

FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE CHIMIE

N° :



DOMAINE: SCIENCE DE LA MATIERE
FILIERE : CHIMIE
OPTION : CHIMIE DES MATERIAUX

Mémoire présenté pour l'obtention
Du diplôme de Master Académique

Par:

GASMI SALIMA

BELGUENDOZ CHAHRAZAD

Intitulé

Elaboration et caractérisation d'un
matériau composite renforcé par les
fibres de paille de blé

Soutenu devant le jury composé de:

BENYAHIA AZZEDINE

Université de M'sila

Président

DAGHFEL NADIR

Université de M'sila

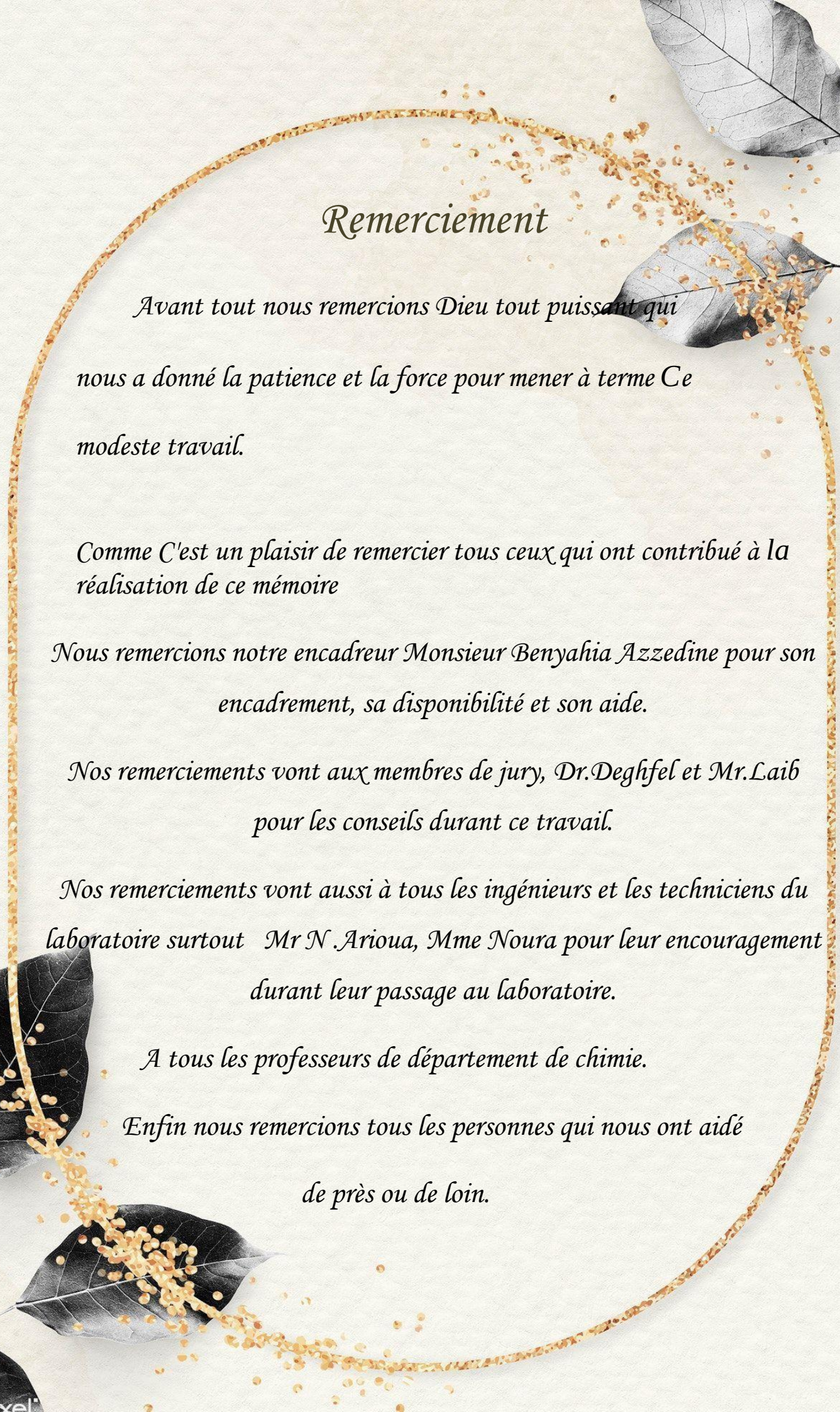
Rapporteur

LAIB NOURI

Université de M'sila

Examineur

Année universitaire : 2019 /2020

A decorative circular frame made of gold glitter particles, with several dark green leaves scattered around it, some inside and some outside the circle.

Remerciement

*Avant tout nous remercions Dieu tout puissant qui
nous a donné la patience et la force pour mener à terme Ce
modeste travail.*

*Comme C'est un plaisir de remercier tous ceux qui ont contribué à la
réalisation de ce mémoire*

*Nous remercions notre encadreur Monsieur Benyahia Azzedine pour son
encadrement, sa disponibilité et son aide.*

*Nos remerciements vont aux membres de jury, Dr.Deghfel et Mr.Laib
pour les conseils durant ce travail.*

*Nos remerciements vont aussi à tous les ingénieurs et les techniciens du
laboratoire surtout Mr N.Arioua, Mme Noura pour leur encouragement
durant leur passage au laboratoire.*

A tous les professeurs de département de chimie.

*Enfin nous remercions tous les personnes qui nous ont aidé
de près ou de loin.*

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

A celle qui m'a donné la vie et l'envie de vivre

*A celle qui m'a entouré de sa tendresse, à ma très chère **Maman.***

A Celui qui a été toujours là pour moi, à Celui qui m'indique la bonne voie

en me rappelant que la volonté et un secret

*de succès, à mon cher **Papa.***

*A Mes très chers frères : **Bilal, Raouf, Laarbi et Miloud.***

*A Mes Sœurs : **Galya, Dalal, Naima et Foziya.***

*A mon fiancé **Riad.***

A toutes mes accompagnantes sans exception et spécialement

Iman, Ilhem, Khawla, Fatima, Fairouz, Kenza , Karima et Amel.

A tous ceux qui m'ont encouragé à faire mon voyage de succès et d'excellence.

Gasmi Salima.

Table des matières	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction générale	1
Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites	
I. Historique	3
I.1.Définition d'un matériau composite	3
I.2.Les constituants des matériaux composites	4
I.2.1 Matrice	4
I.2.2. Renforts	5
I.3. Différent type de matrice	6
I.3.1. Matrices thermodurcissables	6
I.3.1.1.Résines polyesters	6
I.3.1.2. Résine époxyde	8
I.3.1.3 Résine phénolique	8
I.3.2. Matrices Thermoplastiques	8
I.3.3.Matrices thermostable	9
I.3.4. Matrices céramiques	9
I.3.5. Matrice métallique	9
I.4. Diffèrent types de renforts	9
I.4.1. Fibres de verre	10
I.4.2. Fibres de bore	10
I.4.3 . Fibres aramide	10
I.4.4. Fibres naturelles	10
I.4.5. Fibres d'alfa	11
I.5. Mise en œuvre des matériaux composite	11
I.5.1. Moulage au contact	11
I.5.2. Moulage par projection simultanée	12
I.5.4. Moulage par transfert de résine	13
I.5.5. Moulage sous vide	13
I.6. Structure des matériaux composites	14
I.6.1. Les monocouche	14
I.6.2.Sandwich	14
I.6.3.Les Stratifiés	15

I.7. Les avantages et les inconvénients d'un matériau composite	16
---	----

Chapitre II: Structure de la paille de blé traitements Chimiques

II.1.Introduction	18
II.2. Structure microscopique de paille de blé	19
II.3.La composition chimique de paille de blé	20
II.3.1.La cellulose	20
II.3.2.L'hémicellulose	22
II.3.3. La lignine	23
II.3.4.Cire	23
II.3.5.Le pectine	23
II.4. Propriétés physicochimiques et mécaniques de fibre végétale	24
II.5.Les avantages et les inconvénients des fibres végétales	25
II.5. Traitement des fibres végétales	27
II.7.1.Traitement par le soude NaOH	27
II.7.2.Traitement par KMnO ₄	28
II.7.3.Traitement par le silane	29
II.7.4.Traitement par acylation	30
II.7.5.Traitement au dichromate de potassium	30
II.8.les paramètre qui influencent sur comportement mécanique d'un composite	31
II.8.1 I.8.1. L'orientation des fibres	31
II.8.2. Taux de renforcement	31

Chapitre III :Résultats et discussion (étude comparative des matériaux composite)

Liste des figures

Figure 1 : Représentation schématique d'un matériau composite.

Figure 2 : Type de matrice.

Figure 3: Divers monomères utilisés dans la synthèse des polyesters insaturés .

Figures4: La plante d'Alfa sur les hauts plateaux algériens

Figures 5: moulage au contact.

Figure 6 : méthode de moulage par projection simultanée.

Figure 7: Méthode de moulage par compression.

Figure 8 : Principe du moulage par injection Résine.

Figure 9 : Méthode du moulage sous vide.

Figure 10 : composite monocouche.

Figure 11: composite Sandwichs.

Figure 12: Composite Stratifiés.

Figure 13 : Croquis d'un plant de blé .

Figure 14: Schéma d'une coupe longitudinale (à gauche) et photographie d'une coupe radiale au microscope optique polarisé d'une paille de blé (à droite).

Figure 15 : Molécule de la cellulose.

Figure 16: Structure de la microfibrille de cellulose.

Figure 17: Structure d'un type de xyloglucane .

Figure 18: Motifs élémentaires de lignine .

Figure 19 : Structure d'une chaîne d'acide polygalacturonique et formation d'un coude par la présence de rhamnose.

Figure 20: Réaction de traitement par la soude.

Figure 21: Principe d'interaction fibre naturelle/silane .

Figure 22: réaction d'acétylation .

Figure 23: Surface des fibres de paille de blé selon différentes méthodes (a) Traitement mécanique et (B) Traitement chimique.

Figure 24: Courbes TGA de fibres de paille de blé préparées par différents processus (n = 2)

Figure 25: Mécanisme proposé pour la formation de WS Composite Super absorbent

Figure 26: Spectres FTIR du WS brut (A), WS (B) MAH (B) et supposite WS (C).

Figure 27: Motifs XRD pour le WS brut (A), WS (B) MAH (B) et WS Composite super absorbent (C)

Liste des tableaux :

Tableau 1:Composition chimique de quelques fibres végétales

Tableau 2: représente quelques avantages et inconvénients d'utilisation de fibres naturelles dans un composite .

Tableau 3:caractéristique de dégradation de la paille de blé(n=2)

Liste des abréviations

DP: Le degré de polymérisation.

MC : Matériau composite

CMM: Composites à matrice métallique.

CMM : Composites à matrice minérale.

CMO : Composites à matrice organique.

GD: Grande diffusion .

TD : Thermodurcissables.

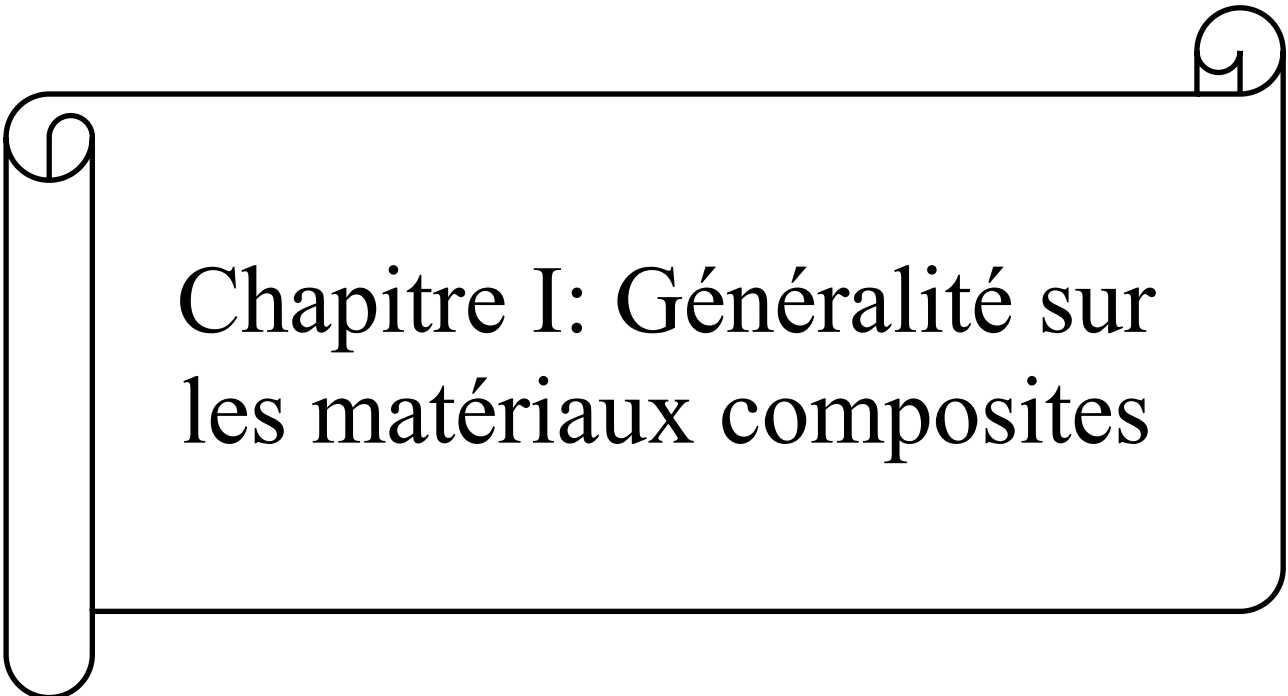
TP : Thermoplastique.

Introduction générale

De nos jours, les matériaux composites ont connu un développement très remarquable car ils sont demandés dans de nombreux domaines industriels tels que l'industrie automobile, les navires, l'aviation, etc. Où les composés sont des matériaux importants par rapport aux autres matériaux traditionnels. Ils possèdent d'excellentes propriétés mécaniques et physiques telles que la légèreté, la résistance mécanique, la durabilité, un faible coût [1]. Malgré cette grande importance, ils présentent certains inconvénients tels que, manque d'adhérence et incompatibilité entre les deux propriétés hydrophobes et hydrophiles présentes dans la matrice polymérique et les renforcement car ces derniers sont hydrophiles tandis que les résines sont hydrophobes, ce qui conduit à une faible adhérence et affecte négativement l'efficacité mécanique du composite. Pour réduire ces problèmes, nous devons utiliser des méthodes qui nous permettent d'améliorer les liaisons entre les fibres et la matrice comme le traitement alcalin, le traitement avec des silanes ou encore avec d'autres produits chimiques ont permis d'améliorer la compatibilité des paille de blé avec la matrice polymérique.

Ce manuscrit se compose de 3 chapitres:

Dans le premier chapitre nous aborderons des généralités sur les matériaux composites. Le second chapitre présente la structure de fibre de la paille de blé et traitements Chimiques, la dernière chapitre présente une étude comparative sur matériaux composites.

A decorative frame shaped like a scroll, with a vertical strip on the left and a horizontal strip on the right, both ending in rounded, scroll-like tips.

Chapitre I: Généralité sur les matériaux composites

I. Historique

Les matériaux composites sont vieux comme le monde. Il y a plus de 4000 ans, les artisans de l'ancienne l'Egypte savaient améliorer les performances mécaniques des briques en ajoutant un certain taux de la paille courte à l'argile fraîchement préparée. Plusieurs matériaux naturels comme les os (mélange complexe de collagène et de phosphate de calcium), le bois (fibre de cellulose dans une matrice de lignine) le corps humain peuvent être considérés comme des matériaux composites [2]. Depuis plus de 4 décades, les bateaux de plaisance sont essentiellement fabriqués à l'aide de matériaux composites, et le développement actuel de ces matériaux à matrice organique et à renfort fibreux constitue un événement important dans l'histoire récente des matériaux. Une gamme croissante de fibres et de résines est utilisée par l'industrie que ce soit dans l'automobile, dans l'aérospatiale, dans l'industrie navale ou en robotique etc. Ces matériaux sont particulièrement adaptés aux structures qui requièrent à la fois haute résistance et excellente rigidité, avec en même temps une grande légèreté. En effet, ces composites présentent un certain nombre d'avantages par rapport aux matériaux métalliques : résistance à la fatigue mécanique, insensibilité à la corrosion, facilité et possibilité de mise en œuvre ainsi qu'un faible coût [3]. Néanmoins, malgré un important développement, la conception des composites reste encore largement artisanale, et le calcul de ses structures s'appuie beaucoup plus sur l'expérience que sur une démarche explicitement scientifique [4].

