



N° d'ordre :...../2016

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 Physique

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de :

MASTER

Domaine : **Sciences de la matière**

Filière : **Physique**

Option : **Physique Appliquée : Physique des matériaux intelligents**

Par

YAHY Fatima Zahra

THEME

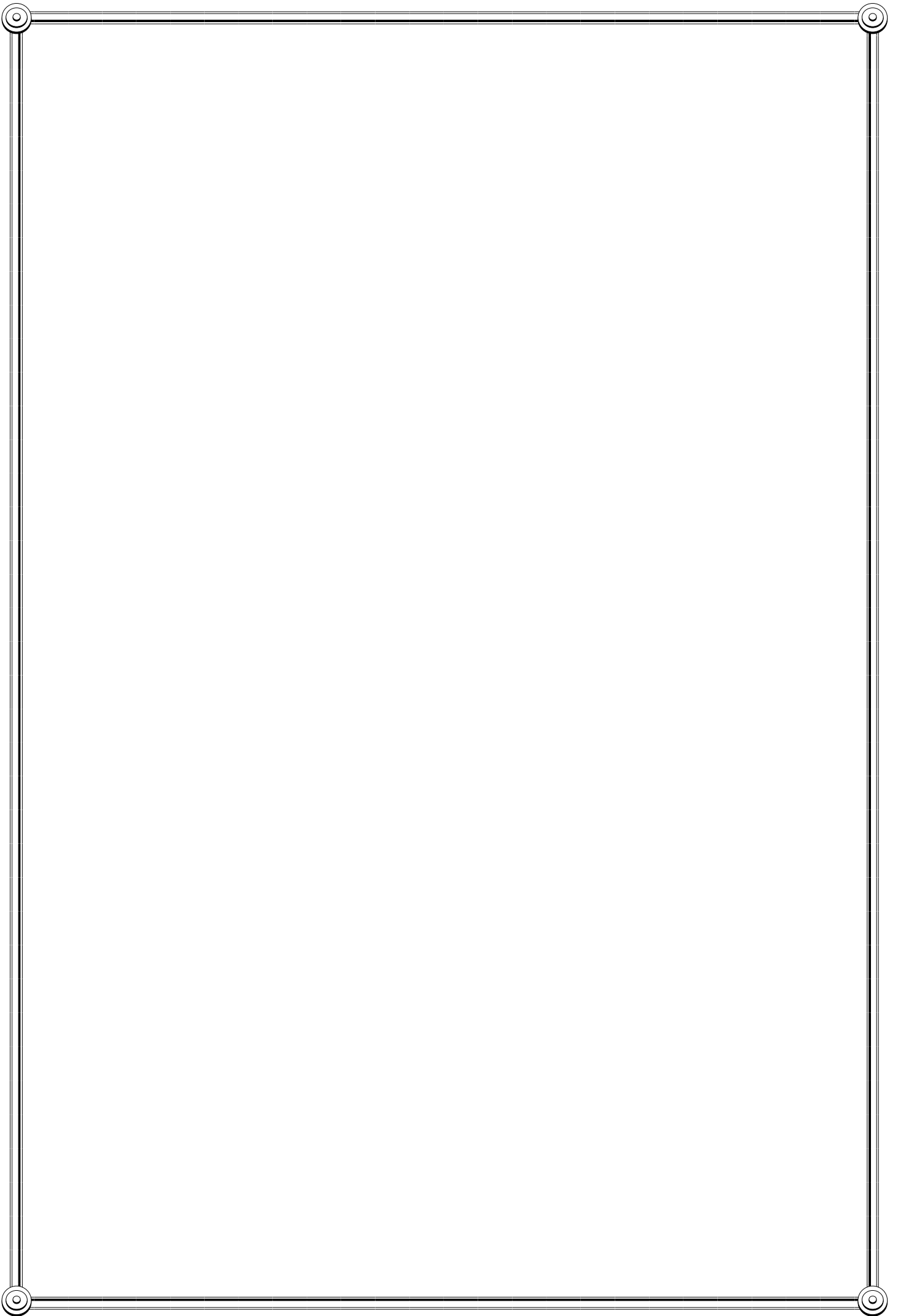
Caractérisation physique d'une fibre végétale (le DISS)

Soutenue le : 06/06/2016

Devant le jury composé de :

M.Rokbi	MCB Univ. de M'sila	Rapporteur
M.Benhamida	MCB Univ. de M'sila	Président
R.Belouadah	MCA Univ. de M'sila	Co-encadreur
C.Farsi	MCB Univ. de M'sila	Examineur
Z.Belouadah	Doctorant	Invité

Promotion Juin 2016



Dédicace

Je dédie ce travail à mes très chers parents Je remercie pour leurs sacrifices, leurs patiences, leurs soutien, l'aide et les encouragements qui m'ont apporté durant toutes ces années d'étude sans eux, je ne serais pas ce que je suis aujourd'hui.

Et je remercie aussi mes frères et ma sœur qui étaient favorables à moi en tout temps

A ma famille

A tous mes amis qui j'ai passé les plus beaux moments avec eux

Et pour tous ceux qui connaissaient Fatima Zahra Yahi

Sommaire

Liste de tableaux	I
Liste de figure.....	II

Introduction générale	1
-----------------------------	---

Chapitre I

Généralités sur les matériaux composites

1.1. Définition	2
1.2. Classification des matériaux composites.....	2
1.3. Constitution des matériaux composites.....	4
1.3.1 Matrice.....	4
1.3.1.1. Matrices organiques.....	5
a) Matrices thermodurcissables (TD).....	5
b) Les matrices thermoplastiques(TP).....	8
c) Les élastomères.....	11
1.3.1.2. Matrices métalliques.....	11
1.3.1.3. Matrices céramiques.....	11
1.3.1.4 .Le rôle de la matrice.....	11
1.3.2. Renforts.....	11
1.3.2.1.Architecture de renforcement.....	13
1.3.2.2. Type de renfort.....	13
a) Fibres de verre.....	13
b) Fibre de carbone.....	14
c)Fibre d'aramide.....	15
d) Fibre de bore.....	15
e)Fibre de silice (ou de quartz).....	16
f) Fibres de polyéthylène de haut module.....	16
g) Fibres végétales.....	16

1.4. Structure du composite.....	16
1.5. Caractéristiques générales d'un composite.....	16
1.6 .Avantages et inconvénients des matériaux composites.....	17
1.7. Conclusion.....	17

Chapitre II

Généralités sur les fibres végétales

2.1. Introduction.....	18
2.2. Les fibres naturelles.....	18
2.2.1. Définition.....	18
2.2.2. Classification des fibres naturelles.....	18
2.3. Les fibres végétales.....	18
2.3.1. Définition des fibres végétales.....	18
2.3.2. Classification des fibres végétales.....	19
A. Les fibres de feuilles.....	19
B. Les fibres de tiges.....	19
C. Les fibres de bois.....	19
D. Les fibres de surface.....	20
2.3.3. Structure de la fibre végétale.....	20
2.3.4. Composition chimique de la fibre végétale.....	21
2.3.5. Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales.....	23
2.4. Différentes fibres végétales.....	24
a) L'abaca.....	24
b) Le lin.....	24
c) Le chanvre.....	25
d) Le coton.....	26
e) Le kénaf.....	26

f) Le jute.....	27
g) Le sisal.....	27
h) La ramie.....	28
i) Le coco.....	28
j) Palmier dattier.....	29
2.5. Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales.....	29
2.7.Conclusion.....	30

Chapitre III

Procèdes d'analyses

3.1. Introduction.....	31
3.2. Caractérisation physiques	31
3.2.1. La masse volumique et la densité.....	31
3.2.2. Exempeles.....	32
3.3. Propriétés thermiques.....	35
3.3.1. L'Analyse thermogravimétrique (ATG/DTG)	35
3.3.1.1. Principe.....	35
3.3.2Exempeles	36
3.4. Conclusion.....	38

Chapitre IV

Matériaux et méthodes expérimentales

4.1. Introduction.....	39
4.2. Matériau de base	39
4.2.1. Fibres de DISS.....	39
4.2.2. Extraction des fibres.....	40
4.3. Procédure expérimentale.....	44
4.3.1. détermination de la densité	44
4.3.2. Analyse thermogravimétrique (ATG), (DTG).....	45
4.3.3. Essais de traction.....	46

Chapitre V

Résultats et discussions

5.1. Introduction.....	49
5.2. Propriétés Physiques	49
5.2.1. Densité des fibres	49
5.3. Analyse thermiques	50
5.4. Analyse morphologique des fibres de DISS	50
5.5. Caractérisations mécaniques.....	52
5.1. 1.Traction fibres DISS	52
5.5.2. Paramètres mécaniques.....	54

Liste des tableaux

Tab1.1. les différents types des composites.....	4
Tab.1. 2. Caractéristiques des polyesters insaturés.....	6
Tab 1.3. Caractéristiques des résines époxydes.....	7
Tab .1.4. Caractéristiques des Polyuréthannes.....	7
Tab.1.5. Comparatif entre les résines thermodurcissables	8
Tab.1. 6 Caractéristiques moyennes des matrices thermoplastiques (TP) non renforcées	9
Tab.1. 7. Principales différences entre matrices TP et TD.....	10
Tab.1.8. représente les différentes formes des fibres de verre.....	14
Tab.2.1. Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales.....	22
Tab2.2. Les caractéristiques mécaniques de quelques fibres Végétales.....	23
Tab .2.3. Les avantages et les inconvénients des fibres végétales.....	31
Tab. 5.1. résume les résultats de la densité de la fibre de DISS.....	49
Tab. 5.2. Propriétés physiques et mécaniques de quelques fibres végétales.....	56

Liste des figures

Fig.1.1. Représentation schématique d'un matériau composite.....	2
Fig.1.2. Organigramme des différents composites renforcés.....	3
Fig.1.3. Organigramme des différentes familles de matrice.....	5
Fig. 1.4. Organigramme des différents types de renfort.....	12
Fig.1.5. Les différentes formes de renfort.....	13
Fig. 1.6. Fibres de verre.....	14
Fig. 1.7. Fibres de carbone.....	15
Fig. 1.8. Fibres d'aramide.....	15
Fig. 2.1 .Classification des fibres naturelles selon à l' origine.....	19
Fig. 2.2.Structure de la fibre végétale.....	20
Fig. 2.3.Modèle de la description de structure d'une fibre végétale.....	21
Fig. 2.4. Exemple de représentation schématique de l'agencement des différents Composants des fibres végétales à l'échelle micrométrique.....	23
Fig.2.5. Fibre de l'abaca.....	24
Fig.2.6.Fibre de lin.	25
Fig.2.7. Fibre de chanvre.....	25
Fig.2.8 .Fibre de coton.....	26
Fig.2.9. Fibre de le kénaf	26
Fig. 2.10. Fibre de jute.....	27
Fig. 2.11. Fibre de Sisal.....	27
Fig. 2.12. Fibre de ramie.....	28
Fig. 2.13. Fibre de coco.....	28
Fig. 2 .14. Fibre de palmier dattier.....	29

Fig.3.1. Analyse thermogravimétrique : PP, fibres de chanvre brutes, composite 30% NTC/PP (a)ATG, (b) DTG.....	38
Fig. 4.1. Plante de DISS à l'état naturel.....	39
Fig.4.2. Préparation de solution NaOH :	
a) pesé de NaOH .b) Dissolution de NaOH dans l'eau distillée.....	40
Fig.4.3. Fibre de DISS : a) avant et b) après immersion par la solution NaOH.....	41
Fig. 4.4. Tige de DISS après traitement	42
Fig.4.5. Procédé mécanique pour extraction les fibres a) Brossage. b). immersion dans l'eau distillé c) Séchage	42
Fig. 4.6 .Traitement thermique l'étuvage.....	43
Fig.4.7.Fibre de DISS traité par 2% NaOH.....	43
Fig. 4.8. Technique de mesure de densité des fibres végétales.....	44
Fig.4. 9.dispositif de la thermogravimétrie.....	45
Fig.4.10 .Test de traction des fibres végétales.....	46
Fig. 4.11 .Principe de l'essai de traction	48
Fig. 5.1.Analyse thermogravimétrique fibres de DISS.....	51
Fig.5.2. Vue microscopique de la fibre de DISS.....	52
Fig.5.3.Evolution de la contrainte en fonction de la déformation de la fibre DISS sollicitée en traction.....	53
Fig. 5.4.Superposition des courbes contrainte-extension de la fibre DISS en traction.....	54
Fig. 5.5. Evolution de paramètres de la fibre de DISS en fonction du diamètre :	
a)Module de Young en fonction du diamètre b) Contrainte en fonction du diamètre.....	55

Introduction générale

Au cours de ces dernières années, les fibres végétales sont de plus en plus utilisées comme renfort dans les matériaux bio-composites dans tous les domaines de l'industrie telle que le transport aéronautique, l'industrie automobile. Elles constituent en effet une ressource renouvelable, naturellement biodégradable, et disposant de nombreuses qualités mécaniques. Les fibres les plus utilisées sont les fibres de Kenaf, de Jute, de Chanvre et de Lin, qui peuvent dans certains cas remplacer la fibre de verre.

L'utilisation des fibres végétales prend de plus en plus d'ampleur. Les propriétés spécifiques intéressantes, la faible densité et la biodégradabilité de ces fibres ouvrent des perspectives prometteuses. Ces nouveaux matériaux ont connu un essor très important au cours de ces dernières décennies.

Les fibres végétales peuvent permettre aux industriels des matériaux de réduire leur dépendance vis-à-vis du pétrole, grâce à leurs propriétés mécaniques, leur faible densité, leur résistance thermique, leur absorption phonique, leurs propriétés de surface, et leur biodégradabilité.

L'objectif principal de ce travail est, dans un premier lieu, l'extraction des fibres de DISS à partir de la plante de DISS. Ensuite en fait la caractérisation sur de ces fibres du coté mécanique, physico-chimique, morphologique et thermique.

Notre mémoire comporte cinq chapitres.

- Le premier chapitre est une étude bibliographique sur les matériaux composites
 - Dans le deuxième chapitre, nous présentons une synthèse bibliographique sur les propriétés essentielles des fibres végétales utilisés comme renforts.
 - Dans le troisième chapitre, nous présentons quelques notions sur les techniques de caractérisation physico-chimique des fibres végétales.
 - Le quatrième chapitre est une étude expérimentale sur les techniques d'obtention des fibres végétales et les techniques de caractérisation adoptées.
 - Le cinquième chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus et discussions.
- Enfin une conclusion générale.

Chapitre I
Généralité sur Matériaux
composites

1.1. Définition

Le terme « matériau composite » désigne un matériau solide hétérogène et anisotrope formé de plusieurs composants distincts. La réalisation d'un matériau composite nécessite donc l'association d'au moins deux composants : le renfort et la matrice, qui doivent être compatibles entre eux et se solidariser (**Fig.1.1**). Pour cela, un agent de liaison, appelé interface, est nécessaire. Les qualités respectives des constituants associés se complètent pour former un matériau aux performances mécaniques, thermiques, électriques et ou physico-chimiques améliorées. Le développement des matériaux composites ayant une ou plusieurs de ces propriétés particulières répond généralement à un besoin spécifique. L'adaptabilité de ce matériau en fait un atout incontestable qui explique son utilisation de plus en plus répandue, notamment dans l'industrie du transport (aérien, maritime et ferroviaire), des sports et loisirs, et depuis peu dans l'industrie du bâtiment [1,2].

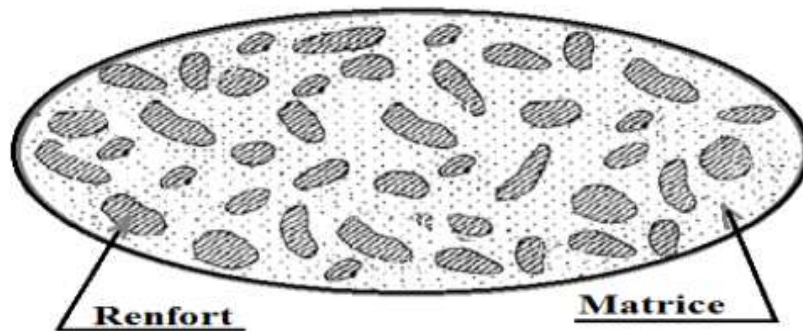


Fig.1.1. Représentation schématique d'un matériau composite.

