



Département de Génie Mécanique

## MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de :

### MASTER

En Génie Mécanique

Option : Construction Mécanique

Présenté par :

Guerroum Chems Eddine

### Thème

---

---

# L'effet de traitement Corona des fibres Naturelles sur les propriétés mécaniques

---

---

Devant le jury composé de :

NOM et Prénom	Grade	Qualité
Younes BENARIOUA	Professeur	Président
Salah AMROUNE	MCA	Encadreur
Nafissa MOUSSAOUI	MAA	Co-Encadreur
Adel BOUCHERAIT	MAA	Examineur

*Année Universitaire : 2019 / 2020*

N° d'ordre : GM/...../2020

# **Je Dédie Cette Mémoire à . . .**

## **À MON TRÈS CHER PÈRE**

**Aucune dédicace ne saurait être assez éloquente pour exprimer ce que tu mérites pour tous les sacrifices que tu n'as cessé de me donner depuis ma naissance, durant mon enfance et même à l'âge adulte. Je te dédie ce travail en témoignage de mon profond amour. Puisse Dieu, le tout puissant, te préserver et t'accorder santé, longue vie et bonheur.**

## **À MA TRÈS CHÈRE MÈRE**

**Affable, honorable : Tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi.**

**Ta prière et ta bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études. Je vous dédie ce travail avec tous mes vœux de bonheur, de santé et de réussite.**

## **À MES FRÈRES GUERROUM**

**Laid, Hamza, Mustafa, Elhassan, Sohaib, Salah ; je vous dédie ce travail et je vous souhaite une vie pleine de santé et de bonheur.**

## **À MES SŒURS**

**Sabira, Messouda, Asma, Abla, Sara, Hanene et Marwa**

## **À MES FRÈRES**

**Les deux étudiants « Zakaria Ben Kobbi et Zayed Elkhir », et mon frère « Houcini Aissa » Que Dieu les bénisse, vous êtes toujours dans nos cœurs.**

## **REMERCIEMENTS**

Tout d'abord, je remercie le bon dieu, le clément et miséricordieux qui ma donné du courage et la patience pour réaliser ce modeste travail.

Mes remerciements à mon encadreur **AMROUNE** Salah pour son aide et leur précieuse coopération ainsi que madame **MOUSSAOUI. N** pour ses conseils et suggestions sans oublier le chef du département de génie mécanique **Dr ROKBL.M**

Mes remerciements vont également à tous les professeurs du département de génie mécanique.

## Résumé

Le but de ce travail est d'étudier l'effet du traitement corona sur les propriétés mécaniques des fibres naturelles. Pour ce faire, nous avons abordé dans un premier temps l'étude des constituants des matériaux composites à savoir la matrice et le renfort, ce dernier est classé en trois types (à partir leurs origines animales, végétale ou minérales), puis nous avons étudié les traitement physique des fibres naturelles par (laser, ultraviolet, corona, plasma, micro-ondes) et les résultats ont montré que certaines propriétés physiques peuvent être développées ou modifiées, Les traitements physiques induisent un changement des propriétés structurales et surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice polymérique et d'améliorer certaines propriétés des fibres.

Enfin, nous avons fait la revue de quelques articles scientifique qui ont pour but d'étudier l'effet du traitement corona sur les propriétés mécaniques des fibres naturelles, et après les expériences menées par les chercheurs, les résultats ont montré que les propriétés mécaniques des fibres traitées sont meilleurs que les fibres non traitées, en plus que le traitements par corona modifie les compositions chimiques de la surface de la fibre.

**Mots clés :** Matériaux composites, Fibre naturelle, Traitements physiques (corona), Propriété mécanique.

## Abstract

The aim of this work is to study the effect of corona treatment on the mechanical properties of natural fibers, and for this purpose we have approached composite materials, and in the same context we have talked about natural fibers, classified into three types (from their animal, vegetable or mineral origins) and then we have studied a theory on physical treatment of natural fibers (laser), The physical treatments induce a change in the structural

and surface properties of the cellulosic fiber or polymeric matrix and improve certain properties of the fibers.

Finally, we took some scientific papers on the effect of corona treatment on the mechanical properties of natural fibers, and after the experiments conducted by the researchers, the results showed that the mechanical properties of treated fibers are better than untreated fibers, in addition to the fact that corona treatment modifies the chemical compositions of the fiber surface.

**Keywords:** Composite materials, Natural fiber, Physical treatments (corona), Mechanical properties.

## ملخص

إن الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير المعالجة الفيزيائية على الخصائص الميكانيكية للألياف الطبيعية ومن أجل هذا قمنا بالتطرق إلى المواد المركبة وفي نفس السياق تكلمنا عن الألياف الطبيعية التي تصنف إلى ثلاث أنواع (بالرجوع إلى أصلها حيوانية نباتية أو معدنية) ومن ثم قمنا بدراسة نظرية حول المعالجة الفيزيائية للألياف الطبيعية (كورونا ليزر فوق البنفسجية) وأظهرت النتائج انه يمكن تطوير بعض الخصائص الفيزيائية أو التعديل عليها.

وفي الأخير قمنا بأخذ بعض المقالات العلمية عن تأثير المعالجة الفيزيائية على الخصائص الميكانيكية للألياف الطبيعية وبعد التجارب التي قام بها الباحثين أظهرت النتائج أن الخصائص الميكانيكية للألياف المعالجة أحسن من الألياف الغير معالجة بالإضافة إلى أن المعالجة بواسطة كورونا تغير المركبات الكيميائية لمساحة الألياف.

**الكلمات الرئيسية:** المواد المركبة، الألياف الطبيعية، العلاجات الفيزيائية (كورونا)، الخصائص الميكانيكية.

## Table des matières

Table des matières.....	i
Liste des Figures .....	v
Liste des Tableaux .....	viii
Glossaire .....	ix
Nomenclature.....	x
<b>Introduction générale ...</b> .....	<b>2</b>
<b>Chapitre I. Les matériaux composites ...</b> .....	<b>4</b>
I.1 Introduction.....	4
I.2 Définition du matériau composite.....	5
I.3 Matrice :.....	6
I.3.1.Résines thermodurcissables .....	7
I.3.2. Résines polyester .....	7
I.3.3. Résines de condensation.....	8
I.3.3.1 Les résines époxydes .....	8
I.3.4. Résines thermoplastiques .....	9
I.3.5. Résines thermostables .....	9
I.4. Charges et additifs .....	10
I.4.1. Charges .....	10
I.4.2. Additifs .....	10
I.5 Renforts .....	11
I.5.1 Formes linéiques .....	12
I.5.2 Formes surfaciques .....	13
I.5.3 Tissus et rubans .....	13
I.5.4 Mats .....	13
I.6. Les fibres .....	13
I.6.1 Différents types de fibres .....	14
I.7. Fibres naturelles .....	16
I.7.1 définition.....	16
I.7.2 classification des fibres naturelles.....	16
I.7.2.1. Les fibres origines végétales .....	16
I.7.2.2. Les fibres d'origines animales .....	21
I.7.2.3. Les fibres origines minérales .....	24
I.8 Traitements chimiques .....	24

I.8.1.Généralité .....	24
I.8.2.Traitement alcalin.....	24
I.8.3.Acétylation .....	25
I.8.4.Traitement par acide stéarique .....	25
I.9. Conclusion .....	26
<b>Chapitre II.Traitements physiques des fibres naturelles ...</b> .....	<b>28</b>
II.1 Généralités.....	28
II.2 Méthodes de modification par voie physique .....	29
II.2.1 Traitement Plasma.....	29
II.2.1.1 Introduction .....	29
II.2.1.2 Classification des plasmas .....	32
II.2.1.3 Principe du traitement Plasma .....	33
II.2.2 Les micro-ondes.....	34
II.2.2.1 Généralités sur les traitements thermiques par micro-ondes .....	34
II.2.2.2 Principe.....	35
II.2.3 Traitement thermique.....	39
II.2.4 Traitement Corona .....	39
II.2.5 Traitement UV .....	40
II.2.6 Le traitement laser.....	41
II.3.Conclusion .....	41
<b>Chapitre III. Revus des articles scientifiques ...</b> .....	<b>44</b>
<b>Article I .....</b>	<b>45</b>
III .1.Résumé .....	45
III.2. Objectif visé par cet article .....	45
III.3. Techniques et méthodologie adopté dans cet article .....	45
III.3.1. Matières premières .....	45
III.3.2. Traitement des composites .....	46
III.3.3.Analyse mécanique .....	47
III. 4.Résultat important dans cet article.....	47
III.4.1 Évaluation des performances mécaniques.....	47
III.4.2 Étude morphologique du MEB .....	49
III.4.3 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) .....	50
III. 5.Conclusion .....	51
<b>Article II.....</b>	<b>52</b>
III .1.Résumé .....	52
III.2. Objectif visé par cet article .....	52
III.3. Techniques et méthodologie adopté dans cet article .....	53
III.3.1. Matériaux .....	53
III.3.2 Préparation et analyse des échantillons.....	53
III. 4. Résultat important dans cet article.....	54
III.4.1 Résultats et Discussion.....	54
III.5.Conclusion .....	57
<b>Article III .....</b>	<b>58</b>
III.1.Résumé .....	58
III.2. Objectif visé dans cet article.....	58
III.3.Techniques et méthodologie adopté dans cet article .....	58
III.3.1.Matériaux .....	58
III.3.2.Condition optimale pour le traitement corona.....	59

III.3.3. Étude morphologique du MEB .....	60
III.3.4. Analyse chimique de surface XPS .....	60
III.3.5. Mesure de l'angle de contact.....	60
III.3.6. Taux de teinture.....	60
III.4. Résultat important dans cet article.....	61
III.4.1. Résultats de l'expérience et de l'analyse orthogonale.....	61
III.4.2. Observation du MEB.....	62
III.4.3. Caractérisation chimique de surface XPS .....	63
III.4.4. Effet sur les propriétés de teinture avec un colorant végétal naturel.....	64
III.5. Conclusion .....	65
<b>Article IV .....</b>	<b>67</b>
III .1. Résumé .....	67
III.2. Objectif visé par cet article .....	67
III.3. Techniques et méthodologie adopté dans cet article .....	67
III.3.1. Matériaux et Méthodes.....	67
III.3.2. Études morphologiques SEM.....	68
III.3.3. Spectroscopie FTIR.....	68
III.3.4. Taux de mortalité .....	69
III.3.5. Essai de résistance et d'allongement.....	69
III.3.6. Longueur de flexion .....	69
III.3.7. Cicatrisation des rides .....	70
III. 4. Résultat important dans cet article.....	70
III.4.1. Morphologie de la surface par SEM.....	70
III.4.2. Étude FT-IR du tissu en laine traitée corona.....	71
III.4.3. Absorption de l'humidité de la laine traitée corona .....	71
III.4.4. Résistance et allongement du tissu de laine traitée .....	72
III.5. Conclusion .....	73
<b>Conclusion générale et perspectives de recherche .....</b>	<b>76</b>
<b>Références bibliographiques ... ..</b>	<b>79</b>



## Liste des Figures

<b>Figure I.1</b> – La composition du Composite .....	5
<b>Figure I.2</b> – Classification schématique des différents types de composites .....	5
<b>Figure I.3</b> –Types de matrice.....	6
<b>Figure I.4</b> –Différentes familles des renforts .....	12
<b>Figure I.5</b> – Eléments composants de la forme linéique .....	13
<b>Figure I.6</b> – Fibre d’aramide .....	15
<b>Figure I.7</b> – Classification des fibres naturelles selon l’origine .....	16
<b>Figure I.8</b> – Le coton .....	17
<b>Figure I.9</b> – Le lin .....	18
<b>Figure I.10</b> – Le chanvre .....	18
<b>Figure I.11</b> – (a) les bras de grappe (b) Les fibres .....	19
<b>Figure I.12</b> – Alfa .....	19
<b>Figure I.13</b> – Plante de diss à l’état naturel .....	20
<b>Figure I.14</b> –Autres fibres .....	21
<b>Figure I.15</b> – Moutons.....	22
<b>Figure I.16</b> – Lama .....	22
<b>Figure I.17</b> – La soi .....	23
<b>Figure I.18</b> – Structure typique de la fibre lignocellulosique (i) non traitée et (ii) et après traitement alcalin .....	25
<b>Figure I.19</b> – Acétylation avec ou sans catalyseur acide .....	25
<b>Figure II.1</b> –La foudre .....	30
<b>Figure II.2</b> – Représentation des quatre états de la matière .....	30
<b>Figure II.3</b> –Principe des réactions en chaîne lors de la formation d'un plasma fil .....	31

<b>Figure II.4</b> –Constituants d'un plasma .....	31
<b>Figure II.5</b> –Diagramme de classification des plasmas .....	32
<b>Figure II.6</b> –Traitement de surface des substrats par plasma d'air, à pression atmosphérique.....	34
<b>Figure II.7</b> –Positionnement des micro-ondes dans le spectre fréquentiel.....	35
<b>Figure II.8</b> – Spectre électromagnétique et nature des interactions onde / matière .....	36
<b>Figure II.9</b> –Schéma d'une micro-onde .....	37
<b>Figure II.10</b> –Comparaison schématique (a) chauffage conventionnel et (b) chauffage micro-ondes.....	38
<b>Article I</b> .....	<b>45</b>
<b>Figure III.1</b> .Module d'élasticité pour les matériaux composites avec fibres non traitées et traitées.....	48
<b>Figure III.2</b> .Contraintes au rendement pour les matériaux composites contenant des fibres non traitées et traitées.....	49
<b>Figure III.3</b> .Effet du traitement corona sur la surface des fibres de palmier dattier : (A) non traité (B) traité .....	49
<b>Figure III.4</b> .Images MEB de composites de PLA/fibre de palmier dattier d'après 30 % en poids (A) non traités et (B) traités fibres de palmier.....	50
<b>Figure III.5</b> .Spectres FT-IR de fibres non traitées et traitées par effet corona.....	50
<b>Article II</b> .....	<b>52</b>
<b>Figure III.1</b> . Répartition de la longueur des fibres de bois non traitées .....	53
<b>Figure III.2</b> .Effet du traitement corona sur la viscosité du cisaillement du polyéthylène. Dépendance de la vitesse de cisaillement à T= 160°C. PE- polyéthylène non traité ; polyéthylène traité TPE-corona .....	54
<b>Figure III.3</b> . Viscosité de cisaillement en fusion des composites CT/PE en fonction du taux de cisaillement pour les composites PE/bois.fibre .....	55

<b>Figure III.4.</b> Viscosité relative à la vitesse de cisaillement nulle en fonction de fraction de volume de fibre. Composites .....	56
<b>Article III</b> .....	58
<b>Figure.III.1.</b> Photographies MEB de tissu de laine (A) laine non traitée tissu et (B) décharge corona traités .....	63
<b>Figure III.2.</b> Images XPS : acquisition globale des images non traitées (A) et surfaces en laine traitée (B) .....	63
<b>Figure III.3.</b> Courbes de taux de teinture des tissus de laine avec <i>Rhizoma coptidis</i> .....	65
<b>Figure III.4.</b> Résistance relative de la couleur du tissu en laine teintée .....	65
<b>Article IV</b> .....	67
<b>Figure III.1.</b> Morphologie de la surface (MEB) de différents tissus de laine .....	70
<b>Figure III.2.</b> Spectres FT-IR des tissus de laine non traités et traités corona. (A) Tissu de laine non traité et (B) décharge corona traité .....	71

## Liste des Tableaux

<b>Tableau I. 1</b> : Avantages et inconvénients de la Fibre de verre .....	14
<b>Tableau I. 2</b> : Différents types de verres filables.....	14
<b>Tableau I. 3</b> : Avantages et inconvénients de la fibre de carbone.....	15
<b>Article I</b> .....	45
<b>Tableau III.1</b> : Compositions de différents matériaux.....	47
<b>Tableau III.2</b> : Propriétés mécaniques des composites de PLA/fibres de palmier dattier.....	48
<b>Article II</b> .....	52
<b>Tableau III.1</b> : Description des composites.....	54
<b>Article III</b> .....	58
<b>Tableau III.1</b> : Facteurs et niveaux D'expiration Orthogonale.....	59
<b>Tableau III.2</b> : Résultats de l'expérience orthogonale.....	62
<b>Tableau III.3</b> : Données quantitatives des courbes XPS.....	64
<b>Article IV</b> .....	67
<b>Tableau III.1</b> : Conditions des opérations corona sur les échantillons.....	68
<b>Tableau III.2</b> : Temps d'absorption d'eau des tissus de laine non traités et traités corona...	72
<b>Tableau III.3</b> : Variation de la résistance et de l'allongement du tissu de laine non traité et traité corona dans la direction de la chaîne et de la trame.....	73

## Glossaire

MC	Matériaux composites
UV	Ultra-violet
MEB	microscopie électronique à balayage
Ph	Le potentiel hydrogène
IR	infrarouge
FTIR	L'infrarouge à transformée de Fourier
SEM	Search Engine Marketing
nm	Nanomètre
XPS	spectroscopie photo-électronique à rayons X
ETL	équilibre thermodynamique local
(PP)	polypropylène
UHF	Ultra-Hautes Fréquences – ondes décimétriques
SHF	Supra-Hautes Fréquences – ondes centimétriques
EHF	Extra-Hautes Fréquences – ondes millimétriques

## Nomenclature

NaOH	hydroxyde de sodium
CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>16</sub> COOH	L'acide stéarique
OH	hydroxyle
CH <sub>3</sub> CO	acétyle
E	Energie
$\omega$	la fréquence
$\lambda$	La longueur d'onde
MPa	Méga pascal
R	la réflectance
K	le coefficient de l'absorption
S	le coefficient de dispersion
k <sub>E</sub>	une constante reflétant
$\theta$	Angle
V	Tension
nm	Micromètre
T	Température
°C	dégré circus
$\eta_{or}$	le rapport de viscosité de cisaillement zéro du composite
$\eta_{oc}$	celui de sa matrice PE pertinente non traitée
M <sub>n</sub>	masse moléculaire moyenne
Hz	hertz
W	puissance (watt)



***Introduction générale***

## Introduction générale

De nos jours, les matériaux composites ont connu une évolution très remarquable. Ils ne cessent d'évoluer et gagner une importance, d'ailleurs, ils s'imposent dans beaucoup de domaines, par exemple, l'industrie automobile, l'aéronautique, l'industrie militaire, etc....

Vu les exigences toujours croissantes du consommateur, le domaine des matériaux composites se trouve immédiatement concerné, d'où la nécessité de développer des nouveaux produits qui répondent à ces exigences.

Nous devons également nous efforcer d'obtenir une technologie de traitement des fibres naturelles, qui est devenue l'obsession des scientifiques et des chercheurs dans ce domaine. Des expériences appliquées (pour traiter des fibres naturelles), ou des expériences numériques (à l'aide d'un ordinateur), ou tirer parti des résultats des scientifiques et des chercheurs pour bénéficier de leurs travaux pour le bien de la science.

Dans ce contexte, notre travail programmé avant la pandémie corona COVID19 qui a touché notre pays l'Algérie et le monde entier, était « étude numérique d'un matériau composite » et après on a changé le plan de travail comme suite :

**Le premier chapitre** est réservé sur les matériaux composites, ses éléments constitutifs, les différents procédés de mise en forme, ensuite les fibres végétales, et leurs différents types.

Dans **le deuxième chapitre** nous avons présenté des généralités et le principe des traitements physiques des fibres naturelles, et leur types à savoir : plasma, micro-ondes, traitement thermique, corona, traitement UV, et enfin par Laser.

**Le troisième chapitre** est consacré à une étude bibliographique sur le traitement Corona et nous avons fait la revue de quatre articles sur le traitement Corona sur les propriétés mécanique.

Cette étude est achevée par une conclusion générale et perceptive.



**CHAPITRE I :**

***Les matériaux  
composites***

## **I.1 Introduction**

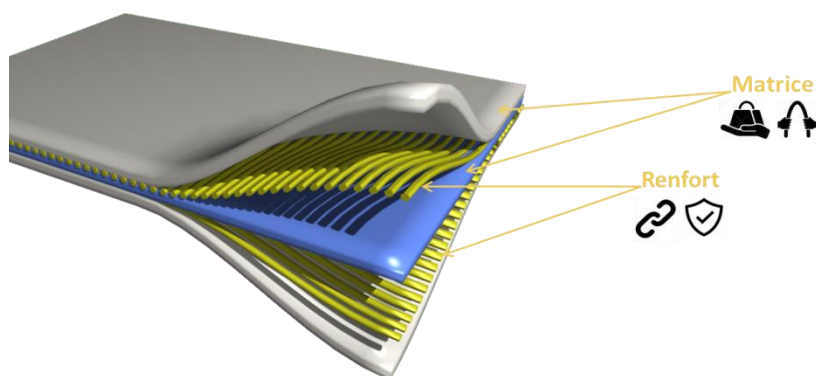
Ce chapitre est divisé en trois parties, la première partie est consacrée à la présentation des matériaux composites, en suit les différents types de matrices (thermodurcissables et thermoplastiques) et dans la même partie on présente les renforts et leurs différentes familles.

Dans la deuxième partie on représente les différents types de fibres (verre, carbone, d'aramide), ainsi que les fibres naturelles et leur origine (végétale, animale, minéral).

Et enfin, la troisième partie qui traite l'effet de traitements chimiques sur les propriétés mécaniques.

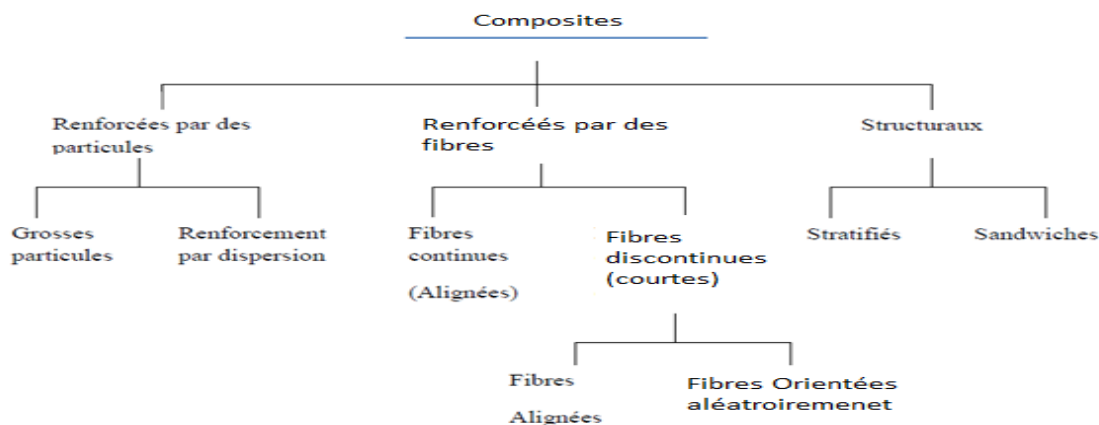
## I.2 Définition du matériau composite

Le matériau composite est un assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles (mais ayant une forte capacité d'adhésion). Cela constitue un nouveau matériau aux propriétés supplémentaires que chaque élément seul ne possède pas. Ainsi, le phénomène qui se produit permet d'augmenter la qualité de la matière pour certaines utilisations. La matière devient ainsi plus légère, rigide, etc., Le Composite est de plus en plus utilisé et pour de diverses applications [2].



