thermique et acoustique</i>	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, des conditions
<i>Neutre pour l'émission de CO2</i>	Météorologiques
<i>Pas de résidus après incinération</i>	Renfort discontinu
<i>Pas d'irritation cutanée lors de la Manipulation des fibers</i>	

Le Tableau I.4 présente les avantages et les inconvénients des fibres végétales comme renfort dans les composites. [44]

I.11.1. application des composites à base des fibres végétale

L'utilisation des matériaux composites s'inscrit dans une démarche d'éco-conception. On note enfin le développement de granulés thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles végétales est utilisé dans différents domaines (cosmétique, automobile, horticulture, électroménager, mobilier urbain, outillage...) [45].

I.11.1.1 En automobile

L'utilisation des fibres naturelles dans les matériaux composites est de plus en plus courante, notamment, chez l'équipementier automobile Faure Cia, le projet de recherche Nafi (Natural fiber for injection), lancé en 2008, a permis de mettre au point des pièces en composites de lin ou

en chanvre avec un gain de masse de 25%. Aussi que Alstom Transport équipera en 2014 ses nouvelles rames TGV de panneaux et de cloisons en lin composite et en 2016 le « nez » des locomotives sera fabriqué à partir du même matériau, avec d'autres éléments extérieurs [15].

I.11.1.2. En construction

Les fibres végétales sont utilisées comme renfort de matériaux, notamment d'isolation, de produits en ciment.

I.11.1.3. Autres applications

Les palettes, le mobilier (table de camping Lafuma ou chaise IKEA), et FUTURAMAT, une société Française, produit des pièces techniques en résine thermoplastique renforcée de fibres de bois (ainsi que des matériaux biodégradables à base de farines céréalières). La recherche porte sur la caractérisation des fibres, la capacité à les utiliser à des conditions économiques comme renforts de composites structuraux tels que des hublots d'avion, et les moyens permettant d'améliorer l'interaction entre les fibres et la matrice dans laquelle elles sont noyées [46].



Figure I.16. Application des composites à base des fibres végétales [47]

I.12. conclusion

Le présent chapitre met l'accent sur la ressource lignocellulosique employée comme charge ou renfort dans un matériau composite à base de matrice polymère. Cette ressource végétale constitue une ressource renouvelable, naturellement biodégradable, et dispose de nombreuses qualités techniques élevées. La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale. Dans le cas de la tige de Genêt, au sein de sa paroi, quatre composés majoritaires se distinguent: la cellulose, les hémicelluloses, les pectines et la lignine. L'incorporation de fibres végétales à base de cellulose (Coton, lin, Chanvre, Jute, Ramie, Sisal, Kenaf, Coco, Abaca, bois...) dans des matériaux thermoplastiques ou thermodurcissables en remplacement des fibres de verre est un concept déjà industrialisé et commercialisé. On trouve ces composites dans des objets aussi variés que des pièces d'habillement

intérieures d'automobiles, des coques de bateau, des meubles, des pièces de capotage, des bardages, etc. Cependant, les propriétés mécaniques des matériaux composites à charges végétales sont très sensibles à différents paramètres notamment: la nature et la quantité des constituants, leur morphologie, le taux de fibres, ainsi que leur orientation et leur état de dispersion dans la matrice, en plus de l'humidité et de la température [40].

Chapitre II

interface et modification des fibres végétales

II.1. INTRODUCTION

L'interface fibre-matrice est la zone de diffusion ou de réaction, dans laquelle les phases fibre et matrice sont combinées chimiquement et/ou mécaniquement. L'adhérence inter faciale entre la fibre et la matrice joue un rôle prépondérant dans la caractérisation des propriétés mécaniques des composites. S'il y a une mauvaise adhérence à la limite de la phase, la dispersion de la force est relativement faible, ce qui entraîne de mauvaises propriétés mécaniques du composite [15]. Pour le renforcement des fibres naturelles dans les matériaux composites, plusieurs problèmes surviennent le long de l'interface en raison de la présence de groupes hydroxyles hydrophiles à la surface des fibres. Cette nature hydrophile entrave la réaction efficace avec la matrice. En outre, la pectine et la cire couvrent les groupes fonctionnels réactifs de la fibre et agissent comme une barrière à l'imbrication avec la matrice. Pour optimiser la liaison inter faciale efficace entre la fibre et la matrice, la surface de la fibre doit être modifiée avec différents traitements chimiques, additifs réactifs et agents de couplage. Les traitements chimiques exposent des groupes plus réactifs à la surface de la fibre et facilitent ainsi un couplage efficace avec la matrice. Par conséquent, on peut obtenir de meilleures propriétés mécaniques et thermiques des composites [16].

II.2. Techniques de modification des fibres naturelles

Afin d'assurer une bonne compatibilité des fibres végétales avec la matrice cimentaire, Il existe de nombreuses techniques. Ces dernières permettant la mise en place de liaisons chimiques au niveau de l'interface. Ces diverses techniques peuvent être divisées en deux catégories : les méthodes de modification physiques et les méthodes chimiques. Le but de ces modifications est l'amélioration de l'adhésion par la création de liaisons qui n'existaient pas au paravent. La surface est donc au cœur de l'action et subit des modifications [MIC 03]. Les méthodes physiques induisent un changement des propriétés structurelles et surfaciques de la fibre cellulosique. Parmi ces méthodes on cite le calandrage, l'étirement, les traitements thermiques. Ces techniques ne causent pas de modifications chimiques. Dans cette partie, nous allons discuter quelques procédés de modification des fibres naturelles très répandus présentés dans la littérature.

II.2.1. Traitement physique

Les méthodes physiques induisent un changement des propriétés structurelles et surfaciques de la fibre cellulosique. Parmi ces méthodes on cite le calandrage, l'étirement, les traitements

thermiques. Ces techniques ne causent pas de modifications chimiques. Dans ce qui suit on cite quelques techniques très répandus pour le traitement physique des fibres végétales

II.2.1.1. Traitement Plasma

Le traitement plasma à faible énergie fait partie des traitements de surface applicables aux fibres. A haute énergie, le procédé plasma peut atteindre le cœur de la fibre mais il la détériore [3]. Le plasma peut être appliqué sous atmosphère d'oxygène, connu sous le nom de plasma oxygène. Ce dernier change la composition de la surface des fibres naturelles en l'enrichissant en fonctions $-C=O$, $-COOH$ et $-CO_2$ [4]. Il est utilisé pour le nettoyage et l'activation plasma des surfaces à des temps très courts. Ainsi, la surface devient plus accessible aux molécules de modification. A des temps plus prolongés, ce procédé cause des fissures à la surface des fibres. Ražić et al. [5] ont étudié l'efficacité du procédé plasma à basse pression pour améliorer le processus de déposition de polymères à la surface des tissus de coton activée chimiquement. Les tissus de coton ont été soumis à des prétraitements au plasma oxygène pendant 5 minutes. Ensuite, le procédé de polymérisation au plasma a été réalisé en utilisant des vapeurs d'acide acrylique comme précurseur (monomère). Les vapeurs de monomère d'acide acrylique pur ont été introduites dans la chambre à vide à une pression de 0,3 mbar. Les observations MEB ont montré que la surface des fibres prétraitées est plus propre et lisse par rapport aux fibres de coton non traitées. La surface devient donc plus accessible pour lier divers agents chimiques. La surface des fibres de coton traitées avec l'acide acrylique est devenue plus hydrophobe. Sever et al. [3] ont traité la surface des tissus de jute au plasma oxygène en utilisant des systèmes plasmas froids basse fréquence et radiofréquence, à différentes puissances de décharge (30, 60 et 90 W), pendant 15 min, pour améliorer les propriétés mécaniques des composites jute/HDPE (polyéthylène haute densité). Les observations MEB ont indiqué que l'adhérence inter faciale entre les fibres de jute non traitées et la matrice de HDPE est très faible. Cette dernière a été améliorée par le traitement au plasma oxygène des fibres de jute. Les essais mécaniques (traction, flexion 3 points, cisaillement) montrent une amélioration des propriétés mécaniques des composites par rapport au jute non-traité. L'augmentation de la puissance de décharge améliore l'adhésion fibres-matrice et donc les propriétés mécaniques. Une puissance de 60 W en plasma basse fréquence et de 90 W en plasma radiofréquence ont provoqué les améliorations maximales des propriétés mécaniques. La résistance au cisaillement inter laminaire, la résistance à la flexion et la résistance à la traction des composites ont augmenté de 148 %, 75 % et 63 % respectivement pour une puissance de 90 W en plasma radiofréquence. Ce dernier s'est révélé plus efficace pour toutes les puissances.

II.2.1.2. Traitement Corona

Cette technique est également un traitement de surface. La décharge corona produit de nombreux sites actifs sur les longues chaînes polymériques qui pourraient réagir avec l'oxygène pour créer des défauts de surface. Autrement dit, une augmentation de la rugosité de la surface du matériau peut être provoquée par la formation de micro-trous et de cavités [6]. Ce traitement peut augmenter l'adhésion des fibres naturelles avec la matrice. Gassan et Gutowski [7] ont utilisé la décharge corona pour améliorer les propriétés mécaniques des composites fibre de jute/époxy (30/70). Le traitement corona de la fibre de jute a augmenté sa teneur en groupes carboxyles et hydroxyles de surface et donc sa polarité. L'oxydation de la surface de la fibre diminue la ténacité du fil et la résistance à la rupture de la fibre ce qui empêche d'atteindre des valeurs de résistance à la flexion du composite plus élevées. Par contre, le module d'élasticité à 60 °C du composite augmente avec l'augmentation de l'énergie corona et il atteint une valeur 15% plus élevée pour une énergie de 155 mJ/mm². Ragoubi et al. [6] ont étudié l'impact d'une décharge corona sur les propriétés mécaniques des composites de fibres de chanvre/polypropylène. Les fibres de chanvre et le polypropylène (PP) ont subi un traitement corona avant la préparation des composites. Lorsque les fibres ont été traitées, la résistance à la rupture en essais de traction des composites (20/80) a significativement augmenté (32 %) alors que la déformation à la rupture ne change pas. Inversement, lorsque le PP a été traité, la résistance à la rupture reste inchangée alors que la déformation à la rupture a augmenté de 30%. Le traitement du PP n'a pas affecté significativement les propriétés mécaniques. En fait, le traitement par décharge corona est un traitement de surface et donc l'oxydation ne se produit pas au cœur du PP. Par conséquent, la proportion d'espèces oxydées est trop faible pour permettre des interactions suffisantes entre les fibres et la matrice et améliorer les propriétés mécaniques du composite. Par contre, le traitement des fibres de chanvre par décharge corona attaque la surface des fibres (ce qui a été confirmé par les observations MEB) et augmente alors la surface de contact entre la matrice et le polymère et donc améliore les propriétés mécaniques. Le module d'Young dans ce cas a augmenté de 13% par rapport au composite sans modification des composants. Le traitement des fibres par décharge corona améliore également la résistance à la compression des composites. Une augmentation de 2 à 6 % du module d'Young a été observée dans ce cas.

II.2.1.3. Traitement UV

Gassan et Gutowski [7] ont également utilisé un traitement par rayonnements ultraviolets (UV) comme traitement physique de surface pour améliorer les propriétés mécaniques des composites fibre de jute/époxy (30/70). Les fibres de jute ont été irradiées par des rayons UV de longueur

d'onde 254 nm. Le traitement UV des fibres de jute a augmenté la polarité de leur surface en augmentant la teneur en groupes carboxyles de surface. Ceci est dû à l'oxydation de la surface des fibres de jute sous rayons UV et en présence d'oxygène. Ainsi, la mouillabilité des fibres et la résistance à la flexion du composite ont été améliorées. Après un traitement de 10 minutes à une distance de 150 mm de la lampe UV, la résistance à la flexion du composite a augmenté de 30 %. Ferrero et al. [8] ont utilisé cette technique comme traitement chimique du coton. Les auteurs ont greffé du chitosane sur les tissus de coton pour des applications antibactériennes. Le chitosane a été dissous dans une solution aqueuse d'acide acétique avec une concentration de 2 %m, sous agitation magnétique à température ambiante pendant 24 h. Ensuite, le photo-amorceur radicalaire a été ajouté à une concentration 2% de la masse du chitosane. Le tissu a été imprégné pendant 12 h, séché pendant 10 min à 80 - 100 °C et enfin réticulé sous rayonnements UV. Les tissus imprégnés ont été exposés sur les deux cotés aux rayonnements UV en utilisant une lampe à mercure pendant 30 à 60 s. Une activité antimicrobienne élevée a été conférée aux échantillons de coton par l'addition du chitosane. La réduction du nombre de microorganismes est comprise entre 96,6 et 100%. De plus, le traitement montre une bonne résistance au lavage, et maintient l'activité antibactérienne même après 30 cycles de lavage. Torres-Giner et al. [9] ont étudié l'effet du rayonnement UV sur l'adhérence inter faciale des composites farine de bois / plastisol de vinyle. Le plastisol de vinyle est le polychlorure de vinyle plastifié par de l'huile de lin époxyde. Pour cela, la farine de bois a été exposée sous une lampe à mercure à des rayons UV de longueur d'onde 350 nm à différentes durées. Ensuite, ces fibres ont été incorporées dans la matrice plastisol de vinyle à différents taux entre 10 et 30 %m. Les résultats ont montré que le rayonnement UV a favorisé l'adhérence des fibres à la matrice. Les auteurs ont suggéré que l'oxydation UV pourrait favoriser la génération de groupes hydroxyles (-OH) à la surface de la cellulose de la farine de bois, ce qui pourrait créer des sites actifs capables de former de fortes interactions covalentes avec les groupements époxy réactifs de l'huile de lin utilisée. Les essais mécaniques ont indiqué que la résistance à la traction a augmenté de 42 % et la déformation à la rupture a augmenté 3,5 fois pour les composites contenant 30 %m la farine de bois préalablement exposée aux UV pendant 4 min par rapport au composite de composants bruts.

II.2.2. Traitement Chimique

Le rôle du traitement chimique des fibres végétales est l'élimination de certains composés comme l'hémicelluloses, la lignine, la pectine et d'autre impuretés de la surface des fibres afin de réduire leur caractère hydrophile et d'améliorer l'adhésion inter faciale fibre/ matrice. Plusieurs techniques de traitement chimique des fibres naturelles sont rapportées dans la littérature telles

que : la technique à la soude, du silane (alcoxyde de silicium fonctionnalisé), de l'acide acétique [10].