1.2. Classification des matériaux composites

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice [3]

- **Les composites à matrices polymère ou organique (CMO)** ; telles que les polymères organiques (résine thermodurcissable ou thermoplastique) [2] ; qui constituent, de loin, les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle [3].
- **Les composites à matrices céramiques (CMC)**, réservés aux applications de très haute technicité et travaillant à haute température comme dans les domaines spatial, nucléaire et militaire, ainsi que le freinage.

- **Les composites à matrices métalliques (CMM)**, Ces matériaux peuvent aussi être classés selon la nature du renfort [3].

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

Les composites sont souvent désignés selon le type de renfort. Ainsi, il existe des particules, des composites sandwichs, des composites à phases dispersées ou encore des composites fibreux (**Fig.1.2**)[2].

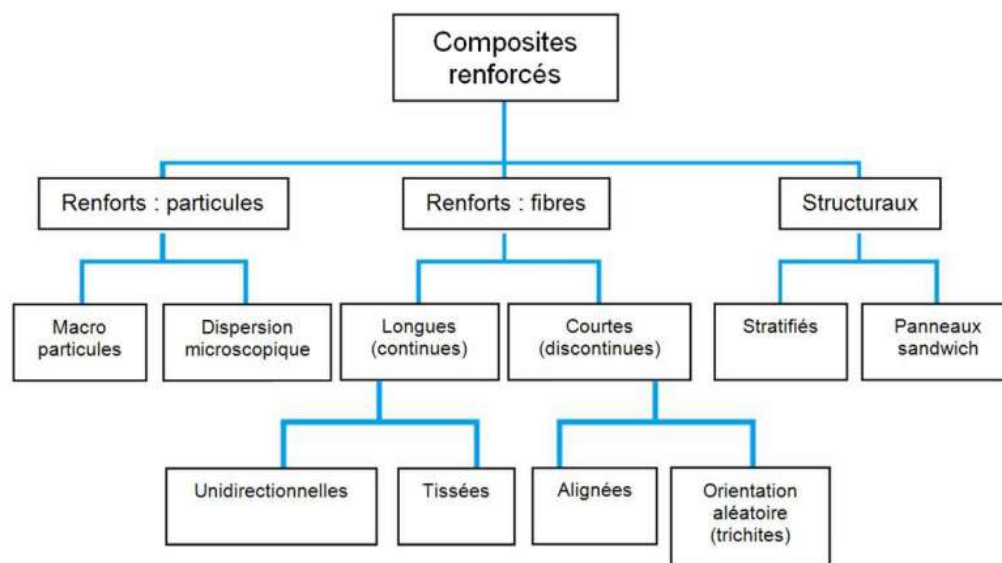


Fig.1.2. Organigramme des différents composites renforcés.

- ✓ Les propriétés des matériaux composites dépendent [4]
 - 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 [4]
 - La nature de l'interface matrice- renfort.
 - La nature des constituants et leurs propriétés.
 - La géométrie du renfort et sa distribution.

Quelques exemples des matériaux composites sont donnés par **le tableau 1.1**.

Tab.1.1. les différents types des composites.

Type de matrice	Constituants	Domaines d'application
1. Composites à matrice organique <ul style="list-style-type: none"> • Papier, carton • Panneaux de particules • Panneaux de fibres • Toiles enduites • Matériaux d'étanchéité • Pneumatiques • Stratifiés • Plastiques renforcés 	Résine/charges/fibres Cellulosiques Résine/copeaux de bois Résine/fibres de bois Résines souples/tissus Elastomères/bitume/textiles Caoutchouc/toile/acier Résine/charges/fibres de verre, de carbone, etc. Résines/microsphères	Imprimerie, emballage, Menuiserie Bâtiment Sports, bâtiment Toiture, terrasse, etc. Automobile Domaines multiples
2. Composites à matrice minérale <ul style="list-style-type: none"> • Béton • Composite carbone- carbone • Composite céramique 	Ciment/sable/granulats Carbone/fibres de carbone Céramique/fibres céramiques	Génie civil Aviation, espace, sports, biomédecine, etc. Pièces thermomécaniques
3. Composites à matrice métallique	Aluminium/fibres de bore Aluminium/fibres de carbone	Espace
4. Sandwiches Peaux Ames	Métaux, stratifiés, etc. Mousses, nids d'abeilles, balsa, plastiques renforcés, etc.	Domaines multiples

1.3. Constitution des matériaux composites

1.3.1. Matrice

Dans un matériau composite, le terme matrice désigne la matière solide qui entoure les renforts pour former une masse compacte. Le premier rôle de la matrice est de maintenir les renforts dans une forme compacte et de donner la forme voulue au produit final. Elle sert également à protéger les fibres contre l'abrasion et un environnement agressif, contrôler le fini de surface et assurer le transfert de charges entre les fibres. Le solide formant la matrice peut être d'origine métallique, céramique ou polymère [2].

Les différentes familles de matrice sont présentées dans l'organigramme de la figure 1.3.

1.3.1.1. Matrices organiques

Matrice a pour but principal de transmettre les efforts mécaniques au renfort. Elle assure la protection du renfort vis à vis des conditions environnementales et elle permet de maintenir le produit fini dans la forme voulue. Dans le cas des composites à matrices organiques, on peut citer les deux principaux types de matrices utilisés [5].

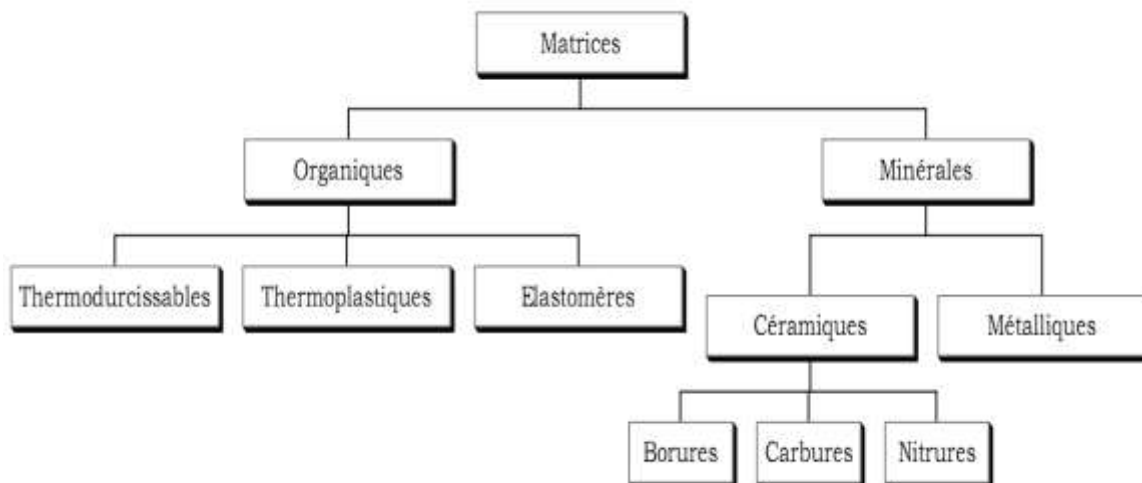


Fig.1.3. Organigramme des différentes familles de matrice.

a) Matrices thermodurcissables (TD)

Les résines thermodurcissables ont des propriétés mécaniques élevées. Ces résines ne peuvent être mises en forme qu'une seule fois. Elles sont en solution sous forme de polymère non réticulé en suspension dans des solvants. Les matériaux les plus performants ont des caractéristiques mécaniques élevées et une masse volumique faible [6]. Les résines thermodurcissables ont l'avantage d'être pâteuses à température ambiante, donc plus faciles à manipuler pour la réalisation du composite. Cependant, un matériau thermodurcissable ne peut être mis en forme qu'une seule fois puisqu'il devient infusible et insoluble après polymérisation. Cet aspect rend impossible le recyclage sous forme de matière première mais on pourra par exemple réintégrer le matériau broyé sous forme de charge dans un nouveau composite [5]. Les résines thermodurcissables principalement sont [7]

• Polyesters insaturés

C'est la résine la plus utilisée dans l'application composite de grande distribution. Une résine de polyester insaturé contenant un monomère (généralement le styrène) est réticulée à température ambiante par addition d'un catalyseur de type peroxyde organique et d'un accélérateur. Elle passe successivement de l'état liquide visqueux initial à l'état de gel, puis à l'état de solide infusible.

Les propriétés de polyesters insaturés représentent dans **le tableau .1.2.**

Il existe différents types de résines

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

Tab.1. 2.Caractéristiques des polyesters insaturés

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

• Epoxydes

Elles sont préférentiellement utilisées pour les composites hautes performances. Elles possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques (130 à 180°C) et un bon comportement chimique. Par contre elles sont sensibles à l'humidité ainsi qu'aux rayons UV et ont un coût encore très élevé [8]. Le **tableau 1.3** présente les caractéristiques des résines époxydes.

Tab.1.3. Caractéristiques des résines époxydes [7].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> • Tenue mécanique, thermique, chimique et fatigue. • Faible retrait (1 à 2 %). • Excellente adhérence sur fibres. • Autoextinguibilité. • Mise en œuvre facile, sans solvant. 	<ul style="list-style-type: none"> • Prix élevé. • Sensibilité à l'humidité et aux UV. • Vieillessement sous température. • Sensibilité aux chocs. • Temps de polymérisation.

• **Polyuréthanes et polyuréés**

Dans la fabrication de pièces composites, on utilise ce type surtout des formules élastométriques dont la faible viscosité permet un bon remplissage du moule (**Tab.1.4**).

Tab .1.4.Caractéristiques des Polyuréthanes[7].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> • Facilité de moulage in situ • Tenue chimique • Vieillessement • Astaticité 	<ul style="list-style-type: none"> • Résistance mécanique réduit • Compatibilité • Coloration en masse difficile

• **Vinylesers**

On peut la considérer comme une variante des polyesters produite à partir d'acides acryliques. Elles possèdent une bonne résistance à la fatigue et un excellent comportement à la corrosion, mais demeure combustible [7].

• **Phénoliques**

Elles sont de plus en plus concurrencées par les polyesters et les époxyes. Néanmoins, Elles restent maîtresses dans le domaine des hautes températures de par leur capacité à résister au feu. Par contre, elles combinent grande fragilité et propriétés mécaniques médiocres [8].

- **Polyimides**

Ces résines sont surtout utilisées dans les composites HP, lorsque l'on cherche une bonne stabilité sous hautes températures (> 250 °C). Elles restent toutefois très onéreuses et difficiles à mettre en œuvre [7].

- **Bismaléimides**

Matrices très peu utilisées en Europe. Elles offrent une bonne tenue à la fois au choc et en température, mais restent difficiles à mettre en œuvre [7].

Le tableau 1.5 représente une comparaison entre ces types de résines [11].

Tab.1. 5.Comparatif entre les résines thermodurcissables.

	Polyesters	Phénolique	Epoxyde	Polyamides
Caractéristique mécanique	Moyen	Faible	Très bonnes	Excellente
Tenue en fatigue	Très bonne	Très faible	Bonne	Très bon
Pouvoir adhésif	Moyen	Moyen	Très bon	Très bon
Température maxi de d'utilisation	140C	130C	190C	260C
Tenue au feu	Mauvaise	Bonne	Moyenne	Très bon
Retrait	Important	Faible	Très faible	Très faible
Durée de polymérisation	Courte	Court	Longue	Moyenne
Mise en œuvre	Très facile	Difficile	Facile	Difficile

b) Les matrices thermoplastiques

Les thermoplastiques sont des chaînes polymères reliées entre elles par de faibles liaisons. Ils sont recyclables et possèdent au moins un solvant. Les thermoplastiques représentent le plus grand tonnage en termes de production à cause de leur facilité de mise en œuvre et des faibles coûts [4].

Les polymères utilisés sont essentiellement des thermoplastiques techniques qui présentent à l'état vierge de bonnes caractéristiques mécaniques. Un renforcement à l'aide de fibres courtes leur confère une tenue thermique et mécanique améliorée et une

bonne stabilité dimensionnelle. **Le tableau.1.6** représente les caractéristiques moyennes des matrices thermoplastiques (TP) non renforcées.

Les principales matrices thermoplastiques sont les suivantes [7]

- **Polyamide (PA)** : tenue au choc, bonne résistance à la fatigue et aux hydrocarbures.
- **Téréphtalate éthylénique et butylénique (PET, PBT)** : bonne rigidité, bonne ténacité.
- **Polycarbonate (PC)** : tenue au choc.
- **Polysulfure de phénylène (PPS)** : résistance à l'hydrolyse.
- **Polyoxy méthylène (POM)** : bonne tenue à la fatigue.
- **Poly Polysulfures (PSU et PPS)** : bonne stabilité chimique et à l'hydrolyse, peu de fluage, tenue au chaud.
- **Polypropylène (PP)** : peu onéreux et assez stable en température, mais combustible.

Tab.1.6.Caractéristiques moyennes des matrices thermoplastiques (TP) non renforcées.

Polymère	Masse spécifique (g/cm ³)	Résistance traction (GPa)	Module de flexion (GPa)	Tenue à la chaleur continue (°C)
Polypropylène (PP)	1,1-1,2	20-30	1-1,6	85-115
Poly téréphtalate butylénique (PbT)	1,5	45-55	2,2-2,6	120
Polytéréphtalate éthylénique (PET)	1,6	55-75	2-2,2	105-120
Polyoxide de phénylène (PPO-)	1,3	55-65	2,4-2,6	80-105
Polyoxideméthylène(PO M)	1,6	60-70	7-9	95-105
Polyamides(PA)	1,3-1,4	60-90	6-9	80-120
Polyamide –imide (PAI)	1,3-1,4	195	4,9	275
Polyéther-imide(PEI)	1,5	105	3	170
Polyéther-imide(PES)	1,6	85	2,6	180
Polyéther-éther-cétone (PEEK)	1,5	100	3,7	Inf240

De plus en plus, on utilise des thermoplastiques thermostables (tenue en température > 200 °C et bonnes propriétés mécaniques), en particulier les suivants :

- **Polyamide-imide (PAI).**
- **Polyéther-imide (PEI).**
- **Polyéther-sulfone (PES).**
- **Polyéther-éther-cétone (PEEK).**
- **Polysulfures (PSU et PPS) :** bonne stabilité chimique et à l'hydrolyse, peu de fluage, tenue au chaud.
- **Polypropylène (PP) :** peu onéreux et assez stable en température, mais combustible.

De plus en plus, on utilise des thermoplastiques thermostables (tenue en température > 200°C et bonnes propriétés mécaniques), en particulier les suivants

- **Polyamide-imide (PAI).**
- **Polyéther-imide (PEI).**
- **Polyéther-sulfone (PES).**
- **Polyéther-éther-cétone (PEEK).**

Une comparaison entre quelques caractéristiques des résines thermodurcissables TD et celles des résines thermoplastiques TP est présentée dans **le tableau1.7** [2].

Tab.1. 7.Principales différences entre matrices TP et TD.

Matrice	TD	TP
Etat de base	Liquide visqueux à polymériser	Solide prêt à l'emploi
Stockage	Réduit	Illimité
Mouillabilité des renforts	Aisée	Difficile
Moulage	Chauffage continu	Chauffage +refroidissement
Cycle	Long (polymérisation)	Court
Tenue au choc	Limitée	Assez bonne
Tenue thermique	Meilleure	Réduite (sauf nouveau TP)
Chutes et déchets	Perdus ou utilisés en charge	Recyclables
Condition de travail	Emanation de solvants	Propreté

c) Les élastomères

Sont des polymères naturels ou synthétiques dont la structure particulière confère une importante élasticité (jusqu'à 500% d'allongement par rapport à la taille initiale). A titre d'exemple, nous pouvons citer les élastomères suivants : les silicones d'élastomères, les polyuréthanes, le néoprène, le latex, etc.... [1].

