



N° d'ordre : GM/...../2018

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 :

**ABDELKEBIR Abderraouf**

### Thème

## L'EFFET DE LA TEMPERATURE DE MERCERISATION SUR LES PROPRIETES DU COMPOSITE ( TISSUS DE JUTE / POLYESTER)

Devant le jury composé de :

<b>Dr .AMROUNE.S</b>	UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF -M'SILA	Président
<b>M<sup>me</sup> .MOUSSAOUL.N</b>	UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF -M'SILA	Encadreur
<b>Mr .LADGEM .DJ</b>	UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF -M'SILA	Examineur
<b>Mr .ZEGGANE.H</b>	UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF -M'SILA	Examineur

*Année Universitaire : 2017 / 2018*

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

## *Remerciements*

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

J'adresse également mon vif remerciement à :

Mes chères parents pour l'affection et le soutien morale durant mes années d'études et pour l'éducation qu'ils m'ont prodigué; avec tous les moyens et au prix de tous les sacrifices qu'ils ont consentis à mon égard, pour le sens du devoir qu'ils m'ont enseigné depuis notre enfance.

<<Que dieu nous les gardes >>.

Mon encadreur **Mme .MOUSSAOUI. N** pour ses aides précieux et sa coopération le long de cette période.

Le chef du département de génie mécanique **Dr ROKBI. M**

Mes remerciements vont également à tous les professeurs du département de génie mécanique Et surtout **M<sup>me</sup>. BEN HAMADOUC. L .**

Ainsi que toutes personnes ayant de près ou de loin contribuées à l'élaboration de ce présent mémoire .

Merci

## **Dédicaces**

*Je dédie ce mémoire*

***A** mes chers parents **Ma** mère, qui a oeuvré pour ma réussite, de par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie, reçois à travers ce travail aussi modeste soit-il, l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude. **Mon** père, qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie.*

***A** tout ma famille pour l'amour et le respect qu'ils m'ont toujours accordé*

***Mon** ami intime. Salah*

*Je leur souhaite tout le succès et tout le bonheur*

***A** mes amis et mes camarades. Surtout, Samir, Abdelrazak, zaiane, abdelhafidh,*

*mohamed, riad, abdel hamid,*

***S**ans oublier tous les professeurs que ce soit du primaire, du moyen, du secondaire jusqu'à l'université .*

***A** toute personne qui m'a aidé à franchir un horizon dans ma vie*

***A** tous ceux que j'aime.*

**ABDELKEBIR Abderraouf**

# Sommaire

Introduction général .....1

## *Chapitre I :Généralités sur les matériaux composites*

I.1 Introduction ..... 3

I.2. Généralités sur les composites ..... 3

    I. 2. 1. Définition ..... 3

    I. 2. 2. Caractéristiques générales ..... 3

I.3. Constituants des matériaux composites ..... 4

    I. 3. 1. La matrice ..... 5

        a) Résines thermodurcissables ..... 6

        b) Résines thermoplastiques ..... 6

    I. 3. 2. Renforts ..... 7

I.4 Type de matériaux composites ..... 7

    I. 4. 1. Classification suivant la forme des constituants ..... 7

        I.4.1.1. Composites à fibres..... 7

        I.4.1.2. Composites à particules ..... 8

    I. 4. 2. Classification suivant la nature des constituants ..... 8

        I.4.2.1. Composites à matrice organique (résine, charges), avec ..... 9

        I.4.2.2. Composites à matrice métallique (alliages légers et ultra-légers d'aluminium, de magnésium, de titane) ..... 9

        I.4.2.3. Composites à matrice minérale (céramique), ..... 9

I.5. Domaines d'application ..... 9

I.6. Mise en œuvre des composites ..... 10

    I. 6. 1. Moulage au contact ..... 10

    I. 6. 2. Moulage par projection ..... 10

    I. 6. 3. Moulage par compression ..... 11

    I. 6. 4. Moulage sous vide ..... 11

    I. 6. 5. Moulage par transfert de résine (RTM- Resin Transfert Molding) ..... 12

I.7.Architecture des matériaux composites .....	12
I. 7. 1. Les stratifiés : .....	13
I. 7. 2. Composites sandwiches .....	13
I.8.Les composites à fibres naturelles .....	14
I. 8. 1. Les fibres naturelles .....	15
I. 8. 2.Les fibres végétales .....	15
I.8.2.1.Structure et composition chimique .....	17
I.8.2.2. Caractéristiques et propriétés des fibres cellulosiques .....	21
I. 9. Etat de l'art sur les fibres de l'étude .....	23
I.9.1. La fibre de jute .....	24
I.9.2. Pourquoi la fibre de jute ?.....	24
I.9.3. Résistance de jute comme matériau de renfort pour le composite .....	25
I.9.4.Faiblesse du jute en tant que matériau de renfort pour composite .....	25
I.9.5.Utilisation de l'usine de jute pour fabriquer des composites comme substitut du bois .....	25
I.8.3.6.Quelques applications de Jute Composite .....	27
I.10.Conclusion .....	28

## ***Chapitre II : Amélioration de la compatibilité charge - Matrice***

II.1.Introduction .....	29
II.2.Cohésion des composites et adhésion interfaciale.....	30
II.3Modification de la fibre .....	30
II. 3. 1. Les traitements physiques .....	30
II.3.1.1.Traitement plasma .....	30
II.3.1.2.Traitement corona.....	31
II.3.1.3. Le traitement thermique de séchage.....	32
II. 3.2. Traitements chimiques .....	32
II.3.2.1.Oxydation .....	32
II.3.2.2. Estérification .....	32
II.3.2.3.Ethérification .....	34
II.3.2.4. Greffage chimique .....	38

II.3.2.5. Traitement par acétylation .....	39
II.4.Effet des traitements chimiques des fibres sur la résistance mécaniques composites .....	41
II.5.Conclusion .....	45

**Chapitre III : Partie expérimental**

III.1. Introduction .....	46
III.2Matériaux utilisés .....	46
III.3. Caractéristiques principales pour chaque matériau utilisé .....	46
III.3.1. Résine polyester.....	46
III.3.1.1. Caractéristiques des résines polyester.....	46
III.3.1.2. Avantages et inconvénients de l'utilisation de la résine polyester.....	47
III.3.2. Les tissus de jute .....	48
III.3.3L'hydroxyde de sodium .....	49
III.4. La Mercerisation des tissus de jute .....	49
III.4. 1.Broyage.....	53
III.5. La mise en œuvre du bio-composite .....	54
III.5.1. La technique de moulage utilisé .....	54
III.5.2. L'élaboration des composites .....	55
III.5.2.1. Préparation du renfort .....	55
III.5.2.2. Préparation de la résine .....	56
III.5.2.3. L'élaboration sous vide .....	56
III.5.2. 4. Pesage des échantillons de composite.....	58
III.5.3. Préparation des éprouvettes .....	58
III.6. Caractérisation mécanique des éprouvettes.....	59
III.6.1. Essai de traction.....	59
III.6.2. Essai de flexion trois points.....	62
II.7 Conclusion .....	64

**Chapitre IV : Résultats et discussions**

IV.1Introduction.....	65
IV.2Analyse structurale.....	65

## Sommaire

---

IV.2.1 ATR – FTIR .....	65
IV.3 . Caractérisations mécaniques .....	68
IV.3.1. Analyse des courbes contrainte-déformation de bio composite .....	68
IV.3.1.1Essai de traction bio composite .....	68
IV.3.1.2. Essai de flexion 3-points des bio composites .....	75
IV.4.Conclusion .....	82
Conclusion général .....	83
Références Bibliographiques .....	84

## Liste des figures

### Chapitre I

Figure 1.1: Matériau composite .....	3
Figure I. 2 : Types de matrice .....	5
Figure I.3 : Types de renfort.....	7
Figure I. 4 : Moulage au contact .....	10
Figure I.5 : Méthode de projection simultanée .....	11
Figure 1.6 : Méthode de moulage par compression .....	11
Figure I.7 : Méthode du moulage sous vide .....	12
Figure I.8 : Principe du moulage par injection de résine .....	12
Figure I.9 : Exemples de stratifiés .....	13
Figure I.10 : Matériau sandwich.....	14
Figure I.12. Structure chimique de la cellulose. ....	18
Figure I.11 Liaisons hydrogènes intra- et intermoléculaires dans la cellulose.....	18
Figure I.13 Structure chimique d'une classe des hémicelluloses . ....	19
Figure I.14 Structure chimique des lignines. . ....	19
Figure I.16 : Jute et fibres de jute .....	24
Figure I.17. Structure de fibre de jute .....	26

### Chapitre II

Figure II. 1. Observation au microscope électronique à balayage de traitement par le NaOH des fibres de banane. ....	35
--	----

### Chapitre III

Figure.III.1. Cycle de polymérisation de polyester. ....	47
Figure. III .2 tissus de jute de dimensions 300x250 mm.....	49
Figure. III.4 Imprégnation des tissus (Solution 1% NaOH / 48 H).....	50
Figure. III.5 Rinçage à l'eau distillée.....	50
Figure.III.6 Séchage à l'ambiante(24H) .....	51
Figure. III.7 Étuvage à 100°C (6H).....	51
Figure. III. 8Imprégnation des tissus (Solution 5% NaOH / 2 H).....	51
Figure.III.9 la neutralisation des tissus (Solution 2% H2SO4/ 10 min).....	52
Figure.III.10 les tissus de jute après (a) 0%, (b) 1%, (c) 5% de la solution NaOH. ....	52
Figure.III.11 l'opération de broyage .....	53

## Liste des figures

---

Figure. III.12 mécanisme de moulage sous vide .....	54
Figure.III.13 les plis des tissus de jute.....	55
Figure.III.14. Dispositif du moulage sous vide. ....	56
Figure. III.15 Le processus de passage de la résine .....	57
Figure.III.16. Las plaques finales du bio-composite.....	57
Figure.III.17 L'opération de découpage .....	59
Figure.III.18. Les dimensions des éprouvettes. (ASTM3039) .....	60
Figure.III.19 Schéma de principe de la Machine d'essai de traction. ....	60
Figure.III.20. Epreuve soumise à la traction. ....	61
Figure III. 21 :Une machine pour les essais de flexion de type.....	62

### *Chapitre IV*

Figure.IV.1 :Spectre FT-IR de fibre de jute traité par 5% de NaOH avec différentes températures pendant 2h. ....	66
Figure.IV.2 : Spectres FT-IR de fibres de jute traité par 5% de NaOH pendant 2h .....	68
Figure. IV.3 : l'évolutions des contraintes en fonction de déformation ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) .....	70
Figure.IV.4 : l'évolutions des contraintes en fonction de déformation ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) .....	70
Figure.IV.5 :l'évolutions des contraintes en fonction de déformation ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) .....	71
Figure.IV. 6 : Image de la rupture par les tissus de jute en traction.....	71
Figure.IV.7 : Comparaison des courbes types contrainte-déformation des différents .....	73
Figure. IV.8 : Histogrammes de l'évolution des modules de Young des bio-composites. ....	74
Figure. IV.9 : Histogrammes de l'évolution des contraintes des bio-composites.....	74
Figure. IV.10 :Histogrammes de l'évolution des déformations des bio-composites.....	75
Figure.IV.11. Evolution de la contrainte en fonction de la déformation( $\sigma$ - $\epsilon$ ) .....	76
Figure.IV.12 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation ( $\sigma$ - $\epsilon$ )des éprouvettes de(60°C).....	77
Figure.IV.13 : Evolution de la contrainte en fonction de la déformation ( $\sigma$ - $\epsilon$ )des éprouvettes de (90°C).....	77
Figure. IV. 14 : Evolution du comportement mécanique du composite jute/polyester en flexion 3 points.....	78
Figure IV.15: les évolutions de la contrainte en fonction de la déformation ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) .....	79
des éprouvettes de (30°C , 60°C ,90°C). ....	79
Figure IV.16 : Image de la fissure par les tissus de jute en flexion 3 points .....	79
Figure.IV.17: Histogrammes de l'évolution des modules de flexion .....	80

## Liste des figures

---

des bio-composites .....	80
Figure. IV.18 : Histogrammes de l'évolution des contraintes des bio-composites.....	81
Figure. IV.19 : Histogrammes de l'évolution des déformation des bio-composites. ....	81

## *Liste des tableaux*

### **Chapitre I**

tableau I.1 : Caractéristiques des résines thermodurcissables .....	6
Tableau I.2 : Caractéristiques des résines thermoplastiques .....	6
Tableau. I. 3 : Domaines d'applications et parts de marché des composites à fibres naturelles .....	14
Tableau. I.4 :Consommation de bioplastiques dans l'union européenne en 2009 .....	15
Tableau. I.5 :Classification et exemples de fibres naturelles .....	16
Tableau. I.6 : Production mondiale des plus importantes fibres naturelles et leurs sources .....	16
Tableau. I.7 : Propriétés physiques et mécaniques de quelques fibres naturelles comparées aux fibres de verre et aux fibres de carbone .....	17
Tableau 1.8 : Composition chimique des fibres végétales .....	20
Tableau 1.9 :Propriétés physiques et mécaniques de fibres naturelles et synthétiques .....	22
Tableau 10. : Composition chimique de la fibre de jute .....	26

### **Chapitre III**

Tableau.III.1 : Différentes caractéristiques de la résine polyester. ....	47
Tableau.III.2 : Avantages et inconvénients de la résine polyester. ....	48
Tableau III.3 : Composition chimique de la fibre de jute [12] .....	48
Tableau III.4 : Fiche technique de toile jute(EPE TEXTILES DIVERS ALGERIE S.P.A « T DA »).....	48
Tableau III.4 : Différentes caractéristiques de L'hydroxyde de sodium.....	49
Tableau.III.5 : le traitement chimique alcalin des échantillons .....	53
Tableau III. 6 : Taux du tissu de jute et de la résine dans le composite .....	58

### **Chapitre IV**

TableauIV.1 : Récapitulations des bandes d'absorption FTIR et leurs liaisons associées. ....	67
Tableau IV.2: Propriétés mécaniques moyennes des essais de traction des bio composites.....	72
Tableau IV.3 : tableau récapitulatif des propriétés mécaniques moyennes d'essais de flexion 3- points des bio-composites.....	78

### *Liste de symbole*

<b>Symbole</b>	<b>Signification</b>
<b>W<sub>j</sub></b>	poids des tissus de jute
<b>W<sub>m</sub></b>	poids de matrice.
<b>F</b>	Force de traction (N).
<b>S</b>	Section rompue (mm <sup>2</sup> ).
<b>σ</b>	Contrainte de rupture (MPa).
<b>E</b>	Module d'Young (Mpa).
<b>L<sub>0</sub></b>	Distance entre mords (mm).
<b>S<sub>0</sub></b>	Surface ou section (mm <sup>2</sup> ).
<b>ε</b>	La déformation de la longueur des éprouvettes.
<b>ΔL</b>	L'allongement des éprouvettes (mm).
<b>σ<sub>f</sub></b>	la contrainte à la flexion (MPA).
<b>E<sub>f</sub></b>	le module à la flexion (MPa).
<b>a</b>	Largeur de la section (mm).
<b>b</b>	L'épaisseur de la section (mm).
<b>L</b>	distance entre les appuis (mm).
<b>Y</b>	la flèche de l'éprouvette (mm).

---

# *Introduction générale*

---

# Introduction Générale

---

## Introduction générale

L'utilisation croissante de fibres végétales comme renforts dans les composites à matrices thermodurcissables ou thermoplastiques fournit des avantages environnementaux très intéressants.

Les caractéristiques marquantes de ces fibres sont leur faible coût, faible masse, haut module spécifique. Le défi majeur dans l'utilisation de ces fibres comme éléments de renforcement dans les matériaux composites est de réaliser une bonne liaison entre les fibres et la matrice polymère. Les fibres naturelles sont de nature hydrophile, car elles sont dérivées de la cellulose, qui contient des groupes hydroxyles fortement polarisés. La mauvaise adhérence inter faciale fibre/matrice et les difficultés dans le mélange en raison de mauvais mouillage de la fibre avec la matrice limitent l'utilisation de ces fibres comme matière de renforcement dans les matériaux bio-composites. [1]

La technique la plus couramment utilisée est le traitement alcalin [1,2]. ce traitement permet d'éliminer les composés non cellulosiques de la fibre, telles que les couches cuticules cireuses, les huiles, la lignine, l'hémicellulose la pectine et les impuretés. Ainsi, il donne une rugosité de surface et conduit à une meilleure imprégnation de la matrice [1,2].

Plusieurs autres approches de modification de surface des fibres végétales ont fait l'objet de nombreux travaux dans la bibliographie citant à titre d'exemple, le traitement à l'eau chaude [4], l'explosion à vapeur [5], le traitement thermique, et le traitement plasma [3].

C'est dans ce contexte que notre étude trouve son intérêt. On se propose ainsi d'étudier l'effet de la température de mercerisation sur les propriétés du composite (tissus de jute / polyester) à matrice polymérique.

Le rapport de notre étude comprend quatre chapitres :

Le premier chapitre est consacré à la présentation des fibres végétales et ses composantes, à savoir la cellulose, l'hémicellulose et la lignine. Les connaissances actuelles concernant les fibres cellulosiques, les différentes voies de modification chimique et les méthodes d'extraction des différentes fibres végétales seront également décrites. Pareillement les matériaux composites renforcés par des fibres végétales seront présentés en donnant des exemples d'utilisation de ces matériaux dans différents domaines.

## Introduction Générale

---

Le deuxième chapitre, présente les améliorations de la compatibilité charge-matrice et ses types, ainsi que l'effet du traitement chimique sur les fibres végétales en particulier la mercerisation.

Le troisième chapitre c'est la partie expérimentale, consacré à la description du matériel utilisé, le FTIR, et la machine d'essais mécaniques. Nous exposerons également le matériau utilisé dans cette étude et la technique du moulage sous vide, ainsi que les différentes techniques d'expérimentation d'élaboration de nos composites.

Dans le quatrième chapitre, les résultats obtenus à partir de différents tests réalisés (FTIR, tests mécaniques de traction et flexion trois points) seront présentés et discutés. Cela nous permettra d'analyser les différents résultats obtenus en comparant le travail publié.

Et à la fin on termine par une conclusion générale.

---

*Chapitre I*

*Généralités sur les matériaux  
composites*

---

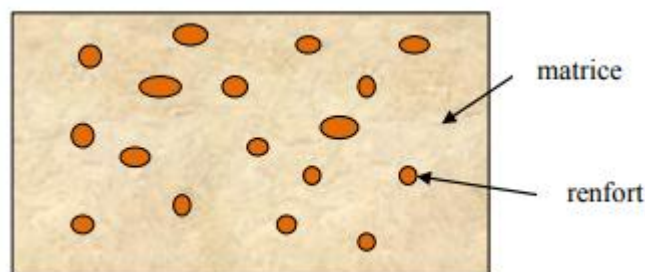
## I. 1. INTRODUCTION

Le développement de nouveaux matériaux est soumis aux besoins des utilisateurs (constructeurs). Ceux-ci veulent toujours des matériaux plus performants, plus économiques et qui durent plus longtemps. Les chercheurs sont le plus souvent amenés à optimiser les solutions déjà utilisées, mais dans certains cas, ils doivent complètement repenser le problème et envisager de " nouveaux matériaux ". En effet, on ne découvre plus de nouveaux matériaux, mais on crée plutôt des nouvelles associations de matériaux. L'un des résultats de cette association est l'aboutissement à un matériau composite, qui fait le sujet de notre étude.

## 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 [6]. 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.



**Figure I.1:** Matériau composite

### I. 2. 2. Caractéristiques générales

Un matériau composite consiste dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. Dans le cas de plusieurs phases discontinues de natures différentes, le composite est dit hybride. La phase discontinue est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue. La phase continue est appelée la matrice. La phase discontinue est appelée le renfort ou matériau renforçant.

En général, le renfort se présente sous forme de fibres continues ou discontinues. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de renforcer les propriétés mécaniques de la structure. La matrice assure quant à elle la cohésion entre les renforts de manière à répartir les sollicitations mécaniques.

C'est les matériaux composites à renfort fibre longue continue qui généralement utilisés dans l'industrie nautique, automobile, aéronautique et spatiale. Les pièces structurelles sont réalisées par empilement de nappes en optimisant les directions des renforts en fonction des charges qu'elles doivent subir. La nature de la résine ou du renfort est choisie en fonction de l'application finale visée.

Les propriétés mécaniques de l'interface entre fibres et matrice sont très importantes dans la réalisation d'une structure composite. En effet, il ne doit y avoir ni glissement ni séparation entre les différentes phases de la structure pour obtenir de bonnes caractéristiques mécaniques élastiques.

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

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

**Les principales caractéristiques des pièces fabriquées en matériaux composites sont :[7]**

- le gain de masse,
- la bonne tenue en fatigue (durée de vie augmentée),
- l'absence de corrosion,
- l'absence de plasticité (leur limite élastique correspond à la limite de rupture)
- le vieillissement sous l'action de l'humidité et de la chaleur,
- l'insensibilité à certains produits chimiques courants ( solvants, peinture, huiles, pétroles,...),
- tenue aux impacts et aux chocs très moyenne,
- très forte anisotropie.

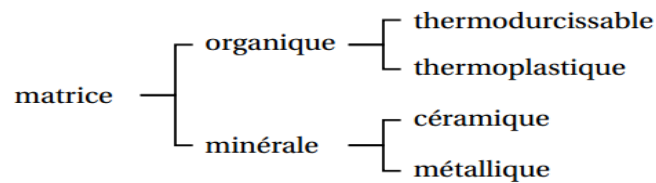
### **I. 3. CONSTITUANTS DES MATERIAUX COMPOSITES**

Un matériau composite pris au sens adopté dans notre travail est constitué d'une matrice et d'un renfort, constitué de fibres.

La matrice est elle-même composée d'une résine (polyester, époxyde, etc.) et de charges dont le but est d'améliorer les caractéristiques de la résine tout en diminuant le coût de production. D'un point de vue mécanique, l'ensemble résine charges se comporte comme un matériau homogène, et le composite est considéré comme constitué d'une matrice et d'un renfort.

### I. 3. 1. La matrice : [8]

Dans un grand nombre de cas, la matrice constituant le matériau composite est une *résine polymère*. Les résines polymères existent en grand nombre et chacune à un domaine particulier d'utilisation. Dans les applications où une tenue de la structure aux très hautes températures est requise, des matériaux composites à *matrice métallique, céramique* ou *carbone* sont utilisés. Dans le cas des matériaux en carbone des températures de 2200°C peuvent être atteints. La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la figure I. 2.



**Figure I.2 : Types de matrice**

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

Compte tenu de ces contraintes, les résines utilisées sont des polymères, modifiés par différents adjuvants et additifs : agents de démoulage, stabilisants, pigments, etc. Les résines sont livrées en solution, sous forme de polymères non réticulés en suspension dans des solvants qui empêchent le pontage entre les macromolécules prépolymérisées. Sous l'action de la chaleur, des liaisons se développent entre les chaînes du prépolymère pour constituer un polymère réticulé suivant une structure tridimensionnelle. Deux grandes familles de résines polymères existent : *les résines thermoplastiques* et *les résines thermodurcissables*.

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

**a) Résines thermodurcissables :**

Les résines thermodurcissables ont des propriétés mécaniques élevées. Ces résines ne peuvent être mises en forme qu'une seule fois. Elles sont en solution sous forme de polymère non réticulé en suspension dans des solvants. Les résines polyesters insaturées, les résines de condensation (phénoliques, amioplastes, furaniques) et les résines époxy sont des résines thermodurcissables. Les exemples de résines thermodurcissables classiquement rencontrées sont 914, 5208, 70, LY556.

Les matériaux les plus performants ont des caractéristiques mécaniques élevées et une masse volumique faible. Ces caractéristiques sont présentées dans le tableau I.1.

résines	$T_f(^{\circ}\text{C})$	$\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )	$\epsilon_t^R(\%)$	$\sigma_t^R$ (MPa)	$\sigma_c^R$ (MPa)	E (GPa)
polyesters	60 à 100	1 140	2 à 5	50 à 85	90 à 200	2,8 à 3,6
phénoliques	120	1 200	2,5	40	250	3 à 5
epoxydes	290	1 100 à 1 500	2 à 5	60 à 80	250	3 à 5

**tableau I.1 :** Caractéristiques des résines thermodurcissables

**b) Résines thermoplastiques :**

Les résines thermoplastiques ont des propriétés mécaniques faibles. Ces résines sont solides et nécessitent une transformation à très haute température. Les polychlorures de vinyle (PVC), les polyéthylènes, polypropylène, polystyrène, polycarbonate polyamide sont quelques exemples de ces résines thermoplastiques. Les résines thermoplastiques classiquement rencontrées sont PEEK, K3B.

De même que pour les résines thermodurcissables, les matériaux les plus performants ont des caractéristiques mécaniques élevées et une masse volumique faible : ces dernières sont présentées dans le tableau I.2.

résines	$T_f(^{\circ}\text{C})$	$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\epsilon_t^R(\%)$	$\sigma_t^R$ (MPa)	$\sigma_c^R$ (MPa)	E (GPa)
polyamide	65 à 100	1 140		60 à 85		1,2 à 2,5
polypropylène	900	1 200		20 à 35		1,1 à 1,4

**Tableau I.2 :** Caractéristiques des résines thermoplastiques

### I. 3. 2. Renforts :[8]

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

La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la figure I.3.

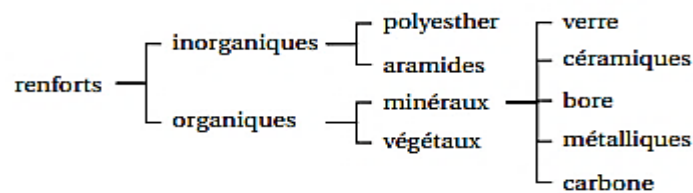


Figure I.3 : Types de renfort

## I. 4. TYPE DE MATERIAUX COMPOSITES :

Les composites peuvent être classés suivant la forme des composants ou suivant la nature des composants.[9]

### I. 4. 1. Classification suivant la forme des constituants

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.

#### *1.4.1.1. 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.

#### ***1.4.1.2. Composites à particules***

Un matériau composite est un composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée.

Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc. Dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques.

Le choix de l'association matrice-particules dépend des propriétés souhaitées. Par exemple, des inclusions de plomb dans des alliages de cuivre augmenteront leur facilité d'usinage. Des particules de métaux fragiles tels le tungstène, le chrome et le molybdène, incorporées dans des métaux ductiles, augmenteront leurs propriétés à températures élevées, tout en conservant le caractère ductile à température ambiante.

Les cermets sont également des exemples de composites métal-céramique à particules, adaptés à des utilisations à températures élevées. Par exemple, les cermets à base d'oxydes sont utilisés pour les outils de coupe à vitesse élevée, et pour les protections à hautes températures.

Également, des particules d'élastomère peuvent être incorporées dans des matrices polymères fragiles, de manière à améliorer leurs propriétés à la rupture et au choc, par diminution de la sensibilité à la fissuration.

