



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



Faculté : des Sciences.
Département : de chimie.
Filière : Chimie d'environnement.

Mémoire de Fin de Cycle
En vue de l'obtention du diplôme de master académique

Intitulé :

***Etude et caractérisation d'un matériau composite a
base de fibre végétal***

Présenté par :

Nom et prénom : Ali Soucha Imane

Nom et prénom : Bouziane Wafa

Devant le jury composé de :

NOUFEL.K	Université de M'sila	Président
LAIB. N	Université de M'sila	Rapporteur
HAFFAR.H	Université de M'sila	Examineur

Année universitaire : 2019/2020



Remerciement

Avant tout, j'adresse mes remerciements en premier lieu, à Dieu tout puissant pour la volonté, la santé, le courage et la patience qu'il m'a donné durant toutes ces longues années de travail. Nous voudrions Remercier **Mr .LaibNouri**, notre superviseure, pour votre sincère gratitude de nous guider dans nos travaux. Astuce et bon fonctionnement de ce travail. Nous remercions également à monsieur « Mr.HAFFAR.H » qui a accepté de présider le jury.

Nous remercions très respectueusement à monsieur « Mr.NOUFEL.K »

de nous avoir fait l'honneur d'être membre du jury et d'avoir accepté de juger notre travail.

Finalement, on est profondément reconnaissantes à toute personne qui nous a aidés de près ou de loin, directement ou indirectement durant ce passage.

DEDICACES :

Je dédie ce travail :

- *A mes chers parents Abdallah et Djamila que Dieu lesgarde.*
- *A mes chers frères etsœurs.*
- *A toute mafamille et sur toute ma cousine Khaoula*
- *A tous mesamis*
- *A toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de cetravail.*

Ali saouchaïmane

DEDICACES Je dédie ce travail :

- *A mes chers parents Saad et razika que Dieu lesgarde.*
- *A mes chers frères sur tout fariset ma sœur.*
- *A toute mafamille*
- *A tous mesamis*
- *A toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de cetravail.*

Bouziane Wafa

Sommaire

Dedicaces	
Remerciement	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Sommaire	
introduction générale	
Chapitre I Etude bibliographiques sur les fibres	
I.1. Définition des fibres naturelles	1
I.2. Les fibres naturelles	1
I.2.1. Les fibres végétales	1
I.2.2. Les fibres animales	1
I.2.3. Les fibres minérales	1
I.3. Généralités sur les fibres végétales	2
I.4. Définition des fibres végétales	2
I.5. Classification des fibres végétales	4
I.6. Structure d'une fibre végétale	5
I.7. Applications des fibres naturelles	7
I.8. Composition chimique des fibres végétales	8
I.8.1. Cellulose	9
I.8.2. Hémicelluloses	12
I.8.3. Lignine	12
I.8.4. Les pectines	14
I.9. Morphologie de la fibre végétale	15
I.10. Extractibles	17
I.11. Propriétés physico-mécaniques des fibres lignocellulosiques	18

I.12.Avantages et inconvénients dans l'utilisation des fibres végétales	20
I.13. Définition de casuarina	22
I.13.1.Description	22
I.13.2.Biologie	23
I.13.3.Distribution et habitat	23
Conclusion	26
ChapitreII Les matériaux composites	
II.1. Introduction	27
II.2. Historique	29
II.3.Définition d'un matériau composite	29
II.4.Exemples d'utilisation	30
II.5.Caractéristiques générales des matériaux composites	35
II.6.Constitution d'un matériau composite	37
II.6.1. Matrice	37
II.6.1.1.Les matrices thermodurcissables	38
II.6.1.2.Les matrices thermoplastiques	39
II.6.1.03.Matrices thermostables	40
II.6.2.Les renforts	40
II.6.2.1.Fibres de verre	41
II.6.2.2.Fibres de carbone	41
II.6.2.3.Fibres aramides	42
II.7.Classification suivante la nature des constituants	42
II.8.Caractéristiques des matériaux composites	43
II.8.1.Caractéristiques mécaniques spécifiques	44
II.8.2.Caractéristiques mécaniques des matériaux	44
II. 9.Les charges et additifs	45
II.9.1.Les charges	45

II.9.2.Les additifs	45
II.10.Procèdes de mise en œuvre des composites	46
II.11.Avantages et Inconvénients des composites	48
Chapitre III Traitement Des Fibres Végétales	
III.Introduction	49
III.1. Traitement de la fibre	49
III.1.1.Traitement chimique de surface de fibre	49
III.1.1.1.Le traitement alcalin	50
III.1.1.1.2.L'acétylation	51
III.1.1.1.3.Traitement peroxyde	52
III.1.1.1.4.Traitement au permanganate	52
III.1.1.1.5.Benzoylation	53
III.1.1.1.6.Copolymérisations par greffage	53
III.1.1.1.7.Traitement par décharges électriques (corona, plasmas froids).	54
III.1.1.1.8.Imprégnation des fibres	54
III.1.1.1.9.Les Couplages	55
III.1.2.Le traitement physique des fibres	56
III.1.2.1.Le traitement physique au plasma	56
III.1.2.2.Irradiation par Ultra- Violet	57
III.2.L'appareillage	59
III.2.1.L'analyse thermogravimétrique (ATG)	59
III.2.2.L'essai spectrométrique (Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF).	60
III.2.3.Unité de diffraction des rayons X	62
Résumé	
Références	

Liste des tableaux :

Chapitre I	
TableauI.1: Exemples de composition chimique de fibres végétales	15
TableauI.2: Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales. La morphologie des fibres végétales peut constituer une donnée importante pour bien appréhender les transferts de contrainte aux interfaces fibre-matrice.	16
Tableau I.3: Propriétés physiques de différentes fibres végétales	19
tableau I.4:présente les propriétés mécaniques de quelques fibres végétales	19
Tableau I.5: Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts de matériaux composites par rapport aux fibres synthétiques	21
Chapitre II	
TableauII.1 : Exemples d'applications des fibres végétales comme renfort dans les matériaux composites.	33
TableauII.2:Exemples de matériaux composites, pris au sens large	36
Tableau II.3 : Différentes caractéristiques des résines thermoplastiques et thermodurcissables.....	39
Tableau II.4 : Principales caractéristiques des techniques de fabrication.....	47
Chapitre III	
TableauIII.1: Les propriétés mécaniques rapportées des composites de la fibre de la bagasse non traitée et traitée à l'alcali	50
Tableau III. 2 : Différentes méthodes de modification de surface	57

Liste des figures :

Chapitre I	
Figure I. 1-Illustrations de quelques fibres animales, de gauche à droite: cocon de soie, fibres d'Angora et fibres d'Alpaga	2
Figure I.2:Classification des fibresnaturelles	3
Figure I.3:Quelque plantes, origine des fibres utilisées comme renfort dans les matrices polymères	3
figure I.4: de principe de la structure d'une fibre végétale	5
Figure I.5: Différents niveaux d'observation d'une fibre végétale	5
Figure I.6: Structure détaillée d'une fibre végétale	6
Figure I.7: Représentation schématique d'une fibre de bois	8
Figure I.8: Représentation de la chaîne de bois	9
Figure I.9: Liaisons hydrogène O - H-3' intramoléculaires	10
Figure I.10: Liaison hydrogène inter et intramoléculaires au sein de la fibre de cellulose.	10
Figure I.11: Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre cellulosique.	11
Figure I.12: Représentation schématique de l'alternance des zones cristallines et désorganisées le long d'une micro fibrille.	11
FigureI.13: Principaux glucides constituant les hémicelluloses	12
Figure I.14: Motifs élémentaires de la lignine	13
Figure I.15: Représentation schématique de structure de la lignine	13
Figure I.16: Représentation de la molécule de pectine lin	14
Figure I.17: Variation du diamètre le long de la fibre de lin	16
Figure I.18: Photographie en microscopie électronique à balayage d'une fibre de coton	17
FigureI.19 : Composition chimique des fibres de Disse en matière sèche (% en poids)	17
Figure I.20:casuarina	22

Chapitre II	
figure II.1: Structure d'un matériau composite	29
Figure II.2: Matériau Composite	30
Figure II.3: Composants des Mercedes « classe S » fabriqués à partir de composites renforcés par différentes fibres végétales [Jacob John and Thoms, 2008].	32
Figure II.4: Différentes familles de matrice	38
Figure II.5: Différents renforts matrice. existent	41
Figure II.6: Tubes de composites (selon la composition)	43
Figure II.7: Poutre chargée en traction	44
Figure II.8: Poutre chargée en flexion trois points	44
Figure II.9: Différents procédés de fabrication des composites à matrices polymériques	47
Chapitre III	
Figure III.1: Structure typique d'une fibre cellulosique non traitée (a) et mercerisée (b)	51
figure III.2: Principe de traitement d'une fibre cellulosique avec de la soude	51
Figure III.3: Schéma de réaction d'acétylation	52
figure III.4: principe du traitement au peroxyde	52
figure III.5: principe du traitement au permanganate	52
figure III.6: principe de la Benzoylation	53
Figure III.7: Réaction possible entre cellulosique-OH et le chlorure de benzoyle.	54
Figure III.8: Réaction du silane avec des groupes OH des fibres naturelles	55
Figur III.9: l'appareil de l'ATG (équipement SHIMADZU TGA-51)	59
Figure III.10: l'appareil d'IR (SHIMADZU FTIR-8300)	60
Figure III.11: L'appareil de DRX (X'Pert PRO MPD)	62

Résume

L'objectif de travail, c'est l'utilisation des fibres végétales (plante casuarina) parce qu'il contient des propriétés physiques et mécaniques. Nous avons étudié et caractérisé un matériau composite à base de fibre végétale par le traitement de NaOH. L'effet de la durée et de la concentration sur le remplacement de la fibre de verre par la fibre végétale et le développement et la caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de polyester de isophthalique renforcé par la fibre de casuarina par ces différents traitements.

الملخص

الهدف من هذا العمل ، هو استخدام الألياف النباتية (نبات السنوبر) التي تحتوي على الخصائص الفيزيائية والميكانيكية ، قمنا بالدراسة المادة المركبة مقواة بالألياف النباتية بواسطة المعالجة بالصودا في اختلاف الزمن و التركيز و هذا بتعويض ألياف الزجاج و بألياف نباتية لتطوير و توصيف مواد مركبة جديدة بواسطة بوليستر للايزوفتاليك معزز بألياف السنوبر لعدة معالجات.

Abstract

The objective of travail is to use the plant fibers (plant casuarina) because it contains physical and mechanical properties we have studied and characterized a composite material based on plant fibers by the treatment of NaOH. The effect of time and concentration on all replace fiberglass with vegetal fibers and to develop and characterize a new composted material based on polyester of isophthalique reinforced by casuarina fibers by this treatment.



Introduction générale

Introduction générale

Les matériaux composites sont de plus en plus utilisés, notamment dans les industriels (automobile, transports, bâtiment et les travaux publics, ferroviaires, maritimes, aériens et spatiaux.....) où ils offrent de nombreux avantages. L'avantage principal qu'offrent ces matériaux pour l'industrie est leur faible poids pour d'excellentes qualités mécaniques.

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes, Le matériau composite est constitué d'un renfort, qui contribue aux propriétés mécaniques du matériau composite et un grand nombre de fibres, et d'un liant, appelé matrice. Le rôle de la matrice est d'assurer la cohésion entre les éléments durenfort.

Dans cette étude, nous avons élaboré un nouveau matériau composite Polyester/ fibres du casuarina. Et ensuite nous avons effectué des essais de traction et flexion pour identifier le comportement mécanique de cet matériau.

Ce mémoire est composé de trois chapitres :

- le premier chapitre fait l'objet d'une étude bibliographique sur les fibres est consacré à la présentation des fibres naturelles et synthétiques. Lamorphologie ; la composition et le comportement mécanique des fibres sont décrites et définie de casuarina et la description et biologie et distribution et habitat de cette plant.

Le second chapitre fait l'objet d'une étude bibliographique sur les propriétés des matériaux composites a renfort et végétal.

- donné des exemples d'utilisation et d'application des fibres végétales comme renfort dans les matériaux composite .et les différentes caractéristiques des résinesthermoplastiques et thermodurcissables .étude La classification des types derenforts couramment rencontrés est indiquée dans l'organigramme ci -

Introduction générale

dessous. caractéristique mécaniques spécifiques et des matériaux . L'effet des paramètres de mise en œuvre et les causes d'endommagements sont revus et discutés. Ainsi que les avantages l'inconvénient des composites Le chapitre 03 étudie les méthodes de modification de la fibre On présente les appareillages utilisés dans le traitement des matériaux.



Chapitre I

Etude bibliographiques sur les fibres

Introduction

Depuis quelques années, les contextes économiques et écologiques ont poussé les industriels à donner plus d'importance aux fibres végétales et à leur utilisation dans les matériaux composites. C'est ainsi que de nouvelles applications allant de la construction et de l'automobile jusqu'aux composants aérospaciaux ont été développées. Dans ce premier chapitre de la partie A, nous présenterons les propriétés et les caractéristiques des fibres naturelles d'origine végétale permettant de relier leur structure à leurs propriétés dans le matériau et nous exposerons également les connaissances relatives à leur utilisation comme renfort dans les matrices minérales, polymères, etc...

I.1.Définition des fibres naturelles:

Une FIBRE est une formation élémentaire, végétale ou animale, d'aspect filamenteux, se présentant généralement sous forme de faisceaux. On emploie également ce terme par extension pour désigner certains matériaux minéraux ou synthétiques ayant le même aspect.

I.2.Les fibres naturelles :

I.2.1.Les fibres végétales :

Les fibres végétales sont issues de la biomasse, elles peuvent être extraites du fruit, de la tige ou de la feuille d'une plante. Elles sont principalement composées de cellulose, d'hémicelluloses, de lignines et de pectines. Elles sont surtout utilisées pour leurs avantages inégalés : leur faible densité, leur pouvoir d'isolant thermique, leurs propriétés mécaniques, et notamment pour leur biodégradabilité et atouts écologiques [4].

I.2.2.Les fibres animales:

La petite part du marché que tiennent ces fibres (à peine 2%) sur l'ensemble des fibrestextiles utilisées dans le monde d'un point de vue tonnage ne reflète pas la proportion économique plus importante [14]. La fibre la plus importante et la plus utilisée est la fibre de laine connue pour ses qualités de bon isolant thermique, son pouvoir absorbant élevé (16-18%) et son élasticité importante (45%)[15]. Les fibres animales sont classées selon leur provenance, on note essentiellement :

Poils : la laine (obtenue par la tonte de moutons), alpaga, angora, chameau, cachemire,...

Sécrétions : soie (Bombyx Mori), soie sauvage, fils d'araignée

Ces fibres sont produites avec des faibles quantités et leurs prix sont relativement chers.



Figure I.1. Illustrations de quelques fibres animales, de gauche à droite: cocon de soie, fibres d'Angora et fibres d'Alpaga.

I.2.3. Les fibres minérales:

L'amiante est la seule fibre minérale naturelle. Il a attiré l'attention des industriels pour sa résistance à la chaleur, au feu, aux agressions électriques et chimiques et pour son pouvoir absorbant. Il a été utilisé pour les patins de freins ou en garniture de chaudières ou fours électriques, ou encore dans diverses installations électriques (ex : plaques chauffantes) avant de l'interdire progressivement à cause des risques cancérigènes qu'il présente [16,17].

I.3. Généralités sur les fibres végétales :

Le début de XXIème siècle a marqué le retour des industries - européennes - aux fibres végétales. Avec l'intérêt croissant à l'environnement et l'encouragement des gouvernements et des institutions à l'investissement durable, la tendance est de s'orienter vers ce type de fibres écologiques et fonctionnelles. Ce retour est d'autant plus important, que les ressources pétrolières sont de plus en plus rares et coûteuses.

I.4. Définition des fibres végétales:

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

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

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

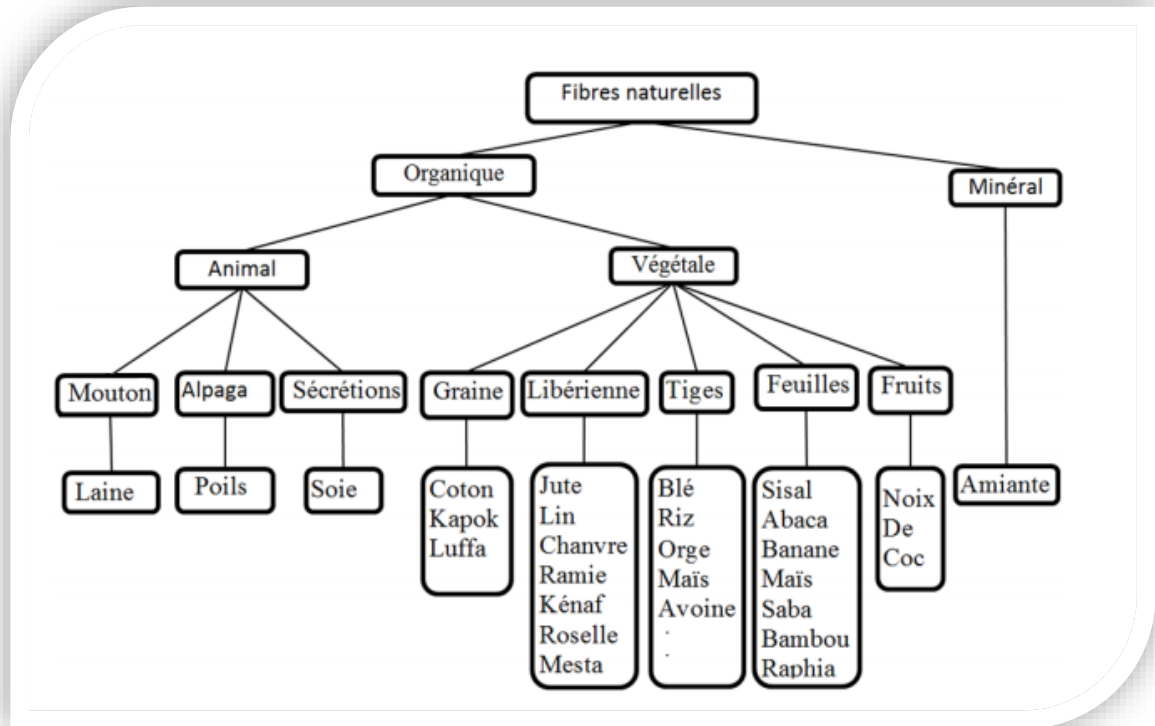


Figure I.2: Classification des fibres naturelles

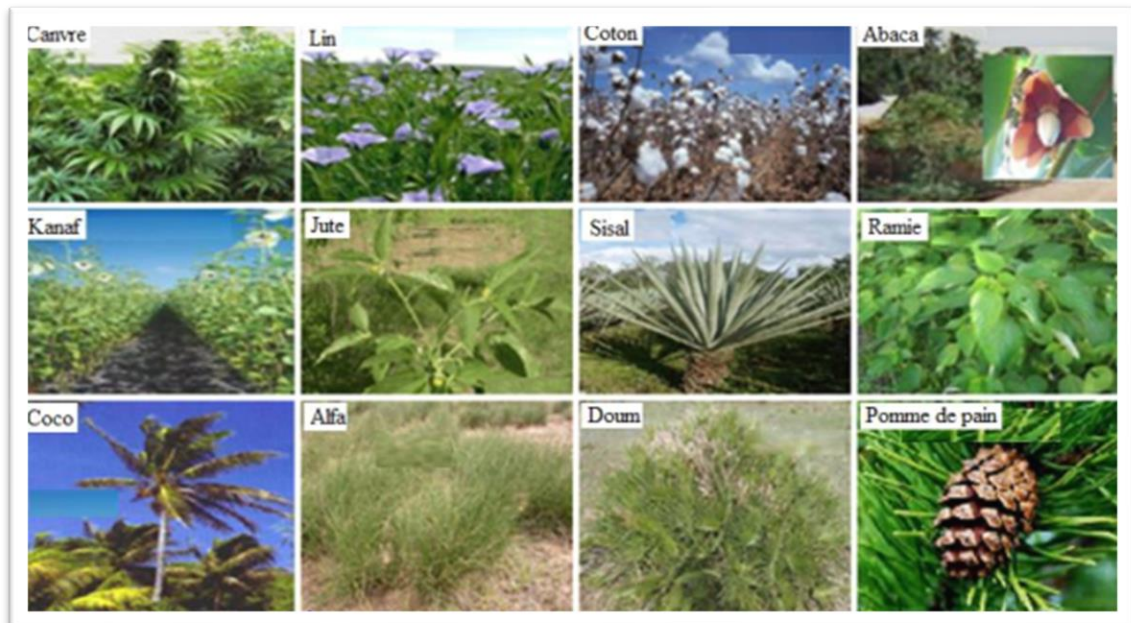


Figure I.3: Quelques plantes, origine des fibres utilisées comme renfort dans les matrices polymères.