1.3.1.2. Matrices métalliques

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 [9].

1.3.1.3. 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 [9].

1.3.1.4 Le rôle de la matrice

La matrice a pour rôle de

- ✓ lier les fibres de renforts.
- ✓ répartir les contraintes.
- ✓ apporter la tenue chimique de la structure.
- ✓ donner la forme désirée au produit final [10].

1.3.2. Renforts

Le renfort est le squelette supportant les efforts mécaniques. Le but des renforts dans les matériaux composites est essentiellement d'accroître leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.) et d'améliorer des propriétés physiques, tels que les comportements au feu, la tenue en température (conservation des caractéristiques mécaniques à haute température) ou les propriétés électriques. Outre les propriétés mécaniques élevées qu'ils procurent, les caractéristiques recherchées dans les renforts sont

une masse volumique faible, une compatibilité avec les matrices et une facilité de mise en œuvre. Les renforts peuvent provenir d'origines diverses (animale, végétale, synthétique, etc.). Il peut se présenter sous de nombreuses formes : fibres courtes ou particules (mat) ou fibres continues (unidirectionnel, tissus ou textures multidirectionnelles) [4].

La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la **figure 1.4** [6].

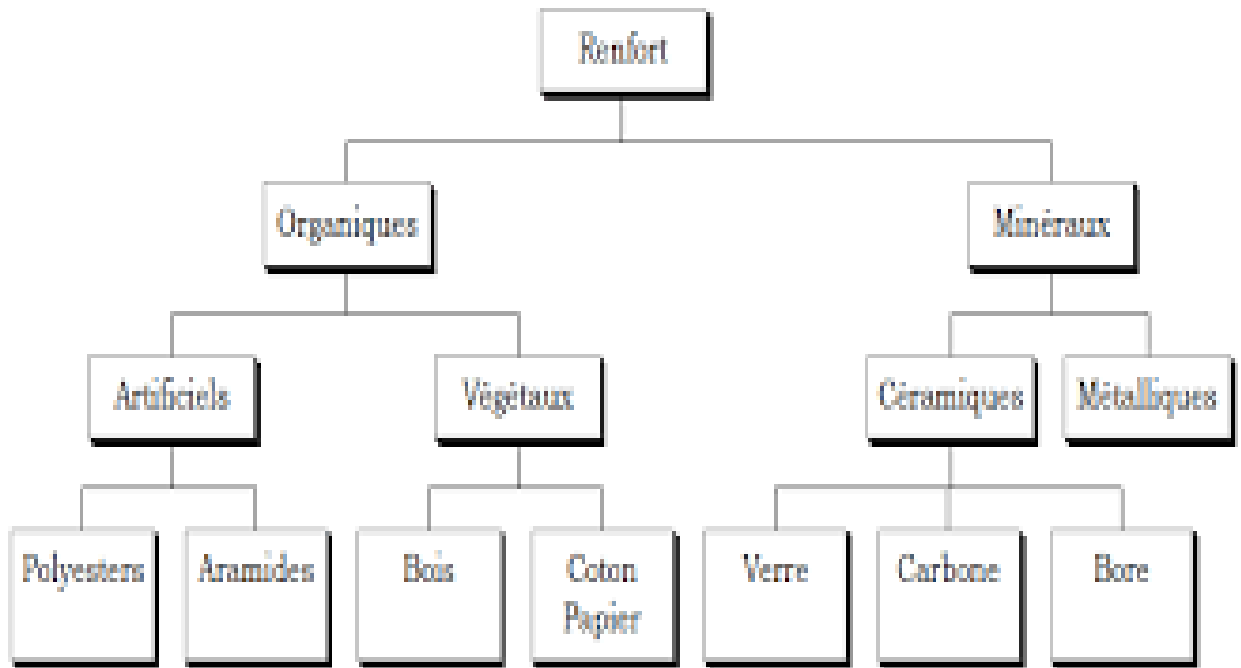


Fig.1.4. Organigramme des différents types de renfort

La forme du renfort est fonction de l'application et du volume de pièces à réaliser, elle permet de distinguer deux grandes familles[11].

▪ Renfort en fibres discontinues

Des fibres courtes, ou particules (charges sous forme de microbilles, de fibres broyées, d'écailles ou de poudre), permettent d'améliorer certaines propriétés de la matrice (résistance à l'usure, propriétés thermiques, poids). Celle-ci reste l'élément de base et on obtient alors un « polymère renforcé ».

▪ Renfort continu

Sous forme de fibres longues qui sont généralement utilisées poudres composites HP. Cette forme fibreuse offre une résistance à la rupture et souvent un module d'élasticité beaucoup plus élevée que ceux du même matériau massif, avec une augmentation de la longueur de 10000 fois, ou bien pour le même volume, la surface est multiplié par 100 dans le cas des fibres de verre.

1.3.2.1. Architecture de renforcement

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). **Figure 1.5** illustre Les différentes formes de renfort. [10].

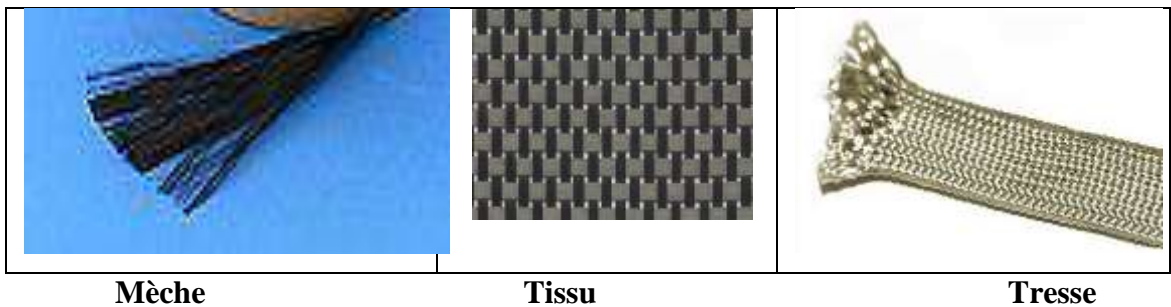


Fig.1.5. Les différentes formes de renfort.

1.3.2.2. Type de renfort

Les fibres utilisées se présentent soit sous forme continues (fibres longues), soit sous forme discontinues (fibres courtes).

a) Fibres de verre

Elles constituent le renfort essentiel des composites de grande diffusion. Elle est obtenue à partir de sable (silice) et d'additifs (alumine, carbonate de chaux, magnésie, oxyde de bore) [1] (**Fig.1.6**). On distingue différents types de fibre [8]

- **verre E** : le plus courant, il possède de bonnes propriétés diélectriques.
- **verre D** : il est destiné aux applications de construction ou électronique, en raison des ses propriétés diélectriques supérieures aux autres fibres de verre.
- **verre C** : il est très résistant chimiquement et est principalement utilisé pour les applications anticorrosion.

- **verre R ou S** : il est destiné pour les applications hautes performance du fait de sa résistance en traction et son module d'élasticité supérieurs aux autres fibres de verre [10].

Tab.1.8.représente les différentes formes des fibres de verre

Caractéristiques	Type E	Type D	Type C	Type R	Type S
Résistance en traction (MPa)	3500	2450	2800	4650	4650
Module en traction (GPa)	73 ,5	52,5	70	86,5	86 ,5
Allongement à la rupture (%)	4,5	4,5	4	5,3	5,3



Fig. 1.6. Fibres de verre

a)Roving de verre d) Mat de verre c) Tissu de verre

b) Fibre de carbone

C'est la fibre la plus utilisées dans les applications hautes performances. Elle est obtenue par carbonisation de la fibre de PAN (Polyacrylonitrile). Selon la température de combustion(**Fig.1.7**), on distingue deux types de fibres :

- **Fibres haute résistance (HR)** : pour une combustion de 1000 à 1500 °C.
- **Fibres haut module (HM)** : pour une température de combustion de 1800 à 2000 °C [4].



Fig. 1.7.Fibres de carbone

c)Fibre d'aramide

Les plus connues sont les fibres de polyamides aromatiques, connues sous la marque commerciale de "Kevlar". Le comportement des fibres aramides est semblable à celui des métaux car sous faible charge elles sont élastiques et deviennent plastiques quand elles sont soumises à de fortes contraintes. Elles constituent un bon compromis entre les fibres de carbone et celles à base de verre. Les fibres aramides ont une bonne tenue au feu. Par contre, lors de leur renforcement des composites, on observe une faible résistance à la compression et à la flexion, du fait d'une mauvaise adhérence avec les résines. [4]



Fig. 1.8.Fibres d'aramide

d) Fibre de bore

Fibres de haut module et insensibles à l'oxydation à hautes températures, elles sont obtenues par dépôt en phase gazeuse sur un substrat en tungstène [7].

e) Fibre de silice (ou de quartz)

Elles sont produites comme le verre, par fusion, et sont essentiellement utilisées pour leur haute tenue chimique et thermique dans les tuyères pour moteur de fusée [7].

f) Fibres de polyéthylène de haut module

Elles présentent une très bonne résistance à la traction mais une mauvaise mouillabilité. Pour des structures peu sollicitées, on peut encore utiliser des fibres synthétiques courantes de polyamide ou polyester [7].

g) Fibres végétales

Les fibres végétales sont utilisées depuis longtemps. Elles peuvent être associées à des matrices de différentes natures. L'utilisation de fibres végétales dans une matrice thermoplastique ou thermodurcissable est une technique déjà utilisée et industrialisée notamment dans l'automobile (panneaux intérieurs, garnitures de toit, planchers de camions etc.), la construction (profilés de portes et de fenêtres, clôtures, bardages etc.) ou encore dans l'équipement domestique (meubles de jardin par exemple). Des études sont également en cours pour des applications dans le domaine de la construction aéronautique [12].

1.4. Structure d'un matériau composite

Les structures des matériaux composites peuvent être classées en trois types [13].

- Les monocouches
- Les stratifiées
- Les sandwichs

1.5. Caractéristiques générales d'un composite

- Les principales caractéristiques des matériaux composites sont [14]
- Le gain de masse.
- La bonne tenue en fatigue (durée de vie élevée).
- L'absence de corrosion.
- L'absence de plasticité (leur limite élastique correspond à la limite de rupture).
- Le vieillissement sous l'action de l'humidité et de la chaleur.
- L'insensibilité à certains produits chimiques courants (solvants, peinture, huiles, pétroles...).

- Tenue aux impacts et aux chocs très moyenne.
- Très forte anisotropie.

Les propriétés des matériaux composites résultent en [14]

- Des propriétés de la nature et de la quantité des matériaux constituants.
- De la géométrie et de la distribution du renfort.
- De leurs interactions, de la nature de l'interface matrice - renfort, etc.

1.6. Avantages et inconvénients des matériaux composites

✓ **Avantage des matériaux composites**

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 [13].

✓ **Inconvénients des matériaux composites**

- Mauvaise isolation acoustique (n'amortissent pas).
- La tenue au feu n'est pas bonne pour certaines catégories d'âmes.
- Les risques de flambement sont plus élevés que pour les structures classiques [13].

1.7. Conclusion

Les différents types de matériaux composites se définissent en fonction de la nature de la matrice qui pourra être de type organique, métallique ou céramique.

Les propriétés mécaniques des matériaux composites sont influencées principalement par l'adhérence entre la matrice et les fibres ; et l'utilisation des renforts pour l'élaboration de matériaux composites impose de bonnes connaissances des propriétés physiques et chimiques de ces matériaux.

Chapitre II
Généralités sur les fibres
végétales

2.1. Introduction

Les fibres naturelles sont utilisées depuis 3000 ans dans les composites, par exemple dans l'ancienne Égypte, où la paille et d'argile étaient mélangés pour construire des murs. Au cours de la dernière décennie, les composites renforcés des fibres naturelles ont reçu une attention croissante, tant auprès du monde universitaire que de diverses industries [15].

2.2. Les fibres naturelles

2.2.1. Définition

Les fibres naturelles sont des substances filamenteuses issues de végétaux et d'animaux, susceptibles d'être filées pour fabriquer des fils et des cordes. Elles sont tissées, tricotées ou tressées pour confectionner des textiles indispensables à la société [16].

2.2.2. Classification des fibres naturelles

Les fibres naturelles sont pour la plupart d'origine végétale ; animale et minérale (**Fig.2.1**).

- **Végétale** : extraite de plantes, de fruit et d'arbres comme le coton, le lin, l'agave, le jute, le chanvre, etc.
- **Animale** : extraites de poil d'animaux comme le mouton, la chèvre, le lama, etc.
- **Minérale** : on trouve dans la nature des minéraux dont la texture fibreuse. il s'agit d'une matière toxique, comme l'amiante [18].

2.3. Les fibres végétales

2.3.1. Définition des fibres végétales

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. En proportion relativement faible d'extractibles non azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales. Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [19].

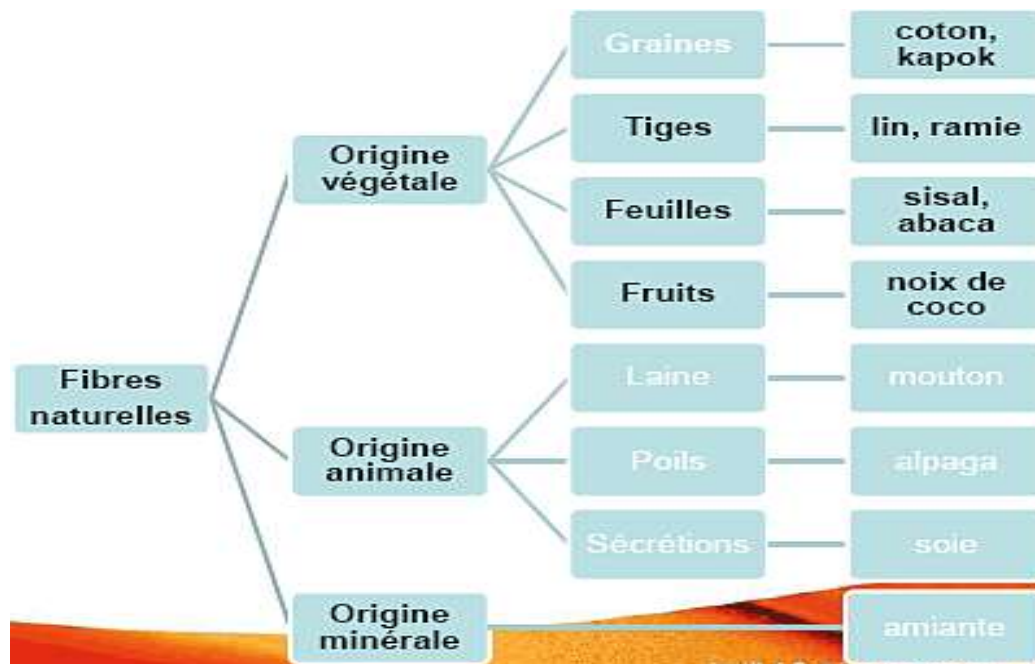


Fig.2.1 .Classification des fibres naturelles selon à l' origine.

2.3.2. Classification des fibres végétales

Les fibres végétales sont classées en quatre groupes suivant leur provenance à s'avoir : les fibres de feuille, de tiges, de bois et de surface [4].

A. Les fibres de feuilles

Ces fibres sont obtenues grâce au rejet des plantes monocotylédones. Les fibres sont fabriquées par chevauchement de paquet qui entoure le long des feuilles pour les renforcer ces fibres sont dures et rigides les types de fibres de feuilles les plus cultivées sont la fibre de sisal, d'abaca

B. Les fibres de tiges

Les fibres de tige sont obtenues dans les tiges des plantes dicotylédones. Elles ont pour rôle de donner une bonne rigidité aux tiges de plantes. Les fibres de tige sont commercialisées sous forme de paquet de cor et en toute longueur .Les fibres de tige les plus utilisées sont les fibres de jute, de lin, de ramie, de kenaf, et de chanvre.