Ainsi, les composites à particules recouvrent un domaine étendu dont le développement s'accroît sans cesse.

#### **I. 4. 2. Classification suivant la nature des constituants**

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

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

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

- ✓ Des fibres minérales : verre, carbone, etc.
- ✓ Des fibres organiques : Kevlar, polyamides, etc.
- ✓ Des fibres métalliques : bore, aluminium, etc.

***1.4.2.2. Composites à matrice métallique (alliages légers et ultra-légers d'aluminium, de magnésium, de titane), avec :***

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

***1.4.2.3. Composites à matrice minérale (céramique), avec :***

- ✓ Des fibres métalliques : bore,
- ✓ Des particules métalliques : cermets,
- ✓ Des particules minérales : carbures, nitrures, etc.

Les matériaux composites à matrice organique ne peuvent être utilisés que dans le domaine des températures ne dépassant pas 200 à 300 °C, alors que les matériaux composites à matrices métallique ou minérale sont utilisés au-delà jusqu'à 600 °C pour une matrice métallique, jusqu'à 1000 °C pour une matrice céramique.[10]

**I. 5. DOMAINES D'APPLICATION**

Les excellentes performances mécaniques des matériaux composites fibres résine en termes de caractéristiques spécifiques en font des matériaux attrayants pour l'utilisation dans les structures. En outre, l'intérêt de ces matériaux réside dans leur anisotropie aisément contrôlable par le concepteur qui peut ainsi ajuster la rigidité et la résistance en fonction des sollicitations extérieures. Ainsi l'immense avantage des matériaux composites est de pouvoir être optimisés pour chaque application : on peut placer le renfort exactement où il est nécessaire. Cette optimisation résulte en une grande performance de ces matériaux, qui sont souvent de loin les plus légers pour une résistance mécanique spécifiée. Cependant ils restent très chers à fabriquer ! D'où leurs domaines d'application :

- Électricité et électronique,
- Bâtiment et travaux publics,
- Transports routiers, ferroviaires, maritimes, aériens et spatiaux (notamment militaire),

- Santé (instrumentation médicale),
- Sports et loisirs (skis, raquette de tennis, planche à voile, surf, club de golf, aviron,...).

Ainsi on note que les matériaux composites sont surtout utilisés pour des applications où une haute performance est recherchée et où le prix n'est pas le facteur primordial.

## I. 6. MISE EN ŒUVRE DES COMPOSITES :

Pour la fabrication des composites, il existe plusieurs méthodes. On en présente ici quelques-unes avec leurs principes. Ces méthodes sont généralement faciles à exécuter et demandent un coût d'investissement faible en matériels.

### I. 6. 1. Moulage au contact :

C'est la méthode la plus simple qui demande le moins d'équipements. On utilise des moules en bois vernis, en métal, etc., sur lesquels on dépose successivement : un agent de démoulage, une couche de surface (optionnelle) et des couches successives de renforts imprégnés au rouleau d'une résine polymérisant à l'ambiante.

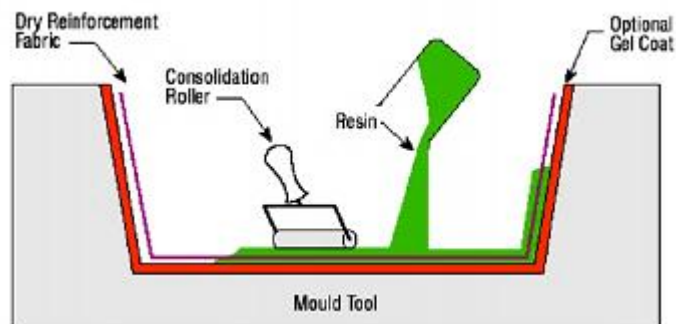


Figure I. 4: Moulage au contact [11]

### I. 6. 2. Moulage par projection :

Dans cette méthode, la résine et les fibres de renfort coupées sont projetées simultanément au moyen d'un pistolet sur une forme.

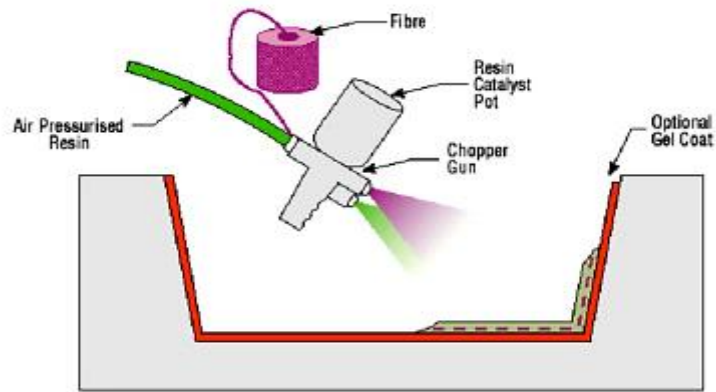


Figure I.5 : Méthode de projection simultanée [11]

### I. 6. 3. Moulage par compression :

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

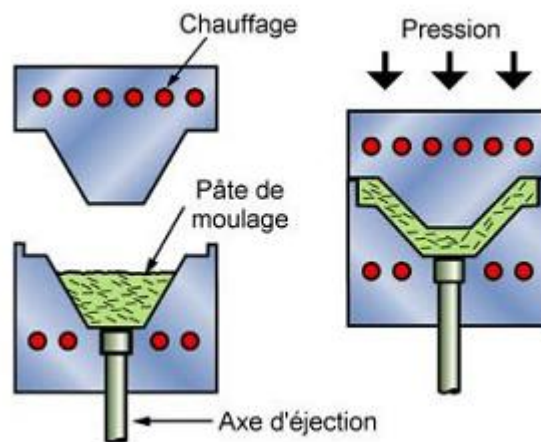
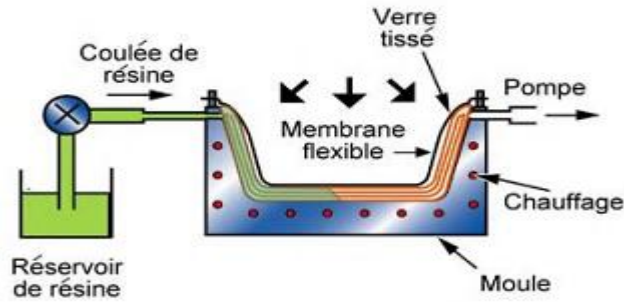


Figure 1.6 : Méthode de moulage par compression [12]

### I. 6. 4. Moulage sous vide :

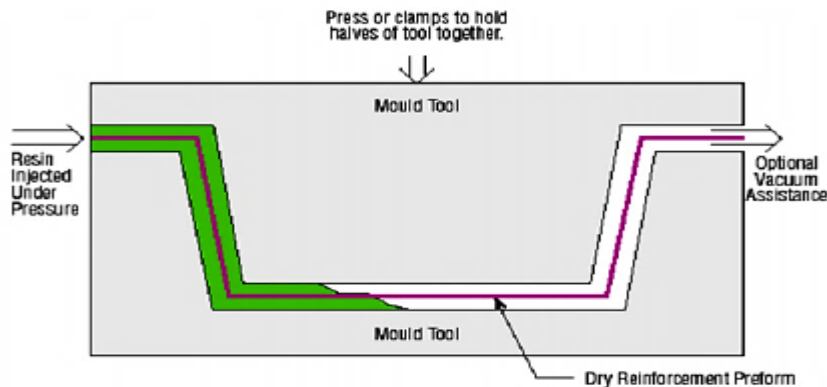
Les renforts fibreux sont placés à sec sur un film démoulant qui épouse les formes du moule. Une membrane souple joue le rôle de contre-moule et assure l'étanchéité. Le vide créé permet à la résine de se diffuser dans les renforts fibreux et cavités. Cette méthode pourrait être combinée avec un système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



**Figure I.7 :** Méthode du moulage sous vide [12]

### I. 6. 5. Moulage par transfert de résine (RTM- Resin Transfert Molding) :

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



**Figure I.8 :** Principe du moulage par injection de résine [11]

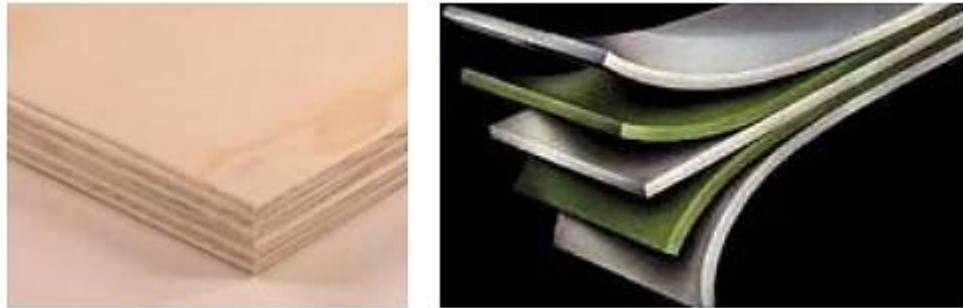
## I. 7. ARCHITECTURE DES MATERIAUX COMPOSITES :

La structure des matériaux composites est très variée. Les renforts peuvent être sous forme de mâts, de fibres courtes, de fibres longues ou de tissés. Les fibres peuvent être disposées en uni-direction, multi-directions ou aléatoire.

Pour les structures plus complexes, les composites sont composés de plusieurs couches différentes.

### I. 7. 1. Les stratifiés :

Les stratifiés sont constitués de couches composites successives appelées plis. Ces plis composites peuvent être de même renfort et orientés dans des directions différentes, ou de renforts différents dans le cas d'un stratifié hybride.



**Figure I.9 :** Exemples de stratifiés [13]

En général, le renfort de chaque pli du stratifié se caractérise par sa nature (carbon, lin, verre, etc.) et sa présentation (fils, mat, tissu). Les architectures de stratifiés en termes de disposition des couches sont aussi très variées (orientation des renforts, empilement symétrique ou antisymétrique, répétition de séquence, etc.). Le choix de renfort et d'architecture du stratifié dépendra donc de l'utilisation du matériau composite en l'adaptant au mieux au champ des contraintes imposé [6]:

- Les couches unidirectionnelles ont de bonnes performances mécaniques dans la direction des fibres.
- Les mats sont peu résistants en traction et devront être réservés aux zones comprimées.
- Une stratification croisée sera sensible au délaminage inter laminaire.
- Une stratification avec moins trois directions de fibres sera nécessaire pour avoir un pseudo-isotropie dans le plan du stratifié.

Les stratifiés hybrides permettent d'avoir de meilleures performances en utilisant au mieux les propriétés des diverses fibres disponibles.

### I. 7. 2. Composites sandwiches :

Le principe de la technique sandwich consiste à appliquer sur une âme (constituée d'un matériau ou d'une structure légère possédant de bonnes propriétés en compression) deux peaux (possédant de bonnes caractéristiques en traction). L'objectif d'un tel procédé est de constituer une structure permettant de concilier légèreté et rigidité. Il faut que l'épaisseur de l'âme soit très élevée par rapport à celle des peaux.

Généralement, le choix de matériaux est fait afin d'avoir une masse minimale en tenant compte ensuite des conditions d'utilisation (conditions thermiques, corrosion, prix, etc.).

Les types d'âmes sont : âmes pleines (en bois cellulaire, diverses mousses cellulaires, mousses syntactiques, etc.) âmes creuses (alliages métalliques légers, papier kraft, papier polyamide, etc.), âmes mixtes. Les peaux sont le plus souvent des stratifiés (verre, carbone, kevlar, etc.) ou des feuilles en alliages légers [6].



Figure I.10 : Matériau sandwich

## I. 8. LES COMPOSITES A FIBRES NATURELLES [14]

Les fibres naturelles ainsi que leurs composites trouvent une large gamme d'applications dans différents domaines tels que l'industrie automobile et le bâtiment.

Les tendances actuelles d'utilisation des fibres naturelles et leurs parts de marché correspondantes sont résumées dans le Tableau. I.3.

Domaine d'application	Part de marché
Bâtiment	30%
L'industrie automobile	25%
Équipements industriels	10%
Electronique	9%
Sport	8%
La construction navale et l'industrie de l'acier	6%
Génie électrique	6%
Industries de l'aviation et l'espace	3%
Médecine	1%
Chemins de fer	1%
Les éoliennes	1%

Tableau. I. 3. Domaines d'applications et parts de marché des composites à fibres naturelles[29]

Grâce à leurs propriétés particulières et leurs applications polyvalentes, la demande en matière de composites à renfort naturel est croissante. Les pays de l'UE affichent une augmentation d'utilisation de matières premières végétales pour la production de composites à fibres naturelles (CFN). Le Tableau. I.4 donne des estimations de la consommation de ces matériaux pour différentes méthodes de mise en œuvre et pour différents secteurs dans l'union européenne.

Composites à renfort naturels	Consommation (t)
CFN biodégradables (essentiellement d'emballage)	>80.000
CFN pour usage permanent	>60.000
CFN moulage par compression dans l'industrie automobile	>40.000
Moulage par compression de fibres de bois dans l'industrie automobile	>50.000
Moulage par compression de fibres de coton	>100.000
Moulage par injection et extrusion de fibres de bois (construction, meubles, automobiles)	>120.000
Moulage par injection et extrusion de fibres naturelles	>5.000
<b>Total des produits en CFN</b>	<b>&gt;450.000</b>

**Tableau. I.4.** Consommation de bioplastiques dans l'union européenne en 2009[18]

### I. 8. 1. Les fibres naturelles

Les fibres naturelles sont classées généralement en fonction de leurs origines : animale, végétale et minérale. Les fibres d'origine végétale sont constituées majoritairement de cellulose et possèdent des propriétés mécaniques supérieures à celles d'origine animale. Ces dernières, telles que la laine et la soie, sont largement utilisées dans le domaine du textile.

### I. 8. 2. Les fibres végétales :

Les fibres d'origines végétales peuvent être classées en sous familles selon d'où elles ont été extraites ; graines, fruits, écorce, feuilles, bois, tiges ou canne (Tableau. I.5, Tableau. I.6).

Origine	Provenance	Exemples
Végétale	Graines	Cotton, kapok, Asclépiade
	Fruits	Noix de coco
	Ecorces	Lin, chanvre, jute, ramie, kénaf.
	Feuilles	Sisal, henequen, abaca, Ananas
	Bois	
	Tiges	Blé, maïs, orge, seigle, avoine, riz
	Cannes et roseaux	Bambou, bagasse, alfa, roseau
Animale	Laine/poil	Laine, poils, Cachemire
	Vers à soie	Soie de tussah, soie de mûrier
Minérale		Amiante, Wollastonite

Tableau. I.5. Classification et exemples de fibres naturelles [14]

Fibre	Production mondiale (1000 t)	Source
Bambou	10.000	Tige
Coton	18.450	Fruit
Jute	2.300	Tige
Kénaf	970	Tige
Lin	830	Tige
Sisal	378	Feuille
Chanvre	214	Tige
Coco	100	Fruit
Abaca	70	Feuille

Tableau. I.6. Production mondiale des plus importantes fibres naturelles et leurs sources [8]

Les fibres naturelles ont réussi à acquérir un intérêt croissant en tant que renfort dans les composites. Cela est dû à leurs propriétés mécaniques, leurs densités particulièrement faibles et les coûts de production bas. Les rendements de plantes en fibres sont assez hauts. Le prix de la main d'œuvre est relativement bon marché dans les pays de culture des plantes sources qui peuvent être dans certains cas récoltées plusieurs fois dans l'année. Le coût d'obtention de fibres naturelles est trois fois inférieur à celui des fibres de verre, quatre fois plus faible que les fibres d'aramide, et cinq fois inférieur au coût de fibres de carbone [30]

Comparées aux fibres classiquement utilisées dans le renforcement des composites, telles que les fibres de verre, les fibres naturelles possèdent des propriétés mécaniques plus faibles (Tableau. I.7). Cependant, ces fibres ont des densités moins élevées, et donc des rapports spécifiques propriétés/densité comparables aux fibres de verre.

De telles propriétés peuvent toujours convenir pour des applications où les niveaux de sollicitations sont limités et où le souci de légèreté combiné à un grain des coûts sont recherchés. De plus, l'utilisation de ces fibres dans des matériaux composites, surtout à matrices thermoplastiques, présente un atout écologique.

Fibre	Densité (g.cm-3)	Diamètre (µm)	Limite de traction (MPa)	Module d'Young (GPa)	Allongement (%)
Lin	1.5	40-600	345-1500	27.6	2.7-3.2
Chanvre	1.47	10-100	650-900	30-70	1.6
Jute	1.3-1.49	25-200	393-800	13-26.5	1.16-1.5
Sisal	1.45	50-200	468-700	9.4-22	3-7
Glass fibre	2.55	17	3400	73	2.5
Carbone	1.78	5-7	3400a-4800b	240b-425a	1.4-1.8

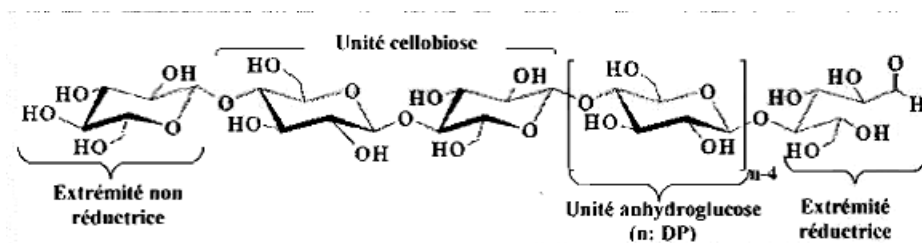
**Tableau. I.7.** Propriétés physiques et mécaniques de quelques fibres naturelles comparées aux fibres de verre et aux fibres de carbone [8]

### I.8.2.1. Structure et composition chimique [15]

D'un point de vue structurel, les fibres lignocellulosiques sont composées d'une matrice, constituée principalement d'hémicelluloses et de lignine, renforcée par des fibrilles de cellulose .

#### ➤ Cellulose

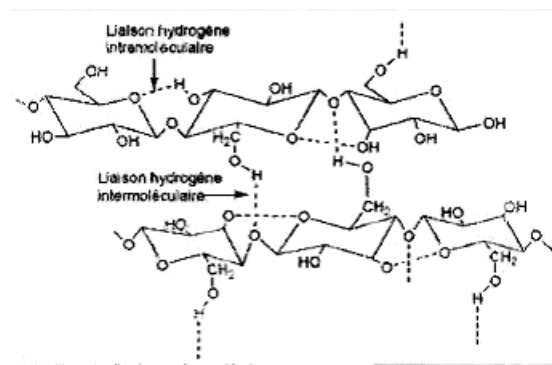
La cellulose est pondéralement et structurellement l'élément constitutif majeur des fibres végétales. La détermination de sa formule exacte date de 1913. Après de nombreuses études portant sur la structure du glucose et du cellobiose et la dégradation chimique partielle de la cellulose et ses dérivés, il a été prouvé que la cellulose a une structure polymérique constituée d'enchaînement de monomères cellobioses liés par des liaisons  $\alpha$ -(1,4) (Figure 1. 2). Cet homopolymère est caractérisé par un grand poids moléculaire avec un degré de polymérisation qui peut dépasser 36000 dans le cas de la cellulose extraite du lin.



**Figure 1.11.** Structure chimique de la cellulose.

Les chaînes de cellulose sont liées par des ponts hydrogènes intra- et intermoléculaires (Figure 1.3) et des liaisons de type Van der Waals. L'association de

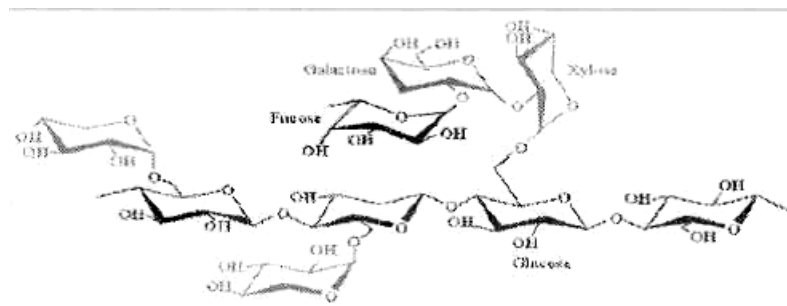
nombreuses macromolécules de cellulose permet la formation de fibrilles élémentaires ; une fibrille élémentaire est constituée en moyenne de 36 chaînes; ces fibrilles élémentaires s'assemblent en micro fibrilles et favorisent l'établissement d'une structure microcristalline . Cette structure fibrillaire condensée est à l'origine des caractéristiques remarquables de la cellulose.



**Figure 1.12 :** Liaisons hydrogènes intra- et intermoléculaires dans la cellulose.

#### ➤ *Hémicelluloses*

Les hémicelluloses sont des polysaccharides complexes de faible poids moléculaire (degré de polymérisation moyen de 150), très hydrophiles et solubles en milieu alcalin. Leur squelette est composé de résidus  $\beta$ -(1,4)-D-pyranose, où l'O-4 est en position équatoriale (Figure 1.4). Les pyranoses peuvent être des glucoses, mannoses ou xylooses. Ces unités répétitives présentent de multiples possibilités d'associations et de branchements .

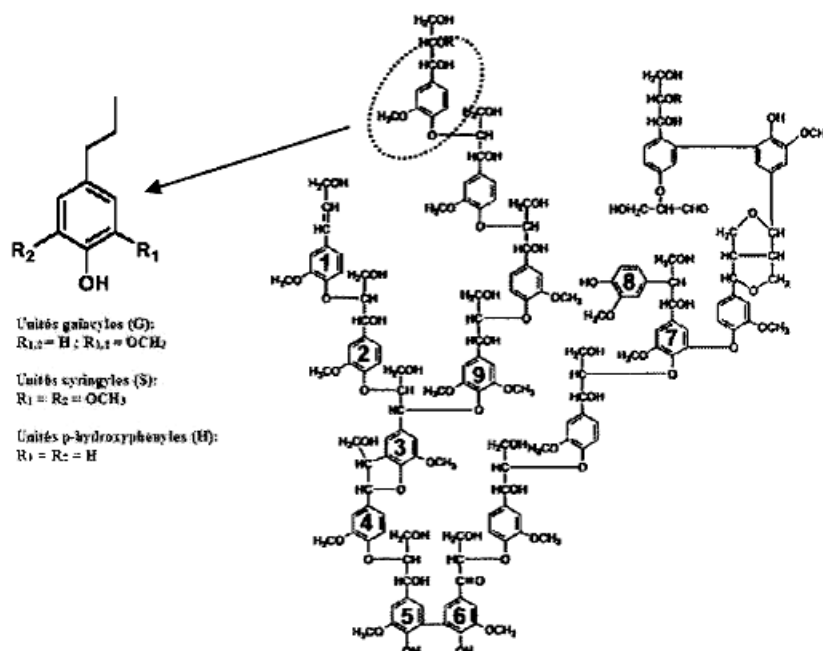


**Figure 1.13 :** Structure chimique d'une classe des hémicelluloses .

#### ➤ *Lignine*

La lignine est une macromolécule fortement hétérogène, biosynthétisée à partir de trois alcools phénoliques (syringyle, guaiacyle et p-hydroxyphényle). Ces unités peuvent s'assembler de multiples façons par des liaisons oxygène-carbone ou carbone-carbone formant ainsi une structure tridimensionnelle très ramifiée (Figure 1.5). La lignine est de nature

thermoplastique (température de ramollissement  $\sim 90\text{ }^{\circ}\text{C}$  et écoulement à  $\sim 170\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) et présente une faible affinité avec l'eau .



**Figure 1.14 :** Structure chimique des lignines. Les différents types de liaisons retrouvés dans les lignines sont représentés par les couples (1,2) et (9,3) : a-,b-O-4 benzyl-aryl-etalkyl-aryl-éthers; (3,4): b-5 phénylcoumarane; (5,6): 5-5' biphényle; (7,8): b-ldiarylpropane. Les motifs du type (1,2) et (9,3) sont prédominants (environ 40 à 50% dutotal des liaisons) .

La composition chimique et la morphologie microstructurale des fibres lignocellulosiques sont extrêmement complexes à cause de l'organisation hiérarchique des différents constituants présents à différents pourcentages. La composition chimique dépend de la nature de la fibre, des conditions de croissance, des conditions climatiques, de l'âge de la fibre . Le Tableau.1.8 présente la composition chimique de différentes fibres cellulosiques (pourcentage par rapport à la masse sèche de la fibre).

Fibre	Cellulose (%)	Hémicelluloses (%)	Lignine (%)	Pectines (%)	Cires (%)	Cendres (%)
Lin	64.1-85	3.7-16.7	2-6.2	1.8-2.3	1.7	1-1.4
Cotton	82.7-90	1-5.7	0.7-1.6	<1	0.6	0.8-1
Chanvre	57-78.3	4.15-17	2.9-13	0.9	0.8	0.53-0.82
Bois des résineux	45-50	25-30	25-35	-	-	0.2-0.5
Bois des feuillus	40-50	21-36	18-30	-	-	0.4-0.8
Bambou	42.3-49.1	24.1-27.7	23.8-26.1	-	-	1.3-2
Bagasse	40-46	24.5-29	12.5-20	-	-	1.5-2.4
Jute	61-71.5	12-20.4	11.8-13	0.2	0.5	2
Kenaf	51-59	21.5	15-19	-	-	5

**Tableau 1.8** Composition chimique des fibres végétales .

A l'échelle macroscopique, les fibres cellulosiques ont toutes une paroi cellulaire composée de plusieurs couches. Cependant uniquement trois d'entre elles ont été identifiées par microscopie électronique, à savoir, la lamelle moyenne et deux parois concentriques, primaire et secondaire. La paroi secondaire est elle-même constituée de trois couches S1, S2 et S3 (voir Figure 1.15). Chaque couche de la paroi cellulaire est constituée d'une variété de polymères de structures différentes. La lamelle moyenne est constituée principalement de la lignine. La paroi primaire est une couche mince d'une épaisseur comprise entre 0,1 et 1  $\mu\text{m}$ , formée par réseau irrégulier de micro fibrilles. La couche intermédiaire de la paroi secondaire (S2) constitue la partie principale de la paroi cellulaire et commande ainsi les propriétés mécaniques de la fibre.

En plus de la cellulose, les hémicelluloses et la lignine, la composition chimique des fibres inclut également de la matière inorganique, présente en faible proportion par rapport à la masse sèche, l'eau, l'air, des protéines, des pectines, des cires, des graisses, des résines et parfois des gommes. A l'exception des protéines et certains extractibles, ces substances sont localisées dans le lumen ou sur la surface de la fibre sous forme d'inclusions ou de dépôts et ne sont donc pas considérées comme des composants moléculaires intrinsèques.

De ce qui précède, on déduit que la fibre elle-même peut être décrite comme un composite laminé.

