

People's Democratic Republic of Algeria
Ministry of Higher Education and Scientific Research
Mohamed Boudiaf University of M'sila
Faculty of Technology



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة المسيلة
كلية التكنولوجيا

Département de Génie Mécanique

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de :

MASTER

En Génie Mécanique

Option : Génie des Matériaux

Présenté par :

Hallab chaima & Ferhati djahida

Thème

**Etude de l'effet des traitements Chimiques sur
l'adhésion des composites fibres naturelles polymère**

Devant le jury composé de :

NOM et Prénom	Grade	Qualité
BOUDILMI Aissa	MCA	Président
MOUSSAOUI Nafissa	MAA	Encadreur
SAIB Cherif	MCA	Examineur

Année Universitaire : 2019 / 2020

N° d'ordre : GM/...../2020

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciements

-En premier lieu, nous remercions Dieu le tout puissant de nous avoir donné le privilège et la chance d'étudier et de suivre le chemin de la science et de la connaissance.

*-En second lieu, et Au terme de cette étude, nous tenons à remercier chaleureusement nous exprimons notre profonde gratitude à notre encadreur **Dr.moussaoui** pour ses encouragements, ses orientations et ses précieux conseils, merci beaucoup pour sa grande disponibilité.*

*Nous remercions vivement aussi **Mr. KHALDOUNE Abderraouf** chef de laboratoire moulage et commande numérique, pour ses conseils et son Soutien favorable pour l'aboutissement de ce mémoire.*

*Nous remercierons également le personnel de l'usine **MAGREB PIPE Industries Msila** Ainsi que l'ingénieur **Mr.Soufiane** pour m'avoir aidé à réaliser ce travail. Nous remercierons aussi les membres du jury que nous remercions d'avoir accepté de juger ce travail.*



***Enfin,** nous remercions tous ceux qui ont*

Contribué de près ou de loin à la

Réalisation de ce travail.

Chaima et djahida



Je te dédie ce modeste travail :

À mes chers parents, qui ne cessent de me soutenir et d'implorer en moi la force de continuer malgré les entraves. Aucun mot ne saurait exprimer l'amour, le dévouement et le respect que je porte pour vous.

*Que Allah me protège et accorde à ma mère santé, bien-être et
logue vie.*

*Et que dieu te fasse miséricorde, mon père, et te fasse parmi les gens
du paradis. Tu as été le meilleur des pères, et tu le resteras pour
toujours.*

*À ma chère sœur **Khadija, Hadjira, Noura, Houda** pour leurs
encouragements permanents, et leur soutien moral.*

*À tous mes amis et mes camarades exceptionnellement ma proche ami
Mariya où nous avons appris ensemble à s'entraider et se soutenir.*

*À tout ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours
universitaire, que ce travail soit l'accomplissement de vos vœux tout
allégués, et le fruit de votre soutien infallible.*

Merci d'être toujours là pour moi

H.chaima



Je te dédie ce modeste travail :

À mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études.

*À ma chers sœurs **Masouda, Fayza, Layla, Ilham** pour leurs encouragements permanents, et leur soutien morale .*

*À mes chères frères, **Ziyane, Mohamed, Miloud, Khalil, yassine, Aymen** pour leurs appui et leurs encouragements et pour mon **fiancé** qui n'a jamais cessé de me soutenir pour que je puisse terminer cette thèse.*

*Et toutes mes amies **Nadjoua, Maria ; lobna***

À tout ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours Universitaire, que ce travail soit l'accomplissement de vos vœux tout allégués, et le fruit de votre soutien infaillible.

Merci d'être toujours là pour moi

F.Djahida

Chapitre I: Les Matériaux composites à fibre végétales

I. INTRODUCTION	4
I. 2. GENERALITES SUR LES COMPOSITES	4
I. 2. 1. Définition.....	4
I. 3 Caractéristiques générales	5
I. 4 Classification des matériaux composites selon	6
1.4.1 Composites à fibres	6
1.4.2. Composites à particules	6
1.4.3. Selon la nature des constituants.....	7
1.5 Composants	7
I.5.1 Renfort.....	7
I.5.2 Matrice.....	8
I.5.2.1. Matériaux thermodurcissables	9
I. 6 Fibres naturelles	10
I.6.1 Classification des fibres naturelle	10
I.6.2 Définition de la fibre végétale	11
I.7 Classification des fibres végétales	13
I.8 Structure de la fibre végétale	13
I.9. Morphologie des fibres végétales	15
I.10 Composition chimique des fibres végétales	15
I.10.1 Cellulose.....	16
I.10.2 Les hémicellulose.....	17
I.10.3. Lignine	18
I.11.Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales	20
I.12. Application des composites à base des fibres végétales	20
I.12.1.En automobile	20
I.12.2.En construction.....	21
I.12.3.En Infrastructure.....	21
I.12.4.Autres applications	21
I.13.Utilisations des fibres végétales	21
I.14.Avantages et inconvénients des fibres végétales	22
I.15.Conclusion	23
Références bibliographique	24

Chapitre II: traitements des fibres végétales

II.1.INTRODUCTION	28
II. 2. COHESION DES COMPOSITES ET ADHESIO INTERFACIALE	29
II.3. Le rôle de prétraitements et des traitements chimiques	29
II.4. Modification de la surface des fibres.....	30
II .4.1.traitements physiques.....	30
II .4. 1.1 Traitement plasma	31
II.4.1.2. Traitement corona	33
II.4.1.3. Traitement UV	33
II.4.2.Traitements chimiques	34
II .4.2.1 .Traitement alcalin	34
II .4.2.2. Traitement à la soude	35
II.4.2.3.Traitement par acétylation	36
II .4.2.4 . Traitement par les silanes	37
II .4.2.5 .Le permanganate	39
II.5. CONCLUSIONS	40
Références bibliographiques	41

Chapitre III : Etude Expérimentale

III.1.Introduction	45
III.2. Matériaux utilisés	45
III.2.1. Les fibres de l'eucalyptus	45
III.2.2. Produits chimiques utilisés	45
III.2.3. Description botanique de la plante d'eucalyptus	46
III.3. Procédure expérimentale	47
III.3.1. L'extraction biologique des fibres de tiges de l'eucalyptus	47
III.3.2. Séchage thermique	48
III.3.3. La préparation de la solution NAOH et permanganate de potassium à (3%)	49
III.3.4. Les traitements chimiques des fibres de l'Eucalyptus	49
III.3.4.1. Traitement alcalin par NAOH.....	50
III.3.4.2. Traitement au permanganate de potassium (KMnO4).....	50
III.3.4.3. Traitement par l'anhydride acétique (C4H6O3)	51
III.3.5. Broyage	52
III.4. Les méthodes de caractérisation	52
III.4.1. Caractérisation physique	52
III.4.1.1. Détermination de la densité	52
III.4.1.2. Détermination de la section.....	54
III.4.2. Caractérisation mécanique.....	55
III.4.2.1. La préparation des éprouvettes de traction	55
III.4.2.2.L'élaboration des composites fibres d'eucalyptus/résines	56
III.4.2.3. Essai de traction sur les fibres et les composites	58
III.4.3 Caractérisation chimique	60
III.4.3.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	60
Références bibliographiques	62

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV 1. Introduction	64
IV.2. La caractérisation physique	64
IV.2.1. Densité apparente	64
IV.3. Morphologie des fibres traitées	65
IV.4. Caractérisation microstructurale	66
IV.4.1. Analyse structurale	66
IV.4.2. Spectroscopie infrarouge	66
IV.5. Caractérisation mécanique	69
IV.5.1. Traction de fibre l'Eucalyptus.....	69
IV.5.2. Traction des composites d'eucalyptus /résine	71
IV.5.2.1. La contrainte (σ) à la rupture des composites avec différentes résines (MPa).....	71
IV.5.2.2. Le module de Young (GPa)	74

Liste des figures

Chapitre I: Matériaux composites à fibres végétale

Figure I.1 : Matériau composite	4
Figure I.2 : constituant des matériaux composites.....	4
Figure I.3 : Classification des fibres naturelles selon' origine	10
Figure I.4 : Quelques plantes, origine des fibres utilisées comme renfort.....	11
Figure I.5 : quelques exemples de tissus de fibres végétales.....	11
Figure I.6 : Structure du bois (observations multi échelles)	13
Figure I.7 : Modèle de la description de structure d'une fibre végétale.....	13
Figure I.8 : Représentation schématique d'une fibre de bois	15
Figure I.9 : Structure de la cellulose.	16
Figure I.10 : Structures chimique de l'hémicellulose xylène.....	17
Figure I.11 : Représentation schématique d'une structure de lignine	18
Figure I.12 : Différents constituants d'une fibre végétale	18
Figure I.13 : Evolution de la production mondiale des fibres végétales (En millions de tonnes)	21

Chapitre II : traitement des fibres végétales

Figure II.1 : Constituants d'un plasma.....	30
Figure II.2 : Diagramme de classification des plasmas.....	30
Figure II.3 : Structure typique de la fibre lignocellulosique (i) non traitée et (ii) et après traitement alcalin	33
Figure II.4 : Réaction de traitement par la soude.....	34
Figure II.5 : Acétylation des fibres cellulosiques.....	35
Figure II.6 : Réactions chimiques du traitement par un oxyde de silicium fonctionnalisé... ..	36
Figure II.7 : .Schéma .Activation du greffage Polymère (NR)/cellulose par le permanganate	37

Chapitre III: Étude expérimentale

Figure III.1 plante de l'eucalyptus à l'état nature:	47
Figure III.2 : Les fibres de L'Eucalyptus par rouissage (l'eau+ sel)	48
Figure III.3 . Traitement thermique : l'étuvage des fibres d'eucalyptus:	48
Figure III.4 : . La préparation de la solution NaOH à 3%.	49

Liste des figures

Figure III.5 : Fibre de L'Eucalyptus traité par 3%. De Naoh	50
Figure III.6 : fibre de l'eucalyptus traité par 3% KMno4.....	51
Figure III.7 : Fibres traitées par l'anhydride.....	51
Figure III.8 : Broyeur planétaire	52
Figure III.9 : Balance analytique (M du pycnomètre + M de Méthanol).	53
Figure III.10 : Mesure de la densité.....	54
Figure III.11 : Machine de traction	55
Figure III.12 : préparation des fibres pour l'essai de traction	56
Figure III.13 : Echantillon des moules de composites	57
Figure III.14 : . L'alignement des fibres dans les moules	58
Figure III.15 : Les composites avec différent résines et fibres traitées	58
Figure III.16 : Appareil analytique ATR-FTIR.	60
Figure III.17 : Schéma du principe de la spectrométrie FTIR-ATR sur des échantillons fibreux.	61

Chapitre IV : Résultats et discussion

Figure : IV.1 : Morphologies des fibres obtenues par les différents traitements	65
Figure : IV.2 : Courbe FTIR des différents échantillons des fibres l'Eucalyptus	66
Figure : IV.3 : Courbe FTIR des différents échantillons des fibres l'Eucalyptus	69
Figure : IV.4 : Courbe Force-Déplacement des différents échantillons des fibres l'Eucalyptus.	70
Figure : IV.5 : Machine des essais de traction à Maghreb pipe	71
Figure : IV.6(a) : La contrainte des composites fibres/époxy	72
Figure : IV.6(b) : La contrainte des composites fibres/vinyles ter	73
Figure : IV.6(c) : La contrainte des composites fibres/polyester	73
Figure : IV.7 : Courbe contrainte – déformation des composites à fibre d'eucalyptus traitée	74
Figure :IV.8(a) : Module de young des composites avec différents traitements de fibre et polyster.....	75
Figure :IV.8(b) : Module de young des composites avec différents traitements de fibre et vinyles ter	76
Figure : IV.8(c) : Module de young des composites avec différents traitements de fibre et époxy	76

Liste des Tableaux

Tableaux du Chapitre I :

Tableau I.1: Les principales caractéristiques des matrices polymère thermodurcissables et thermoplastiques	8
Tableau I.2: Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales	14
Tableau I.3 Composition chimique (% massique) de quelques fibres végétales	15
Tableau I.4: représente les caractéristiques physiques et mécaniques de quelques fibres végétales.....	19
Tableau I.5: Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts des matériaux composites	22

Tableaux du Chapitre III :

Tableau III.1: la densité des fibres de l'Eucalyptus. ; Sans et avec différents traitements	54
---	-----------

Tableaux du Chapitre IV :

Tableau IV. 1: La densité apparente des quatre échantillons de la fibre d'eucalyptus.....	64
Tableau IV. 2: Vibration des groupes fonctionnels caractéristiques des fibres brutes étudiées	68
Tableau IV. 3: Les valeurs de contraintes, déformation et Module de Young des composites à différents traitements de fibres.....	71
Tableau IV. 4: Les valeurs de contraintes des composites	72
Tableau IV. 5: Module de young des composites à différentes résines et fibres composites	75



INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE :

Les progrès de la technologie et l'accroissement de la demande augmentent considérablement les contraintes sur les ressources naturelles.

La prise de conscience grandissante de l'impact de l'Homme sur l'environnement conduisant à l'épuisement de nos ressources et la modification du climat, incitent fortement les industriels et les chercheurs au développement d'alternatives moins gourmandes en énergie et diminuant l'impact environnemental en améliorant leur recyclable et leur renouvelable.

L'utilisation de matériaux à base de fibres naturelles n'est pas récente et date de plusieurs civilisations, les paniers en osier en sont un exemple frappant, plus récemment les sièges et les réservoirs des avions de 1896 ont été réalisés en fibres naturelles avec une petite quantité de liant polymériques.

A l'heure actuelle, les différentes utilisations de ces matériaux composites à renforts naturels sont souvent limitées à des applications où les contraintes mécaniques et thermiques ne sont pas importantes. L'utilisation de fibres végétales (bois, lin, chanvre) comme éléments de renfort dans les matériaux polymères, thermoplastiques ou thermodurcissables, en remplacement des fibres de verre, est un concept déjà industrialisé et commercialisé. Dans ce Mémoire, nous nous sommes focalisés uniquement sur les fibres naturelles végétales.

L'apparition des fibres végétales dans les applications composites révolutionne peu à peu le paysage industriel, notamment dans l'automobile où le facteur environnement est une valeur forte, grâce à leurs propriétés mécaniques, leur faible densité, leur résistance thermique, leur absorption phonique, leurs propriétés de surface, et leur biodégradabilité. La littérature scientifique a soulevé une faible affinité de ces fibres avec les matrices hydrophobes qui génère une mauvaise adhésion entre les deux matériaux. Ce problème d'interface peut être surmonté par traitement chimique ou mécanique de la fibre naturelle. L'objectif principal de ce traitement est de substituer les groupements hydroxyles polaires de la surface des substrats cellulosiques par des groupements capables de renforcer les interactions avec les matrices polymériques généralement hydrophobes, et permettant même la préparation de composites uniquement à base de fibres cellulosiques (composites continus). Les voies de la modification chimique des fibres cellulosiques sont multiples, à savoir l'acylation, l'éthérisation, le greffage par copolymérisation, le traitement alcalin, le traitement au silane, le traitement à la soude, etc.. Il est à noter que la modification physique des fibres cellulosiques, telles que le traitement avec un faisceau d'électrons, les rayons

Introduction générale

Gamma, le plasma, a été également étudiée par plusieurs équipes de recherche. C'est dans ce contexte que notre étude trouve son intérêt. On se propose ainsi d'étudier l'effet des traitements sur les propriétés physico chimiques et mécanique des fibres l'Eucalyptus végétales.

L'étude bibliographique se répartie en deux chapitres:

Le premier chapitre présente une généralité sur les matériaux composites à fibres végétales, On commence par une définition des matériaux composites et fibres végétales et leurs structures et morphologies ; la composition chimique ;avantages et inconvénients des fibres végétales.

Le deuxième expose la modification de la surface de fibre végétale et leur traitement physique Plasma, corona, traitement UV ; traitements chimique : alcaline, à la soude, asytilation, silanes.

Le troisièmes chapitre expose la méthode d'extractions de fibre végétales et comprend les matériaux utilisés ainsi que les techniques expérimentales utilisées.

-Le quatrième chapitre décrit les matériaux utilisés ainsi quels techniques expérimentales utilisées, une synthèse des résultats.

On termine ce travail par une conclusion.



Chapitre I :

Les matériaux composites à fibres végétales

I.1. INTRODUCTION:

La naissance des matériaux composites est inconnue mais tous les écrits historiques comprennent des références à certaines figures des matériaux. Tel que la paille qui a été utilisée pour le renforcement des briques par les arabes, ainsi que le contreplaqué utilisé par les Egyptiens antiques pour l'obtention d'une bonne résistance mécanique, mais aussi les épées et les armures du moyen âge qui ont été réalisées par des couches de plusieurs matériaux [1].

A la suite du 20ème siècle, plus précisément au cours de la seconde guerre mondiale, plusieurs matériaux composites ont été conçus à base de résines et des fibres de renfort pour être ensuite utilisés dans la construction aéronautique ainsi que dans le domaine de l'automobile. Mais leur développement continue jusqu'à nos jours

L'introduction des fibres naturelles dans des matrices polymères peut apporter des avantages notoires par rapport aux fibres traditionnellement utilisées dans les composites (comme les fibres de verres). Les matériaux composites renforcés par des fibres végétales sont en cours de développement et leurs applications sont encore limitées mais ils sont amenés à jouer un rôle dans le domaine l'industrie future, notamment dans le domaine de la construction. Les fibres sont caractérisées par une longueur au moins trois fois supérieure à leur diamètre. Elles peuvent être classées selon plusieurs critères, leur nature chimique, leur longueur, leur origine.....etc. [2].

I. 2. GENERALITES SUR LES COMPOSITES

I. 2. 1. Définition :

Au sens large, le mot "composite" signifie littéralement "constitué de deux ou plusieurs matériaux non miscibles". Les matériaux composites se constituent d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue, appelée matrice. La phase discontinue est appelée le renfort ou matériau renforçant [3]. Le renfort apporte au matériau composite ses performances mécaniques, alors que la matrice a pour rôle de transmettre aux fibres les sollicitations mécaniques extérieures et de protéger les fibres vis-à-vis des agressions extérieures.1

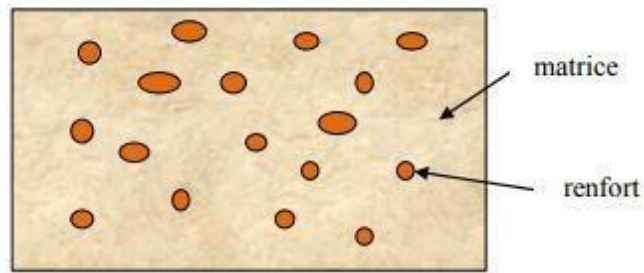


Figure I.1: Matériau composite.

I. 3 Caractéristiques générales :

- 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.

La maîtrise de l'élaboration de matériaux composites nécessite la connaissance des propriétés individuelles des constituants de base des matériaux que l'on résume dans l'organigramme suivant :

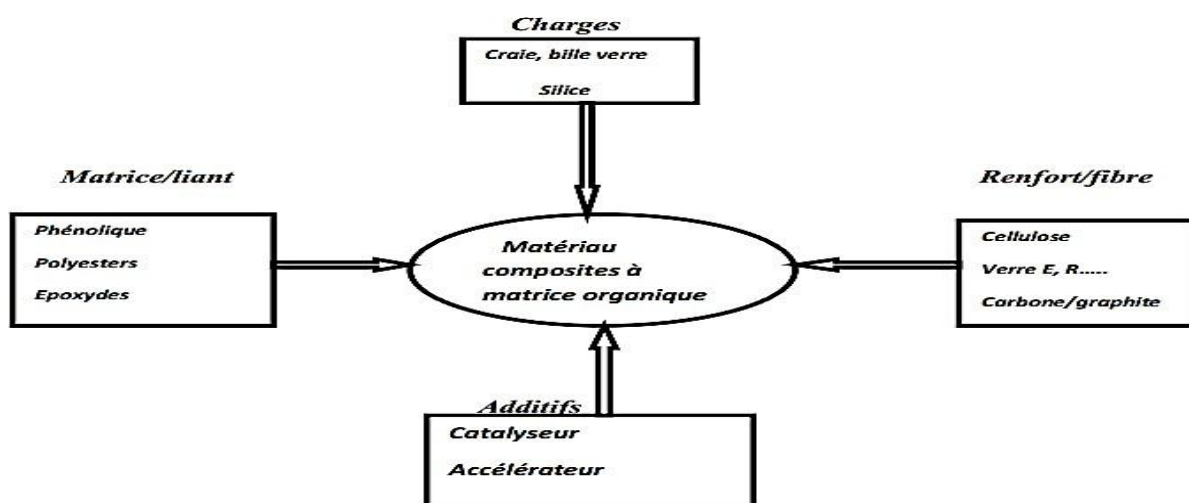


Figure I.2: constituant des matériaux composites

I. 4. Classification des matériaux composites selon :

En fonction de la forme des constituants, les composites sont classés en deux grandes classes: les matériaux composites à particules et les matériaux composites à fibres.

1.4.1 Composites à fibres :

Un matériau composite est un composite à fibres si le renfort se trouve sous forme de fibres. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes, etc. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de moduler à la carte les propriétés mécaniques des matériaux composites, pour obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan. Le concepteur possède donc là un type de matériau dont il peut modifier et moduler à volonté les comportements mécanique et physique en jouant sur :

- La nature des constituants,
- La proportion des constituants,
- L'orientation des fibres, suivant le cahier des charges imposées.

L'importance des matériaux composites à fibres justifie une étude exhaustive de leurs comportements mécaniques. En conséquence, le présent ouvrage sera essentiellement consacré par la suite à l'étude de ce type de matériaux. L'importance des matériaux composites à fibres justifie une étude exhaustive de leurs comportements mécaniques. En conséquence, le présent ouvrage sera essentiellement consacré par la suite à l'étude de ce type de matériaux. [5]

1.4.2. Composites à particules :

Un matériau composite est un composite à particules si le renfort se trouve sous forme des particules. Une particule par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée. Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines des propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité la tenue, la résistance à l'abrasion, la diminution de retrait etc. Dans de nombreux cas les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le cout du matériau sans en diminuer les caractéristiques. [6]

1.4.3. Selon la nature des constituants :

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés comme des composites à matrice organique, à matrice métallique ou à matrice minérale. Divers renfort sont associés à ces matrices. Seuls certains couples d'associations ont actuellement un usage industriel, d'autres faisant l'objet d'un développement dans les laboratoires de recherche.