**Figure I.1**– La composition du Composite [2].

Le domaine des matériaux composites est très vaste et peut être divisé en trois catégories principales (figure I.2) : les composites renforcés par des particules, les composites renforcés par des fibres et les composites structuraux. Chacune de ces catégories se divise en au moins deux sous catégories.



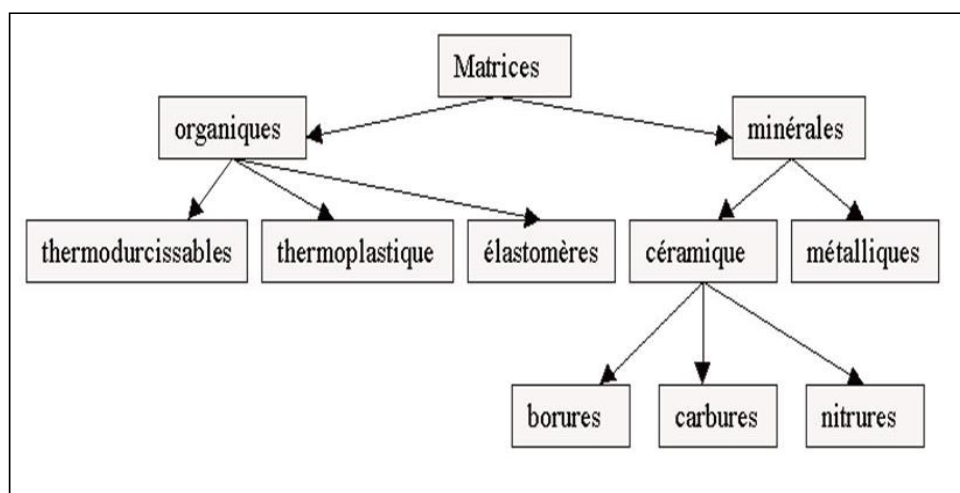
**Figure I. 2**– Classification schématique des différents types de composites [1].

### I.3 Matrice :

De façon générale, dans un matériau composite, une matrice (plastique, métal, céramique ou leurs combinaisons) est une matière servant de liant et à transférer les efforts au renfort (fibres, billes, microsphères, etc.), qui est plus rigide et plus résistant.

Dans les composites à matrice organique (plastiques renforcés), elle est appelée résine [3].

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-charges se comporte comme un matériau homogène, et le composite est considéré comme constitué d'une matrice et d'un renfort. La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la figure I.3.



**Figure I.3**–Types de matrice [3].

Les résines utilisées dans les matériaux composites ont pour rôle de transférer les sollicitations mécaniques aux fibres et de les protéger de l'environnement extérieur. Les résines doivent donc être assez déformables et présenter une bonne compatibilité avec les fibres. En outre, elles doivent avoir une masse volumique faible de manière à conserver aux matériaux composites des caractéristiques mécaniques spécifiques élevées.

Compte tenu de ces contraintes, les résines utilisées sont des polymères, modifiés par différents adjuvants et additifs : agents de démoulage, stabilisants, pigments, etc. Les résines sont livrées en solution, sous forme de polymères non réticulés en suspension dans des solvants qui empêchent le pontage entre les macromolécules pré polymérisées.

Sous l'action de la chaleur, des liaisons se développent entre les chaînes du pré polymère pour constituer un polymère réticulé suivant une structure tridimensionnelle. Deux grandes familles de résines polymères existent : les résines thermoplastiques et les résines thermodurcissables.

Ces deux types de résine possèdent la faculté de pouvoir être moulés ou mis en forme, pour donner soit un produit fini, soit un produit semi-fini dont la forme peut être modifiée.

Les résines utilisées dans les matériaux composites ont pour rôle de transférer les sollicitations mécaniques aux fibres et de protéger les fibres vis-à-vis des agressions extérieures. Les résines doivent donc être assez déformables et présenter une bonne compatibilité avec les fibres. En outre, elles doivent avoir une masse volumique faible de manière à conserver aux matériaux composites des caractéristiques mécaniques spécifiques élevées [4].

### **I.3.1. Résines thermodurcissables :**

Résine susceptible d'être transformée qu'une seule fois et qui devient infusible et insoluble après polymérisation. Une fois durci, leur forme ne peut plus être modifiée. De plus, même après une nouvelle montée en température, la résine ne pourra pas revenir à son état liquide ou pâteux initial.

La plupart des résines utilisées dans l'industrie composite sont thermodurcissables [5].

Les principales résines thermodurcissables utilisées dans la mise en œuvre des matériaux composites sont par ordre décroissant en tonnage :

- Les résines polyesters insaturées : polyesters condensés, vinylesters, dérivés allyliques, etc.,
- Les résines de condensation : phénoliques, aminoplastes, furaniques, etc....,
- Les résines époxydes.

### **I.3.2. Résines polyester :**

C'est un liquide visqueux plus ou moins transparent qui dégage une forte odeur due à son principal composant : le styrène. Ce «sirop» polymérise sous l'action d'un catalyseur et transforme en un matériau très dur en dégageant de la chaleur. C'est en 1865 que la synthèse, du nom de l'arabe «de styrax» d'où il a été extrait pour la première fois est réalisée. En 1935 débute la fabrication industrielle du polyester à partir de l'éthylène et du

benzène. Le réel développement à lieu à partir des années 1950 [6].

### **I.3.3. 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.
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.
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. Cette dernière caractéristique conduit à utiliser les résines furaniques dans le cas de matériaux devant résister aux produits chimiques : citernes, tuyaux, bacs, etc.

La présente Norme internationale a pour objet d'établir des modes opératoires de dosage reconnus et utiles (par exemple dans le but de vérifier si les règlements officiels concernant la manipulation des produits dangereux sur les lieux de travail sont observés). Dans la mesure du possible, toutes les résines contenant du formaldéhyde sont à inclure dans ce propos.

La quantité de formaldéhyde libre déterminée dans les résines de condensation du formaldéhyde en utilisant la présente Norme internationale représente la teneur réelle au moment de l'essai. La valeur n'a pas de relation quantitative avec le formaldéhyde libre qui pourrait apparaître pendant ou après la transformation [7].

#### **I.3.3.1 Les résines époxydes :**

Résines époxydes réticulables à température ambiante Résines époxydes comprenant le produit de réaction d'un mélange comprenant au moins un dérivé porteur de fonction époxy choisi dans le groupe constitué par les réactifs non biosourcés non polymères et porteurs d'au moins 3 fonctions époxy terminales et les dérivés lipidiques époxydes biosourcés, et au moins un agent de réticulation, le rapport entre le nombre de fonctions

réactives de l'agent de réticulation et le nombre de fonctions époxy étant maintenu constant indépendamment de la constitution du mélange, leur procédé de fabrication et leur utilisation dans des pièces composites pour la construction mécanique ou pour le bâtiment et dans les pièces de structure [7].

#### **I.3.4. Résines thermoplastiques :**

On appelle composite thermoplastique -- par opposition à composite thermodurcissable --, un matériau composite -- comprenez un matériau constitué d'au moins deux composants aux propriétés complémentaires -- dont la matrice tient en un polymère thermoplastique. Les composites thermoplastiques entrent donc dans la catégorie des matériaux composites à matrice organique.

Les composites thermoplastiques ont été développés par les chimistes pour pallier les défauts des composites thermodurcissables. Ces derniers, en effet, apparaissent résistants et solides. Pourtant, il devient aujourd'hui difficile de continuer à faire descendre les coûts de fabrication de ces matériaux. Et parmi les inconvénients des composites thermodurcissables qui prennent de l'importance, il y a le fait qu'ils ne sont pas recyclables. Les thermoplastiques, quant à eux, constituent des composites recyclables. Leurs résines se révèlent également plus faciles à stocker et ils peuvent être assemblés par thermosoudage, sans avoir besoin d'une colle [8].

#### **I.3.5. Résines thermostables :**

Les résines thermostables se distinguent des autres résines, précédemment considérées, essentiellement par leurs performances thermiques qui conservent leurs propriétés mécaniques pour des températures plus élevées que 200 °C. Dans la pratique nous retrouvons pour ces résines les deux grandes familles des résines thermoplastiques et thermodurcissables.

Les résines thermostables sont développées surtout dans les domaines de l'aviation et de l'espace, où les laboratoires cherchent à mettre au point de nouvelles résines. Parmi les résines thermostables, les résines bismaléimides et polyimides sont les plus utilisées.

Les résines bismaléimides sont des résines dont le réseau est élaboré à des températures de 180 à 200 °C. Les procédés de moulage sont identiques à ceux des composites à matrice thermodurcissable de type polyester ou époxyde.

Les résines polyimides sont apparues sur le marché vers 1970. Ce sont des résines

à hautes résistance thermique, mais de prix très élevé. Ces résines permettent d'obtenir des composites de résistances supérieure, à 250 °C, à la résistance de l'aluminium [9].

#### **I.4. Charges et additifs :**

##### **I.4.1. Charges :**

Minérales (verre, carbone, talc etc.), métalliques (aluminium etc.) ou organiques (farine de bois), les charges améliorent la rigidité et l'adhésivité des matières plastiques mais agissent également sur leur résistance chimique, leur isolation électrique et thermique. Leur proportion par rapport à la résine peut aller de 1 % à 300 % selon l'effet voulu. Un avantage important d'un grand nombre de charges, surtout minérales, est d'ordre économique : elles sont moins chères que les polymères.

**I.4.1.1. Charges renforçantes :** l'objet de l'incorporation de charges renforçantes est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine.

**I.4.1.2. Charges non renforçantes :** les charges non renforçantes ont pour rôle soit de diminuer le coût des résines en conservant les performances des résines, soit d'améliorer certaines propriétés des résines [10].

##### **I.4.2. Additifs :**

Le nom additif (ou parfois « agent » suivi d'un terme) désigne une substance chimique souvent liquide ou en poudre, qui est en général introduite avant ou pendant la mise en forme du matériau, pour apporter ou améliorer une (ou parfois plusieurs) propriété(s) spécifique(s). Certains additifs sont très onéreux. L'incorporation en masse est faible, quelques % au maximum, à la différence d'une charge. Les additifs sont compatibles avec le système pour obtenir un mélange homogène, et stable aux conditions de mise en forme (en particulier à la température) et au cours du temps. Ils peuvent être utilisés pour obtenir un effet positif en phase de production, stockage, traitement, pendant et après la phase d'utilisation du produit [10].

Les additifs se trouvent en faible quantité (quelque % et moins) et interviennent comme :

- ✓ Lubrification et agents de démoulage
- ✓ Pigments et colorants
- ✓ Agents anti-retrait
- ✓ Agents anti-ultraviolets

- **Lubrification et agents de démoulage** : ces additifs ont pour objet de faciliter le façonnage de la résine et réduire la tendance de la résine à adhérer aux moules, aux mandrins, etc.

- **Pigments et colorants** : les pigments sont des produits insolubles se présentant sous forme de poudre ou de paillettes. Ils sont obtenus à partir d'oxydes ou de sels métalliques. A partir de ces pigments, il est possible d'obtenir des pâtes colorantes constituées de dispersions de pigments dans une pâte, pour une utilisation aisée. Les colorants sont des composés organiques solubles dans un solvant adapté.

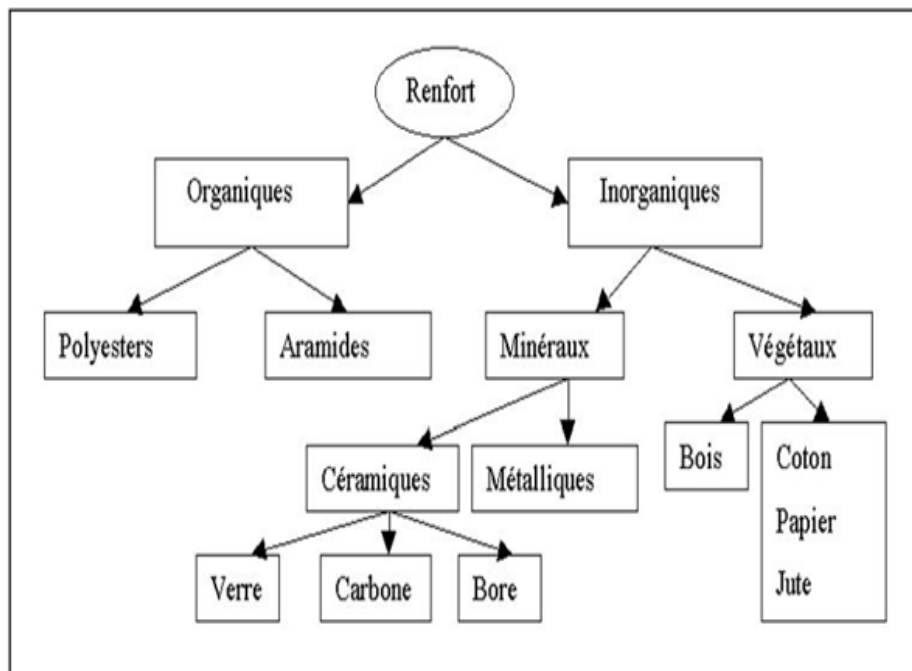
- **Agents anti-retrait et agents de fluage**: la polymérisation des résines conduit à une diminution des distances interatomiques du monomère initial. Il s'ensuit un retrait de la résine polymérisée, qui peut aboutir à un mauvais état de surface, à un gauchissement ou à des microfissurations des pièces moulées. Bien que l'incorporation des charges à la résine limite le retrait, il est souvent nécessaire d'ajouter des produits spécifiques anti-retrait, qui diminuent ou annulent le phénomène de retrait. Ces produits améliorent également l'écoulement de la matière dans certaines techniques de moulage. Ces agents anti-retrait sont généralement des produits à base thermoplastiques ou d'élastomères, se présentant sous forme de poudre ou en solution dans du styrène.

- **Agents anti-ultraviolets** : Les agents anti-ultraviolets ont pour fonction de protéger les résines de l'action des rayons ultraviolets contenus dans le rayonnement solaire. Le principe de ces agents est d'absorber le rayonnement ultraviolet et d'éviter ainsi une détérioration prématurée de la résine par rupture de liaisons atomiques ou par passage à un état excité qui favorise l'oxydation.

## **I.5 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, etc.



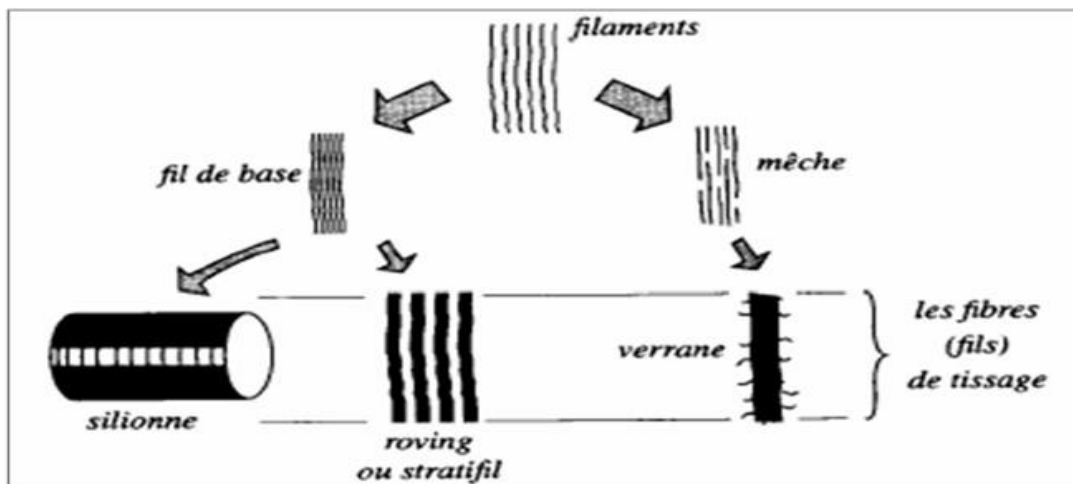
**Figure I.4**–Différentes familles des renforts [11].

En fonction des utilisations, les renforts peuvent être d'origines diverses : végétale, minérale, artificielle, synthétique, etc. Toutefois, les renforts les plus utilisés se présentent sous forme de fibres ou formes dérivées, et constituent une fraction volumique du matériau composite généralement comprise entre 0,3 et 0,7. Les renforts fibres se présentent sous diverses formes commerciales :

- ❖ Sous forme linéique (fils, mèches, etc.).
- ❖ Sous forme de tissus surfaciques (tissus simples, mats, etc.)
- ❖ Sous forme multidirectionnelle (tresses, tissus complexes, etc.)

### **I.5.1 Formes linéiques :**

Une fibre (diamètre environ de 10  $\mu\text{m}$ ) est trop petite pour l'utilisation unitaire. On trouve en général, des fils ou mèches qui sont assemblés à partir de plusieurs fibres. L'unité de masse linéique est le tex (1 tex = 1 g/km) [12].



**Figure I.5**– Eléments composants de la forme linéique [12].

### **I.5.2 Formes surfaciques :**

Les fils peuvent être utilisés pour réaliser des formes surfaciques de divers types : mats, tissus ou rubans.

### **I.5.3 Tissus et rubans :**

Un tissu ou un ruban est un ensemble surfacique de fils, de mèches, ect..., il est constitué :

D'une chaîne, ensemble de fils parallèles répartis dans un plans suivant la longueur du tissus.

D'une trame, ensemble de fils s'entrecroisant avec les fils de chaîne.

**I.5.4 Mats :** Ce sont des nappes de fils continus ou coupés, disposés dans un plan suivant une direction aléatoire. Ils sont maintenus ensemble par un liant. Le mat est isotrope à cause de l'absence d'orientation préférentielle des fibres.

## **I.6. Les fibres :**

Les fibres sont des matériaux très minces et allongés, tels que des filaments, qui peuvent être continus ou coupés, dont la longueur est au moins trois fois supérieure à la section transversale. Les fibres peuvent être distinguées en naturelle (végétale ou animale) et synthétique [13].

### I.6.1 Différents types de fibres :

- **fibre de verre :** Le terme fibres de verre désigne à la fois les fibres utilisées comme isolant thermique et celles utilisées comme renforts associées à des matrices organiques pour donner des composites.

Avantages	Inconvénients
-Bonne résistance thermique et électrique -Bonne résistance aux agents chimiques et à l'humidité. -Bonne compatibilité avec les matrices. -Faible coût.	-Caractéristiques mécaniques moyennes, notamment la rigidité élastique. -Tenue au choc médiocre.

**Tableau I. 1 :** Avantages et inconvénients de la Fibre de verre [14]

La principale application des fibres de verre est le renforcement des plastiques. Cependant leur champ d'applications s'est élargi à d'autres matrices (ciment, plâtre, bitume...) et à d'autres utilisations [15].

Suivant leurs compositions, différents types de verres filables peuvent être obtenus (tableau II.2). Dans la pratique, les verres de type E constituent la presque totalité du tonnage de verre textile produit actuellement. Les autres verres, représentant globalement une faible quantité (environ 1%) sont réservés à des applications spécifiques :

- ✓ Le verre D, à hautes propriétés diélectriques, pour la construction de matériel électronique de télécommunications.
- ✓ Le verre C, résistant aux agents chimiques pour les couches superficielles des structures particulièrement exposées sur le plan chimique.
- ✓ Les verres R et S, à caractéristiques mécaniques élevées pour la réalisation de structures à hautes performances mécaniques.

Type	Caractéristiques générales
E	A usage général ; bonnes propriétés électriques
D	Hautes propriétés diélectriques
A	Haute teneur en alcali
C	Bonne résistance chimique
R, S	Haute résistance mécanique

**Tableau I. 2 :** Différents types de verres filables.

- **Fibres de carbone :** La fibre de carbone est obtenue à partir de pyrolyse d'une fibre organique appelée précurseur.

Les fibres de carbone se différencient par le taux de carbone plus au moins élevé.

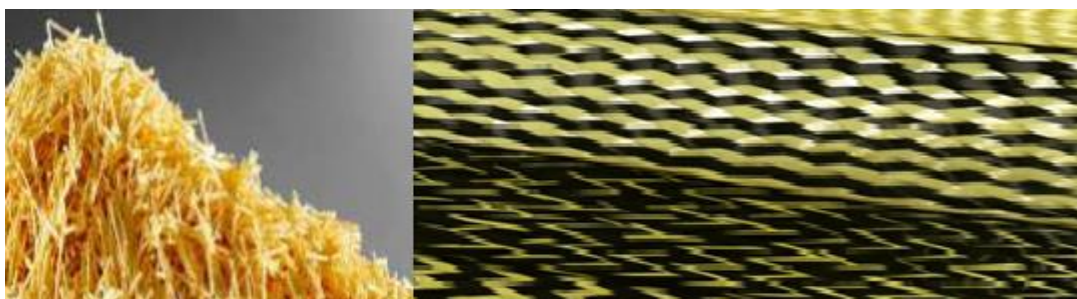
Ces fibres sont utilisées en tant que carbone pour les propriétés de cet élément et tant que fibre flexible et qui convient à toutes les formes de produit finis [16].

Avantages	Inconvénients
-Grande résistance à la traction et grande rigidité longitudinale - Très bonne tenue en température sans chute de propriétés (jusqu'à 1500 °C en atmosphère non oxydante). - Inertie à la corrosion et aux agents chimiques. Coefficient de dilatation longitudinal très faible	- Fragilité au choc ; -Coût élevé.

**Tableau I. 3 :** Avantages et inconvénients de la fibre de carbone [14]

- **Fibres d'aramide :** Les fibres d'aramides à caractéristiques mécaniques élevées sont généralement connues sous le nom de 'Kevlar'. Elles sont disponibles sous forme de tresses et des rubans,

Compte tenue de leur légèreté et leur bonne résistance au choc, les fibres d'aramides sont utilisées pour la fabrication de certains articles de sports, et pour la fabrication de protection contre les projectiles, et pour le renforcement de câbles. [17]



**Figure I.6–** Fibre d'aramide [17].

- **Fibre de bore :** Fibres de haut module et insensibles à l'oxydation à hautes températures, elles sont obtenues par dépôt en phase gazeuse sur un substrat en tungstène.
- **Fibre de silice :** Elles sont produites comme le verre, par fusion, et sont essentiellement utilisées pour leur haute tenue chimique et thermique dans les tuyères pour moteur de fusé [18].