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

Les fibres végétales sont réparties entre les fibres libériennes, les fibres de feuilles, de graines, de fruits, de bois, de la paille de céréales et d'autres fibres d'herbe. Leur composition principale est la cellulose, la lignine et l'hémicellulose [6].

les fibres végétales, dites encore fibres lignocellulosiques, sont des structures rigides micro fibrillaires (Bru dieux , 2007) principalement composées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine et en proportions relativement réduites d'extractibles , de protéines , de lipides et de matières minérales.

I.5. Classification des fibres végétales:

Les fibres végétales peuvent être classées selon l'organe dont elles sont issues, dans ce cas elles comprennent :

- les fibres provenant des poils séminaux de graines (coton, kapok)
- les fibres libériennes extraites de tiges de plantes (lin, chanvre, jute, ramie, jonc) renferment des libers.
- les fibres dures extraites de feuilles (sisal, alfa, folioles de palme), de tronc (chanvre de manille), d'enveloppes de fruits (noix de coco)

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

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

I.6. Structure d'une fibre végétale:

La fibre végétale peut être assimilée à un matériau composite dont le renfort est assuré par les fibrilles de cellulose enrobées d'une matrice formée d'hémicellulose et de lignine (Figure I.3). Les fibrilles sont organisées en hélice et forment un angle avec l'axe de la fibre appelé « angle microfibrillaire » (Figure I.4)

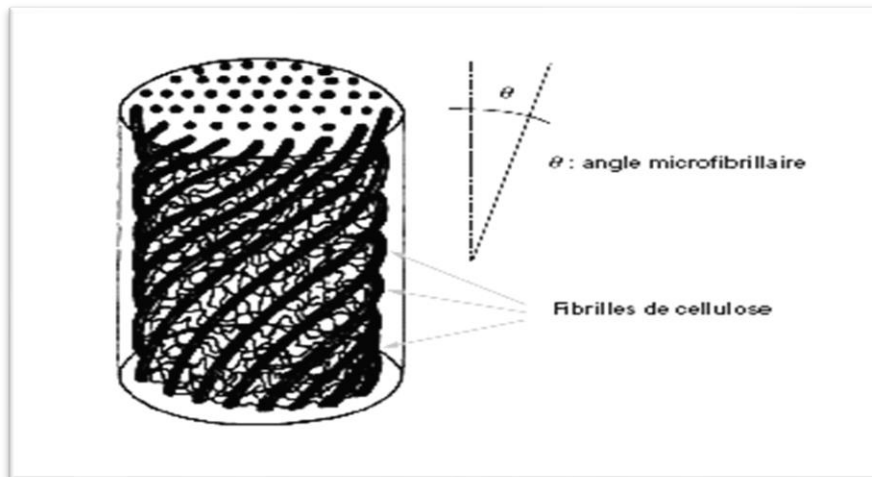


Figure I.4: de principe de la structure d'une fibre végétale.

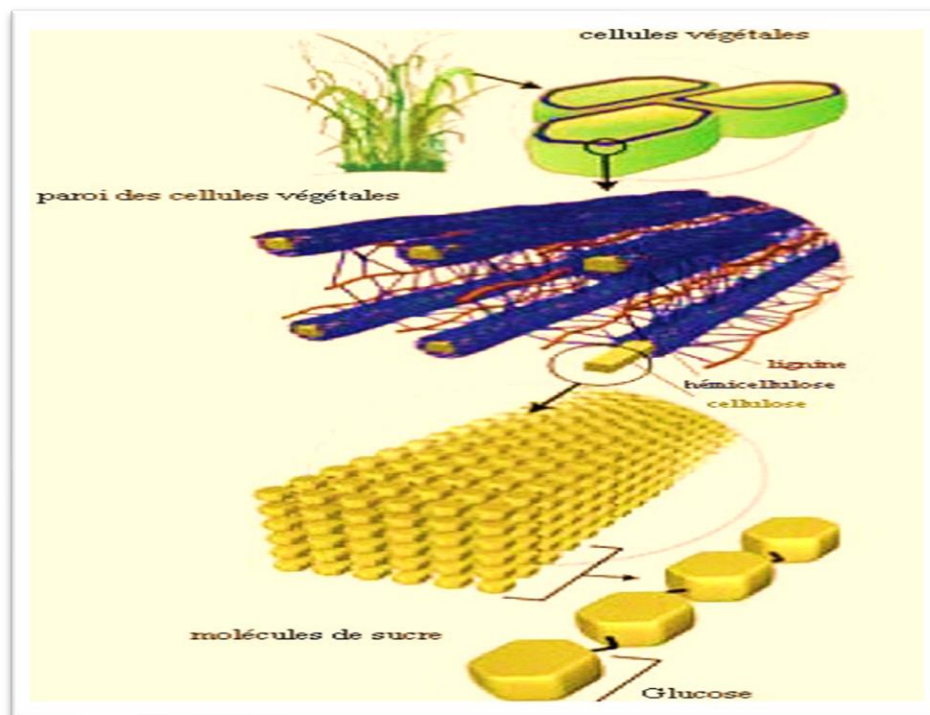


Figure- I.5: Différents niveaux d'observation d'une fibre végétale

La structure détaillée de la fibre végétale est donnée dans la Figure 6.

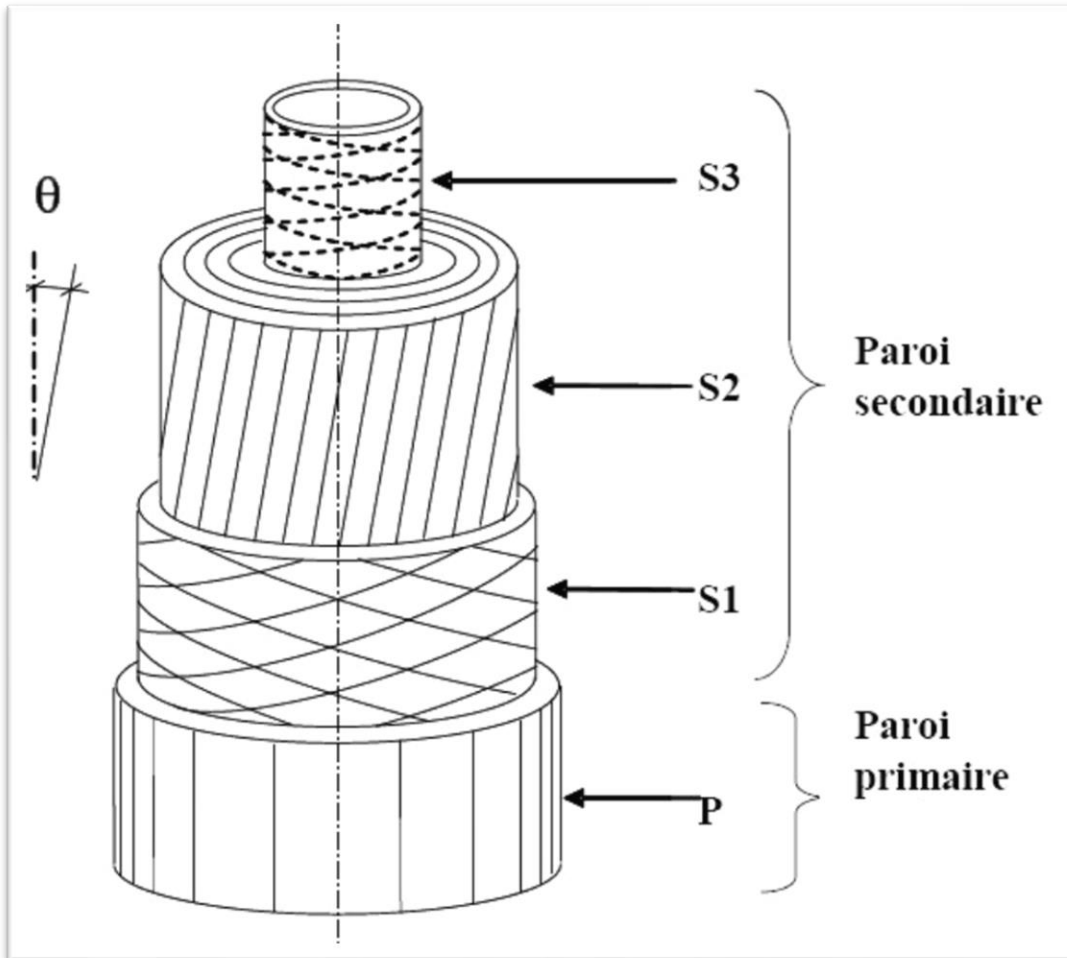


Figure- I.6: Structure détaillée d'une fibre végétale

- La lamelle moyenne est la couche intercellulaire. Elle constitue un ciment formé de pectine d'où le caractère hydrophile et poly anionique de cette enveloppe. Son épaisseur varie entre 0,5 et 1,5 μm [10].

- La paroi primaire dont l'épaisseur varie entre 1 à 3 μm renferme de l'eau (90 %), de la cellulose (80 %), d'hémicellulose, de lignine (parfois), d'extractibles ainsi que de substances pectiques. Les microfibrilles celluliques enchevêtrées forment un réseau poreux. Cette paroi constitue une continuité à la lamelle moyenne et présente une grande élasticité [8,10].

- La paroi secondaire est rigide et inextensible à cause de l'absence de pectines et la présence d'une structure fibrillaire très compacte due au degré de cristallinité élevé de la

cellulose. Elle est riche en lignine, en cutine et en subérine, par contre, elle est peu hydratée (< 20 %). Cette paroi est formée de trois sous-couches qui sont :

- La couche S1 est constituée de micro fibrilles croisées formant un angle compris entre 60° et 80° par rapport à l'axe de la cellule. Son épaisseur est comprise entre 0,1 et 0,35 µm.
- La couche S2 est la partie la plus volumineuse de la paroi. Les micro fibrilles se présentent en hélice en formant un angle de 5° à 50° par rapport à l'axe de la cellule. Son épaisseur varie entre 1 et 10µm. Elle présente 15 à 85 % de l'épaisseur totale de la couche.
- La couche S3 présente une épaisseur entre 0,5 et 1,1 µm. Dans cette couche, les micro fibrilles sont orientées suivant un angle variant entre 60° et 90° par rapport à l'axe de la cellule.

I.7.Applications des fibres naturelles:

Depuis plusieurs années, les ressources naturelles sont utilisées pour la production de produits de base ainsi qu'une grande quantité de produits techniques. Textiles, cordes, toiles et papiers ont été également faits de fibres naturelles, telles que le doum, l'alfa, le chanvre, la fibre de coco, et la bagasse de canne à sucre. Dès 1908, les premiers matériaux composites ont été fabriqués pour être utilisés dans des tubes et des tuyaux pour l'électronique.

Actuellement dans les pays de l'UE, environ 75% du poids total des véhicules hors d'usage est recyclé, dont 25%, appelés broyage des résidus de l'automobile, sont éliminés comme le remblai en raison de leurs complexité. La réduction de ce pourcentage reste un défi majeur, l'End-of-Life Véhicule (ELV) Directive Européenne stipule que d'ici 2015, seulement 5% du poids du véhicule peut être éliminés dans des sites de décharge. L'utilisation des matériaux qui se dégradent naturellement après leur utilisation est une manière d'éviter la complexité du recyclage. C'est dans ce sens que les chercheurs ont, depuis quelque temps développé l'utilisation des dérivés de fibres de jute, de chanvre, de lin, de sisal, et de noix de coco, à partir des matières végétales telles que BAST (l'extérieur de la tige), afin de renforcer le polymère. Ces fibres cellulosiques offrent une haute rigidité spécifique (par rapport aux poids) et ont peu d'impacts environnementaux par rapport aux produits issus de fibressynthétiques. Elles ont fait leurs preuves parmi les matériaux d'intérieur des véhicules [8-11]. Aujourd'hui, la solution aux problèmes écologiques est offerte par les matériaux verts [12]. En Europe, les constructeurs automobiles utilisent des tapis fabriqués à base d'abaca.

Notamment, le lin et le chanvre sont utilisés dans la fabrication des portes à panneaux pressés (figure 1.4), tablettes arrière, dossiers de siège, boucliers moteur et appuie-tête [13].

Pour les consommateurs, les composites à base de fibres naturelles dans les voitures fournissent une meilleure isolation thermique et acoustique, par rapport aux fibres synthétiques. Ils réduisent également l'irritation de la peau et du système respiratoire. Les composites à fibres naturelles offrent également de vastes possibilités d'exploitation en tant que matériaux de remplacement, en particulier les substituts du bois sur le marché de la construction [14]. Divers produits composites basés sur la fibre naturelle, tels que les stratifiés, les panneaux, les cloisons, les cadres de portes, les volets, et toiture constituent une alternative aux matériaux existants. D'autres applications de l'utilisation des fibres dans la matrice polymère sont présentes, comme la conservation des sols [11], la fabrication du matériel de sport et de plus en plus dans le secteur du sport automobile, en raison de leur potentiel de réduction de masse. Les structures d'impact dans le sport automobile sont tenues d'agir à la fois comme éléments porteurs et des dispositifs pour l'absorption d'énergie [15].

I.8.Composition chimique des fibres végétales:

La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale. Comme nous l'avons vu précédemment les composées les plus majoritaire sont la cellulose, l'hémicellulose les pectines et les lignines. Ces différents constituants sont agencés de manière très complexe Dans le bois, la cellulose est concentrée à l'intérieur de la fibre (Fig. I. 6). Les parois extérieures de la fibre sont composées principalement de lignines et d'hémicelluloses et les lamelles de jonction inter fibres sont composées presque uniquement de lignine. Un réseau supplémentaire de pectines (polymères de polysaccharides acides) augmente la complexité de la matrice. Le réseau polysaccharidique peut également être solidifié par un réseau secondaire de protéines HRGP (Hydrox prolineRicheGlycolProtéines).

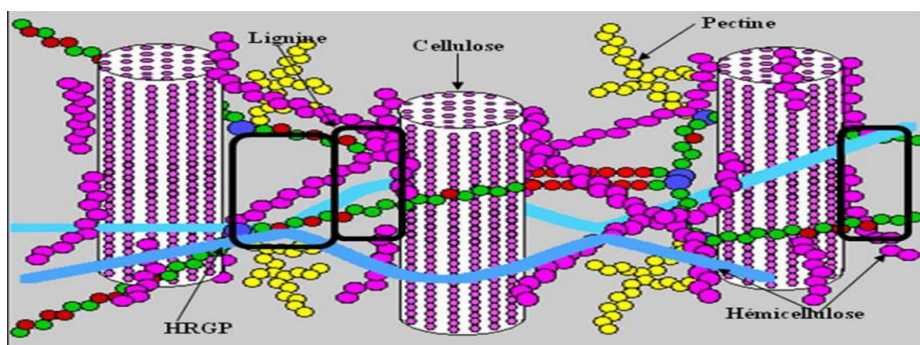


Figure I.7: Représentation schématique d'une fibre de bois

I.8.1. Cellulose:

La cellulose est le constituant principal de la masse végétale. Ce polymère linéaire de glucose présente est à l'état presque pur (>90%) dans la fibre de coton. Il est aussi, avec de la lignine, l'un des constituant essentielle du bois (50%) [12]. Selon Willtatter et Zechmeister (1913) la formule brute exacte de cette macromolécule est (C₆H₁₀O₅).

Elle est composée des unités de D-anhydrocopyranos reliées entre elle par des liaisons β 1-4. L'unité répétitive est le Cellobiose (deux glucoses réunis). Ces unités élémentaires s'associent par paquet pour former les microfibrilles [13]

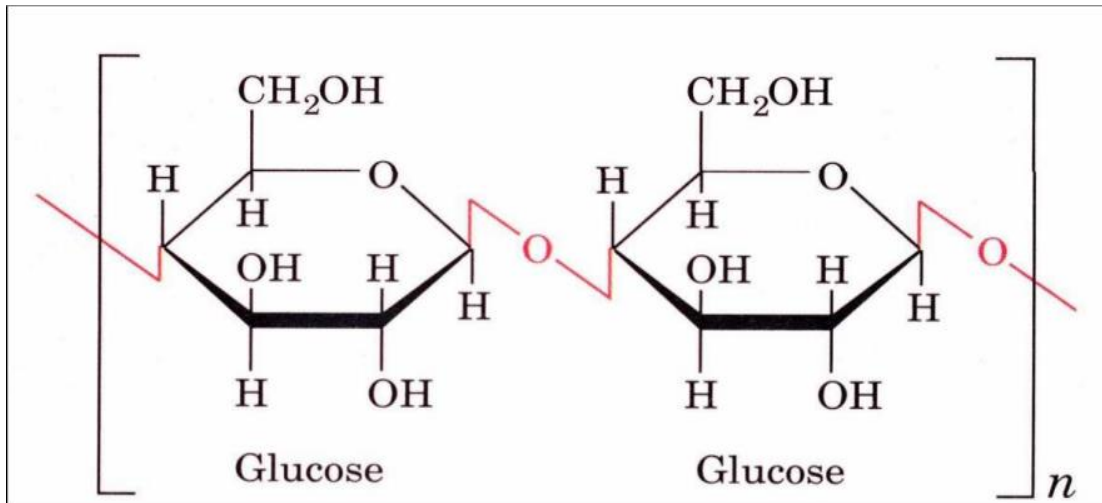


Figure- I.8: Représentation de la chaîne de cellulose.

n : degré de polymérisation.

Le nombre de maillons D-glucopyranose (n), appelé degré de polymérisation (DP) n'est pas connu dans la cellulose native. De plus, il est toujours exprimé comme une moyenne puisque dans la plupart des échantillons, il y a une large distribution de masse moléculaire. Il diffère énormément selon l'origine de la cellulose, il est d'environ 26500 dans l'algue vallonai 9000 dans le chanvre et dans le lin, et de l'ordre de 8000 pour l'épicéa La diffraction des rayons X par les monocristaux de la cellulose a permis d'établir que deux motifs β-D-glucopyranosyles adjacents ne sont pas dans le même plan moyen. Ceci est du aux liaisons hydrogène intramoléculaire entre l'oxygène hétérocyclique et l'hydrogène du groupement hydroxyle fixée sur le carbone 3'

(Fig.9) Ainsi la dimension de l'unité cellobiose est toujours de 10.3Å.

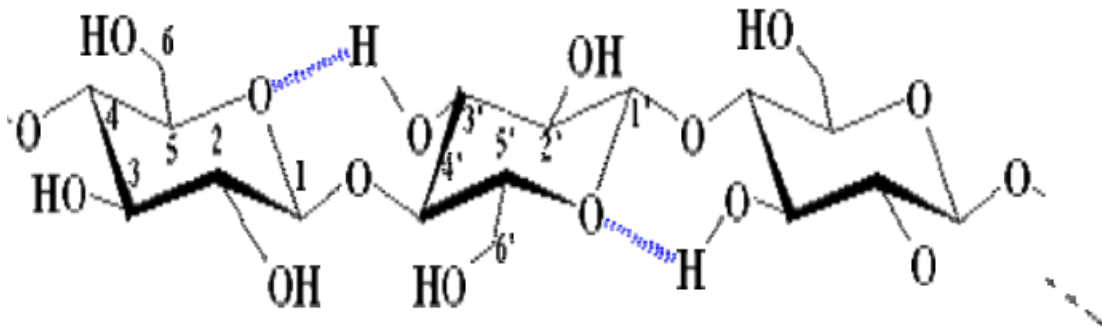


Figure - I.9: Liaisons hydrogène O - H-3' intramoléculeaires.

En raison du grand nombre de groupement Hydroxyles sur la chaine, il existe de multiples possibilités de liaisons hydrogène intermoléculeaires. De plus il existe d'autre liaisons hydrogène mettant en jeu des molécules d'eau qui sont ainsi intimement liée à la cellulose. Toutes ces contraintes font de la cellulose une molécule fibrillaire et partiellement cristalline.