1.5. Composants :

Les principaux constituants sont le renfort et la matrice. Le renfort a pour rôle d'apporter au matériau composite ses performances mécaniques élevées. La matrice qu'on appelle aussi liant, son rôle est de transmettre aux fibres les sollicitations mécaniques extérieures et de protéger les fibres vis-à-vis des agressions extérieures.

En ajoutant des additifs pour modifier certains des propriétés physiques ou chimiques. On les utilise même pour des raisons économiques et par fois pour faciliter la mise en œuvre. [6]

1.5.1. Renfort :

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).

Chacune d'entre elles s'impose dans une application particulière en raison de ses propriétés spécifiques et de son prix. Il existe plusieurs types de renforts fibreux. [7]

- fibre de verre
- Fibre de carbone
- Fibres aramides
- Fibres céramique

1.5.2. Matrice :

Les matrices ont essentiellement pour rôle de transférer les contraintes apportées sur le matériau aux fibres, de les protéger contre les agressions extérieures et donnent la forme du matériau. Elles doivent être en outre assez déformables et présenter une certaine compatibilité avec le renfort. Ainsi, pour pouvoir apporter aux matériaux composites des propriétés mécaniques élevées, les résines doivent posséder des masses volumiques faibles. Il existe plusieurs types de résines classées en deux grandes familles : [8].

Les thermodurcissables qui sont des solides infusibles et insolubles qui forment un réseau tridimensionnel à partir des segments moléculaires liés entre eux par une densité élevée de liaisons covalentes. Les thermodurcissables sont mis en forme de façon irréversible par des réactions chimiques entre la résine et le durcisseur, ce dernier assure la création de liaisons pontales entre les différentes chaînes moléculaires du polymère. Compte tenu de leur faible viscosité avant durcissement, les thermodurcissables sont largement employés comme matrice dans les matériaux composites. On peut citer, les polyesters insaturés (vinyle ester, les dérivés allyliques, les polyesters condensés, etc.), les résines époxydes, les résines de condensation (les phénoliques, les aminoplastes, les furaniques, etc.). [9].

Ce qui concerne les thermoplastiques sont des dérivés de monomères linéaires ou légèrement ramifiés qui forment le motif de base d'une chaîne où ils sont maintes fois répétés. Sous l'action de la chaleur, le thermoplastique se ramollit conduisant à l'apparition de mouvement à longue portée dans les chaînes moléculaires. Les thermoplastiques peuvent alors être solidifiés par refroidissement en prenant la forme souhaitée. Ce processus de ramollissement par excitation thermique et durcissement par refroidissement peut être répété indéfiniment car, contrairement aux résines thermodurcissables, quasiment aucune modification chimique ne vient altérer les thermoplastiques. Il s'agit plutôt d'une modification de l'agencement intermoléculaire. Cette aptitude confère aux déchets thermoplastiques des propriétés de recyclage très intéressantes. [10].

Tableaux I.1 : Les principales caractéristiques des matrices polymère thermodurcissables et thermoplastiques. [10].

Matrice thermo durcie	Matrice thermoplastique
Amorphe	Amorphe ou semi cristalline
Résistance aux températures élevées	Résistance à l'impact
Viscosité basse pendant la mise en Forme	Fabrication difficile en raison de la viscosité très élevée du polymère fondu
Fragiles	Thermostable
Cycle de fabrication long	Possibilités de réparation
Recyclage des déchets impossibles	Recyclage très aisé

Dans notre travail nous nous sommes intéressés à l'étude d'une matrice à base du polychlorure de vinyle ou PVC car c'est un polymère très présent dans notre vie quotidienne. Il couvre tous les secteurs d'activité économiques. C'est aussi l'un des plus utilisés ces dernières années, avec une consommation mondiale de plus de 20 milliards de tonnes, ceci est dû à l'ensemble de ses propriétés mécaniques et physiques et son aptitude à être modifié.

Les résines les plus utilisées dans les matériaux composites sont :

- les résines thermodurcissables.
- les résines thermoplastiques.

Ces deux types de polymères diffèrent en leur structure moléculaire aussi bien que leur comportement

1.5.2.1. Matériaux thermodurcissables :

ont une stabilité thermique beaucoup plus élevée en comparaison avec les matériaux thermoplastiques, un grand avantage pour des applications d'une demande très élevée.

Des remplisseurs ou charges sont employés en polymères pour une variété de raisons, à savoir réduire le coût, améliorer le traitement, la densité de commande, conductivité thermique, dilatation thermique, propriétés électriques, propriétés magnétiques, retard de flamme, et pour améliorer les propriétés mécaniques[11]. En général, les remplisseurs peuvent changer l'exécution des composés de polymère en changeant la couleur, viscosité, propriétés de barrière, les propriétés électriques et thermiques, la finition de surface, le rétrécissement, etc...

Les résines thermodurcissables principalement utilisées sont les suivantes :

- **Résines époxydes:** font l'objet de notre étude.

- **Résines phénoliques:** sont obtenues par la polycondensation du phénol et du formol ; elles présentent une très bonne tenue au feu, sans fumée, c'est pour cette raison qu'on les utilise dans les des transports ferroviaires. Elles sont fragiles, sensibles à l'humidité, difficiles à mettre en œuvre.
 - **Résines polyamides.**
 - **Résines polyesters**
 - **Résines époxydes.**

I. 6. Fibres naturelles:

On peut subdiviser les fibres naturelles en trois grands groupes selon leur origine :

- ✚ les fibres végétales qui comprennent :
 - les fibres provenant des poils séminaux de gaines (coton kapok) ;

 - les fibres libériennes extraites de tiges de plantes (lin, chanvre, jute, ramie) ;

 - les fibres dures extraites de feuilles (sisal), de troncs (chanvre de manille), d'enveloppes de fruits (noix de coco).
- ✚ les fibres animales qui proviennent des poils, telle que la toison animale, et sécrétions telle
que la soie ;
les fibres minérales telles que le basalte.

1.6.1. Classification des fibres naturelle :

Les fibres naturelles sont pour la plupart d'origine végétale ; animale et minérale (**Fig.I.3**).**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 [12].

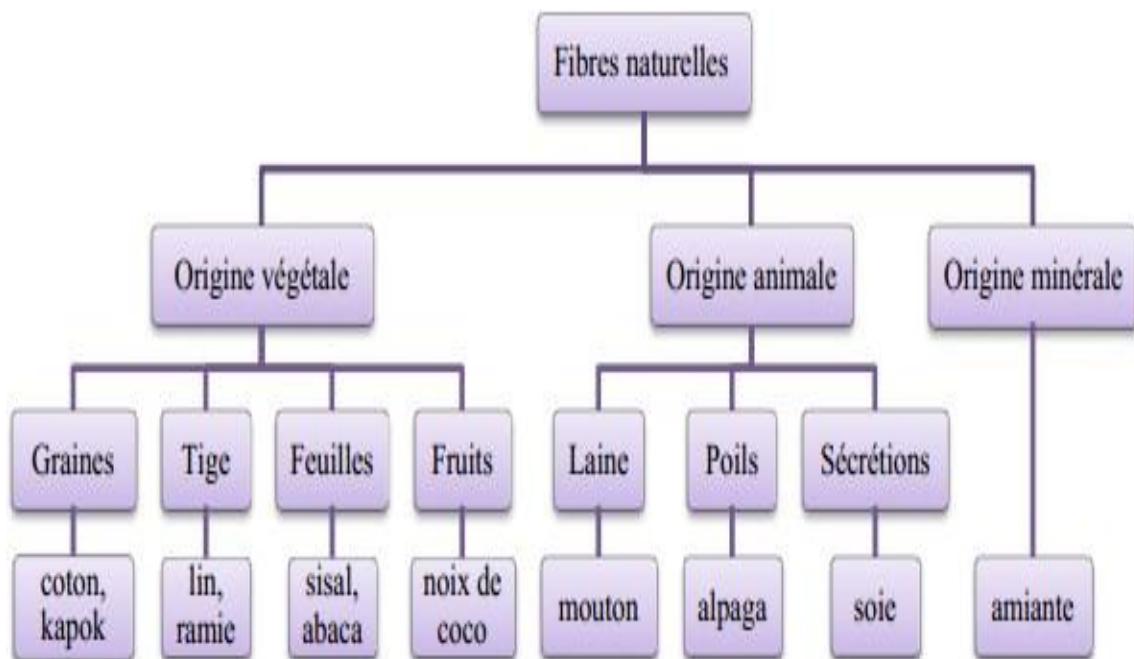


Figure I.3: Classification des fibres naturelles selon' origine

1.6.2. Définition de la fibre végétale :

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 [13].

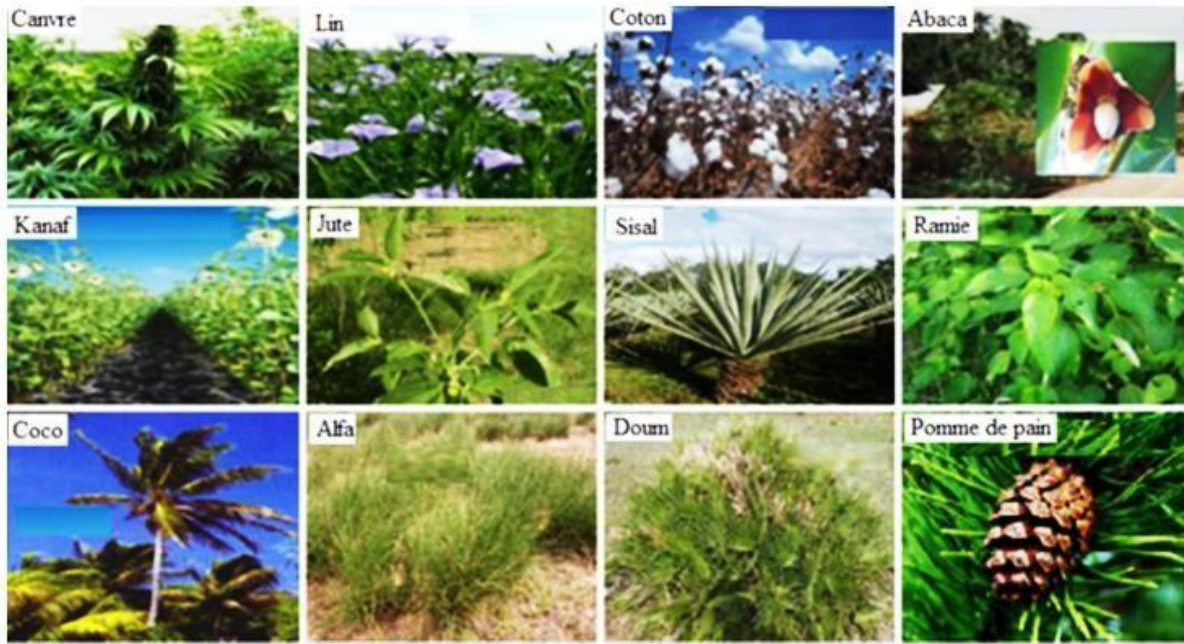


Figure I.4: Quelques plantes, origine des fibres utilisées comme renfort.

✚ Quelques exemples de tissus de fibres végétales sont présentés ci-dessous :



Chanvre



Jute



Sisal



Coton



Coco



Lin

Figure I.5: quelques exemples de tissus de fibres végétales

1.7. Classification des fibres végétales :

Les fibres végétales sont classées en quatre groupes suivant leur provenance. A s'avoir : les fibres de feuille, de tiges, de bois et de surface [14].

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.

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 Sun, de kana, durera 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 Cotton et la noix de coco (coco) [14].

1.8. Structure de la fibre végétale :

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de microfibre 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. I.6).

Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre sa densité et son teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau [15].

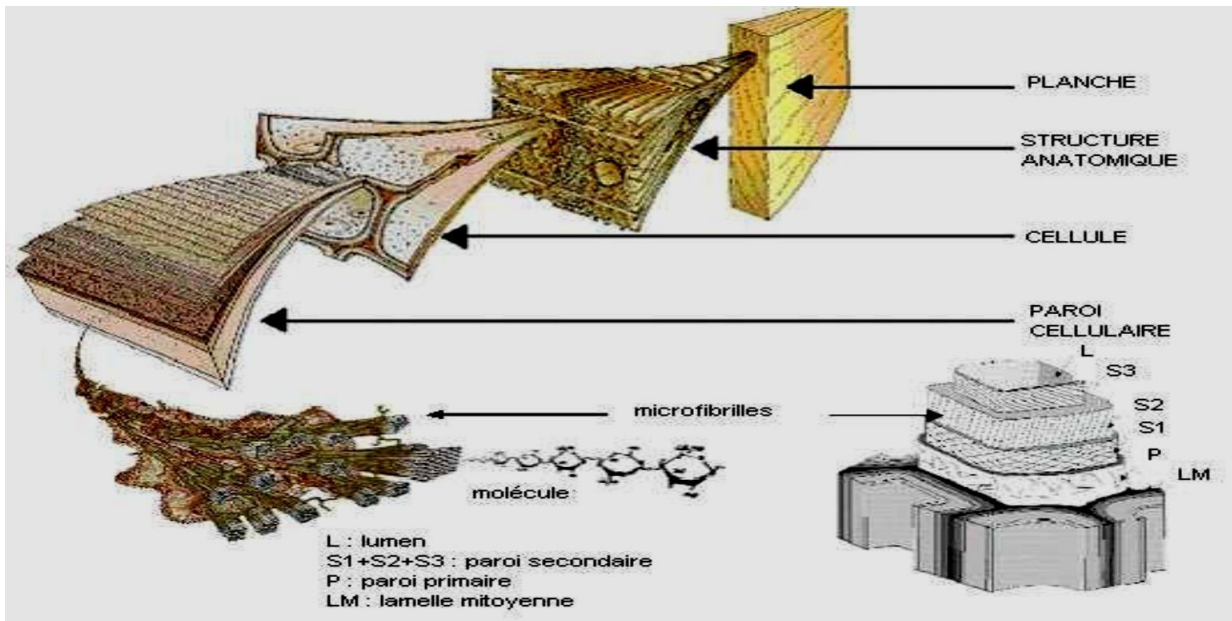


Figure I.6: Structure du bois (observations multi échelles).[10].

Les micros-fibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle micro fibrillaire dont la valeur varie d'une espèce à l'autre. L'orientation du micro fibrilles par rapport l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres, Plus que l'angle des micros fibrilles augmente, le module de Young (une mesure de la rigidité) décroît, tandis que l'extensibilité des parois augment [16].

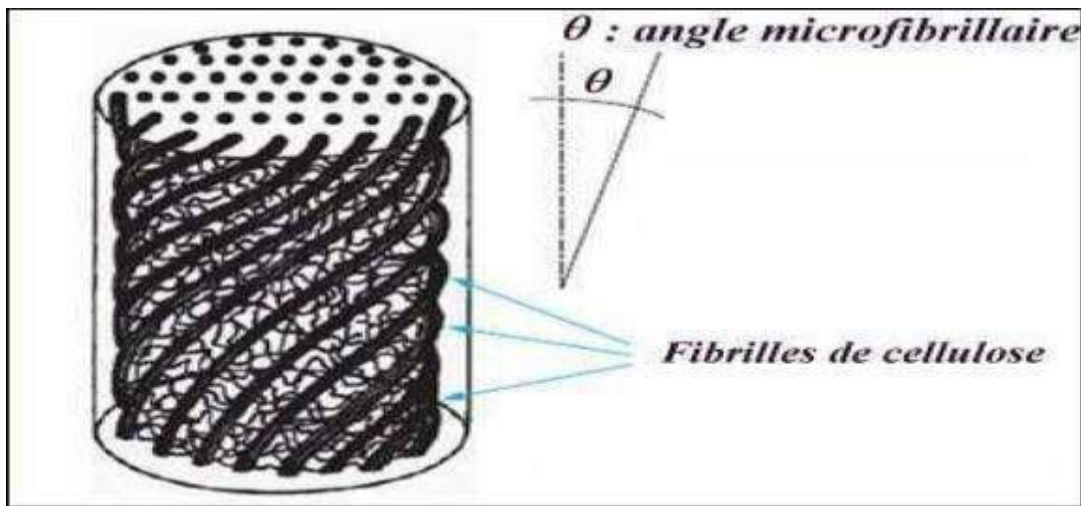


Figure I.7: Modèle de la description de structure d'une fibre végétale

I.9. Morphologie des fibres végétales :

La morphologie des fibres végétales est fonction de plusieurs facteurs qui influent sur ses dimensions. Elle dépend de l'origine de la biomasse, des conditions environnementales de croissance de la plante, et aussi de l'état de maturité de cette dernière. Le caractère variable du diamètre et de la longueur de la paroi des fibres végétales constitue une donnée importante pour bien appréhender les transferts de contraintes aux interfaces fibre-matrice [17]. Les propriétés morphologiques de quelques fibres végétales sont répertoriées dans le **tableau I.2**

Fibres	Longueur (mm)	Diamètre (μm)
Coton	25	12 – 25
Lin	4 – 8.5	12 – 30
Jute	2.5	5 – 25
Sisal	100 -125	100 -400
Chanvre	5 – 40	16 – 50
Kènaf	2.5- 4.5	14 – 33

Tableau I.2: Propriétés morphologiques de quelques fibres végétales [17].

I.10. Composition chimique des fibres végétales :

Les fibres végétales sont fondamentalement constituées de la cellulose, d'hémicelluloses, et de la lignine. On y trouve en faibles quantités les pectines, les pigments et les extractibles. Leurs proportions varient en fonction de l'origine botanique de la fibre étudiée [18].

Fibres	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicellulose (%)	Pectine (%)	Cendre (%)
Fibre de tige:					
Bambou	46 – 58	20 – 22	16 – 20	8 – 10	-
Kénafe	37 – 49	15 – 21	18 – 24	-	2 – 4
Jute	41 – 48	21 – 24	18 – 22	-	0.8
Fibres d'écorce/ libériennes :					
lin	71	2.2	18.6 – 20.6	2.3	-
kénafe	31 – 57	15 – 19	21.5 – 23	-	2 – 5
jute	45 – 71.5	12 – 26	13.6 – 21	0.2	2 – 5
chanvre	57 – 77	3.7 – 13	14 – 22.4	0.9	0.8
ramie	68.6 – 91	0.6 – 0.7	5 – 16.7	1.9	-
Fibre de feuillage :					
Abaca					
Sisal	56 – 63	7 – 9	15 – 17	-	3
Henequen	47 – 78	7 – 11	10 – 24	10	0.6 – 1
	77.6	13.1	4 – 8	-	-

Tableau I.3: Composition chimique (% massique) de quelques fibres végétales.[18].

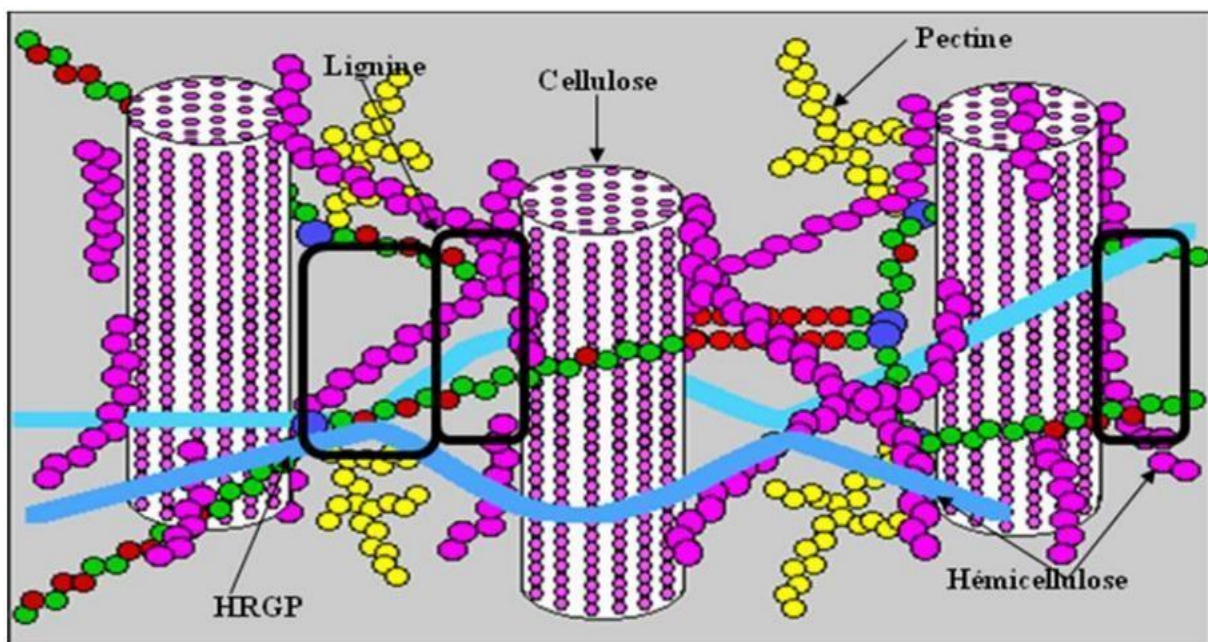


Figure. I.8. : Représentation schématique d'une fibre de bois

I.10. 1. Cellulose :

La cellulose constitue le matériau le plus abondant dans la nature. L'Homme utilise environ 5x10⁸ tonnes de cellulose par an, sous forme de bois, de papier, de textile, de plastiques, etc. Il

Présente le constituant majeur des fibres lignocellulosiques. Sa teneur y varie selon la nature de la fibre [19]. La cellulose est obtenue par polymérisation d'une molécule élémentaire appelée le glucose. Les macromolécules groupées parallèlement en faisceaux forment les filaments micellaires. Ceux-ci, rassemblés en grand nombre, donnent naissance aux fibrilles. Ces dernières associées entre-elles, forment ce qu'on appelle les fibres de cellulose. Il s'agit d'un polysaccharide homopolymère linéaire $(C_6H_{10}O_5)_n$ constitué par un enchaînement d'unités cellobioses, elles-mêmes composées de cycles glucopyranose, avec une liaison glycosurique du type β (C1-C4), ce qui conduit à la structure du β -cellobiose. La chaîne adopte la conformation linéaire car le lien que l'on appelle disaccharide C-1,4 possède la particularité d'orienter tous les groupes hydroxyles du cycle en position équatoriale de la forme chaise que prend le cycle. Il en résulte ainsi une stabilité structurale.