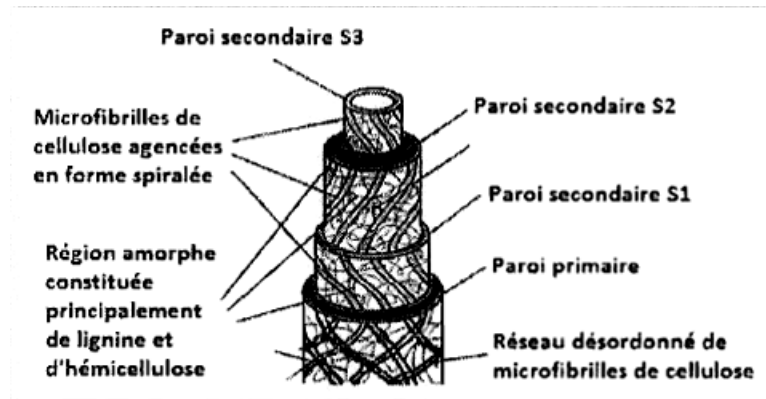


Figure 1.15 Structure de la paroi cellulaire de la fibre végétale .

### I.8.2.2. Caractéristiques et propriétés des fibres cellulosiques [14]

#### ➤ *Hygroscopie*

Les fibres lignocellulosiques sont de nature hygroscopique imposée par la présence des groupements hydroxyles des polymères organiques de la paroi cellulaire. Les hémicelluloses sont les principaux responsables de l'hygroscopie des fibres, en raison de leurs courtes chaînes ramifiées, de leur structure ouverte et de leur emplacement à la surface de micro fibrilles, augmentant ainsi la disponibilité des groupements OH. Bien que la cellulose soit riche en OH, la présence de liaisons inter et intramoléculaires à l'intérieur des micro fibrilles empêche l'absorption de l'humidité dans les zones cristallines de la cellulose. Quant à la lignine, elle a un caractère hydrophobe .

La présence des groupements hydroxyles libres et des molécules d'eau, en particulier dans les régions amorphes, réduit l'affinité des fibres pour les polymères hydrophobes donnant naissance à une zone interfaciale fragile et sensible aux sollicitations mécaniques. En outre, l'eau peut s'évaporer au cours du procédé de mise en œuvre des composites, créant ainsi une structure poreuse sensible aux climats humides ; milieu favorable pour un vieillissement accéléré des composites .

#### ➤ *Résistance mécanique des fibres végétales*

Les fibres cellulosiques peuvent concurrencer les fibres synthétiques en termes de résistance aux sollicitations mécaniques. Cette propriété varie significativement en fonction de la morphologie des fibres, de leur composition chimique, de leur cristallinité, du degré de polymérisation de la cellulose ainsi que la méthode d'extraction des fibres. Une relation empirique entre la teneur en cellulose, les dimensions des cellules et l'angle des micro fibrilles a été proposée par Mukherjee et Satyanaryana. Le Tableau 1.9 présente les propriétés

physiques et mécaniques des fibres naturelles généralement utilisées pour renforcer les composites à matrice polymérique.

Il est à noter que la comparaison des propriétés mécaniques des fibres végétales provenant de sources différentes doit être menée avec certaines précautions, en raison de l'existence de différents tests mécaniques et même de différentes méthodes d'essai de traction applicables aux fibres individuelles. Toutefois, la terminologie incohérente reste le principal problème.

De nombreuses études ont signalé une grande variabilité des propriétés mécaniques des fibres issues de la même espèce. Ce phénomène peut être lié à la variation naturelle et aux facteurs techniques (procédé d'extraction, méthode de mesure ... ). Cette variation demeure une préoccupation cruciale des industries utilisatrices des fibres végétales.

Fibre	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Longueur (mm)	Diamètre (µm)	Taux d'humidité (%)	Module de Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)	Résistance à la traction (MPa)
Coton	1.5-1.6	10-40	10-30	8-25	5.5-12.6	7-8	287-597
Lin	1.4-1.5	9-70	12-177	1.2-8	45-100	2.7-3.2	345-1100
Chanvre	1.5	5-55	5-51	1.2-6.2	70	1.6	690
Jute	1.3-1.46	2-5	40-350	12.5-13.7	27.6	1.5-1.8	393-773
Ramie	1.5	60-250	50	12-17	61.4-128	3.6-3.8	400-938
Kenaf	1.45	2-6	-	6.2-12	53	1.6	930
Sisal	1.33-1.5	1-8	100-300	11	9.4-22	2-2.5	511-635
Bois résineux	1.5	-	-	-	40	4.4	1000
Fibre de verre (E)	2.5-2.55	-	<17	-	70	2.5-3.4	2000-3500
Aramide	1.44	-	11.9	-	63-67	2.5-3.7	3000-3150
Fibre de carbone	1.82	-	8.2	-	-	1.3	2550

**Tableau 1.9** Propriétés physiques et mécaniques de fibres naturelles et synthétiques .

#### ➤ *Stabilité thermique des fibres cellulosiques*

Le traitement thermique des fibres naturelles conduit à de multiples changements physiques et chimiques. En raison de leur structure chimique, chacune des trois composantes (cellulose, hémicelluloses et lignine) réagit différemment au cours du processus de dégradation thermique. La microstructure et la nature tridimensionnelle des fibres naturelles sont variables, influençant leur comportement au cours de la combustion.

La fibre naturelle commence à se dégrader à environ 240 °C. La lignine, en particulier la pro to lignine à faible poids moléculaire, se dégrade en premier avec une cinétique plus lente que les autres constituants. Ce processus a été décrit par Shukry et Girgis . Gassan et

Bledzki ont étudié le processus de dégradation thermique des fibres de jute et de lin et ont constaté qu'à des températures inférieures à 170 °C, les propriétés des fibres ont été légèrement modifiées, tandis qu'à des températures supérieures à 170 °C, une baisse importante de la ténacité et un degré élevé de dégradation ont été observés .

La dégradation thermique des fibres naturelles est un processus en deux étapes :

- Le processus de dégradation à faible température (80-180 °C), associé à la dégradation de la lignine ;
- Le processus de dégradation à haute température (280-380 °C), dû à la dégradation de la cellulose.

La stabilité thermique limitée des fibres naturelles est l'un des inconvénients majeurs, principalement dans le cas de leur utilisation dans les composites. De nombreuses études ont montré que la modification chimique des fibres cellulosiques peut améliorer leur stabilité thermique. La dégradation thermique des fibres végétales modifiées et non modifiées a été largement étudiée par Tinh et al. et John et Anandjiwala .

L'étude et la compréhension du processus de décomposition thermique des fibres naturelles sont d'une importance majeure. En effet, cette connaissance permettra une meilleure conception des processus de fabrication des composites. A titre illustratif, l'analyse de la cinétique de dégradation est indispensable pour la détermination des températures de cuisson dans le cas des élastomères et des thermodurcissables et des températures d'extrusion dans le cas des composites à matrice thermoplastique .

#### ➤ *Biodégradation et photo-dégradation des fibres naturelles*

Les fibres lignocellulosiques sont biodégradables par des enzymes très spécifiques capables d'hydrolyser la cellulose et les hémicelluloses présents dans la paroi cellulaire.

En contact avec les rayons UV, les fibres lignocellulosiques subissent une dégradation photochimique. La photo-dégradation se déroule principalement au niveau de la lignine qui est responsable du changement de couleur. Ainsi, la surface devient plus riche en cellulose.

La résistance à la photo dégradation et à la biodégradation peut être améliorée par modification chimique de la fibre naturelle .

## **I. 9. Etat de l'art sur les fibres de l'étude**

Le jute, fibre d'or en plein essor. Naturelle, révolutionnaire et à haute valeur ajoutée, la fibre de jute fait rêver. Surnommée "fibre d'or" et déjà bien installée dans la fabrication des

emballages et du géotextile, elle fait progressivement son apparition dans l'univers des éco-matériaux, comme alternative à la fibre de verre

### **I.9.1. La fibre de jute :**

Le jute (*Corchorus*) est une plante des régions tropicales appartenant à la famille des liliacées. La tige atteint une hauteur de 4 à 6 m avec un diamètre d'environ 3 cm. Le jute pousse essentiellement au Bangladesh, qui détient un quasi-monopole de son commerce. Les fibres de jute sont très courtes. Elles sont principalement utilisées pour des sacs de transport pour des produits agricoles [16].



**Figure 1.16 :** Jute et fibres de jute

### **I.9.2. Pourquoi la fibre de jute ?**

Les principaux types de fibres naturelles utilisés dans les matériaux composites sont le lin, le chanvre, le jute, le kénaf et le sisal en raison de leurs propriétés et de leur disponibilité. L'utilisation de fibres de jute pour les composites présente de nombreux avantages. Tout d'abord, a des caractéristiques de bois comme c'est une fibre libérienne. Le jute a des propriétés spécifiques élevées, une faible densité, un comportement moins abrasif à l'équipement de traitement, une bonne stabilité dimensionnelle et une innocuité.

Le jute est renouvelable, polyvalent, non abrasif, poreux, hygroscopique, viscoélastique, biodégradable, combustible et réactif. La fibre a un rapport d'aspect élevé, un rapport résistance / poids élevé et de bonnes propriétés d'isolation.

Le textile de jute est un produit respectueux de l'environnement à faible coût et est abondamment disponible, facile à transporter. Les produits de jute biodégradables et à bas prix fusionnent avec le sol après avoir servi à nourrir le sol. Étant fait de cellulose, à la combustion, le jute ne génère pas de gaz toxiques. Certains pourraient considérer une partie de ces propriétés comme des inconvénients, tels que biodégradables et combustibles, mais ces caractéristiques fournissent un moyen d'élimination prévisible et programmable difficile à atteindre avec d'autres ressources.

**I.9.3. Résistance de jute comme matériau de renfort pour le composite[17] :**

- Le jute est biodégradable et réapprovisionne les nutriments de la terre.
- Le jute ne présente aucune menace pour l'environnement car il n'émet pas de gaz toxiques ni de produits chimiques nocifs.
- Le jute ne causera pas de problèmes comme les matières synthétiques dans les cycles de gestion des déchets en émettant des gaz dangereux lors de l'incinération des sites d'enfouissement.
- Le jute rend le composite solide et durable, dont la manipulation est plus facile.
- Disponibilité abondante de fibre de jute.

**I.9.4. Faiblesse du jute en tant que matériau de renfort pour composite [17] :**

- État humide, généralement plus de 60% d'humidité peut réduire la résistance à la traction de la fibre de jute
- Le contact acide ou l'atmosphère peut réduire le lustre ainsi que la résistance à la traction.
- Les liaisons de pectine et de lignine héritées dans le jute brut peuvent pourrir ou dégrader la qualité de la fibre de jute. Cependant, cette faiblesse peut être surmontée par un rouissage, un lavage, un processus de séchage et une modification de la fibre de jute.

**I.9.5. Utilisation de l'usine de jute pour fabriquer des composites comme substitut du bois [18] :**

Le schéma ci-dessous donne des voies de traitement possibles qui conduisent aux produits composites pouvant provenir de chaque fraction de la plante de jute. La plante entière (feuilles, bouillon, moelle, racines) peut être utilisée directement pour produire des composites structuraux et non structuraux et peut être utilisée en combinaison avec des thermoplastiques pour produire des pellets qui peuvent être extrudés en une grande variété de produits. En utilisant toute la plante, des processus tels que le rouissage, la séparation des fibres, la purification des fractions, etc. peuvent être éliminés, ce qui augmente le rendement total du matériel végétal et réduit les coûts associés à l'isolement de la fraction. La plante peut être fractionnée en types de fibres et chaque type utilisé pour différents composites. En utilisant le sous-produit du procédé d'isolation à fibres longues, par exemple, le coût global de l'utilisation de fibres longues est réduit.

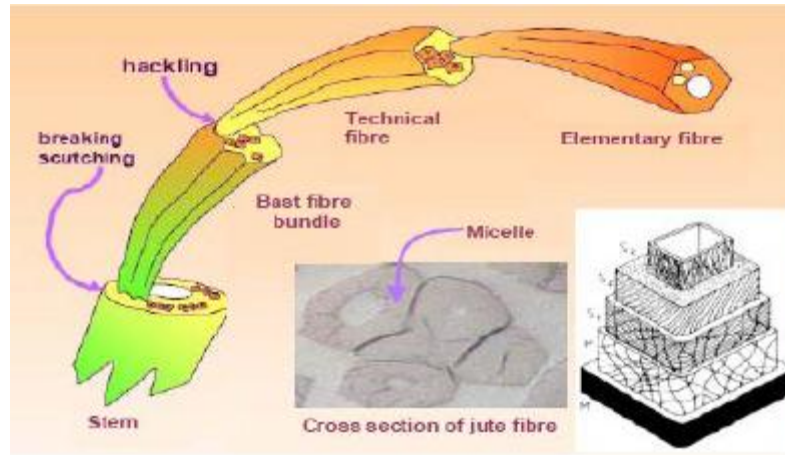


Figure I.17. Structure de fibre de jute [17]

Les Composants	%
Cellulose	60 – 62
Hémicellulose	22 – 24
Lignine	12 – 14
Autres	1 – 2

Tableau 10. Composition chimique de la fibre de jute [17]

La fibre de jute possède une résistance spécifique et une rigidité modérément élevée. Par conséquent, il convient comme renforcement dans une matrice de résine polymère. Cependant, il présente une variation considérable du diamètre avec la longueur des filaments individuels. Les propriétés de la fibre dépendent de facteurs tels que la taille, la maturité et les méthodes de traitement adoptées pour l'extraction de la fibre. Les propriétés telles que la densité, la résistivité électrique, la résistance à la traction et le module initial sont liées à la structure interne et à la composition chimique de la fibre.

**Caractéristiques de Jute :**

Propriété	Jute
Longueur de cellule ultime, L (mm)	0.8 à 6.0
largeur de cellule ultime, B (mm)	10 à 25 $\mu\text{m}$
rapport longueur / largeur (L / B)	110
Finesse (denier)	15 à 35
ténacité (gm / denier)	3 à 5
allongement à la rupture (%)	1.0 à 1.8
densité (g / cc)	1.46
degré de cristallinité (rayons X)	55 à 60%
angle d'orientation (rayons X)	7 à 9°
module initial	17 à 30 N/tex
rigidité à la flexion (dynes.cm)	3.0 à 5.0
Récupération de l'humidité (%) à 65% R.H	12.5
Récupération de l'humidité (%) à 100% R.H	36

**I.9.6. Quelques applications de Jute Composite :****→ Tapis de jute [17] :**

Le tapis de jute est un exemple de composite de fibres de jute non tissé. Le matériau est composé de fibres de jute, de résine et d'une petite quantité de fibres synthétiques. Le processus de fabrication crée de l'amat qui peut ensuite être moulé dans des formes créatives, comme un panneau de porte de voiture. Le résultat est une composante légère mais forte.

Utilisations: - Les fabricants pourraient envisager d'utiliser un tapis composite en fibres de jute pour les produits qui requièrent les caractéristiques du bois, mais dont la forme ne peut être fabriquée avec un produit en bois standard. Les fabricants peuvent utiliser les tapis dans leur processus de moulage. La chaleur et la pression fixent la lignine et les résines dans le tapis, ce qui donne une forme dure et légère. Les produits typiques fabriqués à partir de composite de fibres de jute sont des peaux de porte moulées, des garnitures intérieures d'automobiles et des moulures architecturales. Le tapis lui-même (avant tout processus de moulage) a également été utilisé des produits de jardinage pour maintenir les graines en place, empêcher les mauvaises herbes et ajouter de l'engrais à libération lente aux semis.

**I.10.Conclusion :**

Les matériaux composites disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels : légèreté, résistance mécanique et chimique, maintenance réduite, liberté de formes. Ils permettent d'augmenter la durée de vie de certains équipements grâce à leurs propriétés mécaniques et chimiques. Ils contribuent au renforcement de la sécurité grâce à une meilleure tenue aux chocs et au feu. Ils offrent une meilleure isolation thermique ou phonique et, pour certains d'entre eux, une bonne isolation électrique. Ils enrichissent aussi les possibilités de conception en permettant d'alléger des structures et de réaliser des formes complexes, aptes à remplir plusieurs fonctions. Dans chacun des marchés d'application (automobile, bâtiment, électricité, équipements industriels, ...), ces performances remarquables sont à l'origine de solutions technologiques innovantes.

Les matériaux composites offrent aux industriels des possibilités nouvelles d'associer fonction, forme et matériaux, au sein de réalisations des matériaux et systèmes de plus en plus performants et de mieux satisfaire des besoins parfois contradictoires (poids, fonctions...) auxquels les matériaux homogènes classiques répondent difficilement.

---

*Chapitre II*

*Amélioration de la*

*compatibilité charge - Matrice*

---

## II. 1. INTRODUCTION :

La combinaison entre deux matériaux différents (matrice et renfort) donne naissance à une interface, qui est une zone essentiellement à deux dimensions. Au niveau de cette zone les paramètres importants tels que la structure cristalline, le module d'élasticité, la densité, le coefficient de dilatation thermique diffèrent d'une face à l'autre [19]. L'interface joue un rôle essentiel dans la détermination des propriétés mécaniques des composites vu que le transfert de contrainte se produit à l'interface matrice-fibre. De ce fait, de nombreuses recherches ont été menées afin de comprendre la liaison inter faciale et d'évaluer son effet sur le comportement mécanique des composites. A cet égard, différentes méthodes sont utilisées pour évaluer l'interface dans le but d'obtenir une bonne adhésion fibre-matrice.

D'une manière générale, la liaison entre un polymère et une surface solide (fibre) peut être assurée par trois types de liaisons inter faciales : mécanique, physique et chimique. Ces interactions peuvent être évaluées par des techniques d'analyse telles que la nano indentation, les tests nano-rayures et la microscopie à force atomique [19, 20, 21].

### ➤ *Liaison mécanique*

La liaison mécanique est assurée par un accrochage du polymère au niveau des pores et des irrégularités de la surface des fibres après durcissement du polymère.

L'accrochage mécanique est ainsi amélioré en augmentant la porosité et/ou la rugosité de la surface. Il est à noter que la rugosité n'est un facteur positif que si la fibre est parfaitement mouillée par le polymère liquide. En effet, si le liquide ne peut pas pénétrer dans les aspérités de la fibre, le durcissement de la résine sera accompagné par la formation de cavités inter faciales qui sont susceptibles d'initier la défaillance de la liaison inter faciale[21, 22].

### ➤ *Liaison physique (attraction électronique)*

La cohésion entre deux matériaux est assurée par des forces de liaison qui sont divisées en deux grandes catégories : liaison chimique (force à courte portée) et liaison physique ou intermoléculaire (force à longue portée). L'énergie de ces liaisons est en grande partie fonction de la distance séparant les deux matériaux [23, 24].

Il existe plusieurs interactions intermoléculaires, appelées communément forces de Vander Waals et liaisons hydrogènes [25].

### ➤ *Liaison chimique*

La fibre et la matrice peuvent être liées également par des liaisons covalentes hautement énergétiques. Les groupements chimiques qui donnent lieu à de telles liaisons sont

rarement présents à la surface du matériau à l'état natif, mais ils doivent être créés par un traitement chimique [22].

## 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 interfacial 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.

## II. 3. MODIFICATION DE LA FIBRE [26]

En raison de la faible compatibilité entre les fibres ligno cellulosiques et les matrices, il est essentiel de traiter la fibre (et/ou la matrice). Les différents traitements pouvant être appliqués sont généralement classés en deux catégories : physiques et chimiques.

### II. 3. 1. Les traitements physiques

#### *II.3.1.1. Traitement plasma*

Un des traitements physiques utilisés pour l'amélioration des propriétés interfaciales fibre naturelle/matrice polymère est le traitement plasma. Pendant le traitement plasma, le substrat est bombardé par des particules de haute énergie se déplaçant dans le flux de plasma.

En conséquence, les propriétés de surface telles que la rugosité, la mouillabilité et la chimie de surface du substrat peut être modifiée sans avoir recours à des produits chimiques ou des solvants [21].

Généralement, les traitements plasma modifie la surface des fibres naturelles par altération ou élimination des couches de surface faiblement attachée et la formation de nouveaux groupes fonctionnels (fonctionnalisation et réticulation) [42]. Selon le type et la nature des gaz utilisés, différentes modifications de surface pourront être introduites [36]. Des réticulations de surface peuvent être introduites, la tension de surface peut être augmentée ou diminuée, des radicaux libres réactifs pourront être produits [34].

Avec un plasma oxygène par exemple, divers groupes polaires tels que  $-OH-C$ ,  $-C=O$ ,  $-COOH$  et  $-CO_2$ , peuvent être introduits sur la surface des fibres traitées. Des modifications des morphologies des surfaces des fibres de bois ont été observées par Yuan et al. (2004) après traitement par des plasmas avec deux gaz différents : l'air et l'argon. Ces surfaces sont devenues plus rugueuses avec apparition de trous (pits) aléatoirement répartis. Ceci a pour conséquence d'augmenter l'accrochage mécanique au niveau de l'interface entre la fibre et la matrice. Seki et al.(2009) ont étudié l'effet du traitement plasma sous atmosphère oxygène sur les fibres de jute. Ils ont montré que pour certaines limites de puissance, des améliorations des propriétés mécaniques ont pu avoir lieu.

### ***II.3.1.2.Traitement corona***

Les procédés de type corona (couronne) sont largement utilisés dans le traitement de surface des matériaux. Différents types de supports peuvent être traités : polymères, aluminium, textiles..., etc. Cette technique est basée sur l'utilisation d'une haute tension (1500V) à haute fréquence entre deux électrodes. L'air est ionisé et les électrons sont accélérés et réagissent ainsi avec les surfaces adjacentes. L'application la plus connue utilisant le traitement corona est la photocopie. Des résultats similaires à ceux produits par plasma peuvent être obtenus en utilisant un traitement corona.

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.

### ***II.3.1.3. Le traitement thermique de séchage***

Le séchage des fibres naturelles avant leur mise en œuvre est un facteur important. Les quantités d'eau contenues dans les fibres sont parfois élevées et agissent comme agent de séparation entre la fibre et la matrice au niveau de l'interface [30]. De plus, lors de la mise en

œuvre, l'évaporation de l'eau crée des vides dans les composites et conduit ainsi à la formation d'un réseau de défauts aléatoirement réparti et à de faibles propriétés mécaniques. Dans les cas des thermodurcissables, les températures de réaction dépassent généralement la température d'évaporation de l'eau. Aussi, les thermoplastiques sont mis en œuvre à des températures largement au-dessus de 100°C. Dans ces deux cas, la présence de l'eau ou bien de sa vapeur favorise la formation de vides et de mauvaises propriétés interfaciales et macroscopiques.

Pour des composites époxy/jute, la contrainte limite en traction de composites réalisées avec des fibres séchées a augmenté d'environ 10% par rapport aux composites n'ayant pas subi de traitement. Quant au module élastique, il était 20% plus élevé [30]. De Deus et al., (2005) ont étudié l'effet du séchage sur les propriétés des composites à fibres de piassava (lignocellulosiques) et à matrice polyester. Ils ont montré que l'élimination de l'eau dans les fibres affecte fortement le mouillage des fibres et améliore ainsi l'interaction entre fibre et matrice. Les composites produits avec les fibres pré séchées montrent une meilleure résistance à la flexion.

Cependant, lorsqu'une fibre lignocellulosique est exposée à la chaleur, des phénomènes de dégradation peuvent apparaître sur les différents constituants de la fibre (cellulose, hémicellulose, lignine, pectine, graisses...etc.) et dépend de la température et de la durée du traitement.

### **II. 3.2. Traitements chimiques**

L'utilisation de produits chimiques pour traiter les fibres naturelles et/ou la matrice permet d'améliorer les propriétés d'interface fibre/matrice.

La modification de la surface des fibres par des méthodes chimiques a pour objectif de rendre compatibles deux matériaux par l'introduction d'un troisième aux propriétés intermédiaires. Le couplage réalisé permet l'association des fibres cellulosiques fortement hydrophiles avec les polymères hydrophobes [27].

#### ***II.3.2.1. Oxydation :***

Les oxycelluloses sont les produits de l'oxydation de la cellulose. Cette oxydation réduit sa taille. C'est l'un des problèmes rencontrés lors du blanchiment du coton et des fibres lignocellulosiques. En milieu acide ou neutre, l'oxydation de la cellulose donne des celluloses oxydées de type réducteur. En milieu alcalin, un nombre important de groupes d'acide se forme. La réaction se fait par une attaque des hydroxyles en position C2, C3 et C6 et il s'en suit une formation de groupes carbonyles. L'aldéhyde en C6 peut être oxydé une seconde fois pour former un groupe carboxylique. Ce processus peut se poursuivre sur les aldéhydes en C2

et /ou en C3 pour aboutir à la formation de cétone. Ceci conduit, si le processus se poursuit à une dépolymérisation de la cellulose et donc à une réduction des masses molaires. Par exemple la cellulose microcristalline est obtenue par oxydation acide suivie d'une dégradation alcaline.

### *II.3.2.2. Estérification :*

L'estérification de la cellulose est plus souvent réalisée dans un milieu acide avec des anhydrides correspondant à l'acide dans la plupart des cas. Elle permet d'obtenir les sulfates, phosphates, carbamates et acétates de cellulose et d'autres types de cellulose esters. Les modifications chimiques en profondeur permettent de rendre la cellulose thermoplastique. Mais néanmoins, il existe des traitements de surface de la cellulose nécessitant soit une étape d'activation par une réaction d'estérification suivie du traitement de surface, soit une estérification (correspondant dans ce cas au traitement de surface). La réaction est limitée à la surface en choisissant les conditions de greffage appropriées (solvant non gonflant, température et pression modeste, force ionique faible, etc.).

Lu et ses collaborateurs [28] ont présenté un travail concernant l'effet des couplages chimiques sur les propriétés du composite polymère/fibres de bois. Les résultats ont montré que le traitement avec un composé contenant des groupes méthylols (-CH<sub>2</sub>OH) aboutit à la formation de liaisons covalentes stables et de liaisons hydrogène avec les fibres cellulosiques.

Les traitement sauxanhydri des comme l'anhydride maléique (AM), l'anhydride succinique (AS) sont très utilisés dans les composites à base de fibres cellulosiques.

Les anhydrides possèdent deux groupes fonctionnels. Les deux groupes carboxyles peuvent se lier à la surface de la fibre cellulose par estérification ou par liaison hydrogène. L'anhydride maléique, en plus des carboxyles, contient une double liaison (C=C). Cette structure conjuguée augmente beaucoup la réactivité de greffage de la double liaison carbone-carbone sur le noyau hétérocyclique avec la matrice polymérique par l'addition conjugué d'un radical initiateur [29].