II.2.2.1. Traitement à la soude

Le traitement à la soude ou mercerisage est l'un des traitements chimiques les plus utilisés avec les fibres naturelles [11] lorsqu'elles sont utilisées pour renforcer les thermoplastiques et thermodurcissables [12]. Ce traitement consiste à immerger la fibre dans une solution alcaline telle qu'une solution d'hydroxyde de potassium (KOH), d'hydroxyde de lithium (LiOH) ou encore de soude (NaOH). Ce traitement enlève également une partie des hémicelluloses, de la lignine, de la pectine, de la cire et des huiles. Par conséquent, la surface de la fibre devient propre et plus uniforme. Il réduit également le diamètre de la fibre et augmente ainsi le rapport longueur/diamètre de la fibre. Ceci augmente la surface efficace des fibres pour une bonne adhérence avec la matrice. Les comportements mécaniques et thermiques des composites sont significativement améliorés par ce traitement. Si la solution est trop concentrée, elle cause une délignification excessive de la fibre ce qui entraîne une détérioration des fibres [13]. (figure



Figure II.1: Schématisation du mercerisage de la fibre naturelle [14].

Doanet al. [15] ont étudié la modification de surface des fibres de jute avec une solution NaOH. Ils ont montré que le traitement à la soude (NaOH 1%, 4 heures) améliore la résistance mécanique de la fibre (*figure II.2*). A cause du traitement alcalin, l'hémicellulose et la lignine sont supprimées, la région inter fibrillaire est moins dense et moins rigide, ce qui permet aux fibrilles de se réorganiser dans le sens de la traction. Lorsque les fibres sont étirées, de tels arrangements entre les fibrilles se traduiraient par un meilleur partage de la charge.

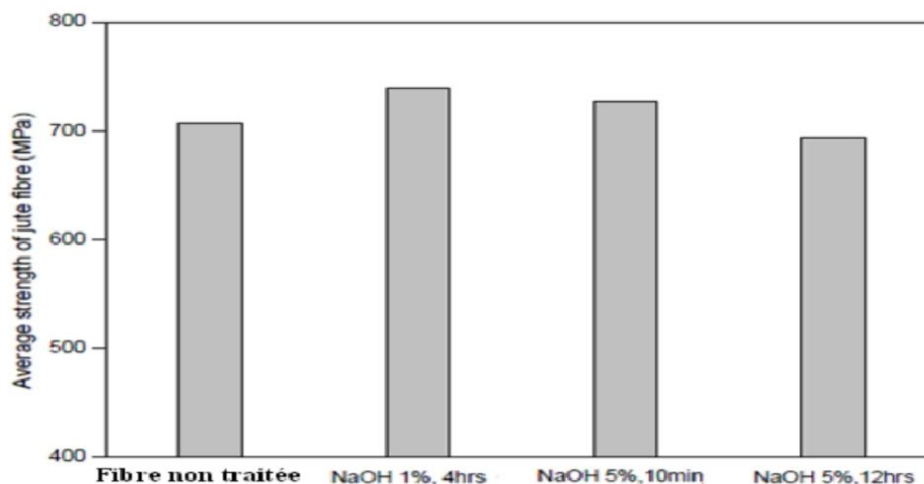


Figure II.2 : Essai de traction sur des fibres de jute traitées avec différentes solutions de soude [15].

II.2.2.2 Traitement par acide stéarique

Le traitement par acide stéarique est une autre technique de traitement des fibres végétales. L'acide stéarique de formule $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$ est utilisé pour modifier la surface des fibres. Le groupement carboxyle $-\text{COOH}$ de l'acide stéarique réagit avec les groupements hydroxyles hydrophiles de la fibre et réduit sa sensibilité à l'humidité. Ce traitement peut conférer aux fibres un caractère extrêmement hydrophobe. Cependant, il élimine certains constituants de la structure de la fibre (pectine, cire, etc.). Par conséquent, les faisceaux de fibres se décomposent et des phénomènes de défibrillation se produisent. Pour des applications composites, ce traitement favorise une meilleure liaison à l'interface fibres matrice et fournit des meilleures propriétés des composites. En 2004, Kalaprasad et al. [16] ont traité les fibres de sisal avec de l'acide stéarique à différentes concentrations dans l'éthanol. Les résultats indiquent que la surface de la fibre devient de plus en plus hydrophobe avec l'augmentation de la concentration de l'acide stéarique. Ce caractère hydrophobe conféré à la fibre de sisal la rend plus compatible avec le polyéthylène qui est également hydrophobe. Les auteurs ont rapporté également que la résistance à la traction et le module d'Young de ces composites à fibres de sisal ont été améliorés avec ce traitement. De plus, selon les auteurs, l'augmentation de la résistance à la traction est due au plus haut degré de dispersion des fibres de sisal traitées à l'acide stéarique: Variation de WVR des fibres de sisal traitées avec de l'acide stéarique à différentes concentrations [16]

II.2.2.3 Traitement au silane

La modification des fibres végétales par les silanes est une technique qui a été largement étudiée [17,18]. Les silanes sont des composés chimiques de formule $\text{SiH}_2\text{n}+2$, comme les alcoxydes de silicium. Ils sont de nature hydrophile avec différents groupements associés au silicium tels qu'une extrémité va interagir avec la fibre hydrophile et l'autre avec la matrice, jouant ainsi le rôle d'agent de pontage entre les phases du composite. L'absorption de silane dépend de plusieurs facteurs, comme la température et le pH, le temps d'hydrolyse et la fonctionnalité. Agrawal et al., (2000) [19] ont étudié l'effet de la modification chimique des fibres de palmier par le silane. Ils ont démontré que ce type de traitement augmente la compatibilité entre les fibres et la résine, tout en générant une amélioration de la résistance à la traction et de la stabilité thermique des composites

II.2.2.4 Traitement aux anhydrides

Parmi les agents de couplage organiques, les anhydrides comme l'anhydride maléique, l'anhydride acétique, l'anhydride succinique et l'anhydride phtalique sont les agents de couplage les plus utilisés pour les composites renforcés fibres de bois. L'anhydride acétique, l'anhydride succinique et l'anhydride phtalique ont deux groupements fonctionnels (ex : les groupes carboxylate- COO^-), qui peuvent être liés aux fibres de bois par estérification et liaison hydrogène [20]. L'anhydride maléique est un composé carbonyle insaturé contenant une double liaison carbone-carbone ($-\text{C} = \text{C}-$) et deux groupements carboxylates ($-\text{COO}-$). Cette structure augmente considérablement la réactivité de la liaison carbone-carbone avec la matrice hydrophobe, résultant en une réaction ou une forte adhésion à l'interface [20] (Figure II.3).

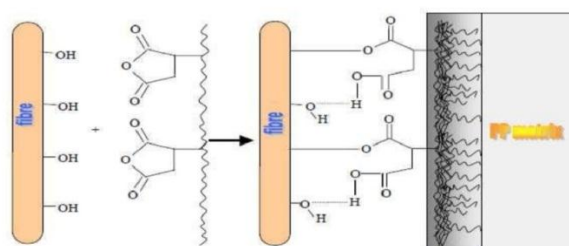


Figure II.3 : Modification chimique de la cellulose pour comptabilisation avec la matrice PP [21].

II.2.2.5 Traitement au permanganate

Le principe du traitement au permanganate (KMnO_4) consiste en la création de sites radicalaires dans la cellulose des fibres naturelles, ce qui va permettre d'accroître sa réactivité avec les matrices polymères [22]. D'une manière générale ce type de traitement est réalisé en utilisant le permanganate de potassium (KMnO_4) en solution (dans l'acétone) à différentes concentrations avec une durée de trempage de 1 à 3 minutes, après un prétraitement alcalin. Ainsi, le caractère hydrophile des fibres naturelles s'amenuise et par conséquent, l'absorption d'eau du composite renforcé par ces fibres se réduit. La tendance hydrophile de la fibre diminue avec l'augmentation de la concentration du (KMnO_4). Néanmoins, aux concentrations supérieures à 1%, on induit la dégradation de la fibre naturelle [22].

II.2.2.6 Greffage enzymatique

Fillat et al. [23] ont greffé des phénols naturels sur le lin en utilisant la laccase comme enzyme. Les phénols naturels utilisés sont l'acétosyringone (AS), le syringaldéhyde (SA) et l'acide p-coumarique (PCA). Le greffage enzymatique s'est effectué dans un récipient contenant la pulpe de lin avec une solution tampon de tartrate de sodium (pH 4), l'enzyme laccase et les phénols naturels. Les échantillons ont été incubés avec agitation à 50 °C pendant 4 h. Les composés phénoliques sont connus pour présenter une activité antimicrobienne contre divers micro-organismes. La laccase conduit à la réticulation de ces composés. Ainsi, les pâtes greffées présentent une activité antimicrobienne élevée vis-à-vis de trois bactéries analysées. Kudanga et al. [24] ont fonctionnalisé la lignine par greffage enzymatique. Le mélange réactionnel contient la molécule fonctionnelle (amines phénoliques, fluorophénols ou agents de préservation du bois), la lignine, et l'enzyme laccase dans une solution tampon d'acétate d'ammonium pH 4,5. Les réactions ont été effectuées à 37 °C. Les résultats ont montré que le greffage des différentes molécules fonctionnelles sur la lignine a bien eu lieu. Le couplage d'amines phénoliques à la lignine fournit des groupes d'ancrage sur lesquels d'autres molécules d'intérêt peuvent être greffées. Les fluorophénols qui augmentent l'hydrophobie et les conservateurs (2-phénylphénol triphénylphosphate et mélamine) se lient de manière covalente à la matière lignocellulosique de sorte qu'ils ne sont pas facilement libérés dans l'environnement. Schroeder et al. [25] ont déposé un revêtement de surface du lin à base de polyphénols. Les fibres et les tissus de lin ont été incubés dans une solution tampon citrate (pH 5,0) à 50 °C à différentes concentrations en enzymes et polyphénols et différents temps d'incubation. Après incubation, la réaction enzymatique a été stoppée en ajoutant le fluorure de sodium et les fibres ont été rincées et séchées. La plupart des phénols ou polyphénols testés présentent une activité antimicrobienne.

Seuls le gäiacol et la vanilline ont présenté des activités antibactériennes faibles. Dans tous les cas, les propriétés antibactériennes les plus élevées ont été observées pour les tissus plutôt que pour les fibres.

II.3. Interface fibre/matrice

La liaison entre fibre et matrice dépend généralement de l'arrangement atomique et moléculaire ainsi que des compositions chimiques de la fibre et de la matrice. Cependant, les propriétés morphologiques et la capacité de diffusion de chaque matériau sont aussi à prendre en compte dans la compréhension des phénomènes inter faciaux. Plusieurs facteurs peuvent donc influencer l'interface et le transfert de charge entre fibre et matrice. Généralement, il s'agit de la contribution de plusieurs facteurs. Afin d'améliorer l'adhésion fibre/matrice, la fibre est traitée chimiquement ou physiquement. Dans le cas des fibres de verre ou de carbone, la fibre est revêtue d'une substance chimique dite ensimage qui dépend du type de la fibre et de la matrice. Cependant, ces ensimages sont optimisés pour les thermodurcissables et peu pour les thermoplastiques. Les phénomènes mis en jeu au niveau de l'interface peuvent être décrit par différents mécanismes.

II.3.1. Théories de l'adhésion

Les mécanismes par lesquels deux matériaux solides sont maintenus ensemble par un contact inter facial intime ont été étudiés depuis de nombreuses années. Différentes théories ont été proposées afin d'expliquer la nature des forces et/ou interactions mises en jeu lors du processus d'adhésion, mais aucune de ces théories n'est capable à l'heure actuelle, d'expliquer de façon satisfaisante tous les cas rencontrés. On trouve dans la littérature [1,2] des synthèses de diverses théories qui montrent la complexité des phénomènes mis en jeu. D'après ces travaux, on peut citer les différentes théories -mécanique

-thermodynamique ou mouillage

-électrostatique

-chimique

-de la diffusion

-rhéologique

Toutefois, dans le cadre de notre travail, qui consiste à rendre compatibles fibres naturelles/matrice thermoplastique, nous présentons une description des théories les plus adaptées à nos systèmes [1]

II.3.2 Type de liaison des interfaces des fibres / matrice

II.3.2.1. Enchevêtrement moléculaire et inter diffusion

Une inter diffusion peu avoir lieu entre des atomes ou des molécules au niveau de l'interface. Les chaînes de polymère de chaque composant s'enchevêtrent et se mêlent ensemble formant une zone intermédiaire de nature particulière. Les liaisons entre les chaînes, la longueur des chaînes, ainsi que le nombre de liaisons mis en jeu au niveau de l'interface déterminent la force d'adhésion fibre/matrice (**Figure II.4**) (Park et al., 2006).

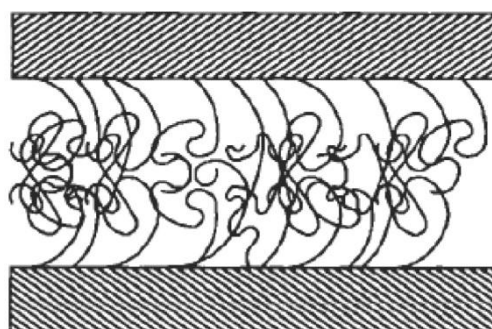


Figure II.4. Enchevêtrement moléculaire (Kim et Mal, 1998)

II.3.2.2 théorie Réaction chimique

Cette liaison a lieu lorsque des groupes chimiques d'une surface A réagissent avec des groupes compatibles d'une surface adjacente B (**Figure II.5**). La force de la liaison dépend étroitement du type de la liaison ainsi que du nombre de liaisons par unité de surface. Par exemple, le traitement d'oxydation des fibres de carbone est largement connu et favorise une meilleure interface avec différent types de polymères (Chen et al., 2003a). Le cas le plus classique est la liaison fibre de verre/TD. Les fibres de verre sont revêtues de silanols qui réagissent dans un premier temps avec la surface de la fibre et puis avec le polymère thermodurcissable au moment de l'imprégnation. (Bourban et al., 2004).

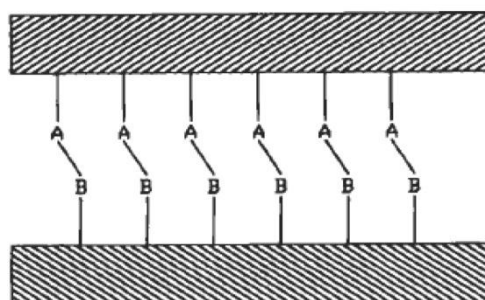


Figure II.5. Réaction chimique entre les groupes A sur une surface et les groupes B sur l'autre surface (Kim et Mal, 1998)

II.3.2.3 . *théorie des Attraction électrostatique :*

Ce type de liaison peut se produire lorsqu'il y a une différence de charge électrostatique entre les constituants au niveau de l'interface (Figure II.6). La force de liaison dépend dans ce cas de la densité surfacique de charge. Cette force est généralement faible et participe peu à la liaison finale fibre/matrice.