C. Les fibres de bois

Les fibres de bois proviennent du broyage des arbres tels que les bambous ou les roseaux. Elles sont généralement courtes.

D. Les fibres de surface

Les fibres de surface entourent en général la surface de la tige, de fruits ou de grains. Les fibres de surface des grains constituent le groupe le plus important dans cette famille de fibres. Nous citons entre autre le coton et la noix de coco.

2.3.3. Structure de la fibre végétale

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de micro fibrille cellulosiques en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine. La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radiale. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de micro fibrilles (S1, S2, S3) (Fig. 2. 2) [19].

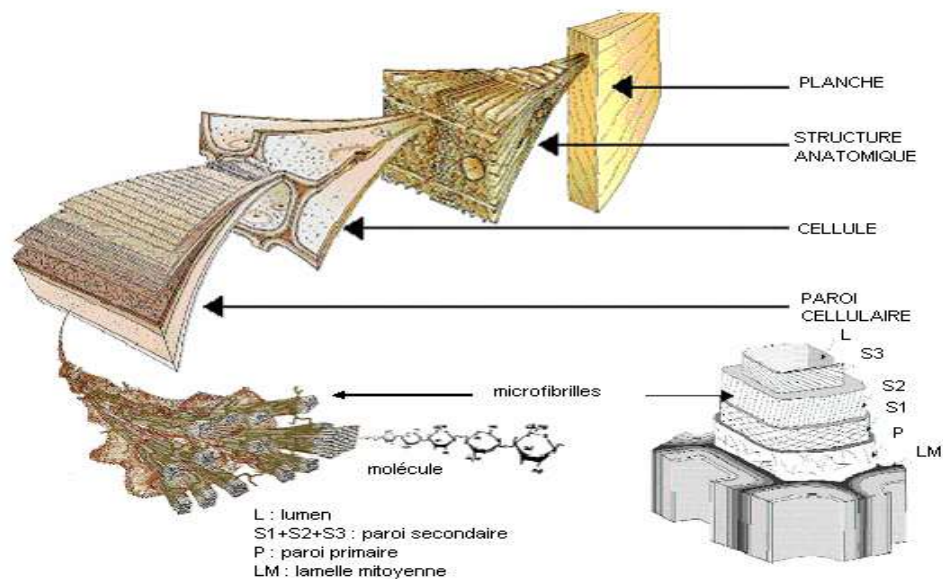


Fig. 2.2. Structure de la fibre végétale

Les micros-fibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle microfibrillaire dont la valeur varie d'une espèce à l'autre. L'orientation du microfibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des

fibres, plus que l'angle des microfibrilles augmente, le module de Young (une mesure de la rigidité) décroît, tandis que l'extensibilité des parois augmente [19].

La figure 2.3 représente le modèle de la description de structure d'une fibre végétale.

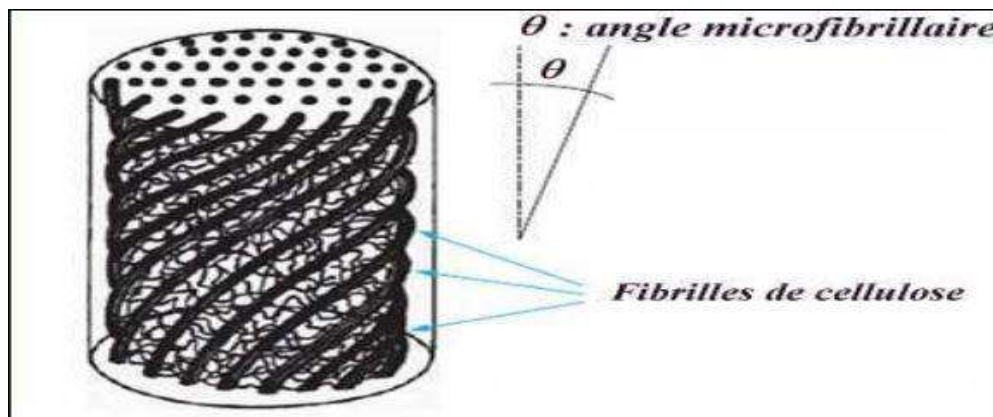


Fig. 2.3. Modèle de la description de structure d'une fibre végétale

2.3.4. Composition chimique de la fibre végétale

Les différents constituants des fibres végétales (Fig. 2.4) sont :

- **La Cellulose** : La cellulose est le principal composant dans le quasi-totalité des fibres végétales et représente la matière la plus abondante sur la surface de la terre (plus de 50 % de la biomasse) [20]. C'est un polymère naturel du premier plan. Généralement, les fibres végétales sont constituées par une chaîne des fibres en cellulose [4].
- **Hémicellulose** : Les hémicelluloses représentent le 3ème composant principal juste après la cellulose et la lignine, avec une proportion en poids à peu près 25% de la biomasse [20]. L'hémicellulose présente dans toutes les parois de ces fibres. C'est le constituant responsable de l'élasticité des fibres [4].
- **Lignine** : La lignine forme avec la cellulose et l'hémicellulose la grande majorité de la biomasse, elle est 2ème après la cellulose en termes d'abondance. Ses principales fonctions sont d'apporter de la rigidité, une imperméabilité à l'eau et une grande résistance à la décomposition (barrière de protection biologique) [19]. La lignine constitue la colle qui lie les fibres végétales entre elles ainsi que leurs parois. C'est un polymère tridimensionnel [4].

- **Pectines** : Les pectines jouent un rôle capital dans l'architecture de la paroi végétale. Ces substances pectiques sont présentes avec des proportions variées dans la plupart des végétaux (environ 1% dans le bois) [19].
- **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 [19].

Le tableau 2.1 illustre Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales

Tab.2.1.Composition chimique (en %) de différentes fibres végétales

Fibres	Cellulose	Hémicelluloses	Lignine	Pectine	Cire
Coton	85-90	5,7	0,7-1,6	0-1	0,6
Lin	71	18,6-20,6	2,2	2,3	1,7
Chanvre	70-74	17,9-22,4	3,7-5,7	0,9	0,8
Jute	61,1-71,5	13,6-20,4	12-13	0,2	0,5
Ramie	68,6-76,2	13,1-16,7	0,6-0,7	1,9	0,3
Sisal	66-78	10-14	10-14	10	2
Coco	32-43	0,15-0,25	40-45	3-4	-
Alfa	45	24	24	5	2

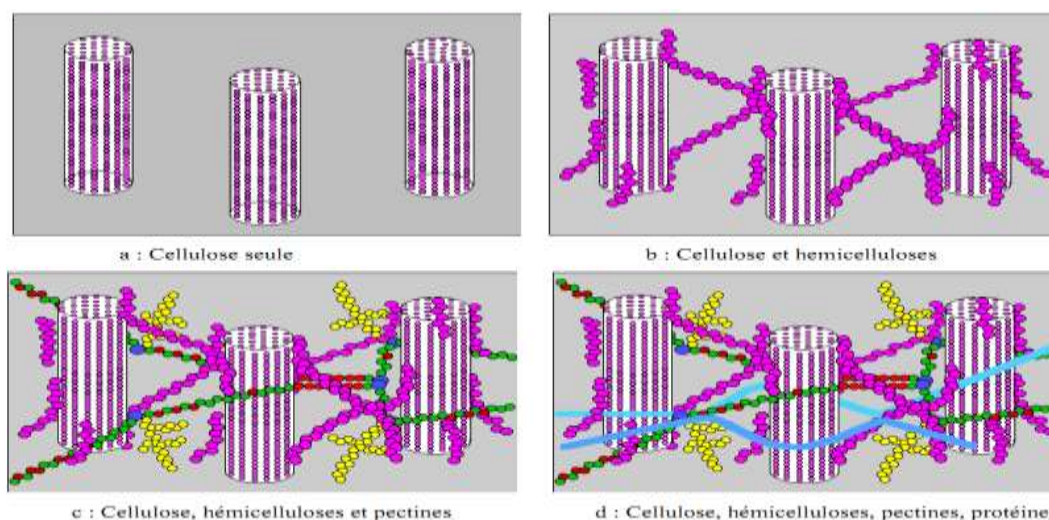


Fig.2.4. Exemple de représentation schématique de l'agencement des différents composants des fibres végétales à l'échelle micrométrique

2.3.5. Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales

Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre sa densité et son teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau. Et elle est caractérisée mécaniquement par sa résistance à la traction, son élongation à la rupture et son module d'élasticité [4]. Le **tableau .2.2** représente les caractéristiques mécaniques de quelques fibres végétales.

Tab.2.2. Les caractéristiques mécaniques de quelques fibres Végétales.

Fibre	Densité (g/cm ³)	Module de traction (GPa)	Résistance en traction (MPa)	Allongement (%)
Lin	1,5	28	345-1100	2,7-3,2
Jute	1,45	13-27	350-550	1,2-2,5
Chanvre	1,48	29-70	550-900	1,6-3,5
Ramie	1,5	20-70	550-900	1,6-4
kénaf	1,47	6-8	1580	2,7
Abaca	1,35	20	900	3,5
Sisal	1,45	9-20	400-700	2-14
Coco	1,15	4-6	130-120	15-40
Coton	1,5	5-12	300-800	3-10

2.4. Différentes fibres végétales

Les fibres végétales sont de plus en plus utilisées comme renfort dans les matériaux de constructions. Elles constituent en effet une ressource renouvelable, naturellement biodégradable, et disposant de nombreuses qualités mécaniques et hydriques.

Les plus utilisées sont les fibres libériennes, comme le Kenaf, le jute, la ramie, le palmier et surtout le chanvre et le lin [20].

a) L'abaca

L'abaca ou chanvre de manille est un bananier textile (Musacées) qui pousse aux philippines : les fibres dans les gaines foliaires forment un pseudo tronc très recherché pour la fabrication de cordages légers et insubmersibles, et aussi de rabanes, nappes, stores, vêtements [22] (**Fig2.5**).



Fig.2.5.Fibre de l'abaca

b) Le lin

Le lin est une plante annuelle qui pousse dans le monde entier, aussi bien en Asie qu'en Europe. La fibre de lin vient des tiges de la plante mais aussi de l'huile extraite des graines(**Fig.2.6**). L'avantage de cette fibre est sa longueur élevée, en moyenne 25 mm et sa bonne résistance. Le lin peut être utilisé comme substitut au coton. Cette fibre est utilisé pour fabriquer des papiers fins comme les papiers à cigarette ou le papier bible.



Fig.2.6.Fibre de lin

c) Le chanvre

Le chanvre est une fibre libérienne, tout comme le lin, le Kenaf, le jute et la ramie. Les plantes de cette famille présentent toutes des fibres externes longues et étroites et des fibres internes ligneuses(**Fig2.7**). Par ses possibilités techniques, la fibre de chanvre répond à des besoins textiles traditionnels tout en ouvrant la voie à une foule d'innovations. Cultivé dans les pays à climat tempéré, on en trouve dans l'est de l'Europe, en France et en Italie. La France est le premier producteur en Europe pour la production de chanvre, Les fibres libériennes sont généralement transformées en textiles (tapis et vêtements) et en produits industriels comme des géotextiles, de la toile anti-érosion, du renfort de composite et du remplissage ce qui constitue d'ailleurs le principal emploi actuel et à venir de la fibre de chanvre. A cause de sa grande solidité et de son intérêt économique. Ses caractéristiques physiques lui confèrent une grande force, ainsi qu'une excellente rentabilité dans le domaine des composites et du papier.



Fig.2.7.Fibre de chanvre

d) Le coton

Le cotonnier est un petit arbuste annuel de 1 à 1,50 m de haut (**Fig. 2.8**). Il est cultivé dans les zones chaudes d'Amérique, d'Afrique, d'Asie et mêmes d'Europe (Espagne). Les fibres de coton proviennent des graines, et sont appelés linters. Cette fibre est utilisée pour ses bonnes caractéristiques physique et mécanique. Elle est utilisée pour des papiers dits de luxe. Elles sont également utilisées pour les papiers fiduciaires et principalement pour les billets de banques, papiers pour lesquels la caractéristique essentielle est la résistance au pliage.



Fig.2.8.Fibre de coton

e) Le Kenaf

Le Kenaf est une plante herbacée dont la tige peut atteindre 3 m de haut. Il se trouve principalement dans les régions tropicales et en Amérique du sud. Elle est destinée uniquement pour le domaine papetier. La longueur moyenne des fibres (1,5 mm) est comprise entre celle des fibres de feuillus et celle des fibres de résineux(**Fig2.9**).



Fig.2.9.Fibre de le kénaf

f) Le jute

Le jute est une plante buissonnante originaire du sud-est asiatique. Les principaux producteurs sont l'Inde et le Bangladesh. Les fibres utilisées en papeterie sont les déchets de culture et de filature. La longueur moyenne des fibres est de 2 mm, avec une largeur de 20 μm . Les caractéristiques de ces fibres sont généralement assimilées à celles du kénaf (**Fig.2.10**)



Fig. 2.10. Fibre de jute

g) Le sisal

Le sisal est une plante vivace constituée par une rosette de grandes feuilles à section triangulaire allant jusqu'à 2 m de long (**Fig.2.12**). Il s'agit d'une plante tropicale, principalement cultivé en Amérique du sud et en Afrique. La longueur moyenne de ces fibres est de 3 mm. **La figure (2.12)** représente la fibre de jute.



Fig. 2.11. Fibre de Sisal

h) La ramie

La ramie est une plante arbustive. Originaires d'Asie de l'Est, la ramie a pour principaux producteurs la Chine, le Japon et l'Amérique. La longueur moyenne des fibres est comprise entre 40 et 250 mm, pour un diamètre moyen de 45 μm . Ces fibres ressemblent aux fibres de lin mais sont encore plus longues, plus solides et plus rigides **la figure (2.12)** représente fibre de ramie.



Fig. 2.12.Fibre de ramie

i) Le coco

Les fibres de coco proviennent de la couche fibreuse qui entoure la noix de coco. Elles sont filées et tissées après avoir été assouplies dans l'eau(**Fig2.14**). Le filage grossier et irrégulier donne au coco un aspect rustique. Le coco est très résistant, il est isolant, imputrescible et antibactérien. On utilise plutôt dans des pièces spacieuses et lorsqu'on veut mettre en avant son côté rustique.



Fig.2.13. Fibre de coco

j) Palmier dattier

Le palmier dattier se constitue principalement de 10 parties à savoir : les palmes, la jeune palme, le régime de dattes, les dattes, le gourmand, Le stipe, les cicatrices annulaires, le rejet, le bulbe, les racines [8]. **Figure (2.15)** illustre la fibre de palmier dattier.



Fig.2 .14.Fibre de palmier dattier.

2.5. Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales

Les avantages et les inconvénients des fibres végétales en tant que renfort de matériaux polymères sont présentés **Tableau.3.2** [23].

Tab .2.3. Les avantages et les inconvénients des fibres végétales

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ❖ Faible coût. ❖ Biodégradabilité. ❖ Neutre pour l'émission de CO₂. ❖ Pas de résidus après incinération. ❖ Ressource renouvelable. ❖ Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité). ❖ Non abrasif pour les outillages. ❖ Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres. 	<ul style="list-style-type: none"> ❖ Absorption d'eau. - Pour des applications industrielles, nécessite de gestion d'un stock. ❖ Fibres anisotropes. ❖ Faible stabilité dimensionnelle. ❖ Renfort discontinu. ❖ Faible tenue thermique 200 à 230°C ❖ Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, des conditions météorologiques.

2.6. Conclusion

Les fibres naturelles présentent de nombreux avantages (faible coût, ressource renouvelable, biodégradabilité, propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité)). Comme tous les produits naturels, les propriétés mécaniques et physiques des fibres naturelles varient considérablement. Ces propriétés sont gouvernées par la composition chimique et structurale et dépendent du type de la fibre. La cellulose, le composant principal de toutes les fibres végétales, varie d'une fibre à une autre.

Chapitre III

Procèdes d'analyses

3.1. Introduction

Dans cette partie, nous allons présenter les techniques de caractérisation qui ont été utilisées pour l'évaluation des résultats obtenus dans chacune des étapes, ainsi que pour la vérification des propriétés des matériaux utilisés. Pour cela, nous avons eu recours à différentes techniques.