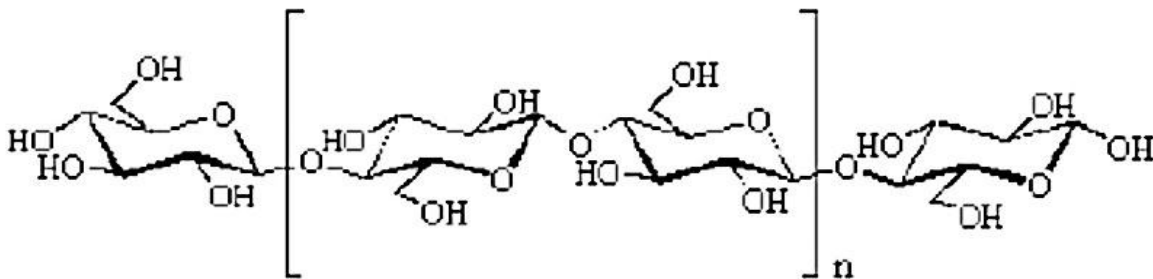


Figure I.9: Structure de la cellulose

I.10.2. Les hémicellulose :

Les hémicelluloses constituent une classe de polymères amorphes présentant une grande diversité de structure. En effet, on appelle hémicellulose tout polysaccharide présent dans la paroi végétale n'étant ni cellulose, ni substance préclinique. Parmi eux, on retrouve les arabisantes, les xylènes, les galantines, les manades, et les glucines. Les hémicelluloses sont des polysaccharides complexes de faible poids moléculaire. Elles jouent un rôle fondamental dans le maintien d'une architecture pariétale organisée, liant les fibrilles de cellulose entre elles. Elles sont solubles dans l'eau et peuvent être extraites de la paroi des cellules végétales par des solutions alcalines. Elles ont un degré de polymérisation 100 fois plus petit que celui de la cellulose native et une structure en forme d'hélice qui leur confère une certaine souplesse [20].

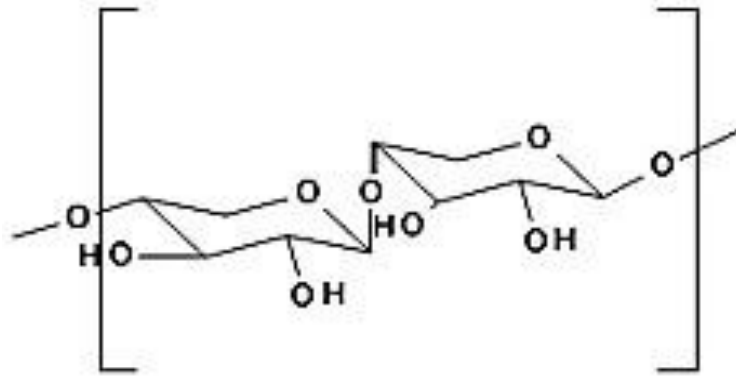


Figure I.10: Structures chimiques de l'hémicellulose xylène

I.10.3. Lignine :

La lignine est un copolymère tridimensionnel complexe constitué de composés aromatiques et aliphatiques à très haut poids moléculaire. Elle est constituée de trois unités différentes de type phénylopropane à savoir les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapique (**figure I.11**). C'est un matériau amorphe et hydrophobe de nature. Sa chimie n'a pas encore été précisément établie, mais la plupart de ses groupes fonctionnels et les unités structurales de la macromolécule ont été identifiés. Elle est caractérisée par la forte teneur en carbone mais une faible teneur en hydrogène [21]. La lignine confère la résistance et la

rigidité aux parois cellulaires en plus d'une protection contre les agents pathogènes microbiens. La teneur de la lignine dans les plantes est très variée étant donné qu'elle dépend souvent de la méthode d'analyse. Les lignines sont intimement associées à l'hémicellulose et la cellulose dans les parois cellulaires des plantes. Elle joue le rôle d'agent incrusté dans la matrice cellulose/hémicellulose, pour cette raison, la lignine est souvent dénommée l'adhésif de la paroi cellulaire végétale. En plus de la cellulose, l'hémicellulose et la lignine, les parois cellulaires des plantes contiennent d'autres molécules organiques comme les protéines, les tanins, les pectines, les cires, les composés aromatiques et les glucides de faible poids moléculaire.

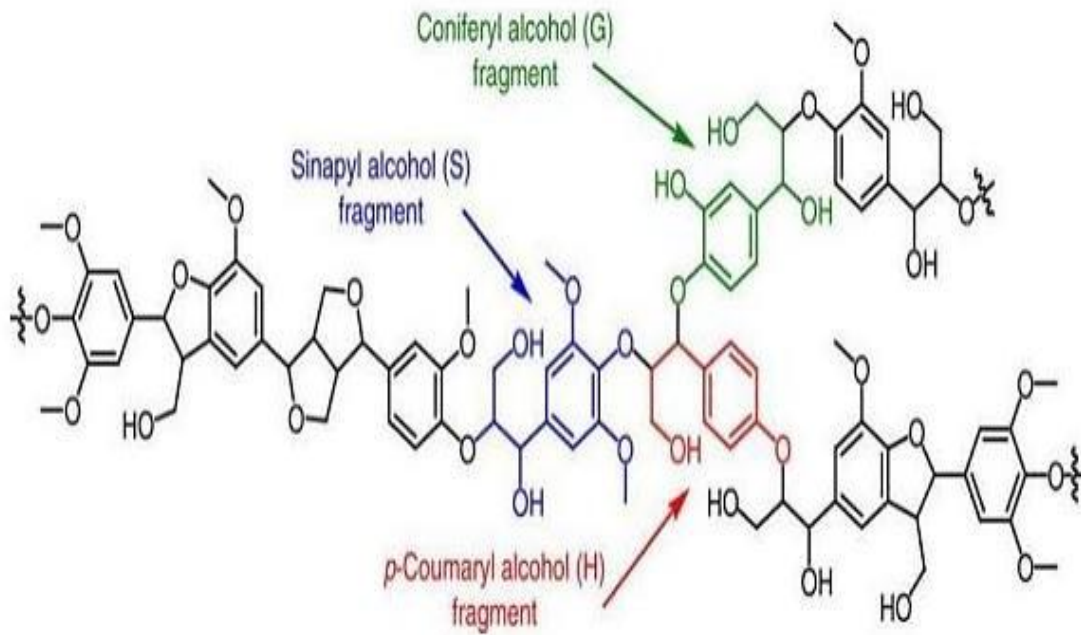


Figure I.11: Représentation schématique d'une structure de lignine

✚ Les différents constituants des fibres végétales (**Figure. I.12.**)

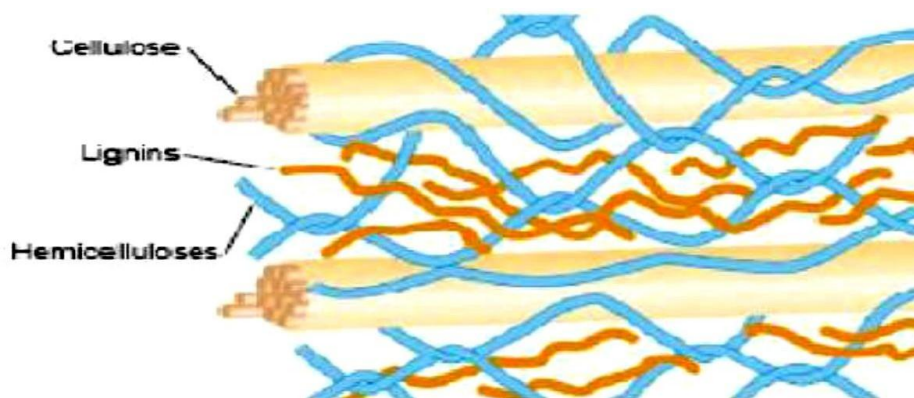


Figure I.12: Différents constituants d'une fibre végétale

I.11. Caractéristiques physiques et mécaniques des fibres végétales:

Généralement une fibre végétale est caractérisée physiquement par son diamètre, sa densité, 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 [22].

Tableau I.4 : représente les caractéristiques physiques et mécaniques de quelques fibres végétales.

Fibre	Densité (g/cm³)	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

I.12. Application des composites à base des fibres végétales :

L'utilisation des matériaux composites s'inscrit dans une démarche d'éco-conception. On note enfin le développement de granulés thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles végétales est utilisé dans différents domaines (cosmétique, automobile, horticulture, électroménager, mobilier urbain, outillage...) [23].

I.12.1. En automobile :

L'utilisation des fibres naturelles dans les matériaux composites est de plus en plus courante, notamment, chez l'équipementier automobile Faure Cia, le projet de recherche Nafé (Natural fibre for injection), lancé en 2008, a permis de mettre au point des pièces en composites de lin ou en chanvre avec un gain de masse de 25%. Aussi que Alstom Transport équipera en 2014 ses nouvelles rames TGV de panneaux et de

cloisons en lin composite et en 2016 le « nez » des locomotives sera fabriqué à partir du même matériau, avec d'autres éléments extérieurs[24].

I.12.2.En construction :

Les fibres végétales sont utilisées comme renfort de matériaux, notamment d'isolation, de produits en ciment.

I.12.3.En Infrastructure :

Trottoirs, digues, signalisation routières, isolant phoniques...etc.

I.12.4 Autres applications: lespalettes, le mobilier (table de camping ou chaise), équipement de jeux publics [25].

I.13. Utilisations des fibres végétales :

La connaissance des propriétés caractéristiques des fibres est indispensable en vue de leur utilisation dans des composites. Les fibres végétales présentent en général de bonnes propriétés mécaniques, mais leur utilisation est limitée par leur caractère hydrophile et leur faible stabilité thermique. De même, la compatibilité fibres matrice va dépendre non seulement de la nature des fibres mais également de la nature de la matrice de polymère. La grande diversité des fibres végétales et le large domaine d'applications des matériaux composites, sont à l'origine du grand nombre de travaux concernant le développement des matériaux composites à renforts fibres végétales [26].

Les travaux concernant l'utilisation des fibres naturelles comme alternative aux fibres de verre utilisées traditionnellement dans des matrices polymères thermoplastiques hydrophobes (comme les polyoléfines) ont permis de réaliser des composites «facilement» recyclables [27]. La limitation de l'utilisation des fibres végétales dans ce type de composite reste le manque de compatibilité entre les fibres et la matrice.

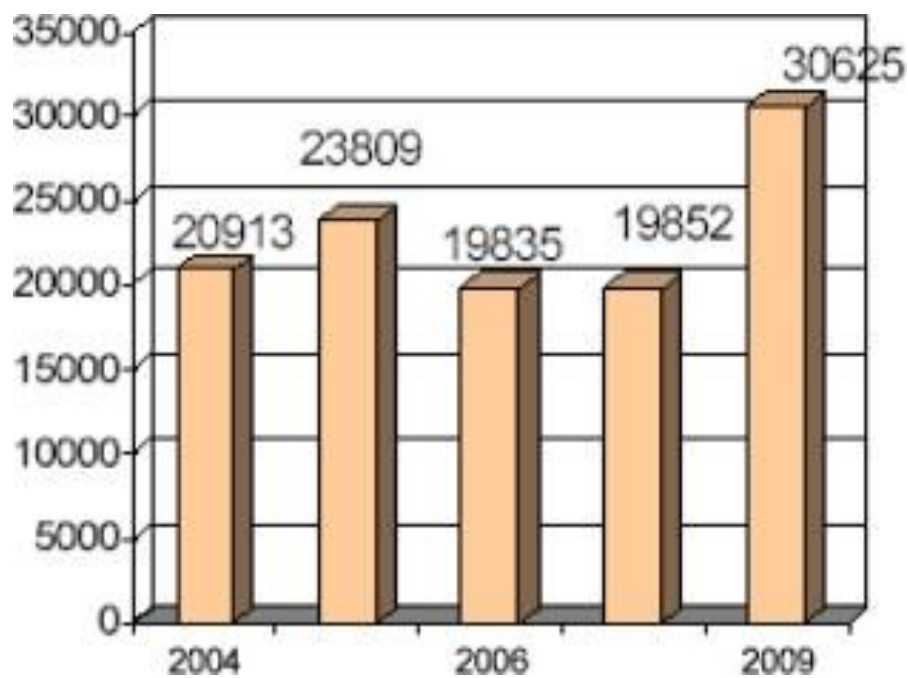


Figure I.13. : Evolution de la production mondiale des fibres végétales (En millions de tonnes)

I.14. Avantages et inconvénients des fibres végétales :

Pour des raisons de disponibilité et de coût, les fibres naturelles d'origine végétale sont les plus utilisées pour le renforcement des matériaux composites ; elles constituent une alternative intéressante aux fibres de verre en raison de leur recyclabilité. Ces fibres présentent de nombreux avantages comme renfort des composites. En revanche, certains inconvénients peuvent être un frein au niveau de développement industriel.

Tableau .I.5: Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts des matériaux composites [22].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ✓ Faible coût. ✓ Biodégradabilité. ✓ Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité). ✓ Non abrasif pour les outillages. ✓ Neutre pour l'émission de CO₂. ✓ Peu d'énergie pour production. ✓ Pas de résidus après incinération. ✓ Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres. ✓ Ressource renouvelable. 	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Difficulté de leur extraction ✓ La nature hydrophobe ✓ L'incompatibilité avec les polymères ✓ Absorption d'eau ✓ Stabilité thermique limitée (200-250°C) ✓ Structure anisotropes ✓ Variation des propriétés en fonction de la zone de croissance et l'âge de la plante.

I.15. Conclusion :

Les matériaux composites disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, maintenance réduite, liberté de formes. Ils permettent d'augmenter la durée de vie de certains équipements grâce à leurs propriétés mécaniques et chimiques.

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 et des conditions de croissance. La cellulose, le composant principal de toutes les fibres végétales, varie d'une fibre à une autre.

Références bibliographiques :

- [1] **Saber Benferdi**, « Caractérisation du comportement micromécanique d'un matériau composite par différentes approches mathématiques », mémoire de Magister, Université MENTOURI Constantine, 2010.
- [2] **Belkacemi Cherifa**, « *étude expérimentale du comportement mécanique des stratifiés à renforts en matière végétale* », mémoire magister, université M'Hamed Bouguerra Boumerdes, 2006.
- [3] **J.MBerthelot**, Composite Materials: Mechanical Behavior and Structural Analysis. Springer New York 1999.
- [4] **Mostar Abdessamed**, « Influence des ajouts de fins minérales sur les performances mécaniques des béton renforcé de fibre végétales de de palmier dattier », mémoire de Magister, option génies civil, Université de KasdiMerbah-Ouargla, novembre 2006.
- [5] **Abdelkabar Abderraouf**, « L'EFFET DE LA TEMPERATURE DE MERCERISATION SUR LES PROPRIETES DU COMPOSITE (TISSUS DE JUTE/POLYESTER) » Mémoire de Magister en vue de l'obtention du diplôme de Master Génie des Matériaux, 2018.
- [6] **ROUAM Kamila**, « Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles » Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de Magister en Science et Génie des Matériaux, 2014.
- [7] **Toufik ACHOUR**, « ÉTUDE DES TECHNIQUES DE RÉPARATION ÉTUDE DES STRUCTURES COMPOSITES ENDOMMAGÉES » Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de Magister en Génie des Matériaux, 2011.
- [8] **Mme HERROUDJ née HAMOURN oura**, « ÉTUDE DE L'INTRODUCTION DES FIBRES D'ALPHA A DÉTAILLES DIFFÉRENTES DANS UNE MATRIÈRE POLYCHLORURE DE VINYLE EN VUE D'AMÉLIORER SES PROPRIÉTÉS PHYSICO-MÉCANIQUE » Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de Magister en Science et Génie des Procédés, 2010.
- [9] **Hans-Henning Kausch, Nicole Heymans, Christopher John Plummer, Pierre Decroly**, Matériaux polymères, Propriétés mécaniques et physique, Traité des Matériaux, Presses Polytechniques et Université ROMANDES, (2001).
- [10] **Franck Michaud**, Rhéologie de panneaux composites Bois/Thermoplastiques Sous chargement thermomécanique, Aptitude au post formage, thèse de doctorat, université Laval Québec, Canada et université Bordeaux, France, (2003).
- [11] **Gallot-lavallee**, Etude de la charge d'espace et des phénomènes luminescents comme précurseurs du vieillissement électrique d'une résine époxy utilisée dans l'isolation haute tension, thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse 2006.

Références bibliographique

- [12] GLOSSAIREDESMATERIAUXCOMPOSITES,"Centred'animationrégionalenmatériauxavances ,2006.
- [13] **Yahiaoui Lamia**, «Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss)», mémoire Magister, Université Ferhat Abbas ,Sétif UFAS.
- [14] **Bezato Tsaranofy Zita Fredo**,«Les palmiers dattiers: étude de la filière, utilisation et diversité variétale», *Mémoire DEA* Université de Toliara,domaine biologievégétales,Juillet2013.
- [15] **BENKERROUCHE Alaa Eddine ;OURIDA Mohammed**, «Formulation et caractérisation d'un biton polymère renforcé par des fibres végétales et filler »Mémoire en vue de l'intention du diplôme de Master Académique Génie Civil,2017.
- [16] BetriebsanleitungSeviceteileEMCOF1-CNC,catalogue de la machine.
- [17] **ABOUD Narimane, ALLAOUA Wahiba**, «Etude des Bio composites à base de bio polymères/Fibre végétales : Fibre de disse » Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de Master Génie des Génie des polymères, 2020.
- [18]**D.,DuboisP.**,Les(bio) polymères biodégradables: l'enjeu de demain,Chim.Nouv;86:66–75,2004.
- [19] **Biganska**,"Thèse de doctorat: Étude physico-chimique des solutions de cellulose dans la n-methylmorpholine-n-oxyd,"Ecole Des Mines, Paris,2002.
- [20] Borchani K. Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la planted'Alfa:Lyon;2016.
- [21] K. M.M., Wang, H., Lau, K.T., Cardona, F. Chemical traitements on plant base de Natural fibre reinforced polymère composites:Anoverview,Composites:PartB,43,2883–2892.
- [22] **Mustapha Malha**, « Mise en œuvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites polymère thermoplastique renforce par des fibres de Doum », Université Mohammed V-AGDAL,Mars2013.
- [23] N. Lu et S. Oza. «Thermal stability and thermo-mechanical properties of hemp-high density polyethylene composites: Effect of two different chemical modifications.». *Composites Part B: Engineering*. Vol.44, 2013, pp484-490.
- [24] . Zamprogno et P. Hourçourigaray, «**Nautisme et Composites BioSourcés**»,[en ligne], 2012.31pdisponiblesur :http://www.eurolarge.fr/wp-content/uploads/2012/12/Lettre-de-Veille6_nautisme-et-composites-12.pdf(Consultéle04/12/2013).

Références bibliographique

[25] A. BOUDENNE, " Etude expérimentale et théorique des propriétés thermo physiques de matériaux composites a matrice polymère Université PARISXII,2003.

[26] S. Th. Georgopoulos, P.A. Tarantili, E. Avgerinos, A.G. Andreopoulos, E.G. Koukios, Thermoplastic polymer reinforced with fibrous agricultural residues, Polymer Degradation and Stability, 90,303-312,(2005).

[27] Andrzej K .Bledzki, Omar Faruk, Injection moulded microcellular wood fibre polypropylene composites, Composites, Part A37, 1358–1367, (2006).



Chapitre II:

Traitement des fibres végétales

II.1. INTRODUCTION :

L'intérêt pour les composites polymères renforcés de fibres naturelles croît rapidement en termes d'applications industrielles et de recherche fondamentale [1-2]. Les fibres naturelles sont facilement disponibles, faciles à transformer, renouvelables, de faible densité et à faible coût et possèdent des propriétés mécaniques adéquates, devenant ainsi une alternative écologique attrayante au verre, au carbone et aux autres fibres synthétiques pour la fabrication de composites. Ils sont principalement utilisés pour la fabrication de pièces non structurelles pour l'industrie automobile, telles que les revêtements de roues de voiture, pare-chocs de voiture, tapisseries, panneaux de portes, etc. et possèdent également de très bonnes propriétés d'isolation acoustique et thermique [3]. Divers types de fils de fibres naturelles sont disponibles sur le marché, comme le coton, le jute, le lin, le sisal, le kenaf, l'ananas, la ramie, le bambou et la banane. Elles sont une riche source de fibres Lignocellulosiques et sont le plus souvent appliquées comme renforts pour les composites polymères [3]. Même si les fibres naturelles présentent plusieurs avantages, les fibres Lignocellulosiques sont hydrophiles et absorbent l'humidité, ce qui limite leur utilisation dans les applications techniques. Kabîr et al. [4] ont signalé qu'il y a une grande quantité de liaisons hydrogène (groupes hydroxyles -OH) présentes entre les macromolécules de la paroi cellulaire de la fibre végétale et qu'elles se multiplient lorsque l'humidité de l'atmosphère entre en contact avec la fibre, en raison de la rupture de la liaison et de la formation de nouveaux groupes hydroxyles avec les molécules d'eau.

Cette incompatibilité des fibres avec la matrice polymère conduit à une faible résistance de liaison interraciale de la matrice de fibres et à un mauvais mouillage des fibres par la résine de matrice, ce qui entraîne généralement de mauvaises propriétés mécaniques des composites.

Plusieurs études ont déjà tenté de modifier les propriétés de surface des fibres de cellulose afin d'améliorer leur adhésion avec une matrice polymérique. Des méthodes variées comme les traitements corona, plasma, alcalin, thermique, la greffe par copolymérisation, le traitement avec des silanes ou encore avec d'autres produits chimiques ont permis d'améliorer la compatibilité des fibres avec la matrice. Cependant, certaines de ces méthodes posent les inconvénients d'utiliser des équipements et/ou des produits chimiques onéreux [6].

II. 2. COHESION DES COMPOSITES ET ADHESION INTERFACIALE :

La notion d'adhésion ne peut être dissociée de la nature des surfaces impliquées. D'une manière générale, une mauvaise adhésion provient des propriétés antagonistes de la surface des composés associés.

L'adhésion est un phénomène complexe qui consiste en la formation d'un contact inter facial au niveau moléculaire entre les différents composés. Les molécules se déplacent ensuite pour atteindre l'équilibre d'adsorption en formant des liaisons physiques, plus ou moins fortes selon leur nature et/ou réagissent chimiquement pour former des liaisons covalentes. L'adhésion est donc affectée par des phénomènes de mouillabilité, de diffusion, d'adsorption, de réactivité chimique et elle peut aussi être d'origine mécanique.

En effet, la surface conditionne fortement les possibilités de liens chimiques ou mécaniques à l'interface entre des matériaux. L'interface peut prendre différentes formes et conduire au concept d'interphase, l'interphase étant une zone plus ou moins large entre les deux adhérents, dans laquelle il existe un gradient de concentration de propriétés des deux composants. [5].