## I.7. Fibres naturelles :

**I.7.1. Définition :** Les fibres naturelles sont des substances filamenteuses issues de végétaux et d'animaux, susceptibles d'être filées pour fabriquer des fils et des cordes. Elles sont tissées, tricotées ou tressées pour confectionner des textiles indispensables à la société.

**I.7.2. Classification des fibres naturelles :** La plupart des fibres naturelles sont d'origine végétale, animale et minérale (Fig. I.7).

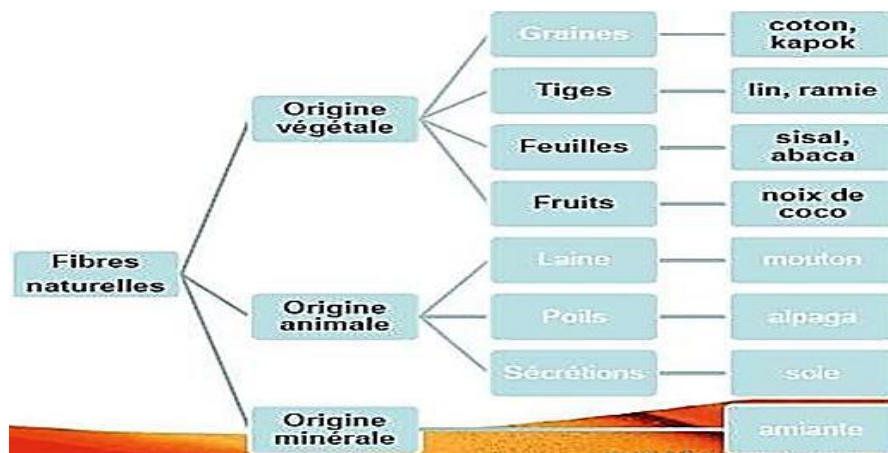


Figure I.7– Classification des fibres naturelles selon l'origine. [19].

### I.7.2.1. Les fibres origines végétales :

**I.7.2.1.1 Définition :** Une fibre végétale est une expansion cellulaire filiforme et morte, principalement composée de cellulose, d'hémicelluloses, de lignines, et de pectines. Elle est isolée ou compose avec d'autres un faisceau [20].

#### I.7.2.1.2. Différentes fibres végétales

**a. Le Coton :** Fibre naturelle d'origine végétale La plus utilisée dans le monde (50%)  
Producteurs : Etats-Unis, CEI (Russie et pays voisins) Chine, Inde et Egypte

Fort impact écologique : Utilisation de beaucoup d'eau, d'engrais et de pesticide.



**Figure I.8**– Le coton [8].

Composition : 87% de cellulose.

Section : forme de haricot.

Diamètre : 20 à 40 micromètres.

Propriétés chimiques du coton : semblables à celles de la cellulose.

Propriétés physiques du coton : bonne résistance mais élasticité médiocre liés au fort degré de cristallinité des microfibrilles de la cellulose.

**b. Le Lin** : Le lin est utilisé depuis l'antiquité. Par exemple en Egypte il servait entre autre à confectionner les bandelettes imputrescibles qui enveloppaient les momies.

-Il est issu des tiges de lin.

-Le lin est anallergique, isolant et thermorégulateur.

Le lin est formé de cellulose.

Propriétés chimiques : les mêmes que le coton

Propriétés physiques et textiles :

-Bonne résistance mécanique en raison d'une plus grande cristallinité des fibres et la disposition des microfibrilles dans l'axe de la fibre.

-Fibre lourde qui donne du tombant au tissu.

- Faible élasticité

-Grande finesse : se froisse facilement.

-Moins bonne affinité tinctoriale que le coton car l'épaisseur des parois de la fibre empêche une bonne pénétration du colorant.



**Figure I.9**– Le lin [22].

**c. Le Chanvre :** Utilisé depuis l'antiquité (4700 av JC), il est originaire des versants himalayens de l'Inde. Formé à partir des tiges et est constitué de cellulose.

Constitué 85% de cellulose,

Sa section est polygonale mais le canal central est plus important que celui des fibres de lin.

Diamètre : 10 à 50 micromètres

Propriétés physiques et textiles :

Hydro régulateur : Il dispose d'une forte perméabilité à la vapeur d'eau ce que le rend particulièrement adapté aux constructions ouvertes a la diffusion.

-Thermo régulateur : conserver une température constante.

-Isolant acoustique

-Ecologique.

-Bonne capacité d'absorption de l'humidité.



**Figure I.10**– Le chanvre [23].

**d. Palmier :** Dans un palmier dattier on trouve quatre types de fibres : les feuilles, rachis, les bras de grappe et les mats naturels. Les fibres des bras de grappe des palmiers

dattier de la région Hodna M'sila, située au centre de l'Algérie. Les bras de grappe sont d'un coût négligeable car elles sont récupérées lors de la récolte des dattes générale au mois de décembre. Au vue que l'Algérie possède plus 18 millions de palmiers dattiers, ces tiges sont en abondance en Algérie, elles sont soit jetées ou brulées chaque année après l'entretien et la récolte des palmiers (Figure I-11). Cette ressource naturelle et renouvelable mérite bien d'être valorisée.



**Figure I.11– (a) les bras de grappe (b) Les fibres.**

**e. Alfa :** est une plante herbacée (Graminées) d'Afrique du Nord et d'Espagne (ou spart) utilisée pour la fabrication de cordages, d'espadrilles, de tissus grossiers, de papier, tapis, paniers. D'une façon générale, la fabrication d'objets en fibres végétales se nomme sparterie.



**Figure I.12– Alfa**

**f. Diss :** le diss connu sous le nom scientifique (*ampéloidesmos mauritanicus*), appelé en Italie (Disa) et en Espagne (Carritx), il appartient à la famille des graminées (Figure I.13). C'est une plante répandue dans l'Afrique du nord méditerranéenne et les régions sèches

de la Grèce à l'Espagne. En France, on la trouve dans les départements des Alpes-Maritimes, du var, du corse du sud et de l'Hérault. Cette plante était utilisée auparavant dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécaniques, l'utilisation de ces fibres est limitée à la confection des couffins, à lier les branches de vignes ou à la confection des balais cantonniers.



**Figure I.13**— Plante de diss à l'état naturel

**g. Le Jute :** La fibre de jute est surnommée la Fibre d'Or. Car elle est de bonne qualité et possède des reflets brillants.

Le jute prospère dans les terres tropicales situées à faible altitude ayant un taux d'humidité entre 60 et 90%. La fibre de jute est longue, douce, brillante cependant est très rêche et donc désagréable à porter. Fibre très fine par rapport aux autres.

Composé de cellulose 65,2%

Diamètre : 16 micromètres.

**h. Le Kapok :** Fibre végétale extraite du fruit de plusieurs arbres tropicaux.

Fibre très légère et non tissable possède de bonnes qualités thermiques mouillable et à la réputation de flotter à la surface de l'eau sans s'immerger.

**i. La Ramie :** Elle est extraite de l'écorce de l'ortie de Chine. Ce sont des fibres longues et brillantes aux propriétés identiques au lin et au coton.

Composé de cellulose 99%

Diamètre : 50 micromètres

brillance et de résistance comparable à la soie.

bonne capacité à absorber l'humidité.

**j. L'abaca :** L'abaca ou chanvre de manille est un bananier textile (Musacées) qui pousse aux Philippines : les fibres dans les gaines foliaires forment un pseudo tronc très recherché pour la fabrication de cordages légers et insubmersibles, et aussi de rabanes, nappes, stores, vêtements.



**Figure I.14**–Autres fibres.

### **I.7.2.2. Les fibres d'origines animales :**

**I.7.2.2.1 Définition :** Les fibres naturelles issues d'animaux se divisent en trois groupes principaux : laine, poils, et soie naturelle.

**a. La laine :** La laine est un matériau d'origine animale constituée de fibres kératiniques provenant d'ovins.

Les moutons furent un des premiers animaux à être domestiqués et les premières étoffes étaient probablement en laine. La laine est l'une des principales fibres utilisées au monde; la structure de ses protéines lui confère des qualités uniques – une résilience et une élasticité exceptionnelles – avec lesquelles les fibres synthétiques ne peuvent rivaliser. Il existe plusieurs variétés, depuis la laine mérinos (frisée) superfine qui ressemble au cachemire jusqu'à la laine grossière. Sa valeur et son utilisation dépendent du diamètre de la fibre ; plus de 37% de la production est constituée de laine fine, 22% de laine moyenne et 41% de laine grossière.

Il existe quatre sortes de qualités de laine :

- a) la laine de tonte : provenant d'animaux vivants et sains
- b) la laine d'agneau : provenant de la première tonte (poils fins et peu résistants)
- c) la laine de délainage : provenant d'animaux abattus, de qualité moyenne
- d) La laine renaissance : issue de la récupération de restes de laine et de vieux vêtements.

Légalement, on désigne par « laine » les fibres du mouton ainsi que les fibres d'autres animaux dont la toison est aussi composée de fibres kératiniques. Mais dans ce dernier cas on appelle toujours ces textiles par leur nom [24].



**Figure I.15**– Moutons

**b. Les poils :** Les poils proviennent de divers animaux de la famille des camélidés (comme le chameau, le lama, l'alpaga, le guanaco, la vigogne), du yack, de la chèvre,...



**Figure I.16**– Lama

**c. Le poil de chameau :** Il existe deux qualités de poil de chameau : le poil de dessus, plutôt grossier, et le duvet du dessous qui est très fin. Ce dernier est peigné, tondu ou arraché pendant la saison de la mue et mélangé à des laines fines pour confectionner manteaux, pardessus et vêtements de sport. Ce sont les chameaux de Bactriane de la Mongolie intérieure

et de la Mongolie qui donnent les fibres de meilleure qualité ; le duvet des chamelons est d'une finesse et d'une douceur extrêmes. La couleur la plus courante est brun rouge, avec des variantes allant du brun au gris. La toison blanche est la plus prisée, mais elle est très rare.

**d. La soie :** D'origine naturelle animale, la soie est utilisée depuis 3000 ans.

Elle est sécrétée par des chenilles de papillons,

-Fil continu 40 $\mu$ m de diamètre,

-Longueur varie entre 700 et 1500m

-formé de deux fils de section triangulaire soudés entre eux par une sorte de vernis (Séricine ou grès)

-Couleur pâle, Brillant, Soyeux, doux

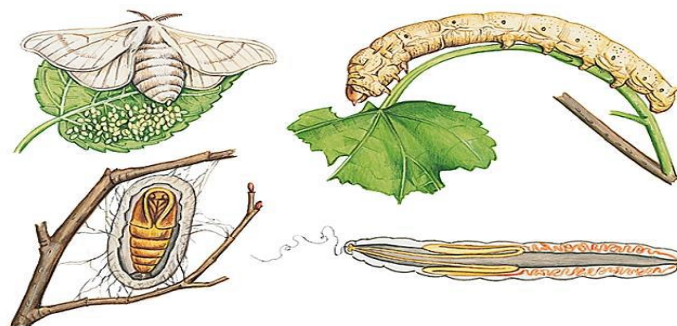
-Propriétés physiques : grande résistance mécanique comparable à celle d'un fil d'acier ;

Bonne élasticité ; Bonne solidité ; Très bonne souplesse grâce aux domaines amorphes

-Propriétés chimiques : La soie supporte oxydants légers et acides à froid (teintures)

N'est pas abîmée par acides forts, acides faibles réducteurs, solvants, enzymes et corps gras

Décoloration par oxydants oxygénés [25].



**Figure I.17**– La soie [25].

**e. La fibre d'alpaga :** L'alpaga est un animal domestiqué appartenant à la famille des camélidés d'Amérique du Sud.

**f. Le cachemire :** La laine de cachemire, qui provient du poil très fin de la chèvre du Cachemire *Capra*, est très douce au toucher ; bien que d'une grande légèreté, elle tient très chaud. Comme elle est rare, elle est considérée comme une fibre de luxe.

**g. Le mohair :** Le mohair est issu du poil de la chèvre angora.

**h. L'angora :** La laine blanche et soyeuse des lapins angora, prisée pour sa finesse et sa souplesse.

### **I.7.2.3. Les fibres origines minérales :**

Il existe deux types de fibres minérales : celles qui sont directement issues de roches (exemples : amiante, wollastonite, sépiolite) et celles qui sont artificiellement produites à partir de minéraux (on parle alors de fibres minérales synthétiques (exemples : fibre de verre ou laine de verre produites à partir de la silice, laine de roche, fibre céramique réfractaire, fibre d'alumine). Les minéraux recherchés pour produire des fibres le sont pour leurs qualités d'inertie chimique et/ou thermique, parfois pour leurs propriétés optiques ou piézoélectriques mais d'abord pour leurs propriétés vitrifiantes [26].

## **I.8 Traitements chimiques**

### **I.8.1.Généralité :**

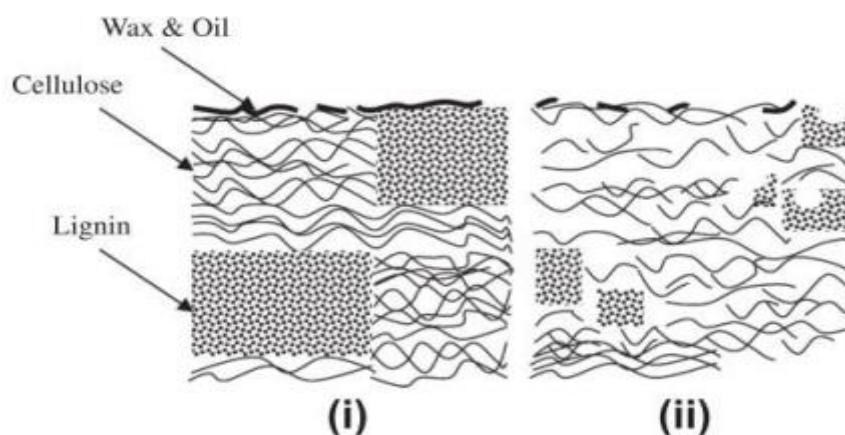
Les méthodes de traitements chimiques se caractérisent par leurs capacités à nettoyer la surface de la fibre, mais aussi à la modifier. Cela permet de limiter le procédé d'absorption de l'eau, d'améliorer l'état de surface ainsi que l'interface entre les fibres et la matrice. Plusieurs critères sont 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.

### **I.8.2.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) [27], [28] 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 [29]. Ainsi, la sensibilité

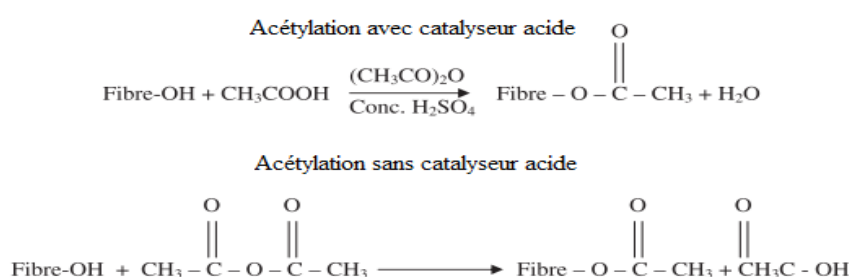
à l'humidité des fibres diminue. Ce traitement enlève également une partie des hémicelluloses, de la lignine, de la pectine, de la cire et des huiles [30], [31].



**Figure I.18**– Structure typique de la fibre lignocellulosique (i) non traitée et (ii) et après traitement alcalin [27].

### I.8.3. Acétylation

L'acétylation est une technique d'estérification des fibres naturelles. Les fibres sont acétylées avec l'acide acétique ou l'anhydride acétique en présence ou non d'un catalyseur acide pour greffer des groupements acétyles sur la cellulose (Figure I.16). Le groupement acétyle ( $\text{CH}_3\text{CO}$ ) remplace le groupement hydroxyle ( $\text{OH}$ ) hydrophile de la fibre. Ainsi, la nature hydrophile de la fibre diminue [28].



**Figure I.19**– Acétylation avec ou sans catalyseur acide [28].

### I.8.4. Traitement par acide stéarique

Le traitement par acide stéarique est une autre technique d'estérification des fibres naturelles [32]. L'acide stéarique de formule  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$  est utilisé pour modifier la surface des fibres. Le groupement carboxyle  $-\text{COOH}$  de l'acide stéarique réagit

avec les groupements hydroxyles hydrophiles de la fibre et réduit sa sensibilité à l'humidité [28]. Ce traitement peut conférer aux fibres naturelles un caractère extrêmement hydrophobe [33], [34]. Cependant, il élimine certains constituants de la structure de la fibre (pectine, huile de cire, etc.). Par conséquent, les faisceaux de fibres se décomposent et des phénomènes de défibrillation se produisent [32], [35]. Pour des applications composites, ce traitement favorise une meilleure liaison à l'interface fibres-matrice et fournit des meilleurs propriétés des composites.

### **I.9. Conclusion :**

Les matériaux composites disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, maintenance réduite, liberté de formes. Ils permettent d'augmenter la durée de vie de certains équipements grâce à leurs propriétés mécaniques et chimiques. Ils contribuent au renforcement de la sécurité grâce à une meilleure tenue aux chocs et au feu. Ils offrent une meilleure isolation thermique ou phonique et, pour certains d'entre eux, une bonne isolation électrique.

Les traitements chimiques se caractérisent par leurs capacités à nettoyer la surface de la fibre, par exemple le traitement d'hydroxyde de sodium (NaOH) est largement utilisé pour modifier la structure moléculaire cellulosique d'une part et d'autre part le traitement par acide stéarique utilisé pour modifier la surface des fibres.

Les Traitements physiques permettent d'améliorer certaines propriétés des fibres, ces méthodes sont utilisées surtout pour purifier les fibres lignocellulosiques, qui fait l'objet du chapitre II.



**CHAPITRE II :**

***Traitements physiques  
des fibres naturelles***

## II.1 Généralités

Les prétraitements et les traitements ultérieurs permettent d'améliorer certaines propriétés des fibres. Les traitements chimiques tels que la benzylation et l'acétylation sont des exemples de traitements visant à diminuer le caractère hydrophile des fibres en fonctionnalisant la surface. Cependant, ils nécessitent un nettoyage de la surface afin d'être pleinement efficaces. Ces traitements bien qu'efficaces requièrent l'emploi de produits dangereux pour l'environnement alors que les méthodes physiques telles que le calandrage, l'étirement, les traitements thermiques et autres techniques n'entraînent pas de modification chimique. Cependant, les traitements physiques induisent un changement des propriétés structurales et surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice polymérique [36]. Ces méthodes sont utilisées surtout pour purifier les fibres lignocellulosiques c'est à dire enlever les fragments de lignine et les impuretés restantes de sa surface. Il existe une technique utilisée très récemment et qui consiste à envelopper la fibre par une couche très mince de polymère et de les mettre en suspension dans une solution d'eau et de surfactants cationiques pour générer des radicaux libres. En ajoutant un monomère, une nouvelle couche peut se former par l'intermédiaire des radicaux libres [37].

Les agents dispersifs (cires, paraffine) sont utilisés dans les polymères renforcés à base de fibres naturelles. D'autres additifs comme les élastomères et les plastifiants sont aussi utilisés. Ces produits agissent sur des propriétés spécifiques qui entraînent des modifications de surface permettant d'améliorer directement le polymère renforcé, ou alors, en facilitant sa fabrication (changements des paramètres du procédé : baisse de la température, homogénéisation du mélange, diminution des contraintes mécaniques lors du processus [38, 39].

Une méthode développée par l'équipe de Simonsen [40], consiste à induire une couche de polystyrène sur la fibre de sapin en poudre. Avec cela, ils ont montré en étudiant l'interface par spectroscopie de photoélectron X (XPS) et chromatographie gazeuse inverse (IGC) que la surface a été changée. Contre toute attente, la constante dispersive de l'énergie de surface augmente alors qu'elle ne devait pas changer puisque le polystyrène et la fibre ont des constantes dispersives similaires [41].

Les fibres cellulosiques modifiées physiquement sont toujours traitées successivement par voie chimique ce qui permet de bénéficier pleinement du résultat obtenu. On parle ainsi de modification physico-chimique [37].

## **II.2 Méthodes de modification par voie physique**

Dans cette partie, nous allons discuter quelques procédés de modification physiques des fibres naturelles présentés dans la littérature. Parmi ces techniques les plus utilisées pour modifier les propriétés des fibres naturelles ou de la matrice polymérique, on cite le traitement Corona, traitement UV, le traitement thermique, le laser, les rayons gamma, et le traitement Plasma. Ces techniques consistent à modifier l'énergie de surface à l'aide d'un rayonnement radiatif dans un milieu à gaz soit à faible pression ou à haute pression.

### **II.2.1 Traitement Plasma**

#### **II.2.1.1 Introduction**

Dans l'antiquité, les grecs considéraient que les constituants du monde dérivait de quatre éléments essentiels : la terre, l'eau, l'air, et le feu [42]. Il est possible de voir dans les trois premiers l'équivalent de nos états, solide, liquide et gazeux. Mais l'état physique correspondant au feu des anciens n'est apparu que récemment.

En choisissant le feu comme l'un des quatre éléments constitutifs de la matière, les grecs étaient loin d'imaginer que celui –ci constituait l'état de la matière le plus répandu de l'univers, que l'on appelle « plasma » [43].

Comment se fait-il que l'état de plasma soit le moins connu des quatre, alors qu'il est le plus répandu ? En fait, on trouve du plasma à l'état naturel partout dans l'Univers (représentant 99% de l'univers) mais pas sur la Terre, car nous vivons sur un corps froid protégé des flux de plasma par un champ magnétique. On observe tout de même parfois des plasmas naturels sur la Terre, comme la foudre ou les aurores boréales.



Figure II.1 –La foudre [43].

Sous sa forme la plus stable, la matière se trouve à l'état solide. Si l'on augmente l'énergie interne de ce solide, il passe sous forme liquide, puis si de l'énergie est encore ajoutée, il passe sous forme gazeuse. Ce gaz, si on le surexcite, c'est à dire si nous lui apportons une forte énergie, il passe sous forme plasmatique. La matière va donc passer par différents états (Figure II.2).