I.1. Définition d'un matériau composite

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux matériaux de natures différentes, se complétant et permettant d'aboutir à un matériau dont les performances sont supérieures à celles des composants pris séparément. Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase discontinue, appelée renfort ou matériau renforçant, est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue, appelée matrice(Figure1)[5].

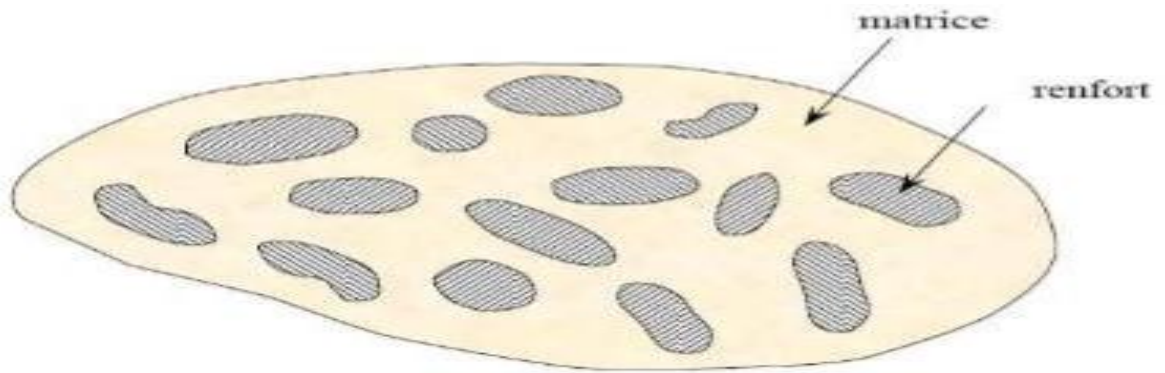


Figure 1: Représentation schématique d'un matériau composite [6].

I.2. Les constituants des matériaux composites

I.2.1. Matrices

La matrice est composée d'une résine et de charges dont le but est d'améliorer les caractéristiques de la résine tout en diminuant le coût de production d'un point de vue mécanique, l'ensemble résine-charge se comporte comme un matériau homogène, et le composite est considéré comme constitué d'une matrice et d'un renfort. La classification des types de matrice couramment rencontrée est donnée sur la figure 2.

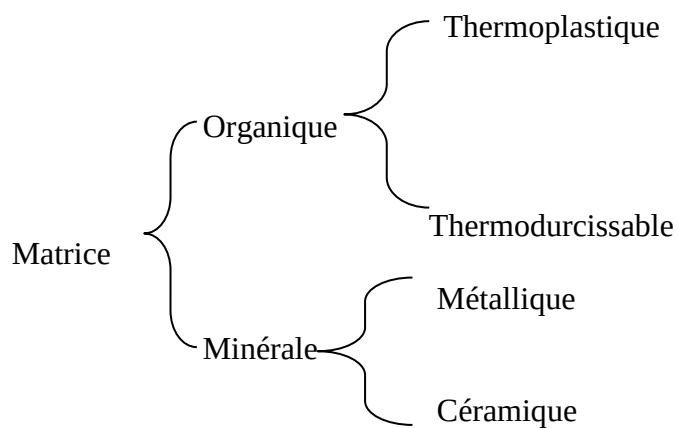


Figure 2 : Type de matrice. [7]

Les résines utilisées dans les matériaux composites ont pour rôle de transférer les sollicitations mécanique à la fibre et de les protéger de l'environnement extérieur. Les résine doivent donc être assez déformables et présenter une bonne compatibilité avec la fibre. En outre, elles doivent avoir une masse volumique faible de manière à conserver aux matériaux Les deux types de résines qui sont, actuellement, utilisées présentent des propriétés foncièrement différentes composites des caractéristiques mécanique spécifiques élevées. Compte tenu de ces contraintes, les résines utilisées sont des polymères, modifiés par différents adjuvants et additifs : agents de démoulage, stabilisants, pigments. Les résines sont livrées en solution, sous forme de polymères non réticulés en suspension dans des solvants qui empêchent le pontage entre les macromolécules pré polymérisées. Sous l'action de la chaleur, des liaisons se développent entre les chaines du pré polymère pour constituer un polymère réticulé suivant une structure tridimensionnelle. Deux grandes familles de résines polymères existent : Les résines thermoplastiques et les résines thermodurcissable. Ces deux types de résine possèdent la faculté de pouvoir être moulés ou mis en forme, pour donner soit un produit fini, soit un produit semi-fini dont la forme peut être modifiée. La résine utilisée dans les matériaux composites pour rôle de transférer la mécanique aux fibres et de protéger les fibres vis-à-vis des agressions extérieures .Les résine doivent donc être assez déformables et présenter une bonne compatibilité avec la fibre. En outre, elles doivent avoir une masse volumique faible de manière à conserver aux matériaux composites des caractéristiques mécaniques spécifique élevées[7].

I.2.2.Renfort

Le renfort, souvent sous forme de fibres, sert au transfert des charges mécanique. Les fibres ont une forme remarquable dans la matrice qui possède des propriétés qui s'approchent de plus en plus de celles prévues par la théorie. Ces propriétés sont impressionnantes à cause de leur forme et des moyens de fabrication. La structure moléculaire d'une fibre est généralement alignée. Dans le sens de l'axe de fibre ce qui produit une structure forte dans cette direction. Les fibres sont donc fortes mais finies, ce qui leur confère une grande souplesse. On les commercialise essentiellement sous forme de fibres courtes ou fibres longues. Les fibres peuvent se présenter sous forme linéique, surfacique et multidirectionnelle[8].

I.3. Différent types de matrices

I.3.1. Matrices thermodurcissables

Les résines thermodurcissables(TD) sont, en général, associées à des fibres longues. Les polymères thermodurcissables ont la forme d'un réseau tridimensionnel ; au cours de la polymérisation, ce réseau se pont (double liaison de polymérisation) et durcit de façon définitive lors du chauffage selon la forme souhaitée .La transformation est irréversible. Les résines thermodurcissables principalement utilisées actuellement sont :[8]

I.3.1.1.Résines polyesters

Les polyesters insaturés sont les résines les plus utilisées dans les applications grand diffusion. Elles se présentent sous la forme d'une solution polyacide plus polyalcool qui se rigidifie sous l'action d'un catalyseur et de l'action de la chaleur. Elles présentent le grand défaut d'émettre des vapeurs de styrène au cours de la polymérisation et d'être difficiles à stocker[8].

- **Préparation de polyesters insaturés**

Trois monomères principaux sont employés pour la synthèse des polyesters non saturés: le propane-1,2- diol (propylène glycol), l'anhydride benzène di carboxylique (anhydride but-2-ènedioïque (anhydride maléique).On obtient des polyesters ayant une masse molaire faible en utilisant une proportion non équilibrée des monomères et en limitant le degré de conversion[9].

- **polycondensation**

Pendant la réaction de polycondensation, il se produit une certaine isomérisation des unités but-2-ènedioïque cis de la chaîne de l'unité transe plus réactives. La dénomination polyester insaturé provient de la présence de ces liaisons doubles dans la chaîne. Celles-ci copolymérisent avec le styrène lors de la réticulation qui utilise en général un amorçage radicalaire classique [9] .

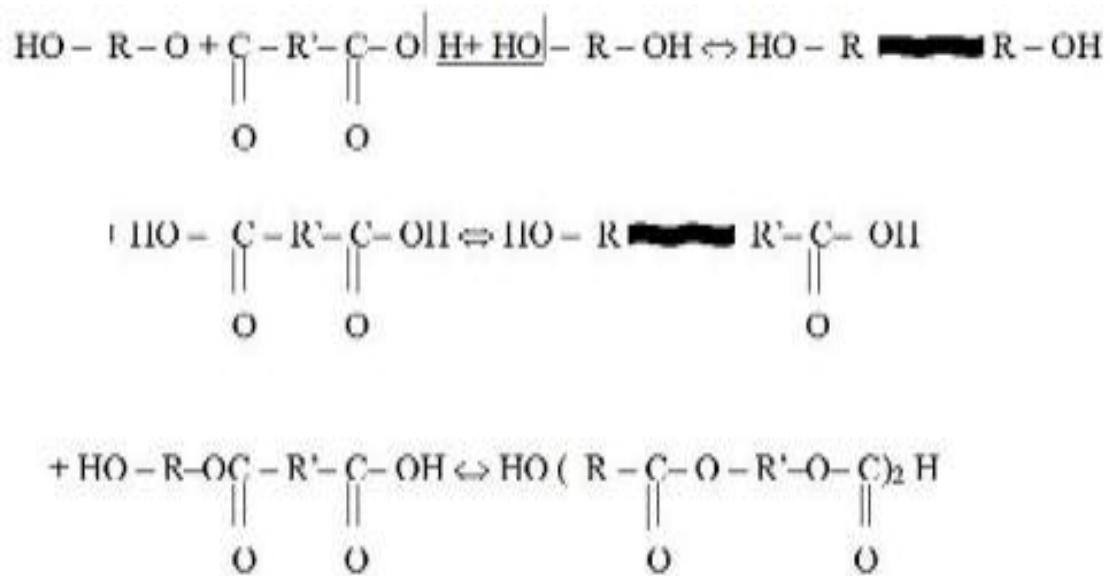
- **1^{ère} stade: mono ester**



- **2^{ème} stade : poly estérification**

Le mono ester peut réagir sur une molécule de glycol, d'acide ou sur lui-même. On ajuste la réactivité du polyester en changeant le rapport initial d'anhydride but-2- ènedioïque (anhydride maléique) et d'anhydride benzène –1-2-di carboxylique (anhydride phtalique) car ce dernier ne réagit pas avec les amorceurs radicalaires. L'éthane-1,2-diol est un autre diol

fréquemment employé.



En plus de ces monomères traditionnels, de larges variétés de monomères sont utilisés (Figure 3)

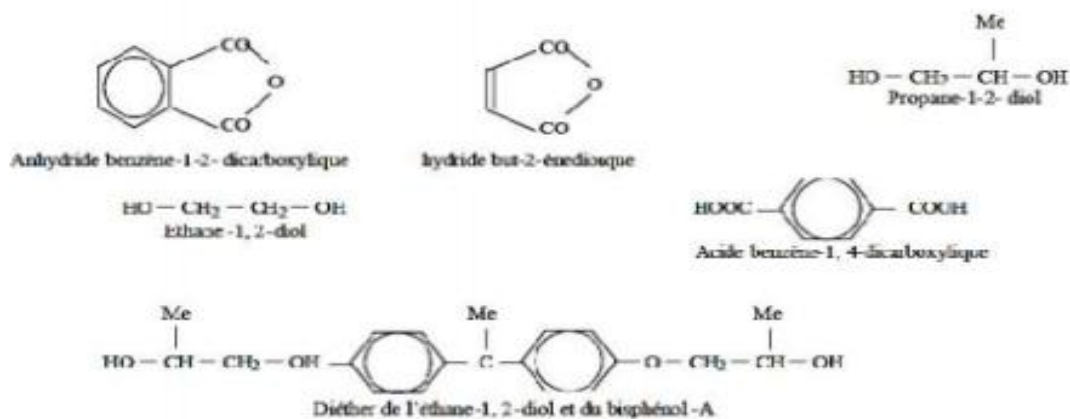


Figure 3: Divers monomères utilisés dans la synthèse des polyester insaturés [9].

• Réaction de réticulation

La résine de polyester insaturée est copolymérisée avec un monomère de faible masse molaire, comme le styrène, en employant un système amorceur produisant des radicaux libres. Cette réaction est entièrement analogue aux polymérisations des monomères vinyliques conventionnelles. Deux types d'amorceurs radicalaires sont généralement employés : les systèmes faisant intervenir des amorceurs radicalaires réactifs à haute température, comme l'hydro peroxyde de butane et les amorceurs redox travaillant à température ambiante [10].

Avantages et l'inconvénient des polyesters insaturés:[11]

- Une bonne rigidité résultant d'un module d'élasticité assez élevé.
- Une bonne stabilité dimensionnelle.
- Une bonne mouillabilité des fibres et des tissus.
- La facilité de mise en œuvre.
- Une bonne tenue chimique.
- Un faible coût de production.
- Une bonne résistance chimique aux hydrocarbures (essence, fuel, etc.) à température ambiante, etc.
- Une tenue médiocre en température : inférieure à 120 °C.
- Une sensibilité à la fissuration, essentiellement dans le cas de chocs.
- Une dégradation à la lumière par les rayons ultraviolets.

I.3.1.2. Résine époxyde

C'est la plus utilisée dans l'aéronautique ; elle présente un bon accrochage sur les fibres et de bonnes propriétés mécaniques. Elle possède de bonnes propriétés jusqu'à une température de 170°C mais elle est plus coûteuse que la résine polyester [8].

I.3.1.3 Résine phénolique

Les résines phénoliques sont obtenues par la polycondensation du phénol et du formol ; elles présentent une très bonne tenue au feu, sans fumée (d'où leur utilisation dans le ferroviaire). Elles sont fragiles, sensibles à l'humidité, difficiles à mettre en œuvre.[8]

I.3.2. Matrices Thermoplastiques

La famille des résines thermoplastiques (on parle de "plastique") est très vaste, et peut être séparée en plastiques de grande diffusion et plastiques techniques (ou techno polymères). Les plastiques de grande diffusion sont mis en œuvre soit par injection pour obtenir des objets moulés, soit par extrusion pour obtenir des films, des plaques, des tubes, des profilés, des plastiques techniques sont généralement mis en œuvre par injection. Parmi les résines thermoplastiques, nous citerons: le polychlorure de vinyle, le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène, le polyamide, le polycarbonate, etc. L'intérêt des thermoplastiques réside dans leur faible coût, résultant à la fois de matières premières disponibles et des procédés de fabrication. Toutefois, ce faible coût est lié à des propriétés mécaniques et thermomécaniques faibles. Les divers thermoplastiques peuvent être renforcés par des fibres et font partie alors des matériaux composites. Cependant, dans le domaine des composites, les résines thermoplastiques ont un développement limité, du fait de la nécessité de faire appel à des

transformations à hautes températures de produits solides [11] .

I.3.3. Matrices thermostable

Les résines thermostables se distinguent des autres résines, précédemment considérées, essentiellement par leurs performances thermiques qui conservent leurs propriétés mécaniques pour des températures plus élevées que 200 °C. Dans la pratique nous retrouvons pour ces résines les deux grandes familles des résines thermoplastiques et thermodurcissables. Les résines thermostables sont développées surtout dans les domaines de l'aviation et de l'espace, où les laboratoires cherchent à mettre au point de nouvelles résines. Parmi les résines thermostables, les résines bismaléimides et polyamides sont les plus utilisées. Les résines bismaléimides sont des résines dont le réseau est élaboré à des températures de 180 à 200 °C. Les procédés de moulage sont identiques à ceux des composites à matrice thermodurcissable de type polyester ou époxyde. Les résines polyimides sont apparues sur le marché vers 1970. Ce sont des résines à haute résistance thermique, mais de prix très élevé. Ces résines permettent d'obtenir des composites de résistances supérieures, à 250 °C, à la résistance de l'aluminium [11].

I.3.4. Matrices céramiques

Les matériaux utilisés sont les carbures de silicium et de carbone. Ils sont utilisés pour la fabrication des pièces qui subissent des contraintes d'origine thermique et leur coût est très élevé [12] .

