



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



Faculté des sciences
Département de chimie

FILIERE : : Chimie

OPTION : Chimie de l'environnement

N° :...../2021

Mémoire présenté pour l'obtention
Du diplôme de Master Académique
Par:

ALLAL MARIA

ADELKANI AIDA

Intitulé

**Etude et caractérisation d'un matériau composite à
base de fibre végétal (ALFA)**

Soutenu devant le jury composé de:

Dr.DEGHFELNadir

Université de M'Sila

Président

Dr.LAIB Nouri

Université de M'Sila

Rapporteur

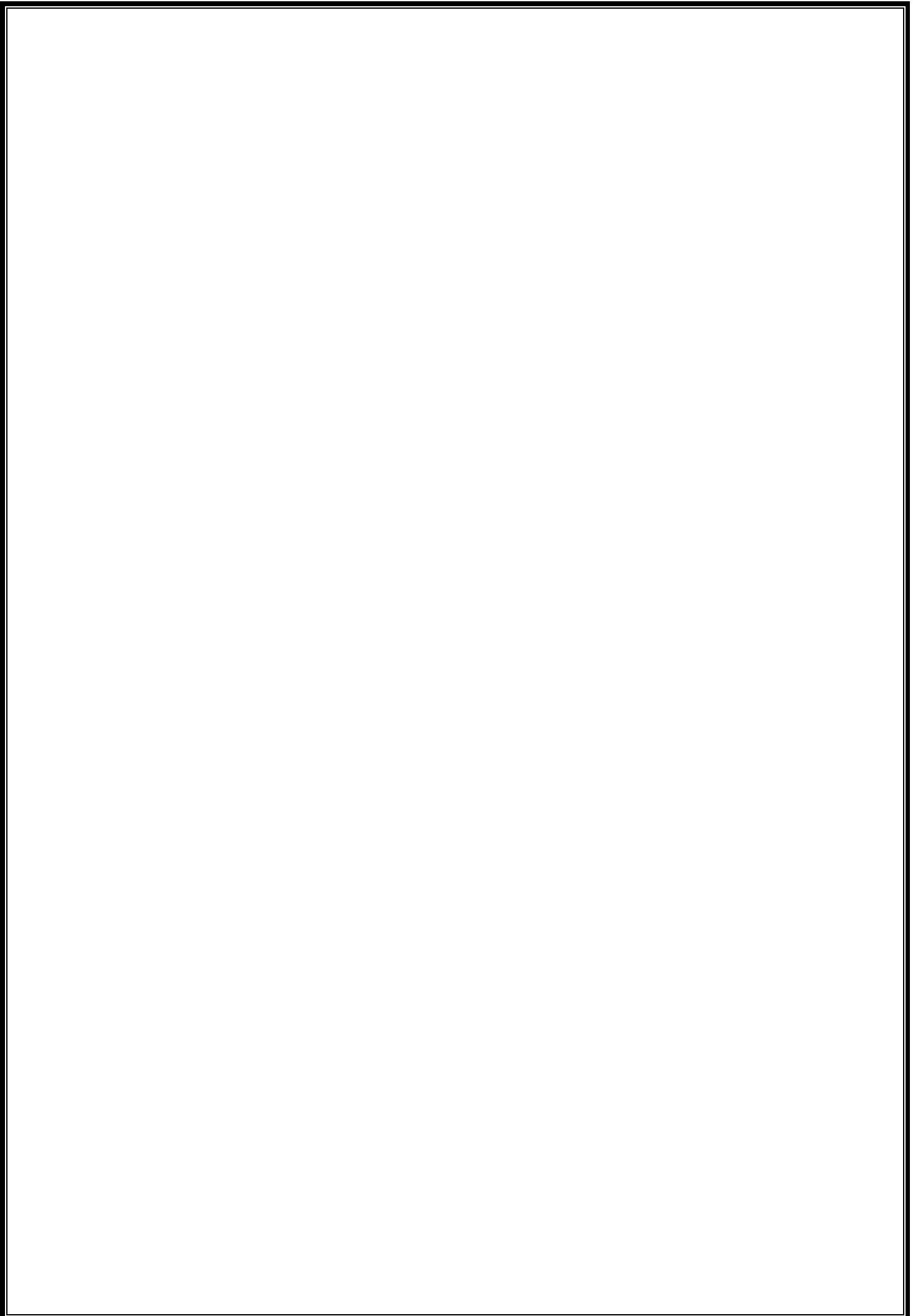
Dr.BENYAHIAAzzedine

Université de M'Sila

Examineur

Année universitaire :2020 /2021

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ



Remerciements

Le premier remerciement c'est pour dieu qui nous a permis d'être dans cette situation et d'avoir cette formation

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

Tout d'abord, un grand merci également à «**Mr. Baali Brahim** » le directeur de Maghreb pipe qui nous a aidé au cours de notre travail surtout à l'ingénieur **Ouldsahla Sofiane** qui a donné tout les besoins au niveau du laboratoire.

Nos vifs remerciements iront aux membres de jury **Dr. DEGFEL Nadir** et **Dr. BENYAHIA Azzedine** qui nous feront l'honneur de juger notre travail.

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

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

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A Celui qui a été toujours là pour moi, à Celui qui m'indique la bonne voie en me rappelant que la volonté et un secret de succès, à mon cher Papa.

A celle qui m'a donné la vie et l'envie de vivre A celle qui m'a entouré de sa tendresse, à ma très chère Maman.

Je dédie ce travail également à mes très chers frères : Farouk, Abdallah, Bouakar, à mes adorables sœurs: Fatima, Amel, Assia.

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

A tous ceux qui m'ont encouragés et m'ont aidé de traverser mon chemin vers la réussite, le succès et la prospérité.

Maria

إهداء

قال تعالى (وقل ربّي ارحمهما كما ارحباني صغيرا)

الآية 24 سورة الإسراء

إليك أمي يا من علمتني العطاء دون انتظار يا من نهر عتي في قلبي أسمى معاني الأفاضل

إلى ذلك الصرح العظيم الذي علمني الخلق العظيم والذي صاحب الفضل الكبير

إلى إخوتي سندي ودمرعي وفخري واعتزازي (إبراهيم عيسى البشير مصطفى جمال) وإلى نروجاتهم (بشري حفيظة مرندة حفيظة)

إلى أخواتي سندي في حياتي :

إليك أختي الغالية سليمة ونروجا إبراهيم

إليك أمي الثانية وقدوتي في الحياة أختي ثلج ونروجا عبد السلام

إليك توأم مروحي نجاة

إلى أحفاد العائلة (أميرة وفاء إيمان عامر رياض مريمه شروق أشواق نسرين محمد بلال إسحاق مرام حنين

إلى كتاكيتي جمانة معاذ بدر الدين جومري جواد احمد

إلى أختي التي لم تلدها أمي إليك حبيبة قلبي حبيبة

إلى رفيقة دمرهي حياة

إلى من كانت لي خير الأخت الرفيقة والنميلة شريكتي في التخرج مربرة

إلى جميع عائلتي عبد القاني وساسوي

إلى جميع أصدقائي من قارب وبعيد

Liste des tableaux

Tableau I.1: Avantages et inconvénients des fibres végétales comme renfort de matériaux composites.

Tableau I.2: chimique (en %) de différentes fibres végétales

Tableau I.3 : Classification et Nomenclature de la fibre Alfa

Tableau I.4 : Estimation de la répartition de l'Alfa en 2012

Tableau I.5: la composition chimique d'alfa

Tableau I.1: Les avantages et les inconvénients de polyesters insaturés

Tableaux. III1: Propriétés mécaniques de la résine isophtalique.

Tableau III2: Différents types de fibres de verre.

Tableau III3: Caractéristiques physiques du marbre.

Tableau III4: Caractéristiques chimiques du marbre.

Tableau III.5 : Les produits utilisés

Tableau IV.2: résultats de traction et module de Young suivant les traitements chimique.

Liste des figures

Figure I.1: Classification des fibres naturelles

Figure I.2: Structure de fibre végétale

Figure I.3: Structure détaillée d'une fibre végétale vue perspective d'une paroi ligneuse, d'après Rolland (1980).

Figure I.4.1: Structure chimique de la cellulose

Figure I.4.2 : Liaisons hydrogène intra- et intermoléculaires dans la cellulose

Figure I.5: Principaux glucides constituant les hémicelluloses

Figure I.6.1: Structure chimique des unités composant la lignine

Figure I .6.2 : Exemple de structure tridimensionnelle de la lignine

Figure I.7 : Structure et modèle moléculaire de l'acide palmitique

Figure I.8: Touffes d'alfa.

Figure I.9: Limites naturelles des hautes plaines occidentales algériennes

Figure I.10.1: Représentation de la plante Alfa

Figure I.10.2. : Morphologie de la plante d'Alfa

Figure I.11: exemples d'artisanat Alfatière (des paniers, des paillassons, des espadrilles...)

Figure I.12 : Illustrations de la pâte d'Alfa commercialisée par la SNCPA

Figure II.1: Représentation schématique d'un matériau composite

Figure II.2: Différents types de matrice

Figure II.3: Différentes familles des renforts

Figure II.4.: différent type de fibre de verre

Figure II.5: différents types des fibres de carbone.

Figure II.6.: Fibres d'aramide

Figure II.7 : La plante d'Alfa

Figure II.8:Structure typique de la fibre lignocellulosique (i) non traitée et (ii) et après traitement alcalin

Figure II.9:Réaction de traitement par la soude

Figure III.1 : fibre d'Alfa

Figure. III.2: Appareil pour la mesure de la viscosité

Figure III.3 : Test de réactivité de la résine.

Figure III.4 : Cycle de polymérisation de résine polyester (isophtalique)

Figure III.5 : Fibres de verre

Figure III.6: poudre de marbre

Figure III.7: Pied à Coulisse Numérique.

Figure III.8 : Balance électronique.

Figure III.9 : Etuve d'humidité.

Figure III.10: l'appareil d'IR (SHIMADZU FTIR-8300).

Figure III.11: l'appareil de l'ATG (équipement SHIMADZU TGA-51).

Figure III.12: L'appareil de DRX (X'Pert PRO MPD)

Figure III.13.1: préparation de la solution de NaOH de (2,5% ; 5% ; 7,5% ; 10%)

Figure III.13.2: Les fibres d'Alfa été immergée dans une solution de NaOH

Figure III.13.3: sécher les échantillons a la température ambiante pendant 24 heures

Figure III.13.4: sécher les échantillons dans l'étuve à 80C° pendant 5 heures.

Figure III.5: Après le séchage, broyage et tamisage les échantillons

Figure III.6 : Découpage les fibres d'Alfa en longueur de 1cm

Figure III.7 : Moule en bois utilisé durant l'élaboration.

Figure III.8: Préparation de la résine.

Figure III.9 : Préparation de matériaux composite

Figure III.10: Moulage de contact.

Figure III.11: Les éprouvettes de traction

Figure III.12: Machine d'essais YL Universel Testing Machines /20KN

Figure IV.1 : courbe FTIR d'Alfa selon l'effet des concentrations

Figure IV.2 : Courbe de Traction NTAF01

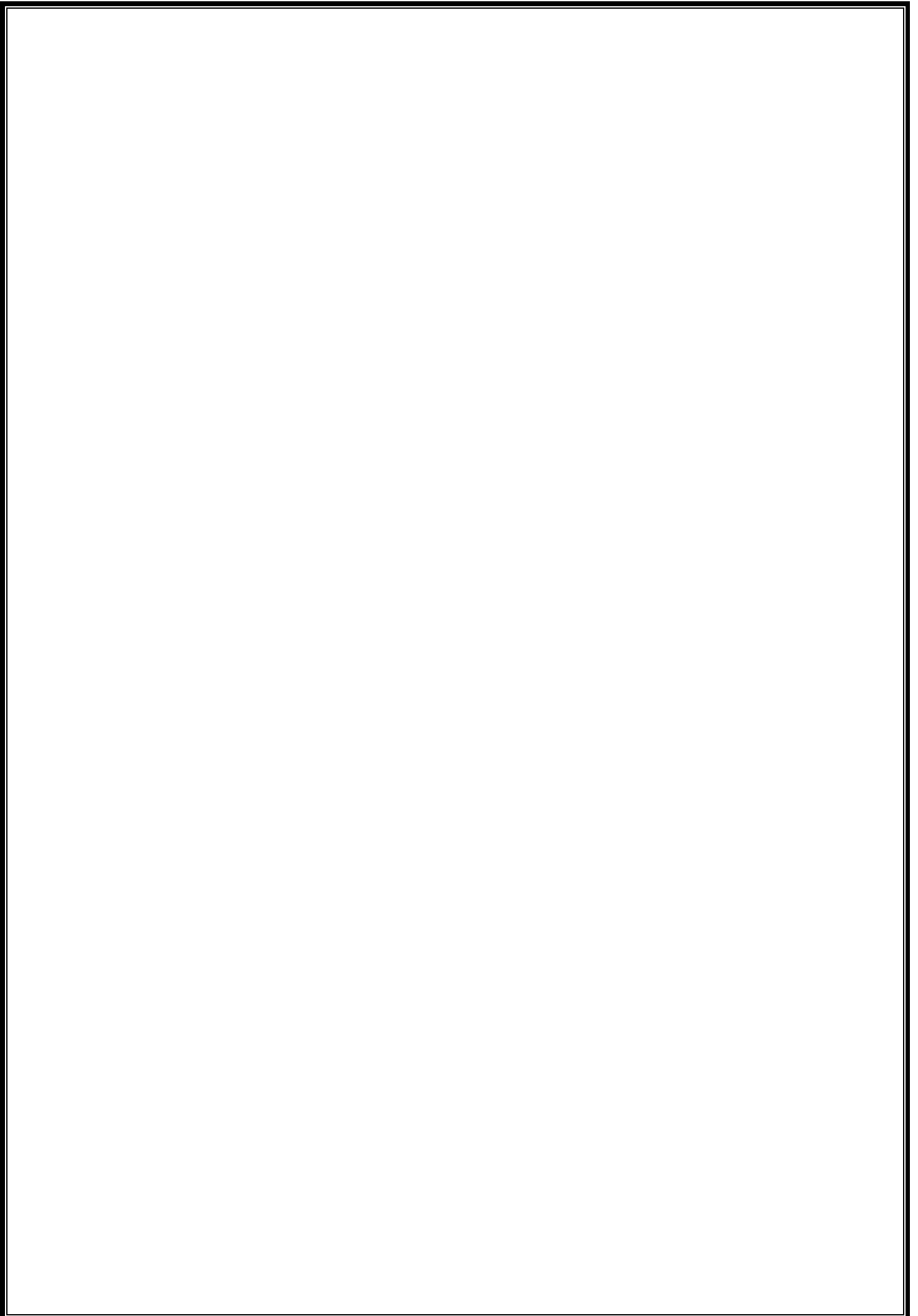
Figure IV.3 : Courbe de Traction AF2.5%.

Figure IV.2 : Courbe de Traction NTAF01

Figure IV.3 : Courbe de Traction AF2.5%.

Figure IV.6 : Courbe de Traction AF10%.

Figure IV.2 : Module de Young Selon les traitements



Résumé :

Le but et l'objectif de l'étude est l'exploitation des fibres végétales parce qu'il possède et caractérise une des propriétés physiques et chimiques, nous avons étudié l'effet du traitement chimique sur les fibres et leur propriétés par plusieurs méthodes nous les mentionnons le traitement par NaOH , tous cela pour développer et de caractériser un nouveau matériau composite à base de polyester de isophthalique renforcé par les fibres d'Alfa par ces différents traitements. Parmi les analyses utilisées afin d'identifier l'étendue de l'effet du traitement chimique, nous rappelons test (FTIR, Traction)

Mots Clés : Fibre végétale, Composites, Alfa, polyester d'isophthalique.

Abstract:

The purpose and the objective of the study is the operation of vegetal fibers; because it has physical features and chemical properties. we studied the effect of chemical treatment on the fiber and its properties by many methods we mention them: treatment with NaOH (effect concentration). All this to develop and characterize a new Alfa/ fiber reinforced isophthalic composite material by these different treatments. Among the tests used to identify the extent of the effect of the chemical treatment, we recall the test (FTIR .Traction) .

Key words: vegetal fiber , Composites, Alfa, polyester isophthalic

ملخص

تهدف هذه المذكرة لاستغلال الألياف النباتية لما تتمتع به خصائص كيميائية وميكانيكية، لقد قمنا بدراسة تأثير المعالجة الكيميائية بهيدروكسيد الصوديوم، بفعل التركيز كل هذا من أجل تطوير وتوصيف مادة مركبة جديدة مقواة بالألياف وحل مشكلة عدم توافق واجهة الألياف النباتية المصنوفة البوليميرية بواسطة هاته المعالجة.

كما اظهر التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء من بين التحاليل المطبقة قصد معرفة مدى تأثير

المعالجة الكيميائية والميكانيكية على الألياف النباتية

الكلمات الدالة: الألياف النباتية، المركبات، الحلفاء، المصنوفة البوليميرية

SOMMAIRE

Introduction général	1
Chapitre I : Les Fibres végétales	
I.1. Introduction	5
I.1.1. Les fibres naturelles	5
I.1.1.1. Fibre végétale	5
I.1.1.2. Fibre animales	5
I.1.1.3. Fibres minérales	5
I.2. Généralités sur les fibres végétales	6
I.2.1. Définition de la fibre végétale	6
I.2.2. Classification des fibres végétales	6
I.2.3. Avantages et inconvénients dans l'utilisation des fibres végétales	6
I.2.4. Structure d'une fibre végétale	8
I.2.5. Composition chimique des fibres végétales	9
I.2.5.1. La cellulose	10
I.2.5.2. Les hémicelluloses	11
I.2.5.3. Les lignines	13
I.2.5.4. Les pectines	14
I.2.5.5. Les cires	15
I.3. Domaine d'application des fibres végétales	15
I.4. Alfa	16
I.4.1. Présentation de la plante alfa	16
I.4.2. Nomenclature botanique	17
I.4.3. Répartition géographique	17
I.4.4. Morphologie de la plante alfa	18
I.4.5. Structure chimique	19
I.4.6. Domaine d'application	20
I.4.6.1. Les tiges d'Alfa	20
I.4.6.2. Les fibre d'Alfa	21
Références Bibliographiques Chapitre I	
Chapitre II : Les matériaux composites	
II.1. Introduction	26
II.2. Définition des matériaux composites	26
II.3. Constitution d'un matériau composite	27
II.3.1. Matrice	27
II.3.1.1. Différentes types de matrice	28
II.3.1.1.1. Les matrices organiques	28
II.3.1.1.2. Les matrices thermodurcissables	29
II.3.2. Les renforts	30
II.3.2.1. Différentes familles des renforts	31
II.3.2.1.1. Fibres de verre	31
II.3.2.1.2. Fibres de carbone	32
II.3.2.1.3. Fibres aramides	33
II.3.2.1.4. Fibres céramiques	33
II.3.2.1.5. Fibres d'Alfa	34

II.3.3. Les additifs	34
II.3.4. Les charges	35
II.4. Classification des matériaux composites	35
II.5. Les avantages et les inconvénients d'un matériau composite	36
II.6. Traitement chimique	37
II.6.1. Traitement alcalin	37
II.6.2. Traitement par le permanganate	38
II.6.3. Traitement par le silane	39
II.6.4. Traitement par l'acétylation	39
Références Bibliographiques Chapitre II	
Chapitre III: Méthodes et matériel utilisés	
III.1. Introduction	43
III.2. Matériaux et produits utilisés	43
III.2.1. Choix de la fibre végétale Alfa	43
III.2.2. Résine	44
III.2.2.1. Test de propriété rhéologique de la résine	44
III.2.2.2. Test de réactivité (temps de gélification)	45
III.2.2.3. Propriétés de résine iso phtalique	46
III.2.3. Fibres de verre	46
III.2.4. Le filler utilisé (marbre)	48
III.3. Produits utilisés	49
III.4. L'appareillage	50
III.4.1. Pied à coulisse numérique	50
III.4.2. La balance électronique	50
III.4.3. L'étuve de séchage pour les dés humidification	51
III.4.4. L'essai spectrométrique (Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF)	51
III.4.5. L'analyse thermogravimétrique (ATG)	53
III.4.6. Unité de diffraction des rayons X	54
III.5. Protocole	56
III.5.1 Organigramme	56
III.5.2. Prétraitement de fibre	57
III.5.3. Traitement alcalin par NaOH	57
III.5.3.1. Effet des concentrations	57
III.5.4. Préparation des composites	59
III.5.4.1 Découpage les fibres d'Alfa	59

III .5.4.2. Préparation des moules	59
III .5.4.3. Préparation de la résine	60
III .5.4.4. Préparation des matériaux composites	60
III .5.4.5. L'essai de Traction	60

Conclusion

Références Bibliographiques Chapitre III

Chapitre IV: résultats discussion

IV .1. Introduction	65
IV .2. Analyse spectroscopique par infrarouge	65
IV .3. Traction	67
IV .3.1. Courbe de traction	67
IV .3.2. Module de Young	69

Conclusion général	71
---------------------------	----

Introduction général :

Au cours de ces dernières années, l'utilisation de fibres végétales comme renfort dans les matériaux composites a connu un essor considérable [1-4]. Ce gain d'intérêt provient de la combinaison de plusieurs avantages tels que : faible coût, faible densité, non-toxicité, hautes propriétés spécifiques, aucune abrasion pendant le traitement, et la possibilité de recyclage. Cependant, il y a un certain nombre de difficultés associées à l'intégration de ces fibres dans les matrices polymères, en particulier l'incompatibilité fibre matrice. L'adhérence fibre-matrice peut-être améliorée par la modification de la topologie de la surface de la fibre. De divers traitements permettent la modification de la surface des fibres. Ces traitements améliorent la mouillabilité de la fibre avec la matrice et créent un lien fort à l'interface fibre-matrice. Une bonne adhérence à l'interface contribue à son tour, à l'amélioration du transfert de charges entre les fibres et la matrice et par conséquent de meilleures propriétés mécaniques sont accrues [5].