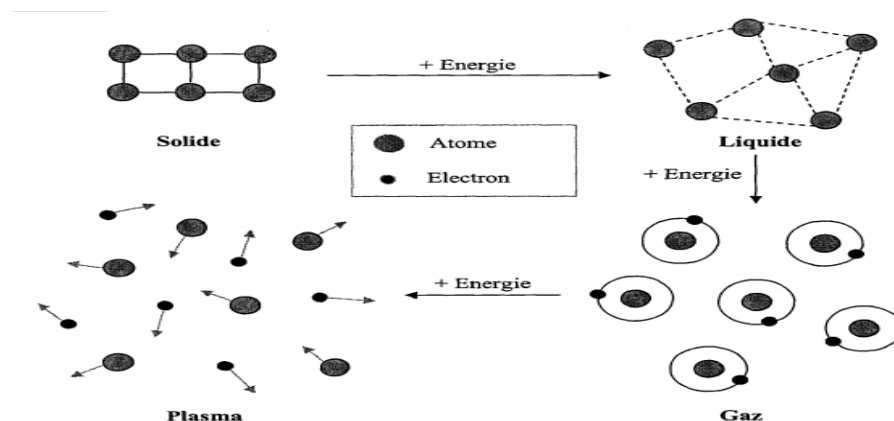
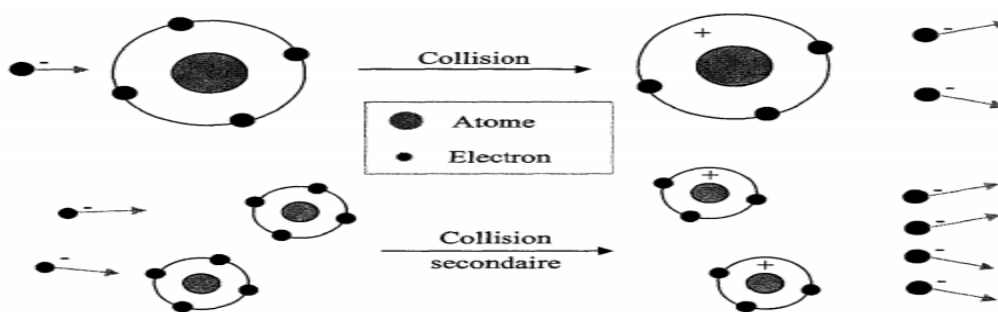


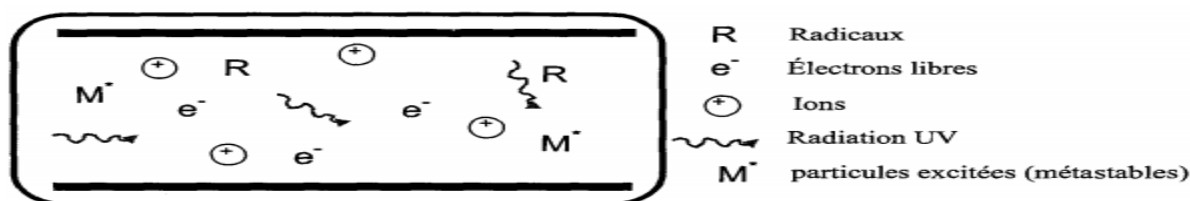
Figure II.2– Représentation des quatre états de la matière [44]

Les réactions chimiques ayant lieu lors du passage de sa forme gazeuse à sa forme plasmatique sont très complexes. En effet, la forte excitation engendrée par l'apport d'énergie perturbe totalement l'organisation de la matière. Dans un premier temps, un électron d'un atome va capter cette énergie puis, lorsqu'il aura atteint une énergie suffisante, va pouvoir se libérer de l'attraction du noyau atomique. On a donc l'apparition d'un cation et d'un électron libre. Cet électron libre va rencontrer dans sa course un autre atome qu'il va percuter. Cette collision va engendrer la création d'un nouvel électron libre et d'un nouveau cation. C'est de cette réaction en chaîne que se forme l'état plasmatique (Figure II.3).



**Figure II.3**–Principe des réactions en chaîne lors de la formation d'un plasma fil [44].

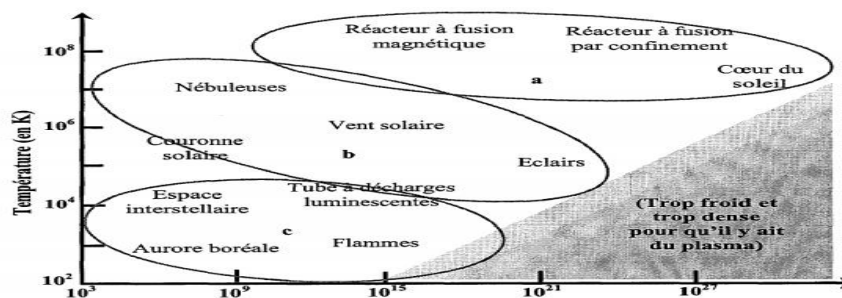
Mais les collisions électron/atome ne sont pas les seules à avoir lieu dans un plasma, il existe aussi des collisions de type particule chargée/particule chargée et particule neutre/particule neutre. Outre la présence d'ions et d'électrons libres, les plasmas sont aussi composés d'atomes à l'état initial, d'atomes à l'état métastable, de radicaux mais aussi d'énergie sous la forme de radiations (UV invisible et visible le plus souvent, de lumière mais aussi de chaleur) (Figure II.4). Dans leur globalité, les plasmas sont quasi-neutre électriquement parlant.



**Figure II.4**–Constituants d'un plasma [44].

Malgré la forte énergie nécessaire à sa création, le plasma n'est pas uniquement présent à l'état naturel dans l'espace interstellaire et les étoiles mais il est aussi présent sur Terre. On le retrouve sous la forme du feu, des éclairs ou encore des aurores boréales. Le feu pourrait donc être considéré comme le premier plasma créé artificiellement par l'homme. Les plasmas peuvent être classés en trois grandes familles selon leur température et leur densité de charges (Figure II.5) :

- Les plasmas chauds (a)
- Les plasmas thermiques (b)
- Les plasmas froids (c)



**Figure II.5**–Diagramme de classification des plasmas

a) les plasmas chauds, b) les plasmas thermiques c) les plasmas froids [44]

### II.2.1.2 Classification des plasmas

Au sein du plasma, il n’y a pas toujours un équilibre thermodynamique entre les espèces mais un état stationnaire dans lequel chaque espèce de particules a une énergie caractérisée par une température  $T$ . Celle-ci est définie par l’énergie cinétique moyenne [45].

#### a) Les plasmas thermiques

Les plasmas thermiques sont obtenus à hautes pressions ( $P \geq 1$  atm) et à des températures élevées [46]. Ils sont riches en ions et sont caractérisés par un équilibre thermodynamique local (ETL) réalisé entre les électrons et les espèces lourdes. Leurs températures avoisinent les 10000 K. Ces plasmas nécessitent des énergies considérables, et ils sont générés le plus souvent au moyen des torches à plasma et d’arcs électriques [45].

#### b) Les plasmas non thermiques (froids)

Ce sont des plasmas obtenus sous pression réduite (10-1 atm), qui sont hors équilibre thermodynamique. La température électronique est beaucoup plus élevée que la température du gaz qui ne dépasse pas les 1000 K ; ces plasmas sont générés au moyen des décharges luminescentes, des décharges radiofréquences et des décharges micro-ondes [46].

#### c) Les plasmas tièdes

Il existe une troisième catégorie de plasma où l’ETL n’est pas rigoureusement réalisé, ce type de plasma a la particularité d’être généré à pression atmosphérique avec une température proche de la température ambiante.

Certains auteurs l'appellent plasma tiède. Il est obtenu via l'effluage électrique qui regroupe quelques techniques intéressantes : décharge à barrière diélectrique(DBD), décharges à effet couronne et décharge glissante [46].

### II.2.1.3 Principe du traitement Plasma

Le traitement plasma à faible énergie fait partie des traitements de surface applicables aux fibres. A haute énergie, le procédé plasma peut atteindre le cœur de la fibre mais il la détériore [47]. Le plasma peut être appliqué sous atmosphère d'oxygène, connu sous le nom de plasma oxygène. Ce dernier change la composition de la surface des fibres naturelles en l'enrichissant en fonctions  $-C=O$ ,  $-COOH$  et  $-CO_2$  [48]. Il est utilisé pour le nettoyage et plus accessible aux molécules de modification. A des temps plus prolongés, ce procédé cause des fissures à la surface des fibres.

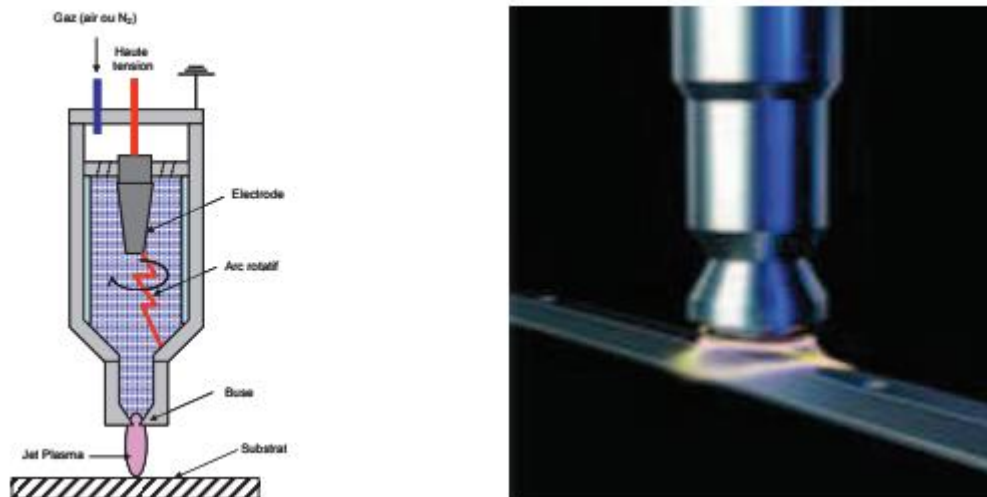
Ražić et al. [49] ont étudié l'efficacité du procédé plasma à basse pression pour améliorer le processus de déposition de polymères à la surface des tissus de coton activée chimiquement. Les tissus de coton ont été soumis à des prétraitements au plasma oxygène pendant 5 minutes. Ensuite, le procédé de polymérisation au plasma a été réalisé en utilisant des vapeurs d'acide acrylique comme précurseur (monomère). Les vapeurs de monomère d'acide acrylique pur ont été introduites dans la chambre à vide à une pression de 0,3 mbar.

Les observations MEB ont montré que la surface des fibres prétraitées est plus propre et lisse par rapport aux fibres de coton non traitées. La surface devient donc plus accessible pour lier divers agents chimiques. La surface des fibres de coton traitées avec l'acide acrylique est devenue plus hydrophobe.

Sever et al. [47] ont traité la surface des tissus de jute au plasma oxygène en utilisant des systèmes plasmas froids basse fréquence et radiofréquence, à différentes puissances de décharge (30, 60 et 90 W), pendant 15 min, pour améliorer les propriétés mécaniques des composites jute/HDPE (polyéthylène haute densité). Les observations MEB ont indiqué que l'adhérence interfaciale entre les fibres de jute non traitées et la matrice de HDPE est très faible. Cette dernière a été améliorée par le traitement au plasma oxygène des fibres de jute.

Les essais mécaniques (traction, flexion 3 points, cisaillement) montrent une amélioration des propriétés mécaniques des composites par rapport au jute non-traité. L'augmentation de la puissance de décharge améliore l'adhésion fibres-matrice et donc les propriétés mécaniques. Une puissance de 60 W en plasma basse fréquence et de 90 W en

plasma radiofréquence ont provoqué les améliorations maximales des propriétés mécaniques. La résistance au cisaillement interlaminaire, la résistance à la flexion et la résistance à la traction des composites ont augmenté de 148 %, 75 % et 63 % respectivement pour une puissance de 90 W en plasma radiofréquence. Ce dernier s'est révélé plus efficace pour toutes les puissances.



**Figure II.6**–Traitement de surface des substrats par plasma d'air, à pression atmosphérique [47].

## II.2.2 Les micro-ondes

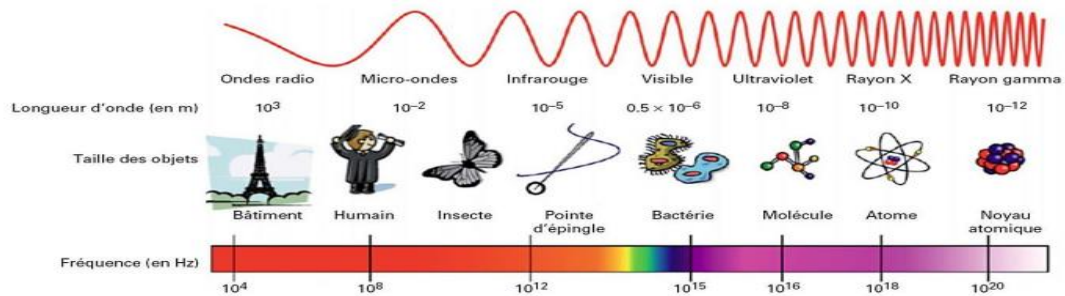
### II.2.2.1 Généralités sur les traitements thermiques par micro-ondes

L'utilisation du rayonnement micro-ondes pour traiter thermiquement des produits a vu le jour dans les années 1950-1960 avec les premiers développements technologiques issus des travaux de Percy Spencer et Raytheon (Edgar & Osepchuk, 2001). De nos jours, les applications des micro-ondes sont diverses et variées et concernent des secteurs industriels allant de l'industrie alimentaire à l'automobile par exemple. Au niveau industriel, l'enjeu principal est de réduire le temps de traitement thermique par rapport à un traitement conventionnel, ce qui implique plus de flexibilité au niveau du procédé, ainsi qu'une réduction de la consommation énergétique globale. Les équipements peuvent différer significativement selon la taille de l'installation : simple cavité micro-ondes de quelques centimètres jusqu'à un tunnel de traitement en continu de plusieurs mètres de long.

Selon la nomenclature officielle, le rayonnement micro-ondes est caractérisé par des fréquences variantes de 300 MHz à 300 GHz et se situe donc entre le spectre des

radiofréquences et les infrarouges (**Figure II.7**). Les micro-ondes sont à ce titre désignées comme ondes décimétriques à millimétriques (longueurs d'ondes de 1m à 1mm).

Le schéma ci dessous représente le positionnement des bandes de fréquences micro-ondes par rapport à l'ensemble du spectre des ondes électromagnétiques. Il met en relation les longueurs d'ondes en fonction de la taille des objets (de l'échelle microscopique à l'échelle humaine).



**Figure II.7**–Positionnement des micro-ondes dans le spectre fréquentiel (d'après Perino et Chemat, 2015) [50].

Plus particulièrement, le domaine des micro-ondes peut être divisé en trois sous-bandes décrites par décades de fréquence :

- de 0,3 à 3 GHz : bande UHF (Ultra-Hautes Fréquences – ondes décimétriques)
- de 3 à 30 GHz : bande SHF (Supra-Hautes Fréquences – ondes centimétriques)
- de 30 à 300 GHz : bande EHF (Extra-Hautes Fréquences – ondes millimétriques)

Pour les applications dédiées au chauffage par micro-ondes, les fréquences les plus couramment utilisées sont 2,45 GHz (micro-ondes domestiques et applications industrielles, longueur d'onde à vide d'environ 12 cm) et 915 MHz (applications industrielles essentiellement, longueurs d'ondes à vide d'environ 33 cm).

### II.2.2.2 Principe

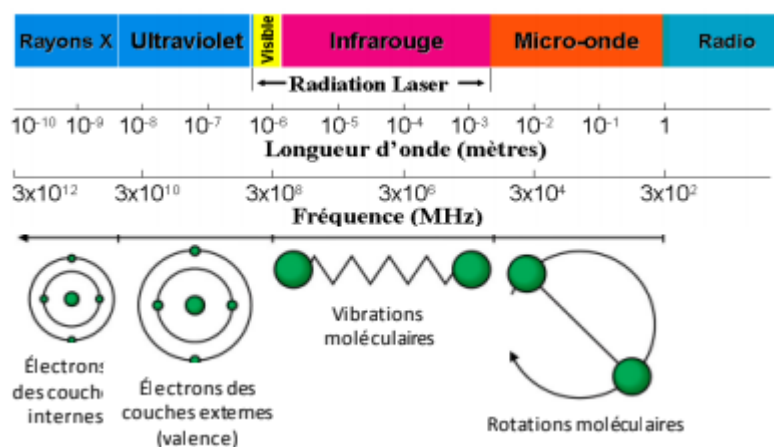
Le transfert d'énergie par chaleur se réalise généralement par une combinaison de plusieurs modes et se fait toujours de la source chaude vers la source froide. Le transfert thermique peut également s'accompagner d'un transfert de matière (exemple de l'ébullition d'un liquide). Il existe trois modes de transfert :

- Conduction : le transfert par conduction est un échange d'énergie avec contact quand il existe un gradient de température au sein d'un système.

- Convection : transfert d'énergie qui s'accompagne de mouvement de molécules dans un fluide (liquide ou gaz).

- Radiation : le transfert se fait par rayonnement électromagnétique. Le transfert peut se réaliser dans le vide en absence de matière.

Les micro-ondes font partie du troisième mode de transfert thermique, i.e. mode par radiation. Les micro-ondes sont des ondes électromagnétiques de fréquences comprises entre 300 MHz (ondes radios) et 300 GHz (infrarouge), ce qui correspond à des longueurs d'onde comprises entre 1 m et 1 mm (**Figure II.8**). Dans cette région du spectre électromagnétique, seule la rotation moléculaire est affectée et non la structure moléculaire. La plupart des fours commerciaux utilise une fréquence de 2,45 GHz, soit une longueur d'onde de 0,122 m, pour éviter toute interférence avec les systèmes de télécommunication.



**Figure II.8**– Spectre électromagnétique et nature des interactions onde / matière [50].

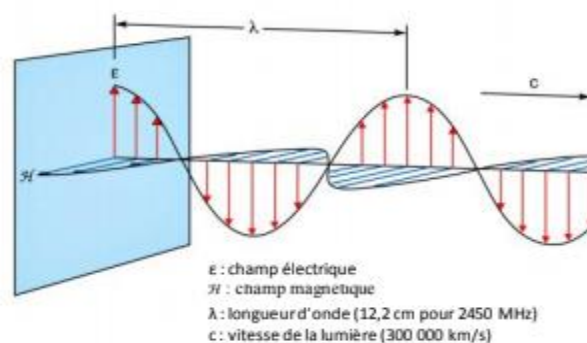
L'énergie fournie par les micro-ondes est une énergie alternative pour remplacer un chauffage conventionnel. Ce chauffage est basé sur la capacité de certains matériaux (liquides ou solides) à transformer l'énergie électromagnétique en chaleur. Ce mode de conversion d'énergie « in situ » est très intéressant pour des applications chimiques ou les traitements de matériaux. Les micro-ondes peuvent être transmises par des tubes métalliques creux et peuvent être focalisées en faisceau. Ces ondes peuvent également changer de direction

lorsqu'elles passent d'un matériel diélectrique à un autre (de façon similaire à celle des rayons lumineux qui sont réfractés lors de leur passage de l'air à l'eau).

Les micro-ondes se déplacent comme les ondes lumineuses, elles sont réfléchies par des objets métalliques, absorbées par des matériaux diélectriques et transmises sans absorption significative à d'autres matériaux diélectriques. L'eau, le carbone et les aliments avec une grande teneur en eau absorbent bien les ondes alors que la céramique et la plupart des thermoplastiques ne les absorbent que légèrement. L'équation 1 établit la relation fondamentale entre l'énergie  $E$ , la fréquence  $\nu$ , La longueur d'onde  $\lambda$  et la fréquence  $\omega$  :

$$E = \hbar \omega = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (\text{Équation 1})$$

Comme le montre la **Figure II.8**, les photons  $\gamma$  et les rayons X sont des énergies appropriées pour l'excitation des électrons de cœur, les rayons ultraviolets (UV) et visibles permettent l'amorçage de réactions et excitent les électrons des couches externes, les rayons infrarouge (IR) eux activent la vibration des liaisons moléculaires alors que les micro-ondes sont liées à la rotation moléculaire. Le champ électrique associé au rayonnement micro-ondes oscille ainsi 4,9.10<sup>9</sup> fois par seconde et soumet les espèces polaires et ioniques à des cycles de rotation, friction et collision très rapides à l'échelle moléculaire. La **Figure II.9** représente le schéma d'une micro-onde.



**Figure II.9**–Schéma d'une micro-onde [50]

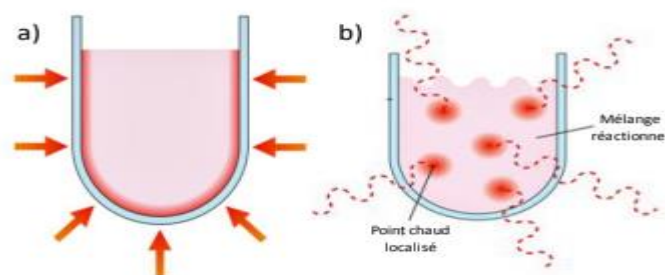
Les matériaux de faible conductivité électrique (diélectriques) peuvent être chauffés par les micro-ondes si leurs molécules possèdent une structure asymétrique. En présence d'un champ électrique, cette asymétrie, ou molécule polarisée, s'oriente en fonction de l'onde. Les mouvements ont pour effet de créer des frottements créant une augmentation de la chaleur interne du matériau. De la même manière, le champ électrique affecte les molécules chargées

(ioniques) de telle sorte qu'elles essayent de s'orienter rapidement en fonction du champ oscillant.

Ce chauffage a donc la particularité d'être sans contact avec le milieu extérieur et d'être considéré le plus souvent comme homogène. En effet, ainsi qu'il est représenté sur la Figure II.10, un transfert thermique par conduction (chauffage conventionnel) chauffe en premier la paroi du réacteur avant d'être transmise au milieu interne. Une forte agitation est donc nécessaire pour obtenir un mélange homogène. Cette technique est lente et inefficace puisqu'elle dépend de la conductivité thermique du récipient dans lequel la réaction se fait.

Au contraire un transfert thermique par rayonnement, si la paroi est transparente aux micro-ondes, permet de chauffer le milieu réactionnel directement. Ce sont les molécules qui sont directement chauffées par agitation moléculaire permettant ainsi une rapide augmentation de la température, les ondes atteignent directement les molécules présentes dans le mélange réactionnel pour une distance  $d$  inférieure à la longueur de pénétration des ondes.