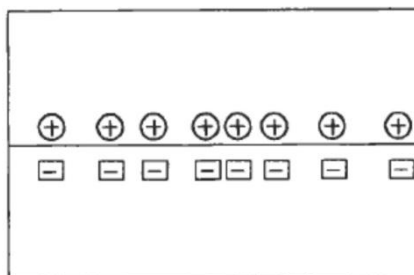


Figure II.6. Attraction électrostatique (Kim et Mal, 1998)

II.3.2.4. *Théorie Emboîtement mécanique*

Un verrouillage mécanique intervient lorsque les surfaces sont intimement en contact en épousant les géométries adjacentes. L'existence ou la formation d'ondulations ou d'aspérités au niveau de la surface peut permettre une meilleure adhésion fibre/matrice. Les différentes modifications de la morphologie de surface donnent lieu { des sites d'ancrage (Figure II.7). Les fibres naturelles ont généralement des surfaces rugueuses et des liaisons mécaniques peuvent avoir lieu. La résistance au cisaillement longitudinal peut être importante selon le degré de rugosité.

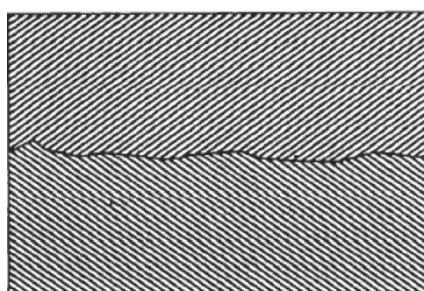


Figure II.7. Emboîtement mécanique (Kim et Mal, 1998)

II.4. Comportement de l'interface fibre-matrice dans les composites

II.4.1. Généralité

Les caractéristiques de l'interface sont fonction de plusieurs paramètres : les propriétés physicochimiques des constituants (*fibres et matrice*), la microstructure de l'interface (*interphase et rugosité*), les contraintes thermiques résiduelles, la méthode d'élaboration du

composite, etc. Il est donc évident que la qualité des liaisons inter faciales (*faibles ou fortes*) et la résistance au frottement sont des paramètres déterminant le comportement du composite. D'autres facteur aussi important que le choix des constituants sont liés directement à la performance du composite (Figure 08) Le procédé de fabrication de ce composite et les propriétés de l'interface entre les fibres et la matrice.

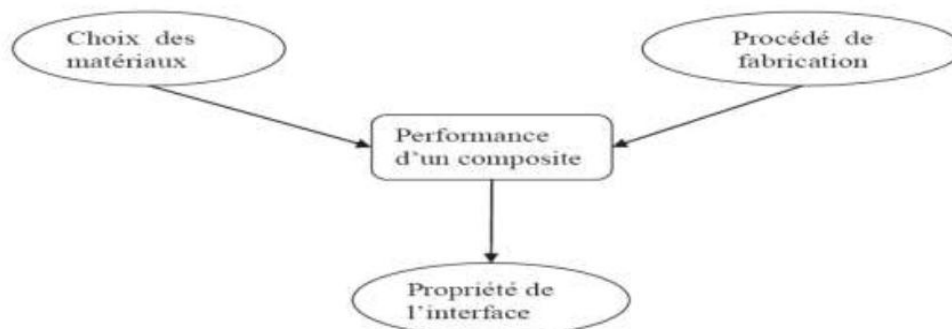


Figure.II.8.Paramètres qui conditionnent les performances d'un composite.

En effet, il est reconnu que le comportement mécanique des matériaux composites dépend fortement de la liaison fibre/matrice qui s'établit entre les constituants lors de l'élaboration du composite Cette liaison est constituée d'une ou plusieurs interphases et interfaces. [27]

Rappelons tout d'abord la distinction entre les termes interphase et interface :

a- interphases : Est une zone concentrique à la fibre, d'épaisseur fine (en général quelque 10 ou 100 nm) et de nature chimique définie (formée par un ou plusieurs constituants élémentaires du composites lors de son élaboration). Elle peut être également une fine couche introduite volontairement dans le but de protéger la fibre ou de contrôler la liaison inter faciale, ou bien encore de contribuer à améliorer la compatibilité chimique fibre/matrice [27]

b- interface : Est un terme utilisé dans le domaine des matériaux composites, pour décrire la surface ou la zone qui sépare la fibre et la matrice (discontinuité macroscopique) [27].

II.4.2. Rôle des interfaces

Plusieurs rôles essentiels sont attribués aux interfaces pour un bon comportement du composite :

- Assurer la continuité physique d'un constituant à l'autre à travers tous le matériau, en empêchant, par exemple, la formation de porosités ;
- Transmettre les efforts : en effet, la matrice répartit et transmet les efforts aux fibres par l'intermédiaire des interfaces ;

- Protéger l'une des deux phases : les fissures peuvent ainsi être déviées, l'humidité arrêtée par l'ensimage (fibre de verre) ou la réaction chimique de la matrice sur le renfort ralentie (matrice métallique) [26]

II.5. Conclusion

L'interface entre la fibre et la matrice est une zone très importante puisqu'elle permet de transmettre les efforts lors d'une sollicitation mécanique. Nous avons donc regardé les différentes théories liées à l'adhésion et avons conclu que même si cette interface est une zone complexe, les phénomènes mis en jeu à l'interface peuvent s'expliquer par la complémentarité de ces théories [28]

Chapitre III

Etude expérimentale

III.1. Introduction

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

III.2 Matériaux utilisés

III.2.1. Les fibres de l'eucalyptus

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

III.2.2 Produits chimiques utilisés

Méthanol :

Produit chimique fourni par Biochem - Chemopharma

Formule chimique : CH₃OH

Masse molaire : M = 32 .04 g/mol

Densité (à 20°C) : 0.8051 g/cm³

-L'hydroxyde de sodium (NAOH) :

Produit chimique fourni par Biochem-Chemopharma

Formule chimique : NaOH

Masse molaire : **M = 20.g/mol**

Pureté 99%

L'anhydride acétique :

Produit chimique fourni par Biochem-Chemopharma

Formule chimique :C₄H₆O₃

Masse molaire : M = **20 g/mol**

Densité (à 20°C) : 1.316 à 1. 051

Permanganate de potassium

Masse molaire : M = 15 g/mol

Formule : KMnO₄

Nom IUPAC : Potassium manganate(VII)

Densité : 1.64g/cm³

Etat et couleur : cristaux violet foncé

Point de :de fusion 240°C

III.3. Description botanique de la plante d'eucalyptus :

Le matériau de base utilisé dans notre recherche est le « *l'Eucalyptus* », connu sous le nom scientifique (*Eucalyptus globulus*, *Eucalyptus radiata*), appelé en Italie (l'Eucalipto) et en Espagne (**el eucalipto**), il appartient à la Classification botanique famille des myrtacées (*Myrtaceae*) (Fig. III.1). L'*Eucalyptus globulus* est un arbre qui peut atteindre une taille du 25 à 30 m de hauteur quelquefois plus. C'est un arbre indigène en Tasmanie et au Sud-est du continent Australien.

Introduit en Algérie en 1854 cet arbre ne dépasse guère 30 m. Il se signale par sa croissance rapide [1] (Beloued, 2009). Tronc : droit, à écorce s'exfoliant en grandes bandes verticales laissant apparaitre une écorce lisses, bleutées, d'où le nom de gommier (bleu) Rameaux : quadrangulaires et glauques (juvéniles) puis cylindriques (adultes). Feuilles : opposées, larges, longues, de 6 à 15 cm, arrondies, glauques (juvéniles) puis alternes, étroites, longues de 15 à 35 cm, vert sombre, brillantes, en forme de faux (adultes). Apparaissent lorsque la plante a de 1,80 à 2,50 m de hauteur. Boutons floraux : en forme de toupie, blanc crème. C Floraison : juin à novembre. Fleurs : blanches, régulières le plus souvent solitaires [2] (Annie et Perrier, 2014). Les filets des étamines sont allongés, les anthères subovales. Fruits grands sont souvent hémisphériques ou déprimés, turbinés. Ils ont 4, 5 à 3 Loges [3] (Marcel, 1873)





Figure III .1. Arbre de l'Eucalyptus avec ces feuilles et fleurs

III.4. Procédure expérimentale

La plante de l'Eucalyptus présente un grand intérêt aussi bien par son abondance sur le territoire algérien que par la quantité fournie. En Algérie, cette structure naturelle n'est exploitée que pour garnir les ruelles et aussi comme traitement médical [82]. Par contre, les fibres issues de cette plante ne sont pas encore exploitées. De nos jours, plusieurs chercheurs dans le monde ont essayé d'extraire les fibres de l'Eucalyptus de diverses variétés et d'exploiter ces fibres dans le domaine du papier et des matériaux composites.

Dans cette partie, nous allons décrire :

La première étape qui est la récolte des tiges de la plante de l'eucalyptus puis le protocole expérimental de la méthodes d'extraction utilisée pour extraire les fibres de cette plante et la démarche suivie.

La deuxième étape c'est le traitement des fibres de l'Eucalyptus et leurs caractérisations

III.4.1. L'extraction biologique des fibres

En se basant sur l'étude bibliographique présentée dans le premier chapitre, nous avons essayé de choisir dans notre étude la méthode d'extraction biologique par rouissage à l'eau fraîche.

Ainsi, plusieurs essais préliminaires pour l'extraction des fibres de l'eucalyptus ont été effectués. En effet, on a commencé par la récolte des tiges de notre plante citée en haut au cours du mois d'Avril, puis l'enlèvement de leurs feuilles qui sont inutiles dans notre travail et la fin l'immersion de ces tiges dans un bac qui contient de l'eau fraîche. La matière a pour origine la région de M'sila. C'est un procédé d'extraction biologique par rouissage à l'eau, ce qui a pris 45 jours pour faciliter l'extraction des fibres. La couche externe est pelée jusqu'à ce qu'elle soit fragile, puis on sépare les fibres qui seront caractérisées par la suite (Figure III .2.).



Figure III .2. a) Procédé biologie pour l'extraction des fibres de l'eucalyptus



Figure III .2. b) L'obtention des fibres après le procédé d'extraction

III.4.2. Séchage thermique

Les fibres de l'Eucalyptus sont ensuite placées dans une étuve pour les sécher pendant 6 heures à une température de **70°C** et cela pour améliorer leur propriété mécanique (Figure III .3.)



Figure III .2. Traitement thermique : l'étuvage

III.4.3. La préparation de la solution NaOH et permanganate de potassium à (3%) :

Pour faire un traitement alcalin avec une solution de NaOH de 3% de concentration, nous avons dissolue de l'hydroxyde de sodium dans de l'eau distillée à l'aide d'un agitateur (Figure III.3.).



Figure III .3. Préparation de la solution NaOH avec une concentration de 3%

III.4.4. Préparation de la solution du permanganate de potassium :

On mesure une quantité de permanganate de potassium estimée à 90,042 grammes puis on la dissout dans de l'eau distillée à l'aide d'un agitateur pour obtenir la solution du permanganate de potassium à 3% (Figure III .4).

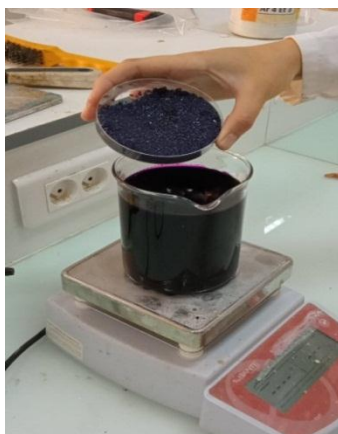


Figure III .4. Préparation de la solution KMnO_4 à 3%

III.4.5. Préparation de la solution de l'anhydride acétique :

On mélange une quantité d'anhydride acétique liquide de 100 ml, puis on ajoute 0.2 ul de l'acide sulfurique.

III.5. Traitements chimiques des fibres de l'Eucalyptus

Le but principal des traitements de surfaces des fibres de cellulose est de leur conférer des fonctions pour les rendre hydrophobes. Donc automatiquement vont entrainer une compatibilité avec la matrice polymère, qui améliore la qualité des composites.

Les différents traitements chimiques choisis et appliqués dans notre travail sont : le traitement alcalin au NaOH, le traitement au permanganate de potassium et le traitement à l'acétylation.

III.5.1 Traitement alcalin par NaOH :

Les fibres de l'Eucalyptus ont été émergées dans une solution alcaline de NaOH avec une concentration de 3% pendant 3 heures à une température ambiante, Cette opération est suivie d'un rinçage à l'eau distillée. L'élimination et la neutralisation de la soude caustique est assurée par un traitement d'acide (l'acide sulfurique 1%) avec 2 min (Figure III .4).



Figure III .5. a) : Traitement des fibres de l'Eucalyptus par 3% de NaOH

Puis les fibres traitées ont été séchées durant 2h dans l'étuve à une température de 70°C pour éliminer et absorber l'humidité.

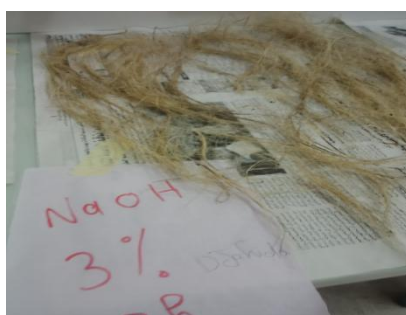


Figure III. 5. b) : Fibres de l'Eucalyptus obtenues après traitement avec 3% de NaOH

III.5.2. Traitement au permanganate de potassium (KMnO_4) :

Nous avons pris une quantité des fibres qui ont été traitée auparavant avec du NaOH (3%) et les trempées dans la solution *du* permanganate de potassiums de 3% pendant 3 minutes, puis nous avons bien rincé et lavé et mis au four pendant une demi-heure (Figure III. 6.)



Figure III. 6. a) Traitement des fibres de l'Eucalyptus au permanganate de potassium



Figure III. 6. b) les Fibre de l'Eucalyptus traité par permanganate de potassium

III.5.3. Traitement par l'anhydride acétique

L'acétylation des fibres par l'anhydride acétique a été menée en masse et sous l'action catalytique de l'acide sulfurique. Le rapport réactif/catalyseur utilisé dans la présente étude a été proposé par Ola rue t al. [4]. L'anhydride acétique a été mélangé manuellement avec l'acide sulfurique dans un bécher à large diamètre. Après avoir ajouté les fibres au milieu réactionnel, le bécher a été couvert par un film en aluminium pour minimiser l'hydrolyse de l'anhydride acétique sous l'effet de l'humidité environnante (Figure III. 7.). L'acétylation a été menée à température ambiante, sans agitation, pendant 3 h. A la fin de la réaction, les fibres ont subi une série de lavages avec de l'eau déminéralisée jusqu'à pH neutre. Après lavage, les fibres modifiées ont été séchées à température ambiante. Il est à noter que les fibres n'ont pas été séchées à l'étuve pour conserver leur résistance mécanique [5, 6].