II.3. Le rôle de prétraitements et des traitements chimiques :

La cellulose et l'hémicellulose sont composées de groupements osidiques; à la surface des fibres des groupements hydroxyles les rendent hydrophiles. Avec des fibres végétales brutes on trouve des substances peu compatibles pour la réalisation de matériaux composites performants tels que des restes de rouissage. Les fibres se présentent sous forme de faisceaux, associés les uns aux autres par la lignine. Un prétraitement chimique pour nettoyer et séparer les fibres est nécessaire. Le rôle des traitements chimiques est de modifier la surface des fibres, amélioration du mouillage des fibres par la matrice et de la liaison inter faciale [7].

Les résultats des études de **Torres et Cu billas** [8] ont montré que le prétraitement de la fibre de sisal par l'acide stéarique augmente la déformation à la rupture du composite polyéthylène PEBD /fibres de sisal de 23% par rapport au composite à fibres de sisal non traitées et la contrainte à la rupture est plus grande dans le cas de composite à fibres traitées.

II.4 Modification de la surface des fibres :

L'interface fibre-matrice est la zone de diffusion ou de réaction, dans laquelle les phases fibre et matrice sont combinées chimiquement et/ou mécaniquement. L'adhérence interfaciale entre la fibre et la matrice joue un rôle prépondérant dans la caractérisation des propriétés mécaniques des composites. S'il y a une mauvaise adhérence à la limite de la phase, la dispersion de la force est relativement faible, ce qui entraîne de mauvaises propriétés mécaniques du composite [9].

Les méthodes de modification sont différemment efficaces en ce qui concerne l'adhésion entre la matrice et les fibres. Les fibres de renfort peuvent être modifiées par des méthodes physiques ou chimiques. Les méthodes physiques, telles que le traitement thermique, le laser, les rayons gamma, les UV, plasma... modifient les propriétés structurales et de surface de la fibre et influencent ainsi les liaisons avec les polymères. Les modifications chimiques comprennent des traitements avec de la soude, du silane (alcoxyde de silicium fonctionnalisé), de l'acide acétique, ou encore à base de d'isocyanate, ect.. La méthode de couplage chimique est l'une des méthodes chimiques importantes, qui permet l'amélioration de l'adhérence interfaciale. Dans la littérature, les méthodes les plus fréquemment utilisées sont le traitement à la soude en premier lieu souvent suivi par une silanisation ou une acétylation ou encore l'addition d'un comptabilisant.[10].

II.4.1 .Traitements physiques :

Ces derniers peuvent être subdivisés en trois sous-catégories:

- Les méthodes qui ne changent pas la composition chimique des fibres comme l'étirage, le calandrage, le traitement thermique.

- Les méthodes qui modifient l'énergie de surface des fibres comme les traitements corona et les traitements par plasma froid.

L'utilisation d'adjuvants est une des méthodes les plus utilisées pour modifier la tension de surface de la cellulose et ainsi améliorer la compatibilité avec des polymères. L'intérêt principal de l'utilisation d'un tensioactif est de favoriser la dispersion des fibres dans les polymères. L'ajout d'agents de dispersion comme l'acide stéarique, la paraffine ou l'huile d'origine minérale assure une distribution plus homogène des fibres végétales dans le polypropylène. La quantité nécessaire de surfactant doit être définie de façon précise

pour optimiser au mieux les propriétés mécaniques. D'une manière générale, il est possible d'améliorer la résistance aux chocs et l'élongation à la rupture grâce à des quantités d'additifs de l'ordre de 10%. En revanche, le module d'élasticité baisse dans de nombreux cas et la résistance à la rupture est généralement fortement diminuée par la présence d'un additif

.-Une autre voie consiste à imprégner les fibres de cellulose avec des polymères compatibles avec la matrice. Des solutions ou dispersions de polymères de faibles viscosités sont alors utilisées. A titre d'exemple, l'imprégnation de fibres de cellulose par des dispersions de polychlorure de vinyle plastifié avec du ben zylphtalate permet une excellente distribution dans une matrice polystyrène [11].

II.4. 1.1 Traitement plasma :

Le traitement plasma est une autre méthode de traitement physique et est similaire au traitement corona. La propriété du plasma est exploitée par la méthode pour induire des changements à la surface d'un matériau. Selon le type et la nature des gaz utilisés, il est possible de réaliser diverses modifications de surface. Des radicaux libres réactifs et des groupes peuvent être produits, l'énergie de surface peut être augmentée ou diminuée et la réticulation superficielle peut être introduite.

Les composites de polyester renforcés de fibres de lin, qui ont été soumis à un traitement à l'hélium plasma froid, ont été étudiés au moyen de mesures de perméation d'eau et d'essais mécaniques [12]. L'analyse de la perméation et les résultats mécaniques ont montré que le traitement plasma améliore l'adhérence de la fibre/matrice et améliore la rigidité de la propriété mécanique.

Les collisions électron/atome ne sont pas les seules à avoir lieu dans un plasma, il existe aussi des collisions de type particule chargée/particule chargée et particule neutre/particule neutre. Outre la présence d'ions et d'électrons libres, les plasmas sont aussi composés d'atomes à l'état initial, d'atomes à l'état métastable, de radicaux mais aussi d'énergie sous la forme de radiations (UV invisible et visible le plus souvent, de lumière mais aussi de chaleur) (Figure II.1). Dans leur globalité, les plasmas sont quasi-neutre électriquement parlant.

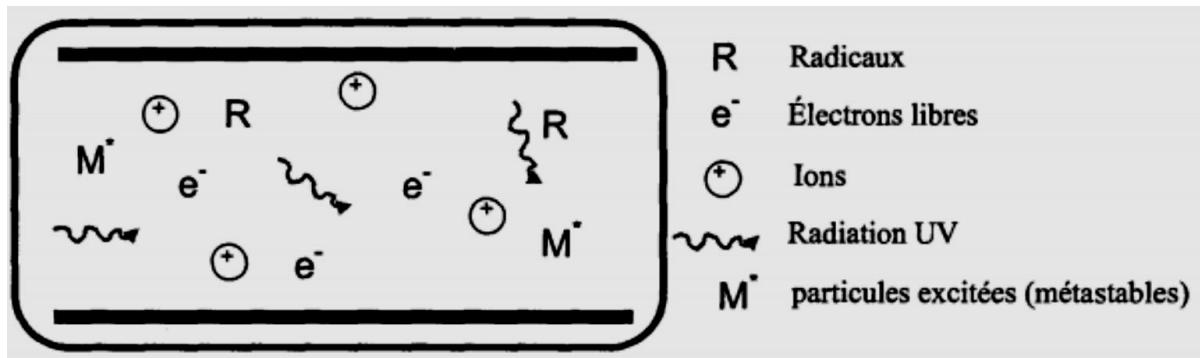


Figure II.1–Constituants d'un plasma [13].

Malgré la forte énergie nécessaire à sa création, le plasma n'est pas uniquement présent à l'état naturel dans l'espace interstellaire et les étoiles mais il est aussi présent sur Terre. On le retrouve sous la forme du feu, des éclairs ou encore des aurores boréales. Le feu pourrait donc être considéré comme le premier plasma créé artificiellement par l'homme. Les plasmas peuvent être classés en trois grandes familles selon leur température et leur densité de charges (Figure II.2) :

- Les plasmas chauds
- Les plasmas thermiques
- Les plasmas froids

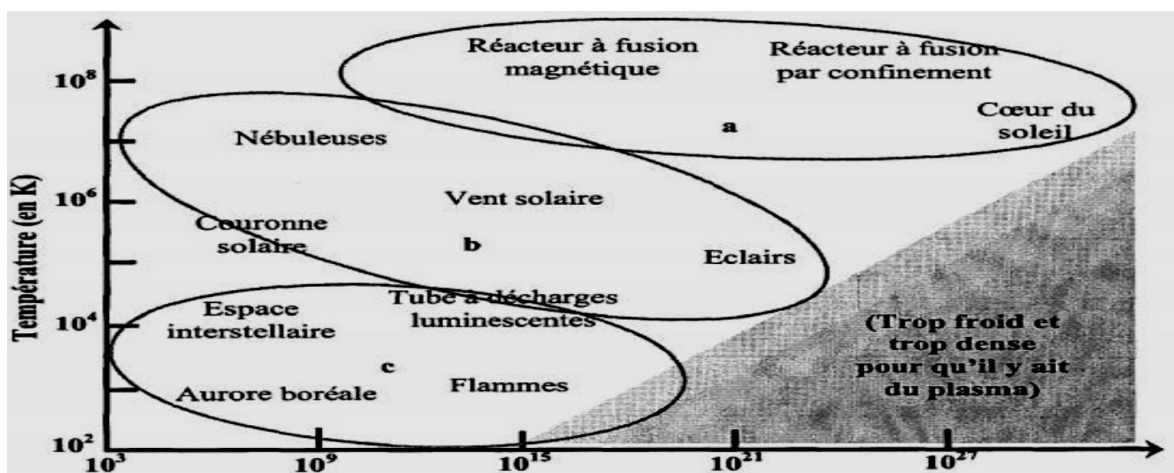


Figure II.2–Diagramme de classification des plasmas

a) les plasmas chauds, b) les plasmas thermiques c) les plasmas froids [14]

- ✚ Au sein du plasma, il n'y a pas toujours un équilibre thermodynamique entre les espèces mais un état stationnaire dans lequel chaque espèce de particules a une énergie caractérisée par une température T . Celle-ci est définie par l'énergie cinétique moyenne [14].

II.4.1.2 Traitement Corona :

Cette technique est également un traitement de surface. La décharge corona produit de nombreux sites actifs sur les longues chaînes polymériques qui pourraient réagir avec l'oxygène pour créer des défauts de surface. Autrement dit, une augmentation de la rugosité de la surface du matériau peut être provoquée par la formation de micro-trous et de cavités [15]. Ce traitement peut augmenter l'adhésion des fibres naturelles avec la matrice.

Dans les cas des fibres de cellulose, le traitement corona entraîne une augmentation de l'énergie de surface, de l'acidité et de la basicité ainsi que le rapport de quantité d'oxygène et de carbone (O/C) (Dong et al. 1992). Pour des niveaux de puissance de plus en plus élevés Belgacem et al. (1994) ont observé des améliorations des propriétés mécaniques des composites cellulose/polypropylène. Des résultats similaires ont pu être observés dans un travail récent par Ragoubi et al., (2010) en traitant des fibres de chanvre en vue de les incorporer dans une matrice polypropylène [15].

II.4.1.3 Traitement UV :

Gassan et Gutowski [16] ont également utilisé un traitement par rayonnements ultraviolets (UV) comme traitement physique de surface pour améliorer les propriétés mécaniques des composites fibres de jute/époxy (30/70). Les fibres de jute ont été irradiées par des rayons UV de longueur d'onde 254 nm. Le traitement UV des fibres de jute a augmenté la polarité de leur surface en augmentant la teneur en groupes carboxyles de surface. Ceci est dû à l'oxydation de la surface des fibres de jute sous rayons UV et en présence d'oxygène. Ainsi, la mouillabilité des fibres et la résistance à la flexion du composite ont été améliorées. Après un traitement de 10 minutes à une distance de 150 mm de la lampe UV, la résistance à la flexion du composite a augmenté de 30 %.

De plus, le traitement montre une bonne résistance au lavage, et maintient l'activité antibactérienne même après 30 cycles de lavage. Torres-Giner et al. [17] ont étudié l'effet du rayonnement UV sur l'adhérence interfaciale des composites farine de bois / plastisol de vinyle. Le plastisol de vinyle est le polychlorure de vinyle plastifié par de l'huile de lin

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

II.4.2 traitements chimiques :

Les fibres de cellulose, qui sont fortement polarisées, sont intrinsèquement incompatibles avec les polymères hydrophobes en raison de leur nature hydrophile. Dans de nombreux cas, il est possible d'induire une compatibilité dans deux matériaux incompatibles en introduisant un troisième matériau ayant des propriétés intermédiaires entre celles des deux autres. Il existe plusieurs mécanismes de couplage dans les matériaux (p. ex., couches de séparation faibles, couches déformables, couches retenues, mouillabilité, liaison chimique et effet acide-base).

Le développement d'une théorie définie pour le mécanisme de collage utilisant des agents de couplage dans les composites est un problème complexe. La principale théorie du collage chimique ne suffit pas à elle seule. Il semble donc nécessaire de tenir compte d'autres concepts. Il s'agit notamment de la morphologie de l'interphase, des réactions acide-base dans l'interface, de l'énergie de surface et des phénomènes de mouillage. Des modifications chimiques de fibres naturelles visant à améliorer l'adhérence à l'intérieur de la matrice polymère à l'aide de différents produits chimiques ont été étudiées. . [18]

II.4.2.1 .Traitement alcalin :

Le traitement des fibres naturelles par l'hydroxyde de sodium (NaOH) est largement utilisé pour modifier la structure moléculaire cellulosique. Il modifie l'orientation des zones cristallines de la cellulose (Cellulose I → Cellulose II) [19],[20] et forme plus de régions amorphes (Figure II.3).

Ceci augmente l'accessibilité des produits chimiques. Dans la région amorphe, les chaînes de cellulose sont séparées et des molécules d'eau s'insèrent entre ces chaînes. Le traitement alcalin diminue le taux des groupements $-OH$ de la cellulose et forme des groupements $-O^- Na^+$ entre les chaînes moléculaires de la cellulose [21]. Ainsi, la sensibilité

à l'humidité des fibres diminue. Ce traitement enlève également une partie des hémicelluloses, de la lignine, de la pectine, de la cire et des huiles [22],[23].

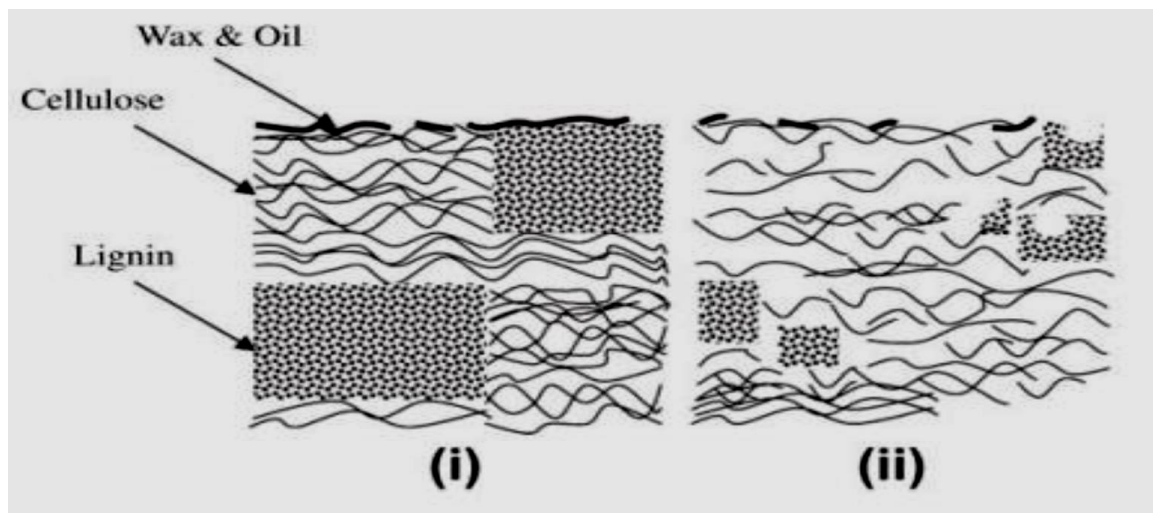


Figure II.3. – Structure typique de la fibre lignocellulosique (i) non traitée et (ii) et après traitement alcalin [19].

II.4.2.2. Traitement à la soude :

Le traitement à la soude 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 (proposée par la norme ASTM D1965) 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 mécaniques [24, 25]. 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 [24, 26]. En plus, après le traitement à la soude, beaucoup dégroupes $-OH$ sont présents sur la surface des fibres (figure II.4) et on peut donc traiter les fibres facilement avec d'autres constituants chimiques comme les silanes, l'acide acétique... L'effet de la soude sur la fibre de cellulose est une réaction de gonflement, au cours de laquelle la structure cristalline naturelle de la cellulose relaxe. 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.

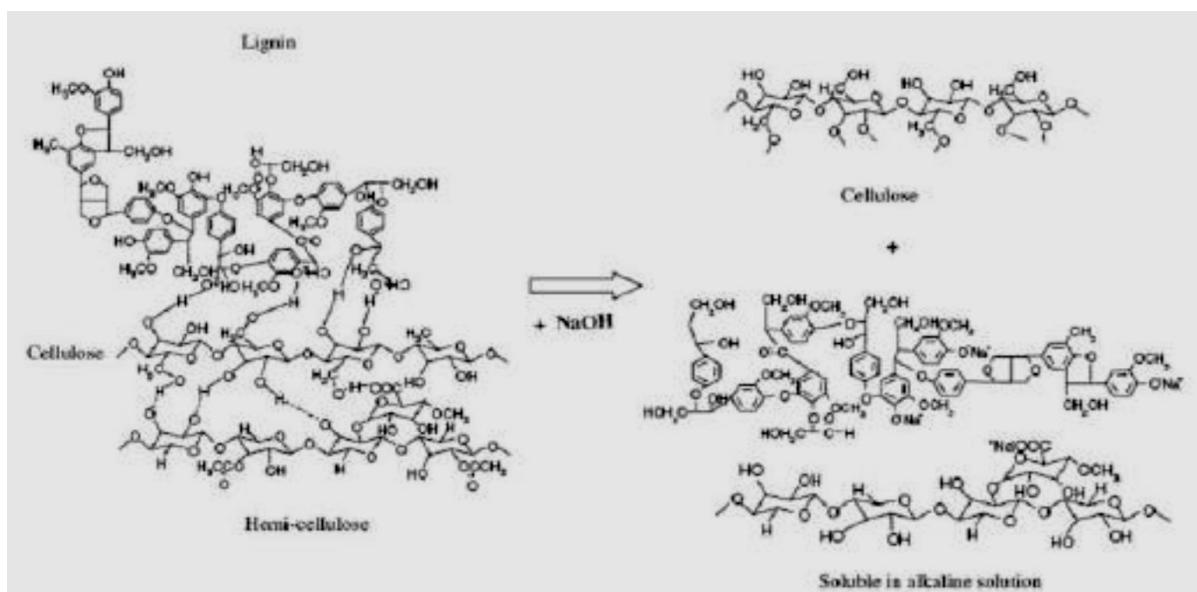


Figure II.4. : Réaction de traitement par la soude.

II.4.2.3. Traitement par acétylation :

Le traitement par acétylation a été adopté par Haseena et ses collaborateurs [27], sur les fibres de coco et de sisal. La présence du groupement acétyle rend les hydrogènes du carbone C6 plus réactifs. Par conséquent des liens chimiques peuvent être engendrés avec les sites actifs du caoutchouc naturel (NR) améliorant l'adhésion (Figure II.5).

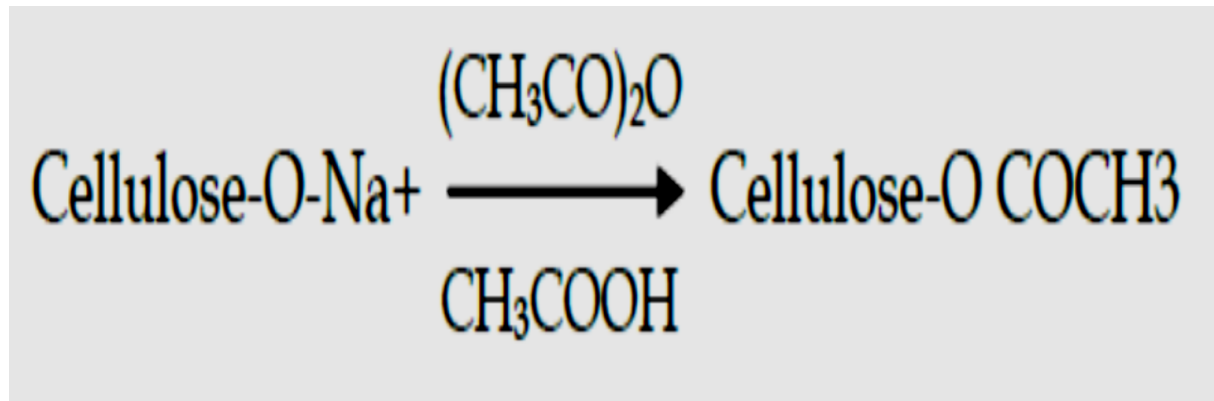


Figure II.5. Acétylation des fibres cellulosiques [27].

L'acétylation est une méthode plutôt attrayante pour modifier la surface des fibres naturelles et la rendre plus hydrophobe. Elle a été utilisée pour réduire le gonflement du bois dans l'eau et a été étudiée plus que toute autre réaction chimique des matériaux lignocellulosiques. Le principe de la méthode est de faire réagir les groupes hydroxyles (-OH) de la fibre avec les groupements acétyls (CH₃CO-), et donc de rendre ainsi la surface de la fibre plus hydrophobe. Les groupes hydroxyles qui réagissent sont ceux des constituants mineurs de la fibre, c'est-à-dire la lignine et les hémicelluloses, et ceux de la cellulose amorphe[28].

II.4.2.4 . Traitement par les silanes :

Un alcoxyde de silicium fonctionnalisé appelé à défaut silane, représenté par R'-Si(OR)₃, est l'un des meilleurs agents de couplage, utilisés dans le composite polymère fibres. 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 alcoxydes 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. La réaction chimique est décrite (figureII.6).