Cependant, la chaîne hydrocarbonée de l'AM est plus courte que celle de la matrice polymérique et la fibre cellulose. Cette chaîne réduite de l'AM atténue les améliorations d'adhésion et conduit à son utilisation dans les copolymères greffés. Les applications du greffage de l'AM se font sur plusieurs polymères (polystyrène (PS), polyéthylène (PE), polypropylène (PP) et styrène-éthylène-butylène-styrène (SEBS)). Le polypropylène greffé par l'anhydride maléique (PP-g-AM) est le copolymère greffé le plus largement utilisé dans les composites à base de fibres végétales [29]. Le processus de liaison de (PP-g-AM) avec la



ayant pour rôles : de nettoyer et séparer les fibres, et d'améliorer la liaison inter faciale entre fibre et matrice. Pour la réalisation de composites lin/résine polyester différents traitements chimiques ont été étudiés. L'influence du traitement sur la liaison fibre/matrice est caractérisée par un test de déchaussement. Les traitements chimiques subis par les fibres (soude et anhydride acétique) entraînent une augmentation de la contrainte de cisaillement de 20% par rapport à des fibres de lin brut. D'autre part, les résultats obtenus avec des fibres de verre sont quasiment les mêmes pour les fibres de lin traitées pour une résine polyester thermodurcissable.

Paul et ses collaborateurs [33] ont étudié l'effet du taux de fibres et leurs traitements chimiques sur les propriétés thermo physiques (conductivité et diffusivité thermique) des matériaux composites fibres de banane/polypropylène. Parmi les traitements utilisés, ils ont immergé les fibres dans une solution alcaline à des concentrations différentes (2% et 10%) pendant 1 h, après les fibres ont été lavées complètement avec de l'eau pour enlever l'excès du NaOH. Le lavage final a été fait avec de l'eau contenant peu d'acide acétique. Les fibres ont été séchées dans un four d'air à 70 °C pendant 3 h. Les résultats ont montré que la concentration en NaOH a une influence sur les propriétés thermo physiques des composites. Les composites à base de fibres traitées par NaOH de 10% présentent les meilleures propriétés thermo physiques que celles à base des fibres traitées par NaOH de 2%.

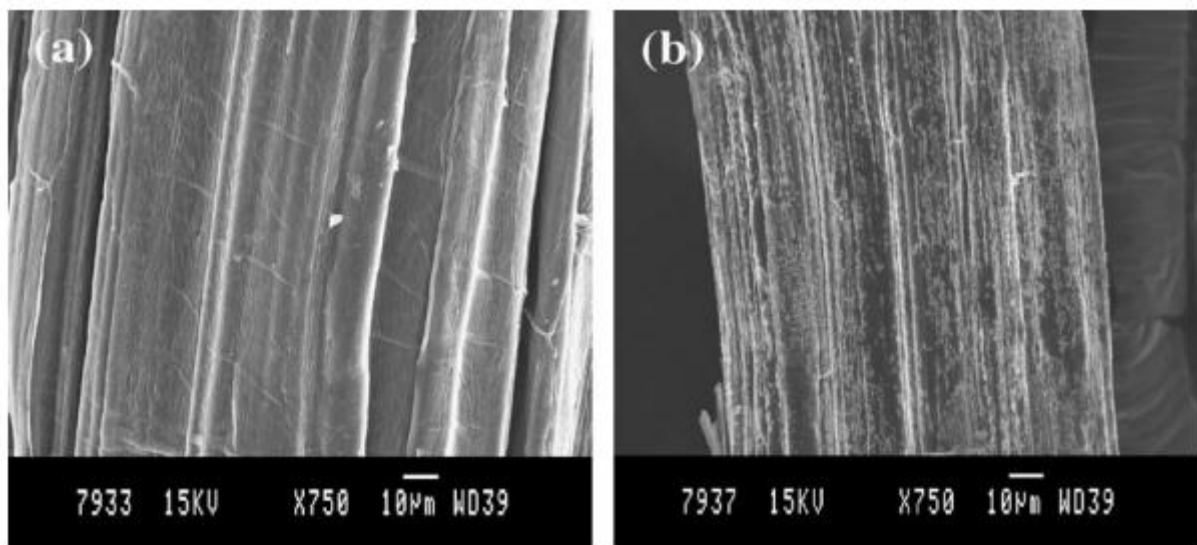


Figure II. 1. Observation au microscope électronique à balayage de traitement par le NaOH des fibres de banane : (a) 2% ; (b) 10% [33].

Pour optimiser l'interface fibre de lin/résine polyester insaturée dans des composites, Balnois et ses collaborateurs [34] ont traité les fibres de lin par des traitements successifs : à base de soude (10g/l), d'anhydride acétique et d'acide formique. La modification apporte une

augmentation des propriétés d'adhésion entre la fibre et la matrice polymère. De plus, le traitement des fibres de lin par ce procédé rend la surface des fibres plus lisse et diminue sa rugosité.

Joshy et ses collaborateurs [35] ont traité les fibres d'Isora par 1% d'une solution alcaline à 30°C pendant 4h pour les utiliser comme renfort dans une matrice polyester. Les propriétés mécaniques des composites formés sont meilleures avec les fibres traitées qu'avec les fibres non traitées. Le traitement alcalin des fibres d'Isora conduit à un matériau composite avec des modules de conservation  $E'$  et de perte  $E''$  élevés.

D'après les travaux de Stocchi et ses collaborateurs [36], une amélioration significative de la rigidité a été réalisée par les composites vinylester lamine/fibres de jute traitées avec NaOH pendant 4 heures. Cependant, aucune différence significative entre la rigidité des composites à base de fibres non traitées et les composites à base de fibres traitées pendant 24 heures n'a été trouvée. D'autre part, un temps de traitement élevé a montré des valeurs de la contrainte à la rupture et l'allongement à la rupture les plus élevées.

Ikhlef [37] s'est intéressée à l'élaboration et la caractérisation des composites à base de polyéthylène base densité renforcé par différents taux de farine de Genêt d'Espagne obtenue à partir des tiges de l'arbuste. La charge a été traitée avec une solution d'hydroxyde de sodium (1,25 N) à différents temps et à différentes températures. Les composites obtenus ont été soumis à plusieurs techniques de caractérisations à savoir le test structural (Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF), les essais mécaniques (choc, traction et dureté), l'essai rhéologique (l'indice de fluidité), l'essai thermique (Calorimétrie Différentielle à Balayage DSC), test de densité et les essais d'environnement (absorption d'eau et la biodégradation).

Les résultats obtenus en infrarouge ont montré que la structure de farine de Genêt d'Espagne a changé après le processus de traitement. Le pic à 3400  $\text{cm}^{-1}$  assigné à la vibration du groupe hydroxyle (-OH) et le pic à 1052  $\text{cm}^{-1}$  assigné à la vibration du groupe (C-O) de l'hémicellulose et de la lignine sont nettement réduits de fait de l'élimination partielle de l'hémicellulose et de la lignine. La bande d'absorption à 1644  $\text{cm}^{-1}$  qui correspond à l'absorption d'eau, due au caractère hydrophilique de la farine de Genêt d'Espagne disparaît après le traitement. Aussi, la présence d'un pic à 1248  $\text{cm}^{-1}$  caractéristique de l'élongation des liaisons C-O-C du groupement d'éther de la lignine qui a également disparaît après le traitement. L'évolution du pourcentage de perte en masse est progressivement importante au cours des 48 premières heures de traitement, puis elle commence à se stabiliser après une durée de traitement de 48 heures. L'étude des propriétés mécaniques (traction) a montré que la contrainte et l'allongement à la rupture des composites diminuent avec l'augmentation du

taux de farine. Maisilya une certaine amélioration de ces derniers par le traitement. Le module d'élasticité croit progressivement. L'augmentation de la température de traitement (40°C) a provoqué une diminution des propriétés en traction.

D'après les travaux de Rokbi et ses collaborateurs [38], le traitement alcalin des fibres Alfa améliorent la qualité de l'interface fibre-matrice. Par conséquent l'adhésion des fibres Alfa traitées avec la matrice polymère est importante. Le renforcement par des fibres traitées avec 10% de NaOH durant 24h conduit à l'amélioration de la contrainte et du module de flexion d'environ 60% et de 62%, respectivement. Le traitement des fibres pour des durées prolongées les rend plus rigides. Les résultats de ce travail suggèrent que les fibres locales Alfa sont comparables à d'autres fibres naturelles utilisées comme renfort dans des matrices polymériques. Elles sont complètement aptes à l'utilisation comme renfort dans les matériaux composites.

Lu et ses collaborateurs [39] ont étudié l'effet du traitement par le silane et par NaOH de fibres de chanvre sur les propriétés thermiques et thermomécaniques des composites polyéthylène haute densité /chanvre. Les résultats ont montré que la stabilité thermique des composite sa diminué avec l'augmentation du taux de fibres et les composites à fibres traitées ont présenté une stabilité thermique plus élevée par rapport aux ceux à fibres non traitées. L'analyse mécanique dynamique amont ré une augmentation des mo du les de conservation et de perte des composites à fibres traitées. D'autre part, es composites à fibres de chanvre traitées par le silane ont présenté une amélioration des propriétés mécaniques.

Abdal-Hay et ses collaborateurs [40] ont étudié l'effet de la taille des diamètres des fibres de palmier et le traitement alcalin sur les propriétés mécaniques des fibres et des composites époxy des renforcés par des fibres de palmier. Les résultat sont montré qu'après le traitement alcalin, la résistance à la traction et la déformation à la rupture de la fibre ont augmenté de 57% et de 24.7%, respectivement. D'autre part, les propriétés en traction des composites ont augmenté après le traitement, dû à la diminution de la taille du diamètre des fibres.

#### **II.3.2.4. Greffage chimique :**

Selon Bledzki et Gassan [30], trois méthodes permettent de préparer la fibre cellulosique par modification en vue de leur utilisation dans les matériaux composites:

□ Modification de la tension de surface c'est à dire hydrophobisation de la surface de la fibre. Par exemple, l'utilisation de l'acide stéarique sur la fibre rend celle-ci hydrophobe et facilite également sa dispersion dans les polyoléfines. Le même effet est observé dans les composites

jute-résine polyester. Des traitements avec le polyvinyle acétate ou les silanes (époxy et uréthane) ont apportés des résultats satisfaisants.

\*Imprégnation des fibres pour avoir une meilleure compatibilisation avec le polymère résine.

L'exemple le plus parlant est l'imprégnation de la cellulose avec du poly (chlorure de vinyle)(PVC) plastifié, une bonne dispersion a été observée dans le polystyrène (PS).

\*Couplage chimique pour augmenter l'adhésion inter faciale. La surface de la fibre est traitée par un composé qui fera la connexion entre les constituants du matériau. Cette dernière est très développée dans la préparation des fibres pour les matériaux composites notamment le greffage par copolymérisation.

Le greffage par copolymérisation consiste en une réaction chimique en deux étapes.

Une initiation au niveau de la surface de la fibre par le biais d'un radical libre crée par un traitement aqueux le plus souvent car des procédés électro chimiques peuvent être utilisés pour cette étape. La seconde étape est le greffage de l'agent de couplage.

On a donc une compatibilisation de la surface suivie d'un greffage d'une molécule qui :

\*si c'est un monomère, pourra polymériser dans une solution de monomère;

\*si c'est un emoléculebi-fonctionnelle, pourra réagir avec un polymère ou une matrice;

\*si c'est un copolymère, permet d'obtenir directement le composite.

La modification par les silanes est une des techniques beaucoup étudiées dans la bibliographie la modification directe des fibres cellulosiques .

Grâce à leurs réactivités, les silanes peuvent se coupler chimiquement avec les groupements de la matrice polymère, la modification chimique des fibres par les silanes se fait par réaction des alcoxy silanes avec les groupe hydroxyle de la cellulose en milieu aqueux acide ou basique.

En vue d'améliorer l'ancrage des fibres de sisal et de coco dans le caoutchouc naturel (NR), Haseena et ses collaborateurs [41] procèdent par trempage de ces fibres dans une solution de KMnO4 (1%) dans l'acétone pendant deux minutes suivi 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.

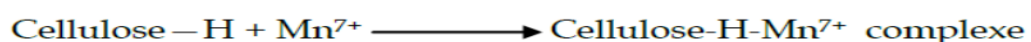


Schéma II-2. Activation du greffage Polymère (NR)/cellulose par le permanganate [41].

La haute réactivité des ions permanganates  $Mn^{7+}$  facilite le greffage de la matrice polymère sur la cellulose des fibres.

### II.3.2.5. Traitement par acétylation :

Le traitement par acétylation a été adopté par Haseena et ses collaborateurs [33], sur les fibres de coco et de sisal. La présence du groupement acétyl 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 Schéma III-4.

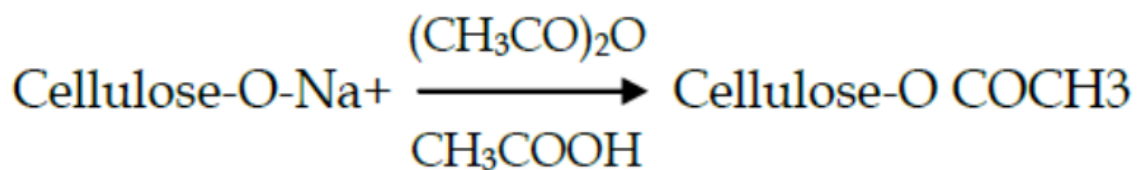


Schéma II-3. Acétylation des fibres cellulosiques [33].

Djilali [42] s'est intéressée aux composites à base de PVC et la farine de grignons d'olive (PVC/FGO). Les résultats ont montré que la modification chimique de la farine de grignons d'olive avec le dichloro diméthyle silane (DCDMS) améliore les propriétés mécaniques des composites PVC/FGO. L'allongement, la résistance à la rupture et la résistance au choc sont nettement supérieurs pour les composites à base de la farine traitée. A partir de la caractérisation thermique, il est conclu que la farine de grignons d'olive joue le rôle d'inhibiteur de dégradation thermique, elle retarde la décomposition du composite.

L'effet de la modification de la farine sur l'absorption d'eau a été réalisé. Les résultats ont montré que le taux d'absorption d'eau dépend du taux de la farine de grignons d'olive mais aussi du traitement de la farine qui confère un caractère plus ou moins hydrophobe aux matériaux.

Abdelmouh et ses collaborateurs [43] ont travaillé sur la modification chimique de la surface des fibres cellulosiques avec les silanes organo fonctionnels dans un milieu liquide (éthanol/eau), suivi par le traitement à chaud. Les fibres modifiées ont été caractérisées par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) et par la mesure de l'angle de contact. La présence des liaisons Si-O-Si sur la surface des fibres lignocellulosiques confirme que le silane adhère efficacement à la surface des fibres cellulosiques par la réaction de condensation entre les groupes hydroxyles de la cellulose et ceux de silanols. Les résultats de mesure de l'angle de contact ont montré que le caractère hydrophile des fibres cellulosiques a diminué après le traitement par le silane, car l'énergie de surface a diminué.

Minget ses collaborateurs [44] ont étudié l'influence des différents paramètres de réaction tel que la température, la concentration de la solution sodique ainsi que l'effet de catalyseur sur le gain de masse de la sciure de bois, autrement dit sur le rendement de la réaction, lors de la thermo plastification de la sciure de bois en utilisant le chlorure de benzyle. L'étude a montré que le meilleur rendement est obtenu avec 4h de traitement à une température de 100°C et une concentration optimale de NaOH de 35 %. Aussi, la présence de catalyseur augmente le rendement. L'utilisation d'iodure tétraméthylammonium  $(\text{CH}_3)_4\text{NI}$  permet un gain de masse de l'ordre de 79 % pendant 4h, qui est plus élevé que celui obtenu lors de traitement pendant 8h sans catalyseur. La caractérisation de la sciure traitée révèle une diminution de la densité qui est attribuée à la substitution des groupements hydroxyles par des groupements benzyles.

Abdul khalilet Ismail [45] ont présenté un travail concernant l'effet du traitement par acétylation et par silanisation sur la dégradation biologique des composites polyester renforcés par des fibres naturelles (l'huile de palme), à un taux de 45 (% m) de fibres. Les mats de fibre sont été modifiés par acétylation ou traités avec 5(%m) de 3-méthacryloxypropyltriméthoxysilane dans une solution de méthanol. Les tests ont été effectués pendant 3, 6 et 12 mois d'exposition souterraine pour évaluer l'effet des microorganismes sur les propriétés des composites. Selon les tests effectués, la variation des propriétés en traction dépend du traitement de la fibre. Avec les fibres non traitées, une diminution des propriétés en traction a été observée. Les composites avec les fibres ayant subi acétylation n'ont pas présenté de pertes des propriétés durant ces tests. Le traitement par le silane montre aussi une protection efficace des composites.

Matuana et ses collaborateurs [46] ont étudié l'amélioration des propriétés mécaniques des formulations de PVC/farine de bois en appliquant des modifications chimiques des interfaces polymère-bois. Ce traitement est réalisé par des agents modifiants: aminopropyltriéthoxysilane, le dichlorodiéthylsilane, le polypropylène greffé par l'anhydride maléique et l'anhydride phtalique. La caractérisation de la farine de bois a été menée en utilisant la spectroscopie photo électron rayon X (XPS) et la spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier (IRTF). D'après les résultats de la XPS, ils ont confirmé qu'une réaction d'estérification a eu lieu et que le type d'ester formé est un mono ester.

## II. 4. EFFET DES TRAITEMENTS CHIMIQUES DES FIBRES SUR LA RESISTANCE MECANIQUE DES COMPOSITES [15]

La performance mécanique à long et à court terme des composites renforcés par des fibres courtes dépend principalement de trois facteurs : la résistance et le module de la fibre, la résistance et la stabilité chimique de la résine ainsi que l'efficacité de la liaison interfaciale qui assure le transfert de la charge de la matrice à la fibre. Cependant, la qualité de l'interface fibre-matrice reste le facteur clé à optimiser pour avoir un composite performant.

En raison de la forte dépendance entre la polarité des fibres et l'adhésion inter faciale, les équipes de recherche se sont intéressées à la modification chimique des fibres par plusieurs traitements tels que l'acylation, l'éthérisation, le greffage par copolymérisation, le traitement alcalin, le traitement aux silanes et le traitement aux isocyanates dans le but d'améliorer la performance des composites. Ces traitements ont réussi à atteindre divers niveaux de succès dans l'amélioration de l'adhésion fibre-matrice des composites à base de fibres lignocellulosiques.

L'acétylation est le traitement le plus étudié pour améliorer la qualité de l'interface fibre végétale/matrice polymérique. L'acétylation est basée sur la substitution des groupements hydroxyles des polymères de la paroi cellulaire des fibres par des groupements acétyles moins polaires présentant une meilleure affinité avec les matrices apolaires. Les études antérieures ont montré que l'acétylation affecte non seulement la structure chimique des fibres, mais également leur morphologie de surface. En effet, des études menées par Kabir et al. et Li et al. ont révélé que l'acétylation augmente la rugosité de la surface des fibres conduisant ainsi à un meilleur accrochage mécanique avec la matrice. Ismail et al. ont observé une amélioration du module de Young, de la contrainte et l'allongement à la rupture du composite kenaf/poudre de soja/PEHD respectivement de 9%, 19% et 34%. Une amélioration de la résistance au cisaillement inter faciale des composites coton/polystyrène et fibres de bois/polystyrène a été observée grâce à l'amélioration de la mouillabilité des fibres acétylées au polystyrène fondu. Une amélioration de 18% de la résistance à la traction du composite lin/polypropylène a été observée par Bledzki et al. Cette augmentation a été attribuée à l'élimination de la lignine et des extractibles ainsi qu'une légère augmentation de la teneur en cellulose et hémicelluloses acétylés. De même une augmentation du module de Young et de la contrainte à la rupture du composite lin/bio polyester respectivement de 31 % et 45%, et une réduction de 21 % de l'allongement à la rupture ont été relevées grâce à une amélioration de l'adhésion inter faciale. Il est à noter que les équipes de recherche ont été principalement

intéressées par l'étude de l'effet de l'acétylation sur les propriétés des composites à matrice thermoplastique. Par contre, peu d'études ont porté sur le pouvoir renforçant des fibres acétylées dans les composites à matrice thermodurcissable; probablement en raison de la faible interaction entre les fibres acétylées et ce type de matrice. En effet, Khalil et al. ont étudié la variation du pouvoir renforçant des fibres du palmier et du coco acétylées en fonction de la nature de la matrice polymérique. Les résultats ont montré que les composites à matrice polystyrène présentent le plus haut degré d'amélioration de la résistance au cisaillement inter faciale, suivi de l'époxy et du polyester. Ce comportement a été lié à l'amélioration de la mouillabilité des fibres acétylées à la matrice polystyrène.

Pour améliorer davantage les propriétés mécaniques des composites, des équipes de recherche ont procédé à un traitement alcalin des fibres lignocellulosiques avant de les faire réagir avec les dérivés de l'acide acétique. En effet, les études antérieures ont montré que cette combinaison améliore l'adhérence entre le sisal et le polystyrène, le sisal et l'époxy ainsi que le lin et le polyester insaturé et ce en raison de la forte modification de la topologie des fibres qui favorise l'accrochage mécanique ainsi que l'adhésion par inter diffusion entre les fibres et la matrice.

Il convient de noter que la résistance mécanique des matériaux augmente avec le taux d'acétylation. Cependant, à partir d'un degré de substitution spécifique, la résistance du composite diminue en raison de la dégradation des fibres et la création de fissures internes dans la fibre. En effet, l'acétylation modifie non seulement l'interface entre les fibres et les matrices polymériques mais également les propriétés physiques et mécaniques des fibres naturelles. Ces propriétés sont influencées par la composition chimique et les paramètres structurales des fibres, principalement l'orientation des chaînes (de cellulose nanocristalline et de fibrilles cristallines), la structure supramoléculaire (degré de cristallinité), le degré de polymérisation et la structure du cristal (teneur en pores, interface spécifique et la taille des pores). Ces paramètres se trouvent modifiés après traitement chimique de la fibre. La plupart des traitements chimiques réduisent la résistance mécanique de la fibre à cause de la rupture des liaisons et l'extraction des composants amorphes, qui jouent le rôle de ciment dans la structure des fibres. Quant à l'allongement à la rupture, il se trouve augmenté après traitement chimique.

En effet, à leur état natif les fibres présentent une structure tridimensionnelle réticulée qui diminue leur allongement à la rupture. Le traitement chimique brise cette structure de réseau donnant à la fibre un allongement supérieur et des propriétés de résistance inférieures

Une étude menée par Gassan et al. a montré la forte dépendance entre les propriétés mécaniques des composites lin/époxy et la structure de la fibre de lin.

En raison de l'endommagement des fibres après acétylation, la résistance mécanique des composites renforcés par ces fibres se trouve réduite. En effet Mwaikambo et al. ont montré que l'acétylation réduit la cristallinité des fibres de coton et de kapok entraînant ainsi une détérioration des propriétés de traction des composites à matrice polypropylène. L'effet négatif de l'acétylation des fibres sur la résistance mécanique de certains composites peut être lié également à une faible interface fibre-matrice. En effet, Taib et al. ont rapporté dans leur étude que les groupements acétyles présents à la surface des fibres d'Acacia Mangium sont probablement trop courts pour diffuser et former des enchevêtrements avec la matrice PEHD. Ceci conduit à une faible adhésion fibre-matrice et par la suite une résistance en traction inférieure du composite résultant. Par ailleurs, la substitution des groupements hydroxyles par des groupements acétyles peut réduire la résistance des composites à matrice therm durcissable telle que les phénoliques et ce en raison de la diminution des interactions chimiques au niveau des sites hydrophiles de la résine phénol/formol. En outre, Luz et al. ont attribué la diminution de la résistance en traction des composites bagasse/polypropylène à la réduction de la taille des fibres après acétylation.

Par ailleurs, l'acylation des fibres par des réactifs autres que les dérivés de l'acide acétique apporte également de nouvelles propriétés aux fibres végétales, induisant ainsi une amélioration des propriétés mécaniques des composites renforcés par ces fibres. En outre, le traitement aux silanes et aux isocyanates des fibres a montré un effet positif sur la résistance en traction de diverses combinaisons fibre/matrice. Le Tableau 1 présente des exemples de matériaux composites dont la résistance mécanique a été améliorée par des traitements autres que l'acétylation. Par ailleurs, les études antérieures ont montré que globalement le traitement alcalin des fibres améliore également la résistance mécanique des composites en raison de l'élimination de la lignine intra et inter cristalline et autres substances cireuses. Ceci produit une surface rugueuse qui augmente considérablement la possibilité d'enchevêtrement mécanique entre les fibres et les matrices polymériques. L'effet positif du traitement alcalin sur les propriétés mécaniques des composites à différents types de matrices a été mentionné par Bisanda (sisal/époxy), Moyeenuddin et al. (Chanvre/polyacide), Shinoj et al. (Fibres de palmier/caoutchouc naturel) et plusieurs équipes de recherche (lin/époxy). Il est à noter que le traitement alcalin a été combiné avec d'autres traitements chimiques pour améliorer davantage la qualité d'adhésion fibre/matrice. Parmi ces traitements on cite l'acylation, le traitement aux silanes, le traitement aux iso cyanates et le traitement au peroxyde.

En outre, divers traitements spécifiques ont été étudiés afin d'améliorer l'adhérence entre les fibres de lin et la matrice époxy tels que l'imprégnation de la fibre avec la résine polymérique, la modification au latex et le caoutchouc naturel époxy dé. La pré imprégnation de fibres a été également rapportée par d'autres équipes de recherche. Récemment, une attention particulière a été accordée à la formation de liaisons covalentes continues entre les fibres et les matrices polymériques en utilisant des agents de couplage tels que les silanes, les maléates, les titanates et les zirconates .

## II. 5. CONCLUSION :

Les fibres végétales présentent cependant plusieurs inconvénients techniques majeurs qui limitent leur utilisation massive dans les matériaux composites. Tout d'abord, elles ne sont pas fabriquées par un processus industriel traditionnel et le manque de reproductibilité quant à leurs propriétés est un frein important à leur diffusion. Elles présentent une grande affinité avec l'eau et une perte drastique de leurs propriétés mécaniques est observée en présence d'eau (reprise jusqu'à 8 ou 10 % d'humidité selon les fibres). Elles sont difficiles à disperser dans des polymères apolaires et présentent souvent des problèmes de compatibilité à l'interface. De plus, la dégradation thermique de ces fibres est un facteur limitant des procédés de mise en œuvre des composites.

Pour pallier au manque d'adhésion à l'interface entre les constituants, des modifications peuvent se faire soit au niveau de la fibre, soit au niveau du polymère lui même. Le choix du type de modification doit prendre en compte à la fois les caractéristiques des fibres mais également les propriétés finales recherchées. Ces modifications de surface jouent un rôle majeur dans la liaison entre la matrice et les fibres lors de l'élaboration de matériaux composites, et peuvent ainsi influencer considérablement leurs propriétés mécaniques.

---

*Chapitre III*  
*Partie expérimental*

---

### **III.1. Introduction**

L'utilisation croissante des matériaux composites engendre des problèmes de gestion des déchets qui en résultent. On s'oriente alors de plus en plus vers la mise en œuvre de produits biodégradables, soit en ayant recours à des polymères biodégradables, soit en incorporant des fibres biodégradables dans des matériaux polymériques. Cette dernière nécessite dans la plupart des cas une étape de comptabilisation par traitement chimique des constituants, afin d'améliorer l'adhésion entre la matrice et le renfort qui est notre but principal.