I.3.5. Matrice métallique:

L'utilisation des matrices métalliques est encore actuellement en grande partie à un stade préindustriel. Plusieurs matériaux composites tels que ; l'Aluminium et ses alliages, Nickel, Titane, présentent une bonne conductibilité électrique et thermique, une bonne tenue à des températures élevées et de plus ils possèdent de bonnes caractéristiques mécaniques transverses. Leur fabrication conduit à des coûts très élevés [8] .

I.4. Différents types de renforts

I.4.1. Fibres de verre

Elles constituent le renfort essentiel des composites de grande diffusion. Elles sont obtenues à partir de sable (silice) et d'additifs (alumine, carbonate de chaux, magnésie, oxyde de bore)[13] .

I.4.2. Fibres de bore

Elles peuvent être noyées sans difficulté dans des matrices métalliques et également organiques. Pourtant leur fabrication ne se fait pas facilement. Le bore est dur, fragile, rigide et ne peut pas être étiré. Par conséquent la fabrication des fibres de bore se fait par dépôt en phase vapeur du bore sur un filament de tungstène. Les fibres de bore possèdent des propriétés élevées en traction mais il faut également noter leurs bonnes propriétés en compression[8]

I.4.3. Fibres aramides

Les fibres aramides à caractéristiques mécaniques élevées sont généralement connues sous le nom de "KEVLAR", nom commerciale de la fibre. Les fibres aramides sont des fibres polyamides ou polyamides aromatiques [14] .

I.4.4. Fibres naturelles

Pourront constituer une alternative intéressante aux fibres de verre en raison de leur plus grande facilité de recyclage lorsque leurs propriétés physiques seront mieux appréhendées. Les industriels et certains CRITT développent des composites avec des fibres naturelles (lin, chanvre, mais également sisal) qui apparaissent plus écologiques que les fibres de verre, en particulier plus facilement recyclables car elles peuvent être brûlées. En outre :

- Leurs propriétés mécaniques pourraient atteindre celles des fibres de verre
- La fibre se travaille très facilement avec les technologies du textile(tissage).
- Les fibres naturelles présentent plusieurs verrous techniques majeurs pour une utilisation massive dans les matériaux composites:
- Elles ne sont pas fabriquées par un processus industriel et la reproductibilité de leurs caractéristiques physiques ne peut donc pas être parfaitement maîtrisée [8] .

I.4.5. Les fibres d'alfa

est une plante vivace de la famille des graminées. Le nom latin d'alfa est *Stipa*, le nom anglais est Esparto Grass. La plante est une graminée et est un membre de la famille des herbes. C'est une plante permanente qui ne disparaît pas pendant l'hiver et qui pousse indépendamment formant des nappes. Grâce à la faible consommation d'eau, l'alfa est endémique dans la région méditerranéenne d'Ouest, une région plutôt sèche. Elle pousse abondamment en Afrique du nord (Figure 4). On estime que le Maghreb peut produire annuellement 525 milliers de tonnes. En Algérie, l'alfa peuple essentiellement les hautes plaines steppiques. Exactement dans la région de Laghouat ; Djelfa, Djebel Mâadid et elle se trouve aussi à Oran et l'axe Saïda et Nâama [9].

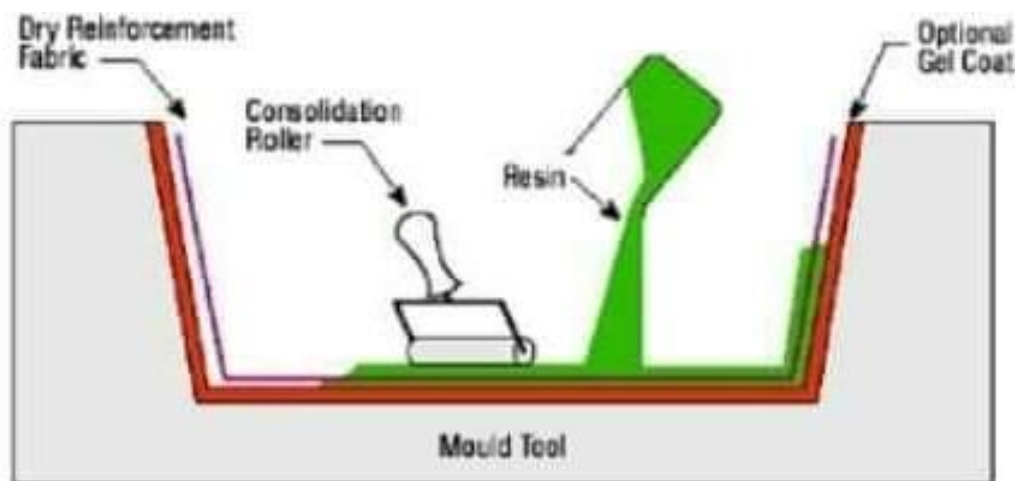


Figure 4: La plante d'Alfa sur les hauts plateaux algériens [9] .

I.5. Mise en œuvre des matériaux composites.

Il existe différentes techniques pour élaborer des matériaux composites, mais les plus utilisées sont :

I.5.1. Moulage au contact : c'est une technique qui consiste à réaliser des pièces prototypes ou de simulation. Son principe consiste à imprégner manuellement les renforts disposés dans un moule. C'est une technique onéreuse et lente mais fabrique des pièces de formes complexes (Figure 5) [15] .



Figures 5: moulage au contact [16].

I.5.2.Moulage par projection simultanée:

même principe avec le moulage au contact mais les fibres coupées sont projetées au pistolet la figure 6 présente la méthode de moulage par projection simultanée [15].

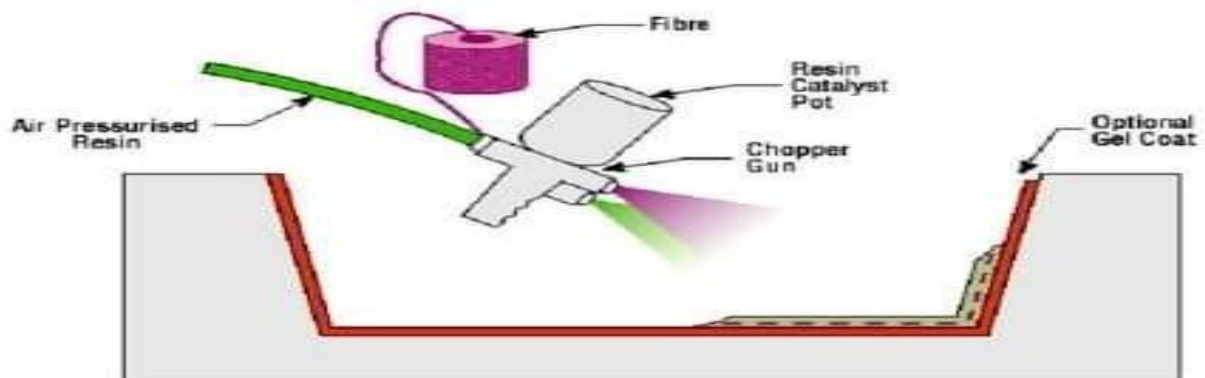


Figure 6: méthode de moulage par projection simultanée [16] .

I.5.3.Moulage par compression

C'est l'un des procédés les plus économiques pour la production de grandes séries de pièces de petites et de moyennes dimensions. Dans ce procédé, on place une préforme de compound de moulage (résine, renfort, catalyseur et additifs déjà pré-mélangés dans des proportions optimales) dans la cavité d'un moule chauffé, et ensuite on la presse aux dimensions finales (voir la figure 7). On utilise des pressions qui vont de 0.5 à 15 MPa [16].

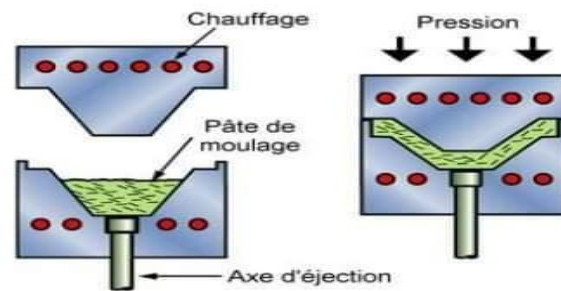


Figure 7: Méthode de moulage par compression.

I.5.4. Moulage par transfert de résine

Le moulage par transfert de résine consiste à imprégner un renfort placé à l'intérieur d'un ensemble moule et contre-moule très rigide et fermé. L'alimentation des résines est réalisée par le vide ou par l'injection de la résine. Cette méthode permet d'atteindre des taux volumiques élevés des fibres, d'où l'obtention de pièces à caractéristiques mécaniques élevées. Ce procédé de moulage convient à la réalisation de pièces profondes et de formes complexes(voir la figure 8) [16].

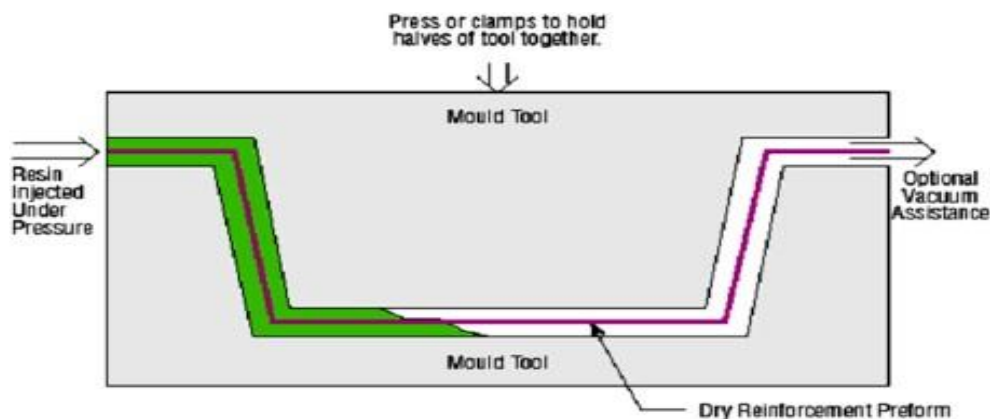


Figure 8: principe du moulage par injection de Résine [16].

I.5.5.Moulage sous vide

Les renforts fibreux sont placés à sec sur un film démoulant qui épousé les formes du moule. Une membrane souple joue le rôle de contre- moule et assure l'étanchéité. Le vide crée permet à la résine de se diffuser dans les renforts fibreux et cavités. Cette méthode pourrait être combinée avec un système de chauffage qui servirait à polymériser le résine. comme représente dans la figure 9 .Aux conditions ambiantes, la pression qui fait couler la résine est égale à la pression atmosphérique de 1 atm [16].

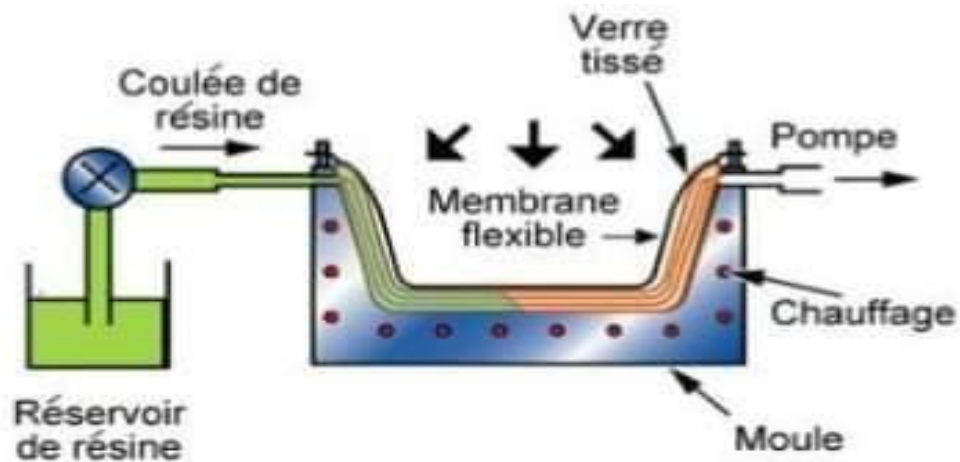


Figure 9: Méthode du moulage sous vide [16] .

I.6. Structure des matériaux composites[17]

Les structures des matériaux composites peuvent être classées en trois types:

- ✓ Les monocouches.
- ✓ Les sandwichs.
- ✓ Les stratifiées.

I.6.1. Les monocouches:

Les monocouches sont les éléments de base des structures composites. Des fibres unidirectionnelles placées dans le plan médian sont emprisonnées dans une matrice polymère (voir la figure 10). Ils sont caractérisés par le type de renfort utilisé : des fibres longues (unidirectionnelles ou non), courtes, sous forme de tissus, de rubans[17].



Figure 10 : composite monocouche[17]

I.6.2. Sandwichs:

Les structures composites subissant des sollicitations de type flexion ou torsion sont généralement construites en matériaux sandwichs(voir la figure 11). Une structure sandwich est composée d'une âme et de deux peaux en matériaux composites. L'assemblage

est réalisé par collage à l'aide d'une résine compatible avec les matériaux en présence. Les âmes les plus utilisées sont de type nid d'abeilles, âme ondulée ou mousse. Les peaux sont généralement constituées de structures stratifiées [17] .

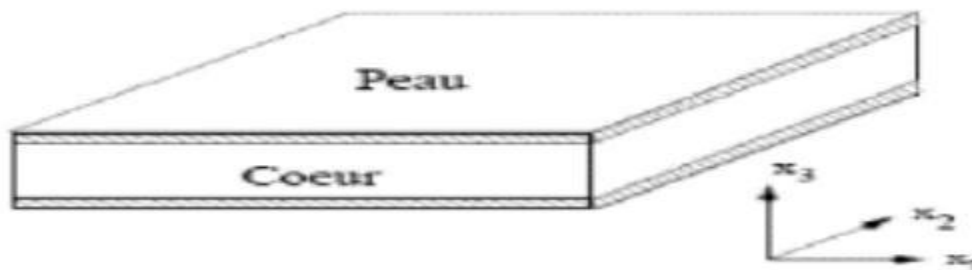


Figure 11: composite Sandwichs[17].

I.6.3 Les Stratifiés:

On appelle stratifié un matériau composé d'un ensemble ordonné de couches d'orientation et d'épaisseur données, constituées de divers matériaux. Une couche d'un stratifié est souvent appelée une strate. Le type de stratifiés est défini généralement par sa séquence d'empilement, information qui fournit de manière synthétique l'orientation des diverses couches d'un stratifiés (voir la figure 12). L'avantage que présentent les composites stratifiés est de permettre de créer des matériaux aux propriétés mécaniques orientées de manière optimale afin de mieux répondre aux sollicitations de la structure [18] .

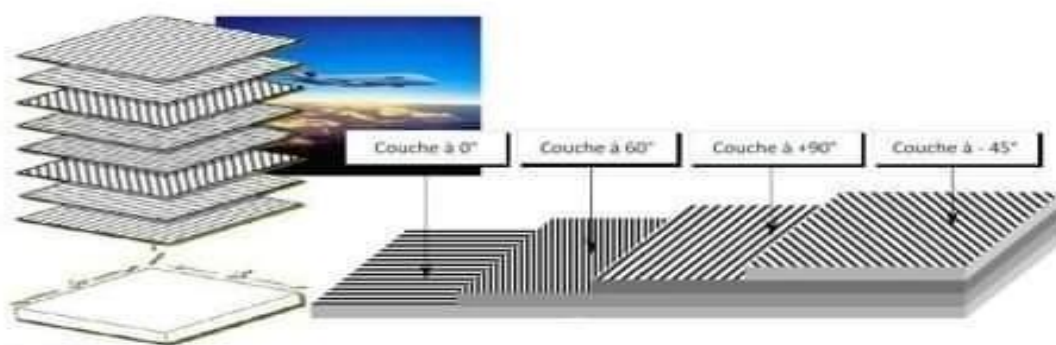


Figure 12 : Composite Stratifies [18] .