Figure III. 7.a) Traitement des fibres de l'Eucalyptus par l'anhydride acétique

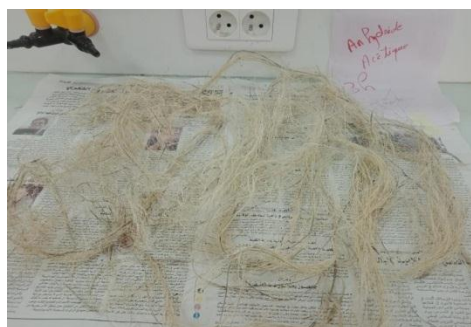


Figure III. 7.b) Fibre de *Eucalyptus* traité par l'anhydride acétique.

III.6. Broyage

Après traitement, les Fibres de l'Eucalyptus ont été laissées pour quelques jours afin de réduire leur taux d'humidité. Ensuite, ont été coupées en petit morceau, étuvées à une température de 70°C pendant 6 heures. Après séchage et découpage de nos fibres, on passe au broyage en utilisant un broyeur de la marque FRITSCH (PULVERISETTE 6 classicline) made in Allemagne (Figure III. 8.).

La vitesse de rotation : 200 tour/min

Nombre de tour : 5

Et Temps de chaque tour : 20 min

On obtient une poudre qui pourra par la suite nous donner des informations sur les caractéristiques de nos fibres soit physiquement où chimiquement.



Figure III. 8. a) Broyage Des fibres b) Echantillon de fibres broyées

III.7. Les méthodes de caractérisation :

III.7.1. Caractérisation physique :

III.7.1.1. Détermination de la densité

Pour déterminer la densité, nous avons utilisé un pycnomètre de 50ml et une balance analytique de 0,00001g de précision (Figure III. 9.). Le Méthanol est utilisé comme solvant, sa densité est de 0,8051g/cm³.

Méthode psychométrique

Pour mesurer la densité de différentes fibres de l’Eucalyptus traitées et non traitées, nous avons suivi le protocole de la méthode du pycnomètre suivant (Figure III. 10.) :

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

m_1 : masse de (pycnomètre + méthanol)

m_2 : La masse d’échantillons des fibres

m_3 : La masse de (pycnomètre + méthanol + échantillons)

ρ_{meth} : La densité de l’éthanol

ρ_f : La densité des fibres

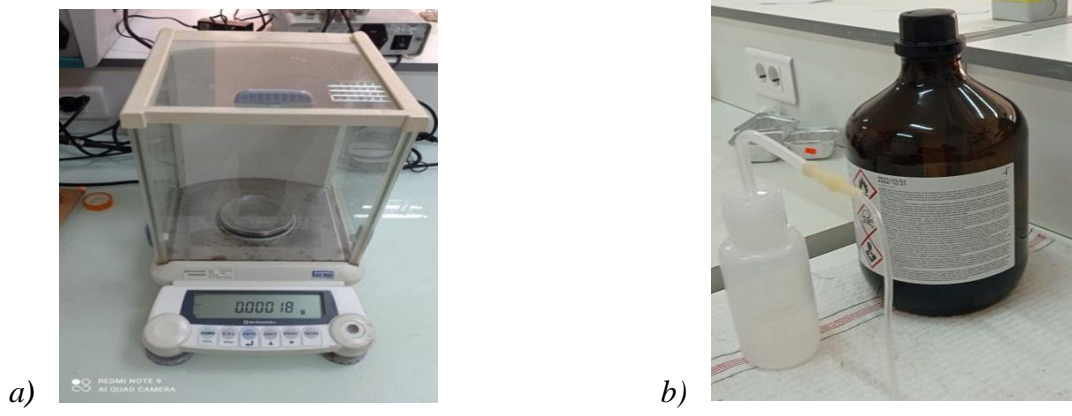


Figure III. 9. a) Balance analytique b) Méthanol

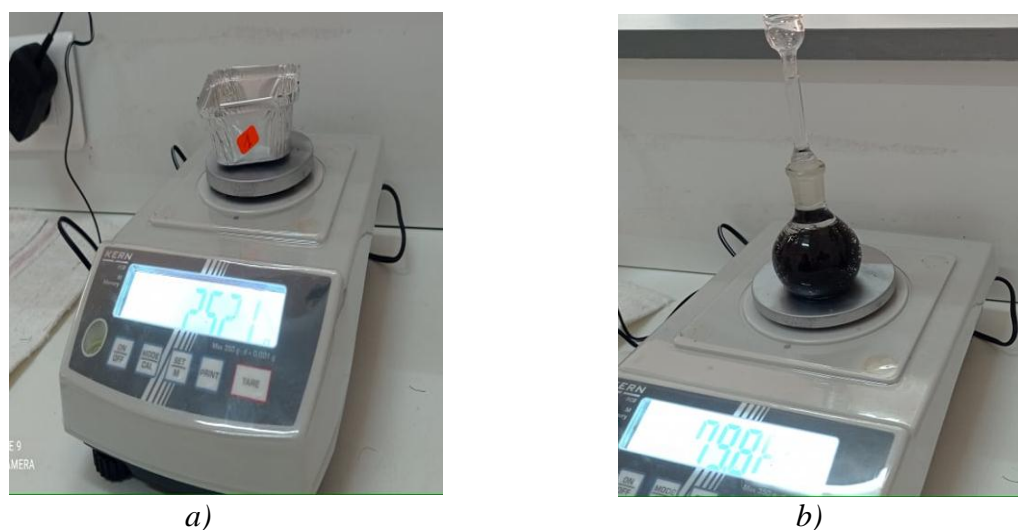


Figure III. 10. La méthode pycnométrique par la pesé de : a) La masse de fibres b) La masse du (pycnomètre + M de l'éthanol).

Trois pesés de masses sont réalisées pour chaque échantillon et cela pour minimiser les erreurs possibles. Les valeurs de la densité des différents traitements de nos fibres sont mentionnées dans le tableau III.1.

Tableau. III.1 : la densité des fibres de l'Eucalyptus

Les fibres de l'Eucalyptus	Densité (g.cm ⁻³)
Sans traitement	1.281
NAOH	1.407
Anhydride acétique	1.316
Permanganates potassium	1.645

III.7.1.2 Détermination de la section

La section est calculée à partir de la masse de fibre qui a une longueur fixe qu'on a choisi ($L= 150\text{ mm}$) et la densité. Et cela sera pour toutes les fibres des quatre échantillons. Pour la pesé de masse de la fibre, nous avons utilisé une balance numérique de ($0,0001\text{g}$) de précision.

III.7.2. Caractérisation mécanique :

Les essais de traction sur les différentes fibres de l'Eucalyptus étudiées sont menés sur une machine de micro-traction qui se trouve au niveau de notre département de génie mécanique à M'sila. Elle est équipée d'une cellule de charge de 2 KN. La vitesse de la traverse mobile est de 1 mm/min. Le pilotage et l'acquisition des données sont faits par le logiciel TESTEXPERT. La Figure (III. 11.) présente la fixation des éprouvettes dans la machine de traction. Alors que les différents composites eucalyptus/ résines sont menés sur une machine de traction universelle situé à la société de Magreb Pipe de M'sila (Figure.III.12.).



Figure III. 11. Machine micro-traction



Figure.III.12. Machine de traction de Magreb Pipe

III.7.2.1. Préparation des éprouvettes de traction :

On a constaté que les fibres glissent ou s'écrasent au niveau des mors de fixation. Pour remédier à ces problèmes nous avons confectionné des échantillons sur des feuilles en carton perforées (Figure. III.13.). Vu la dispersion des résultats, chaque nuance nécessite la préparation au moins 25 éprouvettes

Les étapes de préparation sont :

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

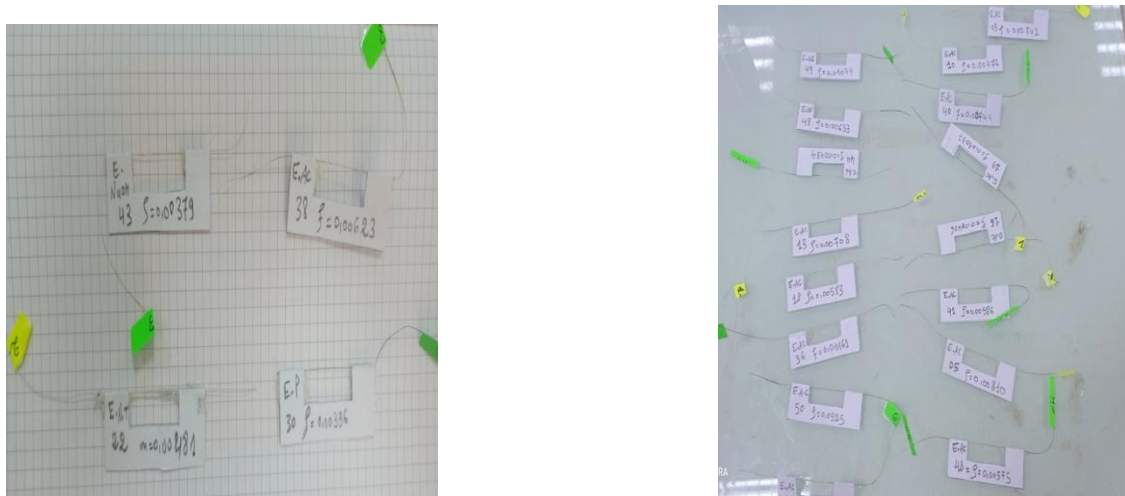


Figure. III.13. : Epreuves de traction

III.7.2.2. L'élaboration des composites modelés résine/ fibres d'eucalyptus :

La fabrication des composites Eucalyptus/ résine nécessite l'utilisation des fibres de l'eucalyptus (traitées et non traitées) avec trois différentes résines thermodurcissables : résine d'époxy, résine de polyester et résine de vinylesters. Ensuite on va les comparer entre eux et voir le meilleur et le plus adapté à notre fibre d'eucalyptus.

Les composites ont été fabriqués par la technique de moulage par contact. Les éprouvettes sont façonnées en plaçant les fibres et la résine dans des moules qui ont été fabriqués à leurs tour selon la norme ASTM désirée (de traction) par une machine spéciale (Figure. III.14.). Pour obtenir des composites d'épaisseur uniforme et supprimer les bulles d'air empiégé, le moule a été bien installé et pressé en utilisant le bulleur et le contre moule. A la fin on obtient les éprouvettes de composites qui seront testées.



Figure. III.14. Le moule des éprouvettes de composite fibre/résine

Dans ce travail, nous avons utilisé trois résines :

- Premièrement **la résine de polyester insaturé**, qui est une résine thermodurcissable. La résine, ayant un code commercial R596 834, sa densité est de 1.2 kg/cm³, transparente avec une réticulation rapide accompagnée d'une réaction exothermique obtenue par la **société Magreb Pipe de M'sila**. La réticulation de cette résine est assurée par l'ajout de 2% de durcisseur correspondant et l'agitation pendant 10 minutes (Figure. III.15.) [].



Figure. III.15. La préparation de la résine du polyester

Deuxièmes **la résine d'époxy** qui est aussi une résine thermodurcissable. La résine, ayant un code commercial MEDAPOXY STR (Figure.III.16.) obtenue par la **société Granitex d'Alger**, sa densité est de 1.1 kg/cm³, transparente avec une réticulation rapide. Elle se présente sous forme de kit pré dosé de deux composants : Elément A : résine 1Kg,

Elément B : durcisseur 0.666 Kg.



Figure. III.16. La préparation de la résine époxy

Troisièmement **la résine de vinylesters** est le produit de la dissolution du vinylester dans un solvant copolymérisable, qui est souvent le styrène. Les résines vinylesters se rapprochent des résines polyesters par leur mode de polymérisation et leurs applications. Il a été livré par **Magreb Pipe de M'sila**.

Les éprouvettes de composites réalisées en époxy, en vinylesters et en polyester sont présentées dans la Figure.III.17.



Figure. III.17. Les éprouvettes des composites fibre Eucalyptus/ résine

Nous avons préparé 40 échantillons, 10 pour chacun type de fibres traitées à : l'anhydride acétique, NaOH, KMnO₄ et 10 pour les fibres non traitées (Figure.III.18.).



Figure.III.18. Les éprouvettes de différentes résines.

III.7.2.4. Essai de traction sur les fibres et les composites :

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

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

$$\sigma = F / S_0 \tag{1}$$

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

$$\varepsilon = \Delta L / L_0 = (L - L_0) / L_0 \tag{2}$$

On parle de diagrammes rationnels quand on détermine les contraintes et les déformations vraies. Ils sont obtenus en divisant la force ou l'allongement par la section, respectivement la longueur instantanée. Ici nous contentons du premier type de diagramme qui est d'ailleurs le diagramme d'usage commun. La Figure. III.19 illustre l'allure que peuvent avoir les courbes de traction de différents matériaux. [7]

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

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

III.7.3. Caractérisation chimique :

III.7.3.1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF

La spectrométrie Infrarouge à transformée de Fourier (en anglais : Fourier Transforma Infrared spectroscopy FTIR) est une technique efficace qui va nous permettre d'analyser les propriétés chimiques et structurales de différentes fibres végétales (Figure.III.20.). Cette technique est basée sur le fait que les molécules possèdent des fréquences spécifiques pour lesquelles elles vibrent (ou tournent) en correspondance avec des niveaux d'énergies appelés : modes vibratoires. Ici la radiation incidente est de type infrarouge. Pour cette technique particulière (à transformée de Fourier), la lumière infrarouge, après avoir rencontré l'échantillon, passe au travers d'un interféromètre de Michelson (et non pas un monochromateur) constitué d'une séparatrice de faisceaux, d'un miroir fixe et d'un miroir mobile. Le signal enregistré s'appelle interférogramme, il subit une transformée de Fourier pour être finalement tracé et devient un spectre [8]. La technique spectroscopique ATR- FTIR est l'une des méthodes les plus utilisées pour l'analyse qualitative et quantitative des matières organiques [9].

L'appareil utilisé dans notre travail pour l'analyse spectrométrie FTIR est de marque Perkin Elmer (Figure. III.21.). Les spectres infrarouges ont tous été accumulés avec 32 balayages à la résolution de 4 cm^{-1} entre 400 cm^{-1} et 4000 cm^{-1} . Les analyses FTIR ont été faites dans notre département de Génie mécanique Faculté de technologie M'sila.