Ici, le processus de chauffage est indépendant de la conductivité thermique du matériel : on parle de chauffage au cœur du mélange. En effet, une surchauffe instantanée et localisée de tout ce qui va réagir à un moment dipolaire ou à une conduction ionique a lieu dans le réacteur.



**Figure II.10**–Comparaison schématique (a) chauffage conventionnel et (b) chauffage micro-ondes [46]

Les micro-ondes peuvent ainsi être utilisées pour le chauffage sélectif des matériaux, la structure moléculaire ayant un effet sur la capacité des micro-ondes à interagir avec le matériau et le transfert d'énergie.

### **II.2.3 Traitement thermique**

D'après Govin [51], le traitement consiste à chauffer les fibres de bois, sous atmosphères inerte jusqu'à 280°C et de le maintenir suffisamment longtemps pour que sa structure soit modifiée et cette méthode appelée (la torréfaction). Cette technique a été particulièrement étudiée par Bourgois. Donc le procédé a été adapté, il consiste à traiter thermiquement du bois sous atmosphère inerte à des températures inférieures à 280°C. La durée du traitement permet l'obtention de propriétés souhaitées. Il présente l'avantage de moins dégrader la fibre et permet de conserver au maximum ses propriétés mécaniques.

Merzoud [52] a fait le traitement thermique par la mise en ébullition des fibres de diss dans une cocotte pendant quatre heures, puis lavage, et afin d'éliminer les sucres et les composants hydrosolubles renfermés dans les fibres.

### **II.2.4 Traitement Corona**

Cette technique est également un traitement de surface. La décharge corona produit de nombreux sites actifs sur les longues chaînes polymériques qui pourraient réagir avec l'oxygène pour créer des défauts de surface. Autrement dit, une augmentation de la rugosité de la surface du matériau peut être provoquée par la formation de micro-trous et de cavités [53]. Ce traitement peut augmenter l'adhésion des fibres naturelles avec la matrice.

Gassan et Gutowski [54] ont utilisé la décharge corona pour améliorer les propriétés mécaniques des composites fibres de jute/époxy (30/70). Le traitement corona de la fibre de jute a augmenté sa teneur en groupes carboxyles et hydroxyles de surface résistance à et donc sa polarité. L'oxydation de la surface de la fibre diminue la ténacité du fil et la rupture de la fibre ce qui empêche d'atteindre des valeurs de résistance à la flexion du composite plus élevées. Par contre, le module d'élasticité à 60°C du composite augmente avec l'augmentation de l'énergie corona et il atteint une valeur 15% plus élevée pour une énergie de 155 mJ/mm<sup>2</sup>

Ragoubi et al. [53] ont étudié l'impact d'une décharge corona sur les propriétés mécaniques des composites de fibres de chanvre/polypropylène. Les fibres de chanvre et le polypropylène (PP) ont subi un traitement corona avant la préparation des composites. Lorsque les fibres ont été traitées, la résistance à la rupture en essais de traction des composites (20/80) a significativement augmenté (32 %) alors que la déformation à la rupture ne change pas. Inversement, lorsque le PP a été traité, la résistance à la rupture reste inchangée alors que la déformation à la rupture a augmenté de 30%. Le traitement du PP n'a

pas affecté significativement les propriétés mécaniques. En fait, le traitement par décharge corona est un traitement de surface et donc l'oxydation ne se produit pas au cœur du PP. Par conséquent, la proportion d'espèces oxydées est trop faible pour permettre des interactions suffisantes entre les fibres et la matrice et améliorer les propriétés mécaniques du composite. Par contre, le traitement des fibres de chanvre par décharge corona attaque la surface des fibres (ce qui a été confirmé par les observations MEB) et augmente alors la surface de contact entre la matrice et le polymère et donc améliore les propriétés mécaniques. Le module d'Young dans ce cas a augmenté de 13% par rapport au composite sans modification des composants. Le traitement des fibres par décharge corona améliore également la résistance à la compression des composites. Une augmentation de 2 à 6 % du module d'Young a été observée dans ce cas.

### **II.2.5 Traitement UV**

Gassan et Gutowski [54] ont également utilisé un traitement par rayonnements ultraviolets(UV) comme traitement physique de surface pour améliorer les propriétés mécaniques des composites fibres de jute/époxy (30/70). Les fibres de jute ont été irradiées par des rayons UV de longueur d'onde 254 nm. Le traitement UV des fibres de jute a augmenté la polarité de leur surface en augmentant la teneur en groupes carboxyles de surface. Ceci est dû à l'oxydation de la surface des fibres de jute sous rayons UV et en présence d'oxygène. Ainsi, la mouillabilité des fibres et la résistance à la flexion du composite ont été améliorées. Après un traitement de 10 minutes à une distance de 150 mm de la lampe UV, la résistance à la flexion du composite a augmenté de 30 %.

Ferrero et al. [55] ont utilisé cette technique comme traitement chimique du coton. Les auteurs ont greffé du chitosane sur les tissus de coton pour des applications antibactériennes. Le chitosane a été dissous dans une solution aqueuse d'acide acétique avec une concentration de 2 %m, sous agitation magnétique à température ambiante pendant 24 h. Ensuite, le photo-amorceur radicalaire a été ajouté à une concentration 2% de la masse du chitosane. Le tissu a été imprégné pendant 12 h, séché pendant 10 min à 80 -100 °C et enfin réticulé sous rayonnements UV. Les tissus imprégnés ont été exposés sur les deux cotés aux rayonnements UV en utilisant une lampe à mercure pendant 30 à 60 s. Une activité antimicrobienne élevée a été conférée aux échantillons de coton par l'addition du chitosane. La réduction du nombre de microorganismes est comprise entre 96,6 et 100%.

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

Torres-Giner et al. [56] ont étudié l'effet du rayonnement UV sur l'adhérence interfaciale des composites farine de bois / plastisol de vinyl. Le plastisol de vinyl est le polychlorure de vinyle plastifié par de l'huile de lin époxydée. Pour cela, la farine de bois a été exposée sous une lampe à mercure à des rayons UV de longueur d'onde 350 nm à différentes durées. Ensuite, ces fibres ont été incorporées dans la matrice plastisol de vinyl à différents taux entre 10 et 30 %m. Les résultats ont montré que le rayonnement UV a favorisé l'adhérence des fibres à la matrice. Les auteurs ont suggéré que l'oxydation UV pourrait favoriser la génération de groupes hydroxyles (-OH) à la surface de la cellulose de la farine de bois, ce qui pourrait créer des sites actifs capables de former de fortes interactions covalentes avec les groupements époxy réactifs de l'huile de lin utilisée. Les essais mécaniques ont indiqué que la résistance à la traction a augmenté de 42 % et la déformation à la rupture a augmenté 3,5 fois pour les composites contenant 30 %m la farine de bois préalablement exposée aux UV pendant 4 min par rapport au composite de composants bruts.

### **II.2.6 Le traitement laser**

Les techniques lasers ont été tardivement utilisés en traitement de surface. Initialement, on les retrouvait dans la découpe des matériaux, puis dans la soudure. C'est une technique très pointue car elle permet de travailler sur des parties très spécifiques d'une surface. Les traitements au laser se retrouvent le plus souvent dans les métaux pour faire des dépôts (de diamant, de supraconducteur, etc...), pour diminuer ou augmenter la rugosité des surfaces, etc. ; mais il n'empêche qu'ils peuvent également être utilisés dans les fibres [57].

### **II.3.Conclusion :**

D'après ce chapitre il existe plusieurs méthodes des traitements physiques des fibres naturelles qui ont pour objectif d'améliorer quelque propriété, A partir de l'analyse des différents résultats, on peut déduire les conclusions principales suivantes :

- Les observations MEB ont montré que la surface des fibres prétraitées est plus propre et lisse par rapport aux fibres de coton non traitées, (Traitement par Plasma).
- Les micro-ondes sont des ondes électromagnétiques de fréquences comprises entre 300 MHz (ondes radios) et 300 GHz (infrarouge).
- Modification par corona est un traitement de surface.

- Le traitement UV des fibres de jute a augmenté la polarité de leur surface en augmentant la teneur en groupes carboxyles de surface ,De plus, le traitement montre une bonne résistance au lavage.
- Les traitements au laser se retrouvent le plus souvent dans les métaux pour faire des dépôts.
- Les traitements physiques induisent un changement des propriétés structurales et surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice polymérique et d'améliorer certaines propriétés des fibres.
- Les essais mécaniques (traction, flexion 3 points, cisaillement) montrent une amélioration des propriétés mécaniques des composites.
- Les fibres cellulosiques modifiées physiquement sont toujours traitées successivement par voie chimique ce qui permet de bénéficier pleinement du résultat obtenu.



**CHAPITRE III :**

*Revue des articles  
scientifiques*

À l'ombre de l'épidémie mondiale (la pandémie de la Corona COVID 19) et ses suites mondiales, et algériennes en particulier. L'université est fermée pendant environ six mois (y compris l'université de Mohammed Boudiaf de M'sila) et l'incapacité de rencontrer les enseignants pour compléter le côté pratique (étude numérique) de ce mémoire d'une part et d'autre part, la décision de notre faculté (faculté de technologie) concernant la finalisation des mémoires de masters, surtout la partie expérimentale qui a été remplacée par une partie reviewing de quelques articles dans l'axe de recherche de chaque mémoire de master. A cet effet, nous avons choisi quatre articles scientifiques [58-61] qui ont pour but d'évaluer l'effet de traitement physique des fibres naturelles sur les propriétés mécaniques pour l'utiliser ultérieurement dans des matériaux bio-composites. Cette partie reviewing fait l'objet du chapitre III.

## **Article I**

### **Effects of corona discharge treatment on the mechanical properties of biocomposites from polylactic acid and Algerian date palm fibres, Scientific Research and Essays (SRE),**

“ Siham Amirou, Abdelatif Zerizer, Imane Haddadou, André Merlin.”

Effets du traitement de la décharge coronaire sur les propriétés mécaniques des bio-composites de l'acide poly-lactique et Fibres de palmier dattier algérien.

#### **III .1.Résumé**

Dans ce document [58], les matériaux bio-composites à base de fibres de palmier-dattier (non traités ou traités à la corona) comme éléments de renforcement et des matrices d'acide poly-lactique ont été préparées et caractérisées. La morphologie des bio-composites traités a été étudiée par microscopie électronique à balayage. Il a été constaté que les fibres traitées du composite renforcé présentaient des propriétés mécaniques supérieures, car par rapport aux composites renforcés par des fibres non traitées, en raison de l'adhérence accrue entre la fibre de palmier dattier traitée et la matrice d'acide poly-lactique. De plus, les études morphologiques par La microscopie électronique à balayage a montré qu'une meilleure adhérence entre la fibre traitée et non traitée. Cette étude est d'un grand intérêt pour le développement des composites renforcées par des fibres naturelles.

#### **III.2. Objectif visé par cet article**

L'objectif de cette étude était d'évaluer les propriétés mécaniques de ces bio-composites en modification de la fibre du palmier dattier par un traitement de décharge corona qui donne une surface l'oxydation.

#### **III.3. Techniques et méthodologie adopté dans cet article**

##### **III.3.1. Matières premières**

Les fibres de palmier dattier ont été obtenues à partir d'un palmier dattier algérien local. La composition chimique est la suivante : 45 % de cellulose, 26 % d'hémicellulose, 17% en poids de pectine, 5 % de lignine et 7 % d'autres composés.

Les fibres été lavées dans l'eau distillée pour éliminer les impuretés et séché dans un four à air chaud à 50°C pendant 48 h. Après broyage (usine Sieb Technik), les fibres de palmier dattier étaient tamisées manuellement pour donner un matériau homogène d'une granulométrie de 1,5 à 2 mm

Les fibres été traitées dans un dispositif CDT conçu dans laboratoire et d'une technique de barrière diélectrique, Le système se compose d'un réacteur horizontal en verre cylindrique de 100 mm de diamètre longueur 300 mm Il est équipé de trois entrées et trois sorties assurer l'alimentation possible de gaz inerte ou pompe à vide, La décharge coronaire est assuré par un générateur haute tension basse fréquence (typiquement 15 kV, 50 Hz). Deux plaques de verre (130 x 110 mm<sup>2</sup>) sont utilisées comme diélectrique pour éviter les décharges d'arcs électriques. Les échantillons sont disposés entre les électrodes et traité pendant 15 minutes.

### **III.3.2. Traitement des composites**

Des composites ont été préparés à partir de PLA d'acide polylactique et de palmier dattier fibres. Les granulés d'acide poly-lactique ont été fournis par Scopus S.A (Merignac, France) et utilisé tel que reçu. La moyenne pondérale le poids moléculaire du PLA était de 97 000 g/mole. Les fibres tamisées concassées et les granulés de PLA ont été soigneusement mélangés puis dégazé dans un poêle pendant 1 h à 80°C. Mélanges contenant teneur différente (30 à 40 % en poids) du palmier dattier non traité ou traité Les fibres ont été fabriquées par mélange d'extrusion à l'aide d'une extrudeuse mono-vis. Les températures ont été maintenues entre 175 et 200 °C et la vitesse mono-vis à 63 tr/min. Au point de livraison, la fonte a été collectée dans des composites ont été rapidement moulés par thermocompression sous 3 bar et 165°C. Plusieurs composites ont été fabriqués pour Les formulations des mélanges composites sont présentées au tableau III.1.

Matériaux	Matrice (Wt%)	fibres de palmier dattier (Wt%)
<b>PLA</b>	<b>100</b>	<b>-</b>
<b>PLA/non traitées</b>	<b>70</b>	<b>30</b>
<b>PLA/Fibres traitées</b>	<b>70</b>	<b>30</b>
<b>PLA/ non traitées</b>	<b>60</b>	<b>40</b>
<b>PLA/ Fibres traitées</b>	<b>60</b>	<b>40</b>

**Tableau III.1** : Compositions de différents matériaux.

### III.3.3. Analyse mécanique

Des essais de traction ont été effectués à l'aide d'une machine d'essai Instron avec une cellule de charge de 10 kN fonctionnant à une vitesse de 5 mm/min. La traction comportement de 20 éprouvettes rectangulaires (100 \* 10 \* 4 mm<sup>3</sup>) de chaque composite préparé a été étudié à la défaillance.

## III. 4. Résultat important dans cet article

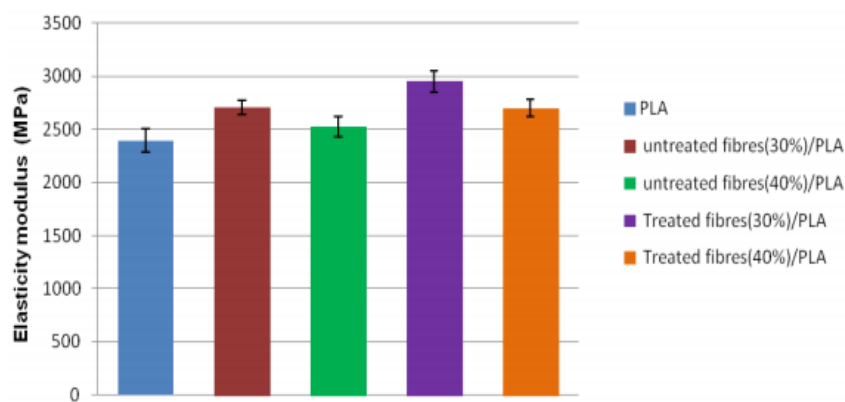
### III.4.1 Évaluation des performances mécaniques

Le Tableau III.2 présente le résumé des valeurs de traction pour les différents échantillons analysés. L'ajout de fibres de palmier dattier entraîne une augmentation de module d'élasticité par rapport à la matrice. Cette tendance est en bon accord avec Graupner. Il a déjà été largement rapporté qui est généralement vrai que les valeurs du module du Young ont augmenté progressivement avec une augmentation de la charge en fibres. Pour les échantillons, nous remarquons une amélioration de l'élasticité module de 2396 à 2708 MPa et 2524 MPa pour composites avec 30% et 40% de renforts respectivement (figure III.1).

Ceci peut être attribué à une dispersion de la fibre sur le PLA assurant une meilleure contrainte transfert de la fibre à la matrice.

Fibres composites	module d'élasticité E(MPa)	contraintes au rendement (MPa)
<b>PLA</b>	<b>2396±67</b>	<b>54,5</b>
<b>non traitées (30%)/PLA</b>	<b>2708±66</b>	<b>48,45</b>
<b>non traitées (40%)/PLA</b>	<b>2524±95</b>	<b>47,6</b>
<b>Fibres traitées (30%)/PLA</b>	<b>2951±69</b>	<b>57,35</b>
<b>Fibres traitées (40%)/PLA</b>	<b>2697±81</b>	<b>53,65</b>

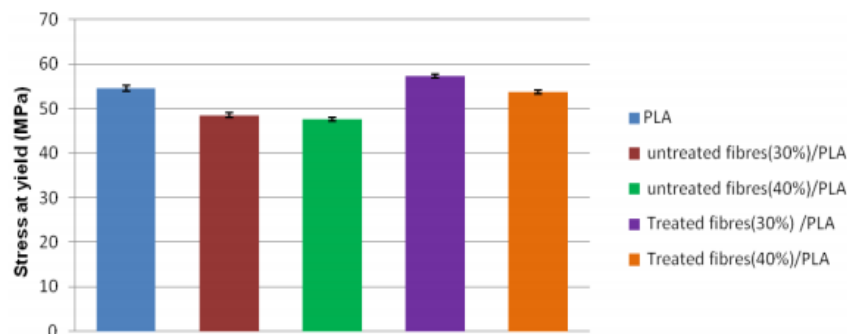
**Tableau III.2 :** Propriétés mécaniques des composites de PLA/fibres de palmier dattier.



**Figure III.1.** Module d'élasticité pour les matériaux composites avec fibres non traitées et traitées.

Le module d'élasticité a atteint les meilleures valeurs pour 30% renforts traités (2951 MPa) par rapport à la les renforts non traités (2708 MPa) et le PLA matrice (2396 MPa) (Figure III.1), qui indique une amélioration adhérence entre les fibres de palmier dattier et le PLA matrice. Par conséquent, une bonne adhérence entre les matrice et les fibres traitées est essentiel pour améliorer la résistance mécanique des composites.

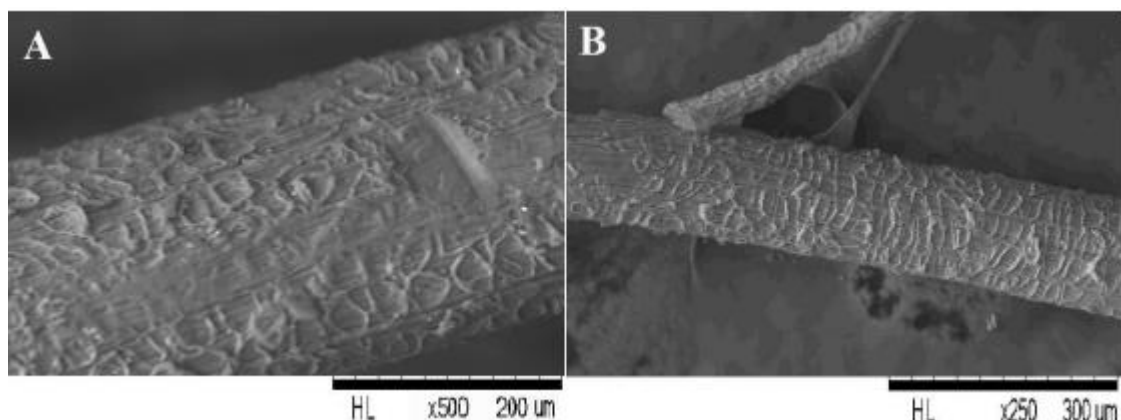
L'ajout de fibres de palmier dattier n'améliorera pas la résistance à la traction, ce qui indique une mauvaise adhérence entre les fibres de palmier dattier et la matrice PLA (figure III.2). Toutefois, pour les composites contenant des fibres traitées décharge coronaire, il y a eu une augmentation significative de résistance à la traction et jeune module par rapport à l'autres composites qui peuvent être considérés comme le contact inter-facial entre les deux composants est meilleur en raison d'un ancrage mécanique plus élevé une conséquence de l'effet de gravure.



**Figure III.2.** Contraintes au rendement pour les matériaux composites contenant des fibres non traitées et traitées.

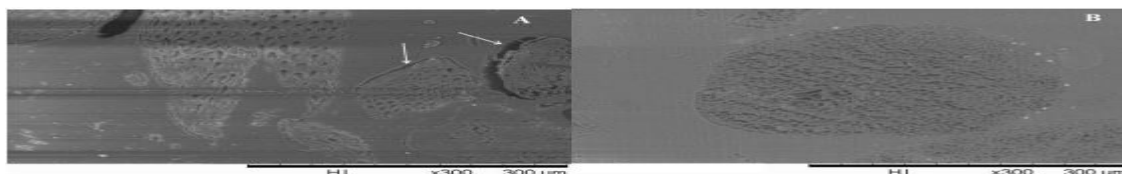
### III.4.2 Étude morphologique du MEB

Images SEM de fibres de palmier dattier traitées et non traitées avec corona sont illustrées dans la figure III.3. La surface de fibre traitée a montré plus de rugosité, et aussi la formation de fissures. Des trous étaient visibles sur la surface des fibres de paume.



**Figure III.3.** Effet du traitement corona sur la surface des fibres de palmier dattier : (A) non traité (B) traité.

La figure III.4 montre que les fibres de palmier dattier sont la forme des fibres uniques et qui indique que les fibres ont été séparées au cours du processus d'extrusion. Les fibres sont également très bien dispersées dans la matrice PLA. Une bonne dispersion des fibres simples et des fibres orientées permet d'obtenir des propriétés mécaniques très élevées. La grande majorité des fibres sont bien intégrées par matrice de polymère, qui est d'importance pour la force la performance des composites.



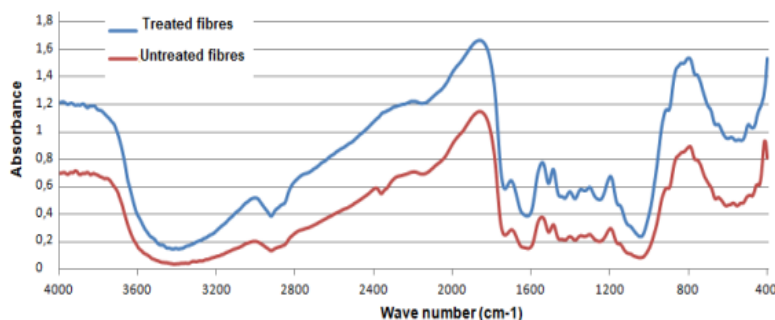
**Figure III.4.** Images MEB de composites de PLA/fibre de palmier dattier d'après 30 % en poids (A) non traités et (B) traités fibres de palmier.