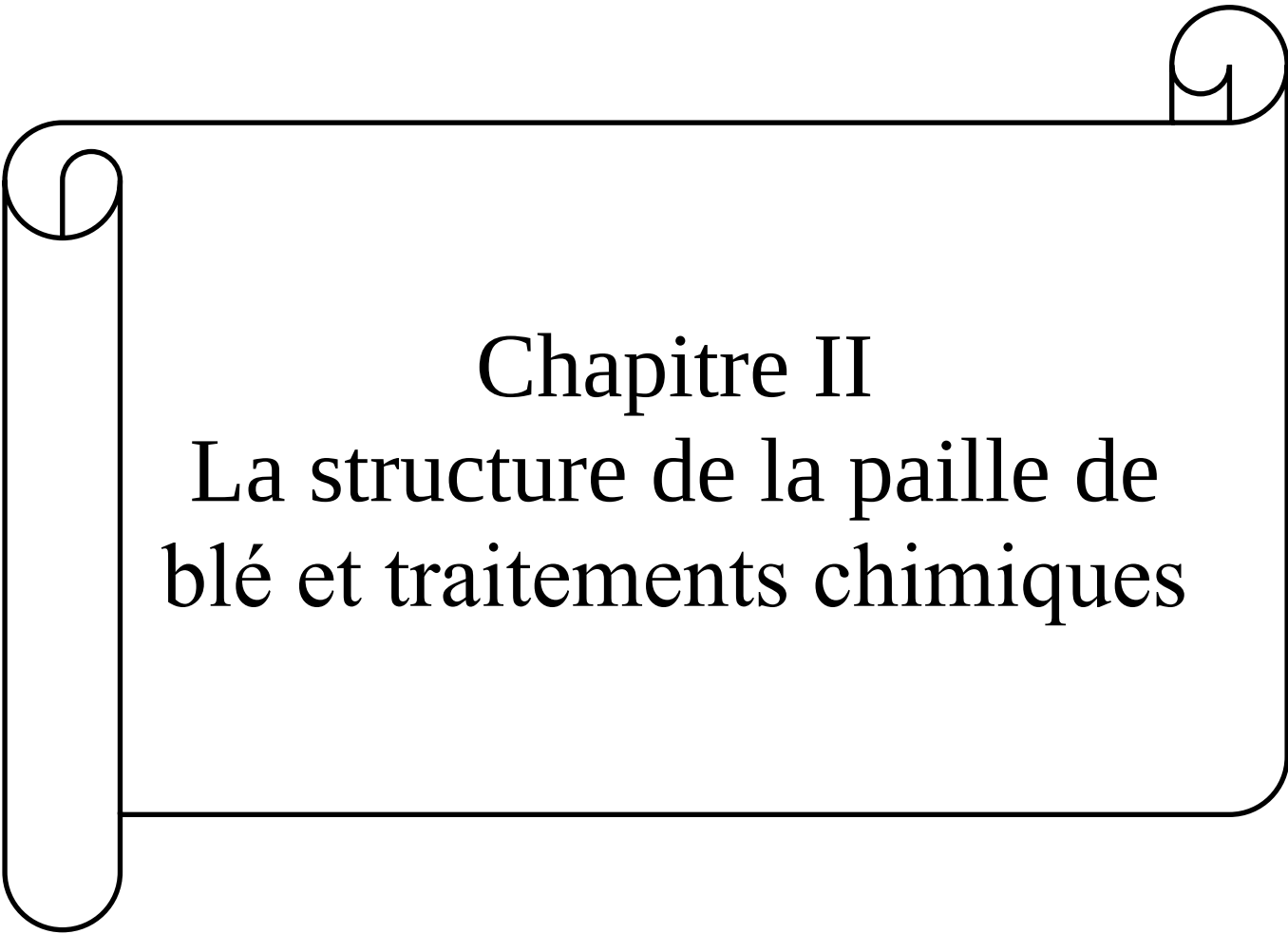
I.7. Les avantages et les inconvénients d'un matériaux composites [15]

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

- ✓ Leur légèreté.
- ✓ Leur résistance à la corrosion et aussi à la fatigue.
- ✓ Leur insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants.
- ✓ Leur possibilité de prendre plusieurs formes, d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit. Inconvénients qui freinent leur diffusion :
- ✓ Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication.
- ✓ La gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte.

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

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

A decorative border resembling a scroll or ribbon, with loops at the top right and bottom left corners, framing the chapter title.

Chapitre II

La structure de la paille de blé et traitements chimiques

II.1.Introduction

Le « blé » est un terme générique qui désigne plusieurs céréales appartenant au genre *Triticum*. Ce sont des plantes annuelles, monocotylédones appartenant à l'ordre des Poales et de la famille des graminées, cultivées dans de très nombreux pays. Dans le langage courant, le terme « blé » désigne également le grain produit par ces plantes. Le blé appartient, avec l'orge, l'avoine, le seigle et le riz à la catégorie des céréales à pailles. Elles sont caractérisées par la présence d'une tige, surmontée par des grains indéhiscents riches en hydrates de carbone(voir la figure 13) [19]. La culture du blé a été un élément fondateur des premières civilisations humaines. En plus de son intérêt comme une des principales céréales apportant l'énergie dans l'alimentation, le blé est aussi "la première source de protéines dans les pays en voie de développement". Les réserves mondiales de blé sont en nette diminution. Par conséquent, il est important d'améliorer la rusticité et la qualité nutritionnelle du blé et cela dans une perspective d'agriculture durable, plus économe en intrant et plus respectueuse de l'environnement. En effet une production insuffisante pour couvrir les besoins du marché national et alimenter les stocks pousse à faire un recours systématique aux importations cette faiblesse de la production de blé en Algérie était toujours liée aux effets du stress hydrique qui se fait ressentir de manière très importante depuis la dernière décennie [20].



Figure 13 : Croquis d'un plant de blé [19] .

II.2. Structure de paille de blé

Lors de la récolte, la paille de blé est coupée par une moissonneuse-batteuse à une hauteur variable. Le grain est débarrassé de la paille et des feuilles qui sont rejetées au champ sous forme d'andains ». est alors utilisé pour désigner les tiges et feuilles sèches débarrassées de grains. La paille est donc constituée de trois parties majeures : la tige, les nœuds et les feuilles. La tige a pour rôle de porter les organes reproducteurs et les feuilles, ainsi que le système de transport de l'eau et des nutriments. C'est un cylindre creux .constitué de couches concentriques et divisé par les nœuds sur lesquels se développent les feuilles . Dans le cas du blé, il y a 5 à 6 nœuds sur la plante à maturité. Les entre-nœuds, qui représentent environ 50 % de la masse de la paille, lui donnent sa résistance mécanique alors que les nœuds et les feuilles ont une moins bonne tenue mécanique, car ils contiennent plus de minéraux et moins de cellulose. Afin d'augmenter leur résistance à la verse, les blés cultivés de nos jours ont des pailles relativement courtes (70 à 90 cm) pour un diamètre compris entre 3,0 et 3,5 mm [19] .Les coupes longitudinales et radiales (Figure 14) apportent des informations sur la structure microscopique de la paille de blé. Cette céréale est constituée de couches à la structure tubulaire qui s'organisent de manière concentrique autour du lumen. En allant de la périphérie vers le centre, se trouvent l'épiderme, le sclérenchyme, le parenchyme et la moelle (cette dernière n'est pas toujours présente et parfois confondue avec le parenchyme). Chacune de ces couches se compose de cellules de natures diverses qui peuvent être décrites rapidement. L'épiderme est riche en cellulose et forme la couche externe dure et rigide qui entoure la tige. Il est aidé dans cette fonction par le sclérenchyme qui est un tissu très lignifié et donc très rigide. Le parenchyme quant à lui, est un matériau cellulaire composé principalement de cellulose et qui contient de larges faisceaux vasculaires chargés du transport de l'eau et des nutriments le long de la tige [19] .

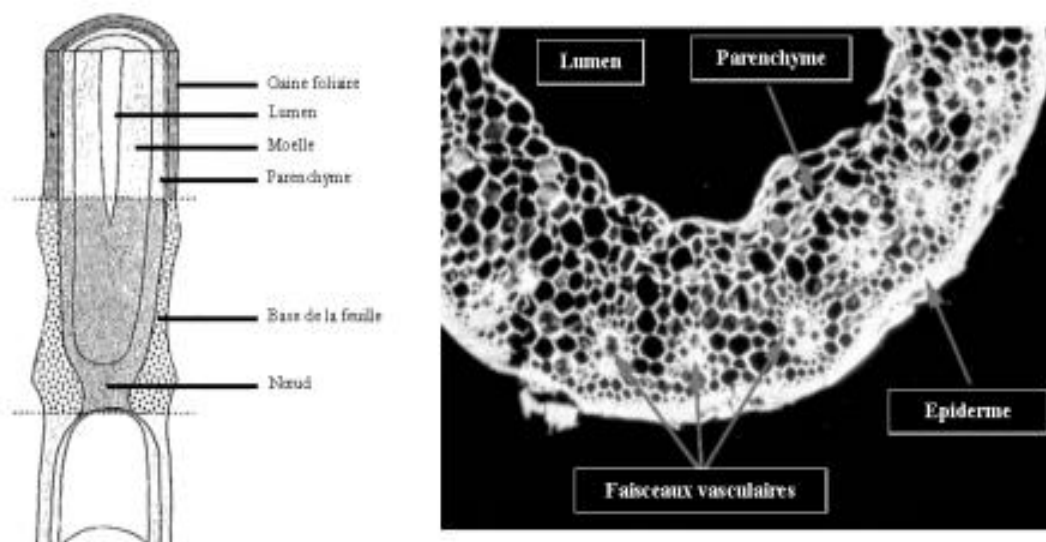


Figure 14: Schéma d'une coupe longitudinale (à gauche) et photographie d'une coupe radiale au microscope optique polarisé d'une paille de blé (à droite) [19] .

II.3. La composition chimique de paille de blé

II.3.1 . La cellulose

La cellulose est un polymère naturel dont les molécules, formées de longues chaînes, sont constituées de D-anhydroglucopyranoses liés par des liaisons β -(1,4)glycosuriques en position C1 et C4 la figure 15. Le degré de polymérisation (DP) est d'environ 10 000, il varie selon l'espèce végétale. Chaque unité de répétition comporte trois groupes hydroxyles. Ces groupes hydroxyles et leur capacité à réaliser des liaisons hydrogène jouent un rôle majeur pour la cristallinité [21] .

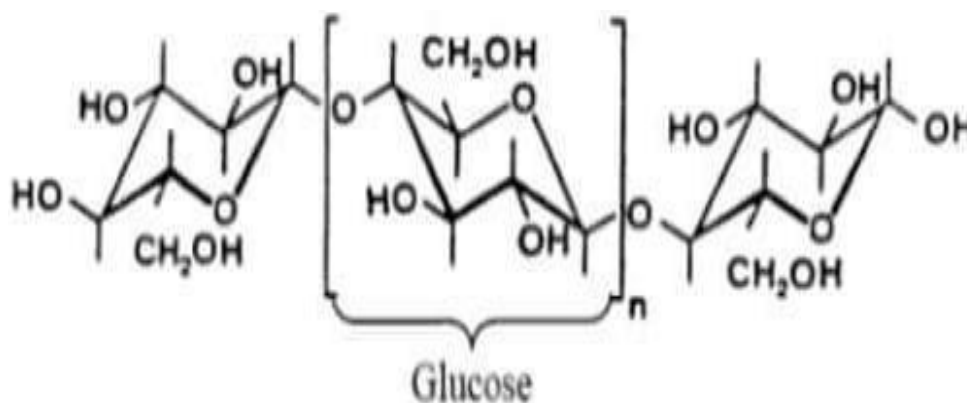


Figure 15 : Molécule de la cellulose[21] .

Les chaînes de cellulose sont rassemblées en structures basiques appelées micro fibrilles la figure 16 qui ont des diamètres de 2 à 20 nm. Chaque micro fibrille peut être considérée comme des chaînes de cristaux de cellulose liés par des domaines amorphes. Contrairement aux autres composants des fibres qui possèdent une structure amorphe, la cellulose possède en effet une structure en grande partie cristalline. La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant le module d'élasticité le plus élevé, soit environ 136 GPa à comparer aux 75 GPa de la fibre de verre[21] .

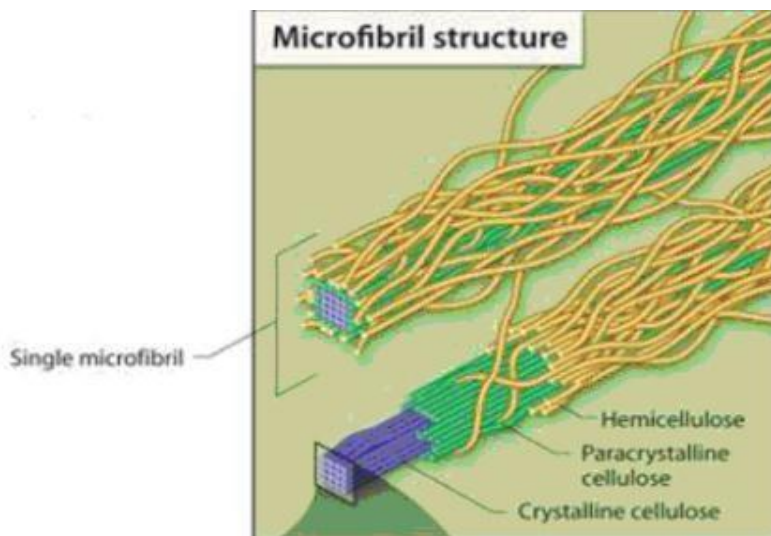


Figure 16: Structure de la micro fibrille de cellulose [21] .

Les propriétés de la cellulose sont étroitement corrélées à la forte densité de liaisons hydrogène qui se développent entre les chaînes. Malgré la présence de groupements fonctionnels hautement réactifs que sont les hydroxyles, la cellulose réagit difficilement. Les interactions moléculaires inter- et intrachânes sont fortes et assurent l'essentiel de la cohésion tout en empêchant la pénétration des réactifs car la rupture de ces interactions est le préalable à toute réaction. La cellulose n'est pas hydrosoluble mais est fortement hydrophile, propriété qui est à l'origine, pour les fibres exploitées, de leur grand confort en tant que fibres textiles. Dans les conditions normales d'utilisation, elle peut contenir jusqu'à 70% d'eau plus ou moins liée. Le remplacement d'une partie des interactions inter-chaînes par des liaisons hydrogènes entre la cellulose et l'eau provoque une plastification du matériau et donc une diminution de ses caractéristiques mécaniques. Alors que la contrainte à la rupture des fibres de cellulose très cristalline peut atteindre 700 MPa à sec, elle peut perdre jusqu'à 30% de sa valeur en atmosphère humide. La cellulose est résistante aux alcalins forts, mais est facilement hydrolysée par les acides [21].

II.3.2.L'hémicellulose

L'hémicellulose n'est pas une forme de cellulose. Elle comprend un groupe de polysaccharides composés d'une combinaison de cycles à 5 et 6 carbones (un exemple est représenté). L'hémicellulose forme la matrice de support des microfibrilles de cellulose. L'hémicellulose diffère de la cellulose par trois aspects. Tout d'abord, elle est composée de sucres neutres : xylose, arabinose, galactose, glucose, mannose, et d'acides uroniques alors que la cellulose ne contient que des unités 1,4- β D-glucopyranose. Deuxièmement, elle présente un degré considérable de branchements contenant des groupes latéraux à l'origine de sa nature non- cristalline. Enfin, à l'état naturel, elle a un degré de polymérisation compris entre 50 et 300, tandis que celui de la cellulose native est 10-100 fois plus élevé. L'hémicellulose est très hydrophile, soluble en milieu alcalin, et facilement hydrolysable dans les acides. L'hémicellulose a, de plus, une structure chimique très différente selon l'origine végétale, le type cellulaire, la localisation dans la paroi ou bien encore l'âge des tissus. Parmi les hémicelluloses les plus fréquentes de la paroi des cellules du bois se trouvent les familles des xylanes, des mannanes et des galactanes. La classe d'hémicellulose la mieux étudiée correspond aux xyloglucanes (Figure 17). Ils sont constitués d'une chaîne de glucose et de courtes chaînes latérales de xylose, galactose et fucose [21].