Plusieurs techniques de modification de surface des fibres naturelles ont fait l'objet de nombreuses citations dans la bibliographie [1,6,7]. La technique la plus utilisée est le traitement alcalin [1-5]. Le processus d'alcalinisation affecte les fibres naturelles et apporte une nette performance vis à vis la qualité de l'adhérence fibre-matrice. Ce traitement augmente la surface de contact fibre/résine. Certains auteurs préconisent que cette amélioration est due à l'élimination des composés non cellulosiques (couches cuticules cireuses, huiles et impuretés) de la surface. Ainsi, il conduit à une amélioration de la liaison interrassiale entre la fibre et la matrice [1-5]. Le traitement alcalin est souvent pratiqué pour extraire la lignine résiduelle, l'hémicellulose, et à éliminer les impuretés naturelles et artificielles. Il permet aussi de promouvoir la fibrillation des faisceaux [4]. La concentration de l'alcali, la température et le temps de traitement des fibres sont des paramètres essentiels du processus de traitement. L'optimisation de ces paramètres contribue à l'amélioration des propriétés mécaniques du matériau composite [8]. En revanche, le traitement alcalin peut avoir un effet néfaste sur les fibres végétales. Par conséquent, il y a des risques d'endommagement des fibres une fois que les conditions de traitement ne sont pas optimisées [9].

L'utilisation de fibres végétales comme renfort de matériaux composites présente plusieurs avantages. Premièrement, révolutionne peu à peu le paysage industriel, notamment dans l'automobile ou le facteur environnement est une valeur forte, outre le critère de légèreté auquel répondent idéalement les fibres végétales, ces dernières participent à l'amélioration de

la recyclable des véhicules. Ces fibres sont largement disponibles à faible coût et leur utilisation en construction constitue de nouveaux débouchés pour les matières agricoles d'autre part, D'autre part, la valorisation des fibres végétales permet la réduction des impacts environnementaux par rapport aux composites conventionnels puisque ce sont des matières premières renouvelables, biodégradables, neutres vis-à-vis des émissions de dioxyde de carbone (CO₂) et demandant peu d'énergie pour être produites. Dans les pays moins industrialisés, les fibres végétales sont une alternative économique et surtout écologique aux fibres synthétiques traditionnelles (fibres métalliques, minérales ou polymériques) [10]. De nos jours, plusieurs types de fibres végétales sont utilisées : le lin, le chanvre, le jute, le sisal, le kenaf, le bois.

Cette étude est une contribution allant dans ce sens. En effet, la mise en valeur des richesses végétales produites par le sol Algérien contribuera largement au développement économique de notre pays.

L'Alfa, le crin végétal et le liège se trouvent abondants en Algérie. Leurs récoltes et leurs industrialisations peuvent être une source de revenus considérables pour des populations entières.

L'Alfa est une plante très intéressante du point de vue économique. L'abondance de cette plante dans les régions steppiques permet d'envisager son utilisation pour la production de matériaux composites à base de matrice polymérique. Les fibres végétales, bien qu'elles possèdent de nombreuses qualités, présentent aussi certains inconvénients majeurs lorsqu'il s'agit de les associer aux polymères thermoplastiques. En effet, la présence des groupements hydroxyles à la surface des fibres leur donne un caractère hydrophile. Ce dernier les rend incompatibles avec la matrice polymérique à caractère fortement hydrophobe. La modification de la surface des fibres est généralement nécessaire pour créer des liaisons entre la fibre et la matrice.[11]

Ce mémoire est composé de trois chapitres :

Le premier chapitre est consacré, à l'étude bibliographique sur les fibres naturelles (définition, caractéristiques générales, classification, avantages et inconvénients...).

Le deuxième chapitre, on s'intéresse à une étude sur les composites à base de fibre naturelles, nous apportons une connaissance des matériaux composites en présentant les différents constituants des composites et traitements chimiques.

Le troisième chapitre est de parler sur les travaux réalisés sur les fibres d'alfa et
Le quatrième chapitre résulte d'une discussion.

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

References

- [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] Alvarez VA., Vázquez A., Influence of fiberchemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of MaterBi-Y/sisal fiber composites, Composites: Part A, 37, 1672–1680, 2006.
- [3] Sreekala MS., Kumaran MG., Seená J., Maya J., Oil Palm Fibre Reinforced Phenol Formaldehyde Composites: Influence of Fibre Surface Modifications on the Mechanical Performance, Applied Composite Materials, 7, 295–329, 2000.
- [4] Al-Khanbashi A., Al-Kaabi K., Hammami A., Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: Fiber Characterization, Polymer Composites, 26, 486-497, 2005.
- [5] Al-Kaabi K., Al-Khanbashi A., Hammami A., Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: DPF/Polyester Composite properties, Polymer Composites, 26, 604-613, 2005.
- [6] Rout J., Misra M., Tripathy SS, Nayak SK., Mohanty AK., The influence of fibre treatment on the performance of coir-polyester composites, Composites Science and Technology, 61, 1303–1310, 2001.
- [7] Bledzki AK., Reihmane S., Gassan J., Properties and Modification Methods for Vegetable Fibers for Natural Fiber Composites, Journal of Applied Polymer Science, 59, 1329-1336, 1996.
- [8] Gassan J., Bledzki AK., Possibilities for improving the mechanical properties of jute/epoxy composites by alkali treatment of fibres, Composites Science and Technology, 59, 1303-1309, 1999.
- [9] Eichhorn SJ., Baillie CA., Zafeiropoulos N., Mwaikambo LY., Ansell MP., Dufresne A., Entwistle KM., Herrera-Franco PJ., Escamilla GC., Groom L., Hughes M., Hill C., Rials TG.,

Wild PM., Review Current international research into cellulosic fibres and composites, Journal of Materials Science, 36,2107–2131, 2001.

[10] C.Magniont, « Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources », Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France, 2010, p343.

[11] BENMEDOUR, D. (2012). Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de fibre végétale.

The background features a decorative graphic consisting of three blue circles of varying sizes, each with a darker blue center and a lighter blue outer ring. These circles are arranged in a vertical line, with the largest at the top and bottom, and a smaller one in the middle. Two thin, light blue lines intersect at the top left and extend diagonally across the page, framing the circles and the text.

Chapitre I

Etude bibliographique sur les fibres végétales

I.1. Introduction :

L'idée d'utilisation des fibres par l'homme dans divers domaines pratiques est très ancienne. Dès l'antiquité, les fibres d'origines végétales ont été utilisées dans la fabrication des Cordes et des textiles. La première utilisation des fibres comme renfort pour certains matériaux traditionnels a été observée dans la fabrication des briques argileuses ou dans des plâtres. Les fibres utilisées à l'époque étaient pratiquement des fibres végétales. Ultérieurement, la naissance de la fibre industrielle, suite aux développements technologiques, a augmenté les champs d'application des fibres dans plusieurs domaines.

Aujourd'hui, avec les nouvelles contraintes liées à la protection de l'environnement, les efforts des chercheurs sont actuellement orientés vers le renforcement des matériaux composites par des fibres végétales. L'idéal serait de concevoir un matériau biodégradable ou encore recyclable, qui après un certain temps de service, aurait accompli sa fonction.[1]

I.1.1 .Les fibres naturelles:

Les fibres naturelles sont subdivisées en trois grands groupes selon leur origine :[2-4]

I.1.1.1 Les fibres végétales qui comprennent :

- Les Fibres agricoles : parmi celles-ci, on cite :
 - ✓ les fibres provenant des poils séminaux de gaines (coton kapok).
 - ✓ les fibres libériennes extraites de la partie extérieure de la tige de plantes telles que le lin, le chanvre, le jute, la ramie ...
 - ✓ les fibres dures extraites de feuilles (sisal, l'abaca, alfa).
 - ✓ les fibres extraites d'enveloppes de fruits ou de graines (noix de coco, le coton,...).
 - ✓ les fibres extraites des tiges ou des troncs (chanvre de manille par exemple).
- Fibres de bois :
 - ✓ Issues d'arbres à feuilles caduques.
 - ✓ Issues de conifères.

I.1.1.2 Les fibres animales :

Elles proviennent des poils, telle que la toison animale et parfois les sécrétions telle que la soie.

I.1.1.3 Les fibres minérales:telles que le basalte et l'amiante.

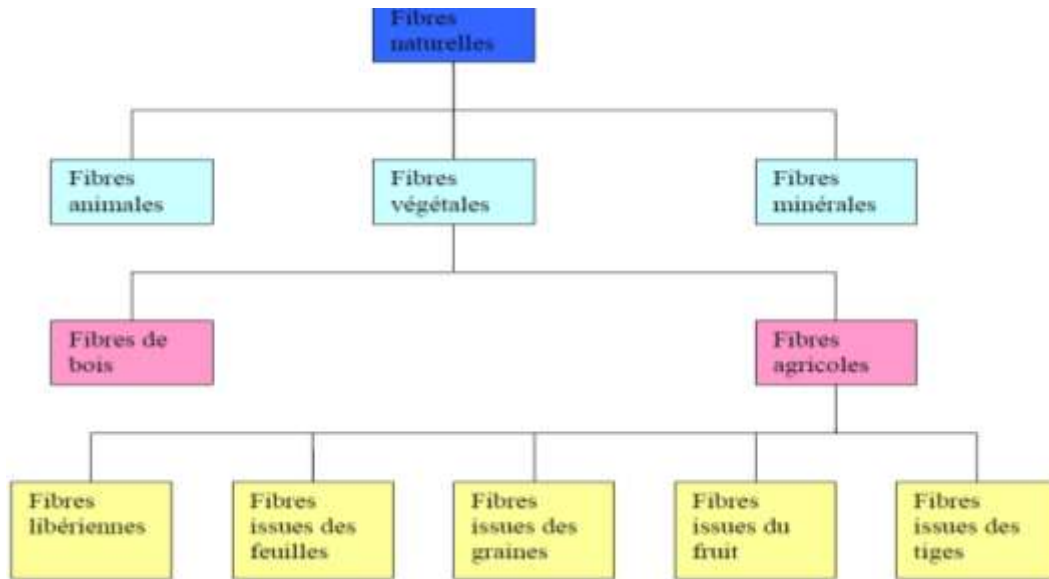


Figure I .1: Classification des fibres naturelles(2)

I-2 Fibres végétales

I-2-1-Définition de la fibre végétale

Les fibres végétales sont des structures fibreuses biologiques constituées de trois composants de base de la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Elles sont également composées de petites proportions de matières extractibles, de protéines et de certains composés inorganiques. Les proportions de ces composants varient considérablement selon le type de fibres végétales (jute, bois, sisal, kénaf , etc.) et leur âge [5]

I-2-2-Classification des fibres végétales

Il existe plusieurs critères de différenciation des fibres:

- ✓ suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (Kénaf , jute, lin, ramie), et de feuilles (Sisal, abaca , paille de graminée).
- ✓ Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigides provenant de matériaux ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois et les fibres non ligneuses (douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que le kénaf, le chanvre, le sisal, le jute et le lin) .
- ✓ Suivant leur longueur, les fibres végétales peuvent être groupées en deux catégories : fibres longues, dites libériennes, provenant des tiges et d'écorce de tiges de plantes annuelles.

Elles sont douces, tandis que les fibres longues issues de feuilles ou de troncs d'arbre sont plus dures et plus rigides à cause de leur richesse en lignine. et fibres courtes ou étoupes qui sont associées aux fibres longues. [6]

I.2.3. Avantages et inconvénients des fibres végétales :

Dans le tableau I.1 présente les avantages et les inconvénients des fibres végétales comme renfort de matériaux composites. La biodégradabilité des fibres peut être considérée comme un avantage, mais elle peut présenter aussi un inconvénient. Pour le recyclage, c'est un avantage certain. De toute manière, il n'existe pas de pièces industrielles à durée de vie illimitée. Tout matériau est voué à devenir déchet. L'utilisation de ce type de matériau (à base de fibres végétales) impose, par une conception réfléchie, de placer la structure en matériaux composites en dehors des conditions de biodégradabilité. Cette démarche est appliquée depuis longtemps pour les ouvrages en bois qui sont très sensibles à certaines conditions d'environnement climatique extrêmes.[1]

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

Tableau 1 : Avantages et inconvénients des fibres végétales comme renfort de matériaux composites.[1]

I-2-4-Structure de la fibre végétale

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de microfibrille 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[1] , Les fibrilles sont organisées en hélice et forment un angle avec l'axe de la fibre appelé « angle microfibrillaire »[7]

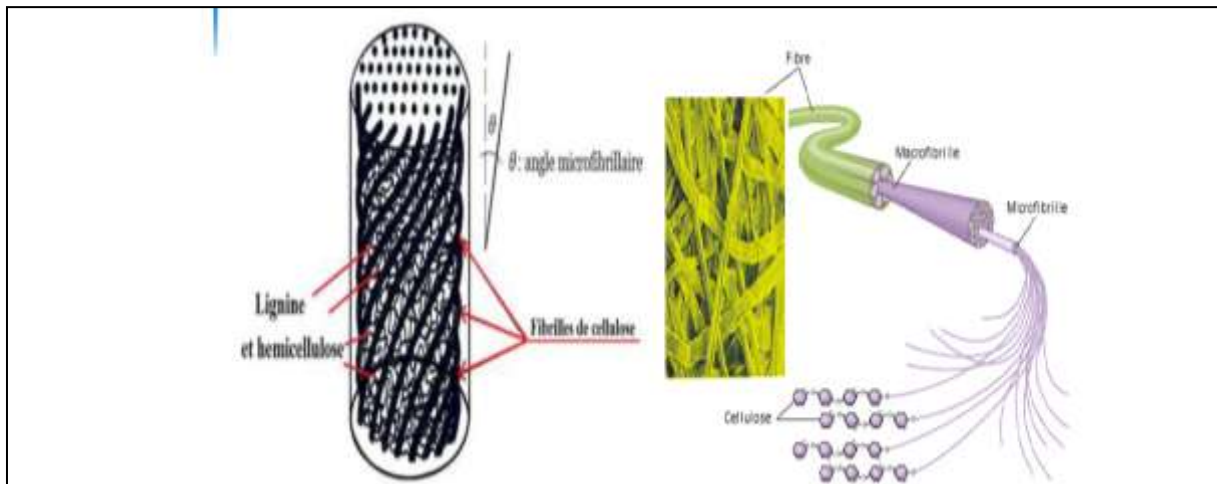


Figure I. 2 .Structure de fibre végétale(3)

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 microfibrilles(S1, S2, S3).[6]

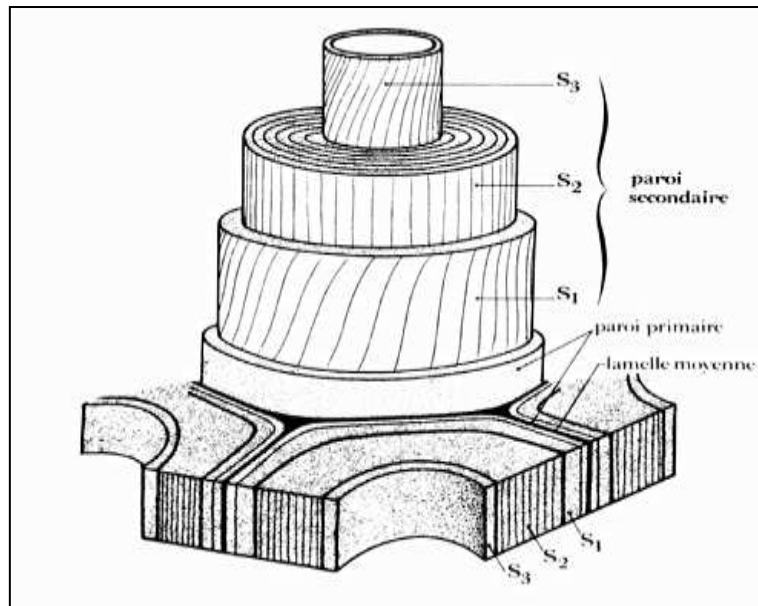


Figure I.3 : Structure détaillée d'une fibre végétale vue perspective d'une paroi lignee, d'après Rolland (1980).(6)

I-2-5 Composition chimique des fibres végétales

La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale.[8]

La composition chimique varie d'une plante à une autre et dépend de l'espèce, de l'âge de la plante, des conditions climatiques, de la composition du sol et de la méthode d'extraction utilisée. Les fibres végétales se composent principalement de la cellulose, d'hémicellulose, de la lignine, de la pectine et des cires. Leurs proportions déterminent l'ensemble des propriétés de fibres.