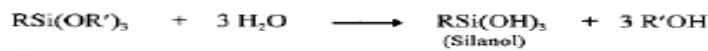
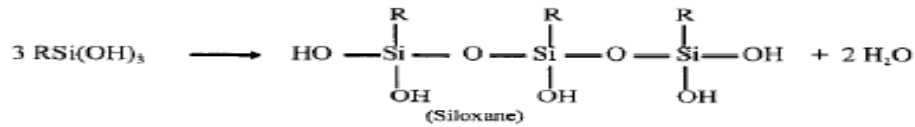
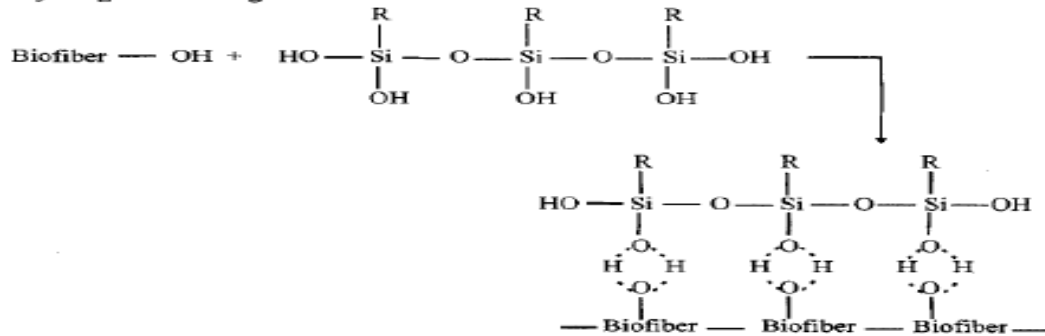
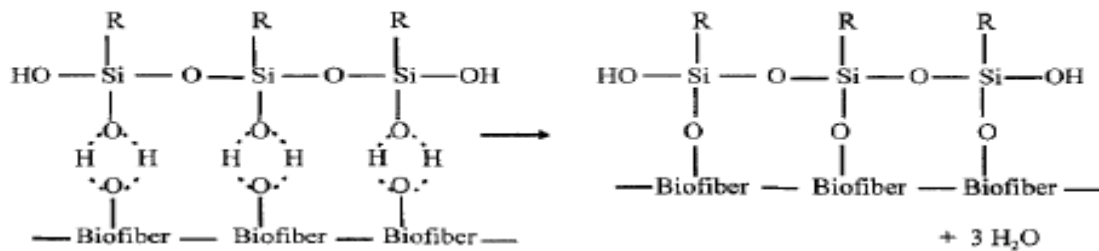
Hydrolysis**Condensation****Hydrogen Bonding****Surface Grafting**

Figure. II.6.: Réactions chimiques du traitement par un alcoxyde de silicium fonctionnalisé

Des solutions de silane dans un mélange d'eau et d'éthanol à une concentration de 0,033% ont été utilisées par Valadez et al. [29] pour traiter les fibres. Ils ont constaté que l'effet du traitement par le silane conduisait à une résistance en traction plus élevée que le traitement alcalin. Il a également été vérifié que l'interaction entre la fibre et la matrice PEHD (polyéthylène haute densité) est beaucoup plus forte lorsque la topographie de surface de la fibre est combinée avec une modification chimique de la surface de la fibre par un agent de couplage de type silane. D'autres études, comme Demir et al. [30] et Wu et al. [31] mettent également en évidence que le silane augmente la compatibilité entre les fibres végétales et la matrice.

II.4.2.5. Le permanganate :

Le traitement par permanganate est indiqué comme l'un des meilleures méthodes pour améliorer la liaison à l'interface fibre - polymère. Le principe est basé sur l'immersion des fibres dans une solution de KMnO_4 à différentes concentrations dans l'acétone pour un temps de traitement de 1 à 3 min, après prétraitement alcalin. Une réduction du caractère hydrophilique des fibres et du taux d'absorption d'eau des composite à fibres traitées avec l'augmentation de la concentration du KMnO_4 [32]. En vue d'améliorer l'adhésion des fibres de sisal et de coco dans le caoutchouc naturel (NR), **Haseena** et ses collaborateurs [27] ont traité ces fibres par une solution de KMnO_4 (1%) dans l'acétone pendant deux minutes suivies par un séchage à l'air ambiant. Le principe de ce traitement est la création de sites radicalaires dans la cellulose des fibres ce qui augmente sa réactivité avec les matrices polymères (Figure II.7).

Sreekumar et ses collaborateurs [33] ont étudié l'effet de traitement de surface des fibres de sisal par KMnO_4 sur les propriétés mécaniques telles que la traction, la flexion et la résistance au choc, des composites polyester /sisal. Les résultats ont montré que les composites renforcés par des fibres traitées ont montré une amélioration de la résistance à la flexion de 25%.

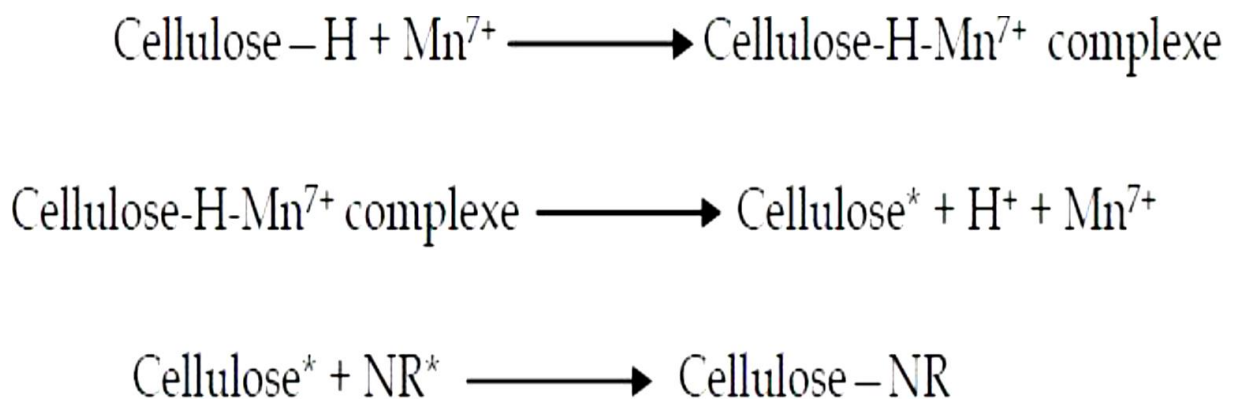


Figure. II.7. Schéma .Activation du greffage Polymère (NR)/cellulose par le permanganate

II.5. CONCLUSIONS :

Les fibres naturelles suscitent de plus en plus d'intérêt pour le renforcement des polymères composites en raison de leurs propriétés mécaniques potentielles, de leurs avantages sur le plan de la transformation et de leurs avantages environnementaux et économiques. La performance du composite renforcé de fibres naturelles peut être affectée par de nombreux facteurs.

Le traitement de surface est essentiel pour réduire l'hydrophilie des fibres naturelles, donc augmenter leur adhérence avec la matrice hydrophobe. Les traitements chimiques de surface comprennent l'alcalisation, la silane, l'acétylation, la belozoylation et le traitement au peroxyde. Ces traitements modifient les constituants structuraux et la morphologie de la surface de la fibre naturelle. Ces traitements de surface ont permis d'améliorer considérablement les propriétés mécaniques et la stabilité thermique. Par conséquent, l'introduction de fibres naturelles à partir de ressources renouvelables pour les composites structurels peut offrir des propriétés acceptables et apporter des avantages à l'environnement en remplaçant les fibres synthétiques selon les applications. Les Traitements physiques permettent d'améliorer certaines propriétés des fibres, ces méthodes sont utilisées surtout pour purifier les fibres lignocellulosiques,

References bibliographies:

- [1] J. ORG. MUSSIG in John Wiley and Sons, Ltd., Publication (2010) 411- 421. [http://Onlinelibrary Wiley.Com/Doi/Book/10.1002/9780470660324](http://Onlinelibrary.Wiley.Com/Doi/Book/10.1002/9780470660324).
- [2] **T. Subash, S.Nadaraja Pillai:** Journal of Chemical and Pharmaceutical Sciences 7 (2015) 305-307.
- [3] **Hroudova, J. Zach:** International Journal of Civil And Environmental Engineering 8(11)(2014) 1152-1155.
- [4] Kabir, M.M., Wang, H., Aravinthan, T., Cardona, F., & Lau, K.-T. A Review Eddie proceedings en energies Environment and Sustainability. (2011) 94-99.
- [6] A.K. Mohanty, M.A. Khan et G. Hinrichsen. «Surface modification of jute and its influence on performance of biodegradable jute-fabric/Biopol composites. ». Composites sciencesandtechnologies Vol. 60, 2000 pp. 1115.1124.
- [7] M.A. Sawpan, K.L. Piquekeringet A. Fernyhough. «Effect of various chemical treatments the fiber structure and tensile properties of industrial hemp fibers», Composites Part A: **Applied Science and Manufacturing.**, Vol. 42, 2011, pp 888–955.
- [8] D.R. Mulinari et al. «**Sugarcane bagasse cellulose/HDPE composites obtained by extrusion.** ». **Composites Science and Technologie.**, Vol. 69, 2009, pp.214-9.
- [9] Wang, B., Panigrahi, S., Tabil, L., & Crerar, W. (2007). Pretreatment of flax fibers for use in rotationally molded biocomposites. Reinforced Plastics and Composites, 26(5), 447-463
- [10] **ABOUD Narimane, ALLAOUA Wahiba,** «Etude des Bio composites base de bio polymère Fibre végétales : Fibre de disse » Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de en génie des polymères, 2020.
- [11] **S. Berlioz.** « Etude de l'estérification de la cellulose par une synthèse sans solvant Application au matériaux nano composites Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier-Grenoble1, France 2007. [12] **Muhammad Arsyad,** “effect of alkali treatment on the coconut fiber surface”, ARPN journal of Engineering and Applied Sciences VOL. 12, NO. 6, MARCH 2017
- [13] T. Meziani, Definition of plasma, PlasmaTech Symposium, Stresa, Italie (18-19 mai 2005).
- [14] S. Yesodharann, « Supercritical water oxidation: An environmentally safe method for the disposal of organic wastes », Current Science, 82, (9), 2002, pp.1112- 1122.

- [15] M. Ragoubi, D. Bienaimé, S. Molina, B. George, and A. Merlin, impact of corona treated hemp fibers onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof,” *Industrial crops and products* vol,31 no 2 pp 344-349 , Mar 2010.
- [16] J. Gassan, “Effects of corona discharge and UV treatment on the properties of jute fiber epoxy composites “ *composites sciences and technologies* Vol60, no 15 pp. 2857–2863, Nov. 2000.
- [17] S. Torres-Giner, N. Montanes, O. Fenollar, D. García-Sanoguera, and R. Balart, « Developpementoptimisation of renewablevinylplastisol/woodflour composites exposed to ultraviolet radiation “*Materials and Design*, vol. 108, pp. 648–658, 2016.
- [18] **KouidriDjamila, Madani Meryem**, “ l’étude de l’effet alcalin sur les propriété des fibres naturelles “ *Mémoire en vue de l’obtention dudiplôme de Master Génie des matériaux*,2020.
- [19] L. Y. Mwaikambo and M. P. Ansell, “Chemical modification of hemp, sisal, jute and kapok fibers by alkalization “ *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 84, no. 12, pp 2222–2234, 2002.
- [20] M. M. Kabir, H. Wang, K. T. Lau, and F. Cardona, “Chemicaltreatments on plant-based natural fiber reinforcedpolymer composites: An overview,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 43, no. 7, pp. 2883–2892, Oct. 2012.
- [21]M. J. John and R. D. Anandjiwala, “Recentdevelopments in chemical modification and characterizatio ofnaturalfiber-reinforced composites,” *Polymer Composites*, vol. 29, no. 2, pp. 187–207, Feb. 2008.
- [22] L. Y. Mwaikambo, N. Tucker, and A. J. Clark, “Mechanicalproperties of hemp-fibrereinforced Euphorbia composites,” *MacromolecularMaterials and Engineering*, vol. 292, no. 9, pp. 993–1000, 2007.
- [23]D. Ray, B. K. Sarkar, A. K. Rana, and N. R. Bose, “Effect of alkali treated jute fibers on compositeproperties,” *Bulletin of Materials Science*, vol. 24, no. 2, p. 129, 2001.
- [24]A.Bourmaud , D. Shahb, J Beaugrandc, H N. Dhakal, Property changes in plant fibresduring the processing of bio-based composites *IndustrialCrops&Products* 154. 112705,2020
- [25] L. MK, Saini GK, Kannan M, Singh I. Effect of fiber type on thermal and mechanicalbehavior of epoxybased composites. *FibersPolym*; 18(4):806–10, 2017.
- [26] R. belahsen , S. Boufi, F Vilasca, Biocompositesbased on Alfa fibers and starch-basedbiopolymer *Polymers for Advanced Technologies* 20(12):1068 - 1075, 2008.
- [27]**A. P. Haseena, G. Unnikrishnanet G. Kalaprasad**. « Dielectricproperties of short sisal/coir hybrid fibrereinforcednaturalrubbercomposites». *Composites Interfaces*.Vol.14, 2007, pp 763-786.

[28]Vi Vi Do Thi, « Matériaux composites à fibres naturelles / polymère biodégradables ou non. » Thèse de doctorat, Université de Grenoble; Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh ville, 2011.Français.

[29]Fabiola Vilaseca, Alex Valadez-Gonzalez, Pedro J. Herrera-Franco, M. ÀngelsPèlach, Joan Pere Lopez,PereMutjé; Biocompositesfrom abaca strands and.

[30]P. Mutje, M. E. Vallejos, J. Girones, F. Vilaseca, A. Lopez, J. P. Lopez, J. A. Mendez; Effect ofMaleatedPolypropylene as coupling agent for Polypropylene composites reinforcedwithHempstrands; Journal of AppliedPolymer Science, Vol. 102, 833-840, 2006.

[31]J. A. Mendez, F. Vilaseca, M. A. Pèlach, J. P. Lopez, L. Barbera, X. Turon, J.Gironés,, P. Mutje; Evaluation of the reinforcingeffect of groundwoodpulp in the preparationof Polypropylene-basedcomposites coupledwithMaleic Anhydride GraftedPolypropylene; Journal of AppliedPolymer Science, Vol. 105, 3588-3596, 2007.

[32].M.S. Sreekala. « **Oil palm fiberreinforcedPhenolFormaldehyde Composites: Influence of Fibresurfacemodifications on the Mechanical Performance** ». Applied CompositeMaterials., Vol.7, 2000, pp.295-329.

[33].P.A Sreekumar« **Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorptioncharacteristics of sisal/polyester composites fabricated by resintransfermolding**».Composites :Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol.40, 2009, pp.1777-1784.



Chapitre III :

Etude expérimentale

III.1.Introduction :

Ce chapitre présente l'ensemble des techniques et méthodes expérimentales de mise en œuvre pour l'extraction biologique (pour rouissage de sel+l'eau) et les différents traitements des fibres d'une nouvelle plante locale appelée l'Eucalyptus. La densité apparente de la fibre de l'Eucalyptus est déterminée par la méthode du extraction des pycnomètre.. On a aussi, déterminé les caractéristiques mécaniques de la fibre en utilisant l'essai de traction par le bais d'une machine. L'effet de la thermogravimétrie sur la poudre de l'Eucalyptusa également fait objet de notre recherche.

III.2. Matériaux utilisés :

III.2.1.Les fibres de l'eucalyptus

Dans notre expérience, nous avons utilisé les fibres de l'Eucalyptus comme élément de caractérisation afin de les utiliser comme élément de renforcement des matières plastiques. Pour cela des caractérisations physiques, chimiques et mécaniques sont établies sur les fibres de l'Eucalyptus.

III.2.2. Produits chimiques utilisés :

-L'hydroxyde de sodium (NAOH) :

Produit chimique fourni par Biochem-Chemopharma

Formule chimique : NAOH

Masse molaire : $M = 20.\text{g/mol}$ Pureté99%.

-L'anhydride acétique :

Produit chimique fourni par Biochem-Chemopharma

Formule chimique :C4H6O3

Masse molaire : $M = 20 \text{ g/mol}$

Densité (à 20°C) : 1.0480 à1.051.

-Permanganate de potassium

Masse molaire : 15 g/mol

Formule : KMnO_4

Nom IUPAC : Potassium manganate(VII)

Densité : 2,7 g/cm³

Etat et couleur: cristaux violet foncé

Point de fusion : 240 °C.

-Méthanol :

Produit chimique fourni par Biochem-Chemopharma

Formule chimique: CH_3OH

Masse molaire : $M = 32.04$ g/mol

Densité (à 20°C) : 0.8051 g/cm³

III.2.3. Description botanique de la plante d'eucalyptus :

Les eucalyptus sont des arbres forestiers qui sont de la famille des Myrtacées, genres *Eucalyptus* originaires d'Australie. Parmi les différentes espèces, un grand nombre est originaire de l'île de Tasmanie et de l'île principale d'Australie et seulement quelques espèces ont pour origine l'Indonésie (**Figure.III.1.**). Le genre *Eucalyptus* est donc presque totalement endémique de l'Australie [1]. La taille de cet arbre à feuilles persistantes peut varier de quelques centimètres à plus de 60 m (le plus haut dépasse les 99 m) ! Certains arbres sont à tronc unique, d'autres ont un tronc qui se divise au niveau du sol. Les tiges d'eucalyptus sont bleutées et recouvertes de glandes à huile. Elles ont pour particularité de changer d'apparence, en fonction de l'âge de l'arbre, mais conservent toujours une orientation verticale. Les fleurs d'eucalyptus varient en fonction des espèces, mais présentent toutes de nombreuses étamines et sont, dans un premier temps, fermées par un opercule. Des fruits secs et bruns, en forme de cône, mûrissent sur les arbres. Dans le cas du gommier bleu, ils mesurent entre 1,5 et 2,5 cm de diamètre et laissent s'échapper de nombreuses graines par des valves. Les feuilles de la principale espèce utilisée en phytothérapie mesurent de 6 à 15 cm sur les jeunes arbres, 15 à 35 cm quand le gommier bleu est arrivé à maturité. Les fleurs, quant à elles, sont de couleur crème ; leur nectar est particulièrement apprécié des abeilles.

Même si en Australie nous rencontrons tous types d'eucalyptus, la majorité des espèces sont des espèces de climats tropicaux qui se plaisent à la chaleur. De ce fait, leur sensibilité au froid limite leur implantation et leur culture aux régions tropicales, subtropicales et parfois tempérées où les périodes de froid, de gel sont courtes et peu prononcées [2]. Nous les retrouvons donc en priorité dans les régions où le climat est chaud [3] comme par exemple en Amérique du

Sud, en Afrique et en Europe [4]. Les eucalyptus sont d'ailleurs très répandus sur les rivages méditerranéens [5] et notamment en Algérie où ils ont appris à s'acclimater [6].



Figure. III.1. Plante de l'Eucalyptus à l'état nature.

III.3. Procédure expérimentale :

Notre technique expérimentale est subdivisée en deux parties :

- Partie A : la récolte et l'extraction biologique des fibres de tiges de l'Eucalyptus.
- Partie B : le traitement des fibres de tiges de l'Eucalyptus et leurs caractérisations.

III.3.1. L'extraction biologique des fibres de tiges de l'eucalyptus :

Pour extraire les fibres de la plante, nous avons récolté les tiges de la plante d'eucalyptus dans la région de M'sila au cours du mois de mars. Nous avons utilisé une

extraction biologique par rouissage à (l'eau + sel) des tiges qui ont été dépourvues de leurs feuilles dans un bac pendant 40 jours. Les fibres obtenues sont nommées fibres de l'Eucalyptus (**Figure.III.2.**)



Figure III.2. Les fibres de L'Eucalyptus par rouissage (l'eau+ sel)

III.3.2. Séchage thermique :

Après l'opération d'extraction, les fibres de l'Eucalyptus sont placées dans une étuve de séchage à une température de 70°C durant 6 heures pour améliorer leur propriété mécanique

(**Figure. III.3.**).



FigureIII.3.Traitement thermique : l'étuvage des fibres d'eucalyptus.

III.3.3. La préparation de la solution NaOH et permanganate de potassium à (3%) :

Nous dissolvant l'hydroxyde de sodium dans l'eau distillée à l'aide d'un agitateur pour avoir une solution de NaOH avec une concentration de 3% (**Figure. III.4.**)

De la même manière on obtient la solution du permanganate de potassium à une concentration de 3%.

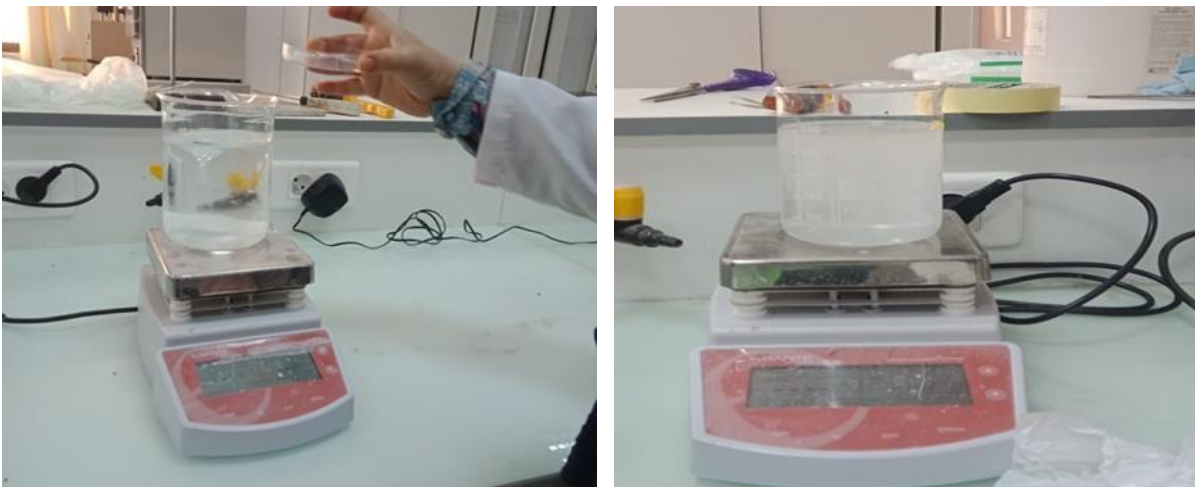


Figure.III.4. La préparation de la solution NaOH à 3%.

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

III.3.4. Les traitements chimiques des fibres de l'Eucalyptus :

En raison de la faible compatibilité entre les fibres lignocellulosiques et les matrices, il est essentiel de traiter la fibre et /ou matrice.

Le but principal des traitements de surfaces des fibres de cellulose est l'élimination de certaine quantité de lignine de cire et d'impuretés qui recouvrent la surface externe des fibres et entrainer une compatibilité avec la matrice polymère, qui améliore la qualité des composites

Nous avons choisi trois traitements chimiques :

III.3.4.1. Traitement alcalin par NaOH :

La (**Figure III.5.**) suivante représente les fibres de l'Eucalyptus pendant et après l'immersion par la solution de NaOH avec une concentration de 3% durant une période de trois heures (3h) à une température ambiante. Cette opération est suivie d'un rinçage des fibres à plusieurs reprises par de l'eau, puis lavées une seconde fois avec de l'eau distillée et 1% de H₂SO₄ durant 2 min pour neutralisées les traces de NaOH restantes sur la surface des fibres de

l'Eucalyptus. Pour s'assurer, on refait le rinçage et on mesure chaque fois le PH de la solution jusqu'à avoir un PH = 7.



Figure. III.5. Fibres de l'eucalyptus traité par 3% de NaOH.