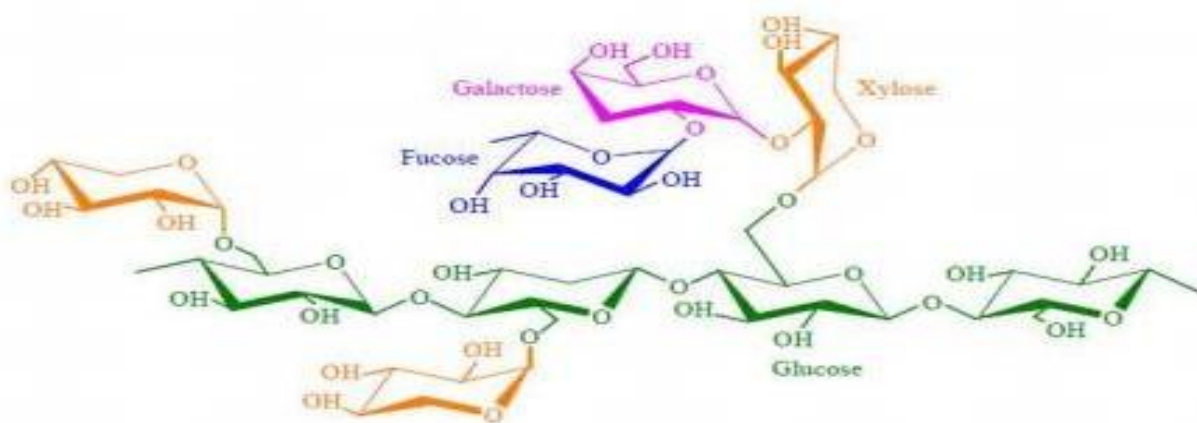


Figure 17: Structure d'un type de xyloglucane [21]

II.3.3.Lignine

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable et la plus abondante à la surface terrestre. La lignine originelle ou "protolignine" constitue la plus importante fraction non saccharique des fibres végétales. C'est la matière "incrustante" de la cellulose. La lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant

trois unités différentes de type pénylopropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique la figure 18. [22] Parce qu'il est impossible d'isoler la lignine native du bois sans la dégrader, sa masse moléculaire reste encore inconnue. Nous pouvons trouver des masses moléculaires approximatives dont les valeurs moyennes sont de 5000 à 10000 g/mol, pour les bois durs (des feuillus), et de 20000 g/mol pour les bois tendres . La lignine est peu sensible à la dégradation biologique et contribue à la protection naturelle des végétaux contre certaines attaques parasitaires[23].

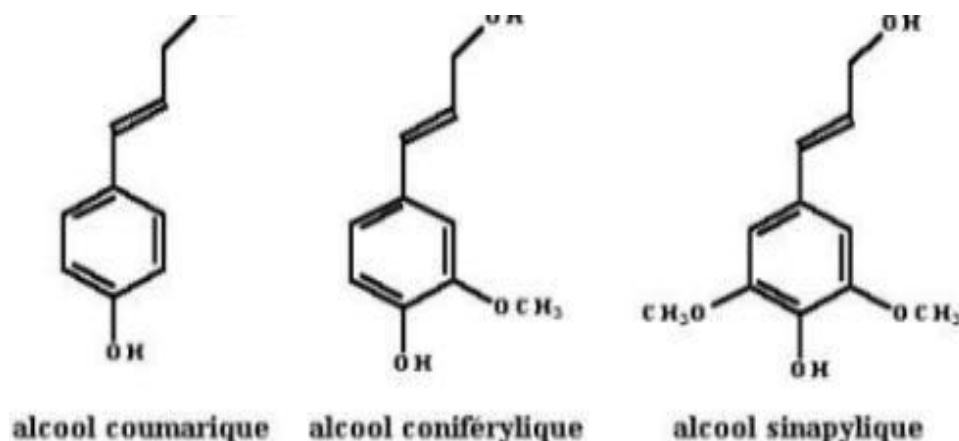


Figure 18: Motifs élémentaires de lignine [21] .

II.3.4. Cires

Les cires sont des constituants des fibres naturelles, qui peuvent être extraits avec des solutions organiques. Ces matériaux se composent de différents types d'alcools insolubles dans l'eau et de plusieurs acides tels que l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique [21].

II.3.5. Les pectines

Les pectines sont des polysaccharides acides dont la chaîne principale est composée de monomères d'acide uronique liés en 1-4. Régulièrement, des molécules de rhamnose s'intercalent entre ces monomères par des liaisons 1-2 et 1-4. Certaines de ces unités rhamnose portent des chaînes latérales composées d'oses neutres parmi lesquels le galactose et l'arabinose sont les plus abondants. Ce type de liaison entre les molécules d'acide uronique et de rhamnose forme des coudes (Figure 19). La macromolécule de pectine ressemble à un zig-zig. Cet agencement lui confère des propriétés particulières. Elle procure une certaine flexibilité aux plantes [21] .

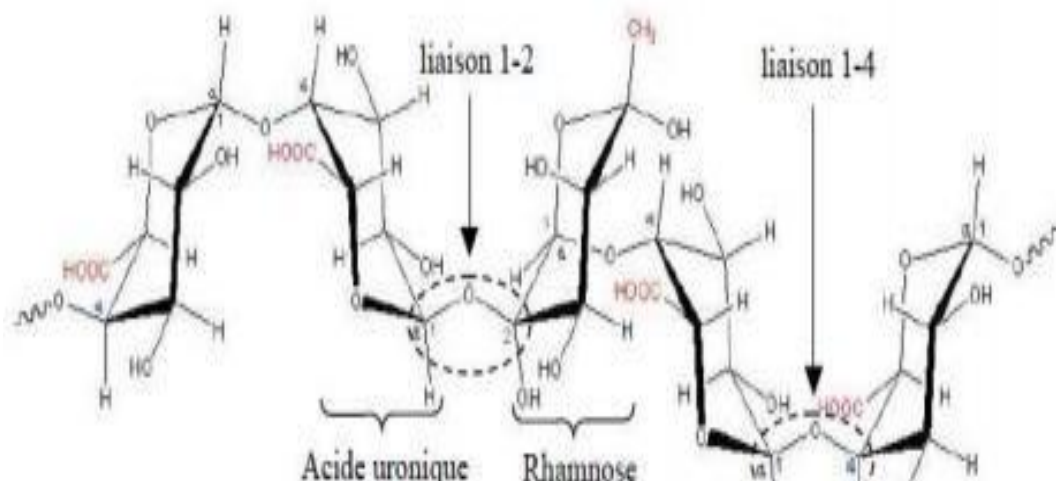


Figure 19 : Structure d'une chaîne d'acide polygalacturonique et formation d'un coude par la présence de rhamnose [21] .

II.4 Propriétés physicochimiques et mécaniques de la fibre végétale.

II.4.1. Propriétés physiques des fibres végétales:[24]

Généralement une fibre végétale est caractérisée par :

- son diamètre
- sa densité
- son teneur en eau
- son pourcentage d'absorption d'eau .

II.4.1. Propriétés mécaniques des fibres végétales:[24]

Elle est caractérisée mécaniquement par :

- sa résistance à la traction,
- son élongation à la rupture
- son module d'élasticité .

II.4.2. Propriétés chimiques des fibres végétales:

Les fibres végétales sont caractérisées par leur composition chimique (Tableau 1) qui influe énormément sur leur durabilité et spécialement dans les milieux alcalins[24] .

Tableau 1:Composition chimique de quelques fibres végétales [25] .

Fibre	Cellulose(%)	Lignine(%)	Hémicellulose(%)	Pectine (%)	Cendre(%)
Blé	29-35	16-21	26-32		
Coton	94	-	-	1.2	1.2
Alfa	41.9-47.6	24.2-38.5	11.8-24.3	-	1.8-5.1
Sisal	47-78	7-11	70-24	10	0.6-1
Noix de Coco	36-46	31-45	10	3_4	
Lin	71	2.2	18.6-20.6	2.3	
Jute	41-48	21-24	18-22		0.8
Kénaf	37-49	15-21	18-24	-	2-4

II.6.Les inconvénients des fibres végétales.

Un challenge essentiel pour l'avenir des matériaux composites est de rendre leur fabrication et leur utilisation compatibles avec les attentes environnementales de plus en plus exigeantes. Dans ce cadre, le remplacement des fibres d'origine minérale ou synthétique par des fibres d'origine végétale est d'un grand intérêt. Ces dernières doivent cependant respecter le même cahier des charges notamment en termes de propriétés mécaniques. Les fibres d'origine végétale sont de plus en plus étudiées afin d'être employées comme renfort dans les matériaux composites. Grâce à leur faible densité, leur biodégradabilité ainsi que leur abondance, l'utilisation de ces fibres est intéressante du point de vue économique et environnemental (Tableau 2) [26].

Tableau 2 : représente quelques avantages et inconvénients d'utilisation de fibres naturelles dans un composite [26].

Avantages	Inconvénients
Coût faible. Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité).	Absorption d'eau . Faible stabilité dimensionnelle.
Biodégradabilité. Bilan CO2 faible . Non irritant lors de la manipulation des fibres . Ressource renouvelable . Faible densité.	Biodégradabilité Faible tenue thermique (200 à 230°C max) Renforts discontinu.
Demande peu d'énergie pour être produite.	Fibres anisotrope.
Bonne isolation thermique et acoustique.	Demande un contrôle pour une application industrielle.
Bonne isolation thermique et acoustique .	Variation de la qualité dépendant des conditions de croissance de la plantes.

II.7.Traitement des fibres végétales

II.7.1.Traitement par le soude

Le traitement à la soude ou mercerisage est l'un des traitements chimiques les plus utilisés avec les fibres naturelles lorsqu'elles sont utilisées pour renforcer les thermoplastiques et thermodurcissables. La modification importante apportée par un traitement alcalin est la diminution des liaisons hydrogène entre la cellulose et les deux autres principaux constituants : hémicellulose et lignine. La définition standard du mercerisage est la suivante : procédé qui consiste à soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse concentrée d'une base forte, dans le but de provoquer un gonflement important résultant en des changements dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés. Le traitement par la soude change la topographie de la surface des fibres, supprime la cire, la pectine, une partie de la lignine, et l'hémicellulose ce qui est favorable à l'utilisation ultérieure des fibres comme renfort de matériaux polymères. En effet, l'élimination de ces composants est nécessaire car du fait de leur structure amorphe, ils conduisent à une résistance en traction plus faible. La cellulose native (telle qu'elle existe dans la nature) possède un réseau cristallin monoclinique de cellulose-I, qui peut être transformé en différentes formes polymorphes par des traitements chimiques ou thermiques (voir la figure) 20 [21] .

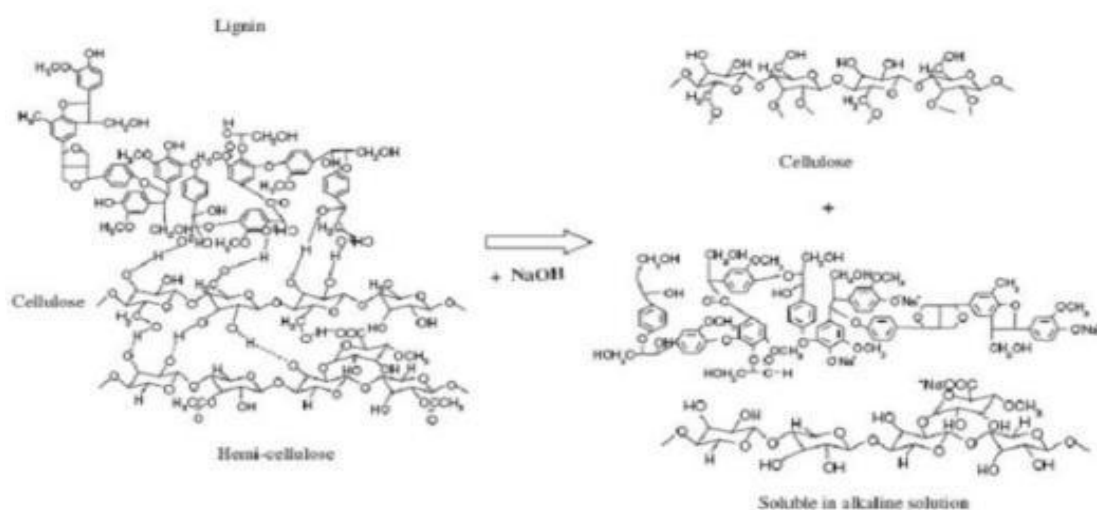


Figure 20: Réaction de traitement par la soude[21].

Quand les fibres de bambou sont traitées avec une solution de soude de concentration inférieure à 5%, la densité de la fibre de bambou augmente parce que la plupart de l'hémicellulose et la lignine est éliminée. Ceci permet un rapprochement des microfibrilles de cellulose conduisant à une meilleure compacité et une augmentation de la densité. La diminution de la densité lorsque traitement se fait avec des concentrations de soude supérieures à 5% serait due à la disparition progressive des autres matières sensibles aux alcalins aux alcalins, conduisant à la formation de microvides[21]. Lorsque les fibres sont étirées, de tels arrangements entre les fibrilles se traduirait par un meilleur partage de la charge. Des études sur la modification de surface des fibres du palmier à huile, réalisées par Sreekala et al[27], montrent que le traitement avec la soude ou le silane améliore le module d'Young des fibres. Jacob et al[28], Rayet al[29] et Mwaikambo [30] ainsi que Morrison et al[31] observent également le même type de résultats sur d'autres fibres naturelles. Il est rapporté que le traitement alcalin a deux effets sur la fibre:

Il augmente la rugosité de surface, et il augmente la quantité de cellulose exposés sur la surface de la fibre, augmentant ainsi le nombre de sites de réaction possible (groupes -OH). [32] Par conséquent, le traitement alcalin a un effet durable sur le comportement mécanique des fibres, en particulier sur la résistance et la rigidité de fibres. Après le traitement avec la soude, les fibres sont souvent traitées par du silane, de l'acide acétique, etc., afin de modifier la surface des fibres pour permettre aux fibres de mieux adhérer à la matrice de polymère. A.M.Mohd Edeerozey et al [33], ont étudié l'effet de la concentration de la solution alcaline sur les fibres de Kénaf. Les fibres de kénaf ont été modifiées par des solutions de NaOH à des concentrations variantes (3, 6 et 9%). Les changements structuraux et morphologiques des fibres ont été étudiés en utilisant la microscopie électronique à balayage et les propriétés mécaniques par le test de traction. Les résultats obtenus sont les suivants : Amélioration de l'état de surface des fibres par le traitement alcalin et le meilleur résultat est obtenu avec la concentration la plus élevée (9%). La solution alcaline à 6% a amélioré les propriétés mécaniques, par contre la concentration élevée a endommagé les fibres en provoquant une grande diminution des propriétés mécaniques des fibres.

II.7.2.Traitement par KMnO4.

Le traitement au Permanganate est indiqué comme l'une des meilleures méthodes pour améliorer la liaison à l'interface fibre-polymère, il améliore la résistance à la traction en augmentant la cohésion avec la matrice [34,35]. Des études antérieures ont montré que la concentration maximale à ne pas dépasser pour une amélioration des performances

mécaniques, au-delà de laquelle les performances mécaniques chuteraient suite à une détérioration de la structure de la fibre est 0.2 % [34,36]. Dans le présent travail, les fibres à cane sont immergées dans une solution 0.1 % poids KMnO_4 /Acétone, représentant des conditions extrêmes pendant 3 min, à température ordinaire (25°C), puis lavée à l'eau distillée 4 à 5 fois puis séchée dans un four à 50°C pendant 8h. En outre des fibres de banane traitées au permanganate ont donné la preuve pour être responsables de la haute stabilité thermique à cause du complexe cellulose- Mn^{+7} [37].