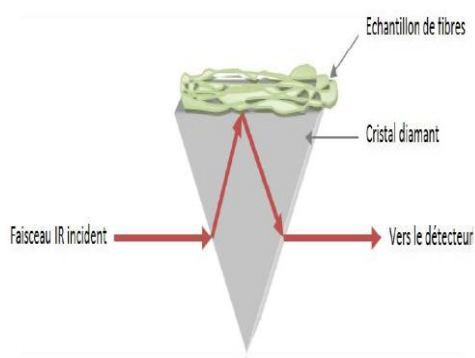


Figure.III.19. Schéma de principe de la spectrométrie FTIR-ATR sur des échantillons fibreux



Figure.III. 20. Machine spectre FTIR ET ATR

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV.1. Introduction

Ce chapitre présente les résultats obtenus par des caractérisations physico-chimique et mécanique des fibres de *l'Eucalyptus* ayant subies les différents traitements : à la soude ; anhydride acétique et à permanganate potassium et à température ambiante plus les fibres qui sont pas traitées.

Nous avons conclu la variation de densité de fibre de *l'Eucalyptus* dans la marge des densités des fibres naturelles. Et on a discuté les résultats du FTIR et l'essai de traction sur la fibre de *l'Eucalyptus* pour définir des caractéristiques

IV.2. Propriétés Physique

IV.2.1. Densité des fibres

L'utilisation de la technique du pycnomètre nous a permis de déterminer les valeurs de densité des quatre échantillons de différents traitements des fibres de *l'Eucalyptus*. Atteindre une valeur fiable de la densité était difficile en raison de la nature poreuse des fibres. Plus de 3 mesures de densité pour chaque type de traitement. Les résultats obtenus sont illustrés par *le tableau (IV.1)*.

Tableau IV.1. Les résultats de la densité des différents traitements des fibres de *l'Eucalyptus*.

<i>Les fibres de l'Eucalyptus</i>	<i>Densité (g. cm⁻³)</i>
<i>NAOH</i>	<i>1.407</i>
<i>Permanganate potassium</i>	<i>1.645</i>
<i>Anhydride acétique</i>	<i>1.316</i>
<i>Non traité</i>	<i>1.281</i>

Le tableau IV.1 rassemble les différents résultats obtenus. La densité apparente obtenue par pycnomètre des fibres *l'Eucalyptus* non traitées est de l'ordre de (*1.28.g/cm³*). Par contre, pour un traitement de *3 heures* à la soude (3%) elle est de l'ordre de (*1.40g/cm³*). Pour un traitement de *3 heures* et à la permanganate potassium (3%) *3 min* est l'ordre de (*1.64cm³*) et à l'anhydride acétique est de l'ordre de (*1.31g/cm³*). Cette augmentation de valeurs est due probablement à l'extraction de produits solubles de la fibre par différents traitements, ce qui favorise la diminution du nombre de pores présent dans la fibre.

D'après les résultats obtenus, il s'avère que les densités trouvées sont dans la marge des densités des fibres naturelles : *Sisal, Alfa, Coton, fibre de Palmier etc....*, d'où la fibre de *l'Eucalyptus* est une fibre naturelle favorable pour le renforcement des bio-composites

IV.3 Morphologie des fibres traitées :

Après les traitements des fibres avec l'anhydride acétique, permanganate de potassium et NaOH, il y'a un changement des couleurs avec une surface lisse pour les fibres non traitées et rugueuse de la fibre traitée. (*Figure IV.1*)

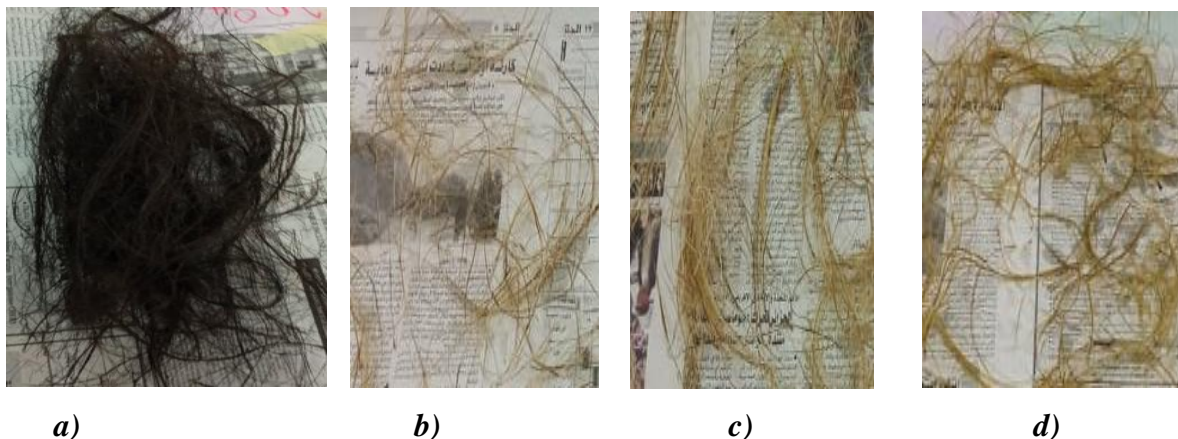


Figure V.1 : Morphologies des fibres obtenues par les différents traitements

b) KMNO₄- **b)**sans traitement , **c)** Anhydride acétique, **d)** NaOH

IV.4. Caractérisation mécanique

IV.4. 1. L'essai de traction sur les types de fibres d'eucalyptus :

Les essais de traction sont effectués sur les quatre nuances de fibres traitées et non. A titre d'exemple, la Figure (V.2) présente les courbes force-déplacement pour une série des fibres non traité et traitées par une solution de l'anhydride acétique et NaOH et KMNO⁴⁻ de 3%. Les calculs sont faits sous l'hypothèse d'une section circulaire des fibres testées.

On constate que la fibre présente un comportement linéaire élastique. La rupture est de type fragile. Elle s'initie habituellement à partir de défauts préexistants là où le diamètre est le plus faible. La déformation à la rupture se situe autour de 1.7 %.

Les caractéristiques mécaniques sont des paramètres intrinsèques de la fibre végétales *d'Eucalyptus*, on cite :

- Le module de Young (GPa)
- La contrainte à la rupture de la fibre (MPa)
- L'allongement à la rupture (%)

Bien que les fibres de *Eucalyptus* testées aient le même comportement, les résultats des tests en traction nous ont permis de constater un écart d'une fibre à une autre (**Figure. IV.2**). Cet écart semble être issu des causes suivantes :

- Causes intrinsèques: elles sont liées aux conditions de croissance des fibres, à la variété, à la situation de la fibre dans la plante, à l'hétérogénéité des fibres et à la différence du taux de cristallisation de la cellulose d'une zone à l'autre des fibres.
- Causes extrinsèques: elles sont liées aux conditions expérimentales. On observe par exemple que le collage d'une fibre n'assure pas une détermination précise de la longueur de jauge. La colle enrobe parfois par capillarité une partie de la fibre. L'humidité ambiante modifie les propriétés de la fibre

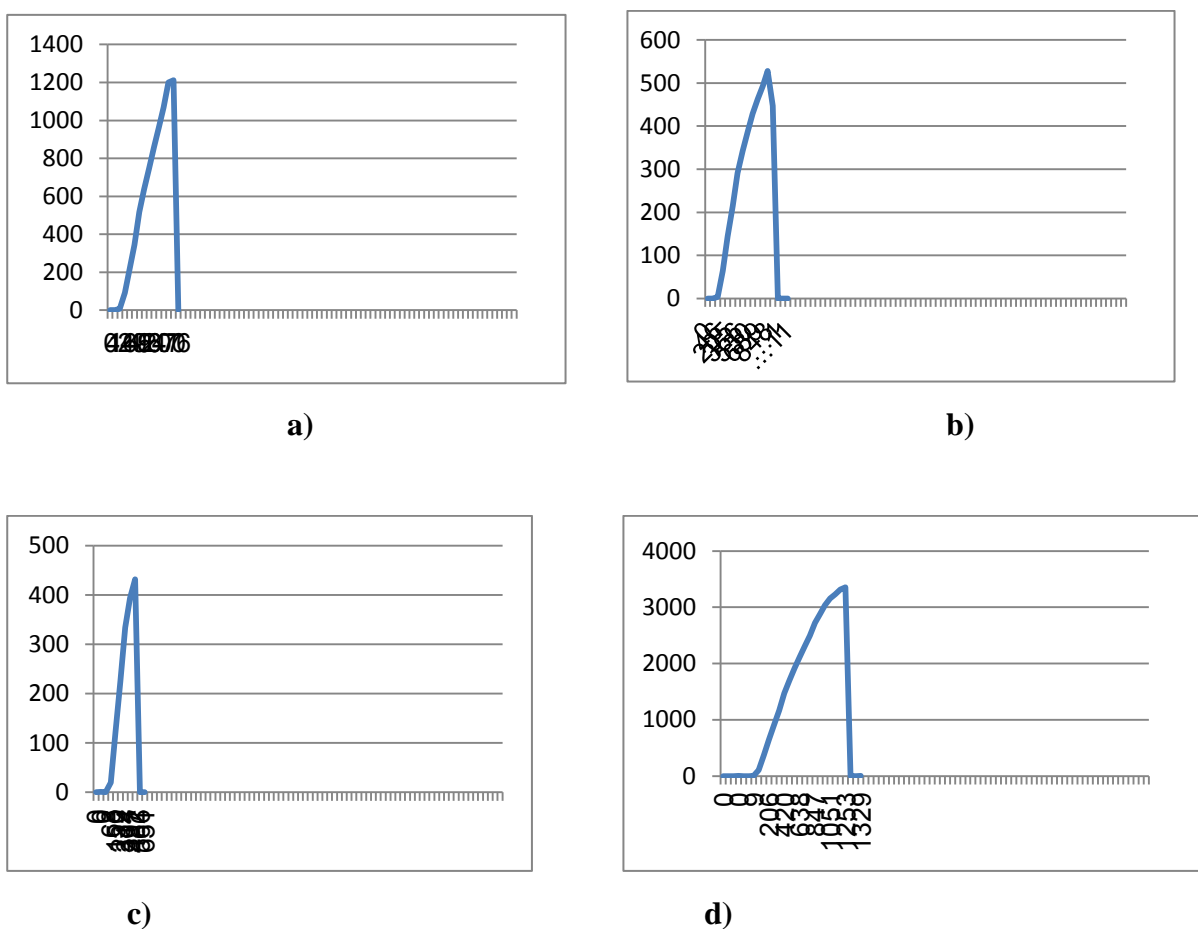


Figure. IV. 2. Courbe Force-Déplacement des différents échantillons des fibres l’Eucalyptus.
 A) Sans traitement, B) NaOH, c) KMnO4, d) Anhydride acétique

IV.4. 2. Traction des composites fibres d’eucalyptus /résines :

Les essais de traction ont été effectués jusqu’à la rupture des éprouvettes, pour assurer une bonne reproductibilité des résultats, cinq éprouvettes au moins sont testées à une vitesse

de 0.5 mm/min. Les dimensions des éprouvettes sont préparées selon la Norme ASTM 3039 M-08 où $L = 150$ mm, $b = 3$ mm et $e = 2$ mm qui sont respectivement la longueur, la largeur et l'épaisseur des éprouvettes testées. Alors que la longueur entre les mors (GL) prise pour ces essais est de 150 mm et la longueur des étalons est égale à 50 mm.

IV.4.2.1. Composites à fibres traitées à l'acétylation (AC) avec trois résines :

D'après l'essai de traction de ces éprouvettes, on remarque à partir de la Figure (IV.3.) que :

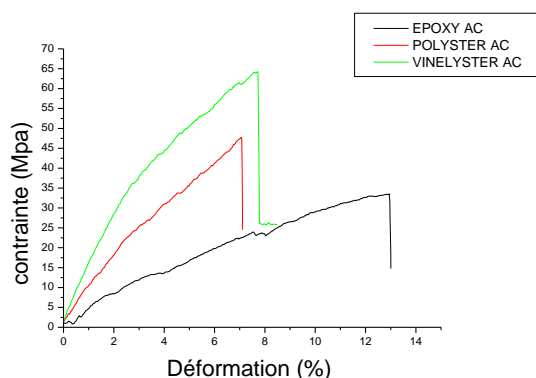


Figure.IV.3 : Courbes d'évolution des contraintes en fonction de déformation des composites à différentes résines par traitement chimique **AC** (3%) des fibres eucalyptus

Les courbes types contrainte-déformation des composites à fibres de **eucalyptus** traitées par anhydride acétique avec une concentration de 3% pendant 3 h sont représentées dans la figure (IV.3.). On constate que les composites à fibres traitées possèdent des propriétés élevées (contrainte à la rupture). Nous remarquons qu'il y a un changement dans chacun des 3 résines : les composites au vinylester nous donnent une contrainte plus élevée par rapport au deux autres (polyester et époxy), convergeant vers une déformation de (6- 8) % .

Le tableau (IV.2.) nous résume toutes les valeurs des caractéristiques mécaniques des composites à fibres traitées avec l'anhydride acétique.

Tableau IV.2. Les caractéristiques mécaniques des composites à fibres acétylées.

	EPOXY AC	POLYSTER AC	VINELYSTER AC
σ	29.33	66.8	56,2
ε	13.94	9.65	8,71
E	4.62	11.06	10,68

IV.4.2.2. Composites à fibres traitées à la mercerisations (NaOH) avec trois résines :

Dans la courbe de la **Figure (IV.4.)** on constate que les composites avec polyester qui nous donnent la meilleure valeur de contrainte jusqu'à 65 MPa.

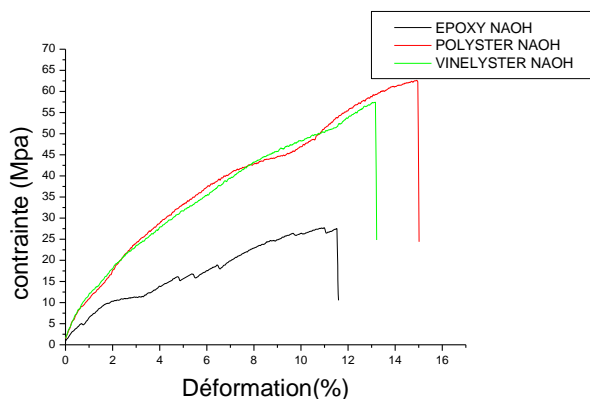


Figure.IV.4 : Courbes d'évolution des contraintes en fonction de déformation des composites à différentes résines par traitement chimique **NaOH** (3%) des fibres eucalyptus

Le tableau (IV.3.) résume les valeurs des propriétés mécaniques des composites avec fibres de NaOH.

	EPOXY NAOH	POLYESTER NAOH	VINYLESTER NAOH
σ	33.6	62.8	70.2
ϵ	13.41	12.11	20.22
E	5.95	7.41	10.43

IV.4.2.3. Composites à fibres traitées au permanganate avec trois résines :

Pour ce type de composites, on trouve que l'essai de traction longitudinal d'après la Figure (IV.5) nous donne une valeur de contrainte de 64 MPa avec la résine vinylester qui est la plus élevée par rapport au deux autres.