Puis les fibres traitées ont été séchées durant 2h dans l'étuve à une température de 70°C pour éliminer et absorber l'humidité.

III.3.4.2. Traitement au permanganate de potassium (KMnO₄) :

Après avoir traitée les fibres avec du NaOH à une concentration de (3%), une partie de ces fibres ont été immergées dans une solution de permanganate de potassium à une concentration de (3%) pendant 3 minutes. Après ça nous les avons bien rincé et lavé avec de l'eau distillée et mis à l'étuve pendant une heure. (**Figure. III.6.**)



Figure. III.6. fibre de l'eucalyptus traité par 3% KMnO_4 .

III.3.4.3. Traitement par l'anhydride acétique ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_3$)

L'acétylation des fibres par l'anhydride acétique a été menée en masse et sous l'action catalytique de l'acide sulfurique. Le rapport réactif/catalyseur utilisé dans la présente étude a été proposé par Otaru et al. [7]. L'anhydride acétique a été mélangé manuellement avec l'acide sulfurique dans un béccher à large diamètre. Après avoir ajouté les fibres au milieu réactionnel, le béccher a été couvert par un film en aluminium pour minimiser l'hydrolyse de l'anhydride acétique sous l'effet de l'humidité environnante (**Figure. III.7**).

L'acétylation a été menée à température ambiante, sans agitation, pendant 3 h. A la fin de la réaction, les fibres ont subi une série de lavages avec de l'eau déminéralisée jusqu'à pH neutre après lavage, les fibres modifiées ont été séchées à température ambiante. Il est à noter que les fibres n'ont pas été séchées à l'étuve pour conserver leur résistance mécanique [8, 9].



Figure.III.7.Fibres traitées par l'anhydride

III.3.5. Broyage :

Après les traitements chimiques (traitement : à NaOH, à KMnO_4 et à $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_3$), les Fibres de l'Eucalyptus ont été laissées pour quelques jours afin de réduire leur taux d'humidité. Ensuite, ont été coupées en petits morceaux, étuvées à une température de 70°C pendant 24 heures, et à la fin ont subi un broyage en utilisant un broyeur (**Figure.III.8**) de la marque FRITSCH (PULVERISETTE 6 classic line) made in Allemagne.



Figure.III.8.Broyeur planétaire

La vitesse de rotation : 200 tour/min

Nombre de tour : 7

Temps de chaque tour : 10 min

III.4. Les méthodes de caractérisation :

III.4.1. Caractérisation physique :

III.4.1.1. Détermination de la densité :

Pour déterminer la densité, nous avons utilisé un pycnomètre de 50 ml et une balance analytique de 0,0001g de précision (**Figure.III.9**). Le Méthanol est utilisé comme solvant, sa densité est de $0,8051\text{g/cm}^3$.



Figure.III.9. Balance analytique (M du pycnomètre + M de Méthanol).

Méthode pycnométrique :

Pour mesurer la densité de différents échantillons de fibres de l'Eucalyptus traitées et non traitées, nous avons suivi le protocole de la méthode pycnométrique suivant :

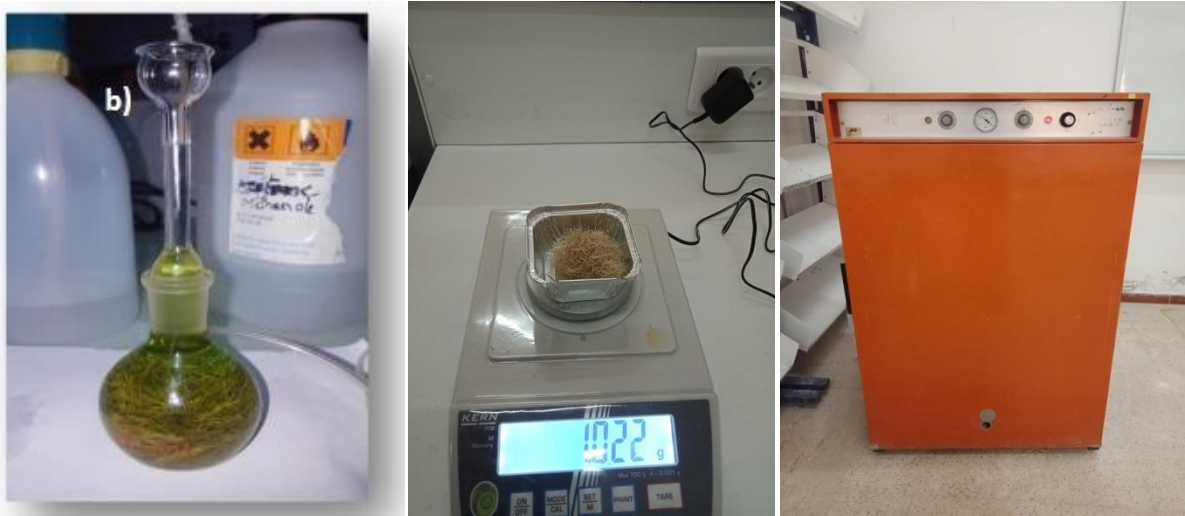
$$\rho_f = \frac{m_2}{m_2 - (m_3 - m_1)} \rho_{eth} \quad (1)$$

m_1 : La masse de (pycnomètre +Méthanol)

m_2 : La masse d'échantillons des fibres

m_3 : La masse de (pycnomètre + Méthanol + échantillons)

ρ_{eth} : La densité de Méthanol

ρ_{fi} : La densité des fibres**Figure.III.10.** Mesure de la densité

Trois pesés sont réalisées pour chaque échantillon et cela pour minimiser les erreurs possibles.

Tableau.III.1 : la densité des fibres de l'Eucalyptus ; sans et avec différents traitements

Les fibres de l'Eucalyptus	Densité (g.cm.3)
Sans traitement	1.3446
Naoh	1.4150
Anhydride Acétique	1.3942
Permanganates potassium	1.4924

III.4.1.2. Détermination de la section :

La section est calculée à partir de la masse de fibre qui a une longueur fixe qu'on a choisi (L= 150mm) et la densité. Et cela sera pour toutes les fibres des quatre échantillons.

Pour la pesé de masse de la fibre d'eucalyptus, nous avons mesuré 25 fibres pour chaque Type d'échantillons (non traitée et traitées).

III.4.2. Caractérisation mécanique :

Les essais de traction sur les différentes fibres de l'Eucalyptus étudiées sont menés sur une machine micro traction. Elle est équipée d'une cellule de charge de 2.5 KN. La vitesse de la traverse mobile est de 1 mm/min. Le pilotage et l'acquisition des données sont faits par le logiciel

Microsoft Excel. La **Figure (III.11.)** présente la fixation des éprouvettes avec une distance entre les mors et de 30mm.

Alors que l'essai de traction sur les éprouvettes decomposites a été fait à Magrebpip. La machine d'essai est équipée d'une cellule de force de 10900 N et elle est couplée au logiciel d'acquisition. La vitesse de traverse étant constante, fixée dans l'essai de traction à 0.5mm/mn avec une distance entre les mors de 30mm.

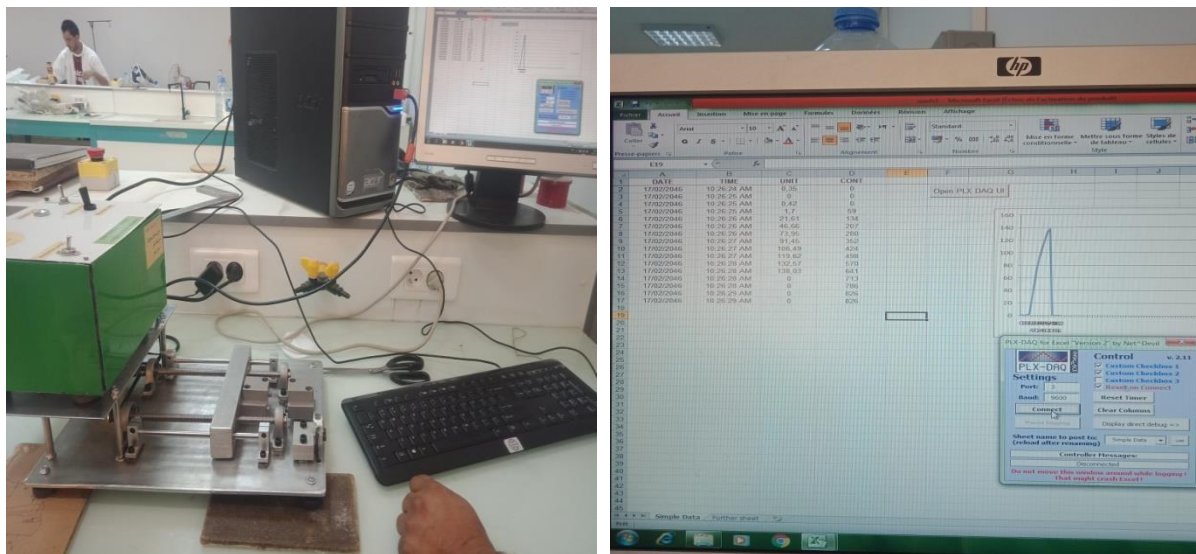


Figure.III.11. Machine de traction

III.4.2.1. La préparation des éprouvettes de traction :

On a constaté que les fibres glissent ou s'écrasent au niveau des mors de fixation. Pour remédier à ces problèmes nous avons confectionné des échantillons sur des feuilles en carton perforées (**Figure.III.12.**). Vu la dispersion des résultats, chaque nuance nécessite la préparation au moins 25 éprouvettes.

Les étapes de préparation sont :

- Préparation des feuilles de supports des fibres.
- Collage des fibres sur les feuilles de supports à l'aide de la colle.

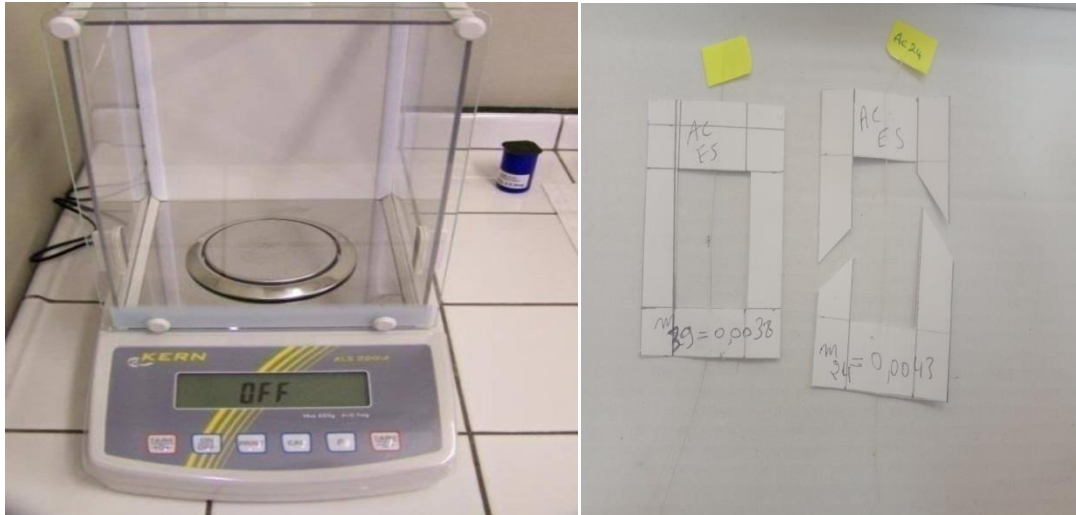


Figure.III.12 Préparation des fibres pour l'essai de traction

a) Balance analytique b) Echantillons préparés

III.4.2.2.L'élaboration des composites fibres d'eucalyptus/résines :

Avant d'élaborer les bio composites, on passe d'abord à la réalisation des moules avec les dimensions selon la norme ASTM désirée (de traction) avec une grande précision (**Figure. III.13.**). Ensuite la préparation et la sélection des renforts constitués par des fibres longues des tiges d'eucalyptus qu'on a déjà expliqué leurs méthode d'extraction et traitements aux (NaOH, KMnO₄ et C₄H₆O₃). Cette étape nécessite un soin particulier pour que les fibres longues soient alignées et adjacentes (**Figure.III.14.**). A la fin, c'est la réalisation de nos composites par la technique de moulage par contact de nos quatre types de fibres avec les trois différents types de résines thermodurcissables qui sont :

- **La résine polyester insaturé**, qui est une résine thermodurcissable. La résine, ayant un code commercial R596 834, sa densité est de 1.2 kg/cm³, transparente avec une réticulation rapide accompagnée d'une réaction exothermique obtenue **par la société Magreb Pipe de M'sila**. La réticulation de cette résine est assurée par l'ajout de 2% de durcisseur correspondant et l'agitation pendant 10 minutes (**Figure. III.13.**)

- **La résine Vinylester**, est le produit de la dissolution du vinylester dans un solvant copolymérisable, qui est souvent le styrène. Les résines vinylesters se rapprochent des résines polyesters par leur mode de polymérisation et leurs applications. Il a été livré par **Magreb Pipe de M'sila**.
- **La résine époxy**, qui est aussi une résine thermodurcissable livré par **la société Granitex d'Alger**. La résine, ayant un code commercial MEDAPOXY STR (**Figure.III.14.**), sa densité est de 1.1 kg/cm³, transparente avec une réticulation rapide. Elle se présente sous forme de kit pré dosé de deux composants :

Elément A : résine 1Kg,

Elément B: durcisseur 0.666 Kg.

Les composites obtenus seront testés et comparés entre eux par la suite par la machine de traction qui se trouve à Magreb Pipe (**Figure.III.15**)



Figure.III.13.Echantillon des moules de composites



Figure.III.14. L'alignement des fibres dans les moules

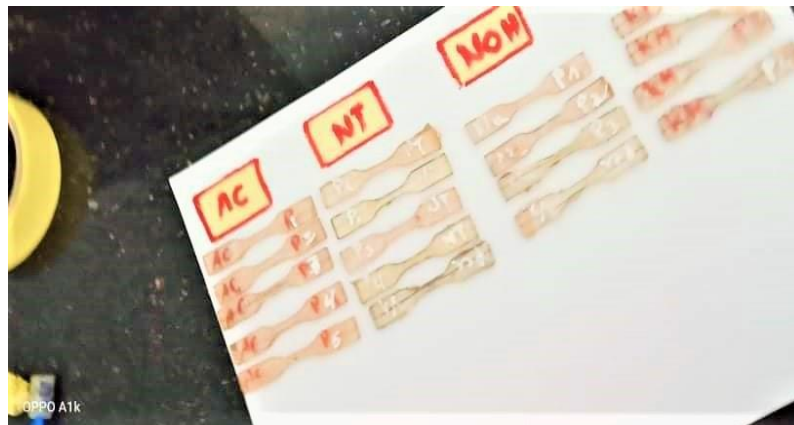


Figure.III.15. Les composites avec différentes résines et fibres traitées

III.4.2.3. Essai de traction sur les fibres et les composites :

Les essais de traction sont des expériences effectuées dont le but de déterminer l'allongement, la contrainte à la rupture et le module d'Young des matériaux.

Des essais de traction ont été menés dans le but de déterminer les caractéristiques mécaniques des fibres de l'Eucalyptus.

Paramètres étudiés :

a) Eprouvette de traction

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

□ Contrainte de rupture :

La contrainte de rupture est donnée par la relation (3) [10] :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (3)$$

Avec :

F : Force de traction [N]

S : Section rompue

(mm²)

σ : Contrainte de rupture (MPa)

□ Module d'Young :

Le module d'Young est le facteur de proportionnalité entre la contrainte σ et la déformations [10]:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (4)$$

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (5)$$

Avec :

E : Module d'Young (MPa).

L₀ : Distance entre mors (mm).

S_0 : Surface ou section (mm^2). ϵ : La

déformation de la longueur des éprouvettes.

ΔL : L'allongement des éprouvettes (mm).

III.4.3 Caractérisation chimique :

III.4.3.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Cette analyse a pour objectif, la caractérisation structurale de la fibre. Dans une analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR, d'après l'anglais « Fourier TransformInfraredSpectroscopy »), on obtient un spectre montrant des vibrations moléculaires pour modifier ou caractériser des matériaux organiques comme les polymères, les lubrifiants, les agents adhésifs et nettoyants. Un nombre limité de composés inorganiques peuvent aussi être évalués en recourant à l'analyse FTIR. Dans notre cas cette technique nous a permis de vérifier l'enlèvement ou non de la lignine, pectine et de l'hémicellulose, Il est intéressant d'examiner les spectres des fibres d'Eucalyptus brut et traitées car ils donnent une meilleure idée sur leur composition. De cette façon la présence de la lignine et de la pectine résiduelles, pourrait être confirmée [11]. Les résultats ainsi obtenus sont réunis et traduits sous forme de courbes et tableaux

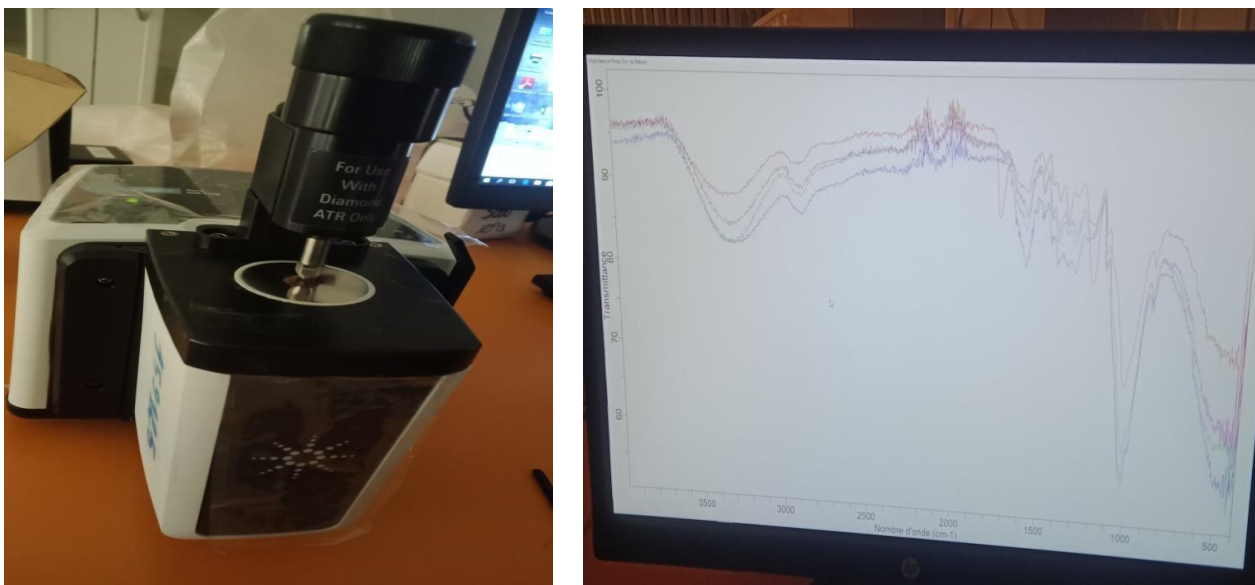


Figure.III.16. Appareil analytique ATR-FTIR.

La technique ATR-FTIR a été utilisée pour étudier la composition chimique des 4 types de fibres de l'eucalyptus. Les échantillons de poudre d'eucalyptus ont été préalablement préparés.

L'analyse chimique a été étudiée à l'aide de la technique de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier à réluctance totale atténuée (ATR –FTIR). Ce dernier est une moyenne puissante pour l'analyse qualitative.

La mesure ATR –FTIR a été obtenue à l'aide de l'instrument Perkin –Elmer à la température ambiante (**Figure.III.16.**). Cet instrument est piloté par un logiciel informatique (Perkin Elmer Spectrum) avec une résolution spectrale de 4 cm^{-1} et une plage de nombres d'ondes de 4000 à 400 cm^{-1} [12]. L'échantillon de poudre est placé sur le cristal ATR et poussé doucement avec une pince [13](**Figure.III.17.**). Les analyses FTIR ont été faites dans notre département de **Génie mécanique** Faculté de technologie **M'sila**.

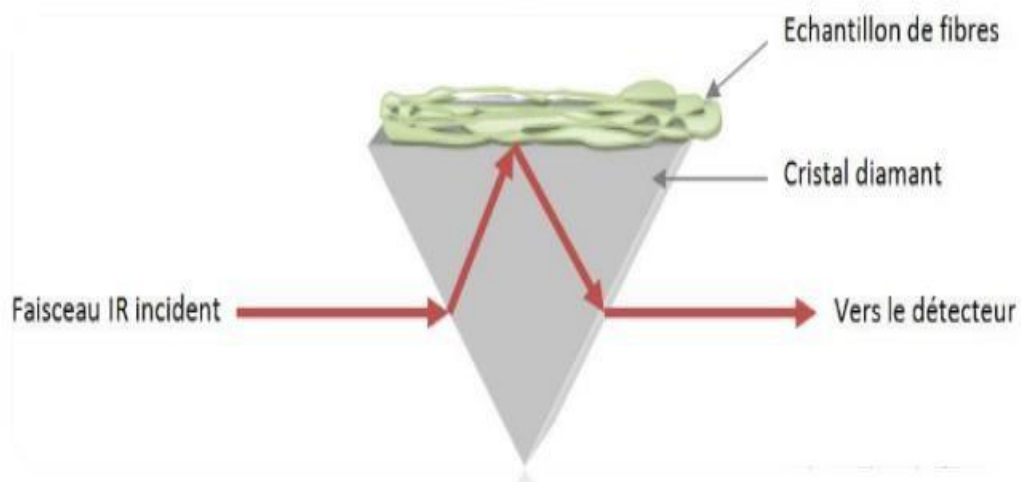


Figure.III.17. Schéma du principe de la spectrométrie FTIR-ATR sur des échantillons fibreux.