II.7.3. Traitement par le silane.

Un alcoxyde de silicium fonctionnalisé appelé à défaut silane, représenté par $\text{R}''\text{-Si(OR)}_3$, est l'un des meilleurs agents de couplage, utilisés dans les composites polymère fibres de naturelles. Ce sont des composés hydrophiles avec différents groupements associés au silicium tels qu'une extrémité va interagir avec la matrice et l'autre avec la fibre hydrophile, agissant comme un pont entre eux. L'absorption de silane est très dépendante d'un certain nombre de facteurs, comme le temps d'hydrolyse, la fonctionnalité, la température et le pH. Les alcoxides de silicium sont capables de former des liaisons avec les groupes hydroxyles. Les silanols peuvent former des polysiloxanes par réaction avec les groupes hydroxyles de la fibre [38]. La réaction chimique est décrite dans la figure 21.

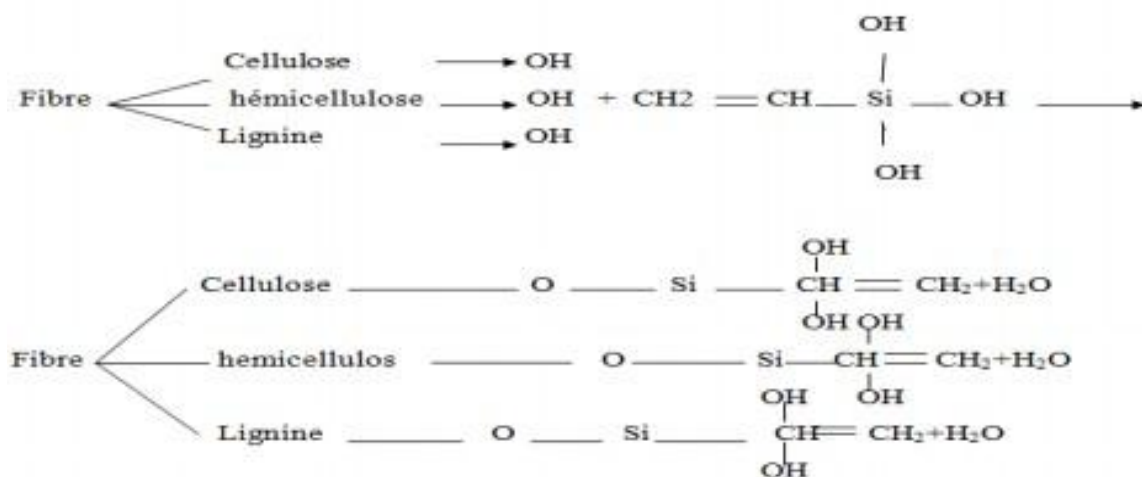


Figure 21: Principe d'interaction fibre naturelle/silane [39] .

Ismail Ghasemi et al [40] : Ont étudiés les effets des traitements chimiques sur les propriétés des composites bois-plastique , les fibres lignocellulosique sont traitées par les silanes, le traitement alcalin et le chlorure de benzoyle. Dans ce travail l'adhérence interrassiale, la morphologie et les propriétés mécanique sont déterminées.

II.7.4.Traitement par acylation.

L'acétylation permet de stabiliser les parois des cellules contre l'humidité, d'améliorer la stabilité dimensionnelle et d'introduire la plastification des fibres celluloseuses 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 substituts de l'anhydride acétique des groupes hydroxyles de la paroi cellulaire, modifient les propriétés de ces fibres afin qu'ils deviennent hydrophobes. 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 [41]. La figure 22 représente la réaction de l'acétylation.

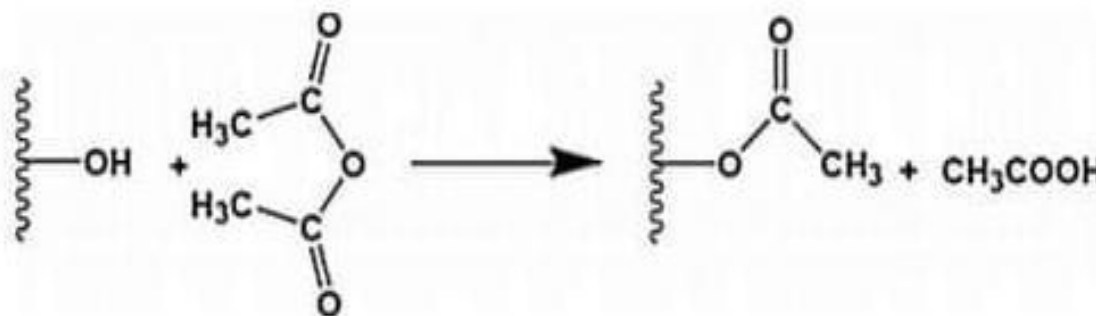


Figure 22: réaction d'acétylation [40].

D'après Bledzki et al [42] la résistance en traction des composites PP/fibre de lin augmente avec le degré d'acétylation. Après 18% d'acétylation, cette résistance diminue.

II.7.5.Traitement au dichromate de potassium

Les fibres traitées sont immergées dans une solution de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ à 0.2 % poids durant 5 min. Les fibres sont retirées de cette solution, puis lavées plusieurs fois (5 à 8 fois) avec de l'eau distillée et séchées dans un four à la température de 60°C durant 8h.[2]

I.8. les paramètre qui influencent sur comportement mécanique d'un composites

I.8.1. L'orientation des fibres

Afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques des structures en composites, il est nécessaire de jouer sur la texture des renforts (leur architecture) pour créer une charpente résistante adaptée aux contraintes mécaniques. En fonction des propriétés recherchées, on rencontre plusieurs architectures de renforcements[8].

a)Unidirectionnelle

Les fibres sont orientées dans une même direction ; elles sont parallèles et peuvent se présenter sous deux formes :

Sans liaison particulière (roving).

Reliées par un fil (nappes)[8].

b) Multidirectionnelle aléatoire

Il est possible de fabriquer des composites avec des fibres disposées dans trois directions. Par construction tous les composites sont fortement anisotropes, puisque la rigidité et la résistance des fibres sont de l'ordre de 50 à 100 fois supérieures à celles des résines. Elles peuvent se présenter sous les formes :

Fibres coupées et broyées, sans arrangement particulier,

Feutre de fibres agglomérées par un liant : le mat peut être à fibres courtes. (Longueur inférieure à 50 mm), sans orientation particulière ou à fibres continues[8].

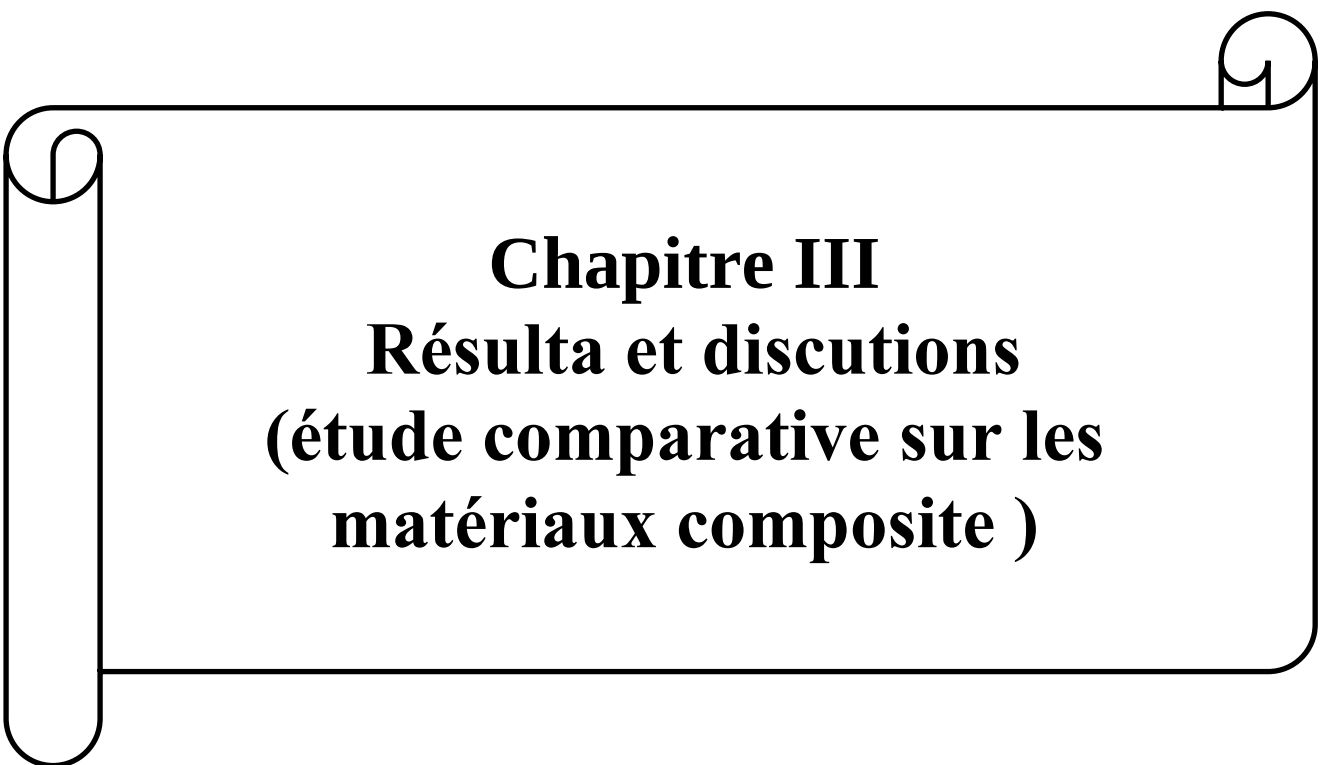
c) bidirectionnelle.

Le tissu comporte des fils de chaîne ou de trame (fibres bidirectionnelles) ; suivant le mode de croisement de la trame et de la chaîne, le tissu sera une toile, un sergé ou un satin. On réalise également, pour des applications particulières (aérospatiale, défense), des armatures de renforcements bi ou tridimensionnelles. On réalise aussi des plaques ou coques dont la raideur et la résistance varient avec la direction de la sollicitation[8] .

I.8.2. taux de renforcement

Plus le taux (pourcentage) de renforts augmente, la rigidité d'un composite est systématiquement améliorée. Néanmoins, une trop grande quantité de renforts nène q une adhésion plus difficile, conduisant ainsi a une baisse de performances mécaniques. Il est peu fréquent dans la littérature de trouver des composites contenant un taux en fibres supérieur 50 ou 60, sans rencontre de nombreuses difficultés lors du moulage [43]. D'après leurs travaux, Klason et al[44]. On observe que le matériau devient rugueux et la surface présente des ruptures, lorsque le pourcentage en fibres atteint 50 et le plus ; Cette augmentation dans

la proportion de fibres lignocellulosiques a une implication directe sur une multiplication des problèmes liés à l'utilisation d'un tel matériau biologique hygroscopique et putrescible [45] .

A decorative frame resembling a scroll, with a vertical bar on the left and a horizontal bar at the top, both ending in scroll-like curls.

Chapitre III

Résulta et discussions

**(étude comparative sur les
matériaux composite)**

Dans ce chapitre nous avons étudié des articles concernant les matériaux composites, Les chercheurs dans cette étude ont préparé différents matériaux à base de fibre de paille de blé, dont chaque chercheur était basé sur une méthode de préparation.

S. Panthapulakkal et al [46]. Le potentiel des fibres de paille de blé préparées par des processus mécaniques et chimiques en tant qu'additifs de renforcement pour les thermoplastiques a été étudié. Les fibres préparées par des processus mécaniques et chimiques ont été caractérisées par leur composition chimique, la morphologie et les propriétés physiques, mécaniques et thermiques. Des composites de polypropylène remplis de fibres de paille de blé de 30% ont été préparés et leurs propriétés mécaniques ont également été évaluées. Les fibres préparées par le processus chimique ont présenté de meilleures propriétés mécaniques, physiques et thermiques. Les composites de polypropylène renforcés en fibres de paille de blé ont présenté des propriétés considérablement améliorées par rapport au polypropylène vierge. Cependant, les propriétés de résistance des composites étaient moins bonnes pour les composites remplis de fibres préparées chimiquement. Cela était dû à la mauvaise dispersion des fibres dans les conditions de traitement utilisées. Ces résultats indiquent que les fibres de paille de blé peuvent être utilisées comme matériaux de renforcement potentiels pour la fabrication de composites thermoplastiques[46].

Deux méthodes ont été utilisées pour le traitement de la paille chimique environ 450g de paille coupée ont été introduites dans un digesteur M/K à l'échelle de laboratoire avec 2.25l de liqueur de pâte (15% solution NaOH). Le rapport entre la liqueur de pâte et de paille était de 5.1(v/w) et la paille a été digérée pendant 15 Min à une température et une pression de 120 °C et 1.5 Kg /cm² respectivement. Après la mise en pâte la paille a été lavée avec eau suivie d'acide acétique dilué (0.001%) pour éliminer toute trace d'alcali restant sur la paille. La paille humide partiellement pulvérisée a été défibrillée à l'aide d'un laboratoire désintégrateur de la pâte TMI échelle et séchée à l'air. Le second traitement mécanique la paille coupée a été trempée dans l'eau pendant une nuit et défibrillée mécaniquement à l'aide d'un broyeur de laboratoire Raffineur Sprout – Waldron où la paille humide était cisailée entre deux rainures de disques, l'un tournant contre l'autre disque fixe. Le raffinage s'est fait en passant la paille 3 fois à travers le raffineur avec une largeur de fente de 2 à 3 mm les fibres produites ont été séchées à l'air et tamisées à travers un Tamis Tyler 32 mailles pour supprimer les amandes[46].

Les composites de polypropylène contenant 30% en poids de fibres de paille de blé ont été préparés par fusion au polymère avec la fibre à l'aide d'un mélangeur de broyeur. Les charges, la compatibilité et le polypropylène ont été mélangés à 180 °C et 60 tr / min

pendant 5 min, puis le composé a ensuite été granulé à l'aide d'un granulateur C.W. Brabender. Les granulats ont ensuite été préchauffés à 100 ° C pendant 1 h et injection moulée à l'aide de la mouleur d'injection Engel équipé d'un moule ASTM standard pour les échantillons de traction, de flexion et d'impact. Les conditions de moulage par injection de typap étaient les suivantes: Température d'injection 204 C, Temps d'injection: 8 s, Temps de refroidissement 25 S et Temps d'ouverture de moule 2 s. Tous les composites contenaient 5% en poids de compatibilité en fonction du poids total du composite[46].

Les tests de composites de traction et de propriétés de flexion ont été mesurés sur une machine d'essai informatisée standard. Les propriétés de traction ont été mesurées conformément à la durée ASTM D-638 de la durée d'ASTM D-638 à l'aide de 6 échantillons de type 1 ASTM à une vitesse de tête transversale de 12,5 mm / min. Les propriétés de flexion ont été mesurées sur 6 spécimens conformément à la procédure dans ASTM D790 à l'aide de la machine susmentionnée dans le mode de chargement de trois points à une vitesse de la tête transversale de 12,5 mm / min et une largeur de la portée de 50,8 mm. Tous les tests de propriétés de la mécanique ont été effectués à la température ambiante[46].

La morphologie des surfaces de fibres traitées par des moyens mécaniques et chimiques est indiquée dans les photomacrographiques SEM. La surface des fibres traitées chimiquement était plus uniforme et homogène tandis que les fibres traitées présentent des irrégularités de surface mécanique. Les fibres mécaniquement protégées contenaient toujours les résidus cellulaires tels que comme une lignine et une hémicellulose, qui cimentent les fibres ensemble[46]. L'étudiant T-Test a montré que la différence de diamètre moyen et de longueur des fibres préparées par des procédés chimiques et mécaniques est significatif. Le diamètre des fibres traitées mécaniquement est supérieure à celle des fibres traitées chimiquement, tandis que la longueur des fibres traitées mécaniquement est plus courte que les fibres traitées chimiquement. Le plus grand diamètre des fibres traitées mécaniquement résulte des résidus cellulaires associés à la fibre et est également évident dans l'analyse morphologique. La répartition de la longueur des fibres résultant des deux procédés est illustrée à la figure 23 (a) et (b).