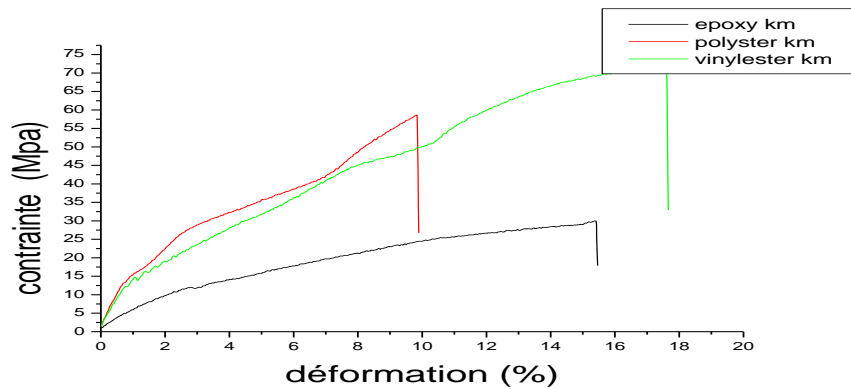


Figure.IV.5 : Courbes d'évolution des contraintes en fonction de déformation des composites à différentes résines par traitement chimique **KMnO4** (3%) des fibres eucalyptus

Le tableau (IV.4.) résume les valeurs des propriétés mécaniques des composites avec fibres de KMnO4.

	EPOXY KMNO4	POLYESTER KMMNO4	VINYLESTER KMNO4
σ	17.4	59.8	63.8
ϵ	7.68	15.86	15.53
E	4.22	14.12	9.59

IV.4.2.4. Composites à fibres brutes avec trois résines :

On constate que les composites à fibres brutes possèdent des propriétés élevées (contrainte à la rupture) avec la résine polyester puis vinylester et en dernier c'est l'époxy, convergeant vers une déformation de (9- 15) % (Figure.IV.6.).

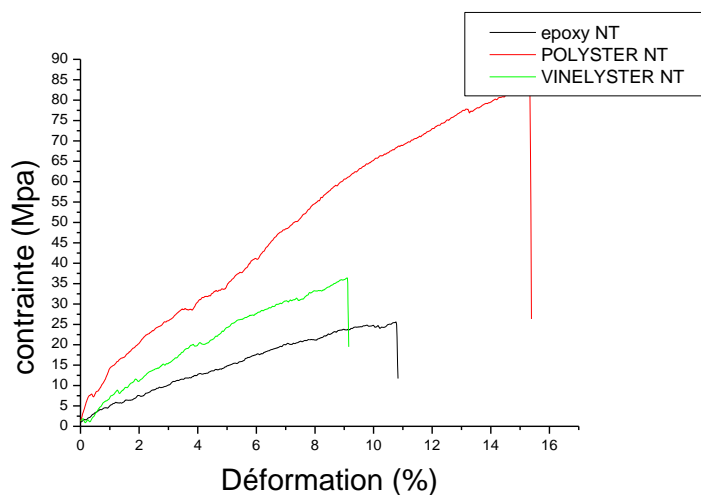


Figure.IV.6 : Courbes d'évolution des contraintes en fonction de déformation des composites à différentes résines par des fibres eucalyptus brutes.

Le tableau(IV.5.) nous expose les valeurs des caractéristiques mécaniques des composites à fibres brutes

	EPOXY NT	POLYSTER NT	VINYLESTER NT
σ	30,75	58.6	45,2
ϵ	12,26	11.51	11,98
E	4,56	8,45	6,10

IV.4.2.5.Traction des types de fibres d'eucalyptus pour chaque résine séparée

On va regrouper les valeurs des caractéristiques mécaniques en traction des composites pour chaque résine à différents traitements de fibres d'eucalyptus dans des histogrammes pour mettre en évidence les meilleures valeurs obtenues.

Les figures (IV.7.), (IV.8) et (IV.9) représentent les histogrammes de l'évolution des contraintes, modules de Young et déformations testée en traction pour différentes nuances des fibres eucalyptus traitées et non traitées

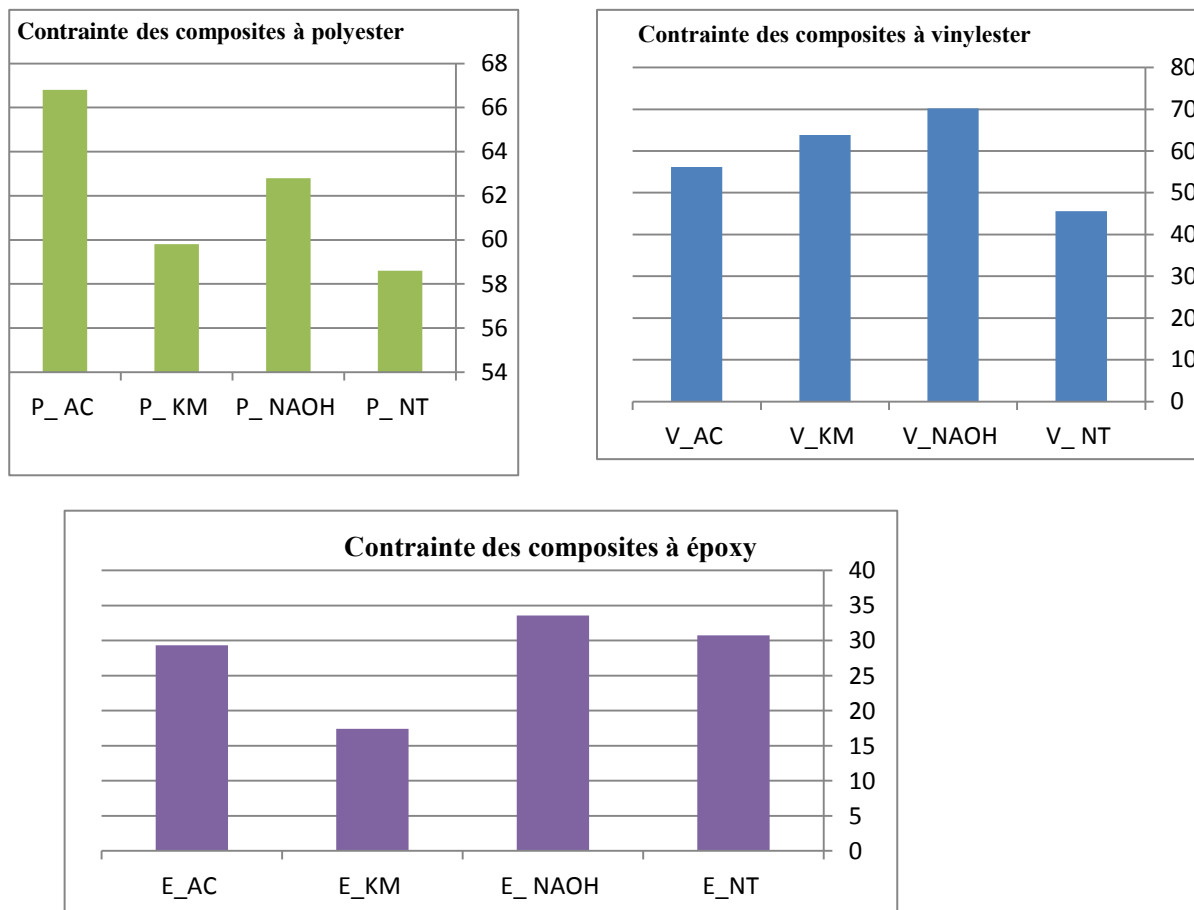


Figure. IV.7. Histogramme de contraintes des composites

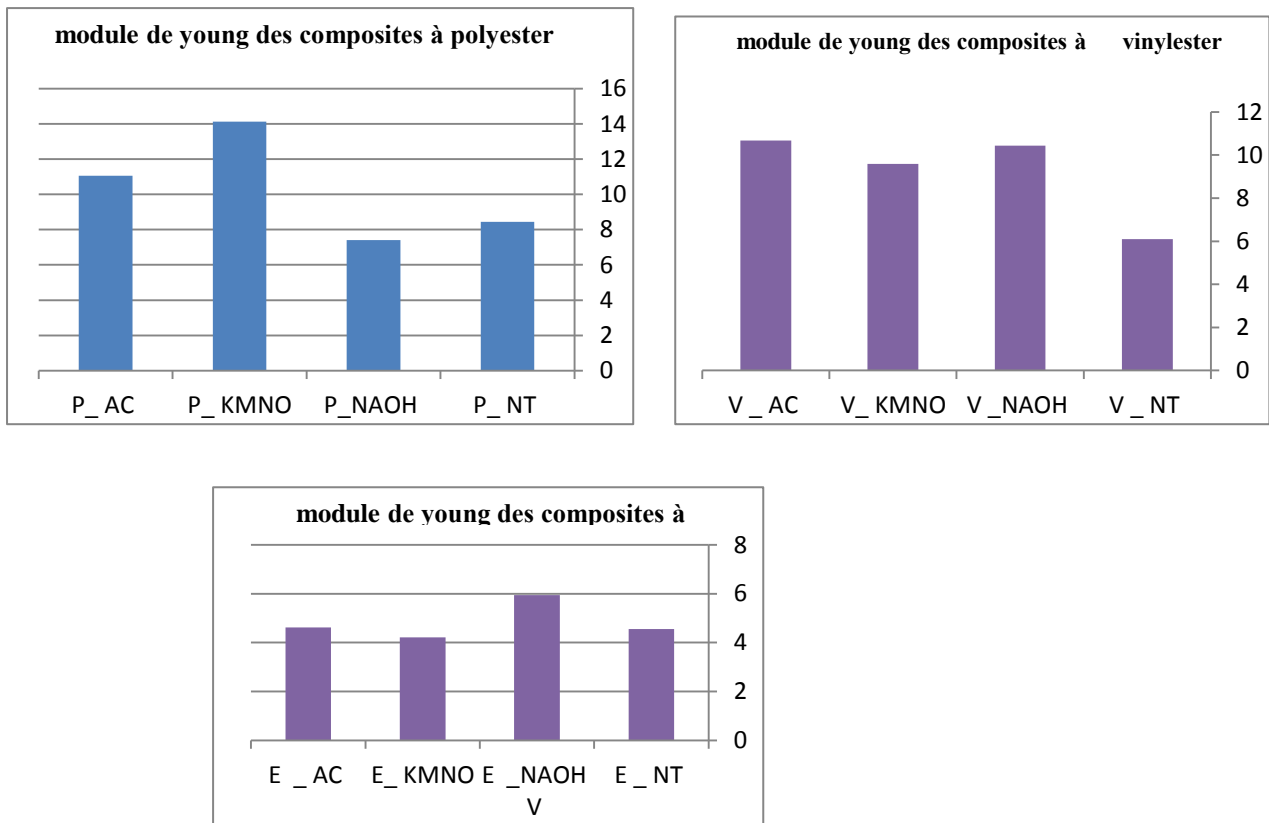


Figure. IV.8. Histogrammes de l'évolution des modules de Young des composites

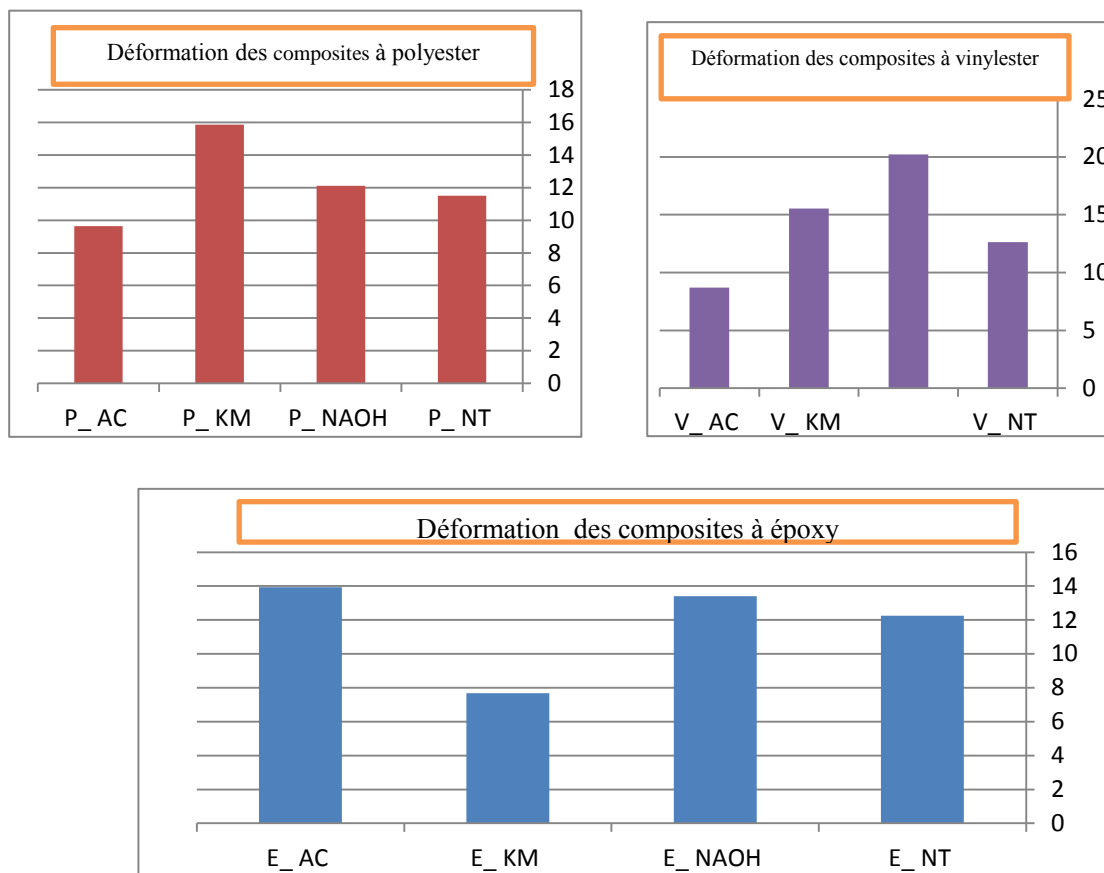


Figure. IV.9. Histogramme de l'évolution des déformations des composites

IV.4.2. Spectroscopie infrarouge :

ATR-FTIR est une analyse fortement recommandé pour analyser la structure chimique des fibres lignocellulosiques. La figure. IV.2 montre les spectres FTIR des fibres l'*Eucalyptus* traitées avec différents traitements. Les spectres obtenus partagent des bandes d'absorption communes vis-à-vis des principales fibres lignocellulosiques en termes de groupes fonctionnels. Des spectres infrarouges obtenus par transmittance des fibres *l'Eucalyptus* brutes et modifiées après un temps de traitement chimique de 3h sont présentés à la **Figure (IV.10).**

L'analyse a été faite par comparaison entre les différents spectres de *l'Eucalyptus* et le spectre témoin de la cellulose pure obtenus. L'interprétation se fait à l'aide des bandes associées aux fonctions les plus fréquemment rencontrées dans l'étude des fibres végétales par

spectrométrie infrarouge (Tableau IV.6.).