Nous avons réalisé la partie essentielle de notre travail qui est le traitement chimique alcalin sur les tissus de jute et l'élaboration de quelques composites avec le moulage sous vide.

### **III.2 Matériaux utilisés :**

Les matériaux utilisés pour ce travail sont :

- Tissu de jute comme renfort fourni par (EPE-Bejaia TEXTILES DIVERS ALGERIE S.P.A).
- Résine polyester insaturée comme matrice (fournie par MEGREB-PIPE Industrie M'sila).
- Hydroxyde de sodium (NaOH).

### **III.3. Caractéristiques principales pour chaque matériau utilisé**

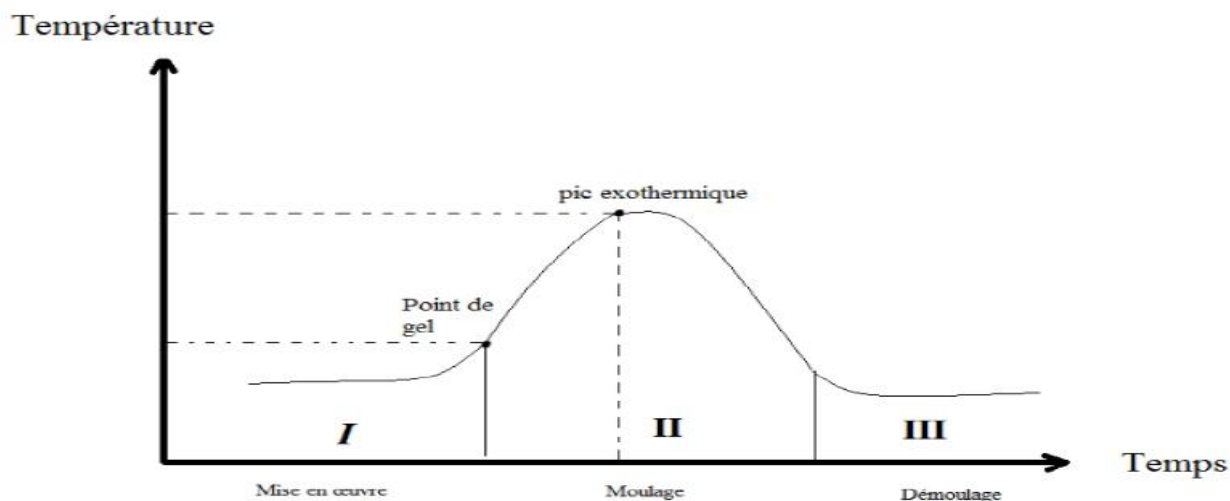
#### **III.3.1. Résine polyester**

C'est une résine thermodurcissable la plus utilisée et la moins chère. Les résines polyester Présentent de bonnes propriétés mécaniques surtout en termes de rigidité (module d'Young).

##### **III.3.1.1. Caractéristiques des résines polyester**

La résine polyester polymérise par adjonction de catalyseur Fig.III.1, dans les proportions suivantes, le pourcentage est adapté en fonction des besoins :

- ✓ 2% maximum (temps de travail court).



**Figure.III.1.** Cycle de polymérisation de polyester. [47]

Les caractéristiques de la résine polyester sont indiquées dans le tableau suivant :

Les caractéristiques	Polyester
Densité ( $g/cm^3$ )	1.2
La température de Polymérisation ( $C^\circ$ )	60 – 100

**Tableau.III.1.** Différentes caractéristiques de la résine polyester.

### III.3.1.2. Avantages et inconvénients de l'utilisation de la résine polyester

La résine polyester peut présenter des avantages et des inconvénients au cours de l'utilisation. Ces dernières sont représentées dans le tableau suivant :

Avantages de résine polyester	Inconvénients de résine polyester
Stabilités dimensionnelles	Fragile au choc et faibles propriétés à partir de $120 C^\circ$
Bonne mouillabilité des fibres et des tissus Renforts	Retrait important de 8% à 10%
Bonne tenue chimique	Très fort réactivité
Bonne rigidité	Odeur nauséabonde
Etuvage non indispensable	Difficulté des Mélanges en faible quantité

**Tableau.III.2.** Avantages et inconvénients de la résine polyester. [47]

### III.3.2. Les tissus de jute :

Le tissu de jute est un textile tissé de fibres de jute d'une armure toile. Il peut servir à fabriquer des filets, des sacs d'emballages et des produits similaires. Il sert également comme revêtement de sol (linoléum).

Les Composants	%
Cellulose	60 – 62
Hémicellulose	22 – 24
Lignine	12 – 14
Autres	1 – 2

Tableau III.3. Composition chimique de la fibre de jute [17]

	Trame	Chaîne	Lisière
Matière première	Jute	Jute	Jute
Densité	47f/10cm	49f/10cm	49f/10cm
Retrait	8%	6%	-

Tableau III.4. Fiche technique de toile jute(EPE TEXTILES DIVERS ALGERIE S.P.A « T DA »)

**Dénomination du produit :** toile jute 430×160 cm

**Laize :**106 cm. ;**Nombre de fil en chaîne :**538 ;**Lisière :**4 × 2

**Poids :** ML :460 g M2 :430 g

### III.3.3 L'hydroxyde de sodium :

L'hydroxyde de sodium est un composé chimique alcalin avec une formule chimique qui est NaOH. Aussi connu sous le nom de soude caustique, est utilisé dans de nombreuses industries, le degré de solubilité dans l'eau est très élevé .

Masse molaire	39,997 g / mol
La formule	NaOH
Densité	2,13 g / cm
Point du fusion	318 °C

**Tableau III.5** Différentes caractéristiques de L'hydroxyde de sodium.

Nous avons préparé deux solutions alcalines la première est de 1% et la deuxième de 5%.

### III.4. La Mercerisation des tissus de jute :

Dans ce travail, nous avons utilisé la technologie du traitement chimique alcalin des tissus avec la fixation de deux paramètres qui sont : le temps pendant 2h et de la concentration de la solution à (5% NaOH) ; et la variation de la température de 30 à 200°C. Pour cela nous avons établi le protocole suivant :

- 1- Nos échantillons de tissus de jute de dimensions 300x250 mm, on les a découpés manuellement par un ciseau à partir d'un rouleau de jute.



**Figure. III .2** : tissus de jute de dimensions 300x250 mm

- 2- C'est le Nettoyage où le prétraitement de nos tissus dans un bain d'hydroxyde de sodium (NaOH 1%) pendant 48H. Afin d'enlever la cire qui est placée sur le tissu et éliminer toutes impuretés colées.

Après 48 h, nous avons lavé le tissu avec de l'eau distillée jusqu'à ce que nous nous débarrassions de la solution alcaline. Après les avoir laisser sécher un bon moment nous les avons mis dans l'étuve à 100°C pendant 6h pour un bon séchage.



**Figure. III.4 :** Imprégnation des tissus (Solution 1% NaOH / 48 H)



**Figure. III.5 :** Rinçage à l'eau distillée



**Figure.III.6** : Séchage à l'ambiante(24H)



**Figure. III.7** :Étuvage à 100°C (6H)

- 3- C'est le traitement chimique alcalin de nos tissus dans des bains de NaOH 5%, chaque bain contient 4 plis de jute. Ils ont été maintenus immergés dans ces solutions pendant 2 heures, avec des températures différentes ( $T^{\circ} = 30^{\circ}, 60^{\circ}, 90^{\circ}, 120^{\circ}, 160^{\circ}$  et  $160^{\circ} C$ ).



**Figure. III.8 :** Imprégnation des tissus (Solution 5% NaOH / 2 H

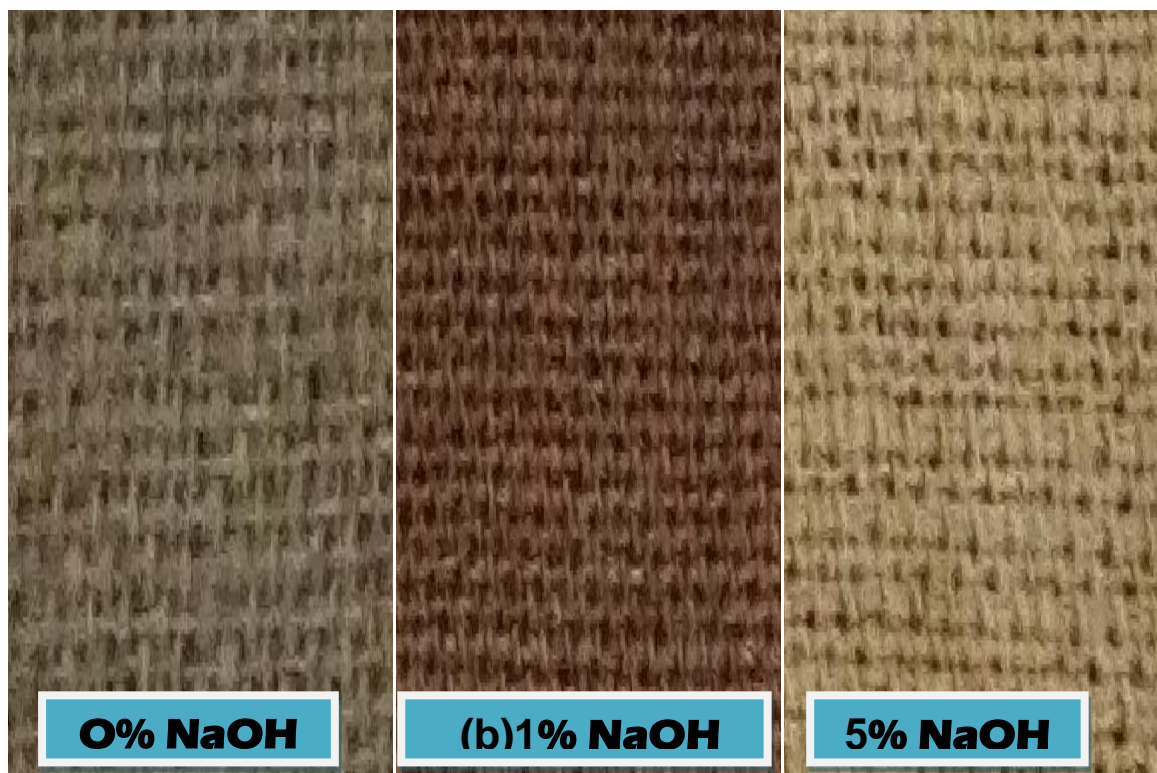
$T^{\circ} = 30^{\circ}, 60^{\circ}, 90^{\circ}, 120, 160$  et  $200^{\circ} C$ )

- 4- Ensuite, neutraliser avec de l'acide acétique  $H_2SO_4$  dilué pendant 10 minutes, et les laver à l'eau distillée.



**Figure.III.9 :** la neutralisation des tissus (Solution 2%  $H_2SO_4$ / 10 min)

- 5- Nos tissus sont de nouveau séchés à une température ambiante, puis placés dans une étuve à  $100^{\circ} C$  pendant 6h afin d'éliminer l'humidité.



**Figure.III.10** :les tissus de jute après (a) 0%, (b) 1%, (c) 5% de la solution NaOH.

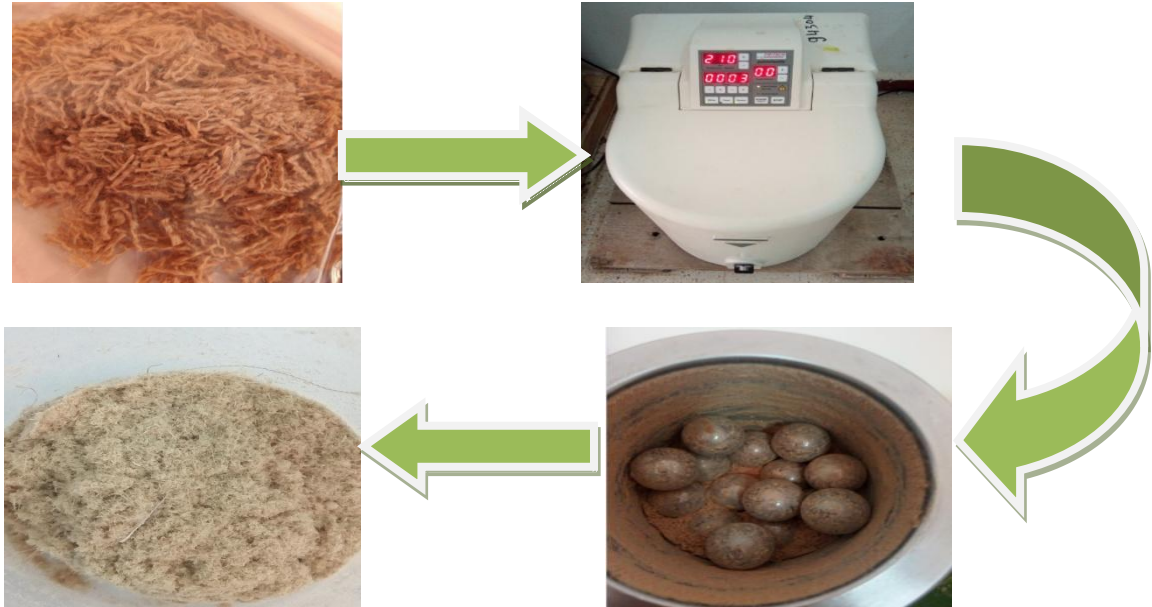
Matériaux	N°=	Traitement chimique	Température° C	Durée(H)	Solution%
	3	NaOH	30	2	5
	4	NaOH	60	2	5
	5	NaOH	90	2	5
	6	NaOH	120	2	5
	7	NaOH	160	2	5
	8	NaOH	200	2	5

**Tableau.III.5** le traitement chimique alcalin des échantillons

### III.4. Broyage

Nous broyons les échantillons à (FTR) et couper le tissu en très petits morceaux. Nous avons sélectionné tout le tissu que nous avons préparé, traité chimiquement et tissu non traité afin que nous puissions connaître les propriétés de notre tissu et la différence entre le tissu

chimiquement traité, (dans le laboratoire de génie civil université Mohamed Boudieff de M'sila)



**Fig.III.11** : l'opération de broyage

### III.5. La mise en œuvre du bio-composite

Après le traitement chimique des tissus, nous avons préparé nos bio-composites à matrice polymérique et à fibre végétale, en utilisant le moulage sous vide. La mise en œuvre du matériau est effectuée au sein du laboratoire du moulage de génie mécanique (université de M'sila).

#### III.5.1. La technique de moulage utilisé

Dans ce travail on a choisi la technique de moulage sous vide, le principe de ce procédé est de réaliser une plaque de composite avec une résine thermodurcissable sous vide à la température ambiante.

Les avantages de cette technique sont :

- Éliminer les bulles d'air.
- Augmenter le taux des tissus de jute.
- Obtenir un état de surface très lisse.

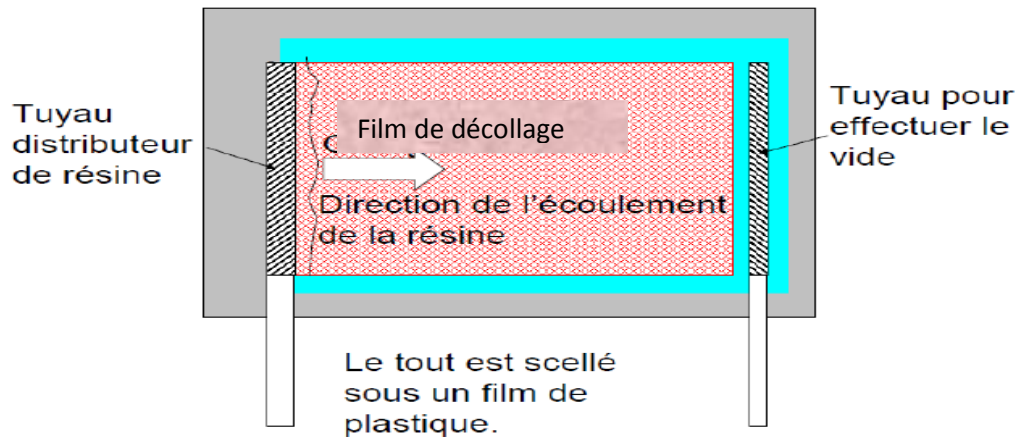


Figure. III.12 : mécanisme de moulage sous vide [48]

### III.5.2. L'élaboration des composites :

#### III.5.2.1. Préparation du renfort :

Après le découpage et le traitement alcalin, les tissus de jute sont pressés un pressage à chaud à l'aide d'une presse dans le même laboratoire afin d'assurer une orientation planaire des fibres. la température est de l'ordre de 100°C et la pression utilisée est 4 bar pendant 5 minutes.

Ces opérations confèrent une certaine isotropie et permettent de diminuer l'épaisseur des plis ainsi du matériau composite élaboré pour chaque température.

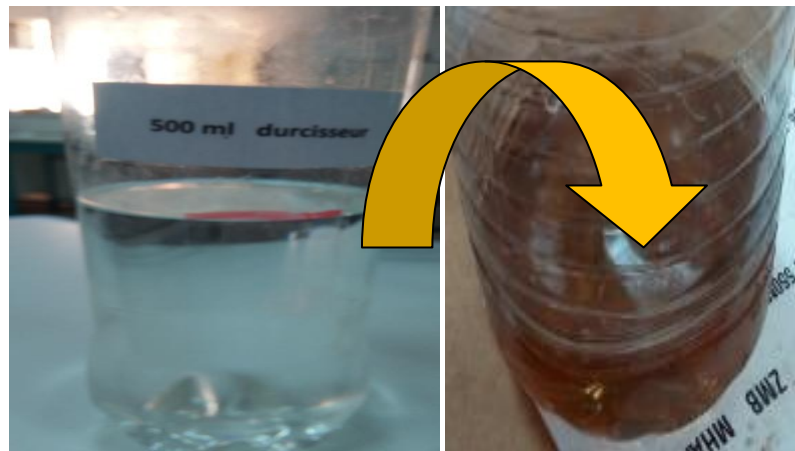
Ensuite le renfort est étuvé pendant 20 min à 100°C, afin de dégager l'humidité. Cette dernière est néfaste car la matrice utilisée est hydrophobe.



Figure.III.13 :les plis des tissus de jute

### III.5.2.2. Préparation de la résine

Dans notre travail on a utilisé la résine polyester avec 2% de durcisseur.



### III.5.2.3. L'élaboration sous vide :

Cette technique est limitée par la viscosité de la résine et le début de réticulation (temps de gel). Ainsi que par la forme et la perméabilité du renfort. Le mécanisme du sous vide consiste à remplacer progressivement le vide par la résine, c'est pour cela que l'ensemble doit être scellé sous un film du plastique (Fig.III.14).

Après le remplacement complet du vide par la résine, la plaque reste sous dépression pompe jusqu'à la vitrification complète de la matrice ; ensuite, elle est mise dans une étuve à 80°C pendant 6h afin d'améliorer le taux de réticulation. Figure.III.16.

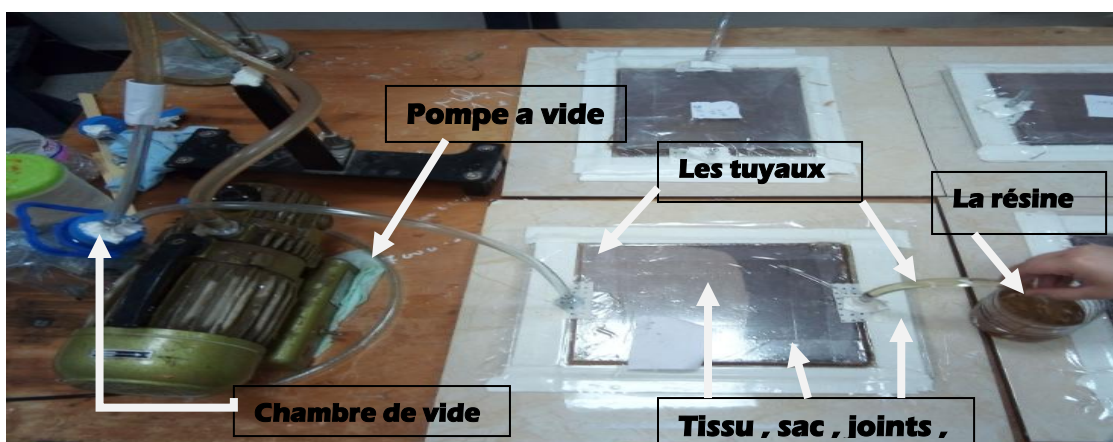


Figure.III.14 : Dispositif du moulage sous vide.

### III.5.2.3.1 les étapes du moulage sous vide :

Après la préparation des plaques du renfort de jute, Nous avons découpé deux plaques de verres déposées au-dessous et au-dessus de nos 4 plis de tissus de jute. Ces plaques sont enrobées par un film en nylon. Ce dernier est imperméable et ne colle pas à la résine, il peut être considéré comme agent démoulant.

A la fin l'ensemble doit être scellé sous un film du plastique (sac) de mise sous vide.



**Figure. III.15 :** Le processus de passage de la résine

Par suite les renforts secs de 4 plis sont imprégnés par l'arrivée de la résine par les tuyaux d'injections. On laisse les plaques au minimum 6h. Figure. III.15

Les plaques finales (pour chaque température) que nous avons obtenues et qui sont en tout six plaques sont présentées dans la Figure. III.16.



**Figure. III.16 :** Les plaques finales du bio-composite.

### III.5.2. 4. Pesage des échantillons de composite

Le pesage des échantillons est présenté suivant le tableau illustré sous dessous, ainsi le calcul de taux de tissu dans le composite suivant la relation

$$W_f(\%) = \frac{W_j}{W_j + W_m} \times 100$$

Avec :  $W_j$  : poids des tissus de jute ;

$W_m$  : poids de matrice ;

bio-composite	Poids de tissu [g] ( $W_j$ )	Poids de composite [g]	Poids de matrice [g] ( $W_m$ )	Taux de tissu [%] ( $W_f$ )
non traité 0% NaOH	88,51	308,51	220	28,69
Traité 1%NaOH	100,01	416,18	316,17	24,03
traité 5% NaOH/30 °C /2h	97,79	376,77	278,98	25,95
traité 5% NaOH /60 °C /2h	98,02	402,13	304,11	24,38
traité 5% NaOH /90 °C /2h	98,21	392,78	294,57	25
traité 5% NaOH /120 °C /2h	100,42	373,57	273,15	26,88
traité 5% NaOH /160 °C /2h	100,51	367,64	267,13	27,34
traité 5% NaOH /200 °C /2h	100,38	441,32	340,94	22,75

**Tableau III. 6 :** Taux du tissu de jute et de la résine dans le composite

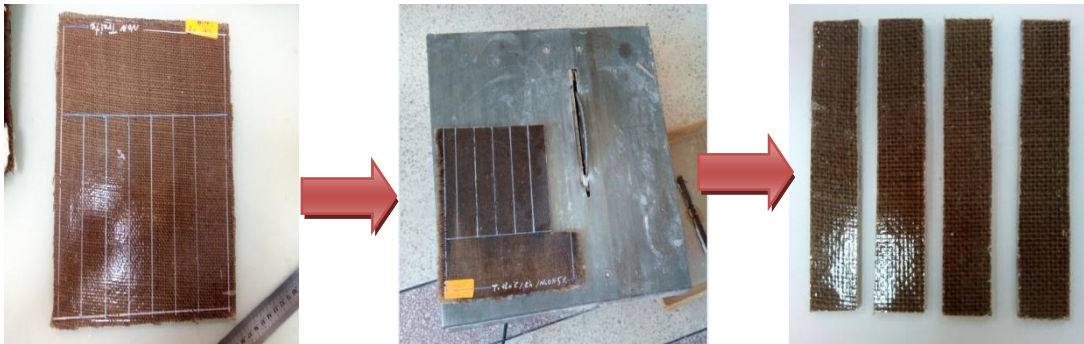
### III.5.3. Préparation des éprouvettes

A partir des plaques élaborées, nous avons découpé 4 éprouvettes de chaque traitement pour les essais (traction ou flexion). Chaque éprouvette contient quatre plis.

### Découpage des éprouvettes

Une fois la résine est complètement polymérisée, les échantillons sont prélevés sur chaque plaque à l'aide de marqueur permanent. Les éprouvettes d'essai de traction standard (**150 mm \* 25 mm \* 6 mm**) (ASTM 3039) et de flexion (**[16\*e] mm\* 20mm**) (ASTMD790°) sont découpées à l'aide d'une tronçonneuse à disque avec lubrification pour faciliter la découpe comme le montre la figure. (Figure. III.17).

Après le découpage des éprouvettes de nos composites qui contiennent chacune quatre plis, nous avons effectué un polissage afin d'avoir une bonne planéité et dimension.



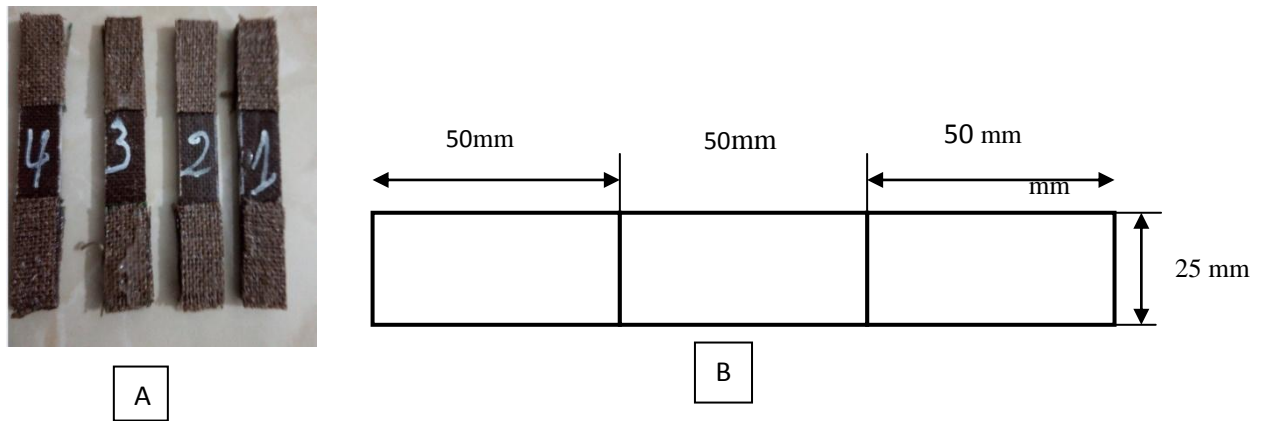
**Figure.III.17** : L'opération de découpage

## III.6. Caractérisation mécanique des éprouvettes

Dans cette partie nous allons présenter les essais mécaniques traction et flexion qui ont été réalisés à température ambiante sur les éprouvettes qu'on a découpées pour la détermination des caractéristiques mécaniques. Les essais ont été réalisés au niveau d'unité-de-recherche-des-matériaux-émergents à l'université de Sétif.