Le Tableau 2 donne la composition chimique et les proportions en pourcentage de chaque substance (cellulose, lignine, hémicelluloses, pectine et cire) des fibres végétales les plus utilisées au monde [9]

Fibres	Cellulose	Hémicelluloses	Lignine	Pectine	Cire
Coton	85 - 90	5.7	0.7 - 1.6	0-1	0.6
Lin	71	18.6 - 20.6	2.2	2.3	1.7
Chanvre	70 - 74	17.9 - 22.4	3.7 - 5.7	0.9	0.8
Jute	61.1 - 71.5	13.6 - 20.4	12 - 13	0.2	0.5
Ramie	68.6 - 76.2	13.1 - 16.7	0.6 - 0.7	1.9	0.3
Sisal	66 - 78	10 - 14	10 - 14	10	2
Coco	32 - 43	0.15 - 0.25	40 - 45	3 - 4	-
Alfa	45	24	24	5	2

Tableau I. 2. Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales(8)

I-2-5-1 La cellulose

La cellulose est le polymère naturel le plus abondant dans la nature. 830 millions de tonnes de cellulose sont produits annuellement par photosynthèse. Il s'agit d'un homopolymère formé par l'enchaînement d'unités de cellobiose (formé de 2 unités de glucose) liées entre elle par une liaison glucosidique β -(1 4).[7]

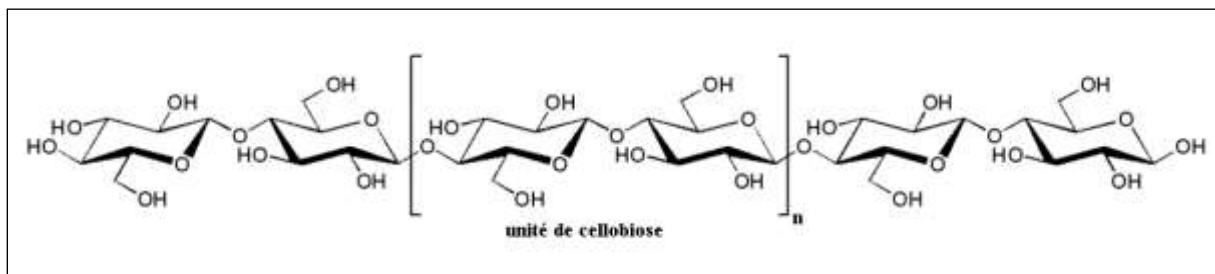
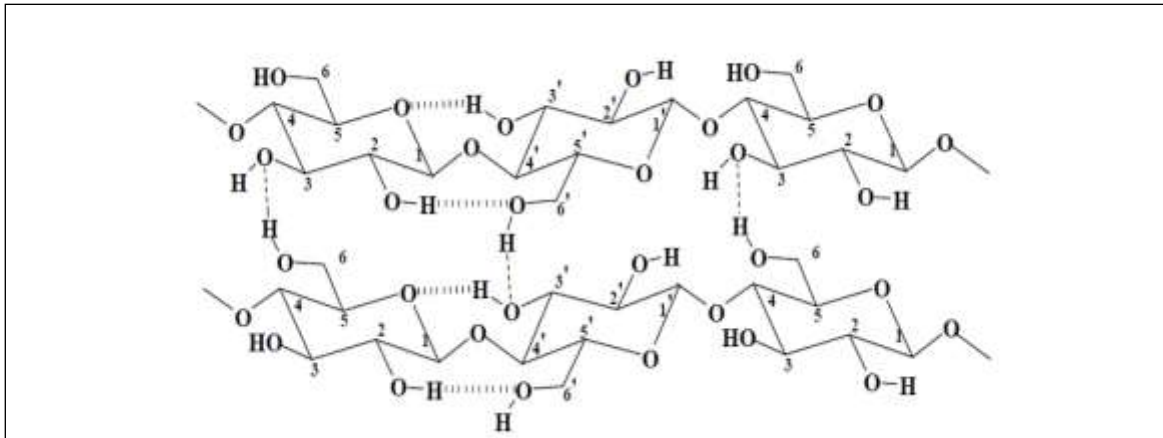


Figure I.4.1: Structure chimique de la cellulose(5)

La cellulose est peu soluble dans les solvants organiques usuels du fait de son fort degré de cristallinité. Elle peut cependant être solubilisée dans divers systèmes comme les complexes métal/amine (solutions d'hydroxyde de cuprammonium ou cupriéthylènediamine, les oxydes d'amines tertiaires cycliques (N-méthylmorpholine-N-oxyde ou MMNO, Johnson, 1969) ; plus récemment, la cellulose a été solubilisée dans le système chlorure de lithium [10]



N,N-diméthylacétamide (McCormick, 1981).

Figure I.4.2 : Liaisons hydrogène intra- et intermoléculaires dans la cellulose.(6)

➤ Utilisations de la cellulose :

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

Et aussi utilisé pour produire :

- ✓ Les matériaux de friction (freins) ;
- ✓ les nappes tramées, les produits d'isolation thermique et phonique ;
- ✓ des produits divers utilisés en industrie agroalimentaire, comme les boyaux artificiels pour la charcuterie ;
- ✓ des additifs alimentaires (agents de texture) ;
- ✓ les films pour pellicules photographiques [11]

I-2-5-2Hémicelluloses :

On désigne par hémicellulose tout polysaccharide soluble dans l'eau et pouvant être extrait de la paroi des cellules végétales par des solutions acides.

Les hémicelluloses sont une classe de polymères très variés (de nombreux monomères et de nombreux branchements différents). Elles sont donc assez mal définies. Dans

leurs états naturels, leur structure est fonction de l'espèce végétale. Elles ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300. La figure II.11 montre les unités mono saccharidiques les plus représentatives des différentes familles d'hémicelluloses. Ce sont des polysaccharides dont la chaîne principale linéaire est constituée respectivement de xylose, de mannose et de galactose[12 ,13]

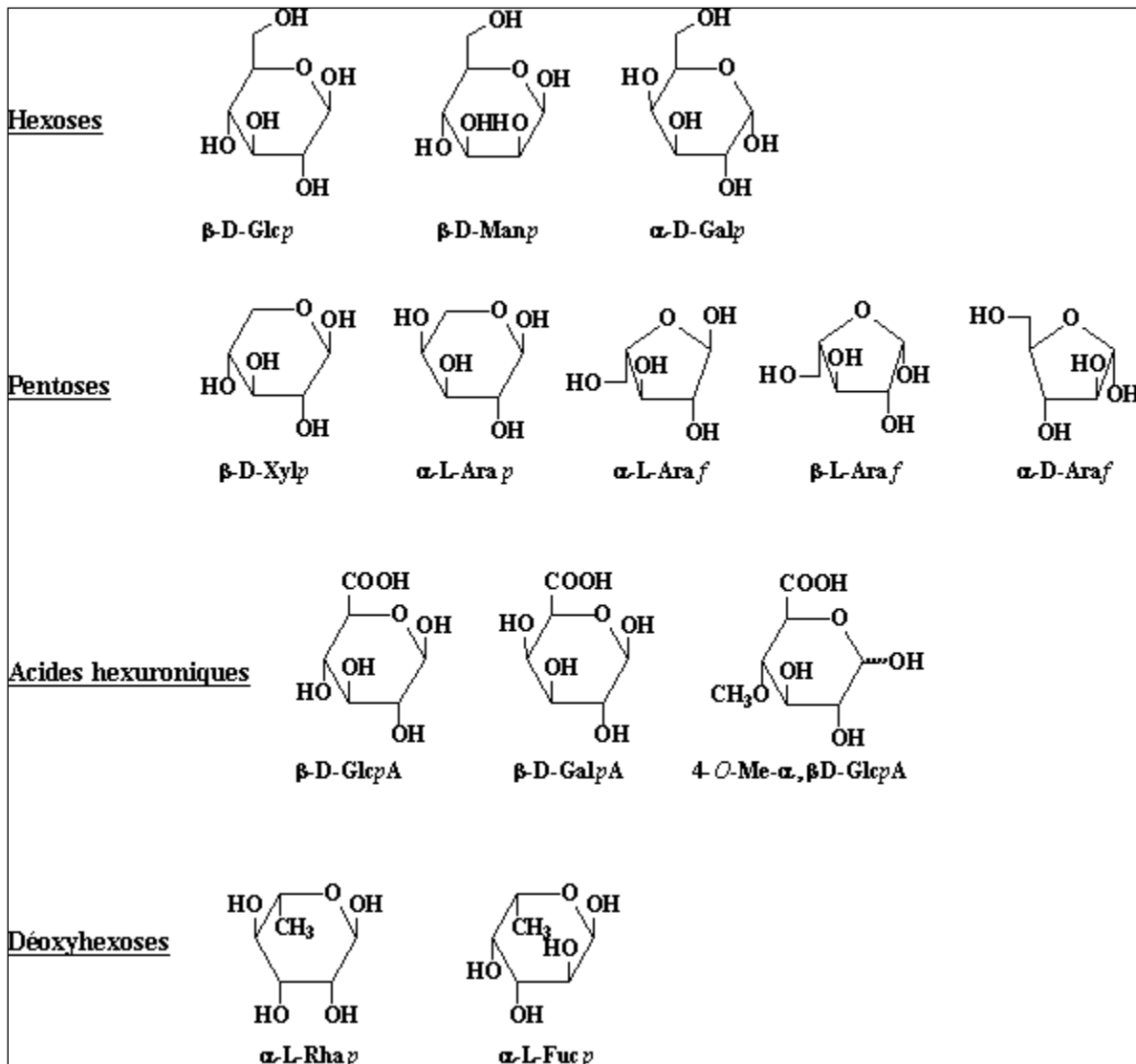


Figure I.5: Principaux glucides constituant les hémicelluloses(4)

➤ **Utilisations de l'hémicelluloses :**

Les hémicelluloses sont utilisées comme additifs alimentaires, épaississants, émulsifiants, agents gélifiants, adhésifs et adsorbants dans des domaines comme la médecine,

l'agroalimentaire, la cosmétique et la pharmacie. Les hémicelluloses sont aussi utilisées pour l'obtention de dérivés esters ou éthers[14]

I-2-5-3 Les lignines :

De polymères tridimensionnels résultant de la copolymérisation de trois monomères aromatiques qui sont : l'alcool coumarylique, l'alcool coniférylique et l'alcool sinapylique (Figure 6.1). La structure de la lignine est variable selon la nature de l'espèce végétale. On donne un exemple de structure de lignine sur (la figure 6.2).

La proportion majeure de lignine se trouve au niveau de la paroi secondaire (70 %), le reste se trouve au niveau de la lamelle moyenne. C'est le constituant qui confère la rigidité aux parois des plantes en incrustant la cellulose et l'hémicellulose. La lignine est une macromolécule de poids moléculaire élevé, totalement amorphe et hydrophobe. C'est un polymère thermoplastique ayant une température de transition vitreuse égale à 90°C et une température de fusion aux alentours de 170°C. Il est résistant à l'hydrolyse acide, soluble dans les solvants alcalins à chaud, oxydable et condensable avec le phénol [Jacob John and Thomas, 2008]. En général, les fibres ayant une faible teneur en cellulose possèdent au contraire une teneur élevée en lignine .[7]

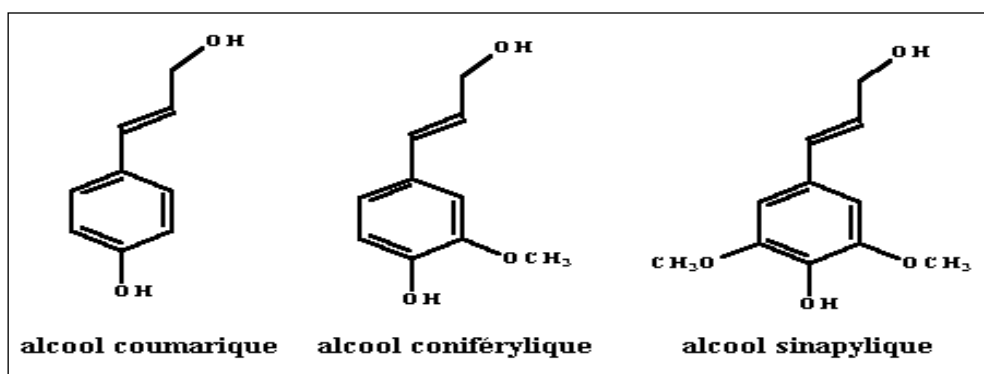


Figure I.6.1: Structure chimique des unités composant la lignine(4)

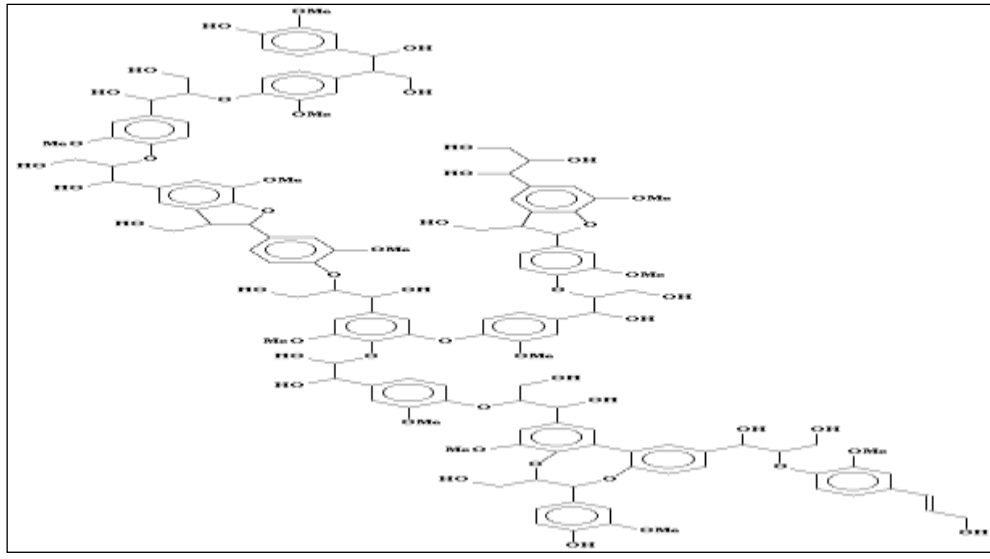


Figure I.6.2: Exemple de structure tridimensionnelle de la lignine

La lignine est peu sensible à la dégradation biologique et contribue à la protection naturelle des végétaux contre certaines attaques parasitaires [13]

I-2-5-4 Les pectines :

Les pectines font également partie des plantes, plus spécifiquement de leurs tiges et de leurs fruits. Quant à l'alfa, les pectines se trouvent dans les tiges.

La fonction des pectines est la liaison des faisceaux de fibres. Leurs structures ressemblent beaucoup à celles des hémicelluloses. En outre, pendant la maturation des fruits, des pectines sont souvent transformées en hémicelluloses, ce qui montre la similarité entre les deux structures. [15]

Les pectines sont des polysaccharides acides dont la chaîne principale est composée de monomères d'acide uronique liés en 1-4 Régulièrement, des molécules de rhamnus s'intercalent entre ces monomères par des liaisons 1-2 et 1-4. Certaines de ces unités ramones portent des chaînes latérales composées d'oses neutres parmi lesquels le galactose et l'arabinose sont les plus abondants. Ce type de liaison entre les molécules d'acide uronique et de rhamnose forme des coudes (Figure 19). La macromolécule de pectine ressemble à un zig-zig. Cet agencement lui confère des propriétés particulières. Elle procure une certaine flexibilité aux plantes[16]

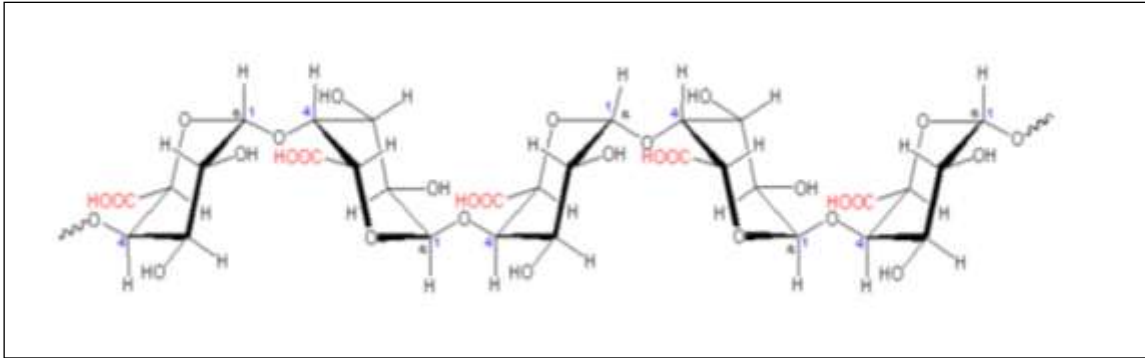


Figure I.7 : Représentation de la molécule de pectine(11)

I-2-5-5 Cires

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

Les lipides de surface des plantes sont extrêmement divers. Ils comprennent des composés aliphatiques alicycliques et à longue chaîne. Parmi les lipides les plus courants se trouvent les hydrocarbures, les esters de cire, les cétones, les alcools et les acides gras. Et parmi les lipides moins courants se trouvent les hydroxycétones, les esters méthyliques et éthyliques d'acides gras et d'acide benzoïque, les estolides et d'autres composés, ont également été identifiés [17]. La structure et la composition de la couche des cires peuvent varier tout au long de la plante et de la tige.[18]

I.3. Domaine d'application des fibres végétales

Depuis l'année 2002, la production des fibres végétales a été pour la première fois insuffisante pour répondre à la demande qui ne cesse d'augmenter avec l'intérêt croissant des industriels [19].

Ce qui n'est pas étonnant puisqu'au cours des dernières années, les contextes économique et environnemental ont permis l'émergence de nouveaux débouchés pour les fibres végétales jusqu'ici cotonnées aux secteurs du papier et du textile. Les industries montrent un intérêt croissant pour ces fibres qui ne manquent pas d'atouts pour la fabrication de matériaux composites alliés aux polymères et trouvent de nouvelles applications dans la plasturgie, le bâtiment et dans l'automobile. On trouve aussi ces composites dans l'électroménager, les emballages, le secteur pharmaceutique, les cosmétiques et bien d'autres domaines.

D'après un rapport publié par la FAO (Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture) au cours de l'année internationale des fibres naturelles en 2009, l'une des applications les plus courantes ces dernières années est celle des membranes en nanocomposites à fibres végétales, qui servent de membranes aux dispositifs électro-acoustiques pour produire un son de haute qualité, les membranes pour cellules combustibles (hydrogène); les membranes ultrafiltrantes (purification de l'eau); et les membranes utilisées pour récupérer les minéraux et les huiles.[20]

I.4. La fibre d'Alfa

La connaissance approfondie de cette graminée a préoccupé depuis longtemps plusieurs chercheurs. L'étude de cette plante, sa biologie et son écologie ont attiré l'attention de TRABUT dès 1889. Parmi les espèces les plus fréquentes et les plus représentatives des formations végétales des hautes plaines algériennes, l'Alfa reste la plus importante. En Algérie, les groupements à Alfa s'étendent sur plus de 3,5 millions d'hectares répartis sur les hautes plaines sur les mi-versants ainsi que sur les piedmonts de l'Atlas saharien. [21]

I.4.1. Présentation de la plante Alfa :

L'Alfa est une herbe vivace typiquement méditerranéenne, elle pousse en touffes d'environ 1m à 1m20 de haut formant ainsi de vastes nappes. Elle pousse spontanément notamment dans les milieux arides et semi arides, elle délimite le désert, là où l'Alfa s'arrête, le désert commence [9].



Figure I.8 : Touffes d'alfa.

I.4.2. Nomenclature botanique :

Cette plante appartient à la famille des Graminées, tribu des Stipes, genre Stipa. Ce genre comprend, outre l'Alfa (*Stipa tenacissima* L., seule espèce exploitée), environ 250 espèces dont 7 seraient rencontrées en Algérie [22].

Nom vulgaire : L'alfa, en anglais Esparto ; Nom scientifique: *Stipa tenacissima* L.

Classification [103]:	
Règne	Plantae
Sous règne	Tracheobionta
Super Division	Spermatophyta
Classe	Liliopsida
Ordre	Poales
Famille	Poaceae
Genre	<i>Stipa</i> L.
Espèce	<i>Stipa tenacissima</i> L.

Tableau I.3 : Classification et Nomenclature de la fibre Alfa

I.4.3. Répartition géographique :

L'Alfa (de l'arabe Halfa) ou Sparte (Espartograss en Anglais) occupe une aire géographique bien délimitée. Originaire des régions arides et semi arides méditerranéennes à l'exclusion des secteurs désertiques: Afrique du Nord (le Maroc, l'Algérie la Tunisie, et la Libye) et Europe du Sud (l'Espagne, le Portugal et l'Italie) [23, 24].