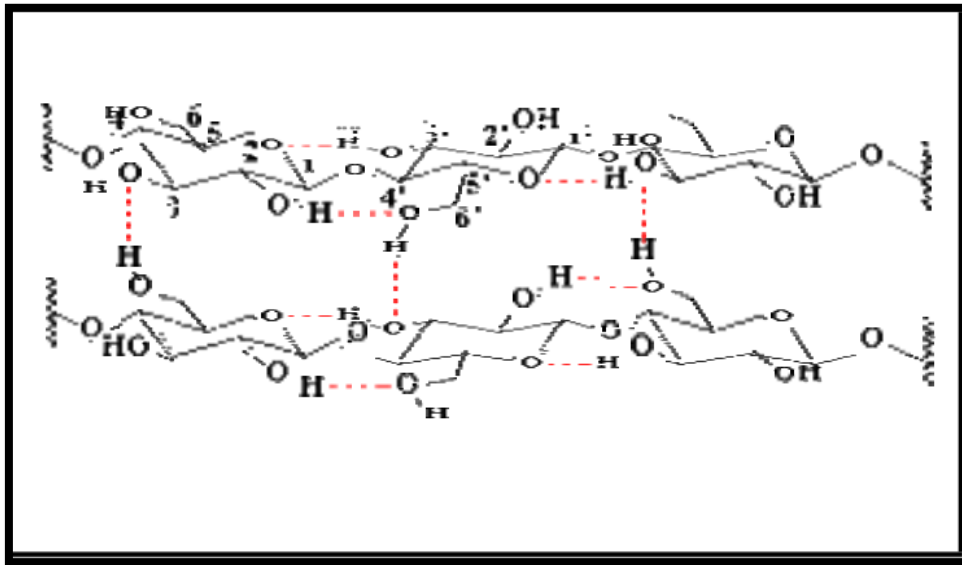


Figure I.10: Liaison hydrogène inter et intramoléculeaires au sein de la fibre de cellulose

Cet arrangement moléculaire ordonné des chaines cellulosiques parallèles entre elles est la base d'un édifice cristallin que l'on appelle micro fibrilles. La hiérarchie de structure et l'organisation supramoléculaire de la cellulose sont schématisées dans (Figure I.11)

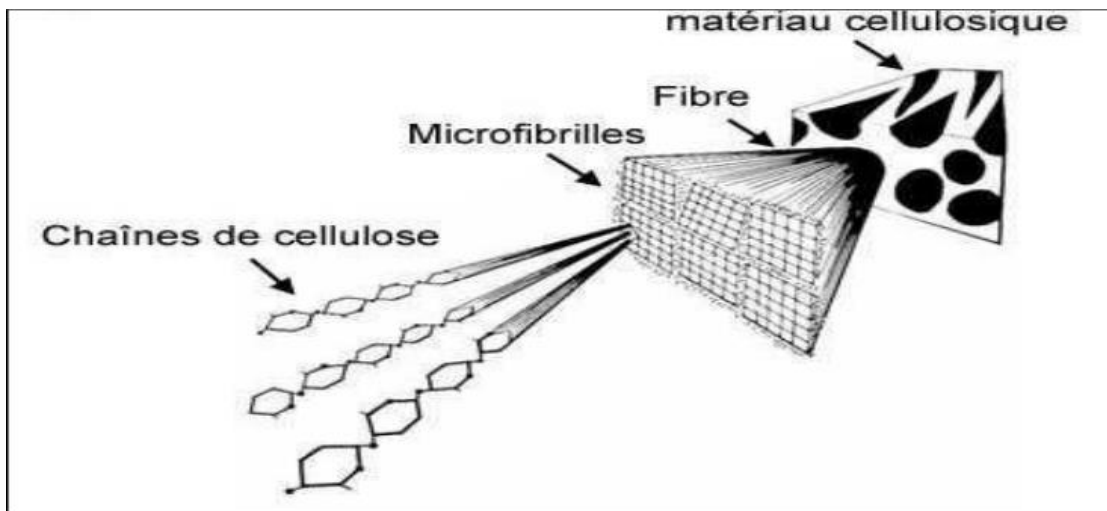


Figure I.11: Représentation schématique de la hiérarchie de structure dans une fibre cellulosique.

Dans la cellulose pure, la structure moléculaire est presque parfaitement régulière car elle ne contient de défauts que dans une unité sur mille environ. Le centre de ces microfibrilles est très cristallin tandis que les chaînes de surface sont de nature plus désordonnées et constituent des zones paracristallines. Ces zones, ainsi que les défauts de cristallinité qui surviennent lors de la biosynthèse de la cellulose forment la phase amorphe de la cellulose. Donc les microfibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines parfaitement ordonnées et de zones amorphes, au contraire, totalement désordonnées. (Figure I.12).

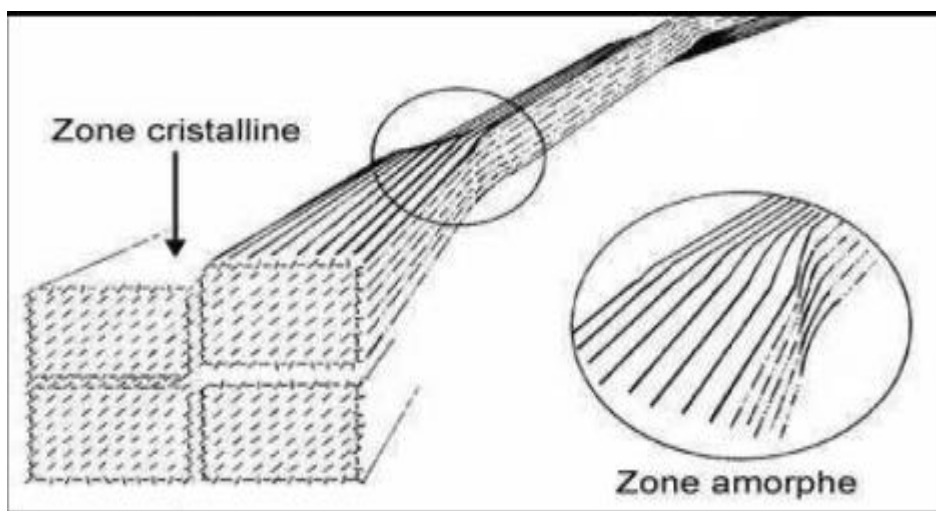


Figure I.12: Représentation schématique de l'alternance des zones cristallines et désorganisées le long d'une microfibrille.

I.8.2.Hémicelluloses :

On désigne par hémicellulose tout polysaccharide soluble dans l'eau et pouvant être extrait de la paroi des cellules végétales par des solutions acides. Les hémicelluloses sont une classe de polymères très variés (de nombreux monomères et de nombreux branchements différents). Elles sont donc assez mal définies. Dans leurs états naturels, leur structure est fonction de l'espèce végétale. Elles ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300. La figure II.13 montre les unités mono saccharidiques les plus représentatives des différentes familles d'hémicelluloses. Ce sont des polysaccharides dont la chaîne principale linéaire est constituée respectivement de xylose, de mannose et de galactose.

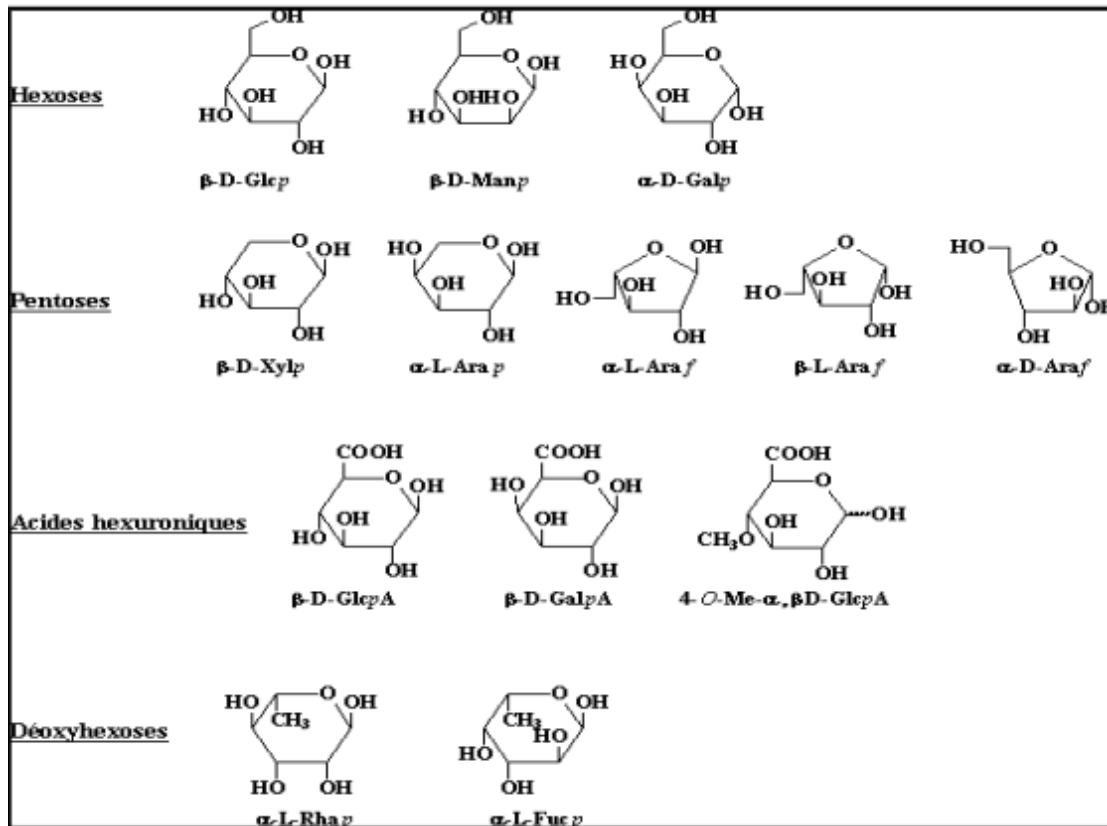


Figure I.13: Principaux glucides constituant les hémicelluloses.

I.8.3.Lignine:

Les lignines sont des polymères d'hydrocarbures complexes avec des constituants à la fois aliphatiques et aromatiques [27,28] (figure I.14). La lignine participe à la rigidité structurale des parois cellulaires et protège les plantes contre l'attaque des organismes pathogènes. Ces

propriétés mécaniques sont plus faibles que celles de la cellulose. Elle est totalement amorphe et de nature hydrophobe. C'est le composé qui donne de la rigidité à la plante. De même la lignine est considérée comme un polymère thermoplastique, présentant une température de transition vitreuse d'environ 90°C et une température de fusion de l'ordre de 170°C. Elle n'est pas hydrolysée par les acides, mais soluble dans l'alcali chaud, s'oxyde facilement et est aisément condensable avec du phénol.

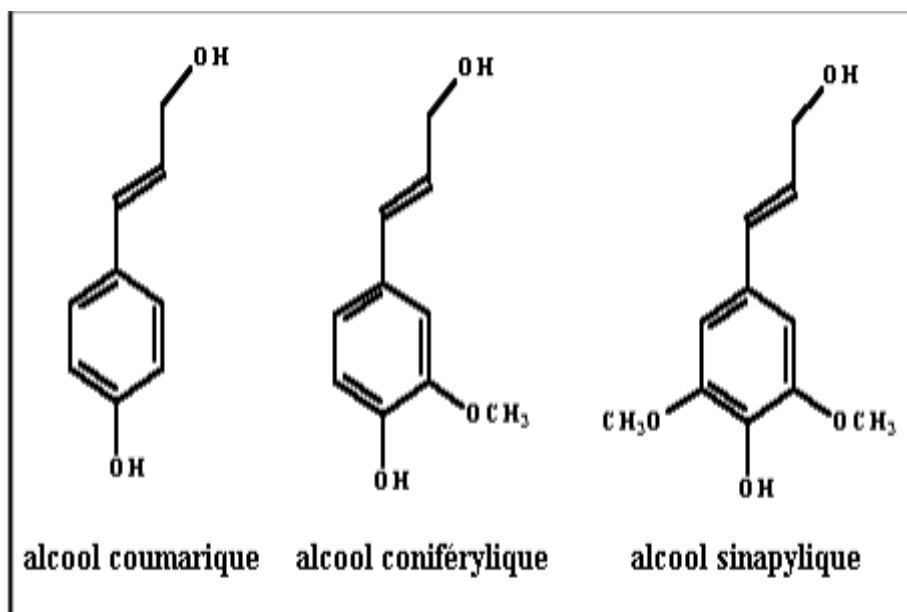


Figure I.14: Motifs élémentaires de la lignine.

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

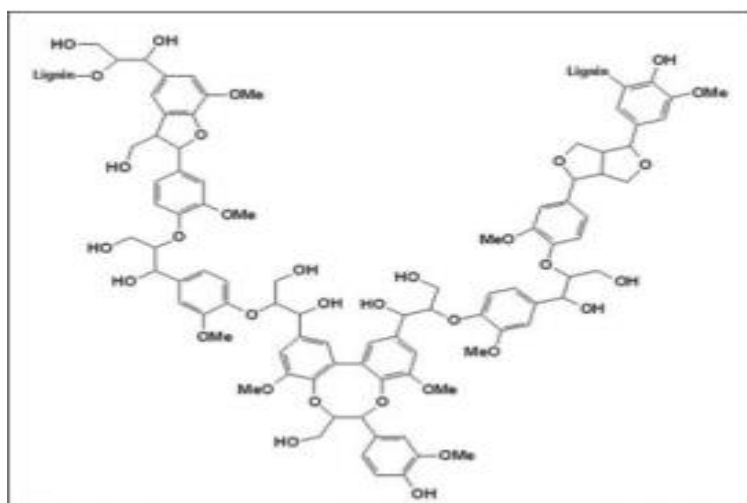


Figure I.15: Représentation schématique de structure de la lignine.

I.8.4. Les pectines :

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

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

Des molécules de Lrhamnose (1-4%) sont parfois introduites dans la chaîne en α (1-2) produisant des irrégularités. Plusieurs glucides neutres tels le galactose, le glucose, le rhamnose, l'arabinose et la xylose participent à sa structure par la formation de chaînes latérales. (Figure 16) [79,80].

La pectine contient environ 55-75% d'acide galacturonique méthyl-estérifié. Elle est dite « Hautement Méthylée » lorsqu'elle renferme plus de 50% d'esters sur ses groupements carboxyliques, et « Faiblement Méthylée » quand les esters sont moins de 50%. Le degré d'estérification (DE), défini comme le pourcentage d'acides galacturoniques méthylestérifiés, est une caractéristique importante de la pectine étant donné que c'est ce paramètre qui définit ses propriétés fonctionnelles [81].

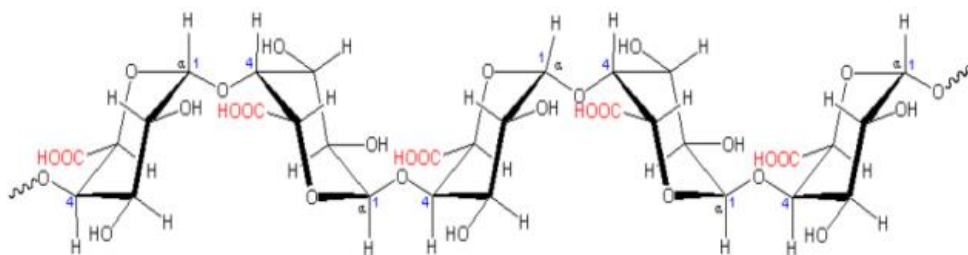


Figure I.16: Représentation de la molécule de pectine.

Parmi ses caractéristiques et intérêts chimiques, l'aptitude des pectines à la gélification, en effet, en solution elles entraînent une augmentation de viscosité ceci dépend de sa concentration, de son DE, du pH et de la concentration en solides totaux. Une forte

proportion de fonction carboxyle dans un pH alcalin favorise la cohésion des molécules de pectine entre elles. Des chaînes peuvent ainsi se lier et les pectines forment alors un gel.

De même qu'une augmentation de la méthylation couplée à une forte acidité favorise le relâchement de la pectine. Il existe différentes formes de pectines [82] :

- Les protopectines : sont des pectines insolubles dans l'eau
- Les acides pectiniques : ce sont des acides polygalacturoniques, partiellement ou entièrement estérifiés
- Les pectinates : ce sont des sels d'acide pectinique
- Les acides pectiques : qui sont essentiellement des acides polygalacturoniques non estérifiés
- Les pectates : ce sont les sels d'acide pectique

Tableau I.1: Exemples de composition chimique de fibres végétales

	Cellulose %	Lignine %	Hémicellulose %	Cendres %
Riz	28-48	12-16	23-28	15-20
Orge	31-45	14-15	24-29	5-7
Seigle	33-50	16-19	27-30	2-5
Bagasse	32-48	19-24	27-32	1.5-5
Bambou	26-43	21-31	15-26	1.7-5
Alfa	33-38	17-19	27-32	6-8
Chanvre	57-77	9-13	14-17	0.8
Ramie	87-91	-	5-8	-
Abaca	56-63	7-9	15-17	1-3
Sisal	43-62	7-9	21-24	0.6-1
Coton	85-96	0.7-1.6	1-3	0.8-2
Maïs	40-43	13-15	28-30	-
Canne à sucre	32-48	19-24	27-32	-
Bois conifères	40-45	26-34	7-14	<1
Bois feuillus	38-49	23-30	19-26	<1

I.9.Morphologie de la fibre végétale:

Sur le plan morphologique, la fibre végétale présente une variabilité très importante en fonction de son origine. En effet, les dimensions des fibres végétales dépendent de l'état de maturité et aussi des conditions environnementales de croissance de la plante. La variabilité du diamètre peut être très importante le long de la même fibre végétale (Fig. I.17) .La fibre

végétale se caractérise aussi par la variabilité de l'épaisseur de sa paroi cellulaire qui découle de celle de la porosité des fibrilles.

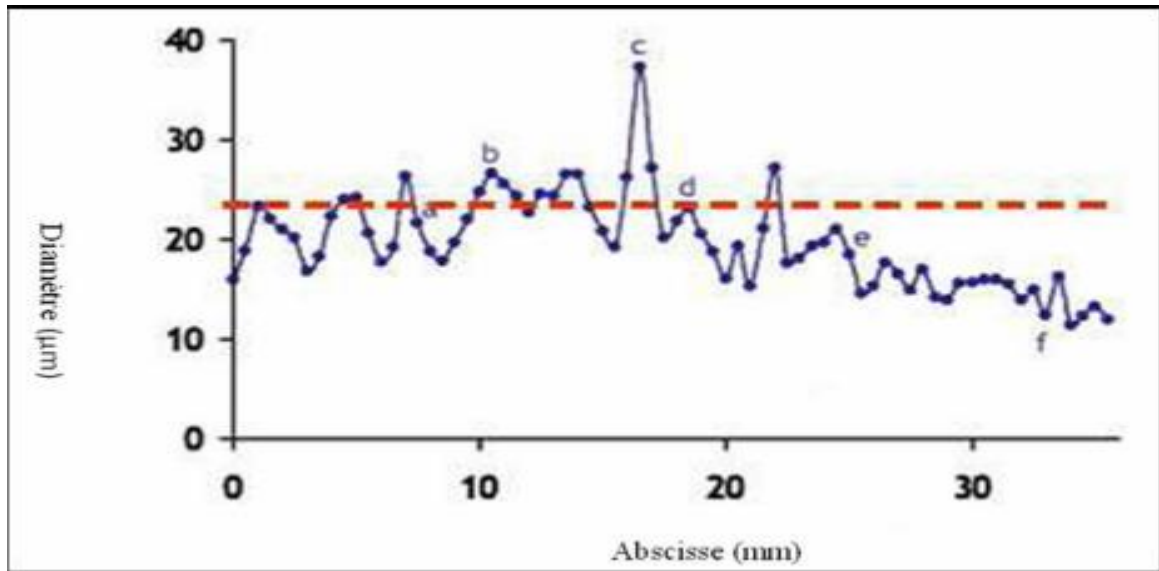


Figure I.17: Variation du diamètre le long de la fibre de lin.

Tableau I. 2: Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales.

Fibres	Longueur de la fibre (mm)	Diamètre de la fibre (µm)	Angle micro fibrillaire (°)	Référence
Coton	35	10-45	-	SAT 09
Lin	4-77	5-76	10	CHA 06
Chanvre	5-55	10-51	6.2	NEN 09
Kénaf	2.5-4.5	14-33	-	MIC 03
Jute	2.5	5-25	8	MIC 03
Sisal	900	8-50	20	SAT 09
Rami	900-1200	20-80	7.5	SAT 09
Noix de coco	03-1	12-24	45	CHA 06

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

(Figure-20): présente à titre d'exemple la structure torsadée d'une fibre de coton. D'autres fibres ont des morphologies, encore plus tourmentées. La géométrie des fibres végétales est

donc un problème important et difficilement surmontable pour ce qui concerne la micromécanique des composites renforcée par de telles fibres

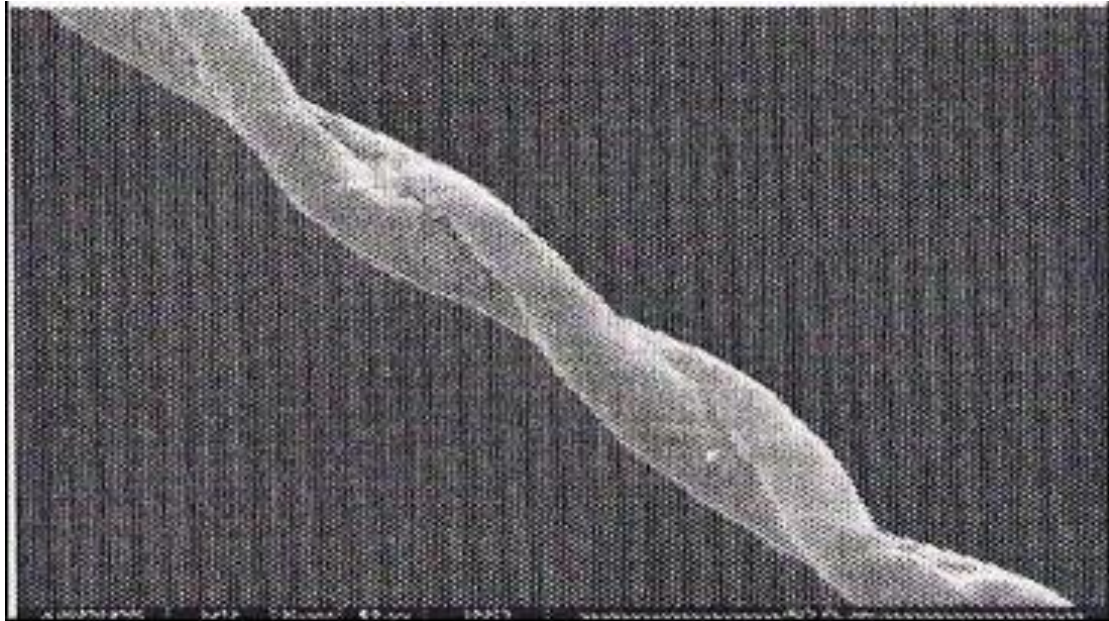


Figure I.18: Photographie en microscopie électronique à balayage d'une fibre de coton.