3.2. Caractérisation physiques

3.2.1. La masse volumique et la densité

a) Définitions

La masse volumique d'un corps est la masse de l'unité de volume de ce corps. C'est donc le rapport entre la masse totale de la matière considérée et son volume. Elle dépend du système d'unités utilisé. La notion de masse volumique s'applique aux corps homogènes. La masse volumique s'exprime dans le système international (SI) en gramme par centimètre cube (g/cm^3) suivant la relation [23] :

$$\rho = \frac{m}{v} \quad [\text{g/cm}^3] \quad (1)$$

La masse comme le volume sont des quantités extensives ; elles traduisent la présence physique de la substance. Au contraire, la masse volumique est une quantité intensive liée directement à la nature de la matière. Ainsi, la masse volumique d'un petit volume de matière peut, en principe, être déterminée avec une précision fonction des méthodes utilisées pour mesurer la masse et le volume.

La densité d'un corps solide ou liquide est le rapport de sa masse volumique à celle de l'eau à 4°C. C'est donc un nombre sans dimension, indépendant du système d'unités.

On distingue [24]

- ✓ **La masse volumique absolue ou vraie et la densité absolue ou vraie :** quand le volume considéré ne prend en compte ni la porosité fermée ni la porosité ouverte.
- ✓ **La masse volumique effective et la densité effective :** quand le volume considéré inclut les porosités ouverte et fermée.
- ✓ **La masse volumique apparente et la densité apparente :** quand le volume considéré inclut la porosité fermée. Pour les poudres et les fibres, elles

dépendent de la densité de la matière solide, de la taille des particules et de leur distribution, ainsi que de la forme des particules et de leur rugosité.

✓ **La masse volumique tassée et la densité tassée (poudres, fibres) :** ce sont les mêmes que les précédentes, sauf que le volume considéré est celui après que la poudre ou les fibres ont été tassée soit par vibration soit par tapotement.

La densité relative est une autre notion utile.

Si ρ_1 et ρ_2 désignent les masses volumiques de deux substances différentes, leur densité relative est :

$$\rho_{12} = \frac{\rho_1}{\rho_2} \quad (2)$$

C'est également une grandeur sans unité. Puisque c'est une grandeur relative [23].

3.2.2. Exemples

Des fibres de lin [25], c'est une fibre libérienne la plus souvent utilisée dans le développement de fibres naturelles composites renforcées. Avant l'essai, l'échantillon de fibres de lin a été conditionné dans un four à 60° C jusqu'à ce que la teneur en humidité a été réduite à moins de 5%. Fibre a été séchée pour s'assurer que tous les échantillons à tester ont été à un niveau d'humidité uniforme. Les fibres de lin ont été ensuite maintenues dans des sacs d'échantillons scellés afin qu'ils restent à un niveau d'humidité constant pendant l'essai [25].

On utilisant des différentes méthodes [25].

Méthode 1 : densité linéaire et calcul du diamètre

Le spécimen, un long-fibre unique, a été découpé en petits épissures, placés sur une lame de microscope, et projetées sur un écran à travers le microscope. Son diamètre a été mesuré en utilisant une règle en millimètres. La densité linéaire a été calculée par la mesure des masses et des longueurs des spécimens testés. A savoir, 100 fibres ont été testées pour déterminer un diamètre moyen de fibres et 10 pour déterminer la densité linéaire moyenne.

La densité moyenne linéaire et de diamètre ont été utilisés pour calculer la densité volumique de la fibre ρ_f .

$$\rho_f = \frac{M}{\frac{d^2 \pi l}{4}} \quad (3)$$

Où (M) est la masse d'un échantillon de fibres, (d) la moyenne de diamètre, et (l) la longueur d'un spécimen de fibre [25].

Méthode 2 : Archimède (flottabilité)

L'échantillon, un faisceau de fibres, a été pesé dans l'air et puis dans un liquide qui a été utilisée pour mouiller l'échantillon et était densité inférieure à celle de l'échantillon. La différence des deux médias était la force de flottabilité.

Le processus de pesée a été effectué sur une balance analytique avec une résolution de 0,0001g, et a été adapté pour la suspension de pesage par un acier inoxydable suspension fil d'environ 0,4 mm de diamètre. La force de flottabilité a été converti en déguster volume en divisant la densité du liquide. La densité de l'échantillon a été acquise en divisant le poids de l'échantillon dans l'air avec volume de l'échantillon.

$$\rho_l = \frac{(M_3 - M_1)}{((M_3 - M_1) (M_4 - M_2))} \rho_l \quad (4)$$

Où (ρ_l) est la densité du liquide, (M_1) poids de suspension fil dans l'air, (M_2) le poids de fil de suspension dans un liquide (à point d'immersion), (M_3) le poids de fil de suspension, plus article dont la densité devait être déterminée dans l'air et (M_4) poids de fil de suspension, plus article dont la densité était de déterminer dans le liquide. Les liquides d'immersion essayé dans cette étude étaient canola huile, l'eau, l'éthanol, le éthanol, l'acétone et le glycérol. Sept échantillons de fibres ont été testés pour chaque liquide d'immersion [24].

Méthode 3 : pycnomètre à l'hélium

Spécimen pour ce test est également un faisceau de fibres, et 10 échantillons ont été testés pour donner une valeur moyenne. Ce test procédé était similaire à la méthode d'Archimède, mais était appliqué en utilisant un milieu gazeux plutôt qu'un liquide. Hélium gaz a été utilisé pour tester le volume de fibres à travers ce a été appelé le pycnomètre d'hélium gazeux. Un volume connu d'hélium a été contenu dans la cellule de référence du pycnomètre. Lors d'un essai, le gaz a été libéré lentement la cellule de référence dans la cellule d'échantillon où les fibres étaient situé. La pression du gaz d'hélium qui restait dans le récipient de référence a été utilisée pour déterminer le volume de l'échantillon de fibres. Masse de l'échantillon a été mesurée sur un équilibre, et la densité de la fibre a été déterminée par divisant la masse par le volume [25].

Méthode 4 : pycnomètre liquide

Cette méthode d'essai est similaire à l'hélium et Archimède méthodes de pycnomètre, et les spécimens utilisés est également une fibre bundle. Il y a une chose en particulier, cependant, le test spécimen doit être moins dense que le fluide d'essai. Depuis l'échantillon de fibres est pondéré à l'air puis placé dans un liquide pycnomètre, cette méthode permet une mesure directe du volume de l'échantillon de fibre (à savoir, le liquide qui s'affiche placé dans le pycnomètre donne une lecture de l'échantillon volume). Ensuite, la densité de la fibre est calculée par la masse et le volume. Cette méthode d'essai n'a pas été choisie dans la présente étude parce que le choix de fluides d'essai est limitée par la densité des fibres de lin, et il est similaire aux autres sélectionnée méthodes [25].

$$\text{Densité } (d) = \frac{\rho (m_1 - m_2)}{(m_3 - m_0) - (m_2 - m_1)} \quad (5)$$

Avec

ρ : densité de éthanol qui vaut $0,8051 \text{ g/cm}^3$.

m_0 : masse du pycnomètre de 50 ml vide.

m_1 : masse du pycnomètre contenant 1 g de la fibre

m_2 : masse du pycnomètre contenant 1 g de la fibre et rempli jusqu'au trait de jauge par éthanol.

m_3 : masse du pycnomètre rempli seulement avec de éthanol jusqu'au trait de jauge.

En conséquence de leur travail, les auteurs sont en mesure de favoriser la méthode d'Archimède (avec l'huile de canola comme liquide d'immersion) et le procédé du pycnomètre hélium, du fait de leur mieux, une précision comparable, et au fait qu'il n'y a pas de produits chimiques nocifs sont impliqués dans eux. Lorsque respectabilité est considérée, le test de pycnomètre à l'hélium est encore plus préférable car il fournit une variation nettement plus faible entre les résultats. Cependant, le test d'Archimède est moins cher en termes de frais de démarrage, comme indiqué par les exigences de capital l'équipement et la formation des travailleurs. Dans l'ensemble, tandis que l'huile de canola test d'Archimède est une méthode simple, rapide et peu coûteux pour une utilisation générale dans la mesure de la densité de fibres naturelles, le Procédé de pycnomètre à hélium est capable de fournir plus élevée des résultats de qualité. Cette méthode serait

préférable où il existe des facteurs tels que les exigences strictes en matière de précision ou d'un volume élevé de tests pour justifier le coût supplémentaire [25].

3.3. Propriétés thermiques

3.3.1. L'Analyse thermogravimétrique (ATG/DTG)

Bien que la thermogravimétrie (TG) soit originalement développée par Honda en 1915, son application pour la caractérisation des polymères n'a débuté que vers 1948. Durant les 20 ans passés, des progrès en instrumentation, techniques et interprétation ont fait de l'ATG une technique largement appliquée, spécialement pour l'étude de la stabilité thermique des polymères.

3.3.1.1. Principe

La thermogravimétrie (TG) est une méthode thermique d'analyse, qui mesure l'évolution de la masse d'un échantillon en fonction de la température ou du temps. Cette technique est couramment utilisée pour caractériser la décomposition et la stabilité thermique des matériaux mais aussi pour étudier la cinétique de dégradation par un processus physicochimique, elle nous permet entre autre de déterminer

- Les températures de décomposition,
- Taux de dégradation,
- Stabilités thermiques, et les stabilités oxydantes;
- Vies de produit.

L'analyse thermogravimétrique a été utilisée pour la compréhension de la dégradation thermique des polyuréthanes à différentes structures et l'étude de différentes étapes de décompositions. Les expériences peuvent être réalisées sous vide, en milieu oxydant (O_2) ou en milieu inerte (N_2 ou Ar). La stabilité d'un polymère peut être évaluée avec l'augmentation de la perte en masse à chaque étape de dégradation thermique et peut être déterminée quantitativement. Parfois, les courbes de TG ne permettent pas de distinguer clairement les processus superposés ; ces derniers sont plus évidents par l'utilisation de la thermogravimétrie différentielle (DTG) qui enregistre la dérivée de la perte de masse en fonction de la température [26].

3.3.2. Exemples

- **Analyse ATG [18]**

L'analyse thermogravimétrique permet de suivre la variation de la masse d'un échantillon en fonction de la température et ainsi d'accéder aux paramètres de décomposition d'un matériau. Pour faciliter la lecture, il est pratique de représenter la courbe dérivée (DTG) de l'ATG. Cette courbe permet d'identifier plus facilement les phénomènes de perte de masse puisqu'ils se présentent sous forme de pics.

La figure 3.1 montre le comportement thermogravimétrique ATG (a) et DTG (b) du polypropylène PP, de fibres de chanvre et à titre de comparaison d'un système NTC/PP à 30% en fibres.

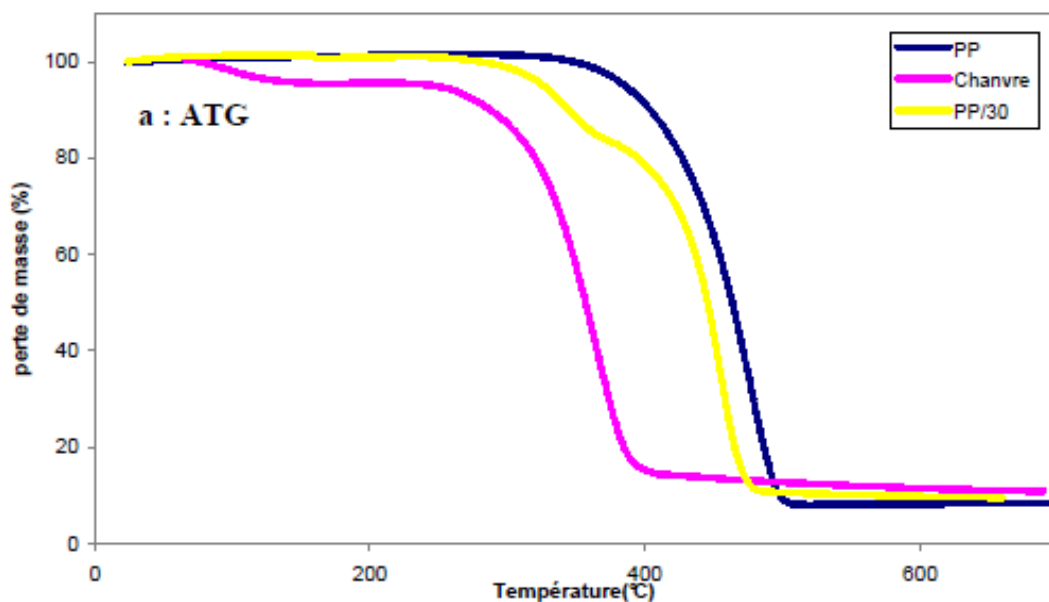
- Il ressort de nombreuses études qui portent sur la dégradation thermique du PP qu'au-delà de 500°C, les chaînes du polymère sont complètement dégradées. Dans notre cas, on observe que sa décomposition débute vers 390°C et continue jusqu'à atteindre la température maximale de décomposition à 476°C. A cette température, les chaînes du polymère sont complètement dégradées. La décomposition est totalement achevée au-delà de 500°C et la masse résiduelle ne représente que 12% de la masse initiale.
- Pour les fibres de chanvre, on distingue trois régions de perte de masse: 62-130°C, 230-400°C et > à 400°C. La première région observée correspond à la déshydratation de la fibre jusqu'à 130°C. Au-delà de cette zone, et jusqu'à 230°C, la masse varie peu ce qui montre une bonne stabilité thermique. A partir de cette température, on observe une perte de masse qui se traduit par un épaulement sur la courbe DTG et qui est relié à la décomposition des fibres par dépolymérisation des hémicelluloses et des pectines. Un maximum de dégradation apparaît à environ 371°C (soit 100°C de moins par rapport à la matrice), qui traduit la dégradation de la cellulose. Au-delà de 500°C, la masse varie peu et le taux massique résiduel est d'environ 9,3%.

Dans un matériau ligno-cellulosique soumis à un programme de montée en température, les hémicelluloses se décomposent généralement les premières, suivies par la cellulose et la lignine. Ces réactions ont lieu essentiellement dans la région amorphe des fibres et continuent à se produire jusqu'à ce que le degré de polymérisation devienne constant [60].

- Dans le cas de composites à 30% de renforts, les courbes DTG ne correspondent pas ce que l'on obtiendrait en additionnant les contributions partielles de chaque constituant

(Chanvre et PP) puisqu'on observe un décalage en température. Nous observons un pic de faible intensité à $T = 351^\circ\text{C}$ (contre 371°C pour la fibre seule), qui correspond à la dégradation de la fibre. Ce décalage vers les faibles températures montre une stabilité thermique des fibres amoindrie. Ce n'est pas l'association avec le polypropylène qui est à l'origine de cette variation. Il est essentiel de rappeler que les fibres dans le matériau composite ont déjà subi de nombreuses contraintes (mécaniques et thermiques) aux pours de l'extrusion du mélange ce qui n'est pas le cas de nos fibres brutes.