Références bibliographiques :

- [1]. Burnie G, Forrester S, Greig D, Guest S. Botanica : encyclopédie de botanique et d'horticulture, plus de 10 000 plantes du monde entier. HF Ullmann Editions. 2013. 1024 p.
- [2] Chevalier A. Larousse des plantes médicinales. Larousse. 2013. 336 p.
- [3] . Harding J. Bienfaits des herbes et des plantes - un guide pour la culture et l'utilisation des herbes aromatiques et des plantes médicinales. Parragon. 2005. 256 p.
- [4]. Botineau M. Guide des plantes médicinales. Belin. 2011. 240 p.
- [5]. Bertrand B. L'herbier boisé : histoires et légendes des arbres et arbustes. Plume de carotte. 2007. 195 p.
- [6]. Brosse J. Larousse des arbres et des arbustes. Larousse. Paris; 2000. 576 p.
- [7] Sciences Des Matériaux / TD : 2 séances / 2: Généralités sur les renforts des Matériaux composites.
- [8] Jean-Marie Berthelot. Mécanique des Matériaux et Structures Composites. Institut Supérieur des Matériaux et Mécaniques Avancés. Le Mans. France.
- [9] Jérémie AUCHER, « Etude comparative du comportement de composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable i », Thèse de doctorat. Institut National des sciences Appliquées de Rouen, 2009.
- [10] Kalia S. Lignocellulosic Composite Materials: Springer; 2017
- [11] Rogge E. Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'Alfa (Espartograss) en vue d'applications textiles. Mémoire de maîtrise pour l'obtention du grade académique de 1master, Génie des matériaux, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs SudAlsace (UHA, Mulhouse, France), Année universitaire 2009;2010.
- [12] Belouadah Z, Ati A, Rokbi M. Characterization of new natural cellulosic fiber from Lygeumspartum L. Carbohydrate polymers 2015;134:429-37

[13]MansourR, Abdelaziz A, Fatima Zohra A. Characterization of long lignocellulosic fibers extracted from *Hyphaenethebaica* L. leaves. *Research Journal of Textile and Apparel* 2018;22:195-211.



Chapitre IV:

Résultats et discussion

IV 1. Introduction :

Dans ce chapitre, Les résultats expérimentaux obtenus des différents tests effectués, seront présentés et interprétés dans ce dernier chapitre. Au premier lieu, nous allons présenter une analyse des matériaux constituant nos bio-composites (ATR-FTIR), ensuite, nous discutons l'évolution des caractéristiques mécaniques des bio-composites en fonction des paramètres de leur élaboration (à températures ou à pressions variables). Les faciès de rupture de nos bio-composite (l'Eucalyptus) sont également présentées et discutées en fonction des caractéristiques mécaniques.

IV.2. La caractérisation physique :

IV.2.1. Densité apparente :

La densité est l'une des caractéristiques les plus importantes dans un matériau. Les fibres végétales sont connues pour leur densité inférieure aux fibres de verre ce qui les rend l'un des meilleurs choix dans l'élaboration de matériaux composites légers.

La mesure de la densité des fibres d'Eucalyptus précédemment obtenues a été effectuée en utilisant un pycnomètre comme cité dans le chapitre précédent. Nous avons effectué 3 mesures de densité pour chaque type de fibres non traitées et traitées à (NaOH, KMnO_4 , $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_3$). Les résultats obtenus sont illustrés dans **le tableau (IV.1)**.

Le tableau (IV.1.) La densité apparente des quatre échantillons de la fibre d'eucalyptus.

Type d'extraction	Densité moyenne
Sans traitement	1.3446
NAOH	1.4150
anhydride acétique	1.3942
Permanganates potassium (KMnO_4)	1.4924

La densité apparente obtenue par pycnomètre des fibres de tiges **non traitées** est de l'ordre de $(1.3446 \pm 0.1 \text{ g/cm}^3)$. Par contre, pour un traitement de **3 heures** à la **NAOH (3%)** elle est de l'ordre de $(1.4150 \pm 0.1 \text{ g/cm}^3)$, pour un traitement de **3 heures** à l'anhydride

acétique est de l'ordre de $(1.3942 \pm 0.1 \text{g/cm}^3)$ et pour un traitement des fibres de **3 minutes** au permanganate **de potassium** est de l'ordre de $(1.4924 \pm 0.1 \text{g/cm}^3)$.

D'après les résultats obtenus, il s'avère que les densités trouvées sont dans la marge des densités des fibres végétales.

On observe que la densité des fibres d'Eucalyptus obtenues par rouissage à l'eau salée (les fibres non traitées) est la plus basse comparée aux autres types de fibres qui sont traitées par les trois types de traitements chimiques expliqués auparavant. Cette augmentation de valeurs de densité de ces derniers est due probablement à l'extraction de produits solubles de la fibre par différents traitements, ce qui favorise la diminution du nombre de pores présent dans la fibre. Et cela va faire de ces fibres les plus appropriées pour l'élaboration de matériaux composites à fibres végétales.

IV.3. Morphologie des fibres traitées :

Après les traitements des fibres avec l'anhydride acétique, Permanganates potassium et NaOH, il y'a un changement des couleurs avec une surface lisse pour les fibres non traitées et rugueuse de la fibre traitée. (**Figure IV.1**)



Figure IV.1: Morphologies des fibres obtenues par les différents traitements

A) NaOH, B) KMnO_4 , c) sans traitement, d) Anhydride acétique

IV.4. Caractérisation microstructurale :

IV.4.1. Analyse structurale :

L'analyse structurale va nous permettre de voir de près la constitution de fibre de Eucalyptus. La technique utilisée dans cette analyse est la Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier par une Réflexion Totale Atténuée (FTIR-ATR).

IV.4.2. Spectroscopie infrarouge :

ATR-FTIR est une analyse fortement recommandée pour analyser la structure chimique des fibres lignocellulosiques. La figure (IV.2) montre les spectres FTIR des fibres d'Eucalyptus extraites avec différentes méthodes. Les spectres obtenus partagent des bandes d'absorption communes vis-à-vis des principales fibres lignocellulosiques en termes de groupes fonctionnels.

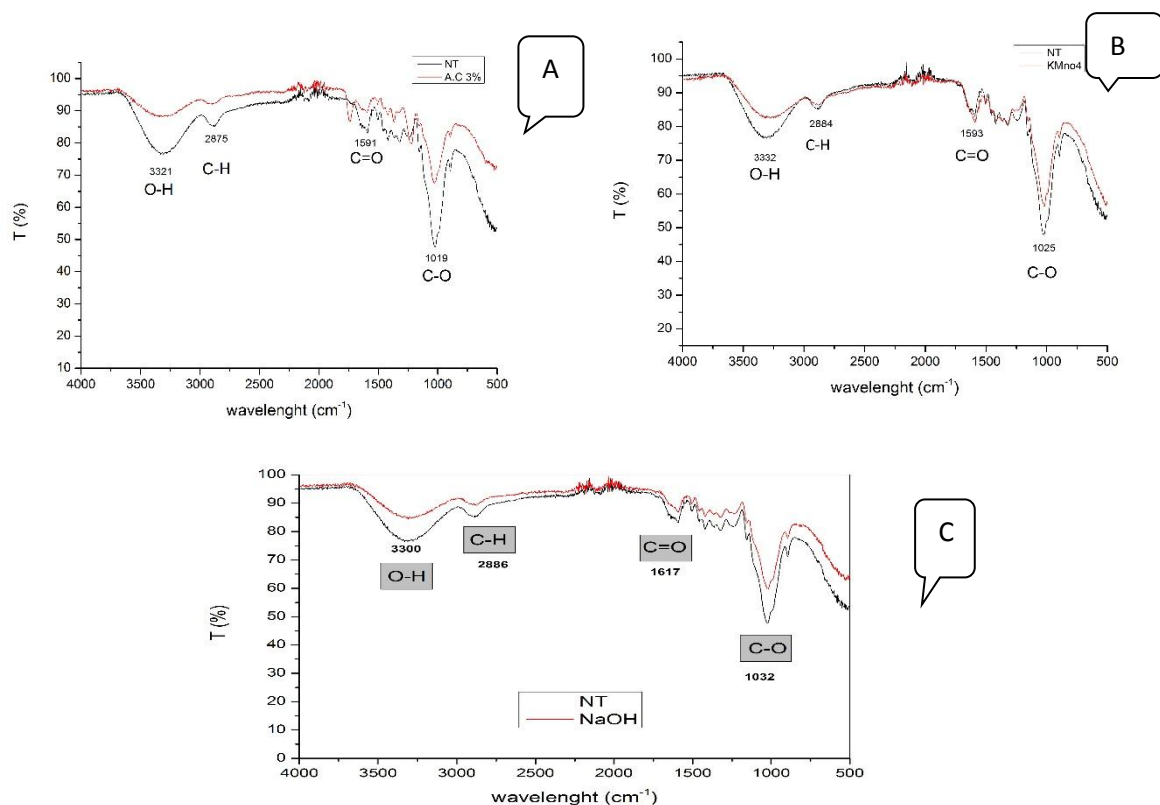


Figure. IV.2. Courbe FTIR des différents échantillons des fibres d'Eucalyptus.

A (NT, AC), B (NT, KMnO₄), C (NT, NaOH).

D'après la courbe de la **Figure (IV.2.)** :

Tous les pics ayant des nombres d'onde supérieurs à 3281.9 cm^{-1} viennent des groupes hydroxyde (O-H). Ces groupes peuvent venir de plusieurs composants qui possèdent un ou plusieurs groupes hydroxyde dans leur structure. L'intensité est clairement plus élevée pour l'eucalyptus traitée. Il est probable à cause de la soude (NaOH) résiduelle si les fibres ne sont pas bien rincées après le traitement. Ensuite le petit pic 2871.9 cm^{-1} indiquent de groupe(C-H)de la cellulose . Les nombres d'onde caractéristiques de la lignine se situent à 1513 cm^{-1} , entre 1422 cm^{-1} et 1367 cm^{-1} et proche de 700 cm^{-1} . À 1513 cm^{-1} et proche de 700 cm^{-1} l'intensité de l'eucalyptus traitée est plus élevée que celle de l'eucalyptus brute, mais entre 1422 cm^{-1} et 1367 cm^{-1} c'est l'inverse.

La présence des pics de lignine dans le spectre de luffa traitée démontre que les fibres contiennent encore de la lignine. Les pectines se trouvent autour de 1589.9 cm^{-1} (C=O) où l'intensité des deux spectres est plus ou moins identique . le pic des pectines est moins pointu. En tout cas, ce pic confirme la présence de pectines résiduelles. Entre 1367 cm^{-1}

Et 1019.4 cm^{-1} (C-O) se trouvent d'autres pics de cellulose. Globalement les intensités pour l'eucalyptus traitée sont supérieures à celles de l'eucalyptus brut. Les pics à 1240 cm^{-1} et 1160 cm^{-1} sont liés à la déformation de la cellulose. Le tableau IV.2 aide pour l'interprétation des courbes.

Tableau. IV .2 Vibration des groupes fonctionnels caractéristiques des fibres brutes étudiées.

Longueur d'onde (Cm-1)	Type de vibration	Source	Références
~3330	-OH élongation	Polysaccharides	De Rosa et al, 2010
~2918	-CH élongation	Cellulose, hémicellulose	Lopattananon et al, 2006 Terpáková et al, 2012
~2850	-CH élongation	Cellulose, hémicellulose	De Rosa et al, 2010
~1730	-C=O élongation	Pectines, hémicellulose	Oujai and Shanks, 2005
~1630	-OH	Eau	Gaňáň and Mondragon
~1513	-C=C aromatique, élongation symétrique	Lignine	Gaňáň and Mondragon
~1422	-CH ₂	Cellulose	De Rosa et al, 2010
~1367	-CH, CO aromatique	polysaccharides	De Rosa et al, 2010
~1318	-CH, CO aromatique	polysaccharides	De Rosa et al, 2010
	-OH déformation dans le plan	Cellulose	Terpáková et al, 2012
~1240	-C-O élongation	Hémicellulose	De Rosa et al, 2010
		Lignine	Sgriccia et al, 2008
~1160	Déformation anti-symétrique de la liaison C-O-C	Cellulose	De Rosa et al, 2010
~1030	-CO, -OH élongation	Cellulose	De Rosa et al, 2010
~895	Elongation des liaisons β -glucosidique des anneaux de glucose	Polysaccharides	Gaňáň and Mondragon
~660	-COOH déformation	Polysaccharides	Terpáková et al, 2012
~830	-CH aromatique : déformation hors plan	Lignine	Oujai and Shanks, 2005

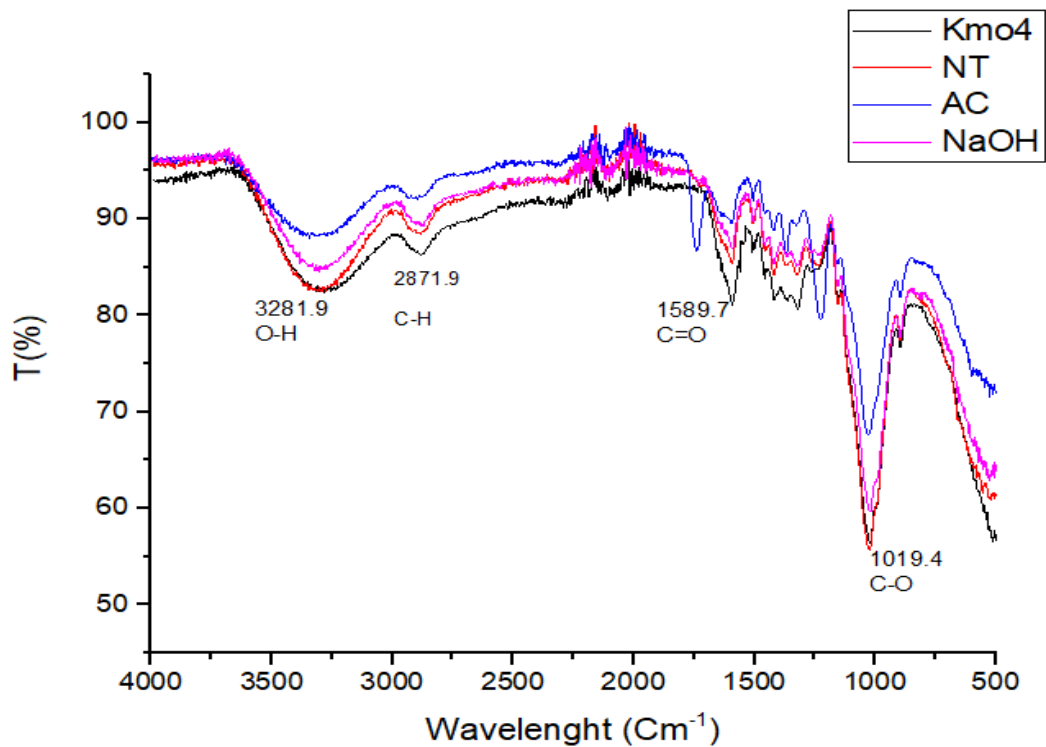


Figure. IV 3. Courbe FTIR des différents échantillons des fibres l'Eucalyptus.

IV.5. Caractérisation mécanique :

IV.5.1. Traction de fibre l'Eucalyptus :

Dans cette étude, les propriétés de traction des fibres l'Eucalyptus (résistance à la traction, module de Young et allongement à la rupture) ont été obtenues selon la méthode d'essai normalisée ASTM D-3322-01. La **figure. IV.4** montre une courbe de Force-Allongement pour trois types de fibres d'eucalyptus :

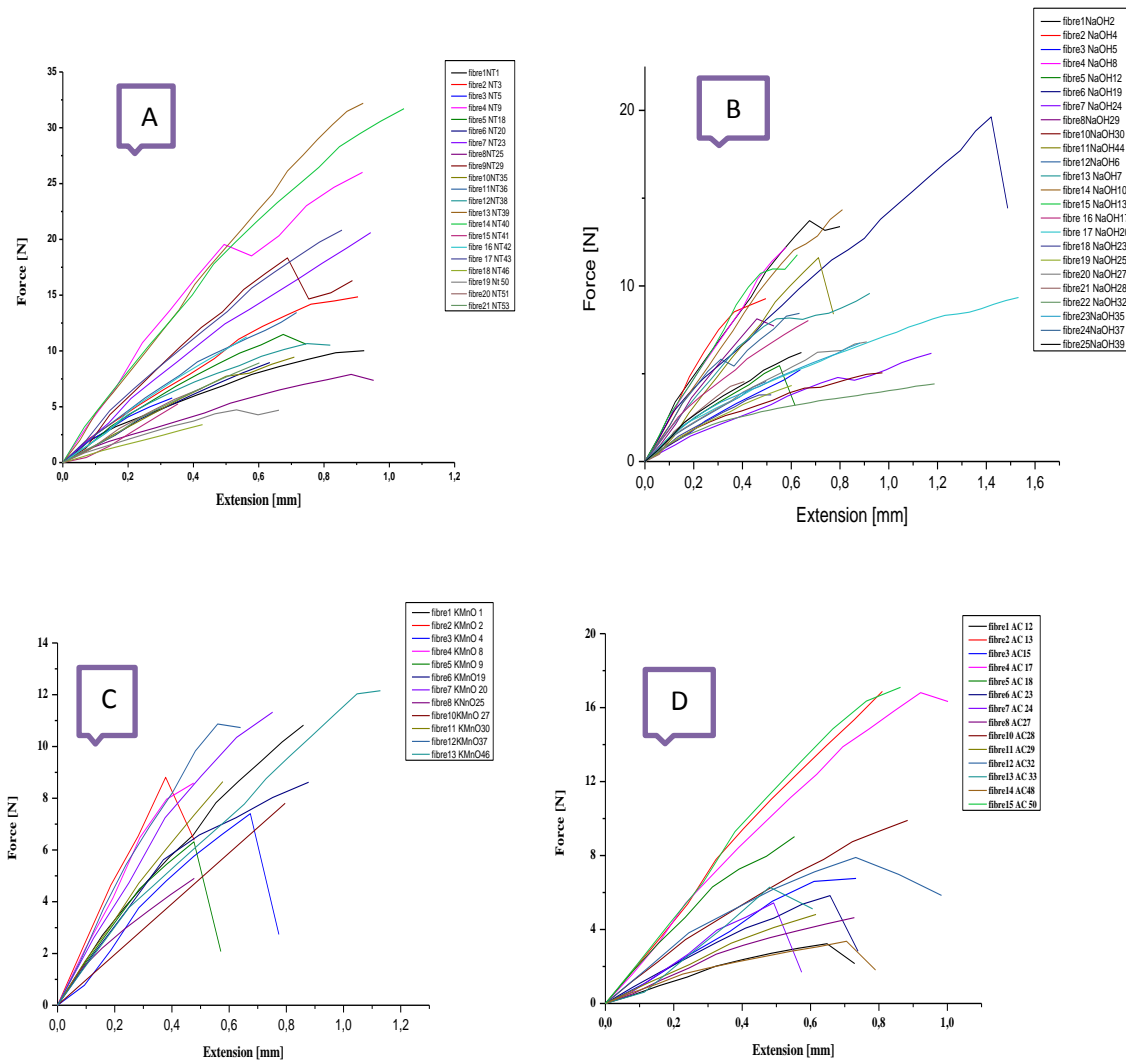


Figure. IV. 4. Courbe Force-Déplacement des différents échantillons des fibres l’Eucalyptus.

A) Sans traitement, B) NaOH, c) KMnO₄, d) Anhydride acétique

On remarque que toutes ces courbes force- déplacement des différents types de fibres d’eucalyptus présentent une allure d’un type de matériau qui est fragile. C’est des lignes droites qui donnent la partie élastique. La force peut aller jusqu’au 35N alors que le déplacement peut y aller jusqu’au 1,8.

IV.5.2. Traction des composites d'eucalyptus /résine:

Pour effectuer les essais mécaniques de traction on utilise la machine de traction de marque INSTRON 5969 dotée d'une cellule de 10 KN. La déformation est mesurée avec un extensomètre à pince et le logiciel de commande et d'acquisition de données de la machine permet la réalisation des séquences de chargement complexes. Cette machine est disponible au niveau du laboratoire de Maghreb pipe M'sila. Figure (IV.5).

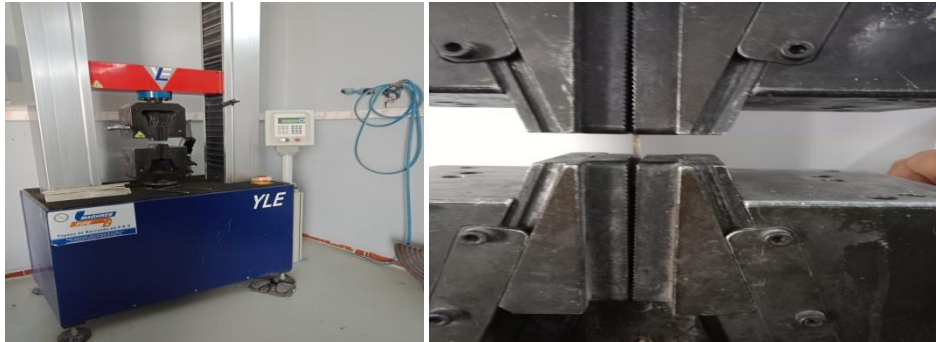


Figure. IV.5 Machine des essais de traction à Maghreb pipe.

L'analyse des résultats des tests de traction sur les différentes nuances de composites de l'eucalyptus avec différents résines (polyester ; époxy ; vinylester) nous a permis de déterminer les paramètres intrinsèques de ce composite **Tableaux (IV. 3.)**.

Tableau IV.3. Les valeurs de contraintes, déformation et Module de young des composites à différents traitements de fibres.

	S.T			NAOH			KMNO4			A.C		
	Epoxy	Pol	Vin	Epoxy	Pol	vin	Epoxy	Pol	Vin	Epoxy	Pol	vin
σ	27.4	37.8	52.4	40.4	35.8	27.25	38.6	36	38	26.25	43.2	43.6
$\varepsilon\%$	21.86	7.37	9.77	14.62	24.97	15.79	15.9	8.04	8.71	11.04	17.07	9.68
E	2.08	6.42	5.8	3.3	3.74	4.68	3.32	5.7	8.7	2.35	4.7	5.26

IV.5.2.1. La contrainte (σ) à la rupture des composites avec différentes résines (MPa) :

D'après les valeurs obtenues par l'essai de traction longitudinale sur nos différentes éprouvettes de composites à fibres traitées et non traitées et avec différentes résines qui se

trouvent dans le tableau (IV.4.) et les histogrammes, on remarque que les composites résine époxy avec les fibres traitées à NaOH nous donne une valeur de contrainte meilleur qu'avec les autres types de fibres. Par contre si on a des composites à résine polyester on trouve qu'avec les fibres acétylées qu'on a la meilleure valeur de contrainte. Avec la résine vinylester on remarque que les composites à fibres non traitées qui nous donnent les meilleures valeurs de contraintes.

Les courbes contraintes – déformation nous montrent clairement le test de traction exécuté sur nos composites avec plusieurs éprouvettes et l'allure (Figure IV.7.).