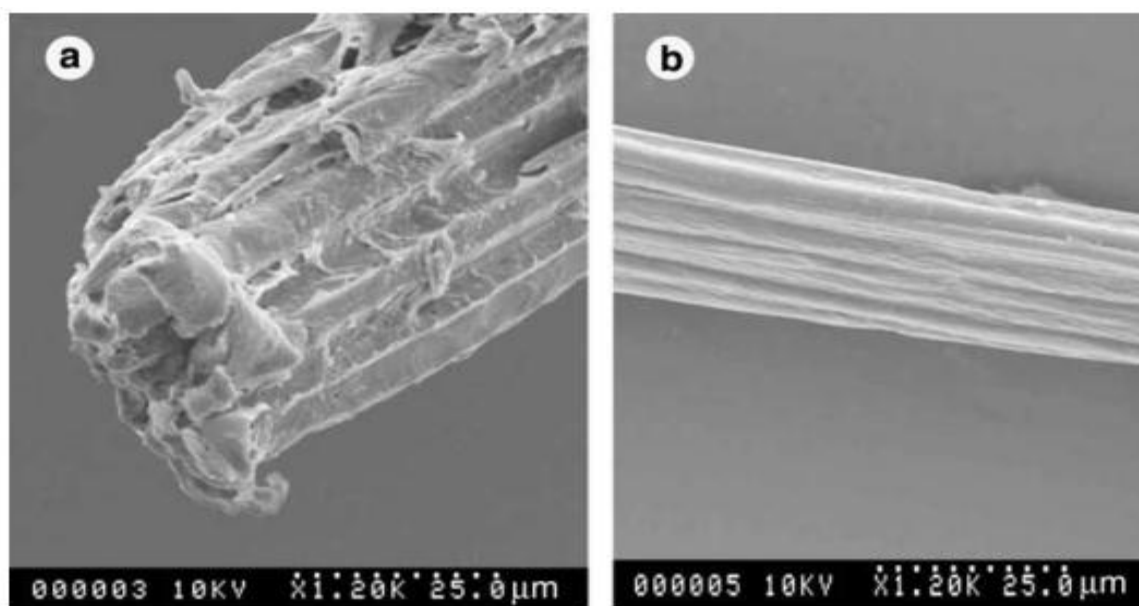


Figure 23: Surface des fibres de paille de blé selon différentes méthodes (a) Traitement mécanique et (B) Traitement chimique[46].

Propriétés thermiques Les courbes TGA des fibres de paille de blé préparées par des procédés chimiques et mécaniques sont représentées à la figure 24:

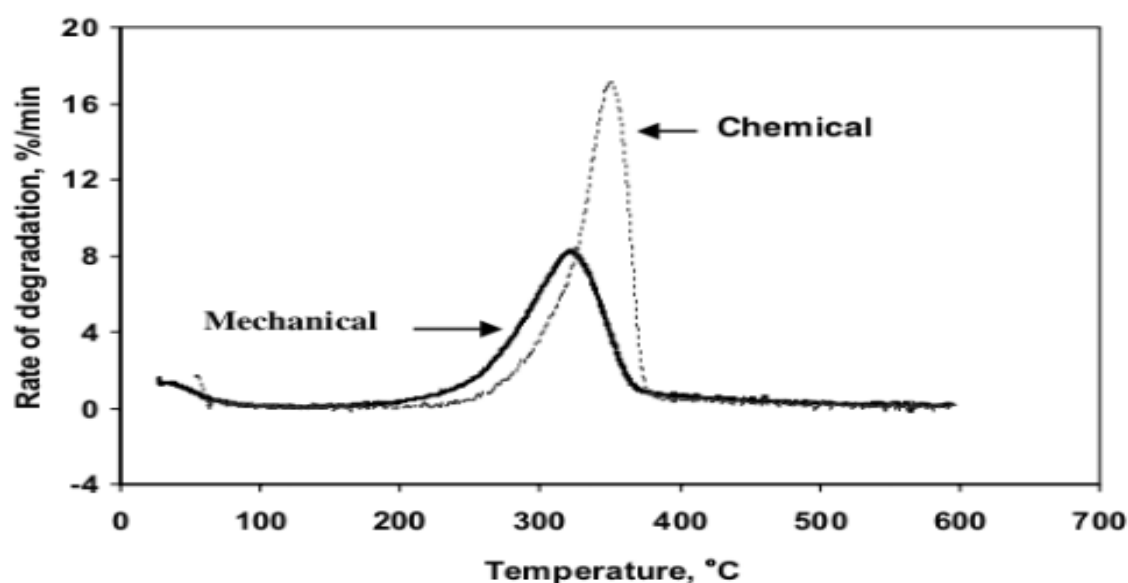


Figure 24: Courbes TGA de fibres de paille de blé préparées par différents processus (n = 2) Et l'apparition de la dégradation, la température maximale, le débit de dégradation, le poids résiduel après 500 c et la teneur en humidité sont donnés dans le tableau 3.

Tableaux 3: Caractéristiques de dégradation des fibres de paille de blé (n = 2)

Fibres de paille de blé	Teneur d'humidité (%)	Au début de la dégradation (C)	Température de crête (C)	Ressieur de dégradation (% / min	Résidus après 550 ° C (%)
Traitement mécanique	5	217	324.7	8.2	25.8
Traitement chimique	2	242	352.5	16.9	10.9

La teneur en humidité de la L'apparition de dégradation des fibres de paille de blé préparées par des procédés mécaniques et chimiques était respectivement de 217 °C et 242 °C indiquant la pertinence de ces fibres pour le traitement avec des thermoplastiques, en particulier des polyoléfines. L'apparition supérieure de la température de dégradation indique la stabilité thermique améliorée des fibres préparées par traitement chimique. Cela pourrait être dû à l'élimination partielle des hémicelluloses et de la lignine de la paille lors du traitement chimique. Les fibres préparées par le processus chimique ont également présenté une température de dégradation maximale supérieure (352,5 °C) par rapport aux fibres préparées mécaniquement (324,7 °C). L'augmentation de la température maximale indique une diffusion inférieure des produits de dégradation qui indiquent que la cristallinité de la structure de cellulose dans les fibres traitées chimiquement n'a pas été réalisée par l'alcali utilisé pour la préparation des fibres. Cependant, le taux de dégradation dans les fibres préparées chimiquement était plus élevé que les fibres préparées mécaniquement. Cela peut être dû à la diffusion inférieure des produits dégradés pouvant améliorer la dégradation. Le résidu des fibres restant après 550 °C protégé par des procédés chimiques et mécaniques indiqués la présence de matériaux carbonés dans la paille de blé dans l'atmosphère d'azote. Des résultats similaires ont également été signalés précédemment [46].

Résultat:

L'objectif principal de cette étude était d'analyser et de caractériser les propriétés structurales, thermiques, physiques et mécaniques des fibres de paille de blé préparées par différents processus et pour évaluer leur potentiel comme des additifs renforcer les thermoplastiques.

Tao Wan et al [47]. Un nouveau super absorbant composite de paille de blé a été préparé par polymérisation par greffage avec de l'acide acrylique (AA), de l'acrylamide (AM) et de la paille de blé modifiée à l'anhydride maléique en solution aqueuse, en utilisant le N, N-méthylène-bis-acrylamide (MBA) comme agent de réticulation et le persulfate d'ammonium (APS) et le bisulfite de sodium (SBS) comme initiateurs redox. Facteurs influençant le degré de carboxylation, tels que le temps de réaction, température de réaction et quantité d'anhydride maléique, ont été étudiés. Morphologies et structure des super absorbants composites de paille de blé ont été caractérisés par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), balayage électronique, microscope (SEM) et diffraction des rayons X (XRD). L'absorption d'eau du super absorbant composite de paille de blé était rapide, nécessitant 13,1 min pour atteindre 63% d'absorbance à l'équilibre (781 g / g). Les spectres FTIR indiquent que l'anhydride maléique a réagi sur le squelette de paille de blé et la structure du copolymère greffé de paille de blé sont formés. Les données SEM montrent que la morphologie fibreuse de la paille de blé disparaît et des agrégats de gel avec de nombreux grands trous microporeux se forment après la modification de la greffe de paille de blé[47].

La Préparation du super absorbant composite de paille de blé Une série de super absorbants composites WS avec différentes quantités de poudre WS modifiée par MAH, d'agent de réticulation et différents rapports de masse AA / AM ont été préparés par Procédure: généralement, une quantité pondérale de poudre de WS modifiée MAH séchée et d'eau distillée a été placée dans un 250-ml Ballon à trois cols équipé d'un agitateur, d'un condenseur, et un thermomètre. La suspension a été chauffée à 55–65°C et puis l'initiateur redox APS (88 mg) et SBS (28 mg) ont été ajoutés dans la suspension sous atmosphère d'azote. Après 30 min, 8 g d'AA avec un degré de neutralisation de 55 à 75% (neutralisé avec une solution d'hydroxyde de sodium à 20% dans un bain de glace), 6 g d'AM et 48 mg de MBA ont été ajoutés dans le ballon. Après 3 h de réaction à 55–65 ° C, le produit résultant a été lavé plusieurs fois avec de l'eau distillée et de l'éthanol puis séché à 70 ° C jusqu'à poids constant. Le séché le produit a été broyé et tamisé, avec une granulométrie de 100 mailles[47].

Dans l'absorption d'eau en utilisant la méthode de filtration Environ 50 mg de super absorbants séchés avec une particule taille de 100 mesh ont été dispersés dans 100 ml d'eau désionisée pendant 30 à 60 min. Ensuite, l'excès d'eau a pu s'écouler à travers une gaze métallique de 300 mailles. Le poids du super absorbant Contenant de l'eau absorbée a été mesurée après une vidange pendant 1 h et une absorption de l'eau a été calculée selon l'équation suivante:

Absorbabilité (g/g) W2-W1 /W1

où W1 et W2 sont respectivement le poids du super absorbant sec et gonflé, respectivement. Les spectres de FTIR du composite super absorbant WS super absorbant suppositoires ont été synthétisés par une copolymérisation simultanée de greffe de greffe d'AA et AM sur MAH modifie WS en utilisant APS et SBS comme initiateurs redox et m Le mécanisme possible de la copolymérisation de greffe de liaison croisée est indiqué dans la figure 25.

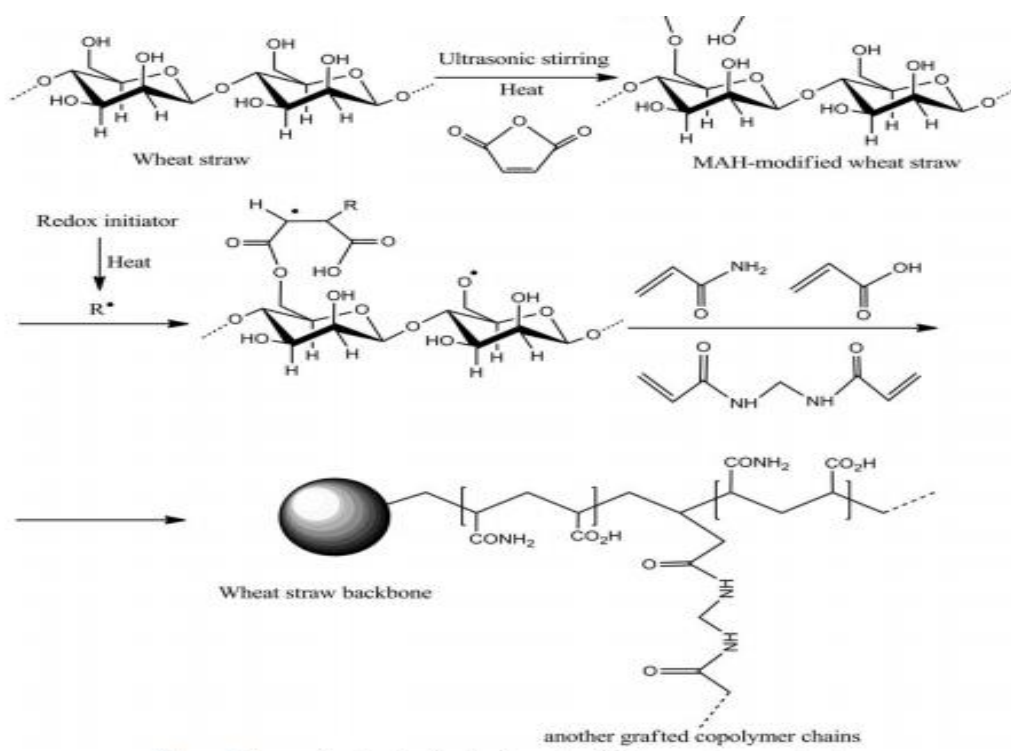


Figure 25: Mécanisme proposé pour la formation de WS Composite Super absorbent.

Les initiateurs redox se décomposent pour générer des radicaux d'anion sulfate et des radicaux sulfurés sous chauffage. Ces radicaux, soit un atome d'hydrogène abstrait du groupe hydroxyle de la back one WS pour former des radicaux alcoxy sur le dossier WS ou attaquer la double liaison de Mah pour former des radicaux libres sur le squelette WS. Ces macroradicaux initient une greffe AA / AM sur l'os de WS arrière et conduisent à un copolymère greffé. Étant donné qu'un agent de réticulation, par exemple MBA, est présenté dans le système, le copolymère comprend une structure réticulée. La spectroscopie a été utilisée pour confirmer la structure chimique du super absorbant composite. Les spectres infrarouges de WS, des pailles modifiées et du super absorbant composite WS contenant 10% en poids de WS sont illustrés à la figure 26.

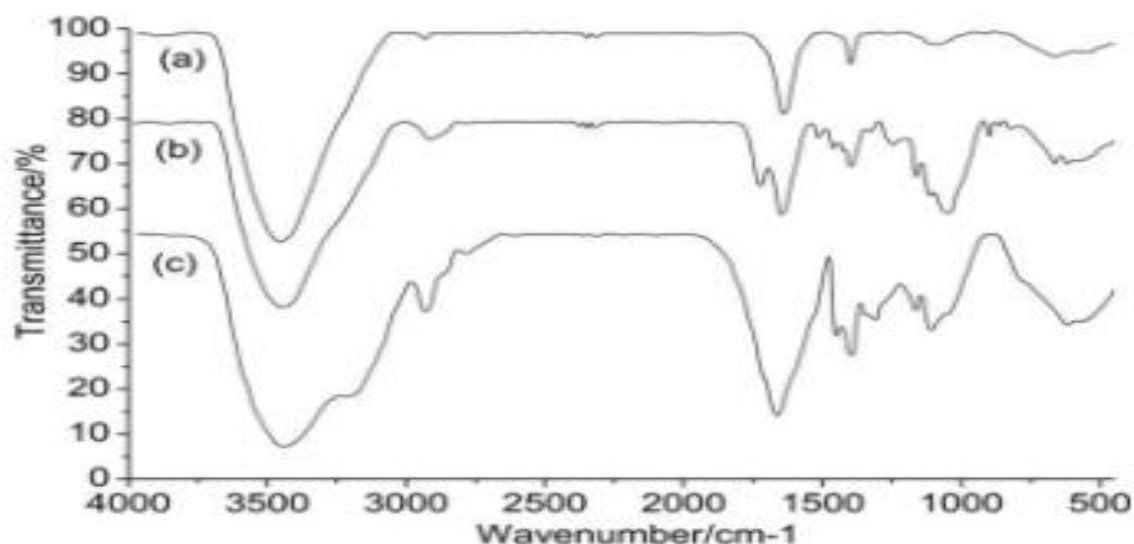


Figure 26: Spectres FTIR du WS brut (A), WS (B) MAH (B) et SUPPO Site WS (C).