La localisation étroite de cette Graminée assure aux pays cités un monopole en ce qui concerne son exploitation et sa vente sous forme de produit brut. La répartition territoriale connue à ce jour est représentée dans le (tableau.4)

Pays	Nombre d hectares
Algérie	4.000.000
Maroc	3.186.000
Tunisie	600.000
Lybie	350.000

Espagne	300.000
----------------	---------

Tableau I.4. Estimation de la répartition de l'Alfa en 2012 [5]

En Algérie, l'alfa est abondante dans la région oranaise, depuis le littoral jusqu'aux monts des Ksours, sur les hauts plateaux de la région de Ksar Chellala, Djelfa, autour de Boussada, jusqu'aux montagnes d'Ouled Nail et autour de Laghouat.

A l'est, elle se répartit surtout dans les régions ouest et sud de Setif, les Bibans, Boutaleb et Maadi. Elle couvre également une partie importante des versants de montagnes du massif des Aurès [21,25]. (La figure 9) montre les limites naturelles des hautes plaines occidentales algériennes ou l'alfa pousse.

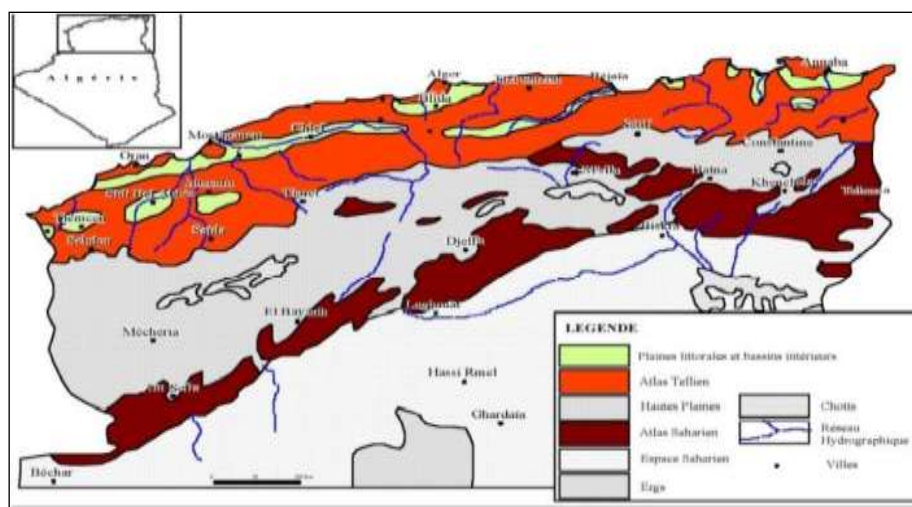
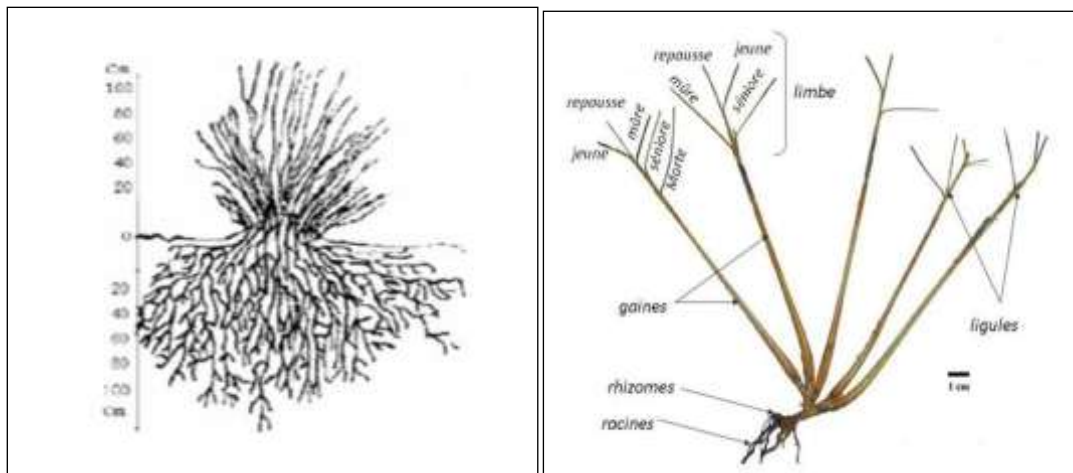


Figure I.9 : Limites naturelles des hautes plaines occidentales algériennes [12].

I.4.4. Morphologie de la plante d'Alfa :

La plante est plutôt une grande herbe dure au lieu d'une plante « normale » avec une grande tige avec des ramifications et des feuilles. Par contre, beaucoup de tiges poussent en forme de cercle (du vue d'en haut) en se partageant la même racine. Les tiges peuvent atteindre une hauteur d'un mètre, et les racines une profondeur de plus d'un mètre. Les racines sont très ramifiées avec beaucoup de nœuds où de nouvelles racines secondaires commencent [26].



Figure

I .10.1. : Représentation de la plante Alfa **Figure I.10.2. : Morphologie de la plante d'Alfa**

I.4.5. Structure chimique :

Hormis l'eau qui reste la molécule indispensable pour la survie de n'importe quelle espèce végétale, les cellules végétales se composent principalement de polymères à base de sucre (glucides) qui sont combinés avec de la lignine et d'autres produits d'extraction en quantités moindres. La composition chimique varie d'une plante à une autre et dépend de l'espèce, de l'âge de la plante, des conditions climatiques, de la composition du sol et de la méthode d'extraction utilisée. Les fibres végétales se composent principalement de la cellulose, d'hémicellulose, de la lignine, de la pectine et des cires. Leurs proportions déterminent l'ensemble des propriétés de fibres [27].

Tout d'abord il est intéressant de connaître la répartition des différents composants de l'alfa. O. Akchiche, A.B. Marchak et Y.G. Butko ont publié en 1987 des résultats d'analyses chimiques. Ils ont trouvé 74.5% d'hydrocarbures, parmi lesquelles la cellulose, l'hémicellulose et les pectines, et 18.5% de lignine. Les taux des composants varient selon la source [28]

Matière	[8] (%)	[6] (%)	[7] (%)	[9] (%)
Cellulose	43,81	45	45	47,63
Lignine	18,76	23	24	17,71
Cendres	4,66	2	2	5,12
Silica	1,76			
Hémicellulose/Pectines	28,4	25	24	22,15
Cires		5	5	
Extraction et autres	2,61			7,39
Somme (%)	100	100	100	100

Tableau I.5 : la composition chimique d'alfa

I.4.6. Domaines d'applications :

Les applications de l'Alfa sont multiples et diversifiées, et peuvent être classées en 2 catégories selon la nature de la matière :

I.4.6.1 Les tiges de l'Alfa :

- ✓ **Applications artisanales** : Ces tiges, une fois filées ou tressées, s'emploient pour la fabrication de cordages et d'objets de sparterie (tels que : des tapis, des paniers, des paillassons, des plateaux, des ficelles ...). L'utilisation artisanale par les riverains qui habitent dans les régions alfatières peut être évaluée à 50 kg/ménage/an (Figure 11).
- ✓ **Pâturage** : Les nappes alfatières constituent un espace pastoral de réserve tant pour le bétail (bœufs, moutons, chameaux...) que pour la faune sauvage (gazelle...). Du fait qu'elle est relativement délaissée par les animaux en présence d'autres ressources pastorales plus appétentes, vu sa faible valeur alimentaire, elle constitue un énorme stock qui permet la survie des animaux pendant les années de disette.
- ✓ **Combustible** : Le pouvoir calorifique supérieur de l'alfa varie de 4666 Kcal/kg pour les brins de 1 an et de 5160 et 5163 Kcal/kg pour les brins âgés de 2 ans et de 3 ans respectivement, ce qui lui confère un usage énergétique important sous forme de briquettes combustibles en remplacement ou d'appoint au bois de feu [29].



Figure I.11. Des exemples d'artisanat Alfatière (des paniers, des paillassons, des espadrilles...)

I.4.6.2 Les fibres de l'Alfa:

- ✓ **La pâte à papier** : A la fin du 19^{ème} siècle, le papier d'Alfa est apparu, c'est un papier de bonne qualité qui met bien en évidence la valorisation de cette plante et lui donne une grande importance économique. La pâte à papier représente la branche qui consomme le plus d'Alfa (la Société Nationale de Cellulose et de Papier Alfa (SNCPA – Tunisie) produit 25.000 tonnes de papier et 12.000 tonnes de pâte par an) (Figure 12) [30]. Cette pâte est essentiellement utilisée dans la fabrication du papier noble usage, du papier cigarette, du papier filtre et du papier condensateur (diélectrique).
- ✓ **Non tissés** : Des travaux ont été effectués afin de remplacer des fibres de verre et decarbonate, qui ont un coût élevé influençant le prix de revient du produit fini. Les non tissés sont utilisés comme couche de renfort pour des emboitures dans le domaine orthopédique par exemple [31].
- ✓ **Composites** : Analogiquement, des études ont été réalisées pour développer des composites à base de fibres d'Alfa dans une matrice de polypropylène, de polyester ou de PVC. Ce recours aux fibres naturelles se produit de plus en plus de nos jours afin de réaliser des composites biodégradables avec des bonnes performances mécaniques et acoustiques et avec moins d'impact sur l'environnement. Mais ce type d'application connaît quelques difficultés pour la mise en œuvre telles que des problèmes de cohésion avec la matrice utilisée [32-33].

Par ailleurs, la feuille d'Alfa fournit également des sous-produits puisqu'elle possède des acides gras insaturés, notamment l'acide oléique et l'acide linoléique, pouvant être valorisés dans le domaine diététique et des cires utilisées pour les cosmétiques.

Malgré cette diversité d'utilisations, l'Alfa n'est donc utilisée qu'à son état primitif (des tiges) ou bien en fibres très courtes n'ayant aucune performance mécanique (composites et non tissés) ou encore sous forme de pâte. C'est alors dans ce cadre que se situe notre travail qui va consister à extraire les fibres techniques avec une longueur et des propriétés mécaniques suffisantes pour être transformées en fils.[9]



Figure I.12 : Illustrations de la pâte d'Alfa commercialisée par la SNCPA

I.5. Conclusion

L'optimisation des propriétés mécaniques des composites à base de fibres naturelles passe donc essentiellement par une amélioration de l'interface polymère/fibre. En effet, une forte adhésion à l'interface est nécessaire pour un transfert de contrainte efficace. On utilise, à cet effet, des méthodes physiques ou chimiques telles que :

- Caractérisation des matériaux;
- Développement de produit et choix des polymères;
- Adaptation des procédés de transformation;
- Développement de formulations à base du renfort.[34]

REFERENCES

- [1]. La ETDE, Scientifique R, Obtenir P, Diplome LE, En DEM, Mecanique G. Présenté par Mademoiselle BENMEDDOUR DJAMILA Elaboration et caractérisation d ' un matériau composite à base de fibre végétale : Application à la plante d ' Alfa . 2012;2011–
- [2]. Hervé Bindi(Carma) ; Joël Léveque (Atout-Veille) et Alain Parisse, (COMPOSITEC), Les fibres composites d'origine naturelle. Conférences techniques, les 6èmes rencontres technologiques, ISITV-Valette-du-Var, France, 28 septembre 2006.
- [3]. Eva Rogge, Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'alfa (Espartgrass) en vue d'applications textiles, mémoire de master, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud-Alsace (UHA) , 2009-2010.

- [4]. CARMA, Glossaire des matériaux composite renforcés de fibres d'origine renouvelable, (Centre d'Animation Régional en Matériaux Avancés). Actualisation décembre 2006, France, 2006
- [5]. F. Michaud, « Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post formage », Thèse Phd, univ Laval, 2003, p256.
- [6]. Khinech S, Negoudi H. Etude de comportement mécanique des composites biosourcés. 2015;2015.
- [7]. Naceur M. Remerciements.
- [8]. Lamia Y. Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss). 2011;23.
- [9]. Dallel M. Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil. Thèse Dr Univ Haute Alsace. 2012;154.
- [10]. Recherche D De. UNIVERSITE DE LIMOGES Faculté des Sciences et Techniques. 2010
- [11]. S. Binet, S. Malard, M. Ricaud, A. Romero-Hariot et B. Savary, « Fibres de cellulose », Institut National de Recherche et de Sécurité (INRS), Fiche Toxicologique, 2011, p9.
- [12]. D, Hatsch, "Interaction hôte/pathogène : étude du modèle *Cumulus lupulus*/*Fusariumgraminearum*. Identification, génomique et transcriptomique du pathogène," thèse de doctorat de l'université de Louis Pasteur Strasbourg I, Sciences du Vivant – Aspects moléculaires et cellulaires de la biologie.2004.
- [13]. 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.
- [14]. A. Gandini et M. N. Belgacem, « La chimie des substances renouvelables», L'actualité chimique, 2002, p6-14
- [15]. Abou U, Belkaid B. Mémoire Remerciements. :1-68.

- [16]. D. T. Vi Vi, « Matériaux composites fibres naturelles/ polymère biodégradables ou non », thèse de doctorat, Université de Grenoble, 2011
- [17]. E.N. Dubis, A.T. Dubis, J.W. Morzycki, « Comparative analysis of plant cuticular waxes using HATR FT-IR reflection technique », *Journal of Molecular Structure*, 1999, p173-179.
- [18]. E. Rogge, « Extraction et Etude des Propriétés Physiques et Mécaniques des Fibres d'Alfa (Esparto Grass) en vue d'Applications Textiles », Rapport de recherche dans le cadre du programme ERASMUS, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud-Alsace Mulhouse, France, 2010, p84
- [19]. ACHOUR A. Etude des performances des mortiers renforcés de fibres naturelles: valorisation des plantes locales 2017.
- [20]. Maria B. Intitulé Effet des techniques d' extraction des fibres végétales sur leurs caractéristiques physiques chimiques et mécaniques Soutenu devant le jury composé de : 2019;
- [21]. Site web: arabistar.blogspot.com/2012/03/generalites-sur-lalfa.html (Arabistar : Le spécialiste de la flore en Algérie).
- [22]. Laumont P, Berbigier A. L'Alfa et l'Expérimentation alfatière en Algérie. *Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliquée* 1953;33:125-40.
- [23]. Maghchiche A, Haouam A, Immirzi B. Extraction and characterization of Algerian Alfa grass short fibers (*Stipa Tenacissima*). *Chemistry & Chemical Technology* 2013:339-44.
- [24]. Brahim SB, Cheikh RB. Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite. *Composites Science and Technology* 2007;67:140-7.
- [25]. Ozenda P., 1954. Observation sur la végétation d'une région semi-aride: Les Hauts Plateaux du sud algérois. *Bull. Soc. Hist. Nat. Afr. Nord*, 45 (3-4): 189-223. Alger.
- [26]. Eva Rogge, Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'ALFA (Espartograss) en vue d'applications textiles, Ecole Nationale Supérieure

d'Ingénieurs Sud-Alsace (UHA), Filière Textile et Fibres, sous la direction de prof. Jean-Yves Drean.

[27]. Paiva M.C., Ammar I., Campos A.R., Cheikh R.B., Cunha A.M., Alfa fibres : Mechanical, morphological and interfacial characterization, *Composites Science and Technology*, 67, 2007, 1132-1138.

[28]. Peters R.H., *Textile Chemistry II: Impurities in Fibres; Purification of Fibres*, First edition, Elsevier publishing company, 1967, 374p


[29]. « L'alfa : Importance écologique et socio-économique », Portail de l'agriculture marocaine, *Terre et Vie*, N°61-62, (Novembre 2002).

[30]. Le site de la Société Nationale de Cellulose et de Papier Alfa
<http://www.sncpa.com.tn>

[31]. M.Ben Hassen « Elaboration de non tissés à base de fibres d'alfa » disponible sur : non-woven.blogspot.fr

[32]. S.BenBrahim and R.BenCheikh « Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite », *Composites Science and Technology*, Volume 67, Issue 1 (2007)

[33]. B.Vermeulen « Réalisation de prothèses orthopédiques en fibres naturelles : Des matériaux composites de fibres de verre substitués par des composites de fibres d'Alfa », *Le Journal de l'Ecole Nationale Supérieure des Arts et Industries Textiles*, Fil d'Ariane N°:24 (Mai 2008) .



Chapitre II

Matériaux composites et traitement chimique

II.1 Introduction

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

Les matériaux composites sont vieux comme le monde. Il y a plusieurs millénaires, les artisans de l'Égypte ancienne augmentaient déjà les propriétés mécaniques des briques par une adjonction de paille courte à l'argile fraîche. Certains matériaux naturels comme le bois (fibre de cellulose dans une matrice de lignine) et l'os (mélange complexe de collagène et de phosphate de calcium) sont des matériaux composites.

Il n'existe pas de définition simple d'un matériau composite. En effet, un grand nombre de matériaux modernes sont des alliages. Ils sont constitués d'un mélange à l'échelle microscopique de plusieurs phases, de structure et de composition chimiques ou mécaniques des matériaux. D'une manière stricte, certains alliages (ex. polystyrène chargés par des substances minérales divisées ($\text{TiO}_2\text{-CaCO}_3$) constituent également des matériaux composites ou des céramiques comme la porcelaine.[2]

Les matériaux composites sont utilisés dans de nombreux domaines tels que le domaine de transport, de sports et de loisirs, de bâtiment, ou encore de médecine. En chaque domaine d'application, les performances remarquables des matériaux composites sont à l'origine de solutions technologiques innovantes.[3]

II.2. Définition d'un matériau composite :

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux matériaux de natures différentes, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont les performances sont supérieures à celles des composants pris séparément. Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase discontinue, appelée renfort ou matériau renforçant, est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue, appelée matrice(Figure1)[4].

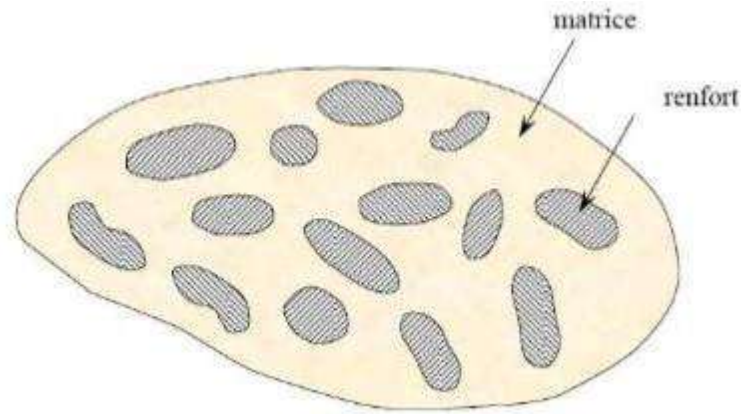


Figure II.1: Représentation schématique d'un matériau composite [5].