Un pic de forte intensité à 460°C , déplacée vers une région de température plus basse que celle de la matrice, qui correspond à la dégradation des chaînes du polypropylène



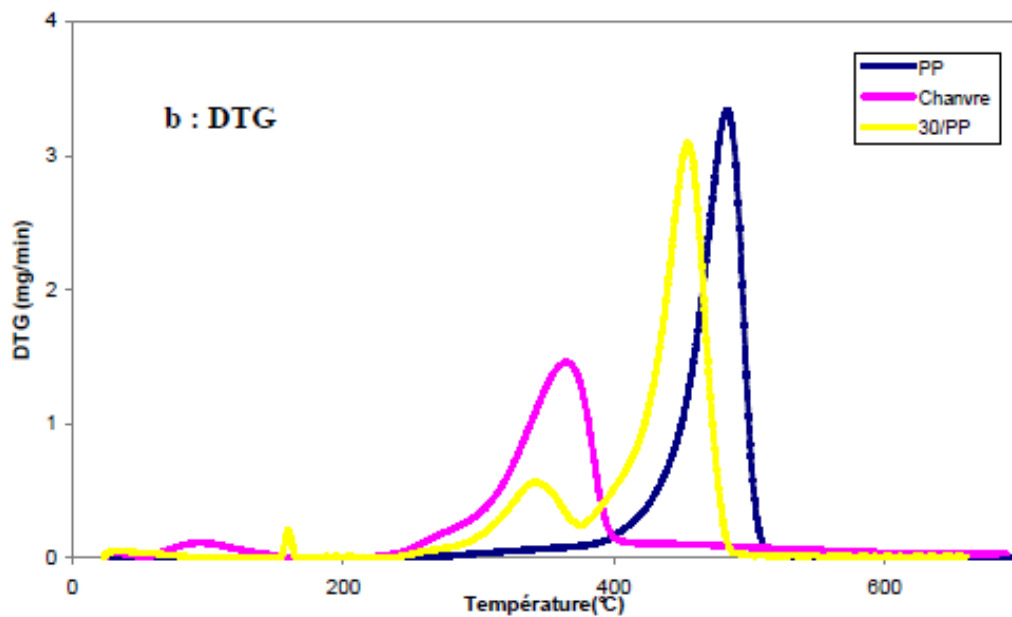


Fig.3.1.Analyse thermogravimétrique : PP, fibres de chanvre brutes, composite 30% NTC/PP
(a)ATG, (b) DTG

3.4. Conclusion

Dans cette partie on présente quelques techniques de caractérisation des fibres végétales avec des exemples illustratifs. Dans notre cas, nous avons utilisé la technique du pycnomètre pour l'évaluation de la densité de la fibre végétale étudiée. Ainsi, les pertes en masse, et le comportement thermique de la fibre sont établis par l'analyse thermogravimétrique (ATG/DTG).

Chapitre IV

Matériaux et méthodes expérimentales

4.1. Introduction

Ce chapitre présente l'ensemble des techniques et des méthodes de mise en œuvre pour l'extraction chimique des fibres de DISS. La densité apparente de la fibre de DISS est déterminée par la méthode de pycnomètre. On a, aussi, déterminé les caractéristiques mécaniques de la fibre en utilisant l'essai de traction à l'aide d'une machine universelle Zwik. L'effet de la thermogravimétrie sur la poudre de DISS a également fait objet de notre recherche.

4.2. Matériau de base

Dans cette étude, nous avons utilisé les fibres de DISS comme élément de caractérisation, afin de les utiliser comme élément de renforcement des matières plastiques. Pour cela des caractérisations physiques, mécaniques sont établies sur les fibres de DISS.

4.2.1. Fibres de DISS

Le matériau de base utilisé dans notre recherche est le « **DISS** », connu sous le nom scientifique (**ampélodesmos mauritanicus**), appelé en Italie (**Disa**) et en Espagne (**Carritx**), il appartient à la famille des graminées (**Fig.4.1**). C'est une plante répandue dans l'Afrique du nord méditerranéenne et les régions sèches de la Grèce à l'Espagne. En France, on la trouve dans les départements des Alpes-Maritimes, du var, du corse du sud et de l'Hérault. Cette plante était utilisée auparavant dans la réalisation des habitations anciennes de ces régions en raison de ses qualités mécaniques, l'utilisation de ces fibres est limitée à la confection des couffins, à lier les branches de vignes ou à la confection des balais cantonniers.



Fig. 4.1.Plante de DISS à l'état naturel

Le DISS se trouve à l'état sauvage, c'est une plante annuelle, et très répandue sur toute la côte algérienne, et jusqu'à plus de 100 Km à l'intérieur du pays [28].

En raison de ses qualités mécaniques et en tant que fibre pour la fabrication de tapis. Cette herbe pousse mieux dans des sols sableux, caillouteux ou argileux qui sont modérément humides. Sa hauteur peut atteindre 3 mètres environ. L'utilisation de cette herbe dans les composites permet de préserver les ressources non renouvelables et d'ouvrir de nouveaux marchés.

Les fibres DISS présentent une surface rugueuse, à relief très irrégulier avec la présence d'épines ou de crochets (0.20mm de longueur). A l'intérieur, la fibre est constituée d'un certain nombre de cavités [29].

4.2.2. Extraction des fibres

Dans cette étude, les extrémités de la plante sont coupées, puis les tiges obtenues sont immergées dans un bac d'eau durant 15 jours. Les fibres de DISS sont extraites, à partir des tiges citées précédemment on utilise une solution chimique (NaOH à 2%).

- **Préparation de la solution NaOH**

Nous dissolvons de l'hydroxyde de sodium dans de l'eau distillée à l'aide d'un agitateur ; les tiges de DISS sont traitées avec une solution de NaOH à concentration de 2% durant une 48h(**Fig.4.2**).

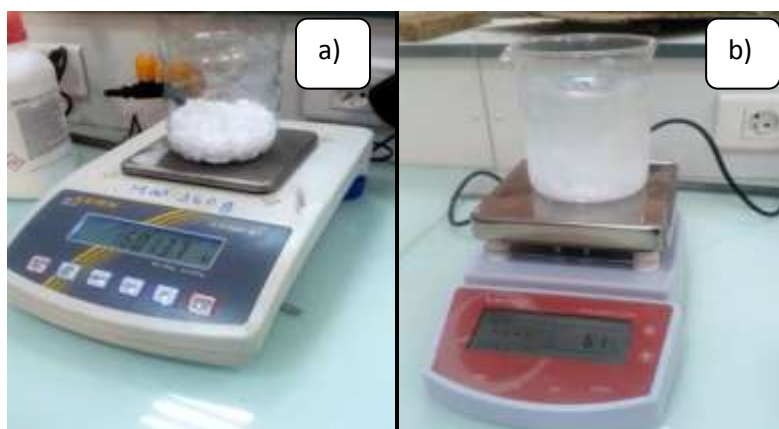
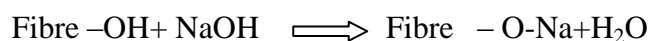


Fig.4.2. Préparation de solution NaOH :

a)NaOH et **b)** Dissolution de NaOH dans l'eau distillée.

- **Traitement des tiges**

Le but de ce traitement est l'élimination de certaine quantité de lignine de cire et d'impuretés qui recouvrent la surface externe des fibres(**Fig. 4.3**).Le traitement par l'hydroxyde de sodium(2% NaOH) de la fibre favorise l'ionisation du groupe hydroxyde de l'alcoolat :



Ainsi ; le traitement alcalin influe directement sur les fibrilles et le degré de polymérisation de la cellulose. Il favorise aussi l'extraction de la lignine et l'hémicellulose la figure suivant représente les fibres de DISS avant et après l'immersion par solution de NaOH.



Fig.4.3. Fibre de DISS : a) avant et b) après immersion dans la solution NaOH.

Après cette période (48h), les tiges sont lavées à plusieurs reprises par de l'eau, puis lavées une seconde fois avec de l'eau distillée à 2% H₂SO₄ durant 10 min pour neutraliser les traces de NaOH restantes sur la surface des tiges de DISS. Pour s'assurer, on refait le rinçage et on a mesuré chaque fois le **PH** de la solution jusqu'à avoir un **PH = 7**(**Fig. 4.4**).



Fig. 4.4.Tige de DISS après traitement

- **Extraction des fibres**

Pour extraire les fibres, nous avons utilisé une extraction mécanique par brossage. Les fibres obtenues sont nommées **fibres traitées (Fig. 4.5)**.

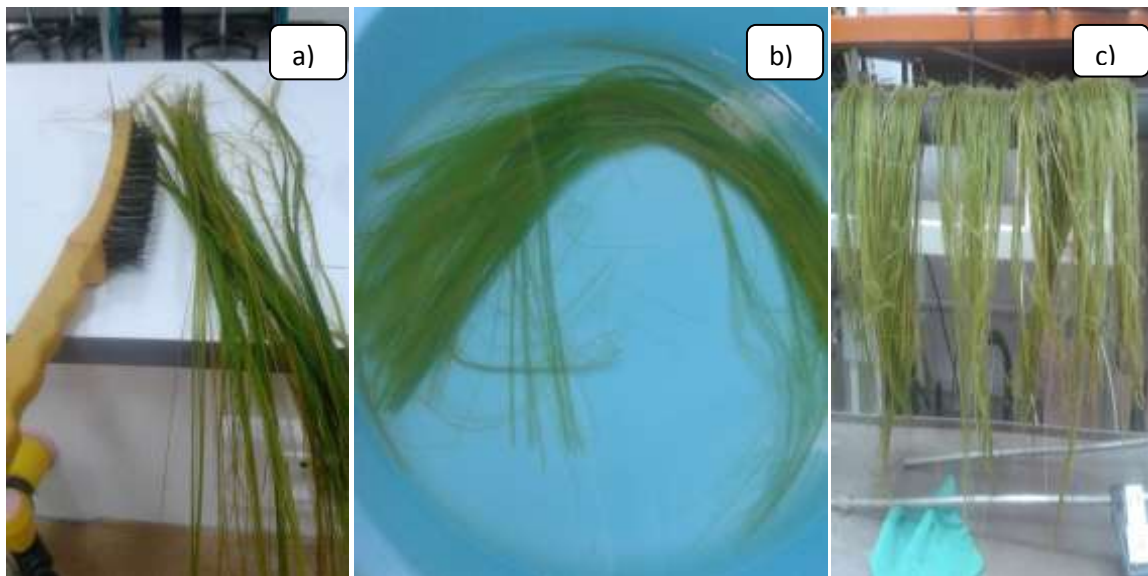


Fig.4.5.Procédé mécanique pour extraction les fibres :

a) Brossage **.b).** Immersion dans l'eau distillée. **c)**Séchage

- **Traitement thermique**

Les fibres de DISS sont placées dans une étuve de séchage à une température de 70°C durant 5 heures pour améliorer leur propriété mécanique (**Fig. 4.6**).



Fig. 4.6.Traitement thermique l'étuvage

La figure 4.7 représente la fibre résultante après le traitement thermique.



Fig.4.7.Fibre de DISS traité par 2% NaOH.

4.3. Procédure expérimentale

4.3.1. Détermination de la densité

Pour déterminer la densité, nous avons utilisé un pycnomètre 50ml et une balance analytique de 0,00001 de précision (**Fig. 4.8**).L'éthanol est utilisé comme solvant. Ce dernier a une densité de 0,8051 g/cm³.

- **Méthodes pycnométriques**

Pour mesurer la densité de différentes fibres de DISS, nous avons utilisé un pycnomètre 50 ml. Comme solution (solvant), nous avons utilisé l'éthanol selon le protocole suivant :

Densité

$$(d) = \frac{\rho (m_1 - m_2)}{(m_3 - m_0) - (m_2 - m_1)} \quad (06)$$

Avec

ρ : densité de éthanol qui vaut **0,8051 g/cm³**.

m_0 : masse du pycnomètre de **50 ml** vide.

m_1 : masse du pycnomètre contenant **1 g** de la fibre de DISS.

m_2 : masse du pycnomètre contenant **1 g** de la fibre de DISS et rempli jusqu'au trait .de jauge par éthanol.

m_3 : masse du pycnomètre rempli seulement avec de éthanol jusqu'au trait de jauge.



Fig.4.8.Technique de mesure de densité des fibres végétales.

On coupe les fibres de DISS en petits morceaux de 1cm puis on les sèche durant 1h à 70°C dans un étuve pour éliminer l'humidité absorbée, en suite les fibres sont broyées par un broyeur en fin le tamisage avec un morceau de tissu transparent ; ce processus que nous faisons pour déterminer la caractérisation thermique de poudre de la fibre.

4.3.2. Analyse thermogravimétrique (ATG), (DTG)

La thermogravimétrie est une thermo balance qui sert à mesurer les variations de masse(**Fig.4.9**). Il comporte trois parties fondamentales : la balance proprement dite, qui assure la pesée en continu de l'échantillon, le four avec sa régulation de température et le dispositif d'enregistrement [27].

L'analyse thermogravimétrique étudie la perte de poids d'un matériau en fonction de la température dans différentes conditions atmosphériques. Cela permet d'étudier la stabilité thermique des matériaux [25].



Fig.4. 9.Dispositif de la thermogravimétrie.

4.3.3. Essais de traction

L'essai de traction est généralement réalisé en introduisant une éprouvette dans une machine de traction universelle. Cette machine consiste en une base plane et un piston hydraulique ayant un mouvement linéaire perpendiculairement à cette même base [28].

- **Essais de traction sur fibre**

Les tests de traction sur fibres sont effectués à l'aide d'une machine universelle Zwik à une vitesse de 2,5mm/min. la distance entre les deux mords de serrage de fibre est de 40mm. Les essais de traction sont réalisés sur des lots de 20 éprouvettes de longueurs de jauge 20 cm (fibres brute) entaillée ont été testées, son pilotage se fait par le logiciel qui permet à la fois de consigner les paramètres d'essais, d'acquérir et de traiter les données. **La figure 4.10** illustre un système de fixations des fibres.

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (08)$$

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{F}{S_0} \frac{L_0}{\Delta L} \quad (09)$$

Avec :

E : module d'Young (MPa).

L_0 : Distance entre mords (mm).

S_0 : Surface ou section (mm²).

ε : la déformation de la longueur des éprouvettes.

ΔL : l'allongement des éprouvettes (mm).

Les tests de traction sur fibres végétales ont pour but la détermination de la contrainte de rupture et le module de Young de chaque type de fibre.

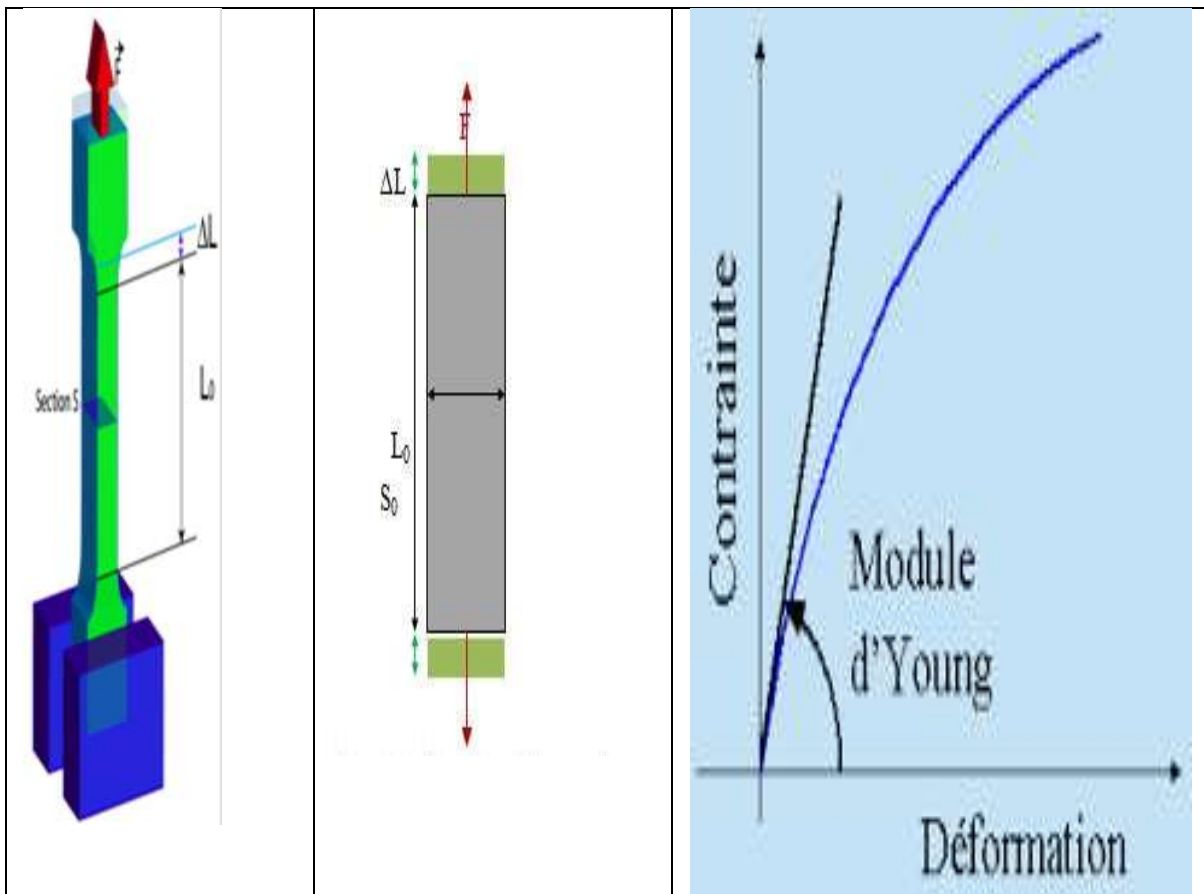


Fig.4.11.Principe de l'essai de traction.