I.10.Extractibles:

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

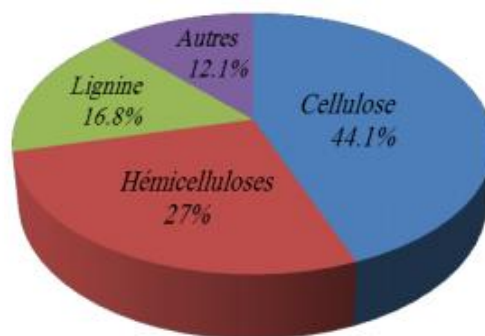


Figure I.19: Composition chimique des fibres de Disse en matière sèche (% en poids).

I.11. Propriétés physico-mécaniques des fibres lignocellulosiques:

La densité, la résistivité électrique, la force de traction, le module de Young, la reprise d'humidité et le degré de cristallinité dépendent de la composition chimique et de la structure interne de la fibre. En général, on admet que les fibres ayant une forte teneur en cellulose, un haut degré de polymérisation de la cellulose et un faible angle micro fibrillaire sont des fibres qui possèdent les meilleures propriétés mécaniques [Reddy and Yang, 2005]. Les fibres qui se caractérisent par une forte teneur en lignine, un faible rapport L/D et un angle micro fibrillaire important présentent des valeurs faibles en traction et en module de Young, mais elles sont plus extensibles [Satyanarayana et al, 1980]. Outre la composition chimique et la structure, les défauts survenant dans la vie des plantes influencent également les propriétés mécaniques des fibres. On distingue deux modes de rupture en traction : une rupture intercellulaire et une rupture intracellulaire.

Dans le cas des fibres ayant une forte teneur en cellulose telles que celles de la banane et des ananas, les fissures se propagent au travers des faibles liaisons entre les cellules provoquant ainsi une rupture intercellulaire sans endommager les micro fibrilles. Au contraire, dans le cas des fibres ayant une faible teneur en cellulose, les fissures se propagent à travers les cellules engendrant une rupture intracellulaire avec un retrait micro fibrillaire. L'allongement des fibres dépend du degré de cristallinité, de l'orientation et de l'angle des micro fibrilles par rapport à l'axe de la fibre. Les fibres lignocellulosiques changent de dimensions et de propriétés en fonction de leur teneur en humidité. Une augmentation du taux en humidité fait diminuer la résistivité électrique des fibres. La capacité des fibres d'absorber ou de désabsorber l'humidité devrait être prise en considération pour évaluer leur comportement dans les différentes applications [Reddy and Yang]. L'hémicellulose joue un rôle important dans les propriétés plastiques de la fibre, tandis que la lignine est un adhésif, un rigidifiant et un durcisseur de la fibre lignocellulosique [Nenonene, 2009]. Le tableau I.3 présente des exemples de propriétés physiques de fibres lignocellulosiques. Développement de bio-composites à base de fibres végétales et de colles écologiques.

Tableau I.3: Propriétés physiques de différentes fibres végétales [Mwaikambo, 2006]

Propriétés	Force de traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)
Abaca	12	41	3,4
Banane	529-914	27-32	1-3
Ananas	413-1627	60-82	0-1,6
Sisal	80-840	9-22	2-14
Bambou	575	27	-
Lin	500-900	50-70	1,3-3,3
Chanvre	310-750	30-60	2-4
Jute	200-450	20-55	2-3
KénaF	295-1191	22-60	-
Ramie	915	23	3,7
Coco	106-175	6	15-40
Coton	300-700	6-10	6-8
Kapok	93,3	4	1,2

Tableau I.4: présente les propriétés mécaniques de quelques fibres végétales.

Nature des fibres	Diamètre (µm)	Longueur (mm)	Facteur de forme (L/D)	Angle microfibrillaire (degrés)	Densité (kg/m ³)	Reprise de l'humidité (%)
Abaca	17,0-21,4	4,6-5,2	257	-	1500	14,00
Bagasse	20	1,7	-	-	550-1250	-
Banane	-	2-3,8	-	11-12	1300-1350	-
Bambou	10-40	2,7	-	-	1500	-
Coco	16,2-19,5	0,9-1,2	64	39-49	1250	13,00
Coton	11,5-17,0	20-64	2752	20630	1550	8,50
Lin	17,8-21,6	27,4-36,1	1258	5	1400-1500	12,00
Chanvre	17,0-22,8	8,3-14,1	549	6,2	1400-1500	12,00
Jute	15,9-20,7	1,9-3,2	157	8,1	1300-1500	17,00
Kapok	15-35	32	724	-	384	10,90
KénaF	17,7-21,9	2,0-2,7	119	-	1220-1400	17,00
Ananas	20-80	-	-	6-14	1520-1560	-
Ramie	28,1-35,0	60-250	4639	-	1550	8,50
Sisal	18,3-23,7	1,8-3,1	115	10-22	1300-1500	14,00

I.12. Avantages et inconvénients dans l'utilisation des fibres végétales:

L'utilisation des fibres végétales comme renfort dans les matériaux composites connaît un intérêt croissant en raison du rôle important qu'elles jouent dans le développement de composites de hautes performances et respectueux de l'environnement et de l'écologie. En effet, ces matières premières sont renouvelables, ont un faible coût, une densité peu élevée, sont non-toxiques et recyclables [22]. Toutefois, l'emploi des fibres naturelles comme agent de renfort présente certaines limitations:

- Les fibres présentent une faible résistance à la flexion et à la compression,
- Elles sont également assez sensibles à certains facteurs environnementaux comme la température et l'humidité. En effet, une augmentation de la teneur en humidité des fibres
- Un autre inconvénient que peut présenter l'utilisation des fibres naturelles dans le composite entraîne la diminution des propriétés mécaniques et de la stabilité dimensionnelle des composites [23][24]. Les constituants chimiques de la fibre végétale, à savoir, l'hémicellulose, la lignine et les pectines sont thermiquement instables et tendent à se dégrader à des températures relativement basses (inférieures à 500°C) [25]

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

Tableau I.5: Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts de matériaux composites par rapport aux fibres synthétiques

Avantages	Inconvénients
Faible coût	Absorption d'eau
Propriétés mécaniques spécifiques importantes	Faible stabilité dimensionnelle
Biodégradabilité	Faible tenue thermique (200 à 230 °C max)
Non abrasif pour les outillages	Fibres anisotropes
Neutre pour l'émission de CO ₂	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, de l'âge et du climat
Demande peu d'énergie pour être produite	Pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock
Pas de résidus après incinération	Renfort discontinu
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres	Pauvre adhérence avec les polymères
Bonne isolation thermique et acoustique	
Ressource renouvelable	

I.13. Définition de casuarina :

Casuarina est un genre d'arbres de la famille des *Casuarinaceae*. Ce genre comprend 17 espèces originaires d'Australasie, du sud-est de l'Asie et des îles de l'ouest de l'océan Pacifique. Autrefois considéré comme le seul genre de la famille, il n'en est maintenant plus qu'un des trois genres [1.2] [(voir Casuarinaceae) Cette essence d'arbre est résistante à la salinisation.



Figure I.20: casuarina

I.13.1.Description

Les Casuarina sont des arbustes ou des arbres pouvant atteindre 35 mètres de haut à feuillage persistant.

Les rameaux en forme de fines brindilles vertes ou gris-vert portant de minuscules feuilles-écailles en verticilles.

Les fleurs sont regroupées en chatons ; les fleurs mâles sont de simples épis, les fleurs femelles ont un court pédoncule.

La plupart des espèces sont dioïques mais quelques-unes sont monoïques. Le fruit est ligneux, ressemblant aux cônes des conifères formés de nombreux carpelles contenant chacun une graine munie d'une petite taile [1,3].

Les Casuarinas sont une ressource alimentaire pour les chenilles des Hepialidae ; celles du genre *Aenetus* (en), notamment *A. lewinii* et *A. splendens*, s'enfoncent horizontalement dans le tronc avant de descendre à la verticale. *Endoclitamalabaricus* se nourrit aussi de *Casuarina*. L'agrotis se nourrit également de *Casuarina*.

I.13.2. Biologie

Le filao est un arbre pionnier, capable de coloniser des sols très pauvres en éléments minéraux. Dans les zones salines, il évacue le surplus salé par ses feuilles rendant le sol à son pied infertile pour les autres espèces.

Il peut être fortement taillé sans souffrir. Au Sénégal, des arbres coupés en haut du tronc se sont « reconstitués » en une année.

Casuarina equisetifolia possède dans ses racines des nodules fixateurs d'azote (actinorhizes) qui, en symbiose avec une bactérie du sol (*Frankia*), assimilent l'azote de l'air.

I.13.3. Distribution et habitat

- L'aire de répartition originelle de *Casuarina equisetifolia* subsp. *equisetifolia* s'étend principalement sur les côtes de l'Australie, depuis le nord du Queensland et du Territoire du Nord, et celles du Sud-Est asiatique, dans toute la péninsule malaise jusqu'à l'isthme de Kra en Thaïlande et dans les zones côtières adjacentes de la mer d'Andaman dans le sud de la Birmanie, qui est le point le plus occidental de son aire de répartition. À l'est, son aire naturelle s'étend de la Mélanésie (notamment la Nouvelle-Calédonie)[12] jusqu'à la Polynésie. Cette répartition couvre une bande de 40 degrés entre les 20° de latitude nord et les 20° de latitude sud[13].

- La sous-espèce *incana* a une distribution beaucoup plus restreinte, qui s'étend sur le littoral de l'Australie, depuis le nord du Queensland jusqu'au centre de la Nouvelle-Galles du Sud (on le rencontre vers le sud jusqu'à Laurieton)[14], ainsi qu'au Vanuatu et en Nouvelle-Calédonie[13].
- *Casuarina equisetifolia* est le plus souvent confiné à une étroite bande littorale sur les côtes sablonneuses, se prolongeant rarement vers l'intérieur des terres. Cette espèce est souvent à la limite de la végétation dunaire soumise aux embruns salés et parfois submergée par l'eau de mer lors des grandes marées. C'est parfois la seule espèce ligneuse capable de pousser dans les zones de végétation dunaire à dominante de graminées et de dicotylédones tolérantes au sel. On peut aussi rencontrer cet arbre

dans une association végétale plus riche d'arbres et arbustes collectivement appelée « flore littorale indo-pacifique »[4].

- *Casuarina equisetifolia* a été introduit dans plus de soixante pays et s'est souvent naturalisée dans de nombreux pays tropicaux et subtropicaux, où cette espèce est souvent devenue un trait caractéristique du paysage littoral. C'est notamment le cas des Antilles, du Mexique, de l'Amérique du Sud, de l'Afrique occidentale et orientale, et d'autres régions asiatiques (comme l'Indonésie). Il est présent le long des plages de l'île Maurice, où il a été introduit par l'abbé Rochon au XVIIIe siècle[réf. nécessaire]. Des plantations importantes ont été réalisées notamment en Chine, en Inde, en Thaïlande, au Viêt Nam, à Cuba, à Porto Rico, au Kenya et dans de nombreux pays d'Afrique[13].
- Le filao est présent également sur les côtes d'Indonésie, des îles du Pacifique et des Mascareignes. On le trouve aussi au Sénégal, notamment en bord de mer.
- Aux États-Unis, où la première introduction date d'avant 1825, la plante s'est naturalisée au début du XXe siècle et les ouragans de 1960 et 1965 aurait facilité son expansion dans les Everglades et en Floride. Le filao prospère aussi aux îles Hawaï où son introduction daterait de 1882 [13]

L'utilisation des fibres de toutes natures dans plusieurs domaines en particulier dans la construction est de plus en plus pratiquée. Vu les problèmes de santé que présente les fibres d'amiante, leur substitution par des fibres végétales ou polymères est un enjeu médico-économique important. De ce fait, de récentes recherches sont en cours dans le but d'améliorer les propriétés des matériaux renforcés par des fibres végétales, de verre ou de polymère.

La nature des fibres utilisées est en relation avec leurs applications et les modes de mise en œuvre. Le choix des fibres dépend du rôle que l'on désire faire jouer.

Il est certain qu'un rôle structural assez élevé associé à une grande durabilité et à une utilisation économique exige l'emploi de fibres de haute module comparé à celui de la matrice, et non altérables, disponibles sur le marché local à des prix acceptables.

Actuellement, les types de fibres les plus utilisés dans le renforcement des bétons sont les fibres d'acier. Mais vu le problème de santé que présente les fibres d'amiante et le problème économique que présente la production des fibres d'acier de verre ou de polymère.

Particulièrement pour les pays en voie de développement qui possèdent une grande richesse en fibres naturelles, l'avenir en terme de renforcement sera attribué aux fibres naturelles, ou bien

à la limite pour les fibrescomposites (polymère-végétales). Ainsi, il est tant d'orienter les axes de recherches vers la valorisation des fibres naturelles dans la construction d'une façon générale et le béton d'une façon particulière.

Quoique l'Algérie soit parmi les pays qui possèdent une multitude des fibres végétales (fibre de palmier, Alfa Abaca, chanvre de coton ...), la valorisation des fibres dans les domaines pratiques n'est pas encore généralisée.

Conclusion

L'utilisation des fibres de toutes natures dans plusieurs domaines en particulier dans la construction est de plus en plus pratiquée. Vu les problèmes de santé que présente les fibres d'amiante, leur substitution par des fibres végétales ou polymères est un enjeu médico-économique important. De ce fait, de récentes recherches sont en cours dans le but d'améliorer les propriétés des matériaux renforcés par des fibres végétales, de verre ou de polymère. La nature des fibres utilisées est en relation avec leurs applications et les modes de mise en œuvre. Le choix des fibres dépend du rôle que l'on désire faire jouer.

Il est certain qu'un rôle structural assez élevé associé à une grande durabilité et à une utilisation économique exige l'emploi de fibres de haute module comparé à celui de la matrice, et non altérables, disponibles sur le marché local à des prix acceptables. Actuellement, les types de fibres les plus utilisés dans le renforcement des bétons sont les fibres d'acier. Mais vu le problème de santé que présente les fibres d'amiante et le problème économique que présente la production des fibres d'acier, de verre ou de polymère. Particulièrement pour les pays en voie de développement qui possèdent une grande richesse en fibres naturelles, l'avenir en terme de renforcement sera attribué aux fibres naturelles, ou bien à la limite pour les fibres composites (polymère-végétales). Ainsi, il est tant d'orienter les axes de recherches vers la valorisation des fibres naturelles dans la construction d'une façon générale et le béton d'une façon particulière.

Quoique l'Algérie soit parmi les pays qui possèdent une multitude des fibres végétales (fibre de palmier, Alfa Abaca, chanvre de coton ...), la valorisation des fibres dans les domaines pratiques n'est pas encore généralisée.

Références

- [1] « Fibres et renforts végétaux Solutions composites », Fibres Recherche Développement (FRD), Troyes – France (Mars 2012)
- [2] P.Coesnon « Fibres textiles - La laine à bout de souffle », L'Usine Nouvelle (Mai 2006)
- [3] M.Feughelman « Mechanical properties of wool fibers & the two-phase model », Mechanical Properties and Structure of Alpha-Keratin Fibers: Wool, Human and related fibers, University of New South Wales Press, pp. 28-59 (1997)
- [4] « Amiante », Wikipédia (Source électronique), disponible sur : <http://fr.wikipedia.org/wiki/Amiante> (Novembre 2012)
- [5] « Amiante », Service de la santé et de la sécurité du travail – Service du répertoire toxicologique, Canada (Octobre 2004)
- [6]: F.Laurans, A.Déjardin, J.Pilate, "Physiologie de la formation des parois de fibres de bois", composites et matériaux avancés, Vol.16, pp.27-39,2006.
- [7]:F. Michaud, "Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post formage" thèse Phd, univ Laval, 2003.
- [8]: A.K. Bledzki, J. Gassan, "Composites reinforced with cellulose based fibres", Prog. Polym.Sci. 24 221–274, 1999 [9] Sadv F.; Korchagin M.; Matetsky A. Chemical technology of fibrous materials 1978.
- [10] Europe gets tough on end-of-life composites, REINFORCED plastics September 2003.
- [11] Étude prospective de la valorisation du lin par l'industrie automobile, Rapport de synthèse
- [12] Ofomaja AE.; Naidoo EB. Biosorption of copper from aqueous solution by chemically activated Pinecone: A kinetic study. ChemEng J 2011; 175: 260– 270.
- [13] Thesis: A New Composite Material Consisting of Flax Fibers, Recycled Tire Rubber and Thermoplastic. Submitted By Jimmy Chi-Ming Fung. October 2009.
- [14] Yanjun Xu.; Qinglin Wu.; Yong Lei.; Fei Yao. Creep behavior of Bagasse fiber reinforced polymer composites. Biore source Technol 2010; 101: 3280–3286.
- [15] Meredith J.; Ebsworth R.; Coles SR.; Wood BM.; Kirwan K. Natural fibre composite energy absorption structures. ComposSciTechnol 2012;72: 211-217.
- [16] Magurno A.; (1999). Vegetable fibres in automotive interior components. Die AngewMakromolChem; 272, 99–107.[17] C Couhert. Pyrolyse flash à haute température de la biomasse ligno- cellulosique et de ses composés - production de gaz de synthèse", Thèse de pour obtenir le de Doctorat de l'Ecole des Mines de Paris Energétique.2007.
- [18] D Sedan, "Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composites", thèse doctorat de l'université de limoges, matériaux céramiques et traitement de surface, 2007.
- [19] S, Berlioze, "Etude de l'estérification de la cellulose par une synthèse sans solvant. Application aux matériaux nano composites", thèse doctorat de l'université JOSEPH

FOURIER, Sciences des Polymères, 2008

[20]: N. Joly, "synthèse et caractérisation de nouveaux films plastiques obtenus par acylation et réticulation de la cellulose", thèse doctorat de l'université de Limoges, chimie des substances Naturelles, 2003.

[21]: C. Satgé, "Etude de nouvelles stratégies de valorisation de mono et polysaccharides", thèse doctorat de l'université de Limoges, chimie des substances naturelles, 2002.

[22]: D. Hatsch, "Interaction hôte/pathogène : étude du modèle Cumulus lupulus Fusarium graminearum. Identification, génomique et transcriptomique du pathogène", thèse de doctorat de l'université de Louis Pasteur Strasbourg I, Sciences du Vivant – Aspects moléculaires et cellulaires de la biologie, 2004.

[23]: B. Montiès, "Les polymères végétaux - Polymères pariétaux et alimentaires non azotés, Gauthier Villars (ed), Paris (1980).

[24]: S. Thiebaud, "Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux", thèse de doctorat, Institut National Polytechnique De Toulouse, Sciences des Agroressources, 1995.

[25] A.G.J. Vorgan, W. Pilnik, J.F. Thibault, M.A.V. Axelos and C.M.G.C. Renard « Pectins », Food polysaccharides and their applications, Ed. A.M. Stephen, Marcel Dekker, New York, pp.287-339 (1995)

[26] H.V. Scheller « Biosynthesis of pectin », Physiologia Plantarum, Vol 129, pp.283-295 (2007)

[27] H.A. Schols, E. Vierhuis, E.J. Bakx and A.G.J. Voragen « Different populations of pectin regions occur in apple cell walls », Carbohydrate Research, Vol 275(2), pp.343-360 (1995)

[28] R. Belhamri « Extraction des macromolécules pariétales des eaux de presse de betteraves sucrières : Etude de leur composition, de leurs propriétés physico-chimiques et de leur effet sur le processus sucrier », Thèse de Doctorat, Université de Reims Champagne – Ardenne (Février 2005).