### III.4.3 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Les résultats de l'étude FT-IR indiquent qu'il n'y a pas changements structuraux dans la chaîne moléculaire des fibres de palmier avant et après le traitement coronaire, mais le pic intensité des groupes contenant de l'oxygène dans les augmentations des échantillons (figure III.5).

L'absorption entre  $1200$  et  $1000\text{ cm}^{-1}$  est attribué à l'étirement des nombreux Liens C-OH et C-O-C dans la structure. Intensité en  $1639\text{ cm}^{-1}$  en raison de l'étirement C=O augmente. Le pic à  $1639\text{ cm}^{-1}$  montre probablement l'oxydation des fibres de palmier dattier. La bande carbonyle à  $1730\text{ cm}^{-1}$  peut être vue dans le spectre. La bande à  $1730\text{ cm}^{-1}$  est également attribuée au C=O étirage des groupes acétylés des hémicelluloses. C-C-O étirement à  $1020\text{ cm}^{-1}$  et étirement en C-C à  $993\text{ cm}^{-1}$  ont également été identifiés dans le spectre. C-C-O étirement et C-C montre que les changements dans la fonctionnalité de surface des fibres de palmier dattier.

Sous le traitement de décharge coronaire, il y avait un pic augmentation de la surface pour C=O, C-OH, O-C=O, alors que le pic zone de O-H, -C-C et C-H a diminué. Nous pouvons supposer la formation de groupes fonctionnels contenant de l'oxygène tels que les esters, le carboxyle et le carbonyle, par réaction avec oxygène présent à la surface du tissu et dans l'atmosphère. Il est donc prévu que l'adhésif les propriétés des fibres augmentées avec le contenu de ces groupes à la surface.



**Figure III.5.** Spectres FT-IR de fibres non traitées et traitées par effet corona.

### **III. 5. Conclusion**

Dans le présent travail, les biocomposites ont été produits à partir des fibres de palmier dattier algérien traitées et non traitées et polymères comme PLA afin de trouver des applications potentielles pour ces matériaux.

Un traitement écologique qui est la décharge corona a été mis en œuvre afin de modifier les fibres, faire surface et accroître leur compatibilité avec l'APL matrice.

Les essais mécaniques effectués ont montré des valeurs améliorées par rapport aux fibres non traitées. En outre, l'analyse SEM a révélé que le traitement corona a amélioré l'adhésion inter-faciale entre les fibres du palmier-dattier et le PLA matrice. Des études complémentaires seront menées sur les propriétés du bio-composite.

## **Article II**

**Rheological Properties of Corona Modified Cellulose/ Polyethylene Composites.** Pulp and Paper Research Institute of Canada and Department of Chemical Engineering Ecole Polytechnique de Montreal Montreal, Quebec, H3C 3A7, Canada

“ S. DONG, S. SAPIEHA, et H. P. SCHFWBER.”

Modification des propriétés rhéologiques de la corona Composites cellulose/polyéthylène, Pulp and Paper Research Institute of Canada and Department of Chemical Engineering Ecole Polytechnique de Montreal Montreal, Quebec, H3C 3A7, Canada

### **III .1.Résumé**

Le comportement rhéologique des composites fibres de bois/polyéthylène en corona a fait l'objet d'une enquête. Le traitement par effet corona de l'un ou des deux ont entraîné une diminution de la viscosité à l'état fondu par rapport aux composés contenant de matériaux non traités. La réduction de la viscosité à l'état fondu peut provenir d'un faible des fragments de poids moléculaire formés sur les surfaces du polyéthylène et des cellules perdre pendant le traitement par corona. Ceux-ci peuvent agir comme lubrifiants aux interfaces. En outre, il a été constaté que le traitement corona des fibres entraîne des volumes d'emballage plus importants ;

Cela peut résulter d'une réduction de la longueur des fibres lors du traitement des fibres traitées dans des conditions de fort cisaillement. En conséquence, ces fibres perturbent le flux normal dans la masse fondue à un degré moindre que les fibres plus longues de la cellulose non traitée.

### **III.2. Objectif visé par cet article**

Dans cette étude [59], il faut rendre compte de certains les propriétés rhéologiques des composites cellulose/polyéthylène dont l'un ou les deux constituants sont modifié par des traitements corona. Les propriétés d'écoulement ont été étudiées en fonction de la composition et de la température.

### III.3. Techniques et méthodologie adopté dans cet article

#### III.3.1. Matériaux

Le polymère matriciel utilisé dans cette étude était une poudre linéaire de polyéthylène de faible densité (LLDPE, Dow Chemical). Il s'agissait d'un copolymère éthylène-hexène avec un indice de débit de fusion de 2,4 et une masse moléculaire moyenne  $M_n = 5.1 \times 10^4$  kg/mole et  $M_w = 1.68 \times 10^2$  kg/mole. Le bois dur, haute fibre de cellulose alpha C8002, un produit commercial de Sigma Co., a été utilisé comme renfort. La longueur moyenne pondérée et le rapport d'aspect des fibres sont de 0,24 mm et 10 mm respectivement. La répartition pondérée en longueur de la longueur des fibres est illustrée à la figure III.1.

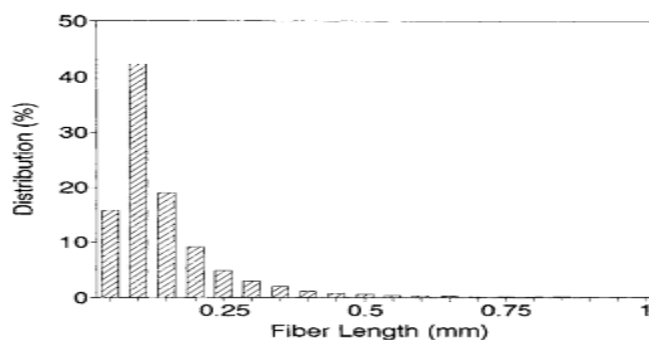


Figure III.1. Répartition de la longueur des fibres de bois non traitées.

#### III.3.2 Préparation et analyse des échantillons

La poudre et les fibres de bois du LLDPE ont été mélangées dans un plastifiant Brabender à 150 °C pour obtenir un matériau composite homogène. Le Brabender a été rempli à un volume constant de 30 ml et a fonctionné à 60 tours par minute. La teneur en volume de fibres  $\phi_f$ , calculée à partir de la densité de la fibre et du PE, variait de 6 à 40 % dans chaque catégorie de composites. Le mélange a été poursuivi jusqu'à ce qu'une valeur de couple stable ait été maintenue pendant 5 min. Des échantillons pour des études rhéologiques ont été préparés à partir des mélanges. Une description des composites au tableau III.1.

Les propriétés rhéologiques ont été mesurées avec le système rhéomètre Bohlin (mode plaque PP30). Les mesures en régime stationnaire ont été effectuées dans une atmosphère d'azote à des températures allant de 150 à 190 °C. Les taux de cisaillement ont été analysés à

partir de  $\dot{\gamma} = 0,005$  à  $1, 2 \text{ s}^{-1}$ . Les données rhéologiques ont été normalisées à celles de la matrice de polyéthylène pur pour analyses supplémentaires.

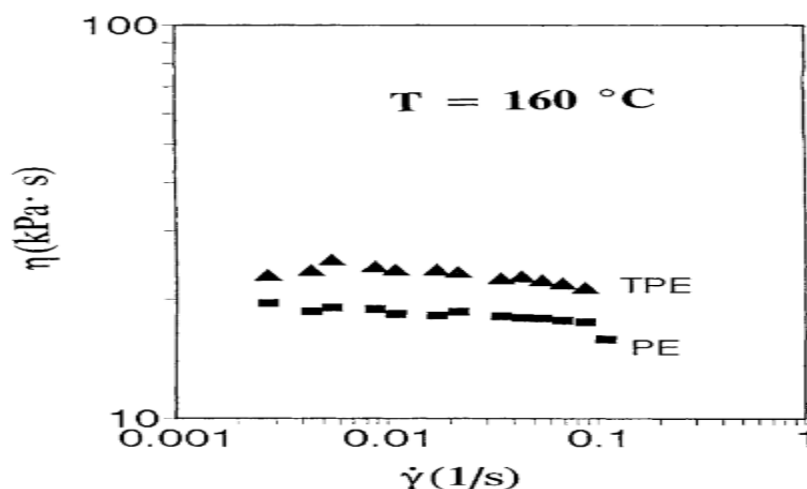
C/PE	Aucun traitement
TC/PE	Seulement les fibres traitées
C/TPE	Seulement les PE traités
TC/TPE	Fibres et PE traités

**Tableau III.1** : Description des composites.

### III. 4. Résultat important dans cet article

#### III.4.1 Résultats et Discussion

Un premier aperçu de l'effet dû au traitement corona est offert dans la Figure III.2 qui compare les viscosités de fusion de corona traités et de contrôle PE non traité. Les deux fondus affichent un comportement newtonien, avec des viscosités presque indépendantes de  $\dot{\gamma}$  sur la plage étudiée. Le traitement Corona, cependant, a augmenté la viscosité de fusion de PE d'environ 30%.



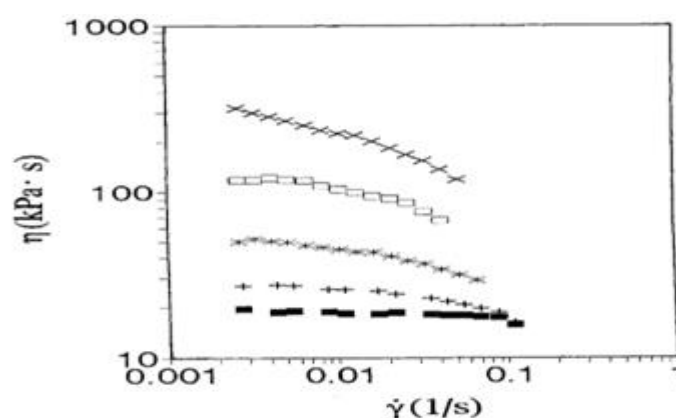
**Figure III.2.** Effet du traitement corona sur la viscosité du cisaillement du polyéthylène.

Dépendance de la vitesse de cisaillement à  $T = 160^\circ\text{C}$ . PE- polyéthylène non traité ;  
polyéthylène traité TPE-corona.

La figure III.3 présente les relations viscosité/taux de cisaillement pour les différents composites à différents niveaux de teneur en fibres. Le comportement du flux n'est plus simplement newtonien : au lieu de cela, au-delà des valeurs critiques spécifiques de  $\dot{\gamma}$ , le

comportement de cisaillement-amincissement est observé. La position du taux de cisaillement pour l'apparition du flux non newtonien diminue avec l'augmentation de la teneur en fibres.

Le cisaillement augmente avec la concentration de fibres. L'orientation de la fibre dans la direction du flux peut être responsable de l'effet de cisailage. Il convient également de noter dans la Figure III.2 l'échec d'atteindre un plateau newtonien pour les composites avec 40% de fibres traitées, et l'absence de données pour les composites de cette composition quand aucun des constituants n'avait été corona-traités. Dans ces derniers cas, les viscosités ont dépassé la capacité de mesure de l'appareil.



**Figure III.3.** Viscosité de cisaillement en fusion des composites CT/PE en fonction du taux de cisaillement pour les composites PE/bois fibre. C/PE. Température 160°C. Teneur en fibres (en % vol) : ■-0 ; +6.3 ; \*-13 ; □-20 ; X-28 ; ▲-40.

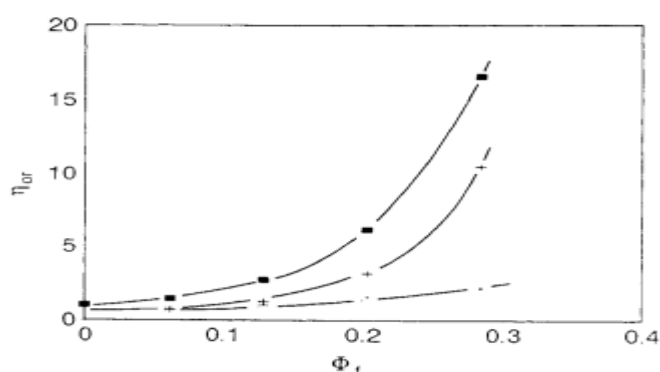
La figure III.3 indique que comme prévu, la viscosité de fusion des composites augmente avec la fraction de volume des fibres. Deux causes peuvent être citées comme responsables de l'effet : Premièrement, les particules rigides perturbent le flux normal (laminaire) de la matrice polymère, et deuxièmement, elles peuvent entraver la mobilité des segments de chaîne dans le flux. Une dernière observation surprenante concernant cette figure est la réduction apparente de la viscosité de la fonte à de faibles concentrations de fibres de composites avec des constituants corona-modifiés, par rapport à la viscosité du polymère à matrice pure.

La viscosité de fusion des composites est une propriété complexe. Par souci de simplicité, ce travail limitera la prise en compte des effets du traitement corona et de la concentration en fibres aux systèmes où une viscosité apparente zéro cisaillement,  $\eta_0$  pourra t'être mesurée. La figure III.4 présente la réponse aux changements de composition de la

viscosité relative,  $\eta_{or}$  Défini comme le rapport de viscosité de cisaillement zéro du composite,  $\eta_{oc}$  à celui de sa matrice PE pertinente non traitée, ou traitée,  $\eta_{om}$  Deux distinctes Les modèles de comportement sont observés. Le composite C/PE a la viscosité de fusion la plus élevée et celle qui augmente significativement avec la teneur en fibres.

Ce comportement des composites augmente avec la fraction de volume des fibres.

Lorsque la fibre seule, ou les deux constituants ont été traités corona, les viscosités ont été à nouveau abaissées par rapport à la série de matériaux C/PE et, de plus, n'est resté que légèrement affecté par la concentration de fibres. Ainsi, à des fractions de volume de fibres plus élevées, de grandes différences de viscosité sont évidentes entre ces familles composites.



**Figure III.4.** Viscosité relative à la vitesse de cisaillement nulle en fonction de fraction de volume de fibre. Composites : ■-C/PE ; + -C/TPE ; \*-TC/PE ; □ -Tc/TPE.

Les résultats de la Figure III.4 méritent d'être examinés plus avant. Une approche consiste à leur appliquer les critères découlant des équations pour la suspension des particules. Trois de ces équations peuvent être utilisées dans un sens empirique. Il s'agit tout d'abord de l'équation d'Einstein, strictement applicable aux particules sphériques rigides en suspension :

$$\eta_0 = \eta_{0m} (1 + k_E \Phi_f) \quad (1)$$

Où  $k_E$  est une constante reflétant l'effet perturbant des charges sur le comportement du flux de la matrice.  $k_E$  dépend fortement de la géométrie des particules de remplissage. Pour les sphères rigides mono dispersées,  $k_E = 2.5$ . Pour les particules non sphériques en forme de flocons ou de tiges,  $k_E$  est une fonction du rapport d'aspect  $l/d$ . La fibre de bois est

comme un ruban, de sorte que son  $k_E$ , devrait se trouver entre ceux pour les flocons et les tiges. Dans notre travail, le rapport d'aspect des fibres était, initialement, environ 10.

$k_E$  devrait donc être entre 5 et 10.

### **III.5. Conclusion**

Dans les composites de cellulose/polyéthylène, le traitement corona d'un ou des deux constituants entraîne une diminution de la viscosité apparente de la fonte par rapport aux composés contenant des matériaux non traités.

Deux effets distincts peuvent contribuer à abaisser la viscosité apparente des composites contenant des constituants traités par corona :

- ✓ Les traitements corona produisent des moitiés de faible poids moléculaire sur les surfaces des fibres de polyéthylène et de cellulose. On suppose que ces substances agissent comme lubrifiants sur les interfaces cellulose/polyéthylène et fusion/instrument.
- ✓ Les fibres traitées par Corona ont des volumes de remplissage apparents plus élevés en PE que les fibres non traitées. Cela peut résulter d'une réduction de la longueur des fibres lorsque les fibres traitées par corona sont traitées dans des conditions de cisaillement élevées. En conséquence, ces fibres perturbent le flux normal dans le traitement de la fonte à un degré moindre que les fibres plus longues de cellulose non traitée.

### **Article III**

**Effects of corona discharge treatment on the surface properties of wool fabrics.**Journal of materials processing technology 207 (2008) 125–129

“Guizhen Ke, Weidong Yub, Weilin Xu, Weigang Cui , Xiaolin Shen.”

**Effets du traitement de décharge coronaire sur la surface propriétés des tissus de laine.**

Journal of materials processing technology 207 (2008) 125–129

#### **III.1.Résumé**

Le tissu de laine a été traité par décharge corona et les conditions de traitement ont été optimisées. Les propriétés de surface des tissus en laine traités, telles que l'hydrophilie et la teignabilité avec des colorants naturels, ont été étudiées. Après le traitement par décharge corona, l'hydrophilie du tissu de laine a été améliorée et la teignabilité avec *Rhizoma coptidis* a été augmenté.

Les images obtenues au microscope électronique à balayage (MEB) ont indiqué que certaines écailles d'épicutilles sur la surface de la laine c'est détachée. Les analyses par spectroscopie photoélectronique à rayons X (XPS) montrent que la teneur en oxygène de la surface de la laine a augmenté et la teneur en soufre a diminué après traitement.

#### **III.2. Objectif visé dans cet article**

L'objectif de ce document [60], est d'étudier les effets de traitement par décharge corona sur les propriétés de surface de la laine les tissus. La composition chimique et physique de la surface et ont fait l'objet d'une enquête approfondie.

#### **III.3.Techniques et méthodologie adopté dans cet article**

##### **III.3.1.Matériaux**

Les tissus en sergé de laine (serge, 270 gm<sup>-2</sup>) ont été sélectionnés pour échantillons. Les densités linéaires du fil d'extrémité et du fil de trame étaient respectivement 11,12 tex et 18,5 tex. La taille de l'échantillon était de 35 cm 15 cm.

Tous les spécimens ont été lavés avec eau désionisée, puis séchée, enfin conditionnée à l'atmosphère (20 C, humidité relative 60%) avant utilisation.

### III.3.2. Condition optimale pour le traitement corona

Le traitement de la décharge corona a été effectué à l'aide d'un générateur de décharge fluorescente (SDCD16-2-10 fabriqué par Dalian no 9. Incorporation électronique, Chine) en présence d'air.

Corona expérience de décharge a été effectuée (tableau III.1). Les trois facteurs étaient le temps de traitement et la tension de trois niveaux. Pour contrôler la teneur en humidité des tissus, les tissus ont été mouillés, puis placés dans une pièce humide à température constante. Les tissus étaient en état de libération de l'humidité.

Niveau	contenu humide %	temps de traitement (s)	tension de traitement (Kv)
<b>1</b>	<b>11</b>	<b>20</b>	<b>8</b>
<b>2</b>	<b>14</b>	<b>40</b>	<b>10</b>
<b>3</b>	<b>8</b>	<b>60</b>	<b>12</b>

**Tableau III.1** : Facteurs et niveaux D'expiration Orthogonale

Après le traitement, les échantillons de tissu de laine ont été posés sur une table 0,2 ml d'eau distillée a été injecteur de 2 cm au-dessus de l'échantillon. La période de temps de l'eau l'absorption a été enregistrée lorsqu'il n'y avait pas de miroir évident réflexion sur la surface du tissu. Deux réplifications ont été effectuées pour chaque tissu. La valeur moyenne de deux réplifications a été prise comme résultat final, qui a été utilisé pour évaluer les effets de la décharge coronaire sur la mouillabilité de la laine tissu. Basé sur l'expérience orthogonale, conditions optimales (y compris la récupération de l'humidité du tissu de laine, le temps de traitement et tension) ont été sélectionnées et appliqués dans les expériences suivantes.

### **III.3.3. Étude morphologique du MEB**

La morphologie des tissus de laine traités et non traités a été observé à l'aide d'un microscope électronique à balayage (SEM Hitachi S-530). Les échantillons ont été enduits d'or avant essais.

### **III.3.4. Analyse chimique de surface XPS**

La composition chimique de la surface des échantillons a été étudiée à l'aide de la spectroscopie photo-électronique à rayons X (XPS, XSAM800, Krcotos, Angleterre). Les rayons X Mg K ont été utilisés pour la résolution spectrale. Toute l'énergie de liaison a été étalonnée avec C1s (285,0 eV) comme norme interne. La zone d'analyse était 100 micromètre de diamètre, ce qui indique que de nombreuses fibres ont été mesurées.

### **III.3.5. Mesure de l'angle de contact**

Un mesureur d'angle de contact/tension de surface (JC2000A, Shanghai Zhongchen Digital Technic Apparatus Co.) a été utilisé pour mesurer l'angle de contact des tissus. La goutte de liquide a été dispersée sur chaque échantillon de tissu. L'image de chaque goutte projetée l'écran a été rapidement photographié, puis l'intersects l'angle entre la tangente et l'interface de phase a été mesuré.

### **III.3.6. Taux de teinture**

La célèbre médecine chinoise Rhizoma coptidis a été utilisée comme colorant. R. coptidis a été bouillie dans de l'eau distillée pendant 40min, puis l'extraction a été filtrée et utilisée comme solution de teinture.

La valeur du pH de l'extrait était de 6,5. Le tissu de laine a été teint avec l'extraction de R. coptidis à 80 °C avec un rapport d'alcool de 1:150 et le taux de teinture ont été testés. Un spectrophotomètre a été utilisé pour mesurer l'absorbance des colorantes solutions avant et après épuisement. La concentration relative de colorants a été calculée relation absorbance-concentration au maximum  $\lambda_{\max}$  (345 nm) de l'adsorption des colorants (%) du tissu a été estimée à l'aide de l'équation suivante :

$$\% \text{ d'absorption des colorants} = 100 \% \_c\% \quad (1)$$

Où 100% et c% sont la concentration relative de colorant dans le bain initial et le bain final, respectivement.

Les mêmes conditions mentionnées ci-dessus. Les valeurs K/S de tissus teints à des durées de 0, 5, 10, 15, 20, 30 et 40min, respectivement, ont été déterminées à l'aide de Shimadzu 2550 UV/Vis spectrophotomètre plus une fixation sphérique intégrée (ISR-240A, diamètre 60mm) et logiciel de mesure de couleur.

Les mesures ont été effectuées avec l'éclaireur D65 et CIE 10. Pendant les mesures, les échantillons de tissu ont été conservés à plat. Et en toute sécurité à l'aide d'une pince à échantillon à ressort. Trois mesures ont été répétées sur chaque tissu teint. La force relative des couleurs (valeur K/S) est fonction de la couleur est représentée par l'équation de Kubelka– Munk (Eq. (2)).

$$\frac{K}{S} = \frac{(1-R)(1-R)}{2R} \quad (2)$$

Où R est la réflexion du tissu teint, K la sorption et S est le coefficient de dispersion.