.

Chapitre V
Résultats et discussions

5.1. Introduction

Ce chapitre présente les résultats obtenus par les caractérisations physico-mécanique et thermique de la fibre de DISS. Nous avons conclu la variation de densité de fibre de DISS dans la marge des densités des fibres naturelles, et on a discuté les résultats de la stabilité thermique (ATG/DTG) et l'essai de traction sur la fibre de DISS.

5.2. Propriétés Physique

5.2.1. Densité des fibres

L'utilisation de la technique du pycnomètre nous a permis de déterminer les valeurs de la densité de la fibre de DISS. Atteindre une valeur fiable de la densité était difficile en raison de la nature poreuse des fibres. Plus de 8 mesures de densité pour chaque fibre. LES résultats obtenus sont illustrés par le **tableau (5.1)**.

Tab. 5.1. Résume les résultats de la densité de la fibre de DISS.

N	Densité (g/cm ³)	Valeur moyenne	Ave rage
1	1,30	1,30	±0,04
2	1,26		
3	1,31		
4	1,33		
5	1,29		
6	1,28		
7	1,34		
8	1,31		

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

5.3. Analyse thermiques

ATG est une technique d'analyse thermique qui consiste à la mesure de la variation de masse d'un échantillon en fonction du temps, pour une température ou un profil de température donné.

La courbe de **la figure 5.2** permet d'identifier plus clairement la stabilité thermique de notre matériau et les pertes de masse dans chaque intervalle de température. La même figure représente les variations de température en fonction de poids ; le comportement thermogravimétrique ATG et DTG des fibres de DISS.

On distingue trois régions de perte de masse essentielle :

- **La première région** qui va jusqu'à 110°C révèle une faible perte de masse, cela s'explique par la vaporisation de l'eau.
- **La deuxième région** qui s'étend jusqu'à 235°C, cette zone se caractérise par une bonne stabilité thermique.
- **La troisième région** qui s'étend entre 235°C à 356°C, cette zone se caractérise par la décomposition des principaux composants chimiques de la fibre de DISS. Il est à signaler une dégradation maximale d'environ de 317°C qui traduit la dégradation de la cellulose.
- **La quatrième région** qui s'étend entre 356°C à 700°C, dans cette zone on peut observer nettement la dégradation de la cellulose à l'environ de 400°C.

On peut conclure que la fibre de DISS est stable thermiquement jusqu'au 235°C, ce qui nous laisse dire qu'elle peut être utilisée pour le renforcement des matrices thermoplastiques telle que le polypropylène,....

5.4. Analyse morphologique des fibres de DISS

La caractérisation de la morphologie des fibres est importante car cette analyse nous permettra d'expliquer l'interaction de la fibre avec la matrice. Les fibres ont une structure commune, mais leurs propriétés physiques peuvent varier de façon substantielle en fonction du procédé et les conditions d'extraction. La **Figure 5.2** représente une vue microscopique longitudinale de la fibre étudiée. Cette vue montre que la fibre a une forme cylindrique. Sa structure est semblable à un composé naturel composé de faisceaux de fibres ultimes de la cellulose, en formant ainsi l'armature fibreuse, reliés entre eux par des substances cireuses et

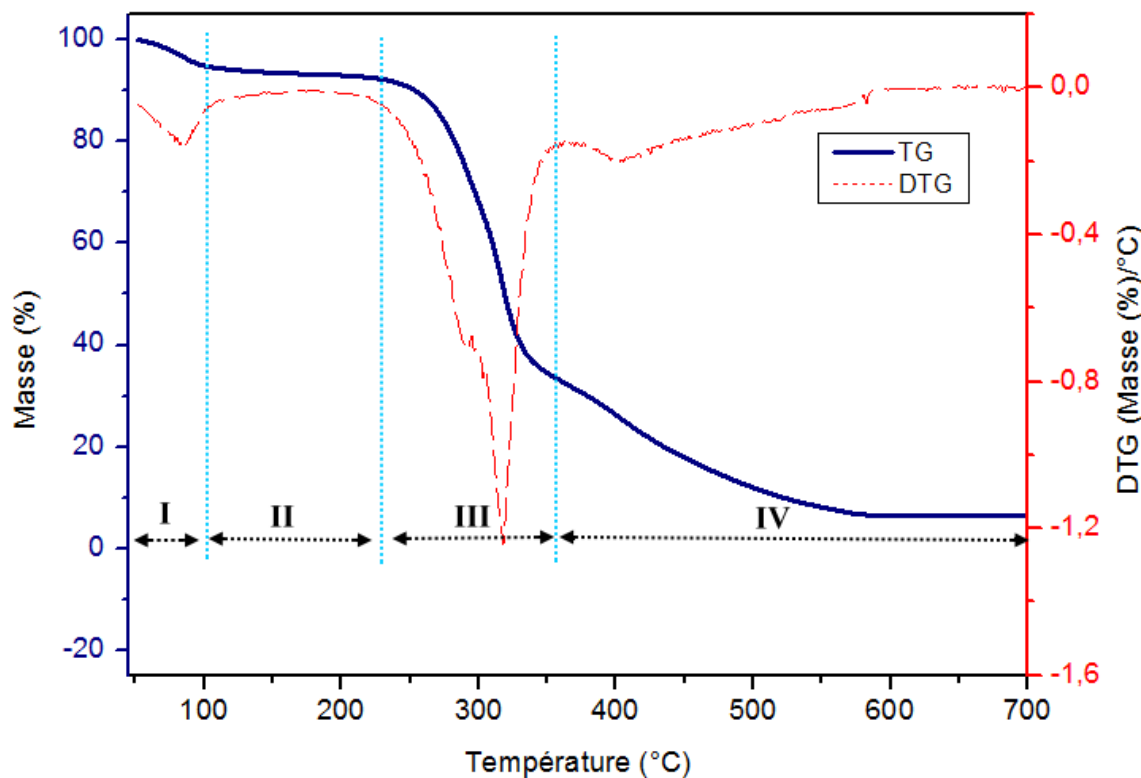
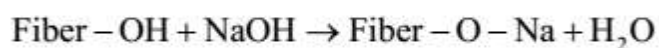


Fig. 5.1. Analyse thermogravimétrique fibres de DISS

gommeux, constituant la matrice. Le procédé chimique d'extraction utilisant de l'hydroxyde de sodium permet la séparation des fibres. En fait, la modification importante effectuée par traitement alcalin est la perturbation de la liaison hydrogène dans la structure de réseau, en augmentant ainsi la rugosité de surface. Ce traitement élimine une certaine quantité de lignine, la cire et les huiles recouvrant la surface externe de la paroi cellulaire de la fibre [31].

De plus, on observe aussi que l'utilisant la solution NaOH nettoie la surface des fibres d'une grande quantité d'impuretés (substances gommeux et cireuses) et cause la fibrillation. La réaction suivante se produit à la suite d'un traitement alcalin [32] :



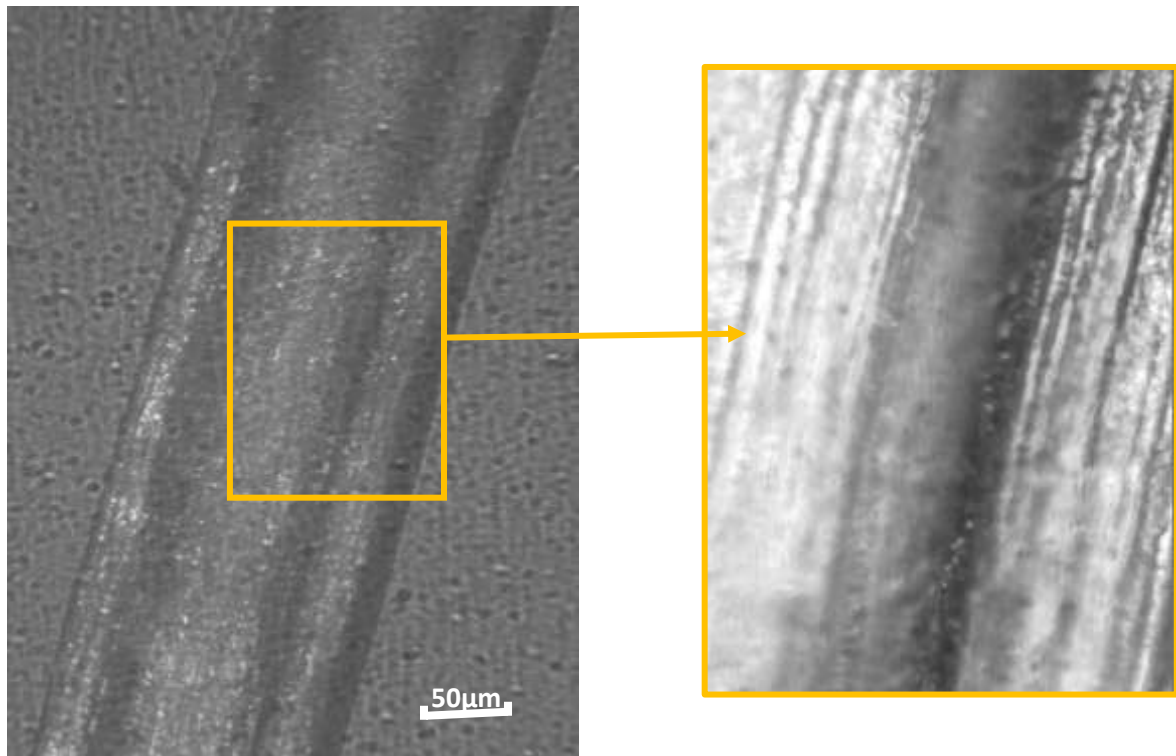


Fig.5.2. Vue microscopique de la fibre de DISS

5.5. Caractérisations mécaniques

Dans ce paragraphe, on présente les résultats obtenus des tests mécaniques sur fibres de DISS. Les caractéristiques mécaniques sont des paramètres intrinsèques de la fibre végétales DISS, on cite :

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

5.5.1. Traction fibres de DISS

La figure 5.3 illustre l'évolution typique de la contrainte en fonction de la déformation des fibres de DISS testées lors de la sollicitation en traction. D'après cette courbe, Il est claire que la fibre de DISS a un comportement presque linéaire, la charge progresse presque linéairement avec la déformation jusqu'à la rupture de la fibre.

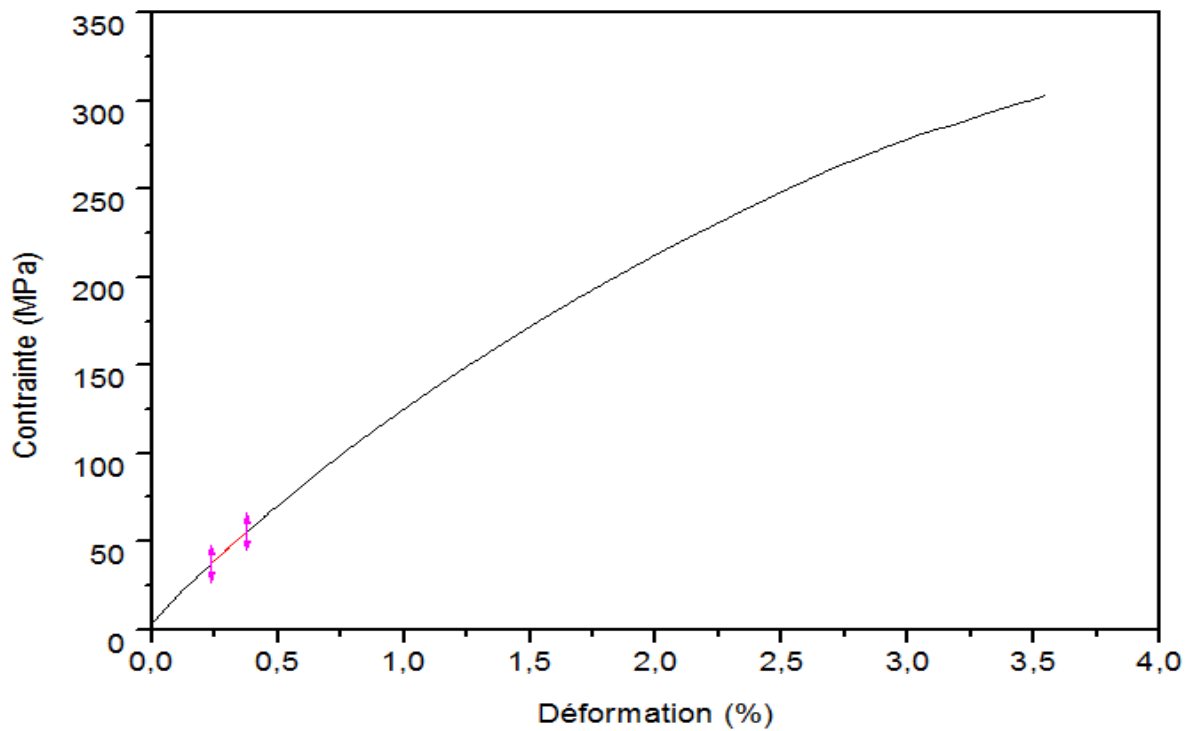


Fig.5.3. Evolution de la contrainte en fonction de la déformation
de la fibre DISS sollicitée en traction

Bien que les fibres de DISS testées ont le même comportement, les résultats des tests en traction nous ont permis de constater un écart d'une fibre à une autre (**Fig.5.4**). Cette écart semble être issu de :

- La nature du climat,
- La nature du sol,
- La croissance de la fibre,
- Ect.....