II.3. Les constituants des matériaux composites :

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

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

II.3.1. Matrices :

La matrice est composée d'une résine et de charges dont le but est d'améliorer les caractéristiques de la résine tout en diminuant le coût de production d'un point de vue mécanique, l'ensemble résine-charge se comporte comme un matériau homogène, et le composite considéré comme constitué d'une matrice et d'un renfort. La classification des

type de matrice et donner sur la figure 2.[5]

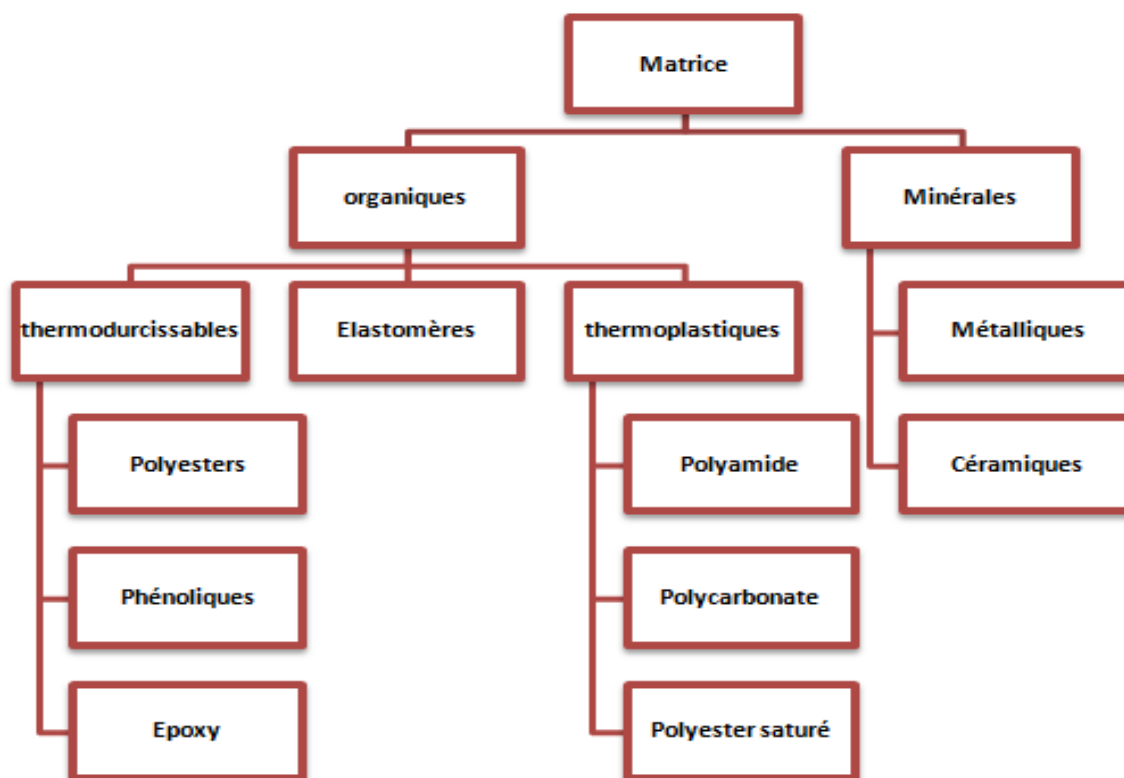


Figure II.2 : Différents types de matrice.

II.3.1.1. Différents types de matrice :

II.3.1.1.1. Matrices organiques

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

- ❖ Faible densité ;
- ❖ Faible coût ;
- ❖ Bonnes propriétés mécaniques ;
- ❖ Bonne résistance thermique ;
- ❖ Bonne résistance aux solvants et à l'humidité ;
- ❖ Bonne adhésion aux fibres ;
- ❖ Bonne résistance au feu et à l'émission des gaz toxiques [7]

II.3.1.1.2. Matrice thermodurcissables (TD)

Les thermodurcissables sont jusqu'à présent les plus utilisées dans l'industrie des composites à matrice organique du fait de leurs propriétés mécaniques et de leur stabilité une fois transformés. Elles subissent une transformation irréversible et durcit lors montée en température au cours de la polymérisation lors de la montée en température en formant un réseau tridimensionnel de monomères liés par liaisons covalentes. Après le traitement thermique les résines transforment en produits essentiellement infusibles et insolubles, ne peut être formé qu'une seule fois, Généralement associées à des fibres longues ou continues. Aussi Ces résines sont exceptionnellement utilisées avec renforts, en raison de leur fragilité [8,9]. Les principales résines thermodurcissables sont : les résines époxydes, les résines polyesters insaturés, les résines de condensation.

➤ Les résines époxydes

Les résines les plus utilisées après les résines polyesters insaturées sont les résines époxydes. Elles sont préférentiellement utilisées pour les composites hautes performances [10]

➤ Les résines de condensation

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

1. Les résines phénoliques sont les plus anciennes des résines thermodurcissables. Elles présentent une excellente stabilité dimensionnelle, une bonne tenue à la chaleur, une bonne résistance aux agents chimiques, de bonnes caractéristiques mécaniques et un faible coût [11].
2. Les caractéristiques des résines aminoplastes sont voisines de celles des résines phénoliques. Aux avantages de ces résines, il faut ajouter : la possibilité d'utilisations alimentaires et la possibilité de colorer les résines [11].
3. Les résines furaniques sont assez peu utilisées à cause de leur coût, trois fois plus élevé que les résines polyesters. Parmi leurs avantages : un durcissement plus rapide que les résines phénoliques et une grande inertie vis-à-vis des agents chimiques corrosifs [11].

➤ Les résines polyesters insaturés

Un polyester insaturé est une résine linéaire de polyester basée sur les acides dibasiques et les alcools dihydriques ayant la capacité de se réticuler avec des monomères de vinyle dans le but de produire des copolymères thermodurcissables. Elle est le plus mise en œuvre dans matériaux composites [12].

Suivant leur module d'élasticité, les résines polyesters sont classées en : résines souples, résines semi-rigides et résines rigides. Les résines habituellement utilisées dans la mise en œuvre des matériaux composites sont du type rigide [11].

Aussi il existe différents types de résines :

- Ortho phtalique : la plus courante.
- Iso phtalique : qui donne une meilleure tenue à l'humidité.
- Chlorée : apportant une auto exigibilité.
- Bisphénol : possédant de bonnes caractéristiques chimiques et thermiques [13].

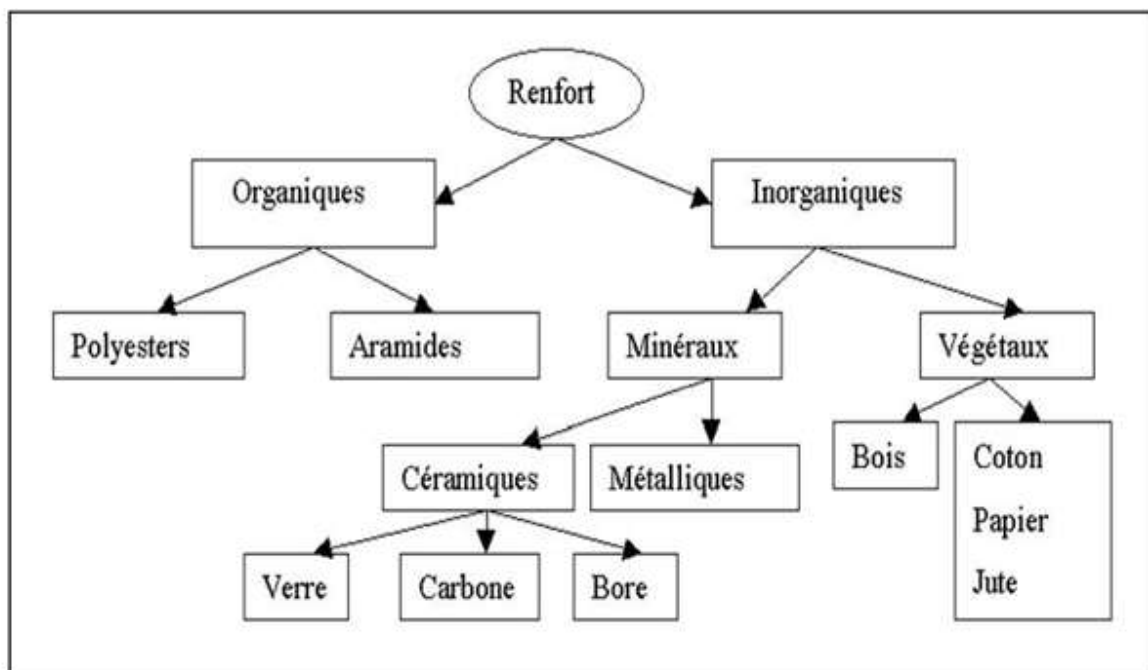
Les avantages et les inconvénients de polyesters insaturés sont représentantes dans le tableau. II .2.

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

Tableau II.1:Les avantages et les inconvénients de polyesters insaturés

II.3.2. Renforts :

Les matériaux de renfort confèrent aux composites leurs caractéristiques mécaniques : rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc. Ces renforts permettent également d'améliorer certaines des propriétés physiques : comportement thermique, tenue en température, tenue de feu, résistance à l'abrasion, propriétés électriques, etc. les caractéristiques recherchées pour les renforts sont : des caractéristiques mécaniques élevées, une masse volumique faible, une bonne compatibilité avec les résines, une bonne facilitée de mise en œuvre , un faible coût,ect[14].



FigureII. 3 : Différentes familles des renforts

II.3.2.1. Différentes familles des renforts :

II.3.2.1.1. Les fibres de verre :

Elles constituent le renfort essentiel des composites de grande diffusion. Elle est obtenue à partir de sable (silice) et (alumine, carbonate de chaux, magnésie, oxyde de bore) (Figure 16).

On distingue trois types de fibres [16]

E : pour les composites de grande diffusion et les applications courantes.

R : pour les composites hautes performances.

D : pour la fabrication de circuits imprimés (propriétés diélectriques).

Les meilleures propriétés étant obtenues pour les plus fortes proportions de silice (verre 65%).



Figure II.4: différent type de fibre de verre.

➤ **Les avantages de fibres de verre**

- Rapport performances mécaniques /prix
- Bonne résistance spécifique (pour verre R)
- Bonne adhérence avec toutes les résines (existence d'ensimage)
- Tenue à température élevée
- Dilatation et conductivité thermique faible
- Bonne propriétés électriques

➤ **Les inconvénients de fibres de verre**

- Faible module (par rapport à la fibre de carbone ou d'aramide)
- Vieillissement au contact de l'eau. [17]

II.3.2.1 .2. Les fibres de carbone :

Elles sont fabriquées à partir de fibres de polymère (par exemple Poly acrylonitrile) préalablement tissées, et carbonisées sous tension en plusieurs étapes, Oxydation (100 à 200°C), puis pyrolyse (1500-2500 °C). on distingue deux types de fibres (Figure 17) [18]

-fibres haute résistance (HR) : pour une combustion de 1000 à 1500 °C ;

-fibres haut module (HM) : pour une température de combustion de 1800 à 2000 °C.



Figure II.5: différents types des fibres decarbhone.

II.3.2.1.3.Fibre d'aramide : Souvent appelée KEVLAR® de prix élevé (20 euros/kg), la fibre

D'aramide est issue de la chimie des polyamides aromatiques. Il est possible de trouver deux Types de fibres d'aramide de rigidités différentes [19]

- les fibre basse module : utilisées pour les câbles et les gilets pare-balles.
- les fibres haut module : employées dans le renforcement pour les composites hautes Performances.

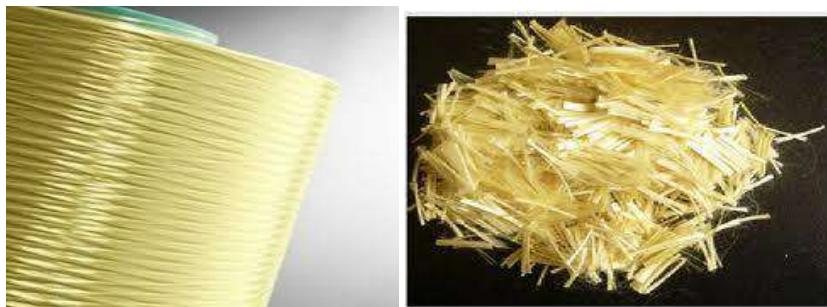


Figure II.6 : Fibres d'aramide.

II.3.2.1.4.Fibre céramiques :

Composites de type céramiques sont souvent constitués de renforts et délatrice en céramique. Les fibres sont élaborées par dépôt chimique en phase vapeur sur un fil support. Ces fibres sont rencontrées dans des applications où la température est très élevée entre 500°C et 2 000°C. Ces matériaux sont utilisés notamment dans les parties chaudes des moteurs d'avions. Quelques exemples de fibres céramiques [18]

- fibres de Carbure de Silicium
- fibres de Bore
- fibres de Bore carbure de silicium

II.3.2.1.5. Les fibres d'alfa

Est une plante vivace de la famille des graminées Le nom latin d'alfa est *Stipa*, le nom anglais est *Spart Grass*. La plante est une graminée et est un membre de la famille des herbes. C'est une plante permanente qui ne disparaît pas pendant l'hiver et qui pousse indépendamment formant des nappes. Grâce à la faible consommation d'eau, l'alfa est endémique dans la région méditerranéenne d'Ouest, une région plutôt sèche. Elle pousse abondamment en Afrique du nord (Figure 4). On estime que le Maghreb peut produire annuellement 525 milliers de tonnes. En Algérie, l'alfa peuple essentiellement les hautes plaines steppiques. Exactement dans la région de Laghouat ; Djelfa, Djebel Mâadid et elle se trouve aussi à Oran et l'axe Saïda et Nâama [21].



Figure II.7: La plante d'Alfa

II. 3.3. Les additifs :

Ils sont nécessaires pour assurer une adhérence suffisante entre le renfort fibreux et la matrice et de modifier l'aspect ou les caractéristiques de la matière à laquelle ils sont ajoutés. Les additifs se trouvent en faible quantité (quelques % et moins) et interviennent comme :

- Lubrifiants et agents de démoulage.
- Pigments et colorants.
- Agents anti-retraits.
- Agents anti-ultraviolets.
- Accélérateur.
- catalyseur[22]

II.3.4. Les charge :

Sont toute substance inerte, minérale ou végétale, qui ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés mécaniques et électriques ou thermiques. Ces charges sont améliorer l'aspect de surface ou bien et réduire le prix de revient du matériau transformé [23]. [3] Centre d'animation régional en matériaux avancés, « glossaire des matériaux composite », Document, Actualisation décembre 2004, p33.

II.4. Classification des matériaux composites :

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on classe Généralement trois familles en fonction de la nature de la matrice [24]

- **Les composites à matrices polymère ou organique (CMO)** ; telles que les polymères Organiques (résine thermodurcissable ou thermoplastique) [25] ; qui constituent, de loin, les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle [24].
- **Les composites à matrices céramiques (CMC)**, réservés aux applications de très haute Technicité et travaillant à haute température comme dans les domaines spatial, nucléaire et Militaire, ainsi que le freinage.
- **Les composites à matrices métalliques (CMM)**, Ces matériaux peuvent aussi être Classés selon la nature du renfort [25].

Les composites trouvent leurs principales applications dans le transport aérien, Maritime, ferroviaire, le bâtiment, l'aérospatial ainsi que les sports et loisirs, notamment grâce à leur bonne tenue mécanique comparable aux matériaux homogènes, plus résistants que l'acier et plus légers que l'aluminium. Les composites sont souvent désignés selon le type de renfort.

Ainsi, il existe des particules, des composites sandwichs, des composites à phases dispersée ou encore des composites fibreux [24]

II.1.4. Différence entre la matrice et Le renfort :

Le choix des constituants repose sur plusieurs critères. Le plus important est le fait que les matériaux associés ensemble doivent donner naissance à un composite ayant des propriétés plus intéressantes que celles de chaque matériau pris seul ; et ce pour répondre aux exigences de conception, fabrication, résistance et sécurité.

Dans un matériau composite, différentes phases coexistent. On peut donc distinguer la matrice, le renfort et l'agent de remplissage. La matrice constitue la phase continue à

l'intérieur du composite, alors que le renfort et l'agent de remplissage désignent la phase discontinue, dispersée d'une manière aléatoire. Il serait important de différencier entre le renfort et l'agent de remplissage. En effet, un renfort permet de promouvoir les propriétés mécaniques dans un composite, tandis qu'un agent de remplissage n'influence pratiquement pas ces dernières. Dans la plupart des cas, le recours à un agent de remplissage donne seulement lieu à une réduction de coûts de matière première, en substituant une fraction du matériau dispendieux par ce dernier.[6]

II.5. Les avantages et les inconvénients d'un matériau composite

Les composites sont préférés à d'autres matériaux parce qu'ils offrent des atouts liés à :

- ✓ Leur légèreté.
- ✓ Leur résistance à la corrosion et aussi à la fatigue.
- ✓ Leur insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants.
- ✓ Leur possibilité de prendre plusieurs formes, d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit. Inconvénients qui freinent leur diffusion :
- ✓ Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication.
- ✓ La gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte.
- ✓ L'industrie des matériaux composites doit donc aujourd'hui relever certains défis tels que :
- ✓ La maîtrise des émanations de produits organiques volatiles, par exemple le styrène.
- ✓ La maîtrise des procédés de transformations et des performances des matériaux qui sous-entend une très bonne connaissance des constituants mis en place.
- ✓ La mise en place de technologies et des filières pour la gestion des déchets en fin de vie qui est la partie la plus difficile à satisfaire en raison du caractère thermostable de la plupart des composites. [26]

Inconvénients des matériaux composites

- Mauvaise isolation acoustique (n'amortissent pas).
- La tenue au feu n'est pas bonne pour certaines catégories d'âmes.
- Les risques de flambement sont plus élevés que pour les structures classiques. [27]

II.6. Traitements chimiques

Généralité :

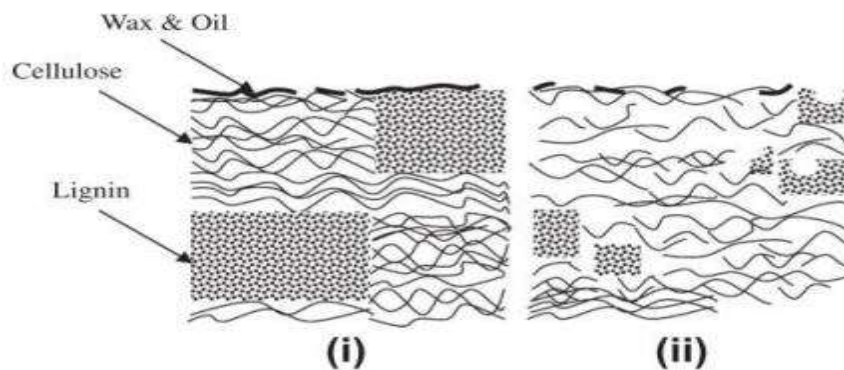
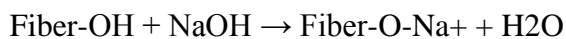
Les méthodes de traitements chimiques se caractérisent par leurs capacités à nettoyer la surface de la fibre, mais aussi à la modifier. Cela permet de limiter le procédé d'absorption de l'eau, d'améliorer l'état de surface ainsi que l'interface entre les fibres et la matrice. Plusieurs critères sont retenus pour le choix de la procédure : 1) efficacité , 2) absence de modifications interne de la fibre, 3) utilisation de produits accessibles à grandes échelles (industrialisation) et possédant un impact minimal sur l'environnement, 4) absence de techniques et d'instrumentation complexe.[28]

II.6.1 Traitement alcalin

Le traitement des fibres naturelles par l'hydroxyde de sodium (NaOH) est largement utilisé pour modifier la structure moléculaire cellulosique. Il modifie l'orientation des zones cristallines de la cellulose (Cellulose I → Cellulose II) [29 ,30] et forme plus de régions amorphes (Figure I.18).

Ceci augmente l'accessibilité des produits chimiques. Dans la région amorphe, les chaînes de cellulose sont séparées et des molécules d'eau s'insèrent entre ces chaînes. Le traitement alcalin diminue le taux des groupements –OH de la cellulose et forme des groupements –O-Na⁺ entre les chaînes moléculaires de la cellulose [31]. Ainsi, la sensibilité à l'humidité des fibres diminue. Ce traitement enlève également une partie des hémicelluloses, de la lignine, de la pectine, de la cire et des huiles [32,33].