Tableau IV.6. Les principales bandes observées sur le spectre FTIR

Longueur d'onde (Cm-1)	Type de vibration	Source	Références
3330	-OH élongation	Polysaccharides	De Rosa et al, 2010
2918	-CH élongation	Cellulose, hémicellulose	Lopattananon et al, 2006 Terpukovlj et al, 2012
2850	-CH élongation	Cellulose, hémicellulose	De Rosa et al, 2010
1730	-C=O élongation	Pectines, hémicellulose	Ouajai and Shanks, 2005
1630	-OH	Eau	Ga ^o and Mondragon
1513	-C=C aromatique, élongation symétrique	Lignine	Ga ^o 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
	-OH déformation dans le plan	Cellulose	Terpukovlj et al, 2012
1240	-C-O élongation	Hémicellulose	De Rosa et al, 2010
		Lignine	Sgriccia et al, 2008
1160	Déformation antisymétrique de la liaison C-O-C	Cellulose	De Rosa et al, 2010
1030	-CO, -OH élongation	Cellulose	De Rosa et al, 2010
895	Elongation des	Polysaccharides	Ga ^o and Mondragon

Chapitre IV : résultat et discussion

	liaisons β - glucosidique des anneaux de glucose		
660	-COOH déformation	Polysaccharides	Terpkov et al, 2012
830	-CH aromatique : déformation hors plan	Lignine	Oujai and Shanks, 2005

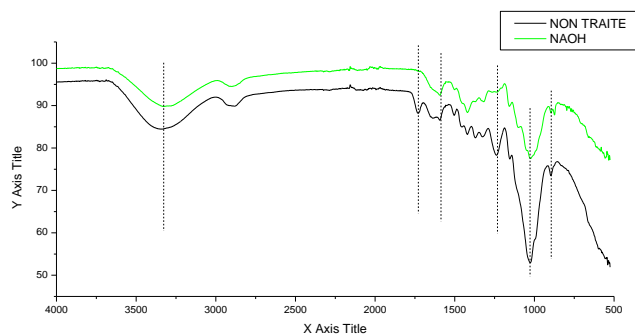


Figure IV. 10. a) Spectres ATR-FTIR des fibres eucalyptus utilisés (non traitée + NaOH)

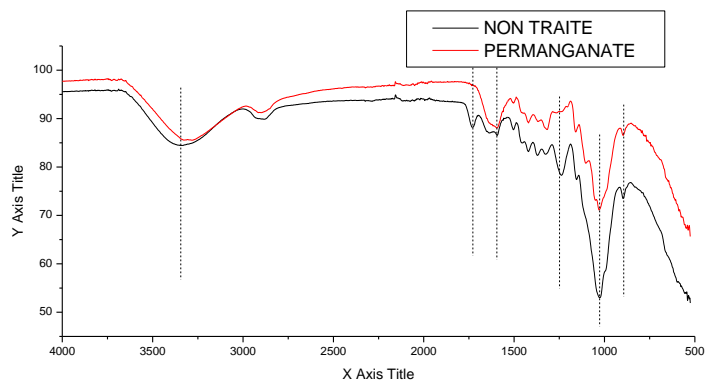


Figure IV. 10. b) Spectres ATR-FTIR des fibres eucalyptus utilisés (non traitée + KMNO4-)

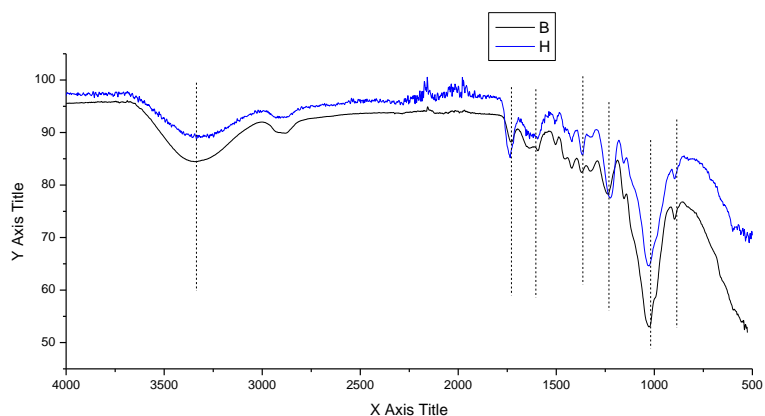


Figure IV. 10. c) Spectres ATR-FTIR des fibres eucalyptus utilisés (non traitée + anhydride acétique)

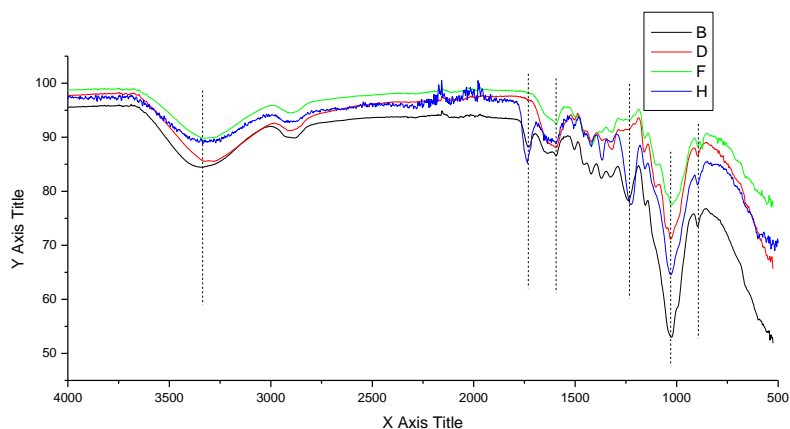


Figure IV. 10. d) Spectres ATR-FTIR des fibres eucalyptus utilisés

La structure des fibres des **eucalyptus** non traitées et traitées sont analysées en transmittance à l'université de Msila. Les spectres Infrarouges à Transformée de Fourier (FTIR) des fibres non traitées et traitées par le NaOH et permanganate potassium et à anhydride acétique pour une 3% de concentration pendant (3h) sont montrés dans les figure IV.1 et figure I .2. Les principales bandes IR correspondant aux vibrations des différents groupements sont discutées.

- 1- La zone [3500 – 3000], La figure IV.10 montre une large bande à 3340 cm⁻¹ qui est due principalement aux groupements Polysaccharides OH existants dans la structure des fibres. On remarque que l'intensité en % dépend de la concentration du traitement et l'analyse des résultats obtenus montre que le pic des fibres non traitées est le plus grand et celui de 3% de NaOH et permanganate potassium et anhydride acétique est le plus faible. Ceci confirme que le traitement chimique réduit les liaisons OH.

Chapitre IV : résultat et discussion

2- La zone [2000- 1500] la figure IV.10 Le pic vers 1730 cm^{-1} On note une comparaison entre traitement à l'acide acétique, avec un pic plus élevé que les fibres non traitées, dont 1730, ce qui représente la présence de la double liaison $\text{C}=\text{O}$, et cela est dû à la présence de pectine et de fœtus en abondance. 1730 On note que le pic de l'énoncé F et D ne concorde pas avec l'énoncé B correspondant aux fibres non traitées, indiquant qu'il indique la présence de la double liaison entre et ceci est dû à un l'enlèvement de pectine le pic 1590.

On note que le pic 1240 de l'énoncé *H et B le pic grande pour* concorde pas avec l'énoncé *D et F* correspondant aux fibres traite avec KMNO_4 et anhydride acétique, indique la présence de la une liaison entre et ceci est dû à un manque hémicellulose

Le pic 1030 On note que le pic de l'énoncé *B le grande pic pour avec les pic H et F et D* correspondant aux fibres traité , pour indique la présence de $-\text{CO}$, $-\text{OH}$ éloration entre et ceci est dû à un manque cellulose

Le pic 895 On note que le pic de l'énoncé *D et Fet B et H les mémé de pic* indique la présence de Elongation des liaisons β - glu osidique des anneaux de glucose avec les source des groupe Polysaccharides.

Conclusion générale

L'utilisation Dans ce cas, nous avons choisi des fibres végétales pour réduire ces problèmes grâce à leur comportement écologique

Ce travail a étudié l'effet de la méthode d'extraction par extraction biologique (rouissage de l'eau) et des paramètres de traitement alcalin sur les propriétés de traction et physico-chimiques des fibres du eucalyptus Les principales conclusions sont

Les fibres sont des matières premières ligno cellulosiques prometteuses pour le renforcement des composites. Cependant et malgré les multiples avantages des fibres cellulosiques tels que la faible densité, le faible coût et la biodégradabilité, leur utilisation à l'état naturel est limitée par leur caractère hydrophile qui diminue leur affinité avec les matrices hydrophobes. Pour remédier à ce problème, un traitement chimique ou physique de la fibre naturelle est recommandé.

Plusieurs procédés de modification chimiques et physique des fibres que nous avons élaborées, afin de réduire leur caractère hydrophile, dont on cite principalement l'acétylation, KMNO_4 et NaOH . Certes, ces traitement sont été largement étudiés, mais cette fois ci avec une nouvelle fibre qui est le eucalyptus

Les résultats des tests physico-chimiques sur les fibres obtenues montrent que les propriétés des fibres de eucalyptus varient considérablement , Nous avons déterminé la densité de la fibre de eucalyptus . Cette valeur est dans la marge des densités des fibres naturelles : Sisal, Alfa, Coton, fibre de eucalyptus etc .elle varie pour les différents traitements entre (1.00 et 1.40 g/cm^3)

La technique de caractérisation mécanique de la fibre de eucalyptus montre que cette fibre pour les quatre types d'échantillons (non traités, l'anhydride acétique, KMNO_4) a un comportement linéaire fragile. Cela provient du fait que la rupture est due à la propagation des défauts préexistants. Il est à signaler que la fibre de eucalyptus peut atteindre un module de Young important surtout pour les traitements à la différence les valeur par la résine thermodurcissable jusqu'au (polyester 6.39 Gpa et vinelyster 1.28 Gpa et époxy 0.35 Gpa), et une contrainte de rupture remarquable (1.4 Mpa époxy et polyester 46.4 Mpa et vinelyster 44.33 Mpa). En comparaison avec les composites (résine + traité des fibres) atteindre un module de Young ;exemple NaOH jusqu'au 5.95 Gpa époxy et polyester 7.41 Gpa et vinelyster 10.43 Gpa et une contrainte époxy NaOH (33.6 Mpa) et polyester 62.8 Mpa et vinelyster 70.2 Mpa Ce qui nous laisse dire que cette fibre peut être utilisée comme renfort pour les composites.

Chapitre IV : résultat et discussion

Nous souhaitons que ce travail trouve une continuité, et ces fibres de eucalyptus seront utilisées comme renfort des bio-composites à haut niveau pour confirmer plus nos résultats

Les principaux groupes chimiques des fibres brutes et traitées ont été identifiés par analyse spectrale FTIR et comparés à d'autres fibres lignocellulosiques rapportées dans la littérature

RESUME

Le développement de produits d'ingénierie de haute performance fabriqués à partir de ressources naturelles augmente dans le monde entier. Les plantes d'eucalyptus ont été largement exploitées ces dernières années. Le traitement chimique est considéré comme modifiant les propriétés de surface des fibres. Dans cette étude, des fibres d'écorce d'eucalyptus ont été traitées avec différentes concentrations d'hydroxyde de sodium, de permanganate de potassium, non traité et d'anhydride acétique avec différents temps d'immersion, température d'immersion et température de séchage afin de développer et de caractériser un nouveau matériau composite renforcé de fibres et de résoudre le problème d'incompatibilité de l'interface fibre végétale avec la matrice polymérique par ces transformateurs. La résistance à la traction du faisceau de fibres a été réalisée pour évaluer l'effet des traitements sur la résistance à la traction des fibres.

Abstract

The development of high-performance engineering products made from natural resources is increasing worldwide. Eucalyptus plants have been widely exploited in recent years. Chemical treatment is considered to modify the surface properties of the fibers. In this study, eucalyptus bark fibers were treated with different concentrations of sodium hydroxide, potassium permanganate, untreated and acetic anhydride with different immersion time, immersion temperature and drying temperature in order to develop and characterize a new fiber-reinforced composite material and solve the problem of incompatibility of the plant-fiber interface to the polymeric matrix by these processors. The tensile strength of the fiber bundle was performed to evaluate the effect of treatments on the tensile strength of the fibres.

التلخيص

إن تطوير منتجات هندسية عالية الأداء مصنوعة من الموارد الطبيعية أخذ في الازدياد في جميع أنحاء العالم. تم استغلال نباتات الأوكالبتوس على نطاق واسع في السنوات الأخيرة. تعتبر المعالجة الكيميائية لتعديل الخصائص السطحية للألياف. في هذه الدراسة، تمت معالجة ألياف لحاء الأوكالبتوس بتركيزات مختلفة من هيدروكسيد الصوديوم وبرمنجنات البوتاسيوم وغير معالج وخليك أنهيدريد مع اختلاف زمن الغمر ودرجة حرارة الغمر ودرجة حرارة التجفيف وذلك من أجل تطوير وتوصيف مادة مركبة جديدة مقواة بالألياف وحل مشكلة عدم توافق واجهة الألياف النباتية المصنوفة البوليمرية بواسطة هاته المعالجات. تم إجراء مقاومة الشد لحزمة الألياف لتقييم تأثير المعالجات على مقاومة الشد للألياف.