[29]: K. Charle, C. Morvan, J. Bréard, J.P. Jernot, M. Gomina, "Etude morphologique d'un composite naturel la fibre de lin" revue des composites et des matériaux avancés, Vol 16, pp 11-24, 2006.

[30]: C. Ververis, K. Georghiou, N. Christodoulakis, P. Santas, R. Santas. "Fiber dimensions, lignin and cellulose content of various plant materials and their suitability for paper production. Industrial Crops and Products 19: 245-254, 2004.

[31]: M. Nardin, "interface fibre-matrice dans les matériaux composites application aux fibres végétales", revue des composites et des matériaux avancés, Vol 16, pp 49-61, 2006. [22] Van de Weyenberg I; Ivens J; De Coster A; Kino B; Baetens E; Verpoest I. Influence of processing and chemical treatment of flax fibres on their composites, Composites Science and Technology, 2003, 63, 1241-1246. [32] Joffe R; Andersons J; Wallström L. Strength and adhesion characteristics of elementary flax fibres with different surface treatments, Composites: Part A, 2003, 34, 603-612.

[33]Rout J; Misra M; Tripathy S.S; Nayak S.K; Mohanty A.K. The influence of fibre treatment on the performance of coir-polyester composites, *Composites Science and Technology*, 2001, 61, 1303–1310.

[34]Rachini A; Le Troëdec M; Peyratout C; Smith A. Comparison of the thermal degradation of natural, alkali-treated and silane-treated hemp fibers under air and inert atmosphere, *Journal of Applied Polymer Science*, 2009, 112, 226-234.



Chapitre II:

Les matériaux composites

II.1.Introduction:

Les matériaux composites sont utilisés dans de nombreux domaines tels que l'industrie automobile, l'aérospatial ou encore la médecine. Une des applications techniques les plus réussies dans le Génie Civil est le renforcement du béton par l'acier. En effet, le béton armé est un matériau composite constitué d'une matrice cimentaire additionnée à un renfort par barres d'acier. Toutefois, l'étude de tels matériaux doit de plus en plus, à cause des normes en vigueur, prendre en compte le volet environnemental dans leur développement. Les composites fibres végétales / matrice cimentaire ont été beaucoup étudiés depuis ces dernières années car les fibres végétales possèdent beaucoup d'avantage comparés aux fibres d'amiante: le faible coût, des propriétés d'élaboration plus saines pour la production des composites de différentes formes, le renouvellement et le recyclage, alors que l'utilisation d'amiante a été mise en cause par la législation sur la santé.

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

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

On réserve de plus en plus la dénomination matériaux composites aux matériaux constitués d'une matrice continue renforcée par des fibres. Ces fibres résistantes sont noyées dans une matrice qui les maintient en place et assure la cohésion de l'ensemble. Les propriétés mécaniques des composites fibreux dépendent de la quantité, de la dimension et surtout de l'orientation des fibres. Nous n'aborderons ici que l'étude des composites à matrice organique qui sont, actuellement, les plus utilisés. Nous aborderons également l'étude des structures sandwiches qui combinent à une plus grande échelle, l'ensemble des matériaux pour former des structures fonctionnelles.

Chapitre II les matières composites

Les matériaux composites à base de fibres permettent de fabriquer des objets, des éléments de machine, des structures qui ne seraient pas réalisables avec les matériaux traditionnels. La plupart des matériaux de base des composites organiques fibreux (fibres de renfort et matrices) étaient déjà connus et utilisés au début des années 80. Ce qui a amené le développement de ce type de matériau dans les années 90, c'est, en grande partie, le résultat de la révolution informatique qui est à la base de la conception et de la fabrication assistées par ordinateur (C.F.A.O.) ainsi que l'introduction de la commande numérique sur les machines-outils. Certes, ces nouvelles méthodes de travail s'appliquent à tous les types de matériaux, mais c'est avec les matériaux composites qui sont presque toujours fabriqués sur mesure pour des applications spécifiques que ces méthodes trouvent leur pleine application.

L'importance technologique des matériaux composites à base de fibres n'a cessé de croître durant la dernière décennie. Leur introduction a révolutionné certains domaines notamment ceux liés aux sports, aux loisirs et aux technologies avancées. Des composants structuraux pour avions commerciaux et des cellules complètes pour avions de tourisme sont maintenant fabriqués en composites à base de fibres. Toutefois, les composites ne se sont pas substitués aux alliages d'aluminium comme matériaux structuraux de base comme le prévoyaient certaines études prospectives des années 80. Ce n'est que dans le cas des avions de tourisme que l'on fait un appel massif à ces matériaux avancés pour réaliser l'ensemble de la cellule. De même, dans le domaine spatial, pour les satellites en particulier, on utilise massivement ces matériaux. Même l'automobile, domaine plutôt traditionnel, s'ouvre progressivement aux composites pour certaines pièces structurales (ressorts de suspension) ou de carrosserie (portières de hayon) [1].

II.2. Historique:

Les matériaux composites sont vieux comme le monde. Il y a plusieurs millénaires, les artisans de l’Egypte ancienne augmentaient déjà les propriétés mécaniques des briques par une adjonction de paille courte à l’argile fraîche. Certains matériaux naturels comme le bois (fibre de cellulose dans une matrice de lignine) et l’os (mélange complexe de collagène et de phosphate de calcium) sont des matériaux composites[2].

D’ailleurs, en 1823, Charles Macintosh créa l’imperméable avec du caoutchouc sur des tissus comme le coton, François Hennebique dépose le brevet du béton armé, en 1892. En effet, les composites bois-plastique (WPCs) ont apparu en Italie en 1970, puis popularisé en Amérique du Nord au début des années 1990. Les matériaux composites à base des fibres végétales sont largement utilisés dans divers domaines d’application, Aéronautique, automobile, construction et ameublement[3].

L’étude et la conception des matériaux composites suscitent depuis près d’un siècle un grand intérêt dans les domaines multiples et variés de la chimie moderne. Structures hétérogènes isotropes, ou anisotropes, ils présentent des performances souvent bien supérieures à celles des matériaux homogènes (propriétés chimiques, mécaniques, optiques, thermiques ou diélectriques) qui leur offrent des perspectives d’utilisation fort prometteuses[4].

II.3. Définition d’un matériau composite:

Un matériau composite est constitué généralement d’une ou de plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. Dans le cas de plusieurs phases discontinues de natures différentes le composite est dit hybride. La phase discontinue est habituellement plus dure et avec des propriétés mécaniques en traction supérieures à celle de la phase continue [2]. La phase continue est appelée matrice, la phase discontinue est appelée renfort.

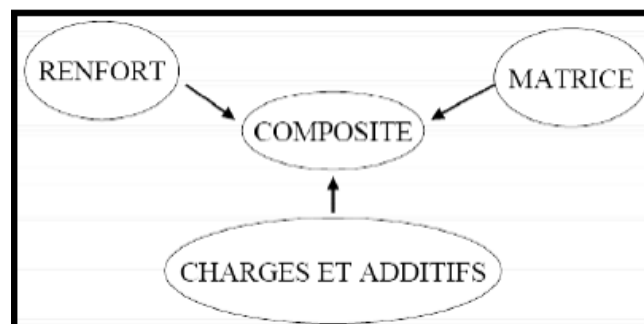


Figure II.1: Structure d’un matériau composite

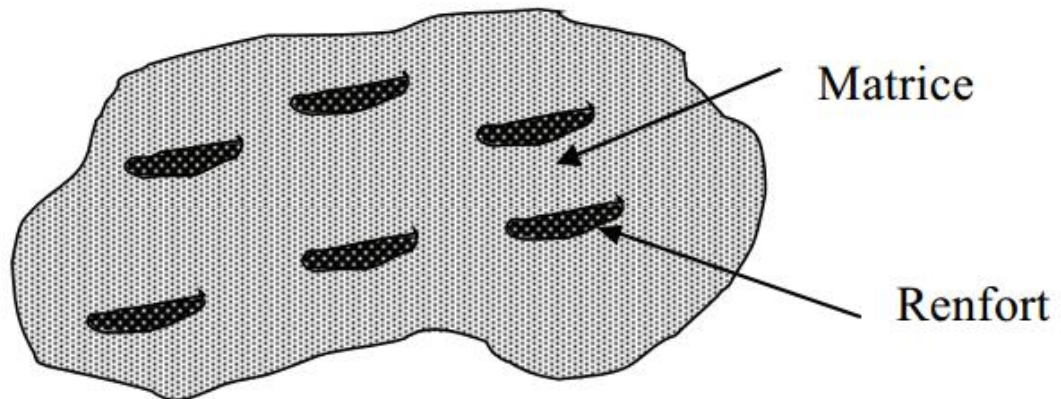


Figure II.2: Matériau Composite

Il est possible de définir des classes des matériaux composites en ce référant à la nature des composantes et en particulier aux fibres. Quelques exemples des matériaux composites sont donnés au tableau 01.

Les propriétés des matériaux composites dépendent :

- Des propriétés des matériaux constitutifs.
- De distribution géométrique des fibres.
- De l'interaction fibre-matrice.

Pour accéder à la caractérisation d'un matériau composite, il sera nécessaire de spécifier :

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

II.4.Exemples d'utilisation:

Tout d'abord, l'utilisation de fibres végétales comme renforts de matériaux composites a pour but de :

- Valoriser les ressources locales dans les pays industrialisés ou peu industrialisés et d'ouvrir ainsi de nouveaux débouchés aux produits agricoles,

Chapitre II les matières composites

- Développer des matériaux et des technologies tenant en compte l'impact sur l'environnement.

Le choix de fibres est lié à :

- Leur origine et leur fonction,
 - Leur disponibilité : elles sont considérées comme disponibles si le volume de fibres présent sur le marché est suffisant pour réaliser des pièces industrielles. Leur production est liée aux débouchés,
 - Leur composition et leur structure souvent complexes [Sedan, 2007].
- Les recherches s'orientent vers l'utilisation de fibres végétales comme renfort dans les composites polymères dans le but de remplacer les fibres synthétiques comme les fibres de verre qui sont non renouvelables. Dans les années 80, des panneaux de construction et des tôles de couverture constitués de fibres de bagasse et d'une résine phénolique ont été utilisés dans des maisons en Jamaïque, Ghana et les Philippines. Dans les années 90, le PNUD (Programme des Nations Unies pour le développement) et le gouvernement de l'Inde ont appuyé un programme de mise au point des composites à base de jute comme substituant du bois dans les emballages et les matériaux de construction. L'utilisation de fibres naturelles comme renfort dans la matrice cimentaire a également été pratiquée pour la fabrication de matériaux de faible coût tels que, les panneaux, les revêtements, les carreaux, les dalles et les poutres.

Les fibres de coco et de sisal sont les plus étudiées, mais il y a d'autres fibres qui prennent leur essor comme le bambou, le jute, le chanvre et le roseau ; elles ont également été étudiées comme renfort dans le béton et les matériaux de coffrage [Mathur, 2006]. Les composites plastique/fibres de bois sont utilisés dans un grand nombre d'applications (les ponts, les quais, les cadres de fenêtre,...). Il a été rapporté que 460 millions de livres* (*unité monétaire anglaise) de composites plastiques/ fibres de bois ont été produits en 1999 ; la production de ces composites a augmenté à 700 millions de livres en 2001 [Mathur, 2006].

Les fibres végétales trouvent aussi leur application dans l'industrie de l'automobile. On donne l'exemple de Mercedes-Benz qui utilise pour son modèle « Classe A » un composite renforcé par des fibres de lin et de sisal servant comme garnitures intérieures de portières, dossiers de sièges, support de moquette,... (Figure-03). Pour cette application, des non-tissés à base de fibres végétales et de fibres thermoplastiques sont transformés par compression à chaud [Jacob John and Thoms, 2008].

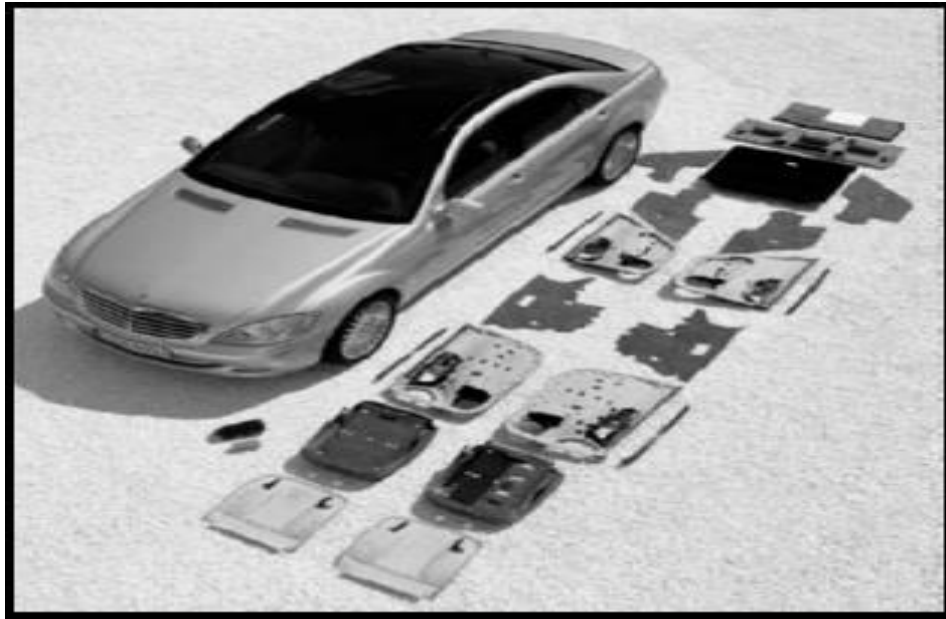


Figure II.3: Composants des Mercedes « classe S »

fabriqués à partir de composites renforcés par différentes fibres végétales [Jacob John and Thoms, 2008].

On cite également l'exemple du chanvre qui est utilisé dans le bâtiment et la construction : c'est précisément la chènevotte (partie boisée du chanvre) qui est utilisée en mélange avec la chaux ou des liants spécifiques pour confectionner des mortiers, des bétons de chanvre, ou des briques de chanvre. Les bétons de chanvre permettent de réguler l'hydrothermie, de garantir un confort d'isolation thermique et d'apporter une correction acoustique. [Bütschi et al, 2004 ; Nguyen, 2010]. Le tableau 1. donne une partie de la littérature présentant l'utilisation des fibres végétales comme renfort des matériaux composites.

Nous exposons également dans ce tableau des exemples d'application des fibres végétales soumises à l'étude dans ce travail de thèse, à savoir l'alfa et les folioles de palmier. Pour l'espèce de jonc, il n'y a pas à notre connaissance d'études qui sont consacrées à la valorisation de cette plante comme source de fibres végétales pour les matériaux composites.

Tableau II.1: Exemples d'applications des fibres végétales comme renfort dans les matériaux composites.

Fibre	Matrice	Propriétés étudiées	Auteurs
Sisal	Ciment	Résistance à la flexion, la compression et au choc des composites	De Andrade Silva et al, 2010
	Polypropylène	Résistance à la flexion, à la compression et au choc des composites	Mukhopadhyay and Srikanta, 2008
Chanvre	Ciment	Interaction fibre-ciment	Sedan et al, 2008
	Chaux	Influence du traitement des fibres sur leurs propriétés thermique et morphologique et les propriétés mécaniques des composites	Le Troëdec et al, 2009
Bagasse	Polyester	Influence du traitement alcalin et de la fraction volumique en fibres sur les propriétés mécaniques des composites	Cao et al, 2006
Coco, sisal, jute et cannabis hibiscus	Ciment	Résistance à la flexion et à la compression des composites	Ramakrishna and Sundarajan, 2005
Paille de blé	Butylenes adipate-co-téréphtalate	Effet de la granulométrie et de la teneur en charge sur les propriétés mécaniques et thermiques des composites	Avérous and Digabel, 2006
Fibre couvrant la surface du tronc du palmier dattier	Béton	Étude des propriétés mécaniques en fonction de la teneur en fibres et leur taille et suivant les conditions climatiques	Kriker et al, 2005
Déchets de banane	Polyéthylène	Influence de la teneur en fibres sur les propriétés mécaniques et thermiques des composites	Ibrahim et al, 2010

Fibre	Matrice	Propriétés étudiées	Références
Folioles de palmier	Béton	Résistance à la flexion, à la compression et au choc des composites	Oraimi and Sibi, 1995
	Plâtre	Effet de la fraction massique des fibres sur la rigidité du matériau et sa densité	Djouidi et al, 2009
	Polypropylène Polyéthylène base densité	Effet de la nature de la matrice et du traitement des fibres sur les propriétés de traction et les propriétés thermiques des composites	Bendahou et al, 2009
	Polyepoxy	Effet de la taille des fibres sur les propriétés mécaniques et thermiques des Composites	Sbiai et al, 2008
	Polypropylène	Etude de la stabilité du composite dans les conditions climatiques naturelles et les conditions climatiques accélérées	Abu-Sharkh and hamid, 2004
Alfa	Ciment	Effet de la fraction volumique des fibres sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites	Bahloul et al, 2009
	Polyester	Influence du traitement alcalin des fibres sur les propriétés mécaniques des Composites	Rokbi and Osmani, 2011
	Polyester	Influence de la fraction volumique et de l'orientation des fibres sur les propriétés mécaniques des composites	Ben Brahim and Ben Cheikh, 2007
	Amidon	Influence de la fraction volumique des fibres sur les propriétés mécaniques des composites	Belhassen et al, 2008

II.5. Caractéristiques générales des matériaux composites:

Un matériau composite consiste dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. Dans le cas de plusieurs phases discontinues de natures différentes, le composite est dit hybride. La phase discontinue est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue. La phase continue est appelée la matrice. La phase discontinue est appelée le renfort ou matériau renforçant (figure II.2). Une exception importante à la description précédente est le cas de polymères modifiés par des élastomères. Pour ce type de matériau, les caractéristiques statiques du polymère (module d'Young, contrainte à la rupture, etc.) ne sont pratiquement pas modifiées par l'adjonction de particules élastomères, lors que les caractéristiques au choc sont améliorées.

Les propriétés des matériaux composites résultent :

- des propriétés des matériaux constituants .
- de leur distribution géométrique.
- de leurs interactions, etc.

TableauII. 2: Exemples de matériaux composites, pris au sens large.

<i>Type de composite</i>	<i>constituants</i>	<i>Domaines d'application</i>
1. Composites à matrice organique		
Papier, carton	Résine/charges fibres Cellulosiques	Imprimerie, emballage, etc.
Panneaux de particules	Résine/copeaux de bois	Menuiserie
Panneaux de fibres	Résine/fibres de bois	Bâtiment
Toiles enduites	Résine souples/tissus	Sports, bâtiment
Matériaux d'étanchéité	Elastomères/bitume/textiles	Toiture, terrasse, etc.
Pneumatiques	Caoutchouc/toile/acier	
Stratifiés	Résine/charges fibres de verre, de carbone, etc.	Automobile
Plastiques renforcés	Résines/microsphères	Domaines multiples
2. Composites à matrice minérale		
Béton	Ciment/sable/granulats	Génie civil
Composite carbone-carbone	Carbone/fibres de carbone	Aviation, espace, sports,
Composite céramique	Céramique/fibres céramiques	biomédecine, etc. Pièces thermomécaniques
3. Composites à matrice métallique		
	Aluminium/fibres de bore	Espace
	Aluminium/fibres de carbone	
4. Sandwiches		
{ Peaux Ames	Métaux, stratifiés, etc.	Domaines multiples
	Mousses, nids d'abeilles, balsa,	
	Plastiques renforcés, etc.	

Ainsi, pour accéder à la description d'un matériau composite, il sera nécessaire de spécifier :

- la nature des constituants et leurs propriétés.
- la géométrie des renforts, sa distribution.
- la nature de l'interface matrice-renfort.

La géométrie du renfort sera caractérisée par : sa forme, sa taille, la concentration du renfort, sa disposition (son orientation), etc. Si l'ensemble de ces paramètres concourt à déterminer les propriétés du composite, les modélisations descriptives ne tiendront compte que de certains paramètres, du fait de la complexité des phénomènes mis en jeu. Par exemple, la forme du renfort sera schématiquement approchée soit par des sphères, soit par des cylindres.

La concentration du renfort est habituellement mesurée par la fraction volumique (fraction en volume) ou par la fraction massique (fraction en masse). La concentration du renfort est un paramètre déterminant des propriétés du matériau composite.

Pour une concentration donnée, la distribution du renfort dans le volume du composite est également un paramètre important. Une distribution uniforme assurera une « homogénéité » du matériau : les propriétés du composite seront indépendantes du point de mesure. Dans le cas d'une distribution non uniforme du renfort, la rupture du matériau sera initiée dans les zones pauvres en renfort, diminuant ainsi la résistance du composite.