### III.4. Résultat important dans cet article

#### III.4.1. Résultats de l'expérience et de l'analyse orthogonale

Dans cette expérience orthogonale a été utilisée pour trouver l'optimum condition de traitement. Les résultats de l'expérience orthogonale et une analyse simple sont présentées dans le tableau III.2.

Nombre	contenu humide (%)	temps de traitement (s)	Blank	tension de traitement (Kv)
1	1	1	1	1
2	1	2	2	2
3	1	3	3	3
4	2	1	2	3
5	2	2	3	1
6	2	3	1	2
7	3	1	3	2

<b>8</b>	<b>3</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>3</b>
<b>9</b>	<b>3</b>	<b>3</b>	<b>2</b>	<b>1</b>
<b>K<sub>i1</sub></b>	<b>607,7</b>	<b>930,0</b>	<b>785,0</b>	<b>1540,0</b>
<b>K<sub>i2</sub></b>	<b>1210,0</b>	<b>806,7</b>	<b>371,7</b>	<b>291,7</b>
<b>K<sub>i3</sub></b>	<b>245,0</b>	<b>326,0</b>	<b>906,0</b>	<b>231,0</b>
<b>ΔR</b>	<b>965,0</b>	<b>604,0</b>	<b>534,3</b>	<b>1309,0</b>

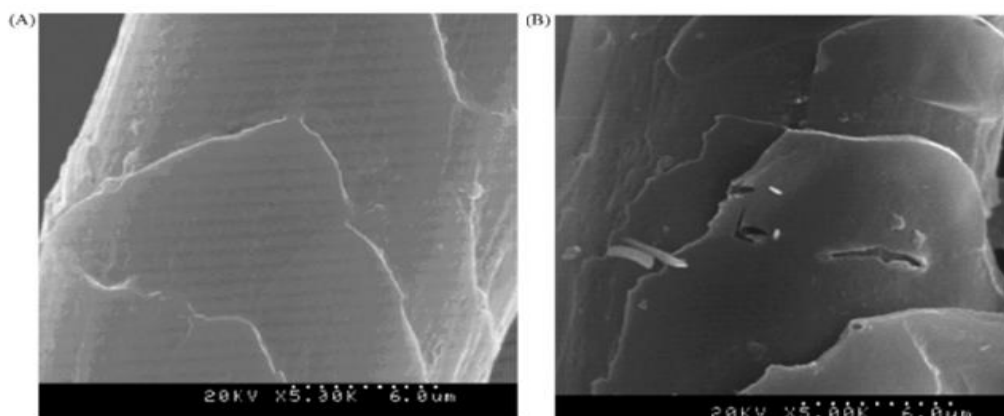
**Tableau III.2** : Résultats de l'expérience orthogonale.

Les résultats indiquent que la tension de traitement a été le facteur le plus important dans l'irradiation corona décharge, puis suit le contenu humide et le temps de traitement dans l'ordre. Plus la tension de décharge est élevée, plus l'atmosphère peut être ionisée pour la collision de haute énergie électronique. En conséquence, le degré d'ionisation et la densité des électrons sont augmentés. Ainsi, avec l'augmentation de la tension de traitement, la surface a été gravée plus intensivement par le plasma, les écailles lâches et l'hydrophilie améliorée de la fibre de laine.

Avec la teneur en eau du tissu de laine augmentant, l'eau la molécule a absorbé une grande partie de l'énergie du plasma produit à partir de la décharge corona, qui peut diminuer les effets de pulvérisation sur la surface de la laine et bloquer l'introduction de l'hydrophilie. Par conséquent, le temps d'absorption de l'eau a été prolongé, à savoir que la mouillabilité a diminué. Le temps de traitement a eu le moins d'effet sur l'amélioration de l'hydrophilie. Bien que l'augmentation du temps de traitement peut rendre le traitement du plasma plus efficace, le temps de traitement ne devrait pas être trop long en cas d'aspect de la tache brûlée sur le tissu.

#### **III.4.2.Observation du MEB**

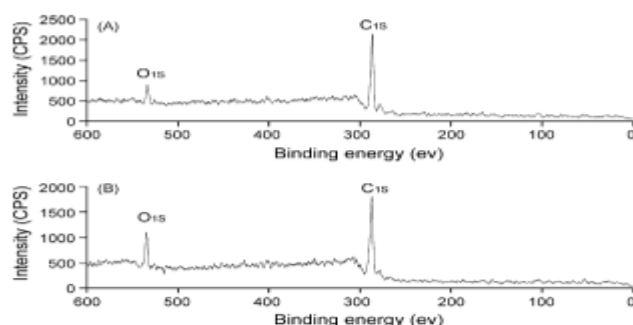
Images SEM de tissus de laine traités et non traités avec corona, sont illustrées dans la Figure III.1. Il est évident que la surface à l'échelle était plus détendue pour les tissus de laine traités par rapport aux tissus non traités. En outre, les fissures et les trous étaient visibles sur la surface du tissu de laine traitée avec corona. Ceci est attribué à l'effet de gravure causé par le bombardement de l'air plasma sur la surface du tissu. En conséquence, la surface du spécimen est devenue plus rugueuse.



**Figure.III.1.** Photographies MEB de tissu de laine (A) laine non traitée tissu et (B) décharge corona traités.

### III.4.3. Caractérisation chimique de surface XPS

Composition chimique des produits non traités et traités corona la surface du tissu de laine a été étudiée par spectroscopie photo électronique à rayons X, comme le montre la Figure III.2.



**Figure III.2.** Images XPS : acquisition globale des images non traitées (A) et surfaces en laine traitée (B).

Il est évident que l'intensité des pics d'oxygène de la surface traitée de décharge corona était beaucoup plus forte que la surface non traitée. Le rapport O/C des échantillons traités augmenté comme le montre le tableau III.3. On s'attend à ce que l'oxygène riche groupes contenant dans la surface ont été produits après corona traitement. Au contraire, l'intensité des pics S2p de la surface traitée par décharge coronaire était plus faible que la surface non traité. Cela signifie la diminution de -S-S pour le retrait de la matière cuticulaire de la fibre de laine. Cependant, le pic de l'épaule à 167 eV a augmenté légèrement, qui peut être un indicateur de l'augmentation de l'état d'oxydation des atomes de soufre à la surface

de la fibre. En outre, la teneur en N1s a légèrement diminué après le traitement de décharge en raison de la gravure du plasma sur la laine surface.

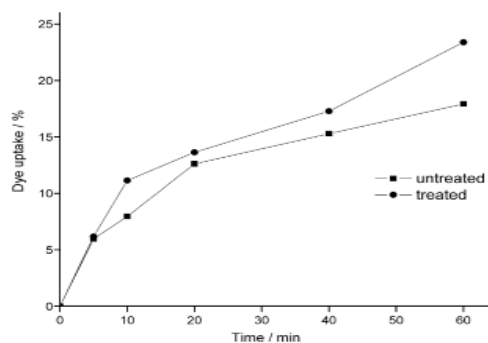
Élément	énergie de liaison (ev)	Composition chimique XPS (%)	
		non traitée	traitée
<b>C1s</b>	285,0	84,6	79,1
<b>O1k</b>	532,5	10,1	16,8
<b>N1s</b>	399,8	3,9	3,2
<b>S2p</b>	164,1	1,4	0,9

**Tableau III.3 :** Données quantitatives des courbes XPS

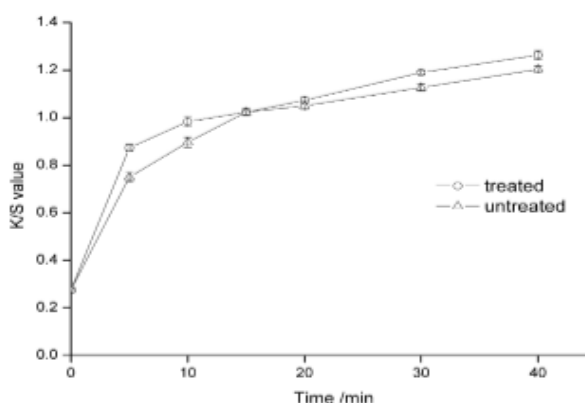
#### III.4.4.Effet sur les propriétés de teinture avec un colorant végétal naturel

Les courbes de taux de teinture de *R. coptidis* sont présentées à la figure III.3. Il est notable que le taux de teinture et l'épuisement des colorants ont augmenté après le traitement corona. Comme le montre l'analyse XPS, Tissu de laine traité corona incorporant certains groupes d'oxygène tels que -OH et -COOH dans la surface de la laine et augmenté électro-négativité. En même temps, certaines liaisons disulfures en épicuticule de laine ont été cassées, ce qui a fait la laine plus sujette au mouillage et à l'enflure. Par conséquent, les traitements taux de teinture augmenté pour *R. coptidis*. *R. coptidis* a une structure cationique et est donc considéré pour intégrer la laine par liaison électrovalente. Par conséquent, colorant de saturation l'épuisement dépend de la quantité de groupe hydroxyle dans la fibre. Les valeurs K/S du tissu teint sont indiquées sur la figure III.4 et indiquer que la force relative de la couleur du tissu durée prolongée de la teinture.

Pour le même type de tissu, la valeur K/S peut être prise comme le taux de teinture apparente et a une corrélation positive avec la quantité de teinture dans surface du tissu, donc le changement de la valeur K/S a confirmé la tendance du taux de teinture .Cependant, le traitement corona a été limité à la surface de la laine de substrat et a ne semblent pas affecter les propriétés en vrac du tissu de laine, donc l'épuisement final de teinture et la profondeur de couleur du tissu traité n'a pas augmenté trop à certains étendue.



**Figure III.3.** Courbes de taux de teinture des tissus de laine avec *Rhizoma coptidis*.



**Figure III.4.** Résistance relative de la couleur du tissu en laine teintée.

### III.5. Conclusion

Le tissu de laine a été modifié par l'irradiation par décharge corona. Une expérience orthogonale a indiqué que le traitement de la tension était le facteur le plus important, suivi par le contenu humide. L'optimum des conditions de traitement ont été choisies : tension de traitement 12 kV, humide 8 %, temps de traitement 40 s. Après le traitement par décharge corona, les propriétés de surface du tissu de laine ont été modifiées.

Les images obtenues au microscope électronique à balayage ont montré que l'épicuticule L'échelle était plus grossière et plus détendue. L'analyse XPS a indiqué le traitement des rejets corona a modifié la composition chimique de la surface de la fibre de laine. Teneurs en carbone, soufre et azote ont diminué après le traitement, tandis que la teneur en oxygène a augmenté dans la couche de surface. Le test de l'angle de contact a indiqué le traitement a augmenté la mouillabilité du tissu de laine vers l'eau. Le traitement des rejets par effet corona a également amélioré le taux de teinture et l'épuisement du tissu de laine avec la teinture naturelle *R. coptidis* dans une certaine mesure. Toutefois, une étude plus détaillée sur

l'influence du traitement par décharge corona sur les propriétés tinctoriales du tissu en laine sera menée de manière approfondie dans le cadre des recherches futures.

#### **Article IV**

**Effects of corona discharge treatment on some properties of wool fabrics**, African Journal of Biotechnology Vol. 10(83), pp. 19436-19443, 21 December, 2011.

“Mohammad Mirjalili, Saeb Sharif Nasirian et Loghman Karimi.”

**Effets du traitement coronaire sur certaines propriétés des tissus de laine**, African Journal of Biotechnology Vol. 10(83), pp. 19436-19443, 21 December, 2011.

### **III .1.Résumé**

La décharge corona aggravée était en service, tandis que les conditions d'exploitation étaient optimisées. Les propriétés de la surface de la laine traitée, telles que l'absorption d'eau et les propriétés de coloration, étaient à fait l'objet d'une enquête. En outre, la longueur de flexion, la récupération des plis et la rétention de la résistance à la traction (%) de Les échantillons traités ont été évalués. Le rejet par effet corona après l'opération a détérioré la propriété d'absorption de l'eau a augmenté et la coloration est devenue élevée. Le microscope électronique à balayage(MEB) a montré qu'une Le nombre d'écaillés sur la laine de l'épicuticule de surface a diminué. L'infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) L'analyse a indiqué que le taux d'oxygène de la laine augmentait et que le taux de soufre diminuait après l'opération.

### **III.2. Objectif visé par cet article**

Ce présent document [61], tente de d'étudier les effets du traitement par décharge corona sur les propriétés de surface des tissus en laine. La surface la composition chimique et physique et l'aptitude au service ont fait l'objet d'un examen approfondi sur la base de l'eau absorption, études morphologiques au MEB, étude relative résistance de la couleur (K/S), FT-IR, propriétés de flexion, résistance et les valeurs d'allongement, et la mesure du taux de teinture.

### **III.3. Techniques et méthodologie adopté dans cet article**

#### **III.3.1.Matériaux et Méthodes**

Les tissus 100% laine sergé (serge, 350 gm<sup>-2</sup>) ont été sélectionnés pour échantillons. Les densités linéaires du fil d'extrémité et du fil de trame étaient de 202 et 18

tex, respectivement. La taille de l'échantillon était de 30 20 cm. Tous des échantillons ont été lavés à l'eau désionisée, puis séchés et enfin conditionné avec de l'air atmosphérique (20°C, humidité relative 60%) avant utilisation. Afin de teindre l'échantillon, C.I. Acid Red 138 (18073) a été utilisé.

<b>NOMBRE D'ÉCHANTILLONS</b>	<b>TEMPS DE TRAITEMENT (min)</b>	<b>tension de traitement (kv)</b>
<b>1</b>	<b>0</b>	<b>0</b>
<b>2</b>	<b>1</b>	<b>1</b>
<b>3</b>	<b>2</b>	<b>1</b>
<b>4</b>	<b>5</b>	<b>1</b>
<b>5</b>	<b>7</b>	<b>1</b>
<b>6</b>	<b>10</b>	<b>1</b>
<b>7</b>	<b>15</b>	<b>1</b>
<b>8</b>	<b>1</b>	<b>2</b>
<b>9</b>	<b>2</b>	<b>2</b>
<b>10</b>	<b>5</b>	<b>2</b>
<b>11</b>	<b>7</b>	<b>2</b>
<b>12</b>	<b>10</b>	<b>2</b>
<b>13</b>	<b>15</b>	<b>2</b>

**Tableau III.1** : Conditions des opérations corona sur les échantillons.

### **III.3.2. Études morphologiques SEM**

La morphologie du tissu de laine traité et non traité (contrôle a été observé à l'aide d'une microscopie électronique à balayage (MEB) LEO Electron Microscopy Ltd). À cette fin et depuis la laine est un isolant électrique, les échantillons qui ont été préparés en pulvérisation enduit sous vide d'une couche d'or et d'une épaisseur de 2 µm.

### **III.3.3. Spectroscopie FTIR**

FTIR a été utilisé pour étudier les changements probables dans des tissus de traitement corona. Pour les besoins de l'IR spectroscopie, les échantillons avec la dimension

de 1x1 cm étaient préparés et placés dans la spectroscopie FTIR, et leurs spectres infrarouges ont été dessinés.

#### III.3.4. Taux de mortalité

C.I. Acid Red 138 a été utilisé pour teindre le tissu. Le rapport de teinture était 1:40, le poids de la teinture était de 2% du tissu, et le pH était de 5,5. A un certain poids du tissu a été immergé dans la solution de teinture pendant 10 min à 40 °C. La solution a ensuite été chauffée à un taux de 1°C/min à 98°C et maintenu constant pendant 45 min, puis la teinture a été testée. Le spectrophotomètre a été utilisé pour l'absorbance des solutions de colorant avant et après épuisement. La concentration relative des colorants a été calculée en relation absorbance-concentration établie à  $\lambda_{\max}$  (515 nm) des colorants. L'adsorption des colorants (%) du tissu a été estimée utiliser l'équation (1) ;

$$\text{Pourcentage d'absorption des colorants} = (100 - C)\% \quad (1)$$

La force relative des couleurs (valeur K/S) est fonction de la profondeur des couleurs et est représenté par l'équation de Kubelka–Munk (équation 2)

$$\frac{K}{S} = \frac{(1-R)(1-R)}{2R} \quad (2)$$

R est la réflectance du tissu teint ; K est l'absorption coefficient et S le coefficient de dispersion.

#### III.3.5. Essai de résistance et d'allongement

Afin d'étudier le processus de corona et d'atteindre une condition sur les propriétés physiques, la résistance et l'allongement ont été évalués sur Enstron CRE (Taux constant de allongement) conformément à la norme nationale (ASTM D-1682-64). La taille des échantillons était de 5x25 cm.

#### III.3.6. Longueur de flexion

Les propriétés de rigidité en flexion des échantillons ont été évaluées à l'aide de standard BS 3356. La longueur de l'échantillon d'essai était de 200 mm et la largeur de 25 mm.

### III.3.7. Cicatrisation des rides

L'angle de récupération des rides (WRA) des échantillons a été évalué en utilisant norme AATCC 66-1978. La taille des échantillons était de 2x2 cm. Tous les mesures ont été répétées pour les quinze échantillons traitement et moyenne. Dans cette expérience, les échantillons ont été placés sous la force de 500 g pendant 5 minutes, puis la force immédiatement retirée de l'échantillon et angle de récupération des rides ( $\theta$ ) a été mesuré du domaine de temps 0,5 et 10 min .

La capacité de rides pourcentage de récupération des échantillons était estimé à l'aide de l'équation suivante :

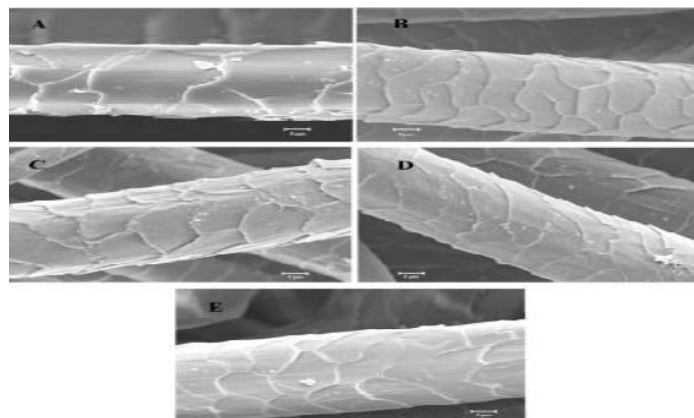
$$W.R\% = \frac{\theta}{180^\circ} \times 100 \quad (3)$$

Où,  $\theta$  est l'angle de récupération du pli du tissu.

## III. 4. Résultat important dans cet article

### III.4.1.Morphologie de la surface par SEM

Morphologie de surface par SEM Image SEM des fibres de laine qui ont été traitées et non traité avec corona sont montrés dans la figure III.1. Il est évident que l'échelle de surface était plus détendue pour le traité fibres de laine par rapport à celles non traitées. En ajout, des fissures et des trous étaient visibles sur les fibres de laine surface traitée avec corona. Ceci est attribué à l'effet de gravure causé par le bombardement de l'air de plasma sur la surface des fibres. En conséquence, La surface de l'échantillon est devenue plus rugueuse et plus grossière.

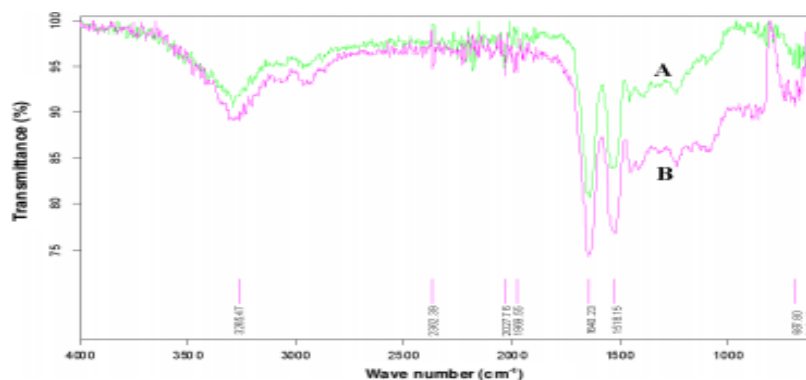


**Figure III.1.**Morphologie de la surface (MEB) de différents tissus de laine.

(a) fibre de laine non traitée, (B) décharge corona traitée tension 1kV - temps 1min, décharge corona traitée (C), tension 2kV - temps 1 min (D) corona décharge traitée, tension 1kV – temps 7min. et (E) corona décharge traitée, tension 2kV - temps 7 min.

### III.4.2. Étude FT-IR du tissu en laine traitée corona

Afin d'étudier les changements des groupes chimiques de échantillons sous traitement corona, spectroscopie FT-IR a été réalisée. Les spectres FT-IR des Les tissus de laine traités corona sont illustrés à la figure III.2.



**Figure III.2.** Spectres FT-IR des tissus de laine non traités et traités corona.

(A) Tissu de laine non traité et (B) décharge corona traité (Tension de traitement 2kV et temps de traitement 7 min).

### III.4.3. Absorption de l'humidité de la laine traitée corona

L'hydrophilicité accrue des tissus traités est illustrée dans Tableau III.2 : diminution du temps d'absorption d'eau.

Nombre d'échantillons	temps de traitement (min)	tension de traitement (Kv)	temps d'absorption (s)
<b>1</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>263</b>
<b>2</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>14</b>
<b>3</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>14</b>
<b>4</b>	<b>5</b>	<b>1</b>	<b>12</b>
<b>5</b>	<b>7</b>	<b>1</b>	<b>11</b>

<b>6</b>	<b>10</b>	<b>1</b>	<b>8</b>
<b>7</b>	<b>15</b>	<b>1</b>	<b>8</b>
<b>8</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>7</b>
<b>9</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>7</b>
<b>10</b>	<b>5</b>	<b>2</b>	<b>6</b>
<b>11</b>	<b>7</b>	<b>2</b>	<b>4</b>
<b>12</b>	<b>10</b>	<b>2</b>	<b>3</b>
<b>13</b>	<b>15</b>	<b>2</b>	<b>2</b>

**Tableau III.2 :** Temps d'absorption d'eau des tissus de laine non traités et traités corona.

#### III.4.4. Résistance et allongement du tissu de laine traitée

Le tableau III.3 montre la variation de tissu de laine non traité et traité corona dans la chaîne et direction de trame avec corona condition. La table illustre une tendance à la baisse de l'allongement avec temps de traitement et tension et taux de force dans le processus du traitement coronarien n'a pas diminué considérablement cependant temps de fonctionnement plus long la force de rupture après la corona traitement semble être en bonne corrélation avec le SEM images de ces fibres qui semblaient être partiellement endommagé (figure III.2). Apparemment, les traitements corona induit une augmentation de la résistance à la rupture en direction de la trame de 678,404 à 586,069 N et résistance à la rupture en chaîne direction de 688.404 à 601.069 N. Les modifications d'allongement sont indiquées dans le tableau III.3, Il est à noter que moins la sensibilité des propriétés mécaniques des opérations de textile à corona dans tensions plus faibles et en moins de temps, est probablement due à l'effet du tissu textile et aussi les tensions dans le fils sur les résultats de l'opération.