### III.6.1. Essai de traction

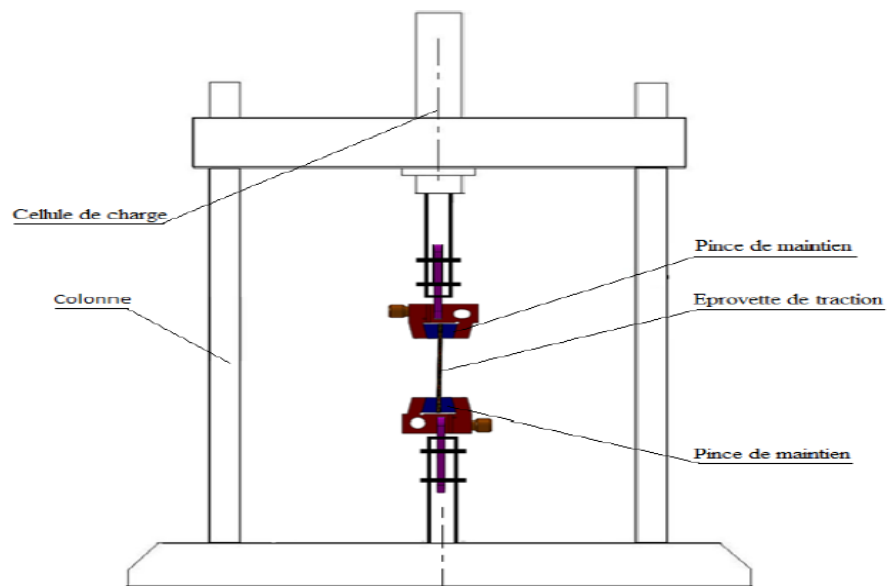
Les éprouvettes sont préparées suivant la norme ASTM D3039 où nous avons utilisé des éprouvettes plates dont la longueur de la section utile est d'un ordre de grandeur (i.e. 6 fois) supérieure à la largeur (figure III.18.B) pour but d'éliminer le problème de l'initiation des ruptures au voisinage de la zone de transition. Les éprouvettes répondent aux exigences des conditions de l'essai de traction par l'utilisation des talons en jute (figure III.20. A), ce qui permet d'éviter l'effet des glissements entre les mors de serrage et l'éprouvette, qui bien souvent sont responsables de perturbations importantes dans les mesures effectuées.



**Figure.III.18** : Les dimensions des éprouvettes. (ASTM3039)

L'essai de traction est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé pour la caractérisation des matériaux. Il consiste à soumettre une éprouvette du matériau à un état de contrainte unidirectionnel (Figure.III.19).

Trois échantillons ont été testés, Les essais de traction ont été effectués en utilisant une machine de traction universelle (MTS Traction formation 106)(Figure.III.20).Elle est équipée d'une cellule de charge de 5 kN et d'un système d'entraînement de la traverse à l'aide d'un moteur électrique. La machine est pilotée par un logiciel qui permet d'enregistrer les résultats des forces et déplacements sur un fichier texte sous forme d'un procès-verbal d'essais qu'on pourra exploiter par la suite sur un ordinateur en utilisant un utilitaire (Microsoft Excel, Origine, Matlab, ...) qui permet de lire le fichier récupéré. Les essais étaient menés à une vitesse de déplacement de traverse de 1 mm/min. Le module d'Young est calculé à partir de la zone linéaire de la courbe contrainte-déformation



**Figure.III.19** :Schéma de principe de la Machine d'essai de traction. [22]



**Figure.III.20** : Echantillon soumis à la traction.

**Paramètres d'études de traction :[48]**

Les caractéristiques mécaniques déterminées par l'essai de traction est :

La contrainte de rupture est donnée par la relation suivante:

$$\sigma = F/S$$

Avec :

**F** : Force de traction (N)

**S** : Section rompue (mm<sup>2</sup>)

**$\sigma$**  : Contrainte de rupture (MPa)

**• Module de Young:**

Le module d'Young est le facteur de proportionnalité entre la contrainte  $\sigma$  et la déformation  $\varepsilon$

$$\varepsilon = \Delta L / L_0$$

$$E = \sigma / \varepsilon = (F \times L_0) / (S \times \Delta L)$$

Avec :

**E** : Module d'Young (Mpa).

**L<sub>0</sub>** : Distance entre mords (mm).

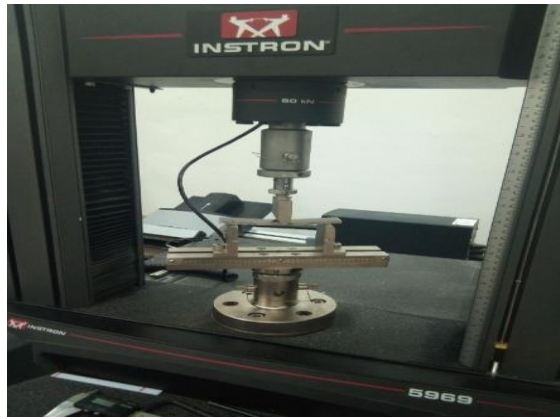
**S<sub>0</sub>** : Surface ou section (mm<sup>2</sup>).

**$\varepsilon$**  : La déformation de la longueur des éprouvettes.

**$\Delta L$**  : L'allongement des éprouvettes (mm).

**III.6.2. Essai de flexion trois points**

Les essais de flexion sont effectués à température ambiante sur des échantillons élaborés suivant la norme (ASTMD 790) qui précise les dimensions de l'éprouvette, la distance L entre les appuis. Les essais sont effectués sur une machine de type (INSTRON 5969 université de Beskra dans laboratoire de mécanique), équipée d'un capteur de force de 50 kN et piloté par le logiciel Text Xpert 9.0. (Figure III.21).



**Figure III. 21:** Une machine pour les essais de flexion de type INSTRON5969, capacité 50 kN

Les résultats obtenus déterminent le déplacement et la force à la rupture. La contrainte à la Flexion  $\sigma_f$  et le module de Young  $E_f$  sont calculés respectivement selon les formules Suivantes [48] :

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2ab^2}$$

$$E_f = \frac{FL^3}{4ab^3Y}$$

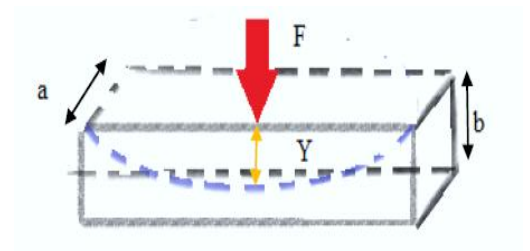
$\sigma_f$ : la contrainte à la flexion (MPa)

$E_f$ : le module à la flexion (MPa) ;

**a** et **b**: largeur et épaisseur de la section (mm);

**L** : distance entre les appuis (mm);

**Y** : la flèche de l'éprouvette (mm).



## **II.7 Conclusion**

Ce chapitre est consacré à l'étude de l'effet de la température du traitement alcalin des tissus de jute et l'élaboration des plaques en bio composite ainsi que la description des différents appareillages et machines utilisées. Les principales conclusions de ce chapitre sont les suivantes :

Le traitement chimique alcalin des tissus de jute en toile dans des températures différentes allant de 30° à 200°C.

La préparation des composites nécessite tout d'abord la préparation des plis de renfort en tissus. La procédure de préparation des plis nécessite un soin particulier afin d'avoir des plis plus ou moins uniformes.

Les différentes plaques du composite (jute/polyester) sont élaborées par la technique sous vide.

Enfin, une description de la technique expérimentale et des normes utilisées pour les essais mécaniques ont été aussi décrites dans ce chapitre.

---

*Chapitre IV*

*Résultats et discussions*

---

## IV.1.Introduction

Dans ce chapitre, les résultats expérimentaux obtenus à partir de différents tests seront présentés et interprétés dans ce dernier chapitre. Dans un premier temps, nous analyserons les constituants de notre ATR-FTIR, puis discuterons de l'évolution des propriétés mécaniques des bio particules selon leurs standards (à différentes températures). Les fissures de notre composé biologique (Polyester / Jute) sont également présentées et discutées en fonction des propriétés mécaniques.

## IV.2.Analyse structurale

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

### IV.2.1. ATR – FTIR

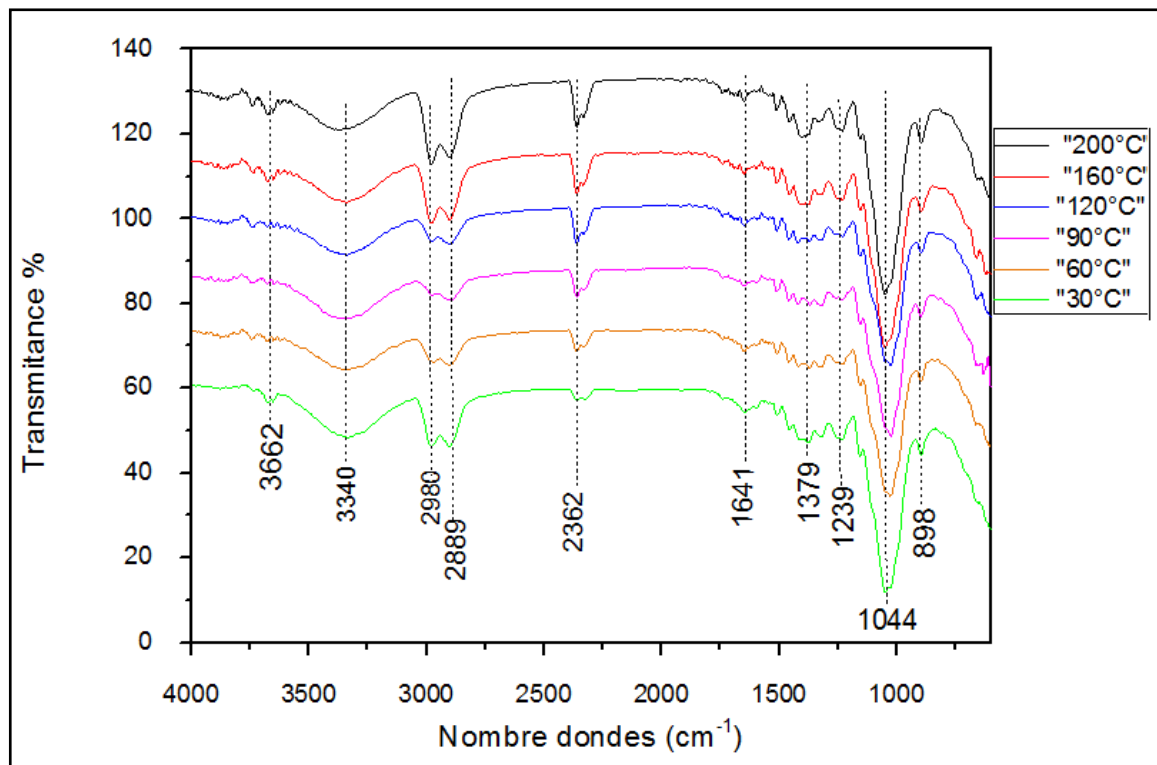
La technique spectroscopique **ATR- FTIR** est l'une des méthodes les plus utilisées pour l'analyse qualitative et quantitative des matières organiques, Les spectres IR ont été enregistrés sur un spectromètre de modèle perkinelner, réflexion diamond crystal, softwar : perkinelnerspectrum, piloté par un ordinateur muni d'un logiciel de traitement avec une résolution de  $4\text{cm}^{-1}$ .

Les bandes de vibration infrarouge typiques, résumées dans le tableau (IV.1), ont été identifiées selon la littérature (Bouafif et al. 2008 ;Rowell et al. 2005 ;Migneault et al. 2015). Les spectres de FTIR de nos six 06 échantillons traités à différentes températures indiquent l'apparition d'un certain nombre de modifications spectrales après le traitement thermique, même si l'aspect général des spectres reste inchangé.

Les figures (IV.1)et (IV.2) montrent clairement les spectres infrarouges des fibres de Jute traitées à différentes températures de NaOH. Le pic le plus prononcé est à  $2362\text{ cm}^{-1}$ .Ce pic est lié à la liaison  $\text{C}\equiv\text{N}$ . On remarque que l'intensité de ce pic augmente avec le traitement thermique à  $160^\circ\text{C}$  et augmente encore plus à  $200^\circ\text{C}$  alors qu'avec un traitement de  $30^\circ\text{C}$ , il disparaît complètement, tel qu'illustré dans la figure (IV.1).

La bande qui se situe entre  $3200$  et  $3600\text{ cm}^{-1}$  liaisons hydrogène intramoléculaires dans la cellulose attribuée au groupement O-H.D'autres pics montrent la présence de la cellulose comme ceux observés à  $2980$  et  $2883\text{ cm}^{-1}$ ,Le pic à  $1641\text{ cm}^{-1}$  a été observé dans le

diagramme du spectre des fibres de jute associé à une vibration d'élongation qui indique la présence d'eau associée à la lignine ou à la cellulose. Un autre pic a été déterminé à des longueurs d'onde de  $1367\text{ cm}^{-1}$  pour la présence de flexion (CH) dans la première cellulose et la seconde cellulose et les hémicelluloses. D'autre part, la plage  $1239\text{ cm}^{-1}$  indique la présence de lignine. Dans la gamme de longueur d'onde basse, la bande de  $894\text{ cm}^{-1}$  correspond à une caractéristique de la vibration de l'étirement C-O-C (liaison  $\beta$ -glycosidique).



**Figure.IV.1** :Spectre FT-IR de fibre de jute traité par 5% de NaOH avec différentes températures pendant 2h.

Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Type de vibration	Source
3100 – 3600	-OH élongation	Polysaccharides
~2950	-CH élongation	(Cellulose, hémicellulose)
~2850	-CH élongation	Cellulose, hémicellulose
~1730	-CO élongation	Pectines, hémicellulose
~1630	-OH	Eau
~1513	-C=C aromatique, élongation symétrique	Lignine
~1422	-CH <sub>2</sub>	Cellulose
~1367	-CH, CO aromatique	Polysaccharides
~1318	-CH, CO aromatique	Polysaccharides
~1240	-CO élongation	Hémicellulose
~1160	Déformation antisymétrique de la liaison C-O-C	Cellulose
~1030	-C=O, -OH élongation	Cellulose
~895	Elongation des liaisons β- glycosidique des anneaux de glucose	Polysaccharides
~830	-CH aromatique : déformation hors plan	Lignine
~660	-COOH déformation	Polysaccharides

**TableauIV.1** : Récapitulations des bandes d'absorption FTIR et leurs liaisons associées.

[49];[50]; [1]

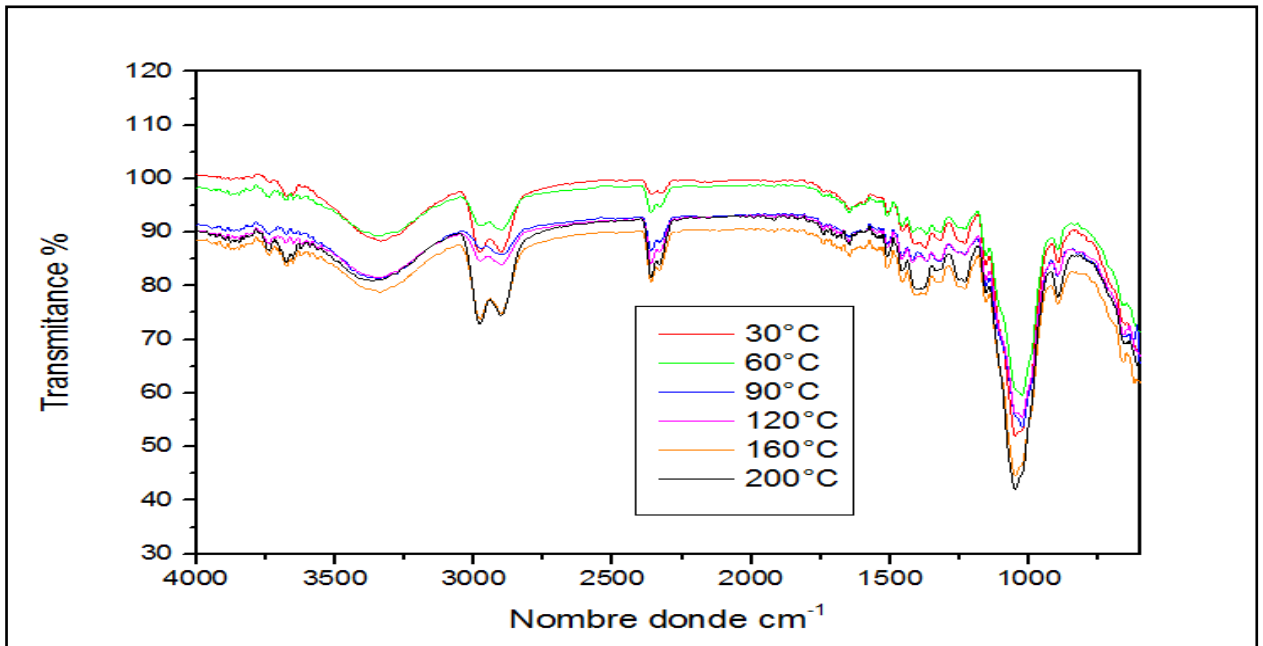


Figure.IV.2 : Spectres FT-IR de fibres de jute traité par 5% de NaOH pendant 2h

### IV.3 .Caractérisations mécaniques

Dans ce paragraphe, les résultats des tests mécaniques, obtenus à la suite d'essais de traction et de flexion des bio-composites, sont illustrés et discutés.

#### IV.3.1. Analyse des courbes contrainte-déformation de bio composite

Les résultats des tests en traction et en flexion trois points indiquent le comportement mécanique des éprouvettes de bio composite renforcés par des tissus de jute traitées.

##### IV.3.1.1Essai de traction bio composite

Des essais de traction ont été réalisés jusqu'à rupture des éprouvettes, pour assurer un bon clonage des résultats, trois éprouvettes ont été testées au moins à une vitesse de 2 mm / min. Les dimensions des éprouvettes sont préparées selon la norme ASTM D 3039 où  $L = 150$  mm,  $b = 25$  mm, et  $e = 5$  mm, qui sont respectivement la longueur, la largeur et l'épaisseur des éprouvettes testées.

##### IV.3.1.1.1 Caractérisation mécanique en traction des bio composites

Les éprouvettes testées obtenues à partir des bio composites élaborés sont caractérisées à différentes températures de mercerisation pendant 2 h et avec 4 plis dans le sens de chaîne.

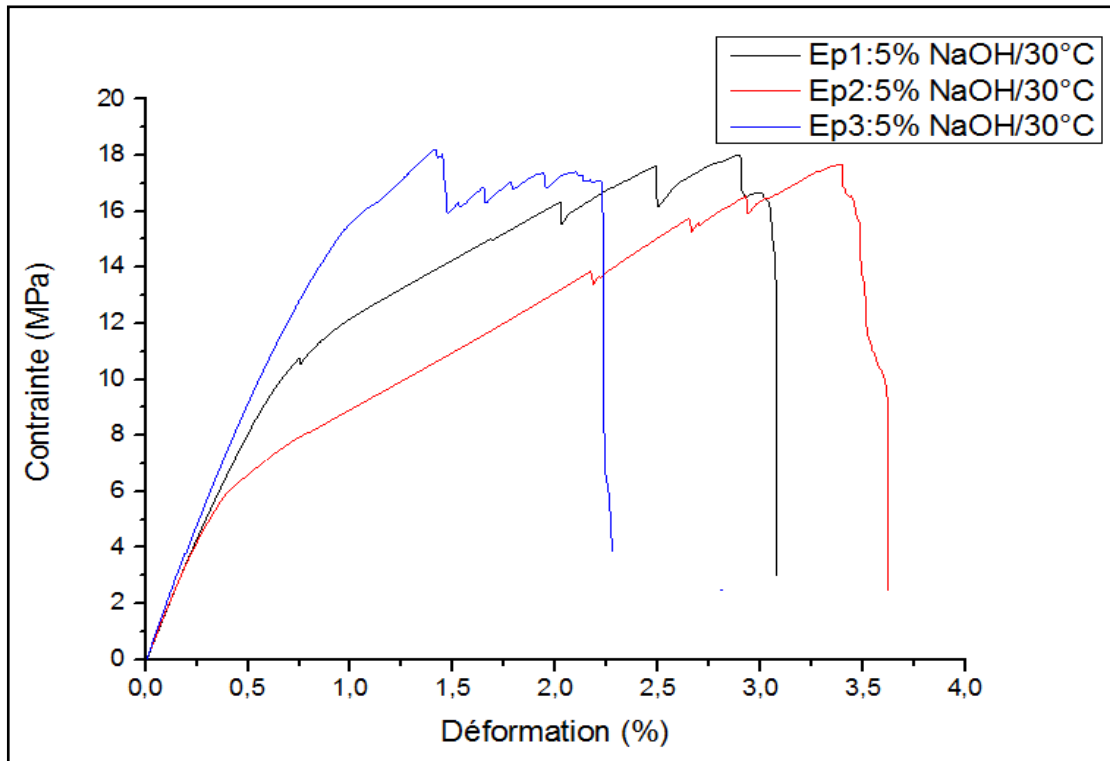
Trois éprouvettes au moins du même échantillon traité testé en traction. Lors de cet essai, les éprouvettes ont été chargées en traction monotone jusqu'à la rupture.

Les figures (IV.3, IV4 et IV5) représentent les trois courbes de l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) des échantillons (jute/polyester) à  $T=(30^{\circ}\text{C}, 90^{\circ}\text{C}$  et  $200^{\circ}\text{C}$ ) testée en traction dans le sens de chaîne.

Ces courbes montrent que le matériau présente un comportement non linéaire indépendamment de l'état du tissu (traité), Cette non linéarité n'est pas due à une déformation plastique comme dans le cas des métaux ductiles, mais elle résulte des dommages microscopiques tels que la rupture des fibres, la fissuration de la matrice, la décohésion interfaciale fibre/matrice et le délaminage, qui peuvent se produire à des contraintes relativement faibles. Ces dommages augmentent en taille, à différents points du composite lorsque la contrainte augmente. Ils ne provoquent pas une rupture immédiate du composite, mais sa rigidité diminue progressivement. Un tel comportement a été rapporté par Mallick et al. [45]. La distribution de ces dommages microscopiques est fortement influencée par la température de mercerisation et ce en raison du changement de l'affinité entre la fibre et la matrice.

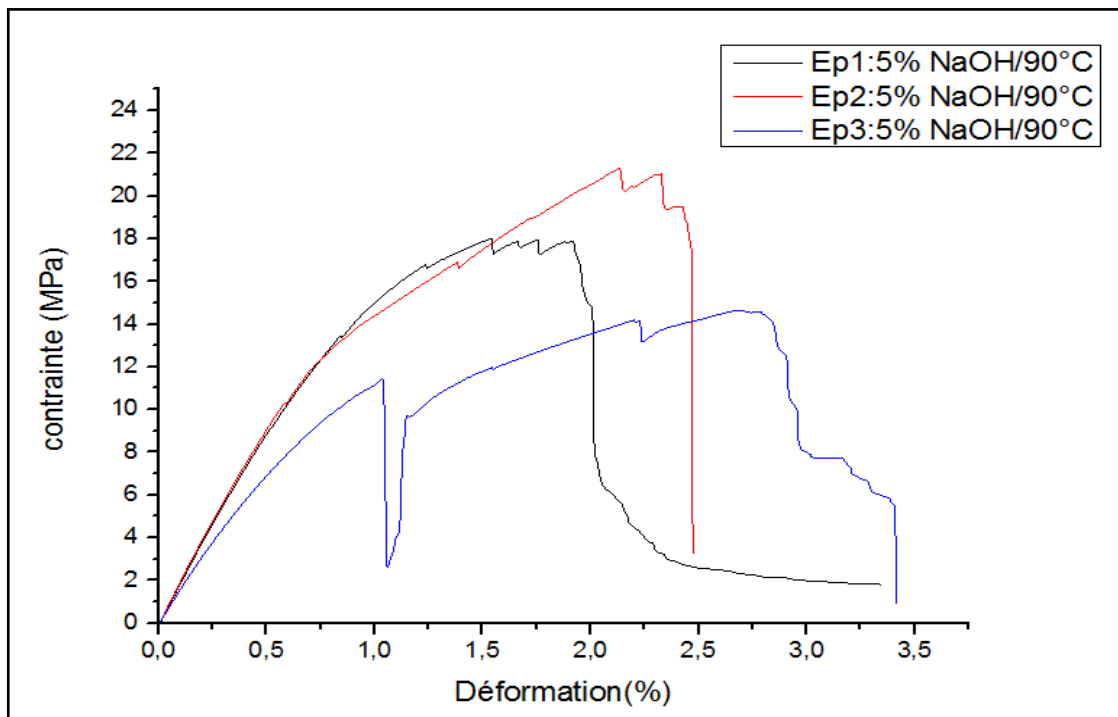
Les courbes de contrainte et de déformation des trois éprouvettes du même échantillon ont des comportements similaires et presque identiques, avec une petite dispersion sûrement elle est due aux étapes de l'élaboration sou vide. L'évolution se produit en trois étapes, on constate, au début une courbure jusqu'à une certaine valeur, qui est de l'ordre de 0,5% de la déformation, puis une linéarité caractérisée par une augmentation jusqu'à la contrainte maximale. Cette dernière varie presque à mesure que la déformation augmente jusqu'à atteindre sa valeur maximale lorsqu'une rupture soudaine est atteinte.

Les valeurs des contraintes moyennes sont respectivement de l'ordre de 17,96, 19,55 et 17,05 pour les bio composites à  $T = (30^{\circ}\text{C}, 90^{\circ}\text{C}$  et  $200^{\circ}\text{C}$ ). Le coefficient de Young a été calculé conformément à la norme ASTM 3039 et les principales propriétés mécaniques obtenues sont regroupées dans le tableau (IV.2).