La réaction qui a lieu pendant ce traitement est montrée ci-dessous.



figureII.8 : Structure typique de la fibre lignocellulosique (i) non traitée et (ii) et après traitement alcalin [29]

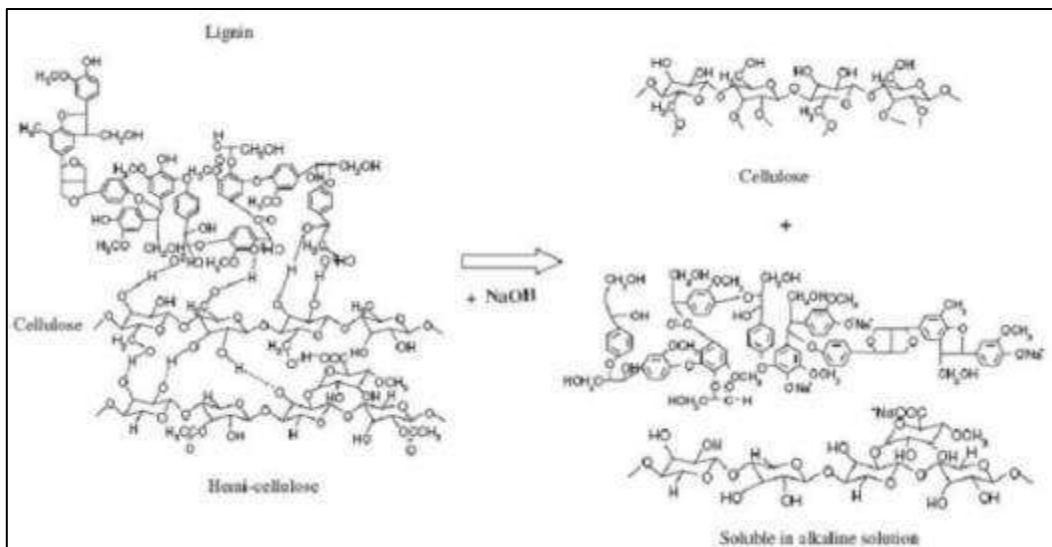
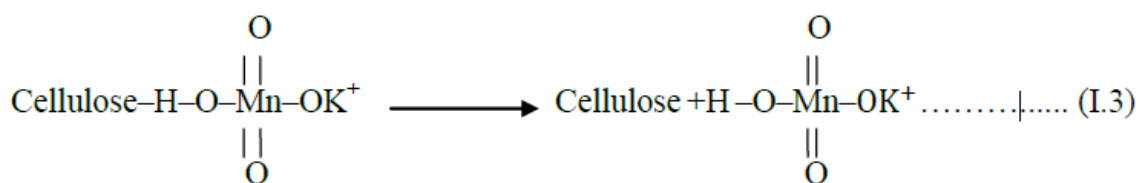
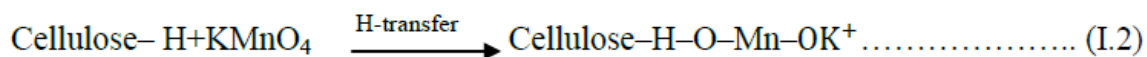


Figure II.9: Réaction de traitement par la soude[34].

II.6.2. Traitement par le permanganate

C'est l'une des meilleures technologies qui produisent un verrouillage mécanique entre les fibres et la matrice, et à partir de là, les liaisons entre les fibres végétales traitées et la matrice sont améliorées, car le permanganate stimule les réactions de greffage entre elles. Le permanganate, comme le permanganate de potassium (KMnO₄), rend la surface des fibres végétale rugueuse, et améliorer des propriétés de traction des composites [35,36].

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

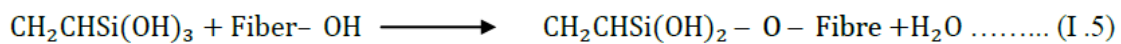


La plupart des traitements au permanganate sont effectués en utilisant une solution de permanganate de potassium (KMnO₄) (dans l'acétone) à différentes concentrations avec une durée de trempage allant de 1 à 3 min après un prétraitement alcalin [35,36].

II.6.3. Traitement par le silane

Le silane est un composé chimique de formule chimique Si . Ils sont utilisés comme agents de couplage pour améliorer l'adhérence entre les fibres naturelles et la matrice polymère [37,38] stabilisant le matériau composite [39].

Les agents de couplage silane peuvent réduire le nombre de groupes hydroxyle de cellulose dans l'interface fibre-matrice. En présence d'humidité, un groupe alcoxy hydrolysable conduit à la formation de silanols. Le silanol réagit ensuite avec le groupe hydroxyle de la fibre, formant des liaisons covalentes stables à la paroi cellulaire qui sont chimisorbées sur la surface de la fibre [37]. Les schémas de réaction sont donnés dans les équations (I .4) et (I .5) suivantes :

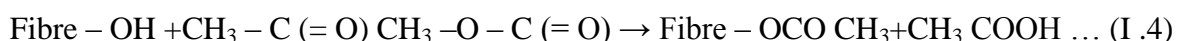


L'absorption de silane dépend de plusieurs facteurs, comme la température et le pH, le temps d'hydrolyse. Agrawal et al ont étudié l'effet de la modification chimique des fibres de palmier par le silane. Ils ont démontré que ce type de traitement augmente la compatibilité entre les fibres et la résine, et améliore la résistance de traction et la stabilité thermique des composites [40].

II.6.4. Traitement par l'acétylation

Le traitement par acétylation est une méthode utilisée pour modifier la surface des fibres végétales afin de la rendre moins hydrophile, et l'augmentation la stabilité dimensionnelle et thermique des composites [40], l'amélioration de l'adhésion fibre/matrice [41].

Dans la technique d'acétylation, la fibre végétale est trempée dans de l'anhydride acétique. L'anhydride acétique est préféré à l'acide acétique car ce dernier ne réagit pas suffisamment avec la cellulose. La modification chimique avec de l'anhydride acétique $\text{CH}_3 - \text{C} (= \text{O}) - \text{O} - \text{C} (= \text{O}) \text{CH}_3$ remplace les groupes hydroxyle polymère de la paroi cellulaire par des groupes acétyle, modifiant les propriétés de ces polymères afin qu'ils deviennent hydrophobes. La réaction de l'anhydride acétique avec la fibre est indiquée dans l'équation (I .4).



Références :

- [1] F. Er-romeysa, B. Hesna, L. Mahmoud, B. Azzedine, and L. Nouri, “Remerciements.”
- [2] P. Minist *et al.*, “Remerciement.”
- [3] A. Kenza, “Développement et caractérisation de matériaux à base du bois de palmier dattier adaptés aux applications de développement durable en Algérie,” 2018.
- [4] K.G.Satyanarayana ,GGC. Arizaga,F. Wypych , « Biodégradable composites based on lignocellulosic fibers »; Progress in Polymère Science, 34, 982–1021 (2009)..
- [5]GASMI, S., & BELGUENDOZ, C. (2020). *Elaboration et caractérisation d'un matériau composite renforcé par les fibres de paille de blé* (Doctoral dissertation, UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF-M'SILA).
- [7]Fathi, E. R., & Boudjellal, H. (2020). *Élaboration et caractérisation d'un matériau composite à base d'une résine thermodurcissables renforcé par la sciure de bois* (Doctoral dissertation, UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF-M'SILA)
- [8] C.Paris, « Étude et modélisation de la polymérisation dynamique de composites à matrice thermodurcissable», Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2011, p144.
- [9] L.Gornet, « Généralités sur les matériaux composites », Ecole centrale Nantes, France, 2011, p43..
- [10] C.Zapata.Massot, « synthèse de matériaux composite par Co-broyage en voie sèche et caractérisation des propriétés physico-chimique et d'usage des matériaux », Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse, 2004, p278.
- [11] J. M. Berthelot, « Matériaux composites comportement mécanique et analyse des structures », Tec & Doc, livre 4 éme édition 2005, p641.
- [12] M.Ladghem chikouche, « Renforcement d'un polymère (polyester insaturé) par des fibres végétales (Arundo donax) », Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas-Setif 1, 2016, p110.
- [13] F.Z.Yahi, « Caractérisation physique d'une fibre végétale (le DISS) », Mémoire de master, Université Mohamed Boudiaf – M'sila, 2016, p57.
- [14] Guerroum, C. E. (2020). *L'effet de traitement Corona des fibres Naturelles sur les propriétés mécaniques* (Doctoral dissertation, Univ M'sila).
- [16]CARMA, « *Glossaire des matériaux composites* », centre d'animation régional en matériaux avances, Décembre, 2006.

- [18] Laurent Gornet, «**Généralités sur les matériaux composites**»,
- [19] Lebrun, G. A. Comportement thermomécanique et durée de vie de composites à matrice céramique : théorie et expérience, Thèse de Doctorat n° 1606, Université de Bordeaux. 1996).
- [21] F.Saihed , «Elaboration et caractérisation des matériaux composites à fibres végétales», thèse de doctorat, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene,2014.
- [22] C. P .Neto, A. Seca, D. Fradinho, M.A. Coimbra, Domingues, F.Evtuguin, D. Silvestre, A. Cavaleiro, J.A.S. 1996. Chemical composition and structural features of the macromolecular
- [23] d'animation régional en matériaux avancés, « glossaire des matériaux composite », Document, Actualisation décembre 2004, p33.
- [24] . Toufik ACHOUR, « Étude des techniques de réparation des structures composite endommagées », Université de Mentouri Constantine année 2010/2011.
- [25] . Mohamed El Hadi BOURAHLI, Caractérisation d'un composite verre / époxy. Thèse doctorat, UNIVERSITE FERHAT ABBAS-SETIF 1, 2014.
- [26] i. rtsng d elaboration g caractérisation mécanique et h grothermique d unstrati fié renforcé par des fibres naturelles », Mémoire de Magister, université de M'Hamed AtsGr ,Aoumerdes ,2014.
- [27] M.Haddadi, «étude numérique avec comparaison expérimental des propriétés thermoplastique des matériaux composites à matrice polymère», Mémoire de master, Université Al Hadj Lakhdar, Batna, 2011, p91.
- [28] Guerroum, C. E. (2020). L'effet de traitement Corona des fibres Naturelles sur les propriétés mécaniques (Doctoral dissertation, Univ M'sila).
- [29] L. Y. Mwaikambo and M. P. Ansell, "Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 84, no. 12, pp. 2222–2234, 2002.
- [30] M. M. Kabir, H. Wang, K. T. Lau, and F. Cardona, "Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview," *Composites Part B: Engineering*, vol. 43, no. 7, pp. 2883–2892, Oct. 2012 .
- [31] M. J. John and R. D. Anandjiwala, "Recent developments in chemical modification and characterization of natural fiber-reinforced composites," *Polymer Composites*, vol. 29, no. 2, pp. 187–207, Feb. 2008.

- [32] L. Y. Mwaikambo, N. Tucker, and A. J. Clark, "Mechanical properties of hemp-fibre reinforced euphorbia composites," *Macromolecular Materials and Engineering*, vol. 292, no. 9, pp. 993–1000, 2007.
- [33] D. Ray, B. K. Sarkar, A. K. Rana, and N. R. Bose, "Effect of alkali treated jute fibers on composite properties," *Bulletin of Materials Science*, vol. 24, no. 2, p. 129, 2001.
- [34] [21] D. T. ViVi, « Matériaux composites fibres naturelles/ polymère biodégradables ou non », thèse de doctorat, Université de Grenoble, 2011
- [35] N. Chand, M. Fahim, « Tribology of natural fiber polymer Composites », India, 2008, p213.
- [36] K. Joseph, aS. Thomast, C. Pavithran, « Effect of chemical treatment on the tensile properties of short sisal fibre-reinforced polyethylene composites », Mahatma Gandhi University, India, 1996, p11.
- [39] R. Kozłowski, M. Władysław Przybylak, « Uses of natural fiber reinforced plastics, chapitre 14 (Natural fibers, Plastics and Composites), Kluwer Academic Publishers », 2004, pp 1-371.
- [40] P. K. Kushwaha, R. Kumar, « Effect of silanes on mechanical properties of bamboo fiber-epoxy composites », Indian Institute of Technology Delhi New Delhi, 2009, p718-723

The background features a decorative graphic consisting of three blue circles of varying sizes, each with a lighter blue ring around its center. These circles are arranged along a diagonal line that runs from the top-left towards the bottom-right. The largest circle is at the top, a medium-sized one is in the middle, and the smallest one is at the bottom. The circles are partially cut off by the edges of the page.

Chapitre III

METHODE ET MATERIEL UTILISE

III.1.Introduction :

Dans ce chapitre nous présentons les techniques et méthodes expérimentales des matériaux utilisés pour l'élaboration de matériaux composites renforcée par des fibres végétales(Alfa), ainsi que les essais exécutés au niveau de Maghreb-pipe M'sila . [1]Préalable des traitement des fibres , une étude sur le comportement d'une fibre végétale brute injectée dans une matrice en polyester insaturée a été effectuée .par la suite nous nous sommes intéressés à l'élaboration ,nous employée dans le moulage par contact . cette méthode de mis en œuvre est la première à avoir été employée dans le moulage de résines de polyester insaturé renforcée. Elle est d'une part utilisée pour la réalisation de pièces de toutes dimensions et précisément pour des pièces de forme relativement simple et d'autre part elle n'est pas couteuse .[2]

III .2.Matériaux et produits utilisés :

Les matériaux utilisés dans cette étude sont :

- Fibre d'Alfa (NTAF1, AF2_{2,5%} NaOH et à AF3_{5%}, à AF4_{7,5%}, à AF5_{10%} NaOH)
- La résine polyester insaturé.
- fibre de verre
- poudre de marbre.

III .2.1.Choix de la fibre végétaleAlfa :

La présentation de la fibre végétale Alfa a été faite dans le premier chapitre. La fibre d'Alfa se présente sous forme d'une feuille enroulée de forme circulaire ou parfois elliptique. Dans notre étude la fibre d'Alfa utilisée provient de bousaada de Wilaya Msila .



Figure III .1: fibre d'Alfa

III .2.2.Résine:

Les résines polyester s'adaptent bien à la transformation des composites à usage naval et présentent les propriétés générales suivantes : une bonne facilité de mise en œuvre de la résine liquide (imprégnation des renforts), une copolymérisation rapide par rapport aux époxydes, de bonnes propriétés mécaniques et isolantes, et peuvent aussi être colorées. La réaction est exothermique et la résine passe successivement de l'état liquide à l'état de gel puis à l'état de solide infusible (Figure. 25). La température de la résine augmente à partir du point de gel pour atteindre un maximum (entre 80 et 130°C) et redescend ensuite à température ambiante. Le point important de la copolymérisation est le temps de mise en œuvre qui correspond au temps de transformation de la résine avant qu'elle ne se gélifie [3].

La résine polyester insaturée c'est la résine la plus utilisée dans l'élaboration des matériaux composites. On trouve deux types de résine polyester :

- Polyester insaturée isophtalique.
- Polyester insaturée orthophtalique.

Dans notre cas, nous avons utilisé la résine polyester insaturée isophtalique vu sa bonne aptitude à résister [3]

III .2.2.1.Test de propriété rhéologique de la résine :

Ce test consiste à mesurer la viscosité de la résine isophtalique utilisant un dispositif de mesure de la viscosité. L'essai est effectué sur un échantillon de résine prise dans les conditions de température ambiante de mise en œuvre. Ce paramètre est indispensable pour contrôler les propriétés de mouillabilité de la résine. Il est très sensible à la température [4]. Viscosité mesurée : 335CPa.s.



Figure. III.2: Appareil pour la mesure de la viscosité.

III .2.2.2. Test de réactivité (temps de gélification) :

Le test de réactivité consiste à déterminer le temps de gel de la résine. Le taux de l'accélérateur et du catalyseur est choisi de manière à avoir un temps de gel suffisant pour la préparation et le moulage des éprouvettes [4].



Figure III.3 : Test de réactivité de la résine.

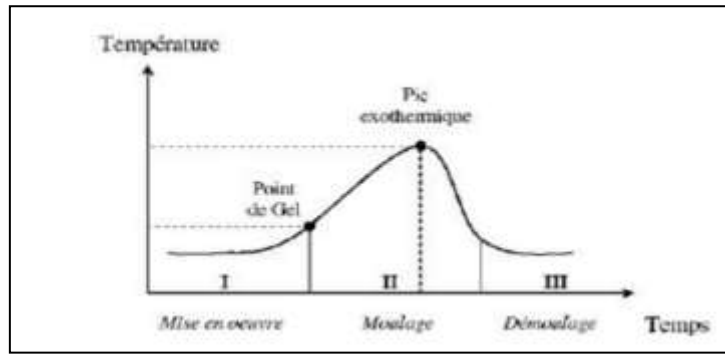


Figure III.4 : Cycle de polymérisation de résine polyester (isophtalique)

III .2.2.3. Propriétés de résine isophtalique:

Excellentes propriétés mécaniques. [4]

- HDT haut (Min.8 °C) .
- Longévité exceptionnelle.
- Les caractéristiques de cette résine sont présentées par le Tableaux. IV.1.

	Module d'Young (MPa)		Contrainte de rupture (MPa)		Allongement à rupture (%)	Durée de barcol
Résine isophtalique	traction	flexion	traction	flexion	3%	Min.40 Barcol
	Min.3500	Min.3600	Min.70	Min.120		

Tableaux.III.1: Propriétés mécaniques de la résine isophtalique.

III .2.3.Fibres de verre :

Les fibres de verre sont obtenues à partir de silice et d'additifs. Le verre est coulé en fusion à 1.250°C à travers une filière en platine-rhodium, après refroidissement, les filaments sont étirés pour obtenir des fibres continues. [5]Les caractéristiques majeures de ces fibres de verre sont répertoriées dans le tableau I.4.

Type	Caractéristiques générale
A	Haute teneur en alcali
B	Bonne résistance chimique
C	Hautes propriété diélectriques
D	A usage générale ; bonne propriétés électriques
R ,S	Haute résistance mécanique

Tableau III.2: Différents types de fibres de verre.[4]

- **Description du fibre de verre qui utilisée :** Le (Hached Strand Mat) est fabriqué à partir de fibres de verre coupées, qui sont liées avec de la poudre ou une émulsion liants. Il peut être utilisé dans le processus de pose à la main pour produire des produits FRP, tels que des plaques, des panneaux d'éclairage, des coques, des baignoires, des tours de refroidissement, des matériaux anticorrosion, des véhicules.
- **Avantages du fibre de verre :**
 - Bonne transparence pour les stratifiés
 - Mouillage rapide
 - Bulles d'air faciles à éliminer
 - Bonne dispersion et uniformité
 - Rétention élevée à l'état humide
 - Bonnes propriétés mécaniques.



Figure III.5 : Fibres de verre

III .2.4 .Le filler utilisé (marbre) :

Le marbre est une roche métamorphique dérivant par écrasement, élévation de température de roche calcaire composé de calcite et de couleur blanche à l'état pur [5].



Figure III.6: poudre de marbre

A) Caractéristiques physiques et chimiques du marbre Caractéristiques physiques de ce filler (marbre) sont présentées au tableau : [5]

Propriété physique	Fine marbre
Masse volumique apparent (g/cm^3)	0.83
Densité	2.67

Tableau III.3: Caractéristiques physiques du marbre.

Composition chimique est établie en 12 avril 2010 à la cimenterie Lafarge de M'sila. Elle donnée par le tableau suivant :

Analyse chimique	Fine marbre
SiO ₂	1.47
CaO	55.3
MgO	0.01
Fe ₂ O ₃	0.14
Al ₂ O ₃	0.35
Na ₂ O ₃	0.12
K ₂ O	0.04
SO ₃	0.01
Pert de feu	42.56

Tableau III.4: Caractéristiques chimiques du marbre.