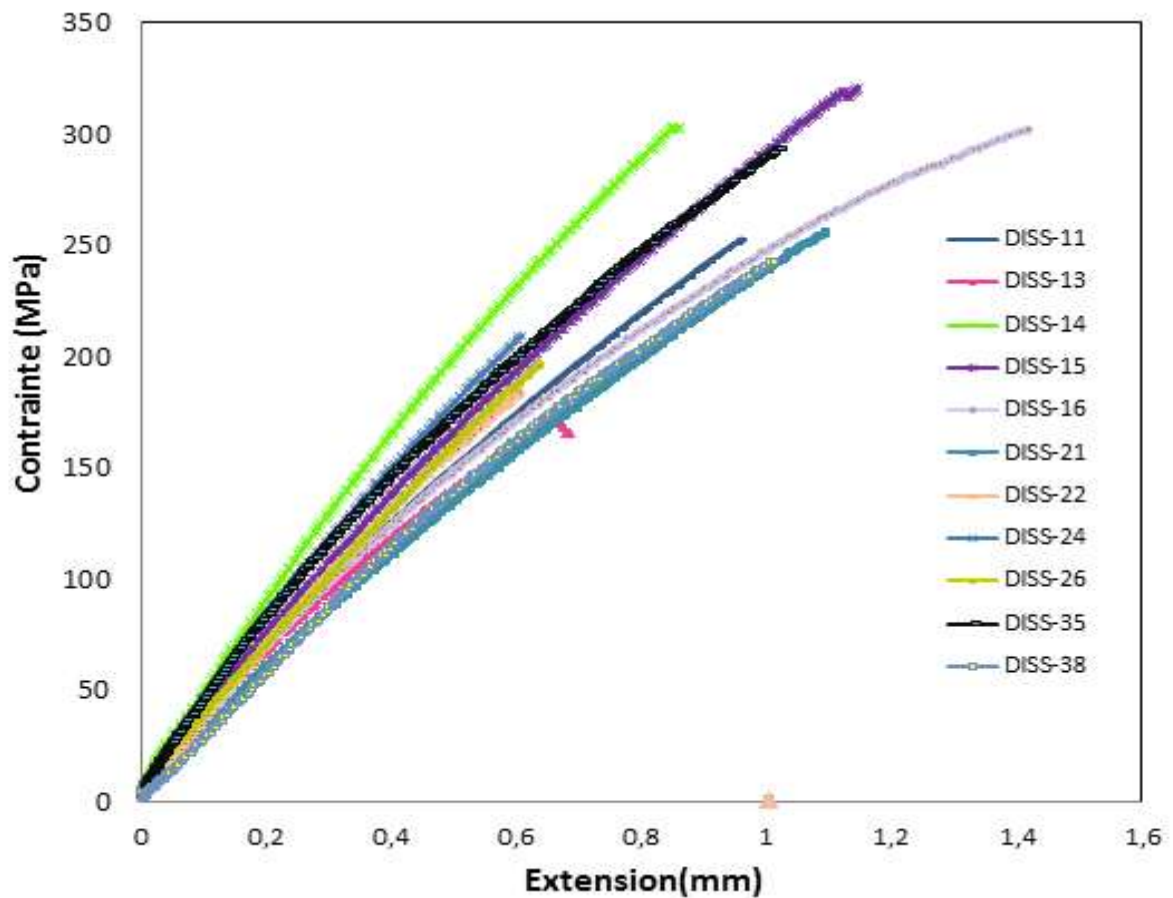


Fig. 5.4. Superposition des courbes contrainte-extension de la fibre DISS en traction

5.5.2. Paramètres mécaniques

L'analyse des résultats des tests de traction sur les fibres de DISS, nous a permis de déterminer les paramètres intrinsèques de cette fibre.

Comme déjà signalé plus haut, ses paramètres sont fortement influencés par le milieu naturel de croissance de la fibre de DISS. Les deux courbes (**Fig. 5.5 a et b**) représentent l'évolution du module de Young et de la contrainte en fonction des diamètres de la fibre de DISS respectivement. De la **figure 5.5 a**, on voit clairement que le module de Young est important pour des diamètres de fibre réduits. Cela peut être expliqué par la présence des éléments ligno-cellulosiques dans les fibres ayant de grands diamètres. Il est à signaler que la fibre de DISS peut atteindre des modules importants allant de **12,42GPa à 18,41 GPa**.

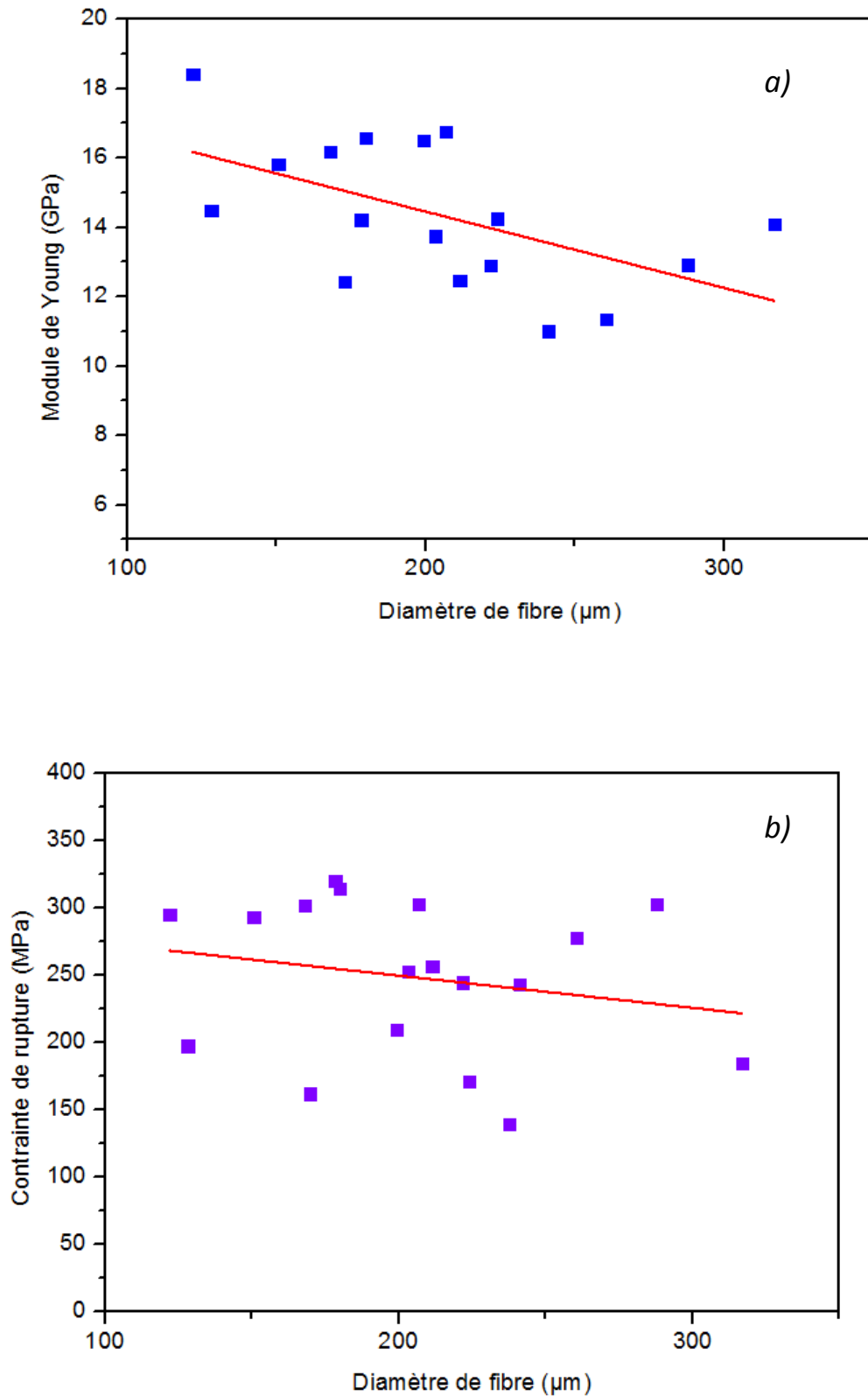


Fig. 5.5. Evolution de paramètres de la fibre de DISS en fonction du diamètre :

a) Module de Young en fonction du diamètre b) Contrainte en fonction du diamètre

De même pour la **figure 5.5 b**, la contrainte à la rupture de la fibre de DISS est importante pour des diamètres de la fibre très petits. La contrainte de la fibre de DISS peut varier de 122 MPa à 316,8 MPa .

Pour pouvoir comparer la fibre de DISS avec les autres fibres naturelles utilisées comme renfort des bio-composites, on compare les propriétés physiques et mécaniques de la fibre de DISS avec ces fibres (**Tab .5.2**) :

Tab. 5.2. Propriétés physiques et mécaniques de quelques fibres végétales.

Nom de la fibre	Densité (g/cm ³)	Diamètres (µm)	Module de Young (GPa)	Contrainte (MPa)
Bambou	0,91	240–330	0.35–0.91	509
Palmier	0,99	155–250	11.32	309
Banane	1,35	60–250	17,85	600
Sisal	1,45	50–300	9,4–22	530–640
Jute	1,3–1,5	40 -350	10–30	393–773
Abaca	0,83	114–130	12–13,8	418–486
DISS	1,30	122 -316	12,42 -18,41	122 - 316,8

Conclusion générale

La partie théorique dans notre recherche, me permet d'acquérir un ensemble de connaissances de concepts sur les matériaux composites et leurs composants (matrice, renfort et les charges et aditif). Alors que dans le partie pratique nous avons étudié la fibre du DISS et les méthodes de extractions des fibres le traitement chimique par la solution de NaOH, et Nous avons appris comment extraire les fibres de DISS par la méthode mécanique brossage, thermique et séchage pour aboutir a une fibre végétale qu'on peut l'utilisé facilement.

Les résultats des tests physico-chimiques sur les fibres obtenues montrent que les propriétés des fibres de DISS varient considérablement. Ces propriétés sont gouvernées par la composition chimique et structurale et dépendent du type de la fibre et des conditions de croissance. La cellulose, le composant principal de toutes les fibres végétales, la composition structurale peuvent varier de façon substantielle en fonction du procédé et les conditions d'extraction. De plus, Nous avons déterminé la densité de la fibre de DISS. Cette valeur est dans la marge des densités des fibres naturelles : Sisal, Alfa, Coton, fibre de Palmier etc.

La technique d'analyse thermique nous a permis d'étudier les pertes de masse dans chaque intervalle de température, Nous avons constaté que le DISS peut avoir une stabilité thermique jusqu'au 235 °C, alors que la dégradation de la celluloses fait à une température de 317°C.

La photographie microscopique de fibre de DISS obtenue illustre le différent agrandissement pour voir les fibres. Ces photographies montrent clairement une amélioration de la morphologie de la surface de la fibre. Une grande quantité d'impuretés (substances gommeux et cireuses) est éliminée.

La caractérisation mécanique de la fibre de DISS montre que cette fibre a un comportement linéaire. Il est à signaler que la fibre de DISS peut atteindre un module de Young important (18,41 GPa), et une contrainte de rupture remarquable (316,8 MPa). Ce qui nous laisse dire que cette fibre peut être utilisée comme renfort pour les thermoplastiques.

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

Les Références Bibliographiques

- [1] Yohann Ledru, « **Etude de la porosité dans les matériaux composites stratifiés aéronautiques** », l'université de Toulouse, décembre 2009.
- [2] Jérémie Aucher, « *étude comparative du comportement composite à matrice thermoplastique ou thermodurcissable* », INSA de Rouen, France, 2009.
- [3] Toufik ACHOUR, « Étude des techniques de réparation des structures composite endommagées », Université de Mentouri Constantine année 2010/2011.
- [4] Mostar Abdessamed, « *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.
- [5] Sylvain BEL, Thèse de Doctorat, « **Analyse et simulation de la mise en forme des renforts de composites NCF** », de Lyon, le 22 Novembre 2011.
- [6] Laurent Gornet, « *généralité sur les matériaux composites* », école centrale Nantes, France, 2011.
- [7] CARMA, « *Glossaire des matériaux composites* », centre d'animation régional en matériaux avancés, octobre 2006.
- [8] Zapata Massot Céline, « *synthèse de matériaux composite par Co-broyage en voie sèche et caractérisation des propriétés physico-chimique et d'usage des matériaux* », institut national polytechnique de Toulouse, décembre 2004.
- [9] Laarej Merad, « **étude par spectroscopie Raman et modélisation d'une résine composite rtm** », thèse de doctorat, université Abou Baker bel kaïd –Tlemcen, 2010.
- [10] Baali Hafida, « **étude de l'effet du traitement chimique des fibre de palmier dattier sur le comportement mécanique du béton polymère** », mémoire master , université de m'sila , juin 2014 .
- [11] Rouam Kamila « **Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles** », Mémoire de Magister, UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA – BOUMERDES, 2013/2014.

[12] Abdeljalil Ben foughal, « **Analyse tribologique et thermique d'un matériau composite carbone-carbone dans un contact électrique** », Université MENTOURI Constantine, **28/ 6/ 2010**.

[13] Haddadi Manel, « *étude numérique avec comparaison expérimental des propriétés thermoplastique des matériaux composites à matrice polymère* », université Al Hadj Lakhdar, Batna, 2011.

[14] Belkacemi Cherifa, « *étude expérimentale du comportement mécanique des stratifiés à renforts en matière végétale* », université M'Hamed Bouguerra Boumerdes, 2006.

[15] Vi Vi Do Thi, « **Matériaux composites `a fibres naturelles / polymère biodégradables ou non** », Université de Grenoble, on 15 Déc. 2011

[16] Sandali Abdeljalil et Rabhi Nabil , « **Comportement au choc des stratifiées composites renforcées par des fibres naturelles(fibre de cactus)** », UNIVERSITE KASDI MARBAH OUARGLA, Le : 26/06/2013.

[17] Mohamed Ragoubi ; « **Contribution à l'amélioration de la compatibilité interrassiale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne** », l'Université Henri Poincaré Nancy 1, le 14 Décembre 2010.

[18] omiri imen Yamina, « **l'effet du traitement des fibres naturelles sur l'endommagement d'un béton polymère** », mémoire master, unuversitie du m'sila , 2014/2015.

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

[20] Mohamed Dallel, « **Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (StipaTenacissima L.) : caractérisation physico-chimique de la, fibre au fil** » ; Université de Haute Alsace - Mulhouse, 12 Jul 2013.

[21] **Fertikh Salah**, « **Caractéristiques mécaniques des composites à base de fibres de DISS dans différentes matrices** », Université Badji Mokhtar Annaba, 6 au 8 juin 2012.

[22] CARMA, « *Glossaire des matériaux composites renforces des fibres d'origine renouvelable* », centre d'animation régional en matériaux avances, Décembre 2006.

[23] Mustapha Malha, « **Mise en œuvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites : polymère thermoplastique renforce par des fibres de Doum** », Université Mohammed V –AGDAL, Mars 2013.

[24] Gballou Yoro, « *Les méthodes de mesure de la densité apparente* », cah. Orstom n° 4, 423-429.

- [25] Fatima aiche, « *Caractérisation d'un matériau bio-composite et comportement mécanique* », Université Mohamed Boudiaf - M'sila, 16/06/2015.
- [26] Guemaz Nora « **Préparation et étude de stabilité thermique des polyurethanes** » mémoire magistère, L'université ferhate abbasse » 24 / 05 / 2012.
- [27] Yasmina Kellouche et al, « **Présentation et réalisation d'un assai thermogravimétrique sur le laitier d' hadjar** », Université Hassiba Benbouali de Chlef , 26 – 27 octobre 2010.
- [28] Martin Lévesque, « **L'essai de traction de matériaux composites unidirectionnels à fibres continues** », Université de Montréal, Décembre 2000.
- [29] Nicolas Tessier- Doyen, « *Etude expérimentale et numérique du comportement Thermomécanique de matériaux réfractaires modèles* », L'université de limoges, 2003.
- [30] Mohamed El Hadi BOURAHLI, « **Caractérisation d'un composite verre / époxy** », université Ferhat Abbas-Sétif ,2014.
- [31] .S. Zannen, L.Ghali, M. T. Halimi, M. Ben Hssen, « **Effect of Chemical Extraction on Physicochemical and Mechanical Propretés of Doum Palm Fibres, Advances in Materials Physics and Chemistry**», 4, PP: 203-216, 2014.
- [32] M. Rokbi, H. Osmani, « **L'effet des traitements de surface des fibres sur les Propriétés mécaniques de composites Polyester-fibres Alfa**», 20^{ème} Congrès Français de Mécanique Besançon, 29 août au 2 septembre 2011.

Résumé

L'objectif de ce travail est la caractérisation des fibres végétales de DISS extraites par la méthode chimique (2% de NaOH). Nous avons caractérisé ces fibres du point de vue physique, morphologique et mécanique. Les résultats de ce travail suggèrent que les fibres de DISS ont de bonnes propriétés physique et mécanique.

Abstract

The objective of this work is the characterization of DISS plant fibers extracted by chemical method (2% NaOH). We have characterized these fibers from the physical, morphological and mechanical. The results of this study suggest that these fibers DISS have good physical and mechanical properties.

ملخص

الهدف من العمل هو دراسة ألياف الديس وطريقة استخراجها تحت تأثير المعالجة الكيميائية % 2 من هيدروكسيد الصوديوم والطريقة الميكانيكية المستعملة. وأيضا درسنا الخصائص الفيزيائية والميكانيكية سلوك ألياف ديس وشكله تحت الميكروسكوب نتائج هذا العمل تشير أن ألياف الديس تعطي سلوك الشد جيد .