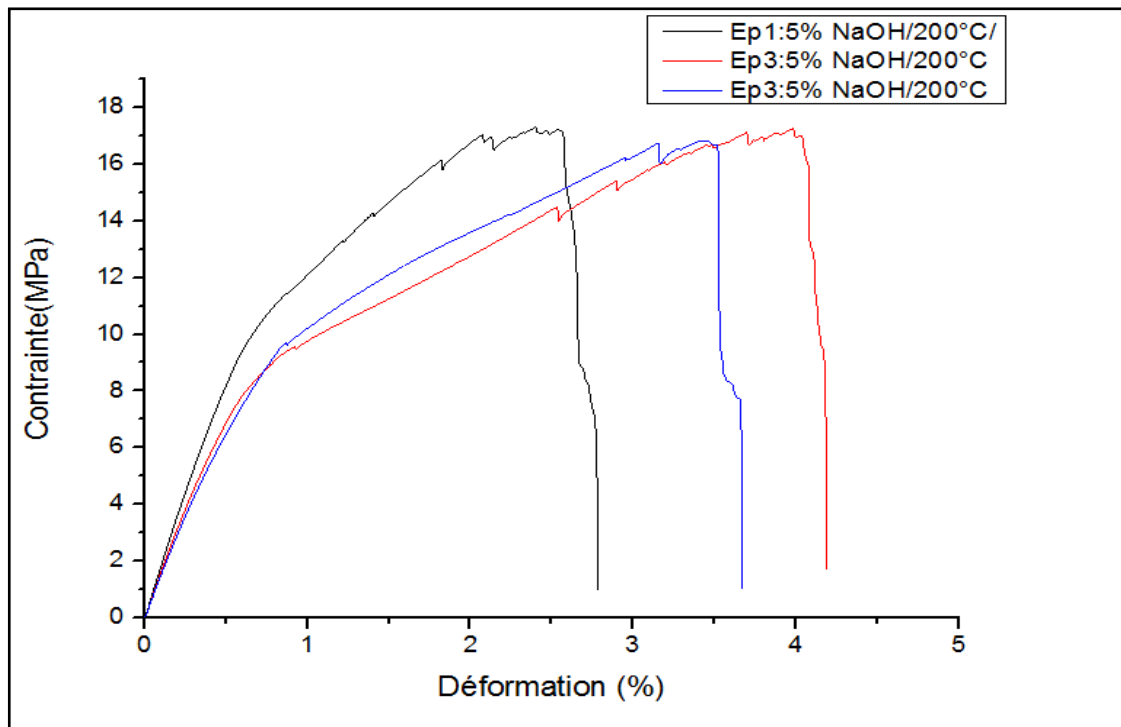
**Figure. IV.3 :** l'évolutions des contraintes en fonction de déformation ( $\sigma$ - $\epsilon$ )

des éprouvettes soumis à la traction (30°C) pendant 2h à 5% NaOH



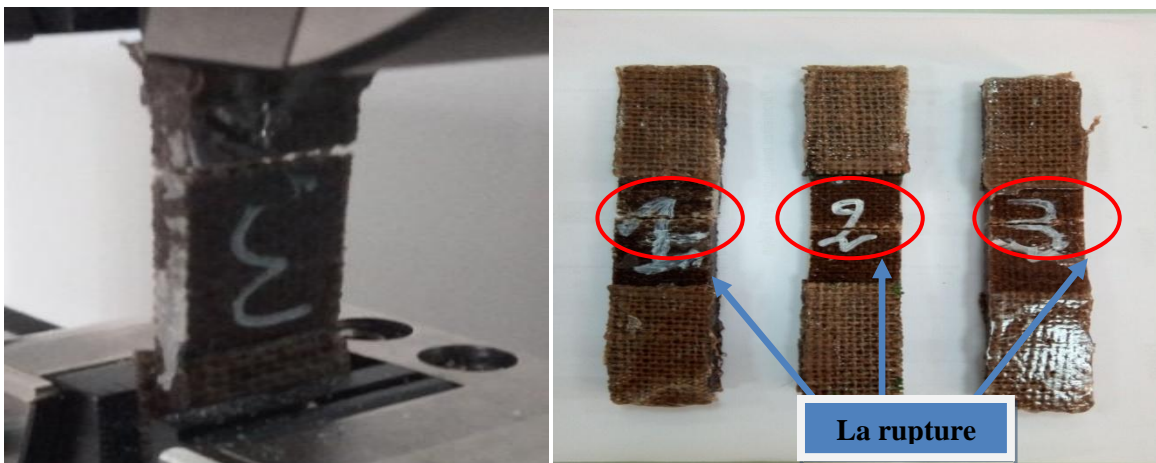
**Figure.IV.4 :** l'évolutions des contraintes en fonction de déformation ( $\sigma$ - $\epsilon$ )

des éprouvettes soumis à la traction (90°C) pendant 2h à 5% NaOH



**Figure.IV.5 :** l'évolutions des contraintes en fonction de déformation ( $\sigma$ - $\epsilon$ )

des éprouvettes soumis à la traction (200°C) pendant 2h à 5% NaOH



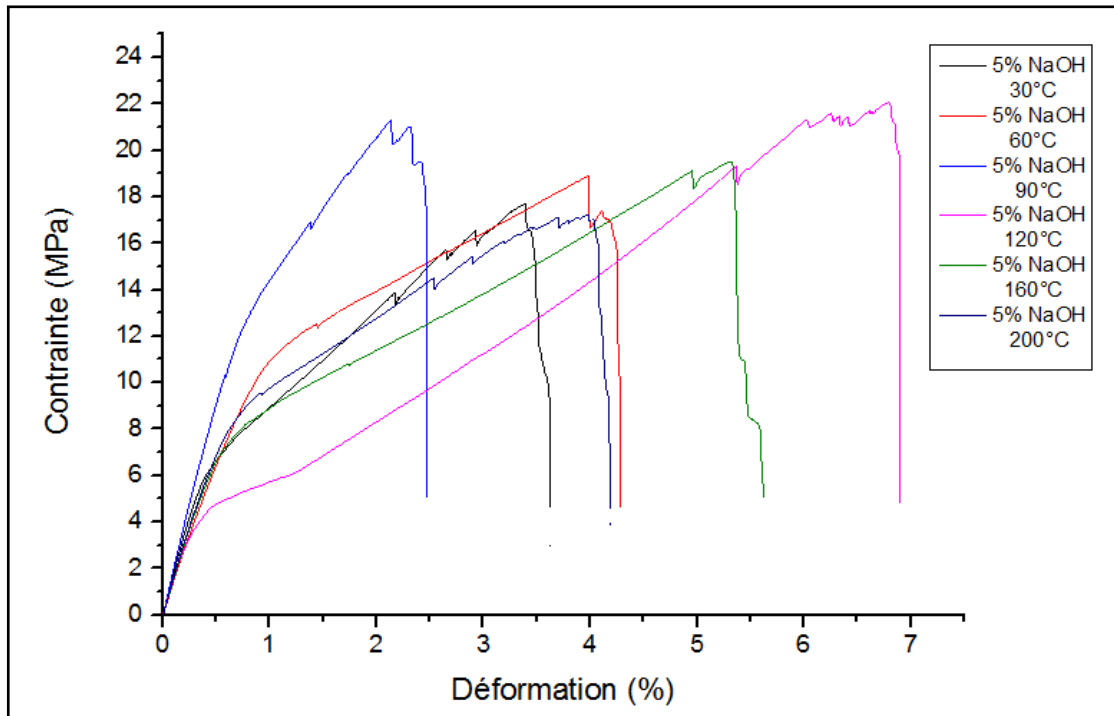
**Figure.IV. 6 :** Image de la rupture par les tissus de jute en traction

Le tableau (2-4) montre la moyenne des paramètres de déformation, de résistance à la traction et module de young des éprouvettes testées. Ce tableau montre que les propriétés mécaniques des composites s'améliorent par rapport à la température, mais à partir de  $T=120^{\circ}\text{C}$  on remarque que les propriétés mécaniques de nos composites (tissus de jute traités/ polyester) commencent à se dégrader et d'autre part, l'impact du jeu sur les propriétés mécaniques est clairement évident.

Ep	Module de Young (GPa)		Contrainte (MPa)		Déformation (%)	
	E moy	Écart type	Contmoy	Écart type	Déf moy	Écart type
30°C	1,7962	0,0854	17,9664	0,2708	2,3985	0,9902
60°	1,4225	0,1365	17,0767	1,8428	3,4369	1,0815
90°C	1,9021	0,0055	19,5523	1,7023	2,0186	0,1151
120°C	1,4735	0,2243	20,2225	1,8274	5,5768	1,3135
160°C	1,5592	0,1033	19,6076	1,1092	5,5483	0,2362
200°C	1,5684	0,1894	17,0510	0,2035	3,2654	0,7220

**Tableau IV.2:** Propriétés mécaniques moyennes des essais de traction des bio composites.

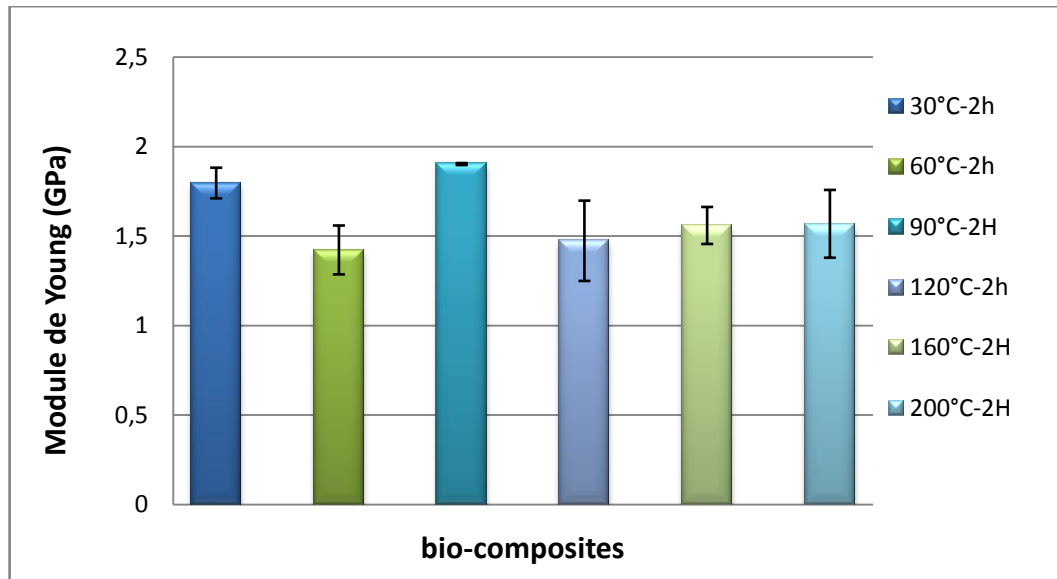
La Figure (IV.7) nous donne la comparaison entre les courbes de différentes températures de mercerisation. Le comportement de contrainte- déformation montre que l'échantillon à une température de 90 °C de mercerisation nous donne des propriétés mécaniques meilleurs que les autres températures de mercerisation.



**Figure.IV.7** Comparaison des courbes types contrainte-déformation des différents températures de mercerisation.

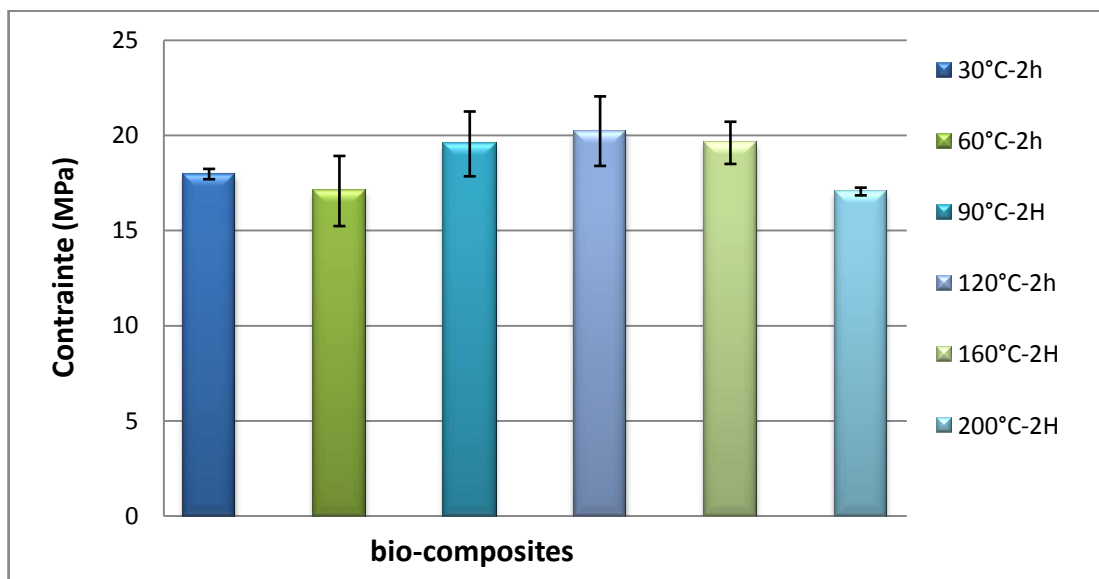
#### IV.3.1.1.2 Paramètres de rupture

L'histogramme de la figure (IV.8) montre que, dans la variation des températures de mercerisation des tissus de renfort, le module de Young du bio-composite Polyester/Jute varie. Comme on peut le voir sur cette figure (IV.8), le module de Young augmente dans le bio-composite (90°C) pour atteindre une valeur maximale de l'ordre de  $1,9021 \pm 0,0055$  GPa et diminue pour les bio-composites de  $T = (30^\circ\text{C}, 60^\circ\text{C}, 120^\circ\text{C}, 160^\circ\text{C}$  et  $200^\circ\text{C})$  pour atteindre des valeurs de l'ordre de  $(1,7962 \pm 0,0854 ; 1,5683 \pm 0,1894 ; 1,5592 \pm 0,1033 ; 1,4735 \pm 0,2242$  et  $1,4224 \pm 0,1365$  GPa) respectivement. Cela se traduit par l'effet de température de mercerisation des tissus de renfort sur l'élaboration des bio-composites.



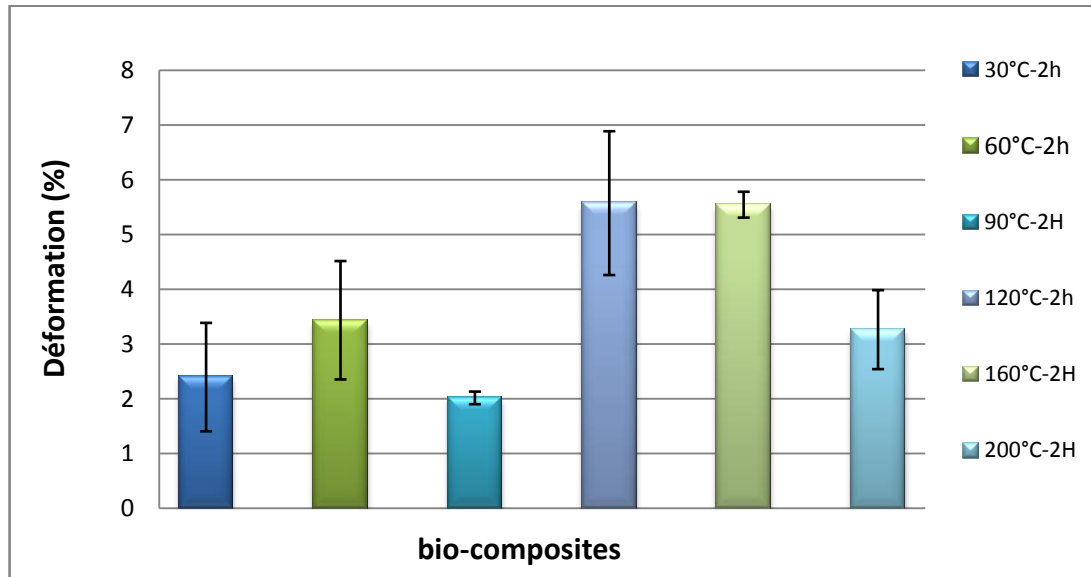
**Figure. IV.8 :** Histogrammes de l'évolution des modules de Young des bio-composites.

Comme on peut le voir sur Figure (IV.9) de l'histogramme, la contrainte augmente dans le bio-composite 120°C pour atteindre une valeur maximale de l'ordre de  $20,22 \pm 1,83$ MPa et diminue pour les bio-composite (160°C,90°C 30°C ,60°C, et 200°C) pour atteindre des valeurs de l'ordre de ( $19,60 \pm 1,11$  ;  $19,55 \pm 1,70$  ;  $17,97 \pm 0,27$  ;  $17,08 \pm 1,84$  et  $17,05 \pm 0,20$ MPa) respectivement. Cela se traduit par l'effet de Température de tissage de renfort sur l'élaboration des bio-composites.



**Figure. IV.9 :** Histogrammes de l'évolution des contraintes des bio-composites.

D'autres part, la déformation augmente dans le bio-composite 120°C pour atteindre une valeur maximale de l'ordre de  $5,57 \pm 1,31\%$  et diminue pour les bio-composite (30°C, 60°C, 90°C, 160°C et 200°C) pour atteindre des valeurs de l'ordre de ( $5,54 \pm 0,24$  ;  $3,44 \pm 1,08$  ;  $3,27 \pm 0,72$  ;  $2,40 \pm 0,99$  et  $2,02 \pm 0,12$  %) respectivement voir la Figure(IV.10)



**Figure. IV.10 :** Histogrammes de l'évolution des déformations des bio-composites.

#### IV.3.1.2. Essai de flexion 3-points des bio composites

Un montage de flexion 3 points a été utilisé afin de caractériser le comportement mécanique des composites et notamment l'effet de la température de mercerisation des tissus sur les propriétés mécaniques mesurées.

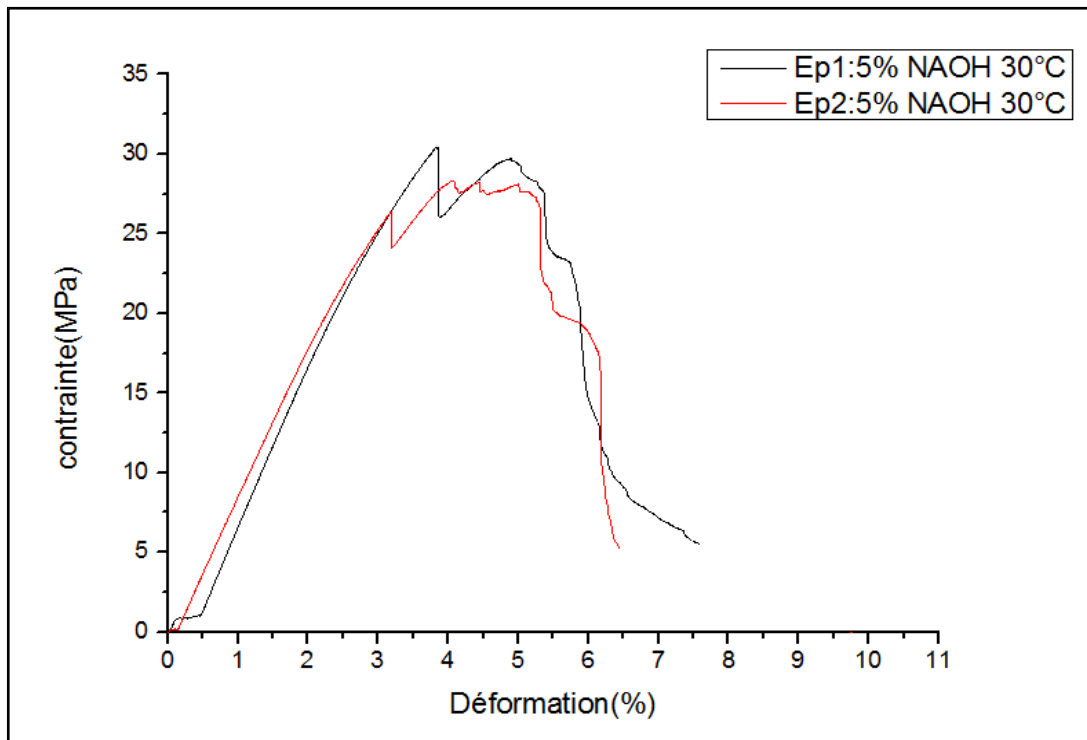
Les figures (IV.11, IV.12 et IV.13) présentent l'évolution de la contrainte appliquée en fonction de la déformation au centre de l'éprouvette pour des échantillons de températures de mercerisation  $T = (30^\circ\text{C}, 60^\circ\text{C} \text{ et } 90^\circ\text{C})$ .

Dans les courbes de ces figures, on distingue deux régions principales et un point caractéristique :  $\sigma_{\text{Max}}$ , qui correspond à la contrainte maximale appliquée.

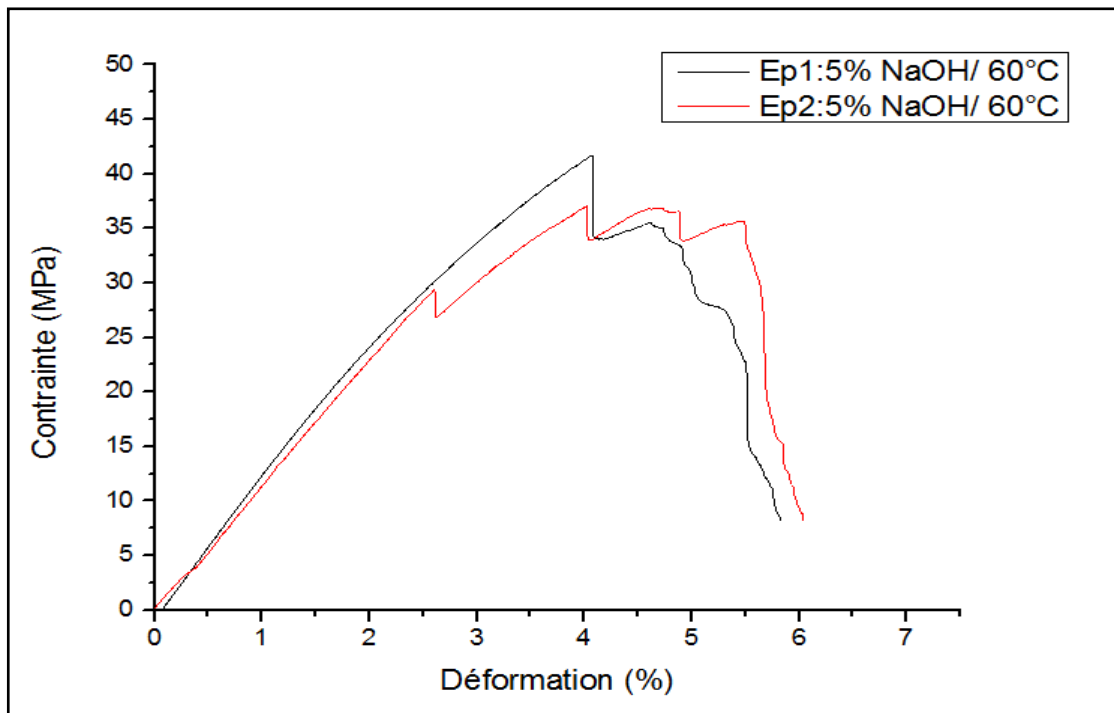
La phase I est celle où le comportement du matériau est quasi linéaire, ce qui traduit une charge supportée majoritairement par la matrice qui est progressivement transféré aux fibres

La phase II à partir de la contrainte maximale caractérise le comportement de non linéarité suivant une reprise de la charge par les fibres. Le rôle des fibres dans cette partie consiste principalement à limiter la progression de la microfissure.

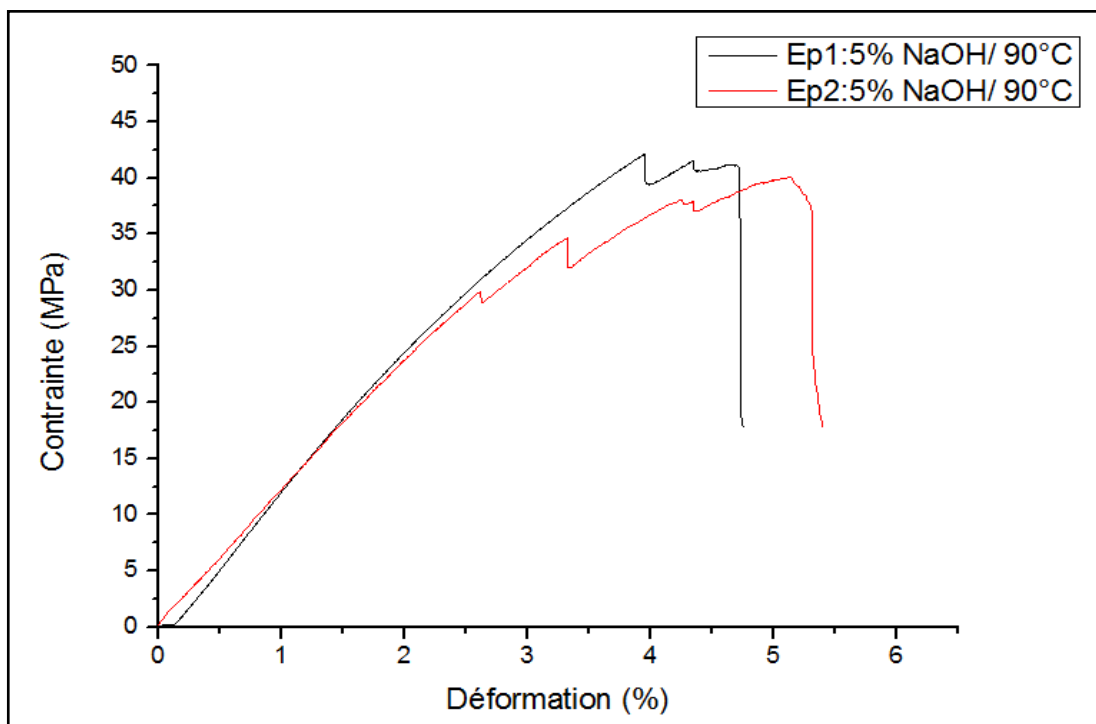
Donc un incrément de travail de rupture est ajouté et la rupture du composite est de type semi contrôlé. La partie de la décroissance de la courbe  $\sigma$ - $\epsilon$  présente une rupture contrôlée. Cette dernière est associée aux mécanismes de décollement aux interfaces ; à la rupture et à l'extraction des fibres rompues.



**Figure.IV.11.** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation( $\sigma$ - $\epsilon$ )  
des éprouvettes de (30°C).



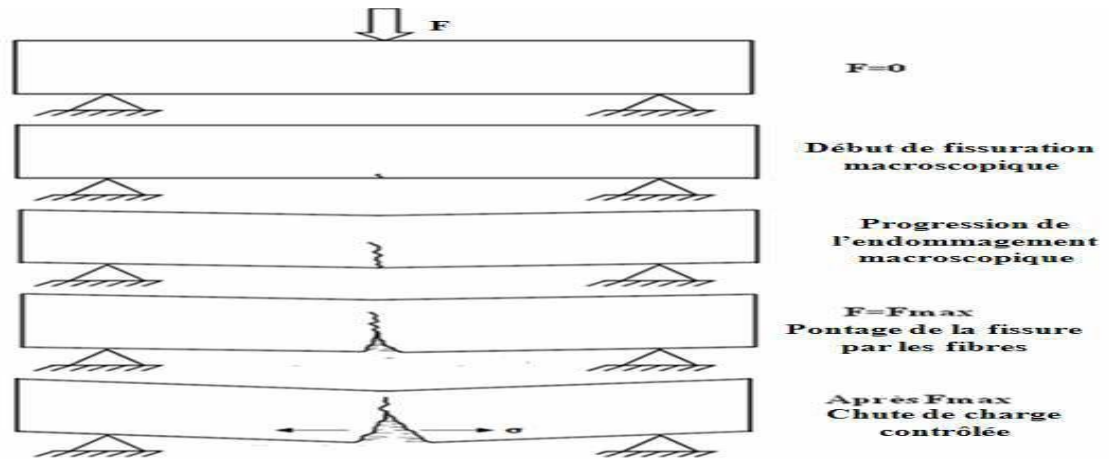
**Figure.IV.12 :** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation ( $\sigma$ - $\epsilon$ )  
des éprouvettes de (60°C).