Dans le cas de matériaux composites dont renfort est constitué de fibres, l'orientation des fibres détermine l'anisotropie du matériau composite. Cet aspect constitue une des caractéristiques fondamentales des composites : la possibilité de contrôler l'anisotropie du produit fini par une conception et une fabrication adaptées aux propriétés souhaitées. [5], page [3-4-5].

II.6.Constitution d'un matériau composite:

II.6.1. Matrice:

La matrice permet de lier les fibres du renfort entre elles, ainsi que de répartir les efforts (résistance à la compression ou à la flexion). Elle est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres. Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère [8].

On peut décomposer les matières plastiques en deux grandes classes : les thermoplastiques et les thermodurcissables. Cette distinction se base sur leurs structures moléculaires et leur comportement sous l'effet d'une forte température [9].

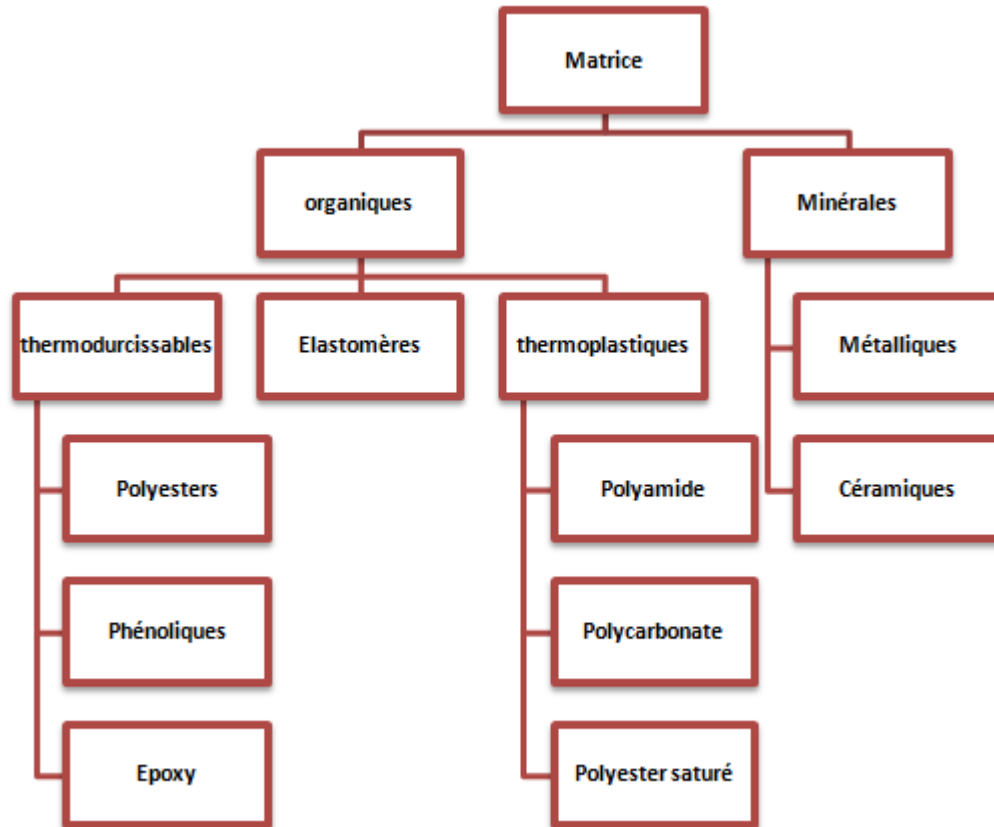


Figure II.4: Dégérentes familles de matrice.

II.6.1.1. Les matrices thermodurcissables :

Les polymères thermodurcissables ou thermodurcis sont constitués d'un réseau tridimensionnel de macromolécules. Ils sont obtenus à partir de monomères polyfonctionnels par polycondensation ou polyaddition. Les monomères réagissent entre eux ou avec de petites molécules servant de liant [10].

Les thermodurcissables durcissent de façon définitive lors de leur synthèse. La transformation est donc irréversible. Ce sont les matrices les plus utilisées dans la production de matériaux composites. On trouve les résines polyester qui, associées à des fibres de verre ont une bonne tenue à la température et aux agents chimiques, les résines époxy qui possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques et chimiques, et les résines phénoliques qui résistent bien au feu [11].

II.6.1.2. Les matrices thermoplastiques:

Les thermoplastiques se présentent sous forme de chaînes linéaires ou branchées qui ne sont liées entre elles que par des liaisons faibles (van der Waals ou hydrogène). Il faut les chauffer pour les mettre en forme et les refroidir pour les fixer. Cette opération est réversible. Elles ont de faibles propriétés mécaniques; un renforcement par l'incorporation de charge leur confère une tenue thermique et mécanique améliorée et une bonne stabilité dimensionnelle [12]. Les matrices thermoplastiques les plus courantes sont le poly (chlorure de vinyle) que l'on trouve dans les colles et adhésifs, le polyéthylène dont on se sert pour fabriquer les jouets, les bouteilles de shampoing ou les sacs de supermarchés, le polypropylène pour les boîtes alimentaires ou les revêtements de sols, le polystyrène qui intervient dans les meubles, emballage, électroménager, l'automobile, la construction, les radios, les téléviseurs, jouets, Articles de maison et couverts jetables.

Le tableau suivant (Tableau II.3) représente certaines caractéristiques des résines thermoplastiques et thermodurcissables :

Tableau II.3: *Différentes caractéristiques des résines thermoplastiques et thermodurcissables.*

<i>Caractéristiques</i>	<i>thermoplastiques</i>	<i>thermodurcissables</i>
<i>Etat de base</i>	<i>Solide (prêt à l'emploi polymérisé)</i>	<i>Liquide visqueux à polymériser</i>
<i>Stockage matière de base</i>	<i>illimité</i>	<i>Temps réduit (précautions à prendre)</i>
<i>Mouillabilité des renforts</i>	<i>Difficile</i>	<i>aisée</i>
<i>Moulage</i>	<i>Chauffage (fusion/ramollissement + refroidissement de fixation)</i>	<i>Chauffage continu</i>
<i>Cycle</i>	<i>court</i>	<i>Plus long (polymérisation)</i>
<i>Tenue au choc</i>	<i>assez bonne</i>	<i>limitée</i>
<i>Tenue thermique</i>	<i>réduite sauf nouveaux TP thermostables</i>	<i>meilleure</i>
<i>Chutes et déchets</i>	<i>recyclables</i>	<i>perdus</i>
<i>Conditions de mise en œuvre</i>	<i>Bonnes+propreté</i>	<i>émanations pour méthode humide (allergie possible)</i>

II.6.1.03. Matrices thermostables :

Ce sont des polymères présentant des caractéristiques mécaniques stables sous des pressions et des températures élevées ($>200^{\circ}\text{C}$) appliquées de façon continue. Cette propriété est mesurée en déterminant la température que peut supporter la résine durant 2000 heures sans perdre la moitié de ses caractéristiques mécaniques [14].

Mais tout comme les résines élastomères, les thermostables ne sont pas très employés dans l'industrie des composites.

II.6.2. Les renforts :

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

- **Les charges particulières:** qui se divisent en deux sous-familles :
 - Les charges renforçant est qui ont une action bénéfique sur les propriétés de la matrice.
 - Les charges inertes qui n'ont pas d'effet sur les propriétés mais qui permettent de diminuer le prix de revient du mélange.

- **Les charges fibreuses :**

assurent les propriétés mécaniques du matériau composite et un grand nombre de fibres sont disponibles sur le marché en fonction des coûts de revient recherchés pour la structure réalisée. Les renforts constitués de fibres se présentent sous les formes suivantes : linéique (fils, mèches), tissus surfaciques (tissus, mats), multidirectionnelle (tresse, tissus complexes, tissage tri directionnel ou plus).

La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée dans l'organigramme ci -dessous (Figure-II.5).

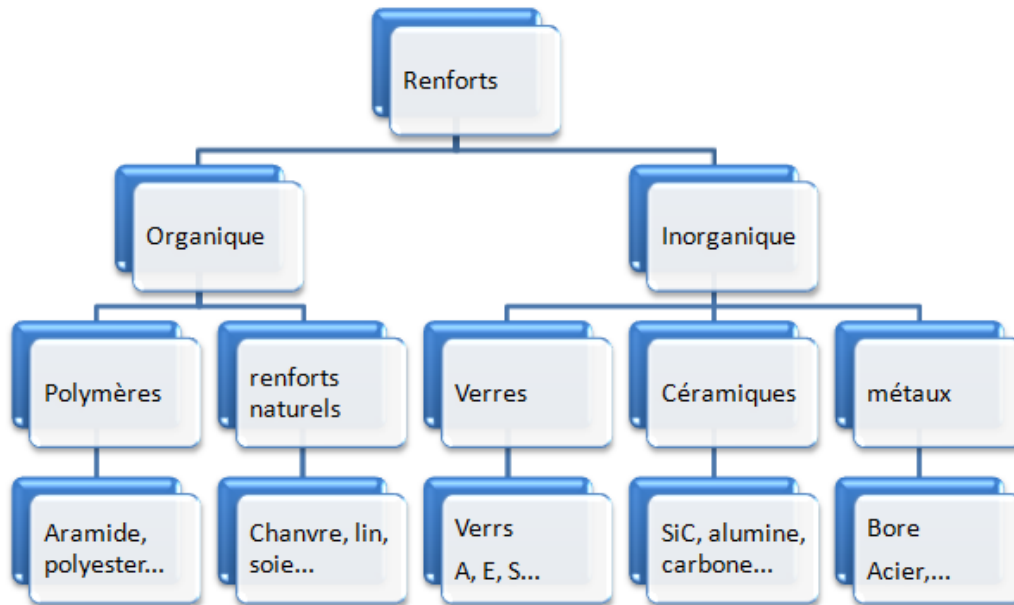


Figure II.5: Différents renforts existent.

II.6.2.1. Fibres de verre :

Les fibres de verre ont un excellent rapport performance prix qui les placent de loin au premier rang des renforts utilisés actuellement dans la construction de structures composites.

II.6.2.2. Fibres de carbone :

Les fibres de carbone ont de très fortes propriétés mécaniques et sont élaborées à partir d'un polymère de base, appelé précurseur. Actuellement, les fibres précurseurs utilisées sont des fibres acryliques élaborées à partir du polyacrylonitrile (PAN). La qualité des fibres de carbone finales dépend fortement des qualités du précurseur. Le principe d'élaboration est de faire subir aux fibres acryliques une décomposition thermique sans fusion des fibres aboutissant à une graphitisation. Le brai qui est un résidu de raffinerie issu du pétrole ou de la houille est également utilisé pour produire des fibres de carbone.

II.6.2.3.Fibres aramides :

Les fibres aramides ont des propriétés mécaniques élevées en traction comme les carbones mais leurs résistances à la compression est faible. La faible tenue mécanique en compression est généralement attribuée à une mauvaise adhérence des fibres à la matrice dans le matériau composite. Pour y remédier, des enzymages des fibres peuvent être utilisé. L'utilisation de composites à fibres hybrides permet également de remédier aux faiblesses des composites à fibres aramides. Des renforts hybrides de type verre kevlar ou carbone-kevlar sont largement utilisés dans le domaine des loisirs (ski, raquette de tennis). Quelques exemples de fibres aramides : KEVLAR (Dupont de Nemours, USA), TWARON (Akzo, Allemagne-Hollande), TECHNORA (Teijin, Japon).

II.6.2.4.Fibres céramiques :

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

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

II.7.Classification suivante la nature des constituants :

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés suivant des composites à matrice organique, à matrice métallique ou à matrice minérale.

Divers renforts sont associés à ces matrices. Seuls certains couples d'associations ont actuellement un usage industriel, d'autres faisant l'objet d'un développement dans les laboratoires de recherche. Parmi ces composites, nous pouvons citer :

Composites à matrice organique (résine, charges), avec. :

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

Chapitre II les matières composites

Composites à matrice métallique (alliages légers et ultralégers d'aluminium, de magnésium, de titane), avec :

- des fibres minérales : carbone, carbure de silicium (SiC) ;
- des fibres métalliques : bore ;
- des fibres métallo-minérales : fibres de bore revêtues de carbure de silicium (BorSiC).

Composites à matrice minérale (céramique), avec :

- des fibres métalliques : bore.
- des particules métalliques : cermets.
- des particules minérales : carbures nitrures, etc.
- Les matériaux composites à matrice organique ne peuvent être utilisés que dans le domaine des températures ne dépassant pas 200 à 300 °C, alors que les matériaux composites à matrices métallique ou minérale sont utilisés au-delà : jusqu'à 600°C pour une matrices métallique, jusqu'à 1 000°C pour une matrice céramique [5].



Figure II.6: Tubes de composites (selon la composition).

II.8. Caractéristiques des matériaux composites :

II.8.1. Caractéristiques mécaniques spécifiques

Considérons une poutre chargée en traction par une charge F (Figure II.7). La relation entre la charge et l'allongement Δl de la poutre est :

$$F = \frac{ES}{l} \Delta l$$

Où E est le module d'Young du matériau, S la section de la poutre et l sa longueur.

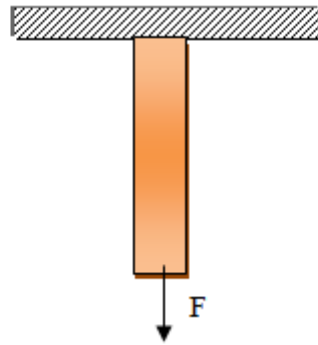


Figure II.7:Poutre chargée en traction.

II.8.2.Caractéristiques mécaniques des matériaux :

Partant des considérations précédentes, il reste à rechercher les matériaux les plus performants : module élevé, masse volumique faible. Il est évident également que l'élaboration de ces matériaux ne doit pas aboutir à un coût prohibitif, qui dépend d'ailleurs du domaine d'utilisation. Par exemple, dans le domaine de l'espace, de l'aviation, de hautes performances sont recherchées, et le coût matériau a une incidence faible. En revanche, dans le domaine de l'automobile, l'amélioration des performances ne peut pas se faire au détriment du coût du produit fini. L'incidence du coût matériau est élevée [5].

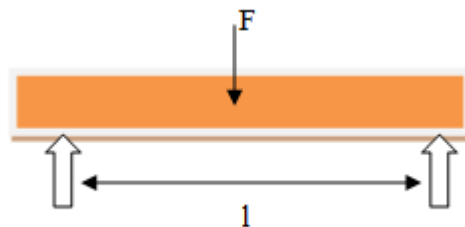


Figure II.8:Poutre chargée en flexion trois points.

II. 9.Les charges et additifs :

Différents produits peuvent être incorporés à la résine pour lui conférer des caractéristiques particulières ou en réduire le coût. La quantité des produits ajoutés peut varier de :

- quelques dizaines de % dans le cas de charges.
- à quelques % et moins dans le cas d'additifs.

Chapitre II les matières composites

L'addition de ces produits a pour fonction soit d'améliorer les caractéristiques mécaniques et physiques du produit fini, soit d'en faciliter la mise en œuvre. Nous donnons dans ce paragraphe des exemples de charges et d'additifs.

II.9.1. Les charges :

L'objet de la charge renforçant est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine, ou diminuer le coût des résines en conservant les performances des résines. En générales ces charges sont des microbilles ou des particules (poudre).

Les principales charges utilisées sont :

- microbille en (verre, carbone, époxyde, phénolique, polystyrène, etc. ...)
- des poudres ou paillettes métalliques : (cuivre, fer, aluminium, etc. ...)
- des particules de carbone (noir de carbone).

II.9.2. Les additifs :

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

- lubrifiants et agents de démoulage.
- pigments et colorants.
- agents anti -retraits.
- agents anti -ultraviolets.
- accélérateur.
- catalyseur.

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

- lubrifiants et agents de démoulage.
- pigments et colorants.

- agents anti-retrait.
- agents anti-ultraviolets.

II.10. Procèdes de mise en œuvre des composites :

Une exigence essentielle dans le choix du procédé de mise en œuvre d'un composite est qu'il permette de réduire au minimum la formation de vides. Une autre exigence, tout aussi importante, est qu'il doit assurer une distribution uniforme de la résine et des fibres dans le moule. Ces deux exigences sont généralement couplées avec le coût et la flexibilité dans la fabrication de différents types de composites.

Face aux avantages des composites en termes de rigidité, de résistance et de réduction de poids, l'augmentation correspondante des coûts des matériaux et des procédés de fabrication doit être prise en compte. Plusieurs techniques de fabrication sont disponibles pour mettre en œuvre une grande variété de renforts et de résines, dont les principaux sont regroupés dans la Figure II.9[16].

Les données du marché des composites de l'UE en 2010 ont montré que jusqu'à 30% des composites à fibres végétales étaient fabriqués avec des matrices thermodurcissables, le reste utilisant des matrices thermoplastiques. Ces données montrent la tendance générale à favoriser l'utilisation de matrices thermoplastiques puisque ces dernières donnent lieu à des procédés plus propres, sans produits toxiques tout en facilitant le recyclage de la pièce fabriquée. Les matrices thermoplastiques sont aussi caractérisées par un coût plus faible pour une production à haut volume [17].

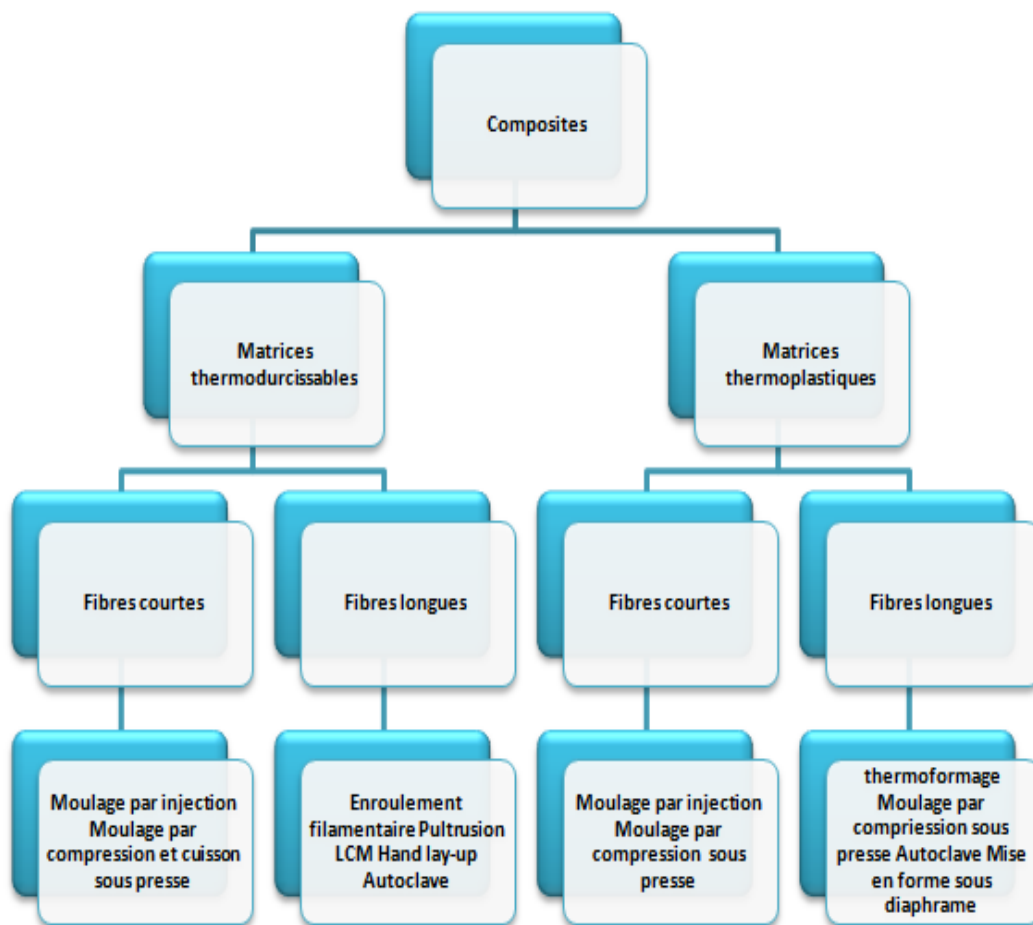


Figure II.9: Différents procédés de fabrication des composites à matrices polymériques.

Le Tableau II.4 présente quelques caractéristiques de certains procédés de moulage des composites:

Tableau II.4: Principales caractéristiques des techniques de fabrication.

Techniques de fabrication	Pression de Consolidation (bar)	Fraction volumique des fibres (%)	Type de matrice
Moulage par injection	>1000 bar	Jusqu'à 45%	Thermoplastiques
Moulage par compression	Jusqu'à 40 bar	Jusqu'à 85%	Thermoplastiques Ou Thermodurcissables
Pré-impregnation	0-10 bar	Jusqu'à 60%	Thermodurcissables
RTM	0-4 bar	Jusqu'à 60%	Thermodurcissables

II.11. Avantages et Inconvénients des composites :

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

- Légèreté.
- Résistance à la corrosion et aussi à la fatigue.
- Insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants.
- Possibilité de prendre plusieurs formes, d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit.