Nombre d'échantillons	temps de traitement (min)	tension de traitement (Kv)	direction de distorsion		Direction de la trame	
			Force (N)	Allongement (mm)	Force (N)	Allongement (mm)
<b>1</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>688,404</b>	<b>27,24</b>	<b>678,404</b>	<b>25,24</b>
<b>2</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>669,422</b>	<b>26,66</b>	<b>658,422</b>	<b>23,66</b>
<b>3</b>	<b>2</b>	<b>1</b>	<b>653,325</b>	<b>26,24</b>	<b>641,325</b>	<b>21,24</b>

<b>4</b>	<b>5</b>	<b>1</b>	<b>633,201</b>	<b>25,24</b>	<b>622,201</b>	<b>20,24</b>
<b>5</b>	<b>7</b>	<b>1</b>	<b>622,431</b>	<b>24,34</b>	<b>610,431</b>	<b>19,34</b>
<b>6</b>	<b>10</b>	<b>1</b>	<b>620,422</b>	<b>23,34</b>	<b>601,431</b>	<b>18,34</b>
<b>7</b>	<b>15</b>	<b>1</b>	<b>601,069</b>	<b>21,00</b>	<b>586,069</b>	<b>16</b>
<b>8</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>633,201</b>	<b>24,10</b>	<b>633,201</b>	<b>22,10</b>
<b>9</b>	<b>2</b>	<b>2</b>	<b>622,122</b>	<b>23,10</b>	<b>622,122</b>	<b>21,13</b>
<b>10</b>	<b>5</b>	<b>2</b>	<b>610,041</b>	<b>22,80</b>	<b>610,041</b>	<b>19,80</b>
<b>11</b>	<b>7</b>	<b>2</b>	<b>578,833</b>	<b>19,20</b>	<b>578,833</b>	<b>18,20</b>
<b>12</b>	<b>10</b>	<b>2</b>	<b>460,781</b>	<b>16,30</b>	<b>570,306</b>	<b>16,30</b>
<b>13</b>	<b>15</b>	<b>2</b>	<b>460,781</b>	<b>14,03</b>	<b>460,781</b>	<b>13,03</b>

**Tableau III.3 :** Variation de la résistance et de l'allongement du tissu de laine non traité et traité corona dans la direction de la chaîne et de la trame.

### III.5.Conclusion

Le tissu de laine peut être modifié par le traitement corona, et cette expérience a indiqué que le traitement de la tension a été le facteur le plus important à cet égard. Des conditions de traitement optimales ont été choisies ; traitement tension 1 kV, temps de traitement 10 min ou tension de traitement 2 kV et le temps de traitement 5 min. Après le traitement corona, les propriétés de surface du tissu de laine ont changé. SEM images microscopiques ont montré que l'écaillage épicutique pendant les opérations est devenu moins et plus grossier de sorte qu'après le fonctionnement, il est possible d'inspecter une petite brosse de tunnel niveau sur la fibre. Analyse de spectroscopie FT-IR indiquée que le traitement corona a changé la composition chimique de la surface de la fibre de laine. Ces résultats obtenus à partir des changements observés dans les propriétés physiques des échantillons ont montré que la tension 2 kV et le temps de traitement de 5 min n'ont eu aucun effet sur les propriétés de résistance des échantillons, mais avec l'augmentation de la opération de temps, la fibre a été endommagée et la force diminué.

A partir de l'analyse des résultats obtenus dans les 4 articles cités en dessus [58-61], on a constaté les points suivants :

- Le traitement corona d'un ou des deux constituants entraîne une diminution de la viscosité apparente de la fonte par rapport aux composés contenant des matériaux non traités.
- Les essais mécaniques effectués ont montré des valeurs améliorées par rapport aux fibres non traitées. En outre, le SEM L'analyse a révélé que le traitement corona a amélioré l'adhésion interfaciale entre les fibres du palmier-dattier et le PLA matrice.
- L'analyse XPS a indiqué le traitement des rejets corona a modifié la composition chimique de la surface de la fibre de laine. Teneurs en carbone, soufre et azote ont diminué après le traitement, tandis que la teneur en oxygène a augmenté dans la couche de surface.
- SEM images microscopiques ont montré que l'écaillage épicutique pendant les opérations est devenu moins et plus grossier de sorte qu'après le fonctionnement, il est possible d'inspecter une petite brosse de tunnel niveau sur la fibre.

A decorative border resembling a scroll, with a grey shaded area at the top right corner and a vertical scroll-like element on the left side.

# **Conclusion générale et perspectives de recherche**

## Conclusion générale et perspectives de recherche

L'objectif de ce travail était effet de traitement corona sur les fibres, tout d'abord les matériaux composites disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, maintenance réduite, liberté de formes.

A partir de l'analyse des différents résultats, on peut déduire les conclusions principales suivantes :

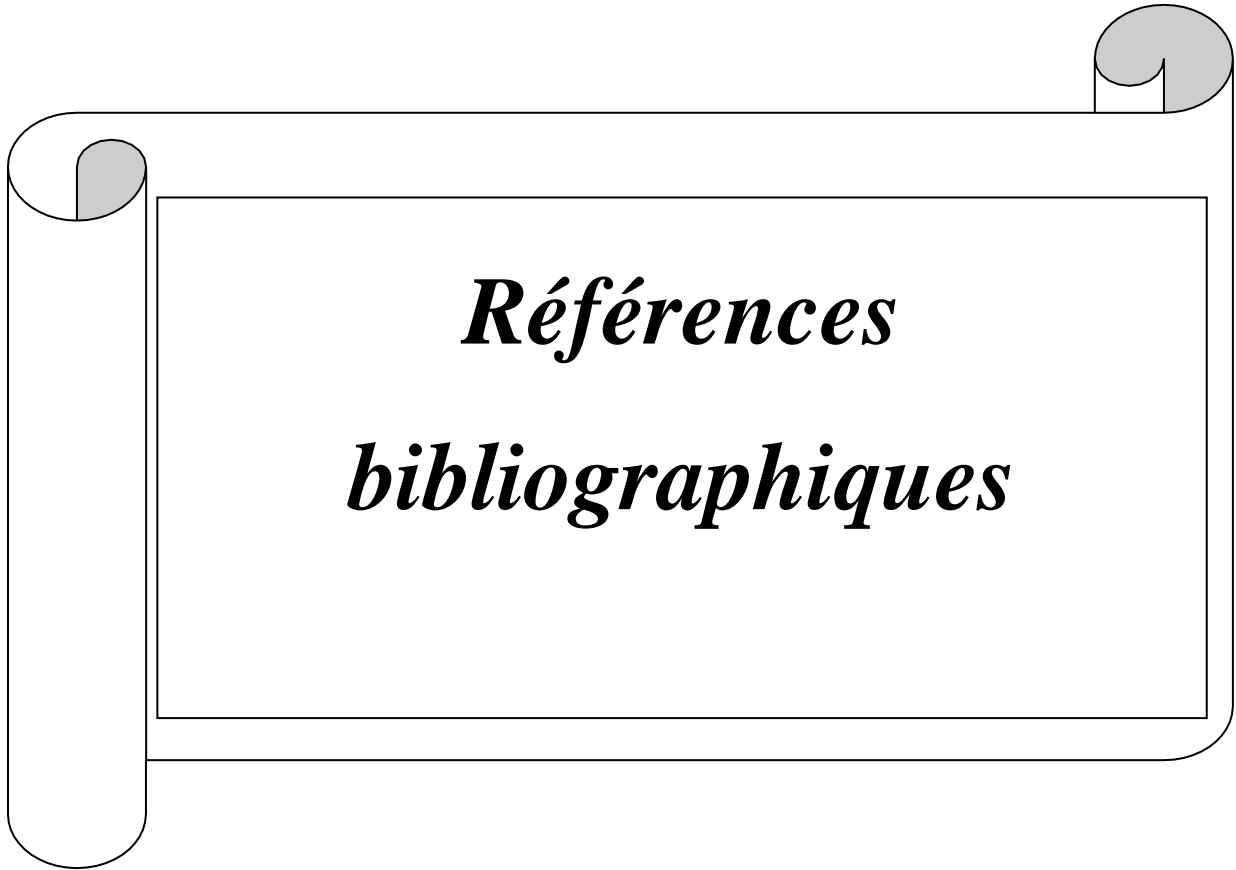
- Les observations MEB ont montré que la surface des fibres prétraitées est plus propre et lisse par rapport aux fibres de coton non traitées, (Traitement par Plasma).
- Les micro-ondes sont des ondes électromagnétiques de fréquences comprises entre 300 MHz (ondes radios) et 300 GHz (infrarouge).
- Modification par corona est un traitement de surface.
- Le traitement UV des fibres de jute a augmenté la polarité de leur surface en augmentant la teneur en groupes carboxyles de surface, De plus, le traitement montre une bonne résistance au lavage.
- Les traitements au laser se retrouvent le plus souvent dans les métaux pour faire des dépôts.
- Les traitements physiques induisent un changement des propriétés structurales et surfaciques de la fibre cellulosique ou de la matrice polymérique et d'améliorer certaines propriétés des fibres.
- Les essais mécaniques (traction, flexion 3 points, cisaillement) montrent une amélioration des propriétés mécaniques des composites.
- Les fibres cellulosiques modifiées physiquement sont toujours traitées successivement par voie chimique ce qui permet de bénéficier pleinement du résultat obtenu.
- Le traitement corona d'un ou des deux constituants entraîne une diminution de la viscosité apparente de la fonte par rapport aux composés contenant des matériaux non traités.
- Les essais mécaniques effectués ont montré des valeurs améliorées par rapport aux fibres non traitées. En outre, le SEM L'analyse a révélé que le traitement corona a amélioré la l'adhésion interfaciale entre les fibres du palmier-dattier et le PLA matrice.
- L'analyse XPS a indiqué le traitement des rejets corona a modifié la composition chimique de la surface de la fibre de laine. Teneurs en carbone, soufre et azote ont

diminué après le traitement, tandis que la teneur en oxygène a augmenté dans la couche de surface.

- SEM images microscopiques ont montré que l'écaillage épicutique pendant les opérations est devenu moins et plus grossier de sorte qu'après le fonctionnement, il est possible d'inspecter une petite brosse de tunnel niveau sur la fibre.
- Les traitements chimiques se caractérisent par leurs capacités à nettoyer la surface de la fibre.

Enfin pour améliorer les propriétés mécaniques des composites, nous proposons comme suite à ce travail de thèse d'autres voies complémentaires comme :

- ✓ Utilisation d'ordinateurs et les logiciels pour faire les expériences et les traitements (la précision et les conditions sont idéales)
- ✓ Comparer les expériences applicatives avec les expériences logicielles pour savoir où se trouve le paradoxe des résultats obtenus.



***Références  
bibliographiques***

## Références bibliographiques

- [1] Lutz, F., & Phillips, R. W. (1983). A classification and evaluation of composite resin systems. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 50(4), 480-488.
- [2] Rimkus, R. (1998). U.S. Patent No. 5,766,719. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
- [3] Paris, C. (2011). Étude et modélisation de la polymérisation dynamique de composites à matrice thermodurcissable (Doctoral dissertation).
- [4] J. Weiss et C. Bord (1983). *Les Matériaux Composites* (tomes 1 et 2). Editions de l'Usine, Paris.
- [5] Paris, C. (2011). Étude et modélisation de la polymérisation dynamique de composites à matrice thermodurcissable (Doctoral dissertation).
- [6] Masse, P. (1994). Caractérisation mécanique et spectroscopique de l'interface fibre de polyéthylène haut module/résine polyester (Doctoral dissertation, Lille 1).
- [7] Berthelot, J. M. (1999). *Matériaux composites. Comportement mécanique et analyse des structures*. Edition: 5; Publisher: TEC & Doc.
- [8] Aucher, J. (2009). Etude comparative du comportement composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable (Doctoral dissertation).
- [9] LI, Meng-yang, Wei LI, and Yong-kang LUO. "DEVELOPMENT AND PROPERTY STUDY OF THE THERMOSTABLE EPOXY RESIN FOR PULTRUSION PROCESS." *Fiber Reinforced Plastics/Composites* 4 (2011): 15.
- [10] Nurdina, A. K., Mariatti, M., & Samayamutthirian, P. (2009). Effect of single- mineral filler and hybrid- mineral filler additives on the properties of polypropylene composites. *Journal of Vinyl and Additive Technology*, 15(1), 20-28.
- [11] Michel, M., Ambroise, J., & Hamelin, P. (2013). Développement de composites à matrice minérale et à renfort textile. Treizième Édition *Journ. Sci. RF B*, 2, 57-66.
- [12] Charlotte MEAUD, « analyse multi-échelle des connexions par collage application aux éléments structuraux multi matériaux fléchis » thèse de doctorat université Claude Bernard Lyon 2012.
- [13] Mohanty, A. K., Misra, M., & Drzal, L. T. (Eds.). (2005). *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*. CRC press.
- [14] MICHEL DUPEUX, « aide mémoire sciences des matériaux » paris ,2004.
- [15] Guillon, D. (1995). *Fibres de verre de renforcement. Techniques de l'ingénieur. Plastiques et composites*, (A2110), A2110-1.
- [16] Jean LUYCKX, « Composites à fibres de carbone dans le génie civil » *Techniques de l'Ingénieur*, vol AM 5 620.

- [17] Tan, V. B. C., Zeng, X. S., & Shim, V. P. W. (2008). Characterization and constitutive modeling of aramid fibers at high strain rates. *International Journal of Impact Engineering*, 35(11), 1303-1313.
- [18] IZAWA, T., SUDO, S., & HANAWA, F. (1979). Continuous fabrication process for high-silica fiber preforms. *IEICE TRANSACTIONS* (1976-1990), 62(11), 779-785.
- [19] Mohanty, A. K., Misra, M., & Drzal, L. T. (Eds.). (2005). *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites*. CRC press.
- [20] Thakur, V. K., Thakur, M. K., & Gupta, R. K. (2014). raw natural fiber-based polymer composites. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 19(3), 256-271.
- [21] Karahan, H. A., & Özdoğan, E. (2008). Improvements of surface functionality of cotton fibers by atmospheric plasma treatment. *Fibers and polymers*, 9(1), 21-26.
- [22] Yan, L., Chouw, N., & Jayaraman, K. (2014). Flax fibre and its composites—A review. *Composites Part B: Engineering*, 56, 296-317.
- [23] Shahzad, A. (2012). Hemp fiber and its composites—a review. *Journal of Composite Materials*, 46(8), 973-986.
- [24] Dhaliwal, J. S. (2019). *Natural Fibers: Applications*. In *Generation, Development and Modifications of Natural Fibers*. IntechOpen.
- [25] Rousseau, M. E., Lefevre, T., Beaulieu, L., Asakura, T., & Pézolet, M. (2004). Study of protein conformation and orientation in silkworm and spider silk fibers using Raman microspectroscopy. *Biomacromolecules*, 5(6), 2247-2257.
- [26] Harington, J. S., Allison, A. C., & Badami, D. V. (1975). Mineral fibers: chemical, physicochemical, and biological properties. In *Advances in Pharmacology* (Vol. 12, pp. 291-402). Academic Press.
- [27] 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.
- [28] 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
- [29] 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.
- [30] L. Y. Mwaikambo, N. Tucker, and A. J. Clark, “Mechanical properties of hemp-fibrereinforced euphorbia composites,” *Macromolecular Materials and Engineering*, vol. 292, no. 9, pp. 993–1000, 2007.
- [31] 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.
- [32] S. A. Paul, K. Joseph, G. D. G. Mathew, L. A. Pothan, and S. Thomas, “Influence of polarity parameters on the mechanical properties of composites from polypropylene fiber and short banana fiber,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 41, no. 10, pp. 1380–1387, 2010.
- [33] C. H. Xue, S. T. Jia, J. Zhang, and L. Q. Tian, “Superhydrophobic surfaces on cotton textiles by complex coating of silica nanoparticles and hydrophobization,” *Thin Solid Films*, vol. 517, no. 16, pp. 4593–4598, 2009.

- [34] C. H. Xue, S. T. Jia, H. Z. Chen, and M. Wang, "Superhydrophobic cotton fabrics prepared by sol-gel coating of TiO<sub>2</sub> and surface hydrophobization," *Science and Technology of Advanced Materials*, vol. 9, no. 3, 2008.
- [35] S. A. Paul, C. Oommen, K. Joseph, G. Mathew, and S. Thomas, "The role of interface modification on thermal degradation and crystallization behavior of composites from commingled polypropylene fiber and banana fiber," *Polymer Composites*, vol. 16, no. 2, p. NA-NA, 2009.
- [36] A. K. Bledzki et J. Gassan. «Composite reinforced with cellulose based fibers. », *Progress in Polymer Science.*, Vol.24, 1999,pp. 221-274.
- [37] D. El Hadji Babacar LY, « Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose », Thèse de Doctorat, L'INP de Grenoble, France, 2008, 218 p. [En ligne], disponible sur [http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/26/88/28/PDF/these\\_BLY.pdf](http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/26/88/28/PDF/these_BLY.pdf).
- [38] F. Michaud, « Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique ». Thèse de Doctorat, Université Bordeaux1, France, 2003, 256 p. [En ligne], disponible sur <http://theses.ulaval.ca/archimede/fichiers/21360/21360.html>.
- [39] A. Fadelet H. Hazam, « Etude des propriétés d'agromatériaux compositesPEBD/farine de Genêt d'Espagne avant et après mercerisation. »,Mémoire d'Ingéniorat d'Etat, Département de Génie des Procédés Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, 2010, 74p
- [40] J. Simonsen, Z. Hong et T.G. Rials. «The Properties of the Wood-Polystyrene Interphase Determined by Inverse Gas Chromatography. », *Wood and Fiber Science.*,Vol. 29, 1997, pp. 75-84.
- [41] M.N. Belgacem et A. Gandini. « The Surface Modification of Cellulose Fibres for Use as Reinforcing Elements in Composite Materials. », *Composite Interface.*, Vol. 12, 2005, pp. 41-75.
- [42] T. Lehner « L'état de plasma le feu de l'univers », Ed,Vuibert, 2004.
- [43] J.L Delcroix et A. Bers, « Physique des plasmas ».
- [44] T. Meziani, Definition of plasma, PlasmaTech Symposium, Stresa, Italie (18-19 mai 2005).
- [45] S. Yesodharann, « Supercritical water oxidation: An environmentally safe method for the disposal of organic wastes », *Current Science*, 82, (9), 2002, pp.1112- 1122.
- [46] A. Czernichowski «Traitement des effluent gazeux ».
- [47] K. Sever, S. Erden, H. A. Gülec, Y. Seki, and M. Sarikanat, "Oxygen plasma treatments of jute fibers in improving the mechanical properties of jute/HDPE Composites,"*Materials Chemistry and Physics*, vol. 129, no. 1–2, pp. 275–280,Sep.2011.
- [48] J. Jang and H. Yang, "The effect of surface treatment on the performanceimprovementof carbon fiber/polybenzoxazine composites," *Journal of MaterialsScience*,vol. 35, no. 9, pp. 2297–2303, May 2000.
- [49] S. E. Ražić, R. Čunko, L. Bautista, and V. Bukošek, "Plasma effect on the chemical structure of cellulose fabric for modification of some functional properties," *Procedia Engineering*, vol. 200, pp. 333–340, 2017.
- [50] B. L. Hayes, *Microwave synthesis-Chemistry at the speed of light*. CEM publisher,

295 pages, 2002.

- [51] A. Govin., “Aspects physico-chimiques de l’interaction bois- ciment/Modification de l’hydratation du ciment par le bois”. Thèse de doctorat, l’Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, N°:331CD (2004).
- [52] M. Merzoud., “Elaboration et caractérisation d’un matériau composite à base de fibres de diss dans la fabrication de la maçonnerie”. Thèse de doctorat d’Etat, Université Badji Mokhtar, 2007, pp 123.
- [53] M. Ragoubi, D. Bienaimé, S. Molina, B. George, and A. Merlin, “Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites madethereof,” *Industrial Crops and Products*, vol. 31, no. 2, pp. 344–349, Mar. 2010.
- [54] J. Gassan, “Effects of corona discharge and UV treatment on the properties of jute-fibre epoxy composites,” *Composites Science and Technology*, vol. 60, no. 15, pp. 2857–2863, Nov. 2000.
- [55] Ferrero, M. Periolatto, and S. Ferrario, “Sustainable antimicrobial finishing of cotton fabrics by chitosan UV-grafting: from laboratory experiments to semi industrial scale-up,” *Journal of Cleaner Production*, vol. 96, pp. 244–252, Jun. 2015.
- [56] S. Torres-Giner, N. Montanes, O. Fenollar, D. García-Sanoguera, and R. Balart, “Development and optimization of renewable vinyl plastisol/wood flour composites exposed to ultraviolet radiation,” *Materials and Design*, vol. 108, pp. 648–658, 2016.
- [57] S. Ikhlef, « Etude du comportement de composites PEBD/farine de Genêt d’Espagne avant et après traitement. ». Mémoire de Magister, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, 2011, 168 p.
- [58] Amirou, S., Zerizer, A., Haddadou, I., & Merlin, A. (2013). Effects of corona discharge treatment on the mechanical properties of biocomposites from polylactic acid and Algerian date palm fibres. *Scientific Research and Essays (SRE)*, 8(21), 946-952.
- [59] Dong, S., Sapieha, S., & Schreiber, H. P. (1992). Rheological properties of corona modified cellulose/polyethylene composites. *Polymer Engineering & Science*, 32(22), 1734-1739.
- [60] Ke, G., Yu, W., Xu, W., Cui, W., & Shen, X. (2008). Effects of corona discharge treatment on the surface properties of wool fabrics. *Journal of Materials Processing Technology*, 207(1-3), 125-129.
- [61] Mirjalili, M., Nasirian, S. S., & Karimi, L. (2011). Effects of corona discharge treatment on some properties of wool fabrics. *African Journal of Biotechnology*, 10(83), 19436-19443.