Référence

Introduction générale

- [1] <http://www.vegetalis.fr/conseil-view/eucalyptus-generalites> 1

Chapitre I :

- [1] Faulstich de Paiva JM., Frollini E., Unmodified and Modified Surface Sisal Fibers as Reinforcement of Phenolic and Lignophenolic Matrices Composites: Thermal Analyses of Fibers and Composites Macromol, Material and Engineering, 291, 405-417, 2006
- [2] M. MALHA ; Mise En OEuvre, Caractérisation Et Modélisation De Matériaux Composites: Polymère Thermoplastique Renforcé Par Des Fibres Doum, Thèse de Doctorat, Université Mohamed V- Ag dal Rabat. 2013.
- [3] Ewa Rudnik. Compostable Polymer Materials. Elsevier, p 21. 2008
- [4] L.SOCCALINGAME, Etude Des Scenarios De Fin De Vie Des Bio-composites Vieillessement Et Retransformation De Bio-composites PP/Farine De Bois Et PLA/Fibres De Lin, Thèse De Doctorat, Université De Montpellier, 2014
- [5] A. ELOUAER. Contribution A La Compréhension Et A La Modélisation Du Comportement Mécanique De Matériaux Composites A Renfort En Fibres Végétales. Thèse De Doctorat, Université De Reims Champagne-Ardenne, 2011.
- [6] saber benferdi, « *Caractérisation du comportement micromécanique d'un matériau composite par différentes approches mathématiques* », mémoire magister, Université MENTOURI Constantine 2010.
- [7] MAURICE Reyne. Technologies des composites, 3ème édition revue et augmentée, éditions Hermès, Paris, 1998.
- [8] VIEIRA, M., Concrete, in: Gonçalves, M.C., Margarido, F. (Eds.). Materials for Construction and Civil Engineering. Springer, Switzerland, pp. 185-236. 2015
- [9]. MEKIDECHE S, valorisation des déchets comme constituants des bio composites, mémoire master université de M'sila, 2017, pp 79
- [10] S.NEDJMA, Effet De La Modification Chimique Des Déchets Ligno-cellulosiques Sur Les Propriétés Physico-Chimiques Des Composites Pvc/Papier Journal, Thèse De Doctorat, Université de Bejaia, 2014.
- [11] D.HAMMICHE. Effet D'un Nouvel Agent Comptabilisant Pvc-G-Ma Sur Les Performances Des Composites Polychlorure De Vinyle/Alfa, Thèse De Doctorat, Université A. Mira de Bejaia, 2013

Chapitre IV : résultat et discussion

- [12] S. BOUHANK, Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne : Formulations et caractérisations, Thèse De Doctorat, Université de Sétif 1-, 2017
- [13] A. SBIAI , Matériaux Composites A Matrice Epoxyde Chargée Par Des Fibres De Palmier Dattier : Effet De L'oxydation Au Tempo Sur Les Fbres, Thèse De Doctorat, L'université De Lyon, 2011.
- [14] K. L. Fung, R. K. Y. Li, S. C. Tjong, 2002; Interface Modification on the Properties of Sisal Fiber-Reinforced Polypropylene Composites; Journal of Applied Polymer Science, Vol. 85, 169-176.
- [15] C. Baley. Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. Technique de l'ingénieur, traité génie des procédés, Vol. AM5, 2004, pp. 130.
- [16] : **Djebali Saïd**, université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou thèse doctorats 22 juin 2013 (caractérisation des éléments de structures en béton de fibre métallique).
- [17] article/beton-fibre-15, consulté cette page le 29/05/17.
- [18] Privas E. Matériaux ligno-cellulosiques: "Élaboration et caractérisation": Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris; 2013.
- [19] Do Thi VV. Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non: Université de Grenoble; 2011.
- [20] Dallel M. Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil: Université de Haute Alsace-Mulhouse; 2012.
- [21] Mustapha Malha, « Mise en oeuvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites : polymère thermoplastique renforcé par des fibres de Doum », Université Mohammed V –AGDAL, Mars 2013.
- 22]: B.R. Sharma, Naresh L., N.C. Dhuldhoya, S.U. Merchant and U.C.
- [23] Laurent Gornet, «Généralités sur les matériaux composites», Merchant Lucid "Colloids Limited Jodhpur"-342005, Rajasthan, India, 2006
- [24] Kalia S. Lignocellulosic Composite Materials: Springer; 2017.
- [25] Bouzouita S. Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel: Ecole Centrale de Lyon; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir; 2011.
- [26] Zakikhani P, Zahari R, Sultan M, Majid D. Bamboo fibre extraction and its reinforced polymer composite material. Int J Chem, Mater Sci Eng 2014;8:54-7.
- [27] Msahli S, Chaabouni Y, Sakli F, Drean J. Mechanical behavior of Agave Americana L. Fibres: Correlation between fine structure and mechanical properties. Applied Sci 2007;7:3951-7
- [28] Das P, Nag D, Debnath S, Nayak L. Machinery for extraction and traditional spinning of plant fibres. 2010.

Chapitre IV : résultat et discussion

- [29] Msahli S, Sakli F, Dreaan J-Y. Study of textile potential of fibres extracted from Tunisian Agave Americana L. Autex Research Journal 2006;6:9-13.
- [30] Do Thi VV. Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non: Université de Grenoble; 2011.
- [31] Labidi K, Cao Z, Zrida M, Murphy A, Hamzaoui AH, Devine DM. Alfa fiber/polypropylene composites: Influence of fiber extraction method and chemical treatments. Journal of Applied Polymer Science 2019;136:47392.
- [32] Kessler R, Becker U, Kohler R, Goth B. Steam explosion of flax—a superior technique for upgrading fibre value. Biomass and Bioenergy 1998;14:237-49.
- [33] Sayeb S, Marzoug I, Hassen MB, Sakli F, Rodesli S. Study of water sorption properties for esparto grass ultimate fibre (ALFA fibre). Journal of the Textile Institute 2010;101:19-27.
- [34] Maafi EM, Tighzert L, Malek F. Elaboration and characterization of composites of castor oil-based polyurethane and fibers from alfa stems. Journal of Applied Polymer Science 2010;118:902-9.
- [35] Marzoug IBA, Sayeb S, Hassen MB, Sakli F, Rodesli S. Study of Some Properties of the Esparto Grass Fiber Waste (ALFA Fiber). Journal of Textile and Apparel, Technology and Management 2011;7
- [36] Hakeem KR, Jawaid M, Rashid U. Biomass and bioenergy: Springer; 2016.
- [37] Fila G, Manici L, Caputo F. In vitro evaluation of dew-retting of flax by fungi from southern Europe. Annals of applied biology 2001;138:343-51. REFERENCES
- BIBLIOGRAPHIQUES 73
- [38] S. Ben Mbarek., I. Deboub. Valorisation des sous-produits du palmier dattier et leurs utilisations. Mémoire de Master Académique, Biologie et Valorisation des Plantes. EL-OUED : Université Echahid Hamma Lakhdar d'EL-OUED, 2015, 98p.
- [39] I. DJOUDI. Contribution à l'identification et à la caractérisation de quelques accessions du palmier dattier (Phoenix Dactylifera L.) dans la région de Biskra. Mémoire de Magister, Agriculture et environnement en régions arides. Biskra : Université Mohamed Kheider Biskra, 2013, 141p
- [40] Science and Manufacturing., Vol.39, 2008, pp. 1582–1588
- [41] C Couhert. Pyrolyse flash à haute température de la biomasse lignocellulosique et de ses composés - production de gaz de synthèse'', Thèse de pour obtenir le de Doctorat de l'Ecole des Mines de Paris Energétique.2007.

Chapitre IV : résultat et discussion

[42] Henriksson G, Akin DE, Hanlin RT, Rodriguez C, Archibald DD, Rigsby LL, et al.

Identification and retting efficiencies of fungi isolated from dew-retted flax in the United States and Europe. *Appl Environ Microbiol* 1997;63:3950-6.

[43] Sisti L, Totaro G, Vannini M, Celli A. Retting process as a pretreatment of natural fibers for the development of polymer composites. *Lignocellulosic composite materials*: Springer; 2018. p. 97-135.

[44] B. E. H. LY, "Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose," INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE, 2008.]

[45] A. Wachowski. « Les Parois de Cellules Végétales », [en ligne], 2006. disponible sur <http://www.lycees.ac-rouen.fr/lgcorneille/SPIP/IMG/DS206.pdf> (Consulté le 15/12/2013).

[46] C. Zamprognio et P. Hourçourigaray, « **Nautisme et Composites BioSourcés** », [en ligne], 2012. 31p, disponible sur http://www.eurolarge.fr/wp-content/uploads/2012/12/LettredeVeille6_nautismeetcomposites-12.pdf (Consulté le 04/12/2013)

[47] Yahiaoui Lamia, « caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales DISS », option mécanique appliquée, université de Sétif, 2011

[48] CARMA, « *Glossaire des matériaux composites* », centre d'animation régional en matériaux avancés, Décembre 2006.

chapitre II

[1] Shanahan. M.E.R, "Adhesion and Wetting : Similarities and differences", *Rubber World*, (1991), p 28,

[2] Roche. A, "Les théories de l'adhésion et mesure de l'adhérence", *Le Vide, les Couches Minces*, (1991), 257, pp 197- 230,

[3] K. Sever, S. Erden, H. A. Gülec, Y. Seki, and M. Sarikanat, "Oxygen plasma treatments of jute fibers in improving the mechanical properties of jute/HDPE composites," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 129, no. 1–2, pp. 275–280, Sep. 2011.

[4] J. Jang and H. Yang, "The effect of surface treatment on the performance improvement of carbon fiber/polybenzoxazine composites," *Journal of Materials Science*, vol. 35, no. 9, pp. 2297–2303, May 2000.

[5] S. E. Ražić, R. Čunko, L. Bautista, and V. Bukošek, "Plasma effect on the chemical structure of cellulose fabric for modification of some functional properties," *Procedia Engineering*, vol. 200, pp. 333–340, 2017.

Références Bibliographiques

- [6] M. Ragoubi, D. Bienaimé, S. Molina, B. George, and A. Merlin, "Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof," *Industrial Crops and Products*, vol. 31, no. 2, pp. 344–349, Mar. 2010.
- [7] J. Gassan, "Effects of corona discharge and UV treatment on the properties of jute fibre epoxy composites," *Composites Science and Technology*, vol. 60, no. 15, pp. 2857–2863, Nov. 2000.
- [8] F. Ferrero, M. Periolatto, and S. Ferrario, "Sustainable antimicrobial finishing of cotton fabrics by chitosan UV-grafting: from laboratory experiments to semi industrial scale-up," *Journal of Cleaner Production*, vol. 96, pp. 244–252, Jun. 2015.
- [9] S. Torres-Giner, N. Montanes, O. Fenollar, D. García-Sanoguera, and R. Balart, "Development and optimization of renewable vinyl plastisol/wood flour composites exposed to ultraviolet radiation," *Materials and Design*, vol. 108, pp. 648–658, 2016.
- [10] Kalaprasad G., —Effect of fibre length and chemical modifications on the tensile properties of intimately mixed short sisal/glass hybrid fibre reinforced low density polyethylene composites, *Polymer International*, 53, 11, 1624–1638, 2004.
- [11] Ray D., Sarkar B. K., Rana A. K., and Bose N. R., —Effect of alkali treated jute fibers on composite properties, *Bulletin of Materials Science*, 24, 2, 129, 2001.
- [12] Demir U., Atikler D., Balköse F. The effect of fiber surface treatments H on the tensile and water sorption properties of polypropylene–luffa fiber composites. *Composites: Part A*. 37, 447-456, 2006.
- [13] Roy A., Chakraborty S., Kundu S. P., Basak R. K., Basu S. Majumder, —Improvement in mechanical properties of jute fibres through mild alkali treatment as demonstrated by utilisation of the Weibull distribution model, *Bioresource Technology*, 107, 222–228, 2012.
- [14] Kalia, Susheel, B. S. Kaith, and Inderjeet Kaur. "Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites—a review." *Polymer Engineering & Science* 49.7 (2009): 1253-1272.
- [15] Doan Thi-Thu-Loan, "Jute fibre/epoxy composites: Surface properties and interfacial adhesion," *Composites Science and Technology*, 72, 10, 1160–1166, 2012.
- [16] Kalaprasad G. Effect of fibre length and chemical modifications on the tensile properties of intimately mixed short sisal/glass hybrid fibre reinforced low density polyethylene composites, *Polymer International*, 53, 11, 1624–1638, 2004.
- [17] Xue C. H., Jia S. T., Chen H. Z., and Wang M., Superhydrophobic cotton fabrics prepared by sol-gel coating of TiO₂ and surface hydrophobization, *Science and Technology*

Chapitre IV : résultat et discussion
of *Advanced Materials*, 9, 2008.

[18] Ferrero F. Periolatto M., Application of fluorinated compounds to cotton fabrics via sol gel, *Applied Surface Science*, 275, 201–207, 2013.

[19] Agrawal, Richa, et al. "Effect of treatment on the thermal conductivity and thermal diffusivity of oil- palm- fiber- reinforced phenolformaldehyde composites." *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* 38.7 (2000): 916-921.

[20] Do Thi V.V., *Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non*, PhD Thesis, Université de Grenoble, 2011. 66

[21] Xie Y., Hill C.A., Z. Xiao, H. Militz, C. Mai, Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review, *Compos. Part Appl. Sci. Manuf.* 41 , 806–819, 2010.

[22] Faruk O., Bledzki A.K., H.-P. Fink, M. Sain, Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010, *Prog. Polym. Sci.* 37 , 1552–1596, 2012.

[23] A. Fillat, O. Gallardo, T. Vidal, F. I. J. Pastor, P. Díaz, and M. B. Roncero, "Enzymatic grafting of natural phenols to flax fibres: Development of antimicrobial properties," *Carbohydrate Polymers*, vol. 87, no. 1, pp. 146–152, 2012.

[24] T. Kudanga, E. N. Prasetyo, J. Sipilä, G. S. Nyanhongo, and G. M. Guebitz, "Enzymatic grafting of functional molecules to the lignin model dibenzodioxocin and lignocellulose material," *Enzyme and Microbial Technology*, vol. 46, no. 3–4, pp. 272–280, 2010.

[25] M. Schroeder, N. Aichernig, G. M. Guebitz, and V. Kokol, "Enzymatic coating of lignocellulosic surfaces with polyphenols," *Biotechnology Journal*, vol. 2, no. 3, pp. 334–341, 2007..

[26] Bénédicte BONNET *Comportement au choc de matériaux composites pour applications automobiles* Thèse doctorat de l'école nationale supérieure des mines de Paris, 2005.

[27] AHLSTROM C, *Interface fibre de verre/matrice poly époxyde. Introduction d'une interphase à propriétés contrôlées*, Thèse de doctorat, 1991, 296p

[28]Mémoire L'étude de l'effet alcalin sur les propriétés des fibres naturelles 2020

chapitre III

-[1] Beloued, A., (2009). *Plantes médicinales d'Algérie* (5ème édition). Alger. P.

- [2] Annie., Perrier, J., (2014). *Guide des arbres et arbustes de France*. Edition sud oust.

- [3] Marcel, g., (1873). L'Eucalyptus globulus. La Nature - Revue des sciences. N° 1 à 26. p. 408 - 409

[4]Sciences Des Matériaux / TD : 2 séances / 2: Généralités sur les renforts des matériaux composites

[5] Jean-Marie Berthelot. Mécanique des Matériaux et Structures Composites. Institut Supérieur des Matériaux et

Mécaniques Avancés. Le Mans. France.

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

[7].Cf. L'évolution du métier à tisser p.16 et La mécanique Jacquard p.17

[8] HAMMICHE Dalila, « Synthèse d'un nouvel agent de couplage PVC-g-MA et son utilisation dans les composites P VC/Alfa », Université Abderrahmane MIRA de Bejaia, novembre 2010.

[9] BOUSTINGORRY. P, «Élaboration d'un matériau composite à matrice gypse renforcé par bois fragmenté -amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqué en gypse», thèse de doctorat, Génie des procédés, 2002.