III .3.Produits utilisés :

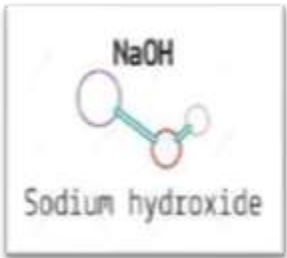
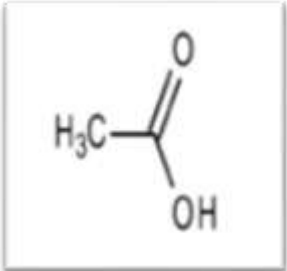
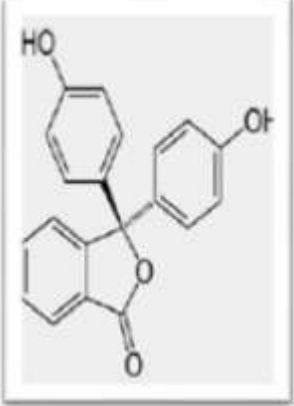
L'hydroxyde de sodium		
Formule chimique	NaOH	
Masse molaire	M = 40 g·mol ⁻¹	
Etat et couleur	solide de formes variables, blanc	
L'acide acétique		
Formule chimique	C2H4O2	
Masse molaire	M = 60.04 g/mol	
Etat et couleur	liquide incolore	
Densité (à 20°C)	1.0480 à 1.051	
La phénolphtaléine		
Formule :	C20H14O4	
Nom IUPAC:	3,3-bis(4-hydroxyphényl)-2-benzofuran-1(3H)-one	
Masse molaire :	362,28 g/mol	
Densité :	1,300 g/cm ³	
Etat et couleur:	cristaux blancs	
Point de fusion :	258 à 263 °C	

Tableau III .5 : Les produits utilisées**III .4.L'appareillage****III .4.1.Pied à coulisse numérique :**

Pied à Coulisse Numérique Andric - Vernier Calibre de 150mm Précision Digital en Acier Inoxydable avec Ecran d'affichage LCD Figure(III.7).[6]



Figure III.7: Pied à Coulisse Numérique.

III.4.2.La balance électronique :

Les spécimens ont été pèses avec une balance électronique avec une précision de 10^{-3} g disponible au niveau des laboratoires chimiques de département de chimie de l'université de Msila comme montré dans la figure (III.8) .[6]



Figure III.8 : Balance électronique.

III .4.3.L'étuve de séchage pour les dés humidification :

Les spécimens ont été séchés dans une étuve d'humidité, l'objectif du procédé de séchage est de diminuer la teneur en eau existante dans le bois, cet équipement est disponible des laboratoires chimiques de département de chimie de l'université de Msila comme montré dans la figure (III.9).[6]



Figure III.9 : Etuve d'humidité.

III .4.4.L'essai spectrométrique (Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF) :

Pour appliquer cette technique dans le cas d'échantillons solides, il est nécessaire, au préalable, une quantité de farine finement broyé (traitées ou non). La spectroscopie IR est une des méthodes les plus efficaces pour l'identification propriétés vibrationnelles. En effet, le rayonnement IR, excite des modes de vibration des molécules organiques et inorganiques à partir de leur (déformation, élongation) spécifiques de liaisons chimiques. Les différents spectres montrant la transmittance(%) en fonction du nombre d'onde (cm-1) ont été obtenus Pour la poudre brute, non traitée et traitée.



Figure III.10: l'appareil d'IR (SHIMADZU FTIR-8300).

Principe :

IRTF-RTA (angl. ATR-FTIR) Le nom de cette méthode d'analyse est « la spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier par une Réflexion Totale Atténuée » (angl. Attenuated Total Reflection – Fourier Transform Infrared Spectroscopy). En général la spectroscopie infrarouge est très puissante et capable de déterminer les liaisons et les groupes fonctionnels dans un échantillon et ainsi sa composition. L'IRTF est une version de la spectroscopie infrarouge classique qui capte le signal d'une autre façon, de sorte que les mesures sont faites plus rapidement.

Normalement le mode de mesure est la transmission, ce qui signifie que le rayon infrarouge émis par la source traverse complètement l'échantillon. Par contre, l'IRTF-RTA collecte la même information par une méthode de réflexion. Le spectre obtenu donne l'intensité du signal en fonction du nombre d'onde (k), c'est-à-dire l'inverse de la longueur d'onde (λ) (2.1). Pour plus d'information voir appendice A. Dans l'échantillon à examiner, les atomes des liaisons différentes de la molécule vibrent à une fréquence caractéristique. Le rayon infrarouge parcourt un intervalle de nombres d'onde. Ces nombres d'onde correspondent à des fréquences (2.2 et 2.3). Lors du passage du rayon infrarouge à travers l'échantillon, un peu d'énergie du rayon est absorbée quand la fréquence des vibrations des liaisons est identique à celle du rayon infrarouge. Le spectromètre détecte ces absorptions d'énergie et enregistre la quantité absorbée pour chaque nombre d'onde correspondant. L'absorption d'énergie est ensuite transformée en une diminution de l'intensité du rayon infrarouge. Avec cette intensité et le nombre d'onde le spectre est constitué. Comme le spectre mesuré est celui de la combinaison air-échantillon, il faut également enregistrer le spectre de l'air. La soustraction de ces deux spectres donne celui de l'échantillon. Le spectre est analysé en identifiant les pics parce que chaque pic correspond à une liaison ou une configuration caractéristique. En combinant l'information de chaque pic, les composants différents d'un échantillon hétérogène peuvent être déterminés. La spectroscopie infrarouge est un moyen puissant pour des analyses qualitatives. Evidemment il existe également des inconvénients dont le fait qu'une analyse quantitative, c'est-à-dire la détermination des taux de chaque composant, est impossible.

La spectroscopie infrarouge permet seulement de déterminer si un certain composant est présent ou absent dans un échantillon à base de la présence ou l'absence des pics correspondants. De cette façon il est possible de comparer deux échantillons. Si un des deux à

un grand pic et le pic correspondant dans l'autre spectre est presque invisible, il est probable que le taux du composant considéré soit plus faible dans le deuxième échantillon. Un deuxième inconvénient de la spectroscopie infrarouge est que seulement certaines liaisons sont réactives sous un rayon infrarouge, parce qu'il faut un moment dipôle, c'est-à-dire une répartition des électrons asymétrique. Par contre, un avantage est qu'il ne faut pas travailler sous vide car l'oxygène et l'azote dans l'atmosphère ne possèdent pas un tel moment dipôle et n'absorbent ainsi pas de rayons infrarouges. Il est intéressant d'examiner les spectres de Luffa brute et des meilleures fibres parce que cela donne une idée de la composition.

III .4.5.L'analyse thermogravimétrique (ATG)

Les analyses thermogravimétriques (ATG) sont réalisées à l'aide d'un équipement SHIMADZU TGA-51 thermogravimetric analyzer made in japon Figure (32) Toutes les caractérisations sont menées sur des échantillons des composites avec une vitesse de montée en température de 10°C/min, de 25°C à 600°C et sous azote. Cette méthode permet de déterminer la température de dégradation des matériaux et donc la stabilité thermique des composites. Les analyses thermogravimétriques ont été réalisées sous air (60 ml/min) et sous azote (40 ml/min) pour un programme de température allant de 30°C à 600°C et pour une vitesse de chauffage égale à 20°C/min. Les thermo grammes sont traités par le logiciel TA Universal analyses.



Figure III.11: l'appareil de l'ATG (équipement SHIMADZU TGA-51).

Principe :

L'analyse thermogravimétrique est une technique analytique de mesure continue de la variation de masse d'une substance soumise à une variation de température Programmée et sous atmosphère contrôlée. Cette technique permet d'évaluer des Pertes de masse associées à

une émission de vapeur (teneur en eau) ou à une dégradation Thermique. La masse est mesurée grâce à une microbalance et la température Par un thermocouple. L'enceinte étanche dans laquelle sont placés l'échantillon et La référence permet de contrôler l'atmosphère. L'appareil est placé sur une plaque Anti-vibrations afin d'éviter le bruit lié aux vibrations mécaniques.

III.4.6. Unité de diffraction des rayons X :

X-diffraction des rayons X par diffraction des rayons Il est efficace et non – technique destructive pour l'analyse d'un matériau cristallin, tel qu'il fournit des informations sur les structures cristallines et des cristaux fantaisistes et directivité préférés et le reste des opérations de synthèse pour des matériaux tels que la taille cristalline taille de cristallite matériaux nanométriques Nanomatériaux matériaux courants et les constantes du réseau de diffraction Alblorah.qmm de X- rayons produits à partir de l'interférence X – ray unilatérale Longueur d'onde du matériau aux angles spécifiés d'un ensemble de niveaux cristallins du matériau échantillon, le faisceau pointu du matériau donnant une perception de la distribution des atomes dans les niveaux cristallins du brin. La radiographie est considérée comme une empreinte digitale pour diagnostiquer le matériau en comparant le diagramme de matériau échantillon avec la base de données globale telle que ICDD (Centre international de données de diffraction).

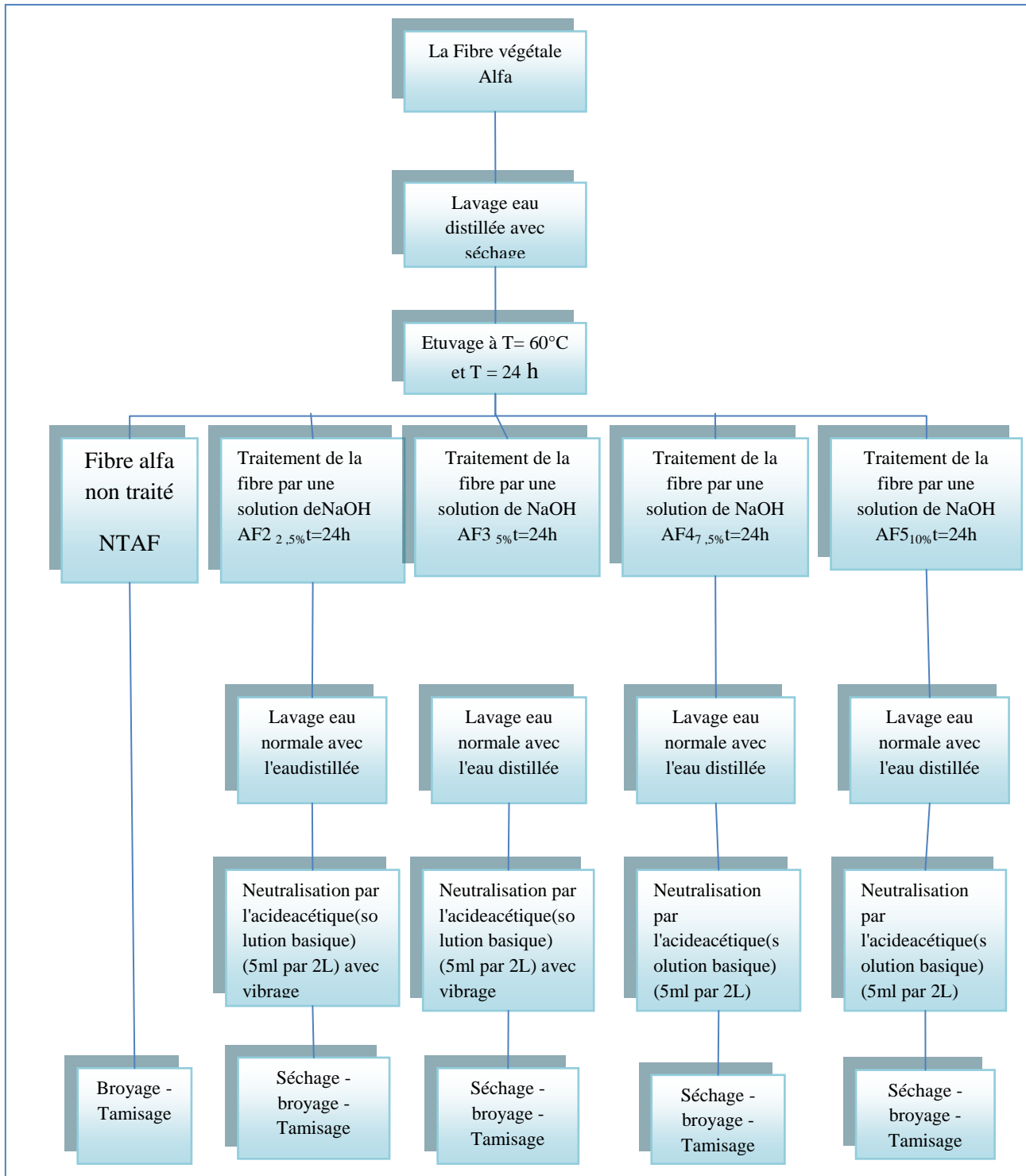
Ce processus de comparaison est réalisé à l'aide du logiciel X'pertHighscor, de la base de données inorganiques PDF +4 et du produit organique Pdf+4, qui inclut toutes les données de matériau standard mises à jour. Jusqu'en 2009 X – dispositif de diffraction de * la X'Pert de rayons est un type de PANalytical PRO modèle d'origine néerlandaise Phelps RPD 2009 (Figure33) Cette unité examine les différents types de matériel destinés aux étudiants de troisième cycle et aux chercheurs de la Faculté des sciences et autres collèges de l'université et d'autres universités et du secteur industriel[12].



Figure III.12: L'appareil de DRX (X'Pert PRO MPD)

III .5.Protocole

III .5.1.Organigramme



Organigramme de traitement de NaOH

III .5.2.Prétraitement de fibre

Le prétraitement de la fibre a été fait par lavage en utilisant comme solvant l'eau distillée. Après les fibres a été lavées avec de l'eau distillée, puis séchée dans une étuve à 60°C pendant quelque heurs.

III .5.3.Traitement alcalin par NaOH

III .5.3.1. Effet des concentrations

➤ Mode Opératoire

Les fibres d'Alfa été immergée dans une solution en différentes concentrations de NaOH à de (2 ,5% ; 5% ; 7,5% ; 10%), pendant 24h et à la température ambiante. Ensuite, les fibres ont été lavées complètement avec de l'eau pour enlever l'excès du NaOH. Puis elle a été immergée dans une solution d'acide acétique, avec agitation pendant 3 minutes et après 3eme rinçage avec l'eau distillée et ajouter 2 gouttes phénol phtaléine (coloration transparente indique l'absence de NaOH). Sécher les échantillons a la température ambiante pendant 24 heures .Enfin sécher les échantillons dans l'étuve à 80C° pendant 5 heures.



Figure III.13.1: préparation du solution de NaOH de (2 ,5% ; 5% ; 7,5% ; 10%)



Figure III.13.2: Les fibres d'Alfa été immergée dans une solution de NaOH



Figure III.13.3:sécher les échantillons a la température ambiante pendant 24 heures



Figure III.13.4:sécher les échantillons dans l'étuve à 80C° pendant 5 heures.



Figure III.5: Après le séchage ,broyage et tamisage les échantillons
III .5.4.Préparation des composites :

Dans cette partie les figures représenteront le travail expérimental :

III.5.4.1Découpage les fibres d'Alfa :

Après le séchage de chaque Alfa traité nous avons coupé les échantillons selon des normes connues 1 cm



Figure III.6 : Découpage les fibres d'Alfa en longueur de 1cm

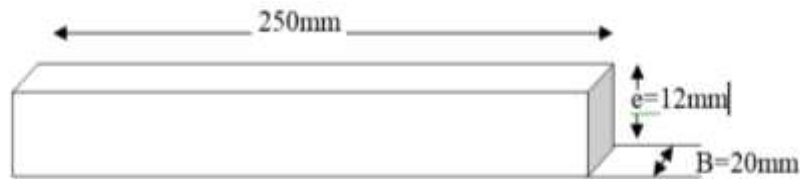
III .5.4.2.Préparation des moules :

On prépare des moules en bois comme indiqué par la (Figure 36). Les dimensions de chaque moule sont (250 mm×250 mm x 20mm).



FigureIII.7 : Moule en bois utilisé durant l'élaboration.

- Les éprouvettes de traction : se sont des éprouvettes prismatiques :



III .5.4.3.Préparation de la résine :

On prend une quantité de la résine 80% selon la masse d'échantillon d'Alfa 20% et ajouter Jusqu'à 1 de catalyseur A60 avec l'agitation pendant 10min voir les figures.



Figure III8: Préparation de la résine.

III .5.4.4 .Préparation des matériaux composites :

La technique utilisée dans ce travail est le moulage au contact. Le moulage au contact est le procédé le plus utilisé pour la mise en œuvre des composites. Le moulage est réalisé à température ambiante. On met de la cire démoulant pour faciliter le démoulage de nos plaques stratifiées.

Dans un premier temps, on met les fibres de verre, Dans la deuxième étape, nous avons mixées notre fibre végétale dans un taux de 50% de résine et 20% marbre. Le mélange obtenu est versé dans le moule .En dernier, nous avons réalisé la troisième couche qui est similaire à la première couche (fibre de verre) . En fin nous avons obtenu un matériau stratifié.



Figure III.9 : Préparation de matériaux composite

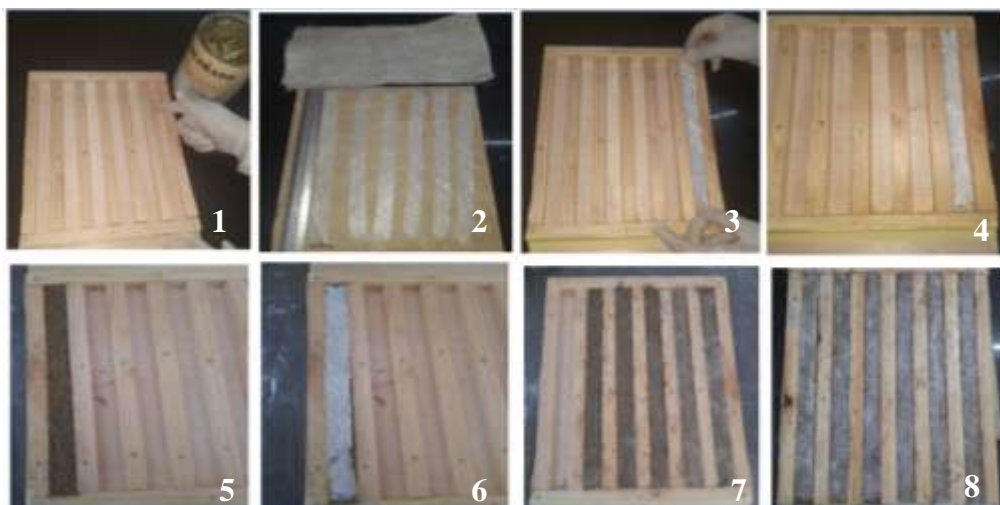


Figure III.10: Moulage de contact.

Séchage pendant 24h dans une température ambiante puis on lève les composites. Après tracer les démentions pour L'essai de traction comme la figure suivant.

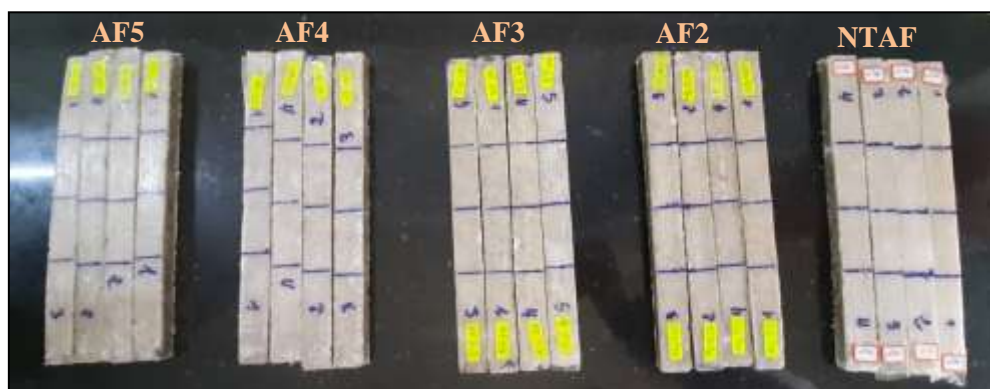


Figure III.11: Les éprouvettes de traction

III .5.4.5 .L'essai de Traction :

Un essai de traction est une expérience de physique qui permet de mesurer le degré de résistance à la rupture d'un matériau quelconque. Cet essai ou expérience consiste à placer une petite barre des matériaux à étudier entre les mâchoires d'une machine de traction qui tire sur la barre jusqu'à sa rupture (Figure 41) .On enregistre l'allongement et la force appliquée, que l'on convertit en déformation et contrainte [22].