Tableau IV.4. Les valeurs de contraintes des composites :

Composite fibre d'eucalyptus	σ Epoxy	σ polyester	σ vinyleter
Sans .T	27.4	37.8	52.4
NAOH	40.4	35.8	27.25
KMno4	38.6	36	38
A.C	26.25	43.2	43.6

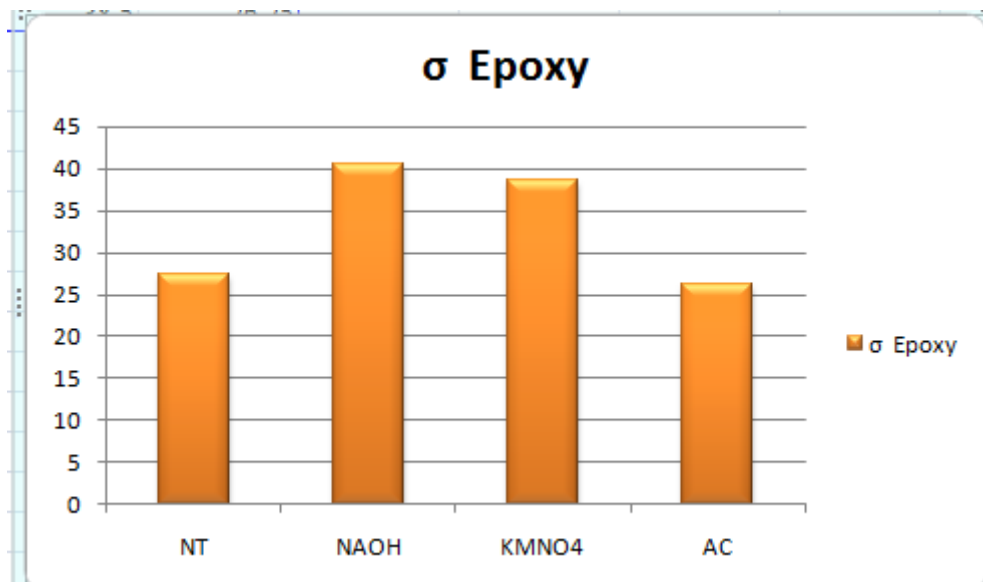


Fig. IV.6 (a). La contrainte des composites fibres/époxy :

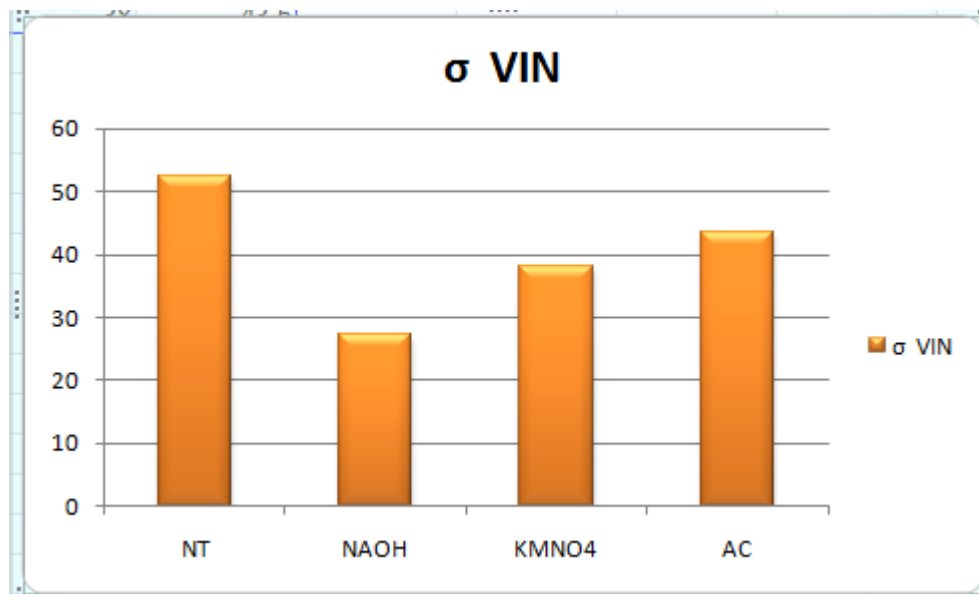


Fig. IV.6. (b) La contrainte des composites fibres/vinyles ter :

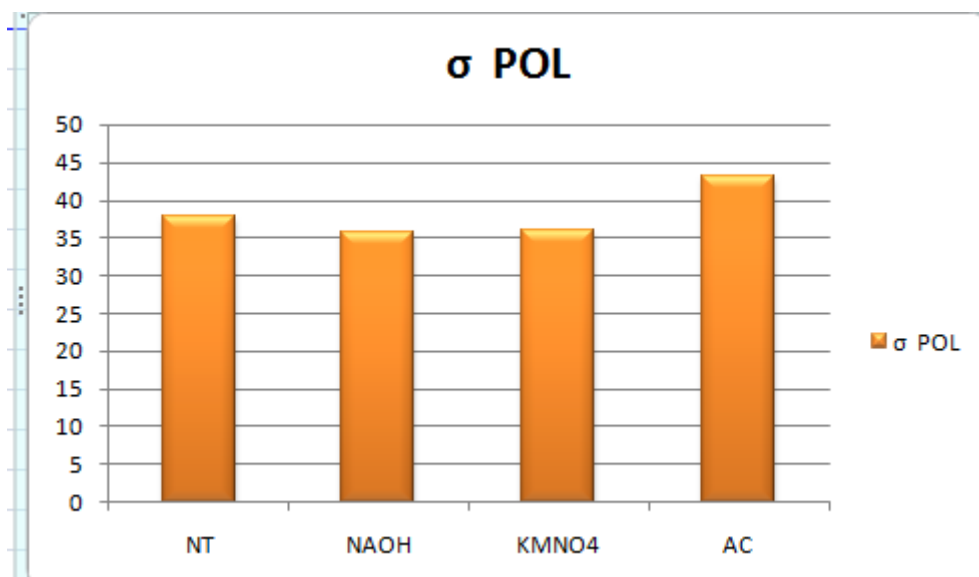


Fig. IV.6. (c) La contrainte des composites fibres/polyester :

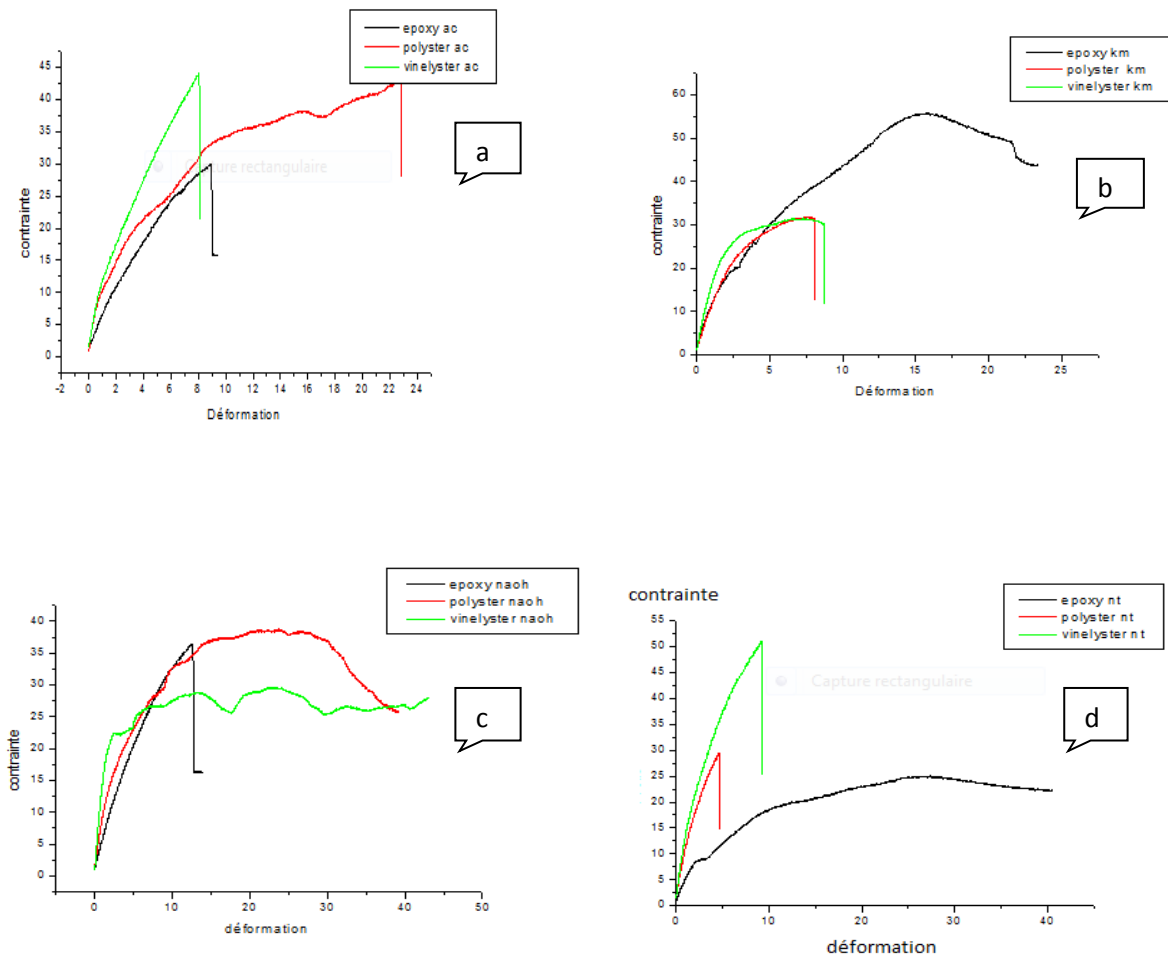


Figure IV.7. Courbe contrainte – déformation des composites à fibre d’eucalyptus traitée avec

a) L’anhydride acétique, b) KMnO_4 , C) NaOH , d) non traitées et différentes résines.

IV.5.2.2. Le module de Young (GPa)

Concernant le module de young E des composites à différents types de fibres et trois types de résines : on constate que le module de young des composites à fibres traitées au permanganate qui nous donnent la valeur la plus élevée tableau (IV.5.) et Figure (IV.8.).

Tableau IV.5. Module de young des composites à différentes résines et fibres
Composites :

	<i>E</i> Epoxy	<i>E</i> Pol	<i>E</i> vin
<i>NT</i>	2.08	6.42	5.8
<i>NAOH</i>	3.3	3.74	4.68
KMNO4	3.32	5.7	8.7
A.C	2.35	4.7	5.26

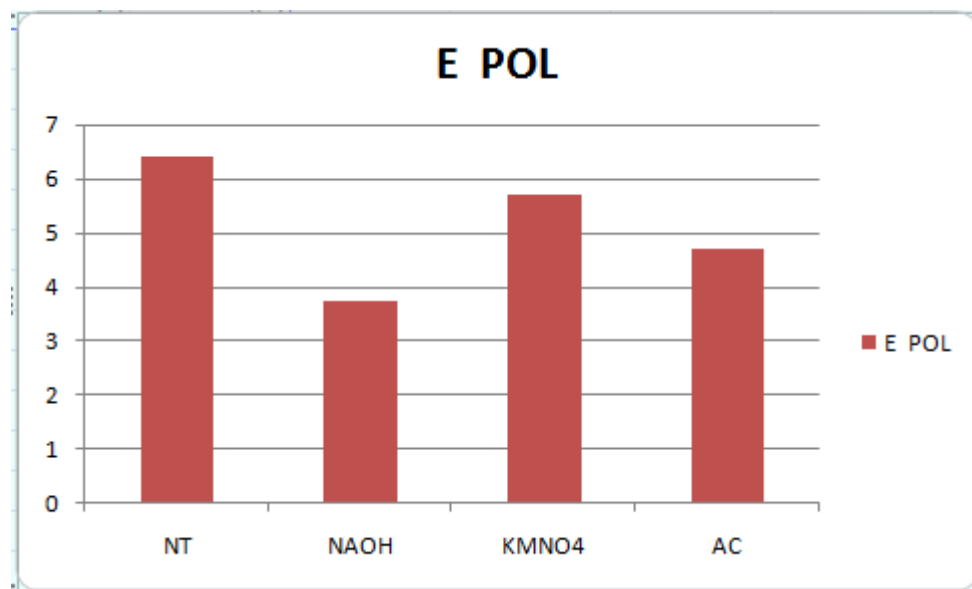


Figure IV.8. (A) Module de young des composites avec différents traitements de fibres et polyester

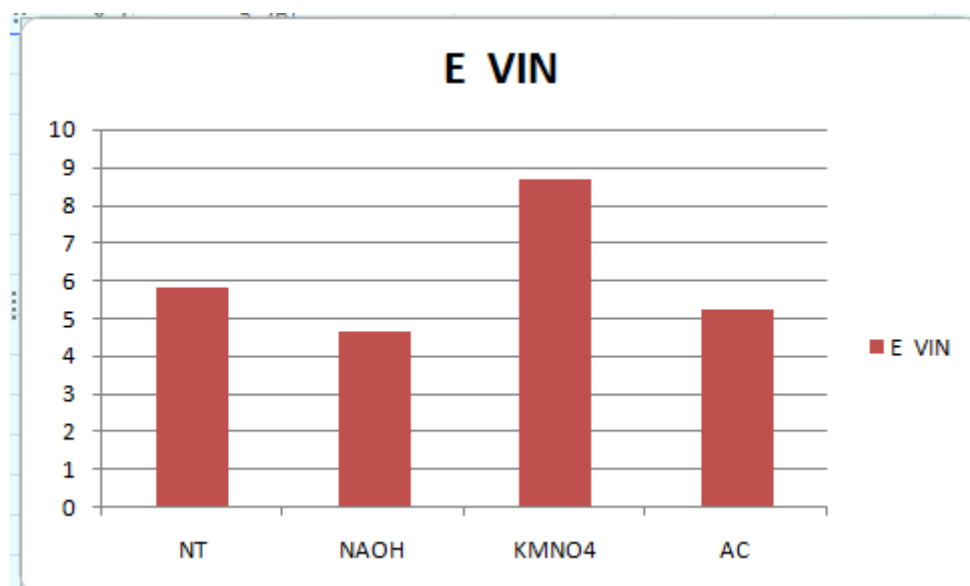


Figure IV.8. (B) Module de Young des composites avec différents traitements de fibres et vinyles ter

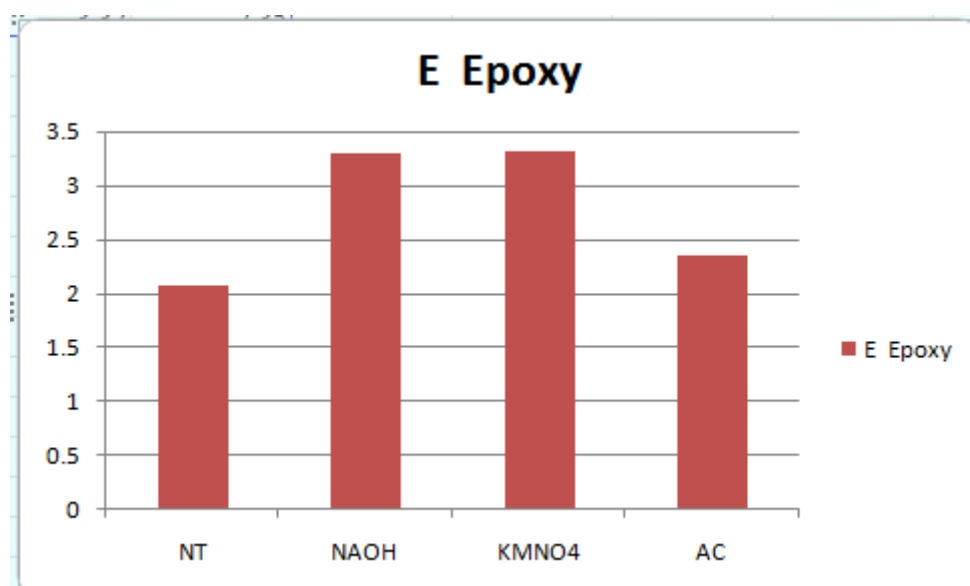


Figure IV.8. (C) Module de young des composites avec différents traitements de fibres et époxy



**CONCLUSION
GENERALE**

Conclusion générale

L'enjeu de ce travail est consacrer à les méthodes de caractérisation des fibres végétales s'appelle Eucalyptus .L'ajout des fibres de Eucalyptus dans les matériaux polymères représente une voie prometteuse car elle permet l'amélioration de l'ensemble des propriétés du matériau. L'accroissement des propriétés mécaniques provient des propriétés élevées de la fibre (module, contrainte à rupture), mais de nombreux autres paramètres comme la taille des fibres, la modification de la surface, la teneur en fibres, les « additifs » influencent également les propriétés mécaniques La réalisation d'un matériau composite avec les meilleures propriétés possibles passe donc par le contrôle des tous ces paramètres.

Végétales sont extraites des plantes par différentes méthodes mécaniques, chimiques et biologiques (utilisation des bactéries et enzymes) en fonction du type de fibre considéré. La méthode d'extraction traditionnelle, le rouissage, utilise des bactéries existant dans l'environnement pour dissoudre les extractibles. Certaines bactéries, utilisées lors du rouissage à l'eau et certains champignons utilisés lors du rouissage à la rosée se sont révélés très efficaces pour attaquer les substances non cellulosiques des plantes et libérer la fibre. Bien que le rouissage atmosphérique fournisse des fibres de qualité, il requiert un temps d'extraction relativement long durant lequel le contrôle de la qualité de la fibre n'est pas aisé. Une méthode de rouissage très pratiquée utilise des solutions alcalines, des solutions d'acide doux et des enzymes pour accélérer le processus de libération de la fibre. L'alcali le plus utilisé est la soude (ou hydroxyde de sodium) ; mais des acides doux comme l'acide sulfurique et l'acide oxalique en combinaison avec un détergent ont été aussi utilisés pour l'extraction des fibres. Les facteurs déterminant la qualité des fibres chimiquement extraites sont la teneur du composé chimique en usage et la durée du traitement.

Dans un premier temps, nous avons étudié la méthodes expérimentales de mise en œuvre pour l'extraction biologie (pour rouissage de sel+l'eau)et les différents traitements des fibres.

La technique de caractérisation mécanique de la fibre de Eucalyptus montre que cette fibre pour les quatre types d'échantillons (non traités, l'anhydride acétique, solution alcaline par la soude, et kmno_4) a un comportement linéaire fragile. Cela provient du fait que la rupture est due à la propagation des défauts préexistant

Conclusion générale

Les quatre types d'extraction nous ont permis d'obtenir des fibres riches en cellulose, ce qui est prouvé par l'analyse FTIR

Calcul de la densité des différents échantillons de fibres d'Eucalyptus pour quatre échantillons suivants : Sans traitement ; avec NaOH ; l'anhydride acétique et Permanganate de potassium On observe que la densité des fibres d'Eucalyptus obtenues par rouissage à l'eau salée (les fibres non traitées) est la plus basse comparée aux autres types de fibres qui sont traitées par les trois types de traitements chimiques expliqués auparavant.

Les tests de traction ont montré que les d'extraction nous fournissent des fibres lignocellulosiques avec de bonnes propriétés mécaniques, qui se caractérise par une bonne contrainte à la rupture. Et un module de Young.



R sum 

الملخص

Abstract

Résumé :

Les composites à base de fibres végétales se trouvent de plus en plus dans des applications industrielles et leurs utilisations augmentent de jour en jour. Les principales raisons sont la disponibilité d'un grand éventail de fibres végétales, le respect de l'environnement et la recyclabilité quand ils sont combinés avec des polymères adéquats. L'incorporation des fibres végétales dans des matériaux thermoplastiques ou thermodurcissables pour remplacement des fibres de verre est un concept qui commence à être industrialisé et commercialisé. Les matériaux composites renforcés par des fibres végétales trouvent leur applications dans la fabrication des habitacles de plusieurs marques de voitures, de petits bateaux, de kayaks et même dans la boiserie et les constructions en génie civil ou bien dans des structures secondaires de divers applications qui répondent au souci de préservation de l'environnement.

Dans ce contexte, ce travail de thèse s'intéresse dans un premier temps l'ensemble des techniques et méthodes expérimentales de mise en œuvre pour l'extraction biologique (pour rouissage de sel + l'eau) et les différents traitements des fibres d'une nouvelle plante locale appelée l'Eucalyptus. La densité apparente de la fibre de l'Eucalyptus est déterminée par la méthode pycnométrique. On a aussi, déterminé les caractéristiques mécaniques de la fibre en utilisant l'essai de traction par le biais d'une machine. L'effet de la FTIR sur la poudre de l'Eucalyptus a également fait objet de notre recherche.

الملخص

تمثل دراسة المواد المركبة المعززة بألياف نباتية أهمية كبيرة لدى الباحثين والصناعيين واستعمالاتها تتزايد من يوم لأخر في جميع المجالات وذلك لأسباب بيئية واقتصادية ولكثرة تواجدها وتجدها كل سنة مع قابلية تحللها. يوجد الكثير من الألياف النباتية التي يمكن استخدامها لتعزيز المواد المركبة، وذلك لتعويض ألياف الزجاج. إن المواد المركبة المعززة بألياف نباتية يتم الآن استخدامها في تصنيع القطع المتواجدة بداخل السيارات وبعض القوارب وحتى في مجالات الهندسة في هذا السياق، يهتم هذا العمل في المقام الأول بجميع التقنيات والأساليب التجريبية للتنفيذ لبيولوجيا الاستخراج (للتخلص من الملح + الماء) والمعالجات المختلفة لألياف نبات محلية جديد يسمى الأوكالبتوس. يتم تحديد الكثافة الظاهرية لألياف الأوكالبتوس بواسطة طريقة قياس الكثافة. تم تحديد الخصائص الميكانيكية للألياف أيضاً باستخدام اختبار شد الآلة. كان تأثير FTIR على مسحوق الأوكالبتوس أيضاً موضوع بحثنا.

Abstract :

Composites based plant fibers be find more and more in industrial applications and their uses are increasing day by day. The main reasons are the wide range availability of plant fibers, echo-freindly and recyclability when they are combined with suitable polymers. The incorporation of plant fibers in thermoplastics or thermosetting materials to replace glass fibers is a concept that is beginning to be developed and marketed. Composite materials reinforced with plant fibers find their applications in the manufacturing such interiors cars mark, small boats and kayaks and even the woodwork and civil constructions engineering or in secondary structures for applications that concern the meet of the environment preservation.

In this context, this thesis work is firstly interested in all the techniques and experimental methods of implementation for the extraction biology (for retting of salt + water) and the different treatments of the fibers of a new local plant called Eucalyptus. The bulk density of Eucalyptus fiber is determined by the pycnometric method. The mechanical characteristics of the fiber were also determined using a machine tensile test. The effect of FTIR on Eucalyptus powder has also been the subject of our research.