Les composants principaux de WS sont la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. Le WS brut affiche les bandes suivantes, à savoir la bande à 3445 cm^{-1} est attribuée à OH qui s'étend dans des groupes fonctionnels hydroxyle. La bande à 2932 cm^{-1} est attribuée à la C-H des bandes d'absorption d'étirement pouvant être présentes dans des groupes de méthylène dans la cellulose. Les bandes à 1640 et 1401 cm^{-1} sont attribuées à la C=C squelettique étirant les vibrations d'étirement dans les bandes d'anneau aromatique. Dans le spectre infrarouge de WS modifié par MAH, les nouvelles bandes d'absorption à 1718 et 1282 cm^{-1} sont attribuées à l'acide carboxylique.^{27,28} Cela confirme que la MAH a réagi sur la back one WS. Dans le spectre infrarouge de WS Composite Super absorbent, les bandes d'absorption à 1663 cm^{-1} représentent l'étirement du groupe amide, ²⁹ et 1563 cm^{-1} sont attribués à l'étirement asymétrique -COO⁻; La bande à 1401 cm^{-1} (le squelettique C=C étirant des vibrations d'étirement dans les anneaux aromatiques) indique l'existence de WS dans les composites. Par conséquent, le produit résultant est un composite à base de composite à base de poly (AA / AM) porté avec WS.

Analyse XRD des modèles XRD de Super absorbant composites de WS bruts, de pailles modifiées par MAH et de Super absorbent composite WS sont illustrés à la figure 27.

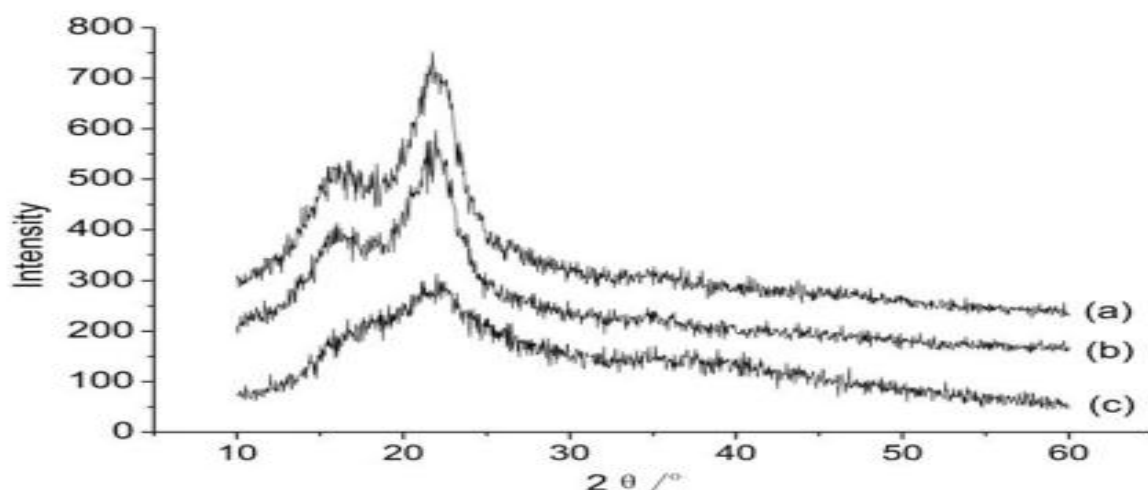


Figure 27: Motifs XRD pour le WS brut (A), WS (B) MAH (B) et WS Composite Super absorbent (C).

WS brut montre deux pics de diffraction distincts. MAH modifié WS a toujours ces deux pics de diffraction caractéristiques. Ceci est conforme que MAH réagit avec des groupes hydroxyle uniquement dans les régions amorphes de WS sans détruire sa structure polycristalline. Cependant, après la copolymérisation de greffé de WS modifiée par MAH avec AA et AM, ces pics de diffraction disparaissent presque et sont transformés en un grand et large de la dispersion. Cela pourrait démontrer la greffage réussie de AA et AM sur WS Bearsbones, qui détruit la structure cristalline de WS sous irradiation ultrasonique et transforme la structure polycristalline de WS en une structure amorphe[47].

résultat

la posite composite super absorbant présente une surface ondulante et grossière avec de nombreux trous microporeux après la modification de la greffe WS, qui peut faciliter la perméation de l'eau dans le réseau polymérique³⁰, cela indique que WS Composite Super absorbant de l'eau.

résultat :

En étudiant les deux article il devient clair qui il y a deux objectifs car le premier vis à analyser de caractériser les propriétés structurelles, thermiques, physiques et mécaniques des fibres de paille de blé préparées par différents processus et pour évaluer leur potentiel comme des additifs renforcer les thermoplastiques. Quant au second il a de développer le matériau en créant un matériau super adsorbant afin d'améliorer ses propriétés mécaniques .

A travers l'étude de ces articles , nous avons remarqué l'existence de point communs, et de point différent , et parmi eux nous mentionnons :

Les point communs :

Préparation d'un matériau composite possédant des propriétés mécaniques et physique élevées .

Utiliser la même matériaux de renforcement et la paille de blé .

Utiliser la même technique de caractérisation :traction

Les point différent :

matériel utiliser .

Les produite de traitements chimiques

La méthode de préparation

Utiliser différent méthode de traitement chimique et mécanique

Le temps de traitement

Conclusion :

Les composites à base de fibre de paille de blé trouvent de plus en plus des applications industrielles et leur utilisation augmente de jour en jour les principales raisons sont la caractérisation de paille de blé grâce à leur faible coût leur propriété mécanique et spécifiques. L'objectif principal de ce travail est l'élaboration et la caractérisation d'un matériau composite renforcé par la fibre de paille de blé traitée pour produire un nouveau matériau composite.

Résumé

L'objectif principal de ce mémoire est de développer et d'améliorer les propriétés des matériaux au moindre coût en utilisant des fibres de la paille de blé comme matériau de renforcement et du polyester insaturé comme matériau de base en raison des propriétés physiques et mécaniques élevées de ces fibres. Ensuite, nous avons abordé une étude de l'effet du traitement chimique sur les propriétés des fibres. Afin de préparer un nouveau matériau enrichi en fibre de la paille de blé et résoudre le problème d'incompatibilité.

Mots clés :

Paille de blé, fibre , traitement , propriété mécanique ,matrice, renfort.

Abstract

The main objective of this thesis is to develop and improve the properties of materials at the lowest cost by using wheat fibers as a reinforcing material and unsaturated polyester as a base material due to the high physical and mechanical properties of these fibers. Then we touched upon a study of the effect of chemical treatment on the properties of the fibers. In order to prepare a new material fortified with wheat fiber and solve the problem of incompatibility.

Références bibliographiques

- [1] Y. Ledru , « étude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques » , Institut National Polytechnique de Toulouse, 2009, p5.
- [2] M.Ladghem , D.Chikouche, «Renforcement d'un polymère (polyester insaturé) par des fibres végétales (Arundo donax), thèse de Doctorat » ,Université Ferhat Abbas (Sétif)2016.
- [3] M.Rokbi , H.Osmani ,A. Imad ; «Effect of chemical treatment on flexure properties of natural fiber reinforced polyester composite»; Procedia Eng, 10: 2092–2097 (2011).
- [4] K.G.Satyanarayana ,GGC. Arizaga,F. Wypych , « Biodégradable composites based on lignocellulosic fibers »; Progress in Polymère Science, 34, 982–1021 (2009)..
- [5] M. Tahar, «Etude de l'Endommagement dans un composite stratifié » , mémoire de Magister , Université Abd Elhamid iben badis de Mostaganem ,2012.
- [6] J. Berthelot , « Mécanique des matériaux et structures composites», imprimé en France par Jean Marie Berthelot .Les clousures , Chemin des Horst 05290 Vallouise ,Septembre2013.
- [7] J. Weiss ,C. Bord (1983). Les Matériaux Composites (tomes 1 et 2). Editions de l'Usine, Paris.
- [8] M.Laarej, «Etude par spectroscopie RAMN et modélisation d'un Résine composite RTM», thèse de doctorat, Université Aboubakr Belkaid_tlemcen,2010.
- [9] F.Saihmed , «Elaboration et caractérisation des matériaux composites à fibres végétales», thèse de doctorat, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene,2014.
- [10] G.Chretien ., « Matériaux composites à matrice organique »,Tech. Et Doc. (Ed. Lavoisier), 1986.
- [11] M. Geier ,D. Duedal (1985). Guide pratique des matériaux composites. Technique et Documentation, Paris.
- [12] M. Troadec, « caractérisation des interactions physico-chimique dans un matériau composite à base phyllo silicates, de chaux et de fibres cellulosiques », thèse doctorat école science et technologies, université de Limoges, décembre2009.
- [13] Christophe Paris, « étude et modalisation de la polymérisation dynamique de composites à matrice therm durcissable », thèse de doctorat de l'université de Toulouse, novembre2011.
- [14] F.Gouanvé, S.Marais, M. Métayer," Composites polyester insaturé renforcés par des fibres de lin", composites et matériaux avancées, Vol.16, pp.117.128 ,2006.

- [15] fiéK. ROUAM, « Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un strati renforcé par des fibres naturelles », Mémoire de Magister, université de M'Hamed 'Boumerdes 'BOUGARA 2014.
- [16] A.V.NGUYEN ,Matériaux composites à renfort végétal pour l'amélioration des performances des systèmes robotique », thèse de doctorat, université blaise pas calclermont II,2015.
- [17] L. Berreur, B. d. Maillard, and S. Nösperger, "L'industrie française des matériaux .
- [18] J.Cugnoni, « Identification par recalage modal et fréquentiel des propriétés constitutives de coques en matériaux composites », Thèse, Ecole Polytechnique fédérale de Lausanne, 2005.
- [19] J.Leslie, «Production d'hémicelluloses de pailles et de sons de blé à une échelle pilote Etude des performances techniques et évaluation environnementale d'un agro-procédé », Thèse de doctorat, université de Toulouse, 2012.
- [20] Y.Louali, « production de génotypes mutons chez le blé dur (triticum durum) une source de variabilité génétique pour la tolérance à la sécheresse »,thèse de doctorat , Université des Frères Mentouri Constantine ,2016.
- [21] D. T.Vi Vi , «Matériaux composites fibres naturelles/ polymère biodégradables ou non », thèse de doctorat, Université de Grenoble,2011
- [22] S.Thiebaud, « Valorisation chimique de composés lignocellulosiques :obtention de nouveaux matériaux », thèse de doctorat, Institut National Polytechnique De Toulouse, 1995.
- [23] C.Couhert, «Pyrolyse flash à haute température de la biomasse lignocellulosiqueet de ses composés - production de gaz de synthèse», Thèse de Doctorat, de l'Ecole des Mines de Paris Energétique,2007.
- [24] A.Moktari, « influence des ajouts de fins minérales sur les performances mécaniques des bétons renforcé de fibre végétales de palmier dattier », université de Kasdi Merbah Ouargla option génie civil, novembre 2006.
- [25] S. Bouzouita, « optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel », thèse doctorat, école centrale de Lyon, France, janvier 2013.
- [26] D. C.Nguyen, « caractérisation de interface fibre/matrice, application ou composites polypropylène/ chanvre», thèse de doctorat, Université de Technologie de Troyes,2016.
- [27] M. S. Sreekala, M. G. Kumaran, Sabu Thomas, 1997, Oil Palm Fibers, «Morphology, Chemical Composition, Surface Modification, and Mechanical Properties », Journal of Applied Polymer Science, Vol. 66,821-835.

- [28] M.Jacob, S. Thomas, K.T. Varughese, 2004, « Mechanical properties of sisal/oil palm hybrid fiber reinforced natural rubber composites», *Composites Science and Technology* 64, 955-965.
- [29] D.Ray, B K Sarkar, A K Rana, N R Bose, 2001, « Effect of alkali treated jute fiber son composite properties; *Bull. Meters*», ci., Vol. 24, No. 2,129-135.
- [30] L.Y. Mwaikambo, M.P. Ansell, 2003, « Hemp fiber reinforced cashew nut shell liquid composites», *Composites Science and Technology* 63,1297-1305.
- [31] W.H. Morrison III, D.D. Archibald, H.S.S. Sharma, D.E. Akin, 2000; Chemical and physical characterization of water- and dew-retted flax fibers; *Industrial Crops and Products*», 12,39-46.
- [32] A. Valadez-Gonzalez, J.M. Cervantes-Uc, R. Olayo, P.J. Herrera-Franco, 1999 , « Effect of fiber surface treatment on the fiber–matrix bond strength of natural fiber reinforced composites; *Composites*», Part B 30, 309-320
- [33] A.M. Mohd Edeerozey, Hazizan Md Akli, A.B. Azhar, M.I. Zainal Ariffin, « Chemical modification of kenaf fibers », *Materials Letters* 61 2023-2025,2007.
- [34] Paul A, Joseph K, Thomas S; « Effect of surface treatments on the electrical properties of low-density polyethylene composites reinforced with short sisal fibers »; *Compos Sci. Technol* , 57 : 67-79(1997).
- [35]J, « GeorgeS. « Bhagawan S. reinforced Thomas , « Fiber stress analysis in short fiber composites by means of laser Raman spectroscopy» ; *Compos. Interface*, 5: 201-223(1998).
- [36] M.S.Sreekala , S.Thomas ;,« Effect of fiber surface modification on water-sorption racteristics of oil palm fibres »; *Composites Science and Technology*, 63:861–869(2003).
- [37] A.Paul , C.Oommen ,K. Joseph ,S. Thomas ,« The role of interface modification on thermal degradation and crystallization behavior of composites from commingled polypropylene fiber and banana fiber» ,*Polym Compos*, 31: 1113–1123(2010).
- [38] N. Chibani, «Récupération, recyclage et réutilisation des déchet lignocellulosique dans les composites» , thèse de doctorat, Université de Béjaia,2015.
- [39] I.Ghasemi, R. Mohammad Farsi, «Interfacial behavior of wood plastic composite: effect of chemical treatment on wood fibers» , *Iranian Polymer Journal*, p815-816,2010.
- [40] M.Dalour ,H.Beg, « The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fiber Reinforced Polypropylene Composites» ,These de doctorate, University of Waikato, Hamilton, New Zealand,2007.
- [41] M. MALHA, «Mise en œuvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites: polymère thermoplastique renforcé par des fibres doum», thèse doctorat, université

Mohamed V-AGDAL Rabat, 12Mars2013.

[42] A. K. Bledzki, A. A. Mamun, M. Lucka-Gabor, V. S. Gutowski, 2008 , « The effects of acetylating on properties of flax fiber and its polypropylene composites» ,express Polymer Letters Vol.2, No.6,413-422.

[43] MQ.Zhang, MZ.Rong and Lu X; «Fully biodegradable natural fiber composites from enewable resources: All-plant fiber composites»; Compos Sci Technol, 65: 2514–2525 (2005).

[44] C.kalson ,J.kubat, HE .Sromavall, «the efficiency of cellulosic fillers in common thermoplastics. Part 1 filling without processing aids or coupling agents »,inter.J. polymeric mater 10:159-187(1984).

[45]M.Ragoubi,S.Molina, G. Béatrice ,M.Andres,« Evaluation of mechanical behavior of Hemp-PP composites materials under plasmatic surface modification»; compete rendu des JNC 16- Toulouse(2009).

[46] S. Panthapulakkal, A. Zereshtian, M. Sain,« Preparation and characterization of wheat straw fibers for reinforcing application in injection molded thermoplastic composites on»,Faculty of Forestry, University of Toronto, 33 Willcocks Street, Toronto, Canada, Bioresource technology vol 265_272 (2005).

[47] T.Wan,R. Huang, Q. Zhao,L.Xiong, L.Qin, X.Tan, G. Cai,« Synthesis of Wheat Straw Composite Superabsorbent", journal of Applied polymer ,Mineral Resources Chemistry Key Laboratory of Sichuan Higher Education Institutions, Chengdu University of Technology,(2013).