Pour les éprouvettes de traction (FTP), la vitesse de la traverse mobile est de 2mm/mn.

➤ Paramètres d'étude :

Les caractéristiques mécaniques déterminées de l'essai de traction est :

Le module de traction E_y :

$$E_y = \frac{\frac{dF}{dx} \cdot L}{A}$$

Avec :

(dF / dx) : Est l'expérience de la pente de la section linéaire sur les graphes.

L : distance entre mords ($L=110$ mm).

A : surface ou section (mm^2), section rompue $A=B \times h_y = (dF / dx)$

Le module de traction σ_t [Mpa] :

$$\sigma_t = \frac{dF}{dS}$$

Avec :

F : Charge à la traction (N).

S : La section (mm^2)



Figure III.12: Machine d'essais YL Universal Testing Machines /20KN

Conclusion :

La technique de préparation des fibres végétales, utilisées dans notre étude, ainsi que le protocole de leur traitement chimique sont présentée. De plus, l'élaboration et les méthodes de caractérisations (traction) sont données en détaille.

Références

- [3] Baali Hafida, « étude de l'effet du traitement chimique des fibres de palmier dattier sur Le comportement mécanique du béton polymère », mémoire master, université de M'sila, juin 2014.
- [4] Lebrun, G. A. Comportement thermomécanique et durée de viede composites à matrice céramique : théorie et expérience, Thèse de Doctorat n° 1606, Université de Bordeaux. 1996)
- [4] Cherchari Saadia, « Étude comparative du comportement d'un béton polymère à matrice organique thermodurcissable et thermoplastique », mémoire master, université de M'sila, 2016.
- [5] Kouici abir, « Etude de l'effet de l'introduction des fibres végétales sur les propriétés des bétons autoplçant (BAP) à l'état frais et durcis», mémoire master, université de M'sila, juin 2016.
- [6]Deghnouche C. biocomposite à base de fibres naturel Remerciements. 2019;2018–9.

The page features a decorative graphic on the right side consisting of three overlapping circles in shades of blue, arranged vertically. Two thin blue lines intersect at the top left and extend diagonally across the page, framing the circles and the text.

Chapitre IV

RESULTAT ET DESCUSSION

IV.1.Introduction :

L'objectif principal de ce travail est d'une part l'élaboration d'un matériau composite à base de fibre d'alfa matrice polyester, ce qui a été fait et démontré dans le chapitre III. Nous avons étudié l'évolution par les caractérisations structurales par IRTF. D'autre part, nous nous sommes fixé pour objectif de mener une étude expérimentale afin d'évaluer les caractéristiques mécaniques du matériau composite par traction en fonction du taux de fibre non traitée et traitée par NaOH, safin/polyester.

Dans ce qui suit, nous présentons les différents résultats obtenus ainsi que leurs interprétations.

IV.2.Analyse spectroscopique par infrarouge

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

D'après la courbe de la (figure.IV.1)

Tous les pics ayant des nombres d'onde supérieurs à **3000 cm⁻¹** viennent des groupes Hydroxyde (-OH). Ces groupes peuvent venir de plusieurs composants qui possèdent un ou plusieurs groupes hydroxyde dans leur structure. L'intensité est clairement plus élevée pour Alfa traitée. Il est probable à cause de la soude (NaOH) résiduelle si les fibres ne sont pas bien rincées après le traitement. Ensuite le petit pic et les deux grands pics entre **3000 cm⁻¹** et **2800 cm⁻¹** indiquent des groupes -CH et -CH₂ de la cellulose. Est l'étirement antisymétrique tandis que celle de **2850 cm⁻¹** est l'étirement symétrique. L'intensité est plus haute pour Alfa brute, mais comme la spectroscopie IRTF-RTA n'est pas quantitative, il est difficile de tirer des conclusions concernant le taux de cellulose. Les nombres d'onde caractéristiques de la lignine se situent à **1650 cm⁻¹**, entre **1510 cm⁻¹** et **1450 cm⁻¹** et proche de **700 cm⁻¹**. Le pic **1650 cm⁻¹** et proche de **700 cm⁻¹** l'intensité d'Alfa traitée est plus élevée que celle de alfa brute, mais entre **1510 cm⁻¹** et **1450 cm⁻¹** c'est l'inverse.

La présence des pics de lignine dans le spectre d'alfa traitée démontre que les fibres contiennent encore de la lignine. Les pectines se trouvent autour de **1730 cm⁻¹** où l'intensité des deux spectres est plus ou moins identique, le pic des pectines est moins pointu. En tout cas, ce pic confirme la présence de pectines résiduelles. Entre **1450 cm⁻¹**

Et **1000 cm⁻¹** se trouvent d'autres pics de cellulose. Globalement les intensités pour alfa traitée sont supérieures à celles d'alfa brut. Les pics à **1360 cm⁻¹** et **1320 cm⁻¹** sont liés à la déformation de la cellulose et ceux à **1059 cm⁻¹** et **1030 cm⁻¹** à la vibration de la chaîne cellulosique. Le tableau IV.1 aide pour l'interprétation des courbes.

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 Terpáková et al, 2012
~2850	-CH élongation	Cellulose, hémicellulose	De Rosa et al, 2010
~1730	-C=O élongation	Pectines, hémicellulose	Oujai and Shanks, 2005
~1630	-OH	Eau	Gañáñ and Mondragon
~1513	-C=C aromatique, élongation symétrique	Lignine	Gañáñ 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	Terpáková 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
~895	Elongation des liaisons βglucosidique des anneaux de glucose	Polysaccharides	Gañáñ and Mondragon
~660	-COOH déformation	Polysaccharides	Terpáková et al, 2012
~830	-CH aromatique : déformation hors plan	Lignine	Oujai and Shanks, 2005

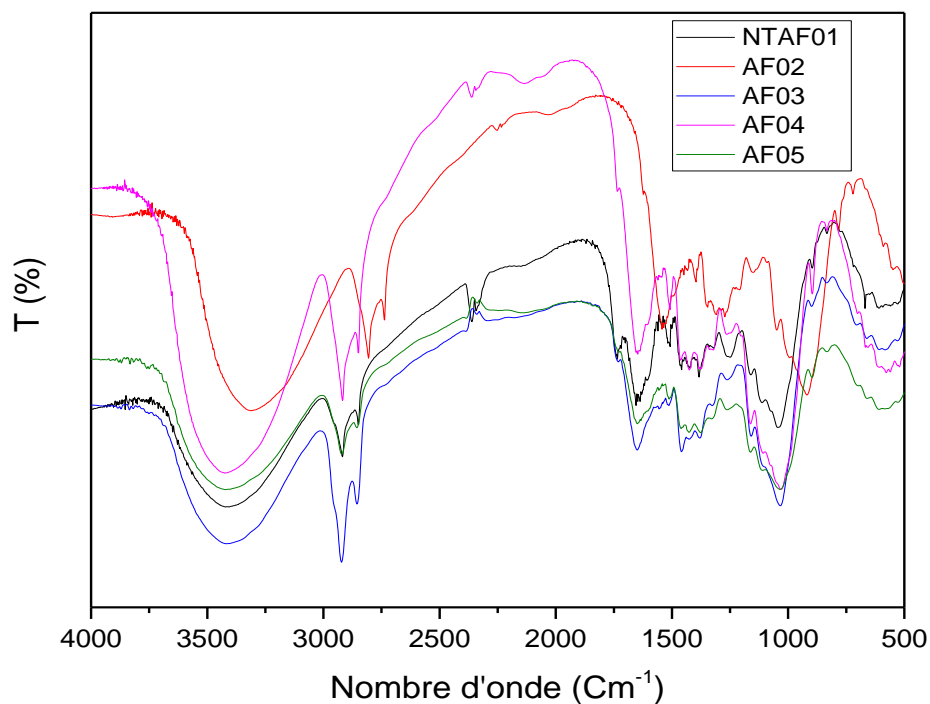
Courbe FTIR :

Figure IV .1 : courbe FTIR d'Alfa selon l'effet des concentrations

IV.3. Traction :**IV.3.1. Courbes de Traction :**

D'après les courbes (figure. 1..5), on remarque que ces fibres ont un comportement Non linéaire et se compose de trois parties. Le premier est linéaire élastique, puis la courbe contrainte-déformation rentre dans une phase non-linéaire, due selon les auteurs, au Réarrangement des micro fibrilles. Enfin la dernière partie consiste en un plateau au cours duquel la contrainte n'augmente plus jusqu'à la rupture.

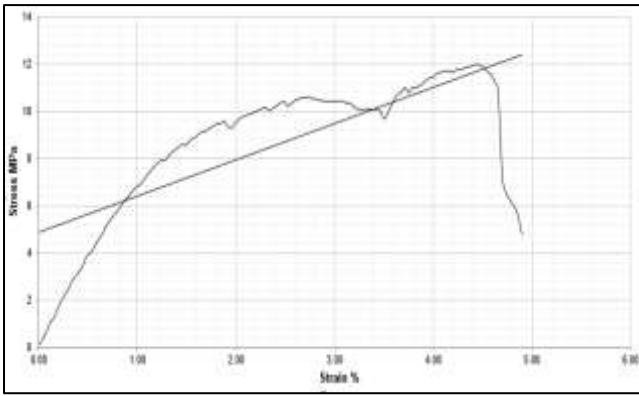


Figure IV.2 : Courbe de Traction NTAf01

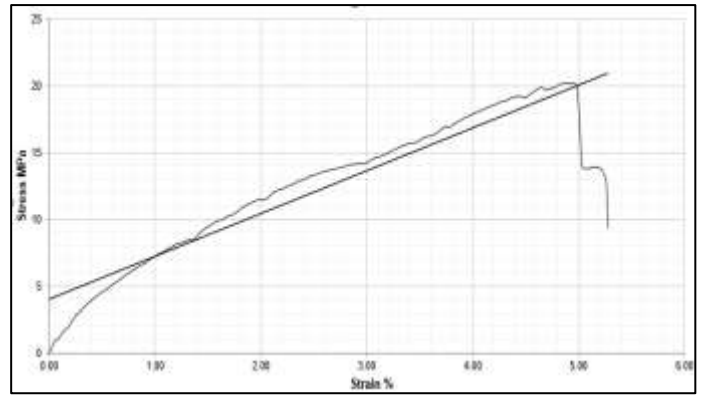


Figure IV.3 : Courbe de Traction AF2.5%.

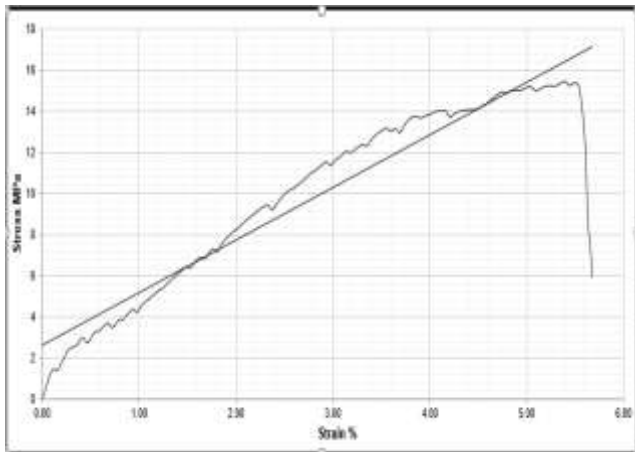


Figure IV.4 : Courbe de Traction AF5%.

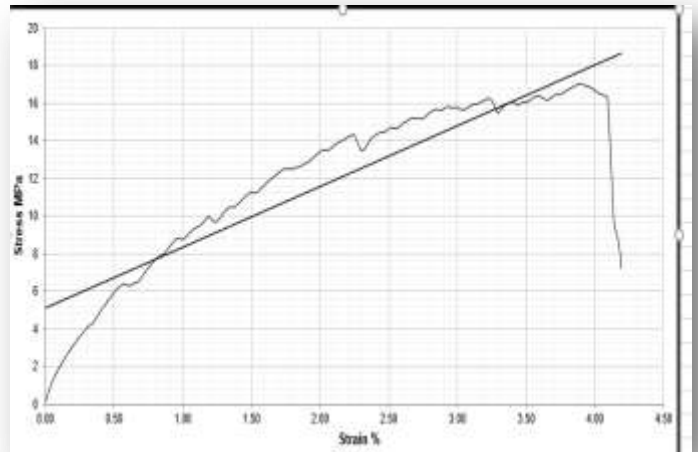


Figure IV.5 : Courbe de Traction AF7.5%.

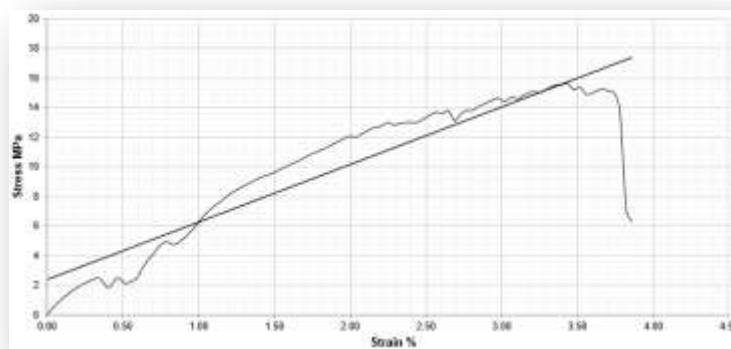


Figure IV.6 : Courbe de Traction AF10%.

IV.3.2. Module de Young

On a observé que le NTAF01 (12 MAp) a un module de Young moins élevé que AF02 (20 MAp) et qui est aussi moins élevé dans AF03 (16MAp) et AF04 (17MAp) et AF04 (16MAp).

Figure IV.6

	$\bar{\sigma}$ (MAp)	E (MAp)
NTAF 01	12	1.533
AF02	20	3.1931
AF03	16	3.8003
AF04	17	3.2291
AF05	16	3.8886

TableauIV.2: résultats de traction et module de Young suivant les traitements chimique.

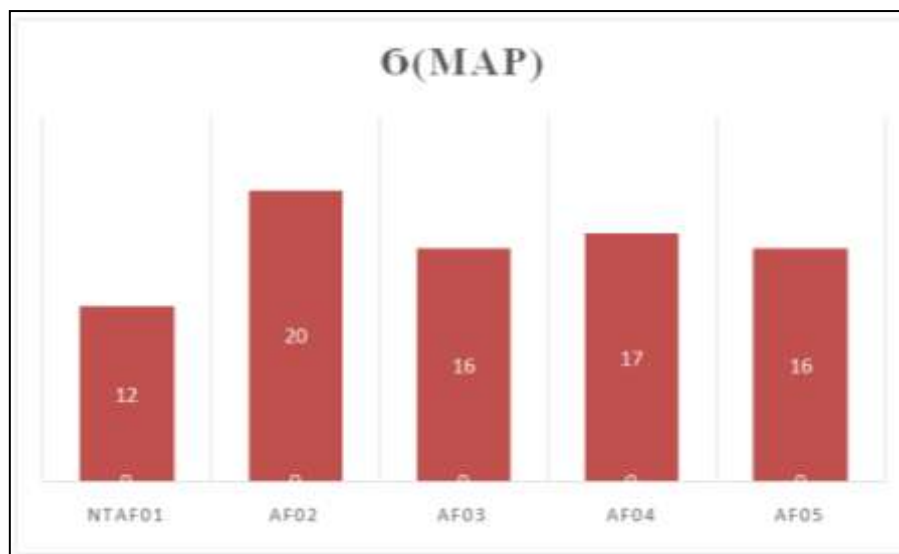


Figure IV.2 : Module de Young Selon les traitements

$$\text{Tau} = \frac{20-12}{20} * 100 = 40\%$$

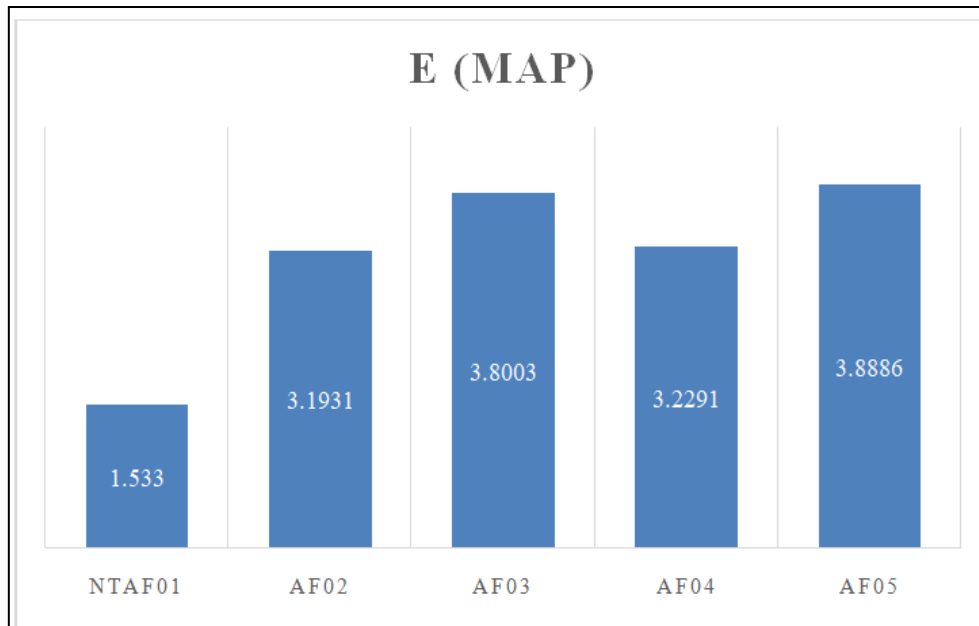


Figure IV.3 : Histogramme de Module de Young.

Conclusion

Le but des travaux présentés dans cette mémoire était d'étudier et de développer de nouvelles formulations des composites à base de Résine ISO phtalique renforcé par des fibres D'alfa. Pour cela, notre travail a été réparti en deux parties :

Caractérisations des fibres d'alfa :

Etudier de l'effet du traitement sur leurs propriétés structurales, chimiques d'alfa
Caractérisations des composites élaborés : Les propriétés mécaniques, structurale, et physique des composites ont été évaluées en fonction du traitement des fibres.

Nous sommes intéressés particulièrement au problème d'adhésion à l'interface fibre /matrice. Par ailleurs, de traitement alcalin par des solutions de NaOH (d'effet de concentrations).

La mise en évidence de la modification a été examinée par l'analyse IRTF, et l'impact des Traitements sur les propriétés thermiques des fibres.

Compte tenu des résultats obtenus, on peut conclure que : Les résultats en infrarouge ont montré que la structure de fibre végétale d'alfa changé après le processus de traitement.

L'ensemble des traitements chimiques a été réalisé sur les fibres avant la préparation des matériaux composites. Cela nous a conduits à utiliser plusieurs techniques de caractérisation afin d'obtenir le maximum d'information sur les propriétés mécaniques. Les résultats expérimentaux nous ont permis de comparer les différents traitements et d'étudier leur influence sur la résistance à la traction.

La deuxième partie de notre travail a consisté à étudier les propriétés du composite élaboré à base de polyester et de fibres d'alfa traitées par NaOH. Nous avons étudié le comportement mécanique(par des essais de traction 3points) en déterminant les modules de Young et les charge moyennes à la rupture. Le module de Young a été estimé.