Cependant certains inconvénients freinent leur diffusion.

- Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication.
- La gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte.

L'industrie des matériaux composites doit donc aujourd'hui relever certains défis tels que :

- La maîtrise des émanations de produits organiques volatiles, par exemple le styrène.
- La maîtrise des procédés de transformations et des performances des matériaux qui sous-entend une très bonne connaissance des constituants mis en place.
- La mise en place de technologies et des filières pour la gestion des déchets en fin de vie qui est la partie la plus difficile à satisfaire en raison du caractère thermostable de la plupart des composites.

De plus, dans ce dernier point, le recyclage est actuellement très limité parce que le broyage ou les autres procédés sont très coûteux et fournissent une matière de faible qualité.

Ces inconvénients et défis à relever, ont poussé les chercheurs à orienter leurs recherches vers les ressources renouvelables et biodégradables [19].

Références

- [1] Jean P. Mercier, Gérald Zambelli, Wilfried Kurz, Introduction à la science des matériaux, troisième édition, entièrement revue et augmentée, Presses polytechniques et universitaires romandes, Page 457-458. books.google.dz. Chapitre 16
- [2] DO THI Vi, Matériaux composites fibres naturelles/ polymère biodégradables ou non, thèse de Doctorat, L'université De Grenoble, 2006.
- [3]HAMMICHE DALILA, Synthèse d'un Nouvel Agent de Couplage PVC-g-MA et son Utilisation dans les Composites PVC / Alfa, mémoire de magister, université de BEJAIA, (2010).
- [4]I. Naghmouchi, F.X. Espinach, P. Mutjé, S. Boufi, Polypropylene composites based on lignocellulosic fillers: How the filler morphology affects the composite properties, *Materials & Design*, 2015; 65: 454–461.
- [5]Jean-Marie Berthelot. Mécanique des Matériaux et Structures Composites. Institut Supérieur des Matériaux et Mécaniques Avancés. Le Mans. France.
- [6]H Djidjelli, A. Boukerrou, R. Founas, A. Rabouhi, M. Kaci, J. Farenc, J.J. Martinez-Vega, D. Benachour, Preparation and characterization of poly(vinyl chloride)/virgin and treated sisal fiber composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 2007; 103: 3630-3636
- [7]G. Madhuban, S. K. Bhaduri, K. P. Sao, Acetylation of Jute and Infrared Spectra of Acetylated Jute, *Indian Journal of Textile Research*, 1985; 10: 68–70.
- [8]K. Bledzki, G. Gassan, Composites reinforced with cellulose based fibres, Review, *J Progress in Polymer Science*, 1999; 24: 221-274.
- [9] F. Zhou, G. Cheng, B. Jiang, Effect of silane treatment on microstructure of sisal fibers, *Applied Surface Science*, 2014 ; 292 : 806- 812.
- [10] A. Jähn, M.W. Schröder, M. Fütting, K. Schenzel, W. Diepenbrock, *Spectrochimica Acta. Part A*, Characterization of alkali treated flax fibres by means of FT Raman spectroscopy and environmental scanning electron microscopy, *Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 2002; 58: 2271- 2279
- [11]M. Châtain – Matériaux composites: Présentation générale (AM 5000). Tech l'Ingénieur, 2015
- [12] Y. Hammoui, S. Molina-Boisseau, A. Duval, N. Djerrada, N. Adjeroud, H. Remini, F. Dahmoune, K. Madani, Preparation of plasticized wheat gluten/olive pomace Powder biocomposites: Effect of Powder content and chemical modifications, *Materials and Design*, 2015; 87: 742–749.
- [13] J.H. S. Charles E. Harris, and Mark 1. Shuart, "Design and manufacturing of Aerospace composite structures: state-of-the-art assessment," *Journal of Aircraft*, vol. 39, pp. 545-560., 2002.
- [14]M. Carus and C. Gahle, "Natural fibre reinforced plastics-material with future," Huerth: nova-Institutgmbh, 2008.
- [15]M. Carus and C. Gahle, "Natural fibre reinforced plastics-material with future," Huerth: nova-Institutgmbh, 2008.
- [16]B. E. H. LY, "Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose," institut national polytechnique de Grenoble, 2008.



Chapitre:III

TRAITEMENT DES FIBRES VEGETALES

III.INTRODUCTION :

Pour améliorer les performances mécaniques, accroître l'adhésion à l'interface fibre végétale/matrice et éviter la mauvaise dispersion des fibres dans la matrice et la formation d'un matériau hétérogène, plusieurs approches ont été étudiées visant la modification de la surface des fibres végétales. Dans le paragraphe suivant nous développons les méthodes de modification citées dans la littérature.

III.1.Traitement de la fibre:

Les fibres naturelles sont par nature incompatibles avec les thermoplastiques tels que les polyoléfines apolaire-hydrophobes. Par ailleurs, la difficulté du mélange, en raison du mauvais mouillage des fibres avec la matrice est un autre problème qui mène à des composites de faible interface [42]. Il existe peu de traitements physiques appliqués à la fibre. On s'intéresse plutôt au traitement chimique qui permet de nettoyer la surface de la fibre, de modifier la chimie de la surface, d'abaisser l'humidité et d'augmenter sa rugosité. Comme les fibres naturelles se composent majoritairement de groupements d'hydroxyles, de cellulose et de lignine, elles se prêtent bien à une modification chimique. Les groupes hydroxyles peuvent être impliqués dans une liaison hydrogène à l'intérieur des molécules de la cellulose, réduisant l'interaction avec la matrice. Des modifications chimiques peuvent activer ces groupes ou introduire de nouveaux groupements qui peuvent effectivement conduire à formation des liaisons chimiques avec la matrice. Les traitements chimiques qui ont été menés sur les fibres naturelles, ont donné de bonnes surfaces d'adhérence entre fibre et matrice. Nous citons ici à titre d'exemples certains traitements : traitement à l'NaOH (alcalin), au permanganate, l'acétylation, le traitement au silane et les prétraitements avec différents agents de couplage.

III.1.1.Traitement chimique de surface de fibre:

Dans cette partie on traitera les techniques des principaux prétraitements. L'effet des traitements chimiques sur les propriétés mécaniques des fibres peut montrer une diminution considérable des propriétés de traction. Cette diminution est attribuable à la délignification et à la dégradation des chaînes celluloses pendant le traitement chimique. L'allongement à la rupture de ces fibres ne change pas beaucoup. La plupart des traitements chimiques qui ont été trouvés, diminuent la résistance à la rupture des fibres en raison de la structure de liaison et de désintégration des matières non celluloses, à l'exception du traitement au silane et le traitement d'acétylation qui favorisent la formation d'une liaison covalente forte.

Alors qu'une amélioration de la rigidité a été constatée dans les zones cellulosiques (cristallines) de la fibre.

III.1.1.1. Le traitement alcalin: Le traitement alcalin des fibres naturelles, appelé aussi mercerisage, est une méthode couramment utilisée. Le schéma de la réaction est: Le traitement alcalin conduit à une défibrillation de la fibre ce qui augmente ainsi sa surface spécifique, réduit le diamètre de la fibre et augmente le rapport d'aspect conduisant à l'élaboration d'une topographie de surface rugueuse, qui se traduit par une meilleure adhérence à l'interface fibre/matrice et une augmentation des propriétés mécaniques [43]. Aussi, le traitement alcalin augmente le nombre de sites réactifs possibles, permet un meilleur mouillage des fibres et réagit sur la composition chimique des fibres, sur le grade de polymérisation et sur l'orientation moléculaire de la cellulose cristalline. Et ce, en raison de l'absence des substances de cimentation (la lignine et l'hémicellulose) qui ont été supprimées lors de ce traitement alcalin. Par conséquent, ce traitement a eu un effet considérable sur les propriétés mécaniques des fibres naturelles et principalement sur la résistance à la traction et la rigidité du composite. Sauf que si le traitement est fait à haute concentration d', il pourrait y avoir une extraction excessive de la lignine et d'hémicellulose, ce qui peut se traduire par l'endommagement des parois des cellules ultimes. Des réductions des propriétés mécaniques ont été rapportées dans la littérature après traitement alcalin excessif [44]. Ce traitement est reconnu pour le fait qu'il hydrolyse les parties amorphes de la cellulose présente dans les fibres de sorte qu'après traitement, le matériau (contenant de la cellulose) présente une forte cristallinité [45]. En outre, il supprime les cires et les huiles en provenance des surfaces [46].

Tableau III.1: Les propriétés mécaniques rapportées des composites de la fibre de la bagasse non traitée et traitée à l'alcali.

Charge de Fibres (% en poids)	Traitement	Contrainte de traction(MPa)	Contrainte de flexion(MPa)	Module de flexion(MPa)	Résilience (KJ/m ²)
20	non traité	16.52	31.19	1136.87	4.12
	traité à l'alcalin	18.58	34.71	1321.72	6.07
35	non traité	18.60	38.37	1451.81	6.82
	traité à l'alcalin	21.35	43.96	1622.36	8.29
50	non traité	21.09	40.16	1841.34	8.17
	traité à l'alcalin	23.07	46.05	2031.37	9.52
65	non traité	23.47	43.87	2292.02	8.82
	traité à l'alcalin	26.77	50.86	2673.73	11.27

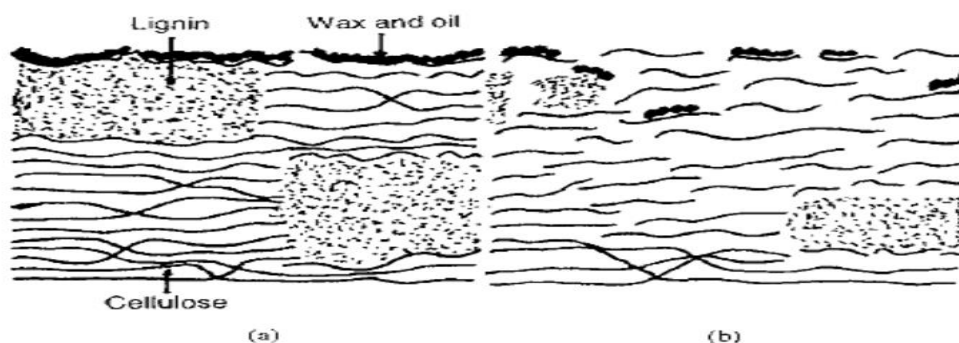


Figure III.1: Structure typique d'une fibre cellulosique non traitée (a) et mercerisée (b).

Le traitement des fibres naturelles par une solution aqueuse de soude favorise la réaction suivante (Figure III.2) :



Figure III.2: Principe de traitement d'une fibre cellulosique avec de la soude (Xue Li et al, 2007).

III.1.1.1.2.L'acétylation:

L'acétylation permet de stabiliser les parois des cellules contre l'humidité, d'améliorer la stabilité dimensionnelle et d'introduire la plastification des fibres cellulosiques par estérification. L'acétylation est basée sur la réaction des groupes hydroxyles des parois lignocellulosiques avec de l'anhydride acétique ou propénoïque à température élevée. Le prétraitement des fibres par des groupes acétyle avec des substitués de l'anhydride acétique des groupes hydroxyles de la paroi cellulaire, modifient les propriétés de ces fibres afin qu'ils deviennent hydrophobes [48-50]. Les groupes hydroxyles qui réagissent avec le réactif sont ceux de la lignine et hémicelluloses (matériau amorphe), alors que les groupes hydroxyles de la cellulose cristalline sont très denses par la présence des liaisons hydrogènes, ce qui empêche la diffusion du réactif et donne lieu donc à des degrés très faibles du taux de réaction [51].



Figure III.3: Schéma de réaction d'acétylation.

III.1.1.1.3. Traitement peroxyde:

Le traitement au peroxyde des fibres de cellulose a attiré l'attention de plusieurs chercheurs en raison de la transformation facile et de l'amélioration des propriétés mécaniques. Les peroxydes organiques ont tendance à décomposer facilement les radicaux libres, ce qui permet de réagir avec le groupement hydrogène de la matrice cellulosique des fibres. Dans le traitement au peroxyde, on traite les fibres avec le peroxyde de benzoyle à 6% de peroxyde de dicumyle, dans une solution d'acétone, pendant environ 30 min après le prétraitement alcalin [52-53] réalisé à une température de 70°C à fin de maintenir la décomposition du peroxyde.

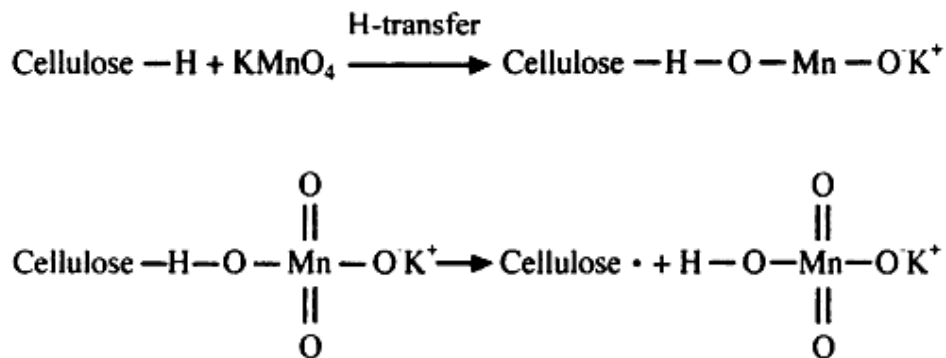


Figure III.4: principe du traitement au peroxyde.

III.1.1.1.4. Traitement au permanganate :

Le traitement au permanganate conduit à la formation de radicaux de cellulose par la formation des ions MnO_3^- , ce qui améliore la liaison à l'interface fibre-polymère. Le schéma de la réaction est donné par la figure III.5 [10].



Figure III.5: principe du traitement au permanganate

III.1.1.1.5. Benzoylation :

Le chlorure de benzoyle est souvent utilisé pour la Benzoylation des fibres. L'insertion du groupement benzoyle ($C_6H_5C=O$) dans la structure des fibres permet de réduire le caractère hydrophile des fibres traitées. Le principe du traitement repose sur un traitement initial avec la soude afin d'activer les groupements hydroxyles de la cellulose et de la lignine suivi d'un traitement au chlorure de benzoyle (Figure III.6) [7].

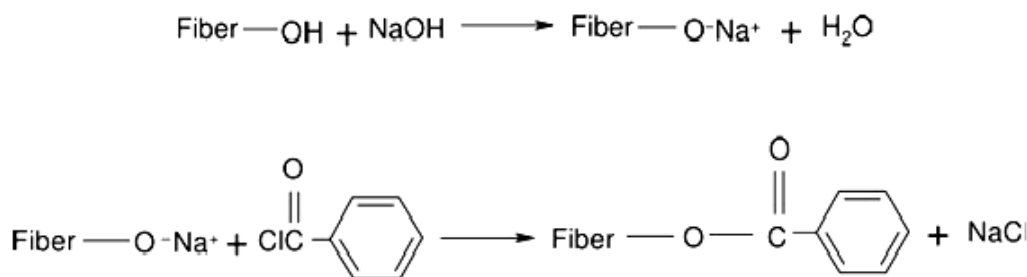


Figure III.6: principe de la Benzoylation.

III.1.1.1.6. Copolymérisations par greffage:

La méthode de synthèse de copolymères greffés est très utilisée et se fait par la création d'un site actif ou d'un radical libre d'un groupement chimique qui peut participer à une polymérisation ionique ou à un processus de condensation sur le squelette du polymère. La polymérisation d'un monomère approprié (par exemple le chlorure de benzoyle, le polypropylène maléaté/anhydride maléique MAH-PP, acrylation, titanate) active les sites dorsaux du polymère qui conduit à la formation d'un copolymère greffé avec une plus grande énergie de surface, une mouillabilité et une adhérence à l'interface de la matrice polymère. Il a été remarqué que le traitement maléique anhydride réduit l'absorption d'eau, des fibres de chanvre, de sisal et de bananes et de leurs composites [54].

La modification des fibres cellulosiques par étherification permet de gagner plus de propriétés et dans diverses applications. L'hydroxyde de sodium joue un rôle important dans la formation d'une espèce intermédiaire de fibres chargée, qui permet l'addition nucléophile d'époxydes, des halogénures d'alkyle, le chlorure de benzyle, acrylonitrile, et le formaldéhyde [55]. Aussi il y a le traitement au chlorure de benzoyle où les groupes Benzoyle ($C_6H_5-C=O$) réagissent avec le groupe OH de la fibre cellulosique et assurent, la diminution de la nature hydrophile des fibres traitées [56]. Le pré-trempeage dans une solution de NaOH nécessite une durée de

30 min pour pouvoir activer les groupes hydroxyle de cellulose et de lignine dans la fibre, suivie d'une filtration et d'un lavage avec de l'eau (Figure III. 7).

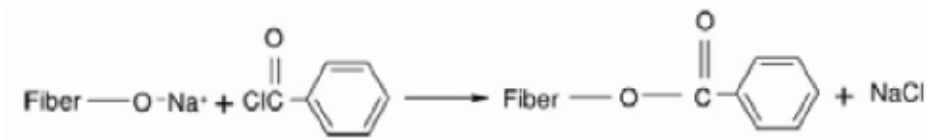


Figure III.7: Réaction possible entre cellulose-OH et le chlorure de benzoyle.

Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour la génération de sites actifs sur la structure du polymère : chimique, physicochimique, méthode de rayonnement et greffage enzymatique. Or les techniques classiques de greffage des fibres

naturelles ont besoin de beaucoup de temps et d'énergie et il a été constaté que le greffage sous rayonnement micro-ondes est la meilleure méthode en termes de rentabilité et de consommation de temps. Le rayonnement micro-ondes est une technique qui permet de réduire l'influence des contraintes physico-chimiques auxquelles les fibres ont été exposées avec les techniques classiques [57].

III.1.1.1.7. Traitement par décharges électriques (corona, plasmas froids) :

Il s'agit d'une méthode de modification physique induisant un changement des propriétés structurelles et surfaciques de la fibre cellulosique [9]. Le traitement par plasma est une méthode efficace pour modifier la surface des polymères naturels. La décharge de plasma peut être générée soit par le traitement corona soit par les plasmas à basse température si le gaz ionisé possède un nombre équivalent de molécules chargées positivement et de molécules chargées négativement et qui vont réagir avec la surface du matériau. La différence entre les deux catégories de plasmas réside dans la fréquence de la décharge électrique. La nature du gaz ionisé ainsi que le temps d'exposition influent sur le degré de la modification apportée aux fibres cellulosiques [7].

III.1.1.1.8. Imprégnation des fibres:

L'imprégnation offre une meilleure combinaison de la fibre et du polymère. Il s'agit d'imprégner les fibres de renfort avec des matrices polymères qui sont compatibles avec le polymère du composite. Les fibres sont imprégnées par le monomère liquide qui, en présence d'un catalyseur et de la chaleur (ou du rayonnement), subit une polymérisation in-situ. Une

large variété des propriétés de composites est possible en variant le monomère, l'agent de réticulation et la méthode de polymérisation. Le problème qui se pose avec cette méthode de traitement est la viscosité de la matrice utilisée pour l'imprégnation. En effet, une viscosité élevée du polymère s'oppose à l'imprégnation complète des fibres se traduisant par une faible interaction mécanique avec la matrice du composite [George, 2001].

III.1.1.1.9. Les Couplages:

Les agents de couplage permettent généralement d'améliorer le degré de réticulation et d'offrir un collage parfait à l'interface. Parmi les divers agents de couplage, ceux de type silane sont efficaces dans la modification de la nature d'interface fibre-matrice. Le Silane de greffage est basé sur l'utilisation des réactifs qui portent des groupes de terminaisons réactives capables de réagir avec la matrice, sur une extrémité, et avec les groupes hydroxyles de la fibre à l'autre extrémité (figure 1.13). Les groupes alkoxy ou éthoxy sont des groupes de terminaison qui peuvent former des liaisons covalentes stables réagissant avec le groupe hydroxyle de la fibre. Les groupes terminaisons qui peuvent réagir avec la matrice varient en fonction du type de la matrice polymère. Si le polyester insaturé est utilisé, le silane méthacryl-amine- et vinyle- peut être également utilisé [58]. L'efficacité du traitement au silane est plus grande si les fibres sont prétraitées avec du NaOH, car plus de sites réactifs sont ainsi générés pour la réaction avec le silane. Il est donc préférable que les fibres soient préparées avec du NaOH une demi-heure avant leur couplage avec un silane. Les fibres sont ensuite lavées plusieurs fois dans de l'eau distillée puis séchées. Les agents de couplage silane peuvent réduire le nombre de groupe hydroxyle de cellulose dans l'interface fibre-matrice minimisant ainsi la sensibilité des fibres à l'humidité. En présence d'humidité, un groupe alkoxy hydrolysable conduit à la formation de silanol qui réagit ensuite avec le groupe hydroxyle de la fibre, formant des liaisons covalentes stables à la paroi cellulaire qui sont chimisorbées sur la surface des fibres [58]. Par conséquent, la disposition des chaînes hydrocarbonées par l'application de silane, limite le gonflement de la fibre en

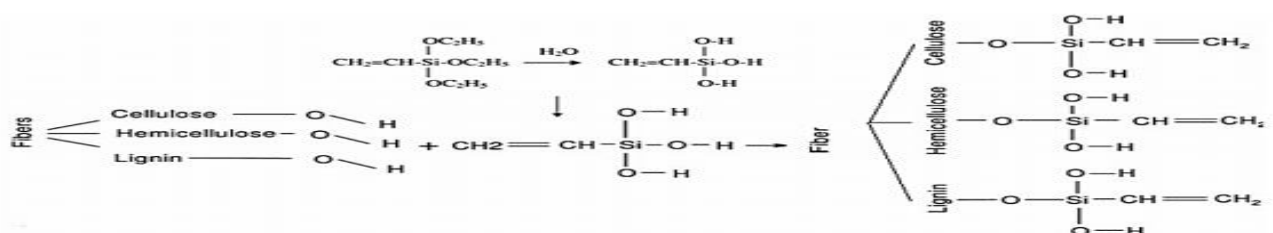


Figure III.8: Réaction du silane avec des groupes OH des fibres naturelles.

Les silanes sont efficaces pour améliorer les propriétés de l'interface [60, 61], les alkoxy silanes sont capables de former des liaisons avec les radicaux hydroxyles. Le traitement des fibres avec du diisocyanate toluène et du triéthoxyvinyl silane pourrait également améliorer les propriétés des interfaces. Le silane greffé peut modifier les performances mécaniques de la fibre à la suite d'un traitement par utilisation de la solution acide. L'isocyanate a le groupement fonctionnel $-N=C=O$, qui est très sensible à la réaction avec le groupe hydroxyle de la cellulose et de la lignine de la fibre, ce groupe fonctionnel forme des liaisons covalentes fortes, créant une meilleure compatibilité avec la matrice polymère qui sert de liant dans les matériaux composites [62].

III.1.2. Le traitement physique des fibres:

III.1.2.1. Le traitement physique au plasma:

Le traitement au plasma est une méthode pour la modification de la surface des polymères naturels sans atteindre leurs propriétés. La décharge de plasma peut être générée soit par effet corona ou par un traitement au plasma froid. Les deux méthodes sont considérées comme un traitement au plasma lorsque le gaz ionisé, en nombre équivalent de molécules chargées positivement et négativement, réagit avec la surface de la matière présente. Le trait distinctif entre les deux catégories de plasmas est la fréquence de la décharge électrique. La haute fréquence du plasma froid peut être produite par l'énergie micro-onde. Une fréquence plus faible que celle du courant alternatif à la pression atmosphérique est produite par la décharge de l'effet du traitement corona. Le type de gaz ionisé et la durée d'exposition sont liés à la modification des fibres et des surfaces des polymères synthétiques [63 ,64].

III.1.2.2. Irradiation par Ultra- Violet:

Certains polymères, sous l'exposition à la lumière UV, peuvent générer des sites réactifs, voir des groupements fonctionnels en présence de certains gaz. Cette technique présente l'avantage de permettre de contrôler la profondeur de la réactivité de la surface en modifiant la longueur d'onde du rayonnement UV et donc le coefficient d'absorption [56]. Cependant ce traitement peut modifier les propriétés optiques du polymère. De plus, le rayonnement peut être stoppé par certaines particules, ce qui donnera des surfaces non homogènes. L'irradiation UV a notamment été utilisée afin de générer des groupements fonctionnels (acide

carboxylique à la surface du film de poly (methylmethacrylate) [65] ou pour immobiliser des enzymes à la surface du support de polystyrène en activant ceux-ci [66]. Cette technique a également permis de photo immobiliser la N-vinylpyrrolidone à la surface de polypropylène au moyen de polymérisations radicalaires [67]. Le traitement d'irradiation par Ultra-violet induit un nettoyage et une amorphisation et des modifications de la nature chimique de la surface. Ce traitement physique semble une méthode alternative simple et intéressante pour greffer les surfaces polymères, notamment si l'on souhaite fonctionnaliser la surface de la cellulose [68]. Le Tableau III.2 présente quelques possibilités de fonctionnalisation de surface.

Tableau III.2: Différentes méthodes de modification de surface

Fibre	Traitement	Application	Spécificités étudiées	Auteurs
Fibres de palmier à huile	-Traitement alcalin -Couplage chimique -Traitement au peroxyde -Traitement au permanganate -Acétylation -Greffage d'acrylonitrile	Renforcer une résine Phénol-formaldéhyde de réséole	-Etude des paramètres cinétiques de la diffusion de l'eau en fonction des traitements et de la fraction massique en fibres	Sreekala et al, 2002
Fibres de feuilles d'ananas	-Traitement alcalin -Benzoylation	Renforcer le caoutchouc naturel	- Effet du traitement sur les propriétés chimiques et morphologiques des fibres et les propriétés mécaniques du composite fibre/caoutchouc	Lapattananon et al, 2006
Fibres de sisal	-Traitement alcalin -Acétylation -Traitement au peroxyde -Traitement au permanganate -Traitement à l'acide stéarique	Renforcer une matrice de polyéthylène de basse densité	-Etude des propriétés électriques du composite sisal/ polyéthylène en fonction du traitement subi par les fibres	Agustine et al, 1997
	-Traitement alcalin -Benzoylation -Traitement au permanganate -Couplage chimique	Renforcer une matrice en polyester	-Influence des traitements sur les propriétés mécaniques et hydrauliques des composites	Sreekumar et al, 2009
Fibres de folioles de palmier dattier	-Copolymérisation par greffage	Renforcer des matrices thermoplastiques	-Influence de la teneur en fibres sur les propriétés morphologiques, thermique et mécanique des composites	Bendahou et al, 2009
Fibres de curaua	-Traitement alcalin	Renforcer une résine biodégradable à base d'amidon	-Etude de la résistance à la traction et de la contrainte à la rupture	Gomes et al, 2004

Tableau III.2: Exemples de traitement de fibres végétales et de leur application envisagée (suite)

Fibre	Traitement	Application	Spécificités étudiées	Auteurs
Fibres de lin	-Traitement alcalin	Renforcer des composites en plâtre	-Etude du temps de prise -Etude de la résistance à la flexion	Dalmay et al, 2010
Fibres de chanvre	-Traitement alcalin	Renforcer des composites en plâtre	-Etude du temps de prise -Etude de la résistance à la flexion	Dalmay et al, 2010
Fibres de fique	-Traitement alcalin	Renforcer des mortiers en plâtre	-Etude de la résistance à la flexion et de la rigidité des mortiers	Le Troëdec et al, 2009
Fibres de luffa	-Couplage chimique -Copolymérisation par greffage	Renforcer une matrice de polyester insaturé	-Influence du traitement, de la longueur des fibres et de leur teneur sur les propriétés mécaniques et thermiques des composites	Gañán, 2004
Fibres de henequén	-Couplage chimique -Imprégnation par une Solution diluée de polyéthylène	Renforcer une matrice en polyéthylène (HDPE)	-Etude de la force d'adhésion à l'interface fibre/matrice - Etude de la résistance à la flexion et des propriétés de cisaillement	Demir et al, 2006
Fibres de bagasse	-Traitement alcalin -Couplage chimique	Renforcer une résine de polyester insaturé	-Etude des propriétés mécaniques et hydrauliques et le vieillissement des composites	Herrera-Franco And Valadez-González, 2005
	-Couplage chimique	Renforcer des matrices cimentaires	-Influence du traitement sur le temps de prise du ciment	Vilay et al, 2008
				Bilba and Arsene, 2008

Tableau III.1: Exemples de traitement de fibres végétales et de leur application envisagée (suite).

Fibre	Traitement	Application	Spécificités étudiées	Auteurs
Fibres de coco	-Acétylation -Couplage chimique	Renforcer des matrices en polyester	-Influence du traitement sur la biodégradation du composite	Abdul Khalil and Ismail, 2001
Fibres de bagasse	-Traitement alcalin -Couplage chimique	Renforcer une résine de polyester insaturé	-Etude des propriétés mécaniques et hydrauliques et le vieillissement des composites	Vilay et al, 2008
Fibres de banane	-Couplage chimique	Renforcer des matrices cimentaires	-Influence du traitement sur le temps de prise du ciment	Bilba and Arsene, 2008
	-Traitement alcalin -Couplage chimique	Renforcer des composites à base d'une matrice de polyester	-Etude de la résistance à la flexion et la résistance à la traction	Pathon et al, 2002

III.2.L'appareillage :

III.2.1.L'analyse thermogravimétrique (ATG) :

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

vitesse de chauffage égale à 20°C/min. Les thermo grammes sont traités par le logiciel TA Universal analyses.

Principe :

L'analyse thermogravimétrique est une technique analytique de mesure continue de la variation de masse d'une substance soumise à une variation de température Programmée et sous atmosphère contrôlée. Cette technique permet d'évaluer des Pertes de masse associées à une émission de vapeur (teneur en eau) ou à une dégradation Thermique. La masse est mesurée grâce à une microbalance et la température Par un thermocouple. L'enceinte étanche dans laquelle sont placés l'échantillon et La référence permet de contrôler l'atmosphère. L'appareil est placé sur une plaque Anti-vibrations afin d'éviter le bruit lié aux vibrations mécaniques.



Figure III.9: l'appareil de l'ATG (équipement SHIMADZU TGA-51).

III.2.2.L'essai spectrométrique (Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF) :

Pour appliquer cette technique dans le cas d'échantillons solides, il est nécessaire, au préalable, une quantité de farine finement broyé (traitées ou non). La spectroscopie IR est une des méthodes les plus efficaces pour l'identification propriétés vibrationnelles. En effet, le rayonnement IR, excite des modes de vibration des molécules organiques et inorganiques à

partir de leur (déformation, élongation) spécifiques de liaisons chimiques. Les différents spectres montrant la transmittance(%) en fonction du nombre d'onde (cm-1) ont été obtenus Pour la poudre brute, non traitée et traitée.



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

Principe :

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

Normalement le mode de mesure est la transmission, ce qui signifie que le rayon infrarouge émis par la source traverse complètement l'échantillon. Par contre, l'IRTF-RTA collecte la même information par une méthode de réflexion. Le spectre obtenu donne l'intensité du signal en fonction du nombre d'onde (k), c'est-à-dire l'inverse de la longueur d'onde (λ) (2.1). Pour plus d'information voir appendice A. Dans l'échantillon à examiner, les atomes des liaisons différentes de la molécule vibrent à une fréquence caractéristique. Le rayon infrarouge parcourt un intervalle de nombres d'onde. Ces nombres d'onde correspondent à des fréquences (2.2 et 2.3). Lors du passage du rayon infrarouge à travers l'échantillon, un peu d'énergie du rayon est absorbée quand la fréquence des vibrations des liaisons est identique à celle du rayon infrarouge.

Le spectromètre détecte ces absorptions d'énergie et enregistre la quantité absorbée pour chaque nombre d'onde correspondant. L'absorption d'énergie est ensuite transformée en une diminution de l'intensité du rayon infrarouge. Avec cette intensité et le nombre d'onde le spectre est constitué. Comme le spectre mesuré est celui de la combinaison air-échantillon, il faut également enregistrer le spectre de l'air. La soustraction de ces deux spectres donne celui de l'échantillon. Le spectre est analysé en identifiant les pics parce que chaque pic correspond à une liaison ou une configuration caractéristique. En combinant l'information de chaque pic, les composants différents d'un échantillon hétérogène peuvent être déterminés. La spectroscopie infrarouge est un moyen puissant pour des analyses qualitatives. Évidemment il existe également des inconvénients dont le fait qu'une analyse quantitative, c'est-à-dire la détermination des taux de chaque composant, est impossible. La spectroscopie infrarouge permet seulement de déterminer si un certain composant est présent ou absent dans un échantillon à base de la présence ou l'absence des pics correspondants. De cette façon il est possible de comparer deux échantillons. Si un des deux a un grand pic et le pic correspondant dans l'autre spectre est presque invisible, il est probable que le taux du composant considéré soit plus faible dans le deuxième échantillon. Un deuxième inconvénient de la spectroscopie infrarouge est que seulement certaines liaisons sont réactives sous un rayon infrarouge, parce qu'il faut un moment dipôle, c'est-à-dire une répartition des électrons asymétrique. Par contre, un avantage est qu'il ne faut pas travailler sous vide car l'oxygène et l'azote dans l'atmosphère ne possèdent pas un tel moment dipôle et n'absorbent ainsi pas de rayons infrarouges. Il est intéressant d'examiner les spectres de Luffa brute et des meilleures fibres parce que cela donne une idée de la composition.

III.2.3. Unité de diffraction des rayons X :

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

de diffraction). Ce processus de comparaison est réalisé à l'aide du logiciel X'pertHighscore, de la base de données inorganiques PDF +4 et du produit organique Pdf+4, qui inclut toutes les données de matériau standard mises à jour. Jusqu'en 2009 X – dispositif de diffraction de * la X'Pert de rayons est un type de PANalytical PRO modèle d'origine néerlandaise Phelps RPD 2009 (FigureIII. 11)

Cette unité examine les différents types de matériel destinés aux étudiants de troisième cycle et aux chercheurs de la Faculté des sciences et autres collèges de l'université et d'autres universités et du secteur industriel[12].



FigureIII.11:L'appareil de DRX (X'Pert PRO MPD).



Conclusion générale

Conclusion générale

Les matériaux composites apportent de nombreux avantages fonctionnels : résistance mécanique et chimique, légèreté, maintenance réduite, liberté de formes. Ils permettent d'augmenter la durée de vie de certains équipements grâce à leurs propriétés mécaniques. Ils contribuent au renforcement de la sécurité grâce à une meilleure tenue à la traction. L'essai de traction est utilisé pour déterminer la résistance des matériaux à la rupture cette résistance à la traction est inversement liée à la nature du matériau.

Ce travail est l'élaboration et caractérisation d'un matériau composite renforcé par la fibre de casuarina traitée pour produire un nouveau matériau composite.

References

- [1] John MJ.; Thomas S. Bio-fibers and bio-composites. *CarbohydPolym.* 2008;71:343-64.
- [2] Kalia S.; Kaith B.S.; Kaura I. (2009), Pretreatments of Natural Fibers and their Application as Reinforcing Material in Polymer Composites – A Review. *Polymer Engineering and Science*, 49, 1253-1272.
- [3] Rodriguez E.S.; Stefani P.M.; Vazquez A. (2007). Effects of Fibers 'Alkali Treatment on the Resin Transfer Moulding Processing and Mechanical Properties of Jute-Vinylester Composites, *Journal of Composite Materials*, Vol. 41, No. 14.
- [4] Le Troedec M.; Sedan D.; Peyratout C.; Bonnet J.P.; Smith A.; Guinebretiere R.; Gloaguen V.; Krausz P. (2008). Influence of various chemical treatments on the composition and structure of hemp fibers, *Composites- Part A: applied science and manufacturing*, 39, 514-522.
- [5] Sgriccia N.; Hawley M.C. ;Misra M. (2008). Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites, *Composites- Part A: applied science and manufacturing*, 39, 1632-1637.
- [6] Jawaid M.; Abdul Khalil HPS. Cellulosic/synthetic fiber reinforced polymer hybrid composites: A review. *CarbohydPolym.*2011; 86:1-18.
- [7] Mwaikambo L.Y; Ansell M.P.The effect of chemical treatment on the properties of hemp, sisal, jute and kapok for composite reinforcement, *Die Angewandte Makromolekulare Chemie*, 1999, 272, 108-116.
- [8] Andersson M.; Tillman A.M. (1989). Acetylation of jute: Effects on strength, rot resistance, and hydrophobicity, *J. Appl. Polym. Sci.*, 37, 3437.
- [9] Rowell R.M.; (1991). Natural Composites, Fiber Modification, in *International Encyclopedia of composites*, 4, S.M. Lee, Ed., VHC, New York,.
- [10] Rowell R.M.; (1998). Property Enhanced Natural Fiber Composite Material based on Chemical Modification, in *Science and Technology of Polymers and Advanced Materials*, Prasad P.N.; Mark J.E.; Kendil S.H.; Kafafi Z.H Eds., pag. 717-732, Plenum Press, New York.
- [11] Sreekala M.S.; Kumaran M.G.; and Thomas S.; (2002). *Compos. Part A: Appl. Sci. Manuf.*, 33, 763.
- [12] Paul A.; Joseph K.; and Thomas S. *Compos. Sci. Technol.*, 57, 67 (1997).
- [13] Susheel Kalia, B.S. Kaith, Inderjeet kaur, Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in Polymer composites-A Review, 2009,49(7), 1253-1272.
- [14] Kozłowski R; Władysław-Przybylak M. Uses of natural fiber reinforced plastics, chapitre 14 (Natural fibers, Plastics and Composites), Kluwer Academic Publishers, 2004, pp 1-371.
- Consulté sur:
- [15] Mishra S.; Naik J.B .; Patil Y.P (2000). *Compos. Sci. Technol.*, 60, 1729.
- [16] Matsuda H.; (1996). Chemical Modification of Solid Wood in Chemical Modification of Lignocellulosic Materials, D. Hon Ed., pag.159, Marcel Dekker, New York.
- [17] Joseph K.; Mattoso L.H.C.; Toledo R.D.; Thomas S.; de Carvalho L.H.; Pothen L.; Kala S. James B.; (2000). Natural Fiber Reinforced Thermoplastic Composites in Natural Polymers and Agrofibers Composites, Frollini E., Leao A.L. ; Mattoso L.H.C. Eds., 159, San Carlos, Brazil, Embrapa, USP-IQSC, UNESP.
- [18]

- Kaith B.S.; &Kalia S. (2008). *Polym.Compos.*, 29, 791.
- [19]Michaud F. Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique: aptitude au postformage, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, 2003, pp 1-235.
- [20] Soo-Jin Park ;Joong-Seong Jin (2001). Effect of Silane Coupling Agent on Interphase and N Performance of Glass Fibers/ unsaturated Polyester Composites, *Journal of Colloid and Interface Science*, 242, 174-179.
- [21] Agrawal R.; Saxena N.S.; Sharma K.B.; (2000). Thomas S. ;Sreekala M.S.; *Mater. Sci. Eng.A*, 277, 77.
- [22] Coutinho F.M.B.; Costa T.H.S.; Carvalho D.L.; (1997). *J. Appl. Polym. Sci.*, 65, 1227.
- [23] Gonzalez L.; Rodriguez A.; de Benito J.L.; & Marcos-Fernandez A.; (1997), *J. Appl. Polym.Sci.*, 63, 1353.
- [24] Kotka B.V.; Daneault C.; Beshay A.D.: Use of grafted aspen fibers in thermoplastic composites IV: Effects of extreme conditions on mechanical properties of polyethylene composites. *Polym.Compos.*, 7(5), 337-348, (1986)
- [25] Young R.; Rowell R.; Shulz T.P. ; Narayan R. (1992). Activation and Characterization of Fiber Surfaces for Composites in Emerging Technologies for Materials and Chemicals from Biomass, Eds., American Chemical Society, pag.115 Washington D.C., 115.
- [26] Goring D.; Bolam F. (1976). Plasma-Induced Adhesion in Cellulose and Synthetic Polymers in *The Fundamental Properties of Paper Related to its uses*, Ed., Ernest Benn Limited, pag.172, London.
- [27]. Chan C.M.; Ko T.M.; Hiraoka H.; Polymer surface modification by plasmas and photons. *Surface Science Reports* 24 (1996) 1-54.
- [28] Situma C.; Wang Y.; Hupert M.; Barany F.; McCarley R.L.; Soper S.A. Fabrication of DNA microarrays onto poly(methyl methacrylate) with ultraviolet patterning and microfluidics for the detection of low-abundant point mutations. *Analytical Biochemistry* 340 (2005) 123-135.
- [29] Nahar P.; Naqvi A.; Basir S.F.; Sunlight-mediated activation of an inert polymer surface for covalent immobilization of a protein. *Analytical Biochemistry* 327 (2004) 162-164.
- [30] Uyama Y.; Kato K.; Ikada Y. : Surface modification of polymers by grafting. *Adv. Polym. Sci.*, 137,1-39, (1993)
- [31] Xing C.-M.; Deng J.-P.; Yang W.-T. Synthesis of antibacterial polypropylene film with surface immobilized polyvinylpyrrolidone-iodine complex. *Journal of Applied Polymer Science* 97 (2005) 2026-2031