**Figure.IV.13 :** Evolution de la contrainte en fonction de la déformation ( $\sigma$ - $\epsilon$ )  
des éprouvettes de (90°C).

Les courbes des éprouvettes de chaque échantillon présentent une grande similitude et une faible dispersion surtout dans la première phase. Cela explique sûrement le bon processus d'élaboration des bio composites par la méthode sous vide.

La figure (IV. 14) résume les différentes étapes décrites ci-dessus



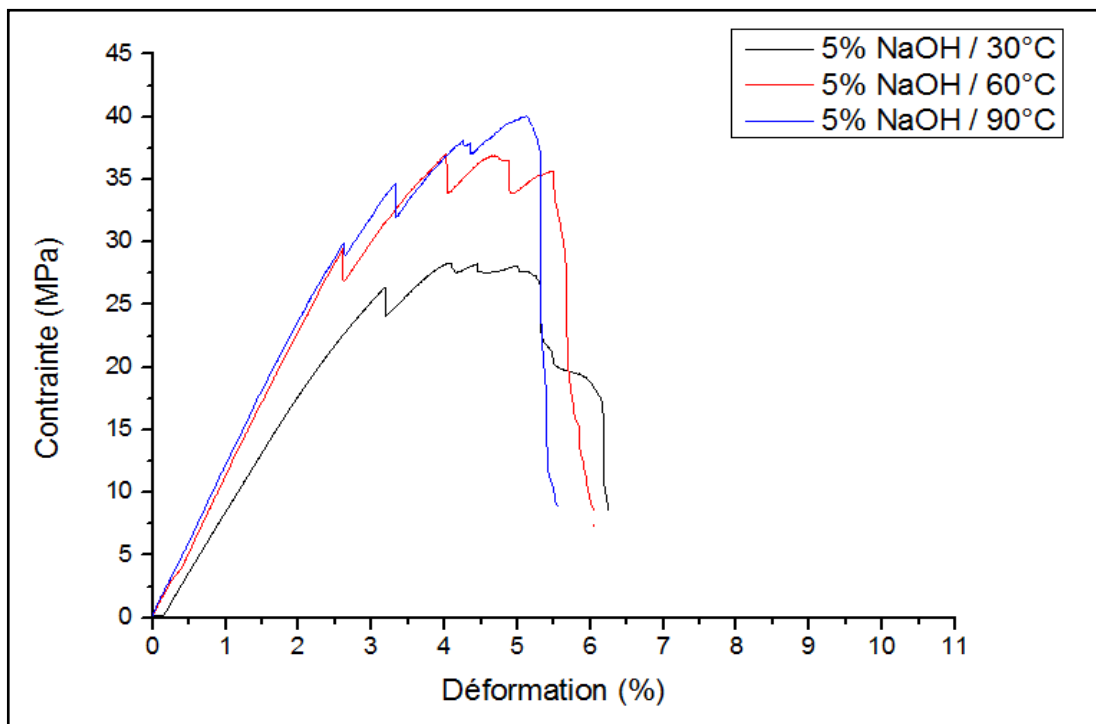
**Figure. IV. 14 :** Evolution du comportement mécanique du composite jute/polyester en flexion 3 points

Ces résultats sont similaires à ceux obtenus par [49]. Ils examiné l’effet de la teneur des fibres de Lin sur les propriétés de composite à base cimentaire. Ils observent une diminution de la résistance à flexion de 4 MPa à 2.3 MPa pour de différentes fractions massiques des fibres [49]

Ep	Module de Young (GPa)		Contrainte (Mpa)		Déformation (%)	
	E	Écart type	Cont Moy	Écart type	Déf Moy	Écart type
30°C	2,6932	0,1107	28,8925	0,7368	4,9303	0,0635
60°C	3,3742	0,2546	39,2667	2,3157	4,0386	0,0276
90°C	3,6224	0,1512	40,9927	0,9913	4,5295	0,5939

**Tableau IV.3 :** tableau récapitulatif des propriétés mécaniques moyennes d’essais de flexion 3- points des bio-composites.

La Figure IV.15 représente la comparaison des courbes de température de mercerisation des échantillons à 30°C, 60°C et 90°C pour l'essai de flexion. Le comportement contrainte - déformation des courbes est presque le même. Ces courbes montrent un comportement pratiquement non linéaire et ductile. Dans l'ensemble des courbes la charge croit pour atteindre un niveau maximal puis la charge chute brusquement provoquant la rupture de l'éprouvettes testée. Dans cette figure on remarque que pour une température de 90°C la courbe nous donne les meilleurs résultats des propriétés mécanique, d'où nous concluons que la température de mercerisation à 90°C est celle qu'on cherche pour nos composites.

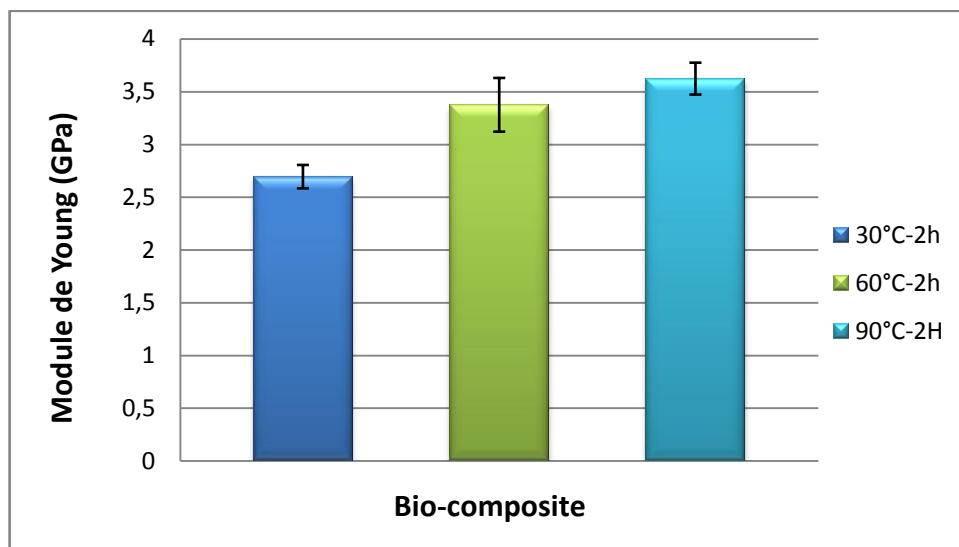


**Figure IV.15:** les évolutions de la contrainte en fonction de la déformation ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) des éprouvettes de (30°C , 60°C ,90°C).



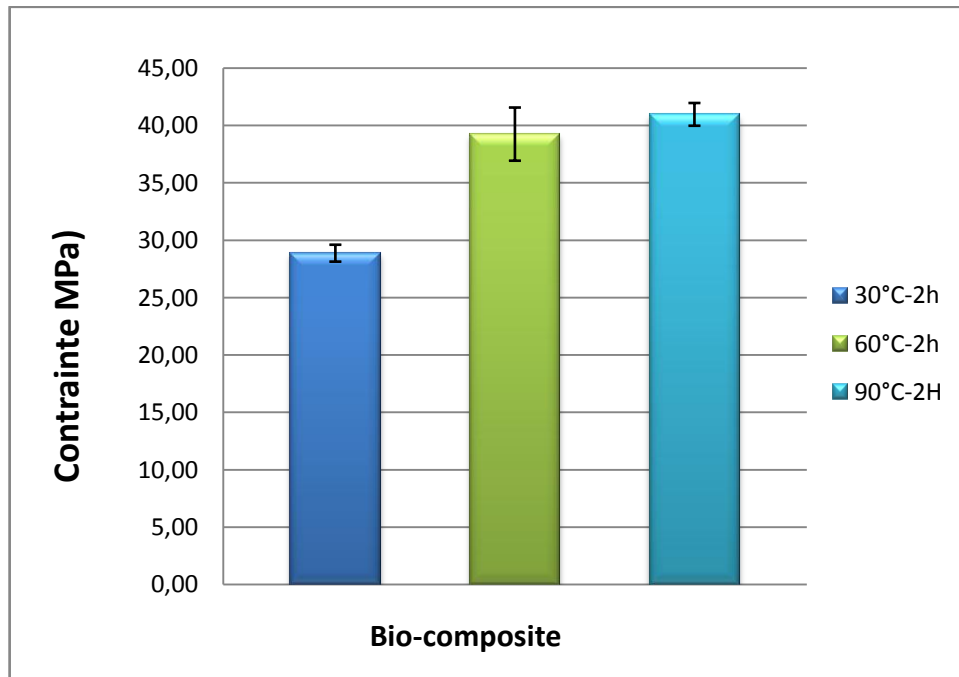
**Figure IV.16 :** Image de la fissure par les tissus de jute en flexion 3 points

L'histogramme de la Figure(IV.17) montre que, le module de flexion du bio-composite Polyester/Jute varie selon la température de mercerisation. Comme on peut le voir sur cette Figure.(IV.17), le module de flexion augmente dans le bio-composite à 90°C pour atteindre une valeur maximale de l'ordre de  $3,62 \pm 0,15$  GPa et diminue dans les bio-composite à 30°C et 60°C pour atteindre des valeurs de l'ordre de  $2,69 \pm 0,11$  et  $3,37 \pm 0,25$  GPa respectivement. Cela se traduit par l'effet de température de mercerisation des tissus de renfort sur l'élaboration des bio-composites.



**Figure.IV.17:** Histogrammes de l'évolution des modules de flexion des bio-composites

Comme on peut le voir sur l'histogramme de la Figure.(IV.18), la contrainte augmente dans le bio-composite à 90°C pour atteindre une valeur maximale de l'ordre de  $40,99 \pm 0,99$  MPa et diminue dans les bio-composite à 30°C et 60°C pour atteindre des valeurs de l'ordre de  $28,89 \pm 0,74$  et  $39,27 \pm 2,31$  MPa respectivement. Cela se traduit par l'effet de température du renfort sur l'élaboration des bio-composites.



**Figure. IV.18 :** Histogrammes de l'évolution des contraintes des bio-composites.

D'autres parts, les déformations du bio-composite à 30°C sont augmentées par rapport à celles des bio-composites à 60°C et 90°C, voir la Figure.(IV.19). La déformation augmente dans le bio-composite à 30°C pour atteindre une valeur maximale de l'ordre de  $4,93 \pm 0,06\%$  et diminue dans les bio-composite 60°C et 90°C pour atteindre des valeurs de l'ordre de  $4,04 \pm 0,03$  et  $4,53 \pm 0,59\%$  respectivement.

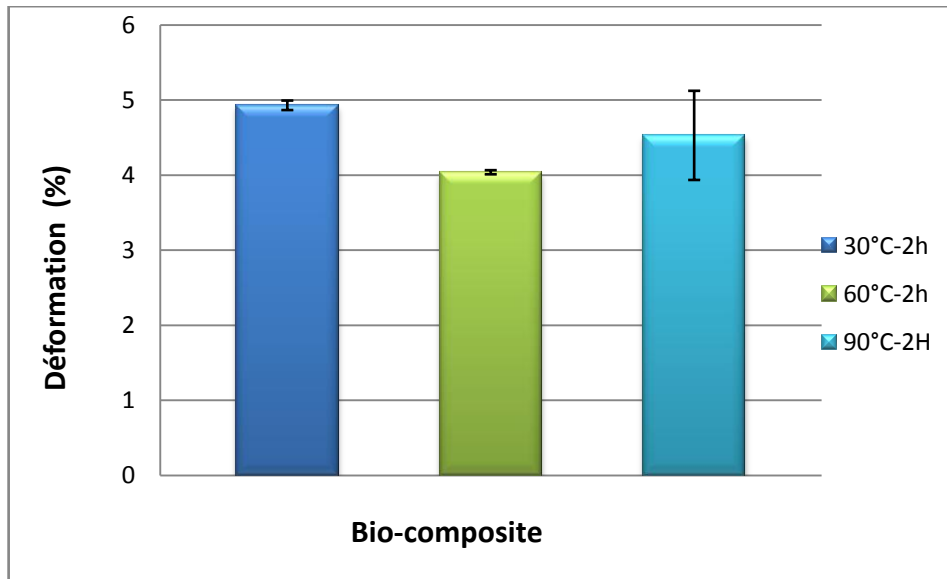


Figure. IV.19 : Histogrammes de l'évolution des déformation des bio-composites.

#### IV.4.Conclusion

Afin d'améliorer l'adhésion entre les tissus et la matrice, les tissus sont soumis à différentes températures de traitements. Différents composites sont donc élaborés à partir des tissus traités par la soude. Si l'on compare maintenant les propriétés mécaniques de nos composites pour différentes températures on peut dire que :

La résistance en traction et en flexion est meilleure à 90°C par rapport aux autres températures, cela indique que cette température du traitement par la soude entraîne une meilleure modification sur les propriétés mécanique de ce composite. Cela a été démontrer par nos résultats cités au-dessus.

---

# *Conclusion générale*

---

## Conclusion Générale

---

### Conclusion Générale

Les données bibliographiques sur les composites à base de fibres de jute remontent à plus de dix ans. Elles mettent en évidence des propriétés suffisamment élevées pour envisager des débouchés industriels autres que ceux de la filière textile. Leurs avantages sont nombreux par rapport aux fibres actuellement disponibles sur le marché des composites. Le premier est écologique : la prise de conscience de la fragilité de notre environnement face à certaines interventions humaines promeut l'utilisation d'agro ressources en remplacement de matériaux issus de la pétrochimie et/ou néfastes pour la préservation de la planète. La fibre de jute, dont la culture est quasiment neutre vis-à-vis de l'environnement, entre dans ce cadre de développement durable. Le deuxième avantage est économique : le coût du kilogramme de matériau composite à base de fibres végétales depuis sa production jusqu'à la fin du cycle de vie n'est pas plus élevé que celui des matériaux renforcés, par exemple, par des fibres de verre.

Toutefois, quelques caractéristiques particulières freinent encore l'emploi des fibres de jute dans la fabrication de composites structuraux. D'abord, en tant que matériaux naturels, elles sont très sensibles à leur environnement : des conditions extrêmes, ou même seulement anormales, de température ou d'humidité altèrent profondément leur structure. Ensuite, leur variété ainsi que les conditions de leur croissance influent notablement sur leurs propriétés mécaniques, qui sont d'ailleurs particulièrement dispersées, sans commune mesure avec la plupart des matériaux synthétiques.

Afin d'améliorer l'adhérence entre le tissu et la matrice qui est notre but essentiel, les tissus de jute sont déposés dans des traitements alcalins de 5% NaOH pendant 2h pour différentes températures qui varient de 30°C jusqu'à 200°C. Ainsi, différents composites sont produits à partir de ces tissus traités à la soude et avec une matrice en polyester. Si nous comparons maintenant les propriétés mécaniques de nos composites à différentes températures, nous pouvons dire que nous avons trouvé que :

La résistance à la traction et à la flexion de nos composites tissus de jute/ polyester sont meilleures à 90 °C par rapport aux autres températures, indiquant que la température de ce traitement à la soude conduit à un meilleur ajustement aux propriétés mécaniques de ce composite. Cela a été démontré dans le chapitre IV.

Pour conclure, l'utilisation de fibres naturelles comme renfort de composites à matrice polymère est en passe de devenir industriellement viable, grâce à leurs nombreux avantages

## Conclusion Générale

---

écologiques, économiques, physiques et mécaniques. Cependant, le développement de ces éco-composites exige la levée d'un certain nombre de verrous, liés au choix des variétés, aux méthodes d'extraction et de sélection des fibres, et de la réalisation de semi-produits techniques. A tout cela viennent s'ajouter des difficultés fondamentales, telles que la définition des paramètres géométriques à la base de la caractérisation mécanique, l'optimisation de la compatibilité entre les fibres et la matrice, et l'amélioration de la stabilité hygrothermique et mécanique des composites.

### Références Bibliographiques

- [1] Salah AMROUNE « Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier » Présentée pour obtenir le grade de docteur de l'université du 8 MAI 1945 GUELMA 2016
- [2] Faulstich de Paiva JM., Frollini E., Unmodified and Modified Surface Sisal Fibers as Reinforcement of Phenolic and Lignophenolic Matrices Composites: Thermal Analyses of Fibers and Composites *Macromol, Material and Engineering*, 291, 405-417, 2006.
- [3] AYDEMIR, Deniz, KIZILTAS, Alper, KIZILTAS, Esra Erbas, et al. Heat treated wood–nylon 6 composites. *Composites Part B: Engineering*, 2015, vol. 68, p. 414-42
- [4] YEMELE, Martin Claude Ngueho, KOUBAA, Ahmed, CLOUTIER, Alain, et al. Effects of hot water treatment of raw bark, coupling agent, and lubricants on properties of bark/HDPE composites. *Industrial Crops and Products*, 2013, vol. 42, p. 50-56.
- [5] Abraham, E., Deepa, B., Pothan, L. A., Cintil, J., Thomas, S., John, M. J., & Narine, S. S. (2013). Environmental friendly method for the extraction of coir fibre and isolation of nanofibre. *Carbohydrate polymers*, 92(2), 1477-1483.
- [6] J.M. Berthelot. *Composite Materials : Mechanical Behavior and Structural Analysis*. Springer New York. 1999
- [7] Belkacemi chérifa .etude expérimentale du comportement mécanique des stratifiés à renfort en matière végétale .boumerdèse 2006
- [8] Laurent Gornet. Généralités sur les matériaux composites. Engineering school. 2008. <cel-00470296v1>HAL Id: cel-00470296
- [9] Daniel Gay. *Matériaux composites*. 3eme edition Hermès, Paris 1991 p569.
- [10] Maurice Reyne. *Les plastiques*. Edition Hermès, Paris, 1990 p189
- [11] R.P.C. Decathlon. *Les matériaux composites dans l'industrie des sports et loisirs*. Congrès RFIS, 2005.
- [12] <http://www.ac-nice.fr/>
- [13] Lionel Gendre, *Matériaux composites et structures composites*. <http://www.si.ens-cachan.fr> , Sciences de l'ingenieur, 2011.
- [14] Sofien Bouzouita. *Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel*. Autre.Ecole Centrale de Lyon; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir, 2011. Français. <NNT : 2011ECDL0052>. <tel-00769959>
- [15] Meriem EL BOUSTANI . *Modification des fibres végétales par un procédé écologique :effets sur la microstructure et la compatibilité avec les matrices polymériques*. Juillet 2016

## Références Bibliographiques

---

- [16] Christophe Baley, *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites*, Techniques de l'ingénieur, AM5130, 2013
- [17] Debiprasad G,\*, Kousik D, Palash P, Subhankar M « Jute Composites as Wood Substitute » *International Journal of Textile Science* 2012, 1(6): 84-93
- [18] “Investigation on jute fibres and their composites based on polypropylene and epoxy Matrices” Phd thesis by Der Fakultät Maschinenwesen, Technischen Universität Dresden, 2006.
- [19]. Thakur, V.K. (2014). *Green Composites from Natural Resources*, (p. 207-241). CRC Press. United States of America.
- [20]- Pickering, P. (2008). *Properties and Performance of Natural-Fibre Composites*, (p. 67-128). CRC Press. United Kingdom.
- [21]- Lee, S.M. (1993). *Handbook of Composite Reinforcements*, (p. 90). Wiley-VCH. United States of America.
- [22]- Ehrburgeret, P., Donnet, J.B. (1980). *Interface in composite materials*. *Philosophical Transactions of the Royal Society A*, 294( 1411), 495-505.
- [23] Park, S.J., Seo, M.-K. (2011). *Interface Science and Composites*, (p. 2-9). Elsevier.
- [24]- Hsu., J.-P. (1999). *Interfacial Forces and Fields: Theory and Applications*, (p. 387). Marcel Dekker Inc. Netherlands.
- [25]- Desiraju, G.R., Steiner, T. (2001). *The Weak Hydrogen Bond: In Structural Chemistry and Biology*, (p. 1). Oxford university press. United Kingdom.
- [26] Sofien Bouzouita. *Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel*. décembre 2011
- [27] C. Pomel, C. Baley et B. Lamy, «Influence de prétraitements et traitements chimiques sur l'adhérence fibre de lin / résine therm durcissable polyester. », XVème Congrès Français de Mécanique Nancy, 2001,
- [28] J.Z. Lu, Q. Wu et H.S. Menabb. «Chemical Coupling in Wood Fiber and Polymer Composites: A Review of Coupling Agents and Treatments », *Wood and Fiber Science.*, Vol. 32, 2000, pp 88-104.
- [29] I. Chun et R.T. Woodhams. « Use of processing aids and coupling agents in micareinforced polypropylene. », *Polymer Composite.*, Vol.5, 1984, pp 250-257.
- [30] A. K. Bledzki et J. Gassan. «Composite reinforced with cellulose based fibers. », *Progress in Polymer Science.*, Vol.24, 1999, pp. 221-274.
- [31] D. M. Panaitescu et al. « L'Effet de l'Interface dans les Composites de Fibres Naturelles et de Matières Plastiques. ». *Revue Roumaine de Chimie.*, Vol. 52, 2007, pp. 409-414.
- [32] M. Abdelmouleh, S. Boufi, M.N. Belgacem et A. Dufresne. « Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading. », *Composites Science and Technology.*, Vol. 67, 2007, pp 1627–1639.
- [33] S. A. Paul et al. « Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite materials. », *Composites Part A: Applied Science Manufacturing.*, Vol.39, 2008, pp 1582–1588.

## Références Bibliographiques

---

- [34] E. Balnois, F. Busnel, C. Baley et Y. Grohens. « An AFM study of the effect of chemical treatments on the surface microstructure and adhesion properties of flax fibres.», *Composite Interfaces.*, Vol.14, 2007, pp 715-731.
- [35] D. El Hadji Babacar LY, « Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose », Thèse de Doctorat, L'INP de Grenoble, France, 2008, 218 p. [En ligne], disponible sur
- [36] A. Stocchi, B. Lauke, A. Vázquez et C. Bernal. « A Novel Fiber Treatment Applied to Woven Jute Fabric/Vinylester Laminates. ». *Composites Part A: Applied Science Manufacturing.*, Vol. 38, 2007, pp 1337-1343.
- [37] S. Ikhlef, « Etude du comportement de composites PEBD/farine de Genêt d'Espagne avant et après traitement. ». Mémoire de Magister, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, 2011, 168 p.
- [38] M. Rokbi et H. Osmani, « L'effet des traitements de surface des fibres sur les propriétés mécaniques de composites Polyester-fibres Alfa. », 20ème Congrès Français de Mécanique Besançon, 2011, 263p.
- [39] N. Lu et S. Oza, « Thermal stability and thermo-mechanical properties of hemphigh density polyethylene composites: Effect of two different chemical modifications. ». *Composites Part B: Engineering.*, Vol. 44, 2013, pp 484-490.
- [40] A. Abdal-Hay ,N.P.G.Suardana, K. S Choi et J.K Lim, « Effect of diameters and alkali treatment on the tensile properties of date palm fiber reinforced epoxy composites. ». *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing.*, Vol.13, 2012, pp 1199–206.
- [41] A. P. Haseena, G. Unnikrishnan et G. Kalaprasad. « Dielectric properties of short sisal/coir hybrid fibre reinforced natural rubber composites ». *Composites Interfaces.*, Vol.14, 2007, pp 763-786.
- [42] N. Djilali, « Etude et Valorisation du Grignon d'Olive dans le Domaine des Composites. », Mémoire de Magister, Faculté de Technologie, Université A/Mira Béjaia, Algérie, 2008, pp 146.
- [43] M. Abdelmouleh et al. « Modification of cellulosic fibres with functionalized Adhesives. », Vol. 24, 2004 , pp 43-54.
- [44] M.Q. Zhang, M.Z. Rong et X. Lu, « Fully biodegradable natural fiber composites from renewable resources: All-plant fiber composites », *Composites Science and Technology.*, Vol. 65, 2005, pp 2514-2525.
- [45] H.P.S. Abdul Khalil et H. Ismail, « Effect of acetylation and coupling agent treatments upon biological degradation of plant fibre reinforced polyester composites », *Polymer Testing.*, Vol. 20, 2000, pp 65-75.
- [46] L.M. Matuana, J.J. Balantinecz, R.N.S. Sodhia et C.B. Park. « X-ray photoelectron spectroscopy study of silane-treated newsprint-fibers. », *Wood Science and Technology.*, Vol. 33, 1999, pp 259-270.
- [47] HaidarMurhaf, « optimisation et durabilité des micro-bétons à base d'époxyde », thèse doctorat université de Cergy-pontoise, spécialité génie civil, mars 2011.

## Références Bibliographiques

---

[48] Nicolas Tessier- Doyen, « Etude expérimentale et numérique du comportement thermomécanique de matériaux réfractaires modèles », L'université de Limoges, 2003.

[49]: E. Aamr-Daya , T. Langlet, A. Benazzouk, M. Quéneudec, " Feasibility study of lightweight cement composite containing flax by-product particles: Physicomechanical properties", Cement & Concrete Composites 30 (2008) 957–96

[50] Al-Kaabi K., Al-Khanbashi A., Hammami A., Date Palm Fibers as Polymeric Matrix Reinforcement: DPF/Polyester Composite properties, Polymer Composites, 26, 604-613, 2005.

## Résumé :

Le majeur verrou de la production des composites à fibres naturelles est d'intégrer des fibres de caractère hydrophile dans des matrices polymères généralement de caractère hydrophobe. Les topologies des fibres naturelles peuvent constituer une difficulté pour appréhender les phénomènes inter faciaux et leur importance en termes d'adhérence et de transfert de charge. Divers traitements des fibres végétales permettent la modification de leurs surfaces. Ces traitements réduisent la rétention d'eau, améliorent l'ancrage de la fibre, créent un lien fort à l'interface fibres-résine et par conséquent accordent de meilleures propriétés mécaniques aux matériaux composites.

L'objectif principal de notre travail expérimental est d'évaluer l'effet des différentes températures (30°C, 60°C, 90°C, 120°C, 160°C, et 200°C) du traitement chimique alcalin de 5% NaOH et pendant 2h sur la composition biochimique des fibres ainsi que le comportement mécanique en traction et en flexion des composites en tissus de jute/ polyester.

## المخلص

إن القفل الرئيسي لإنتاج المواد المركبة بالألياف الطبيعية هو دمج الألياف المائية في مصفوفات البوليمر بصفة عامة ذات طابع كاره للماء. قد تكون طوبولوجيا الألياف الطبيعية صعبة في فهم الظواهر بين الوجه وأهميتها من حيث الالتصاق ونقل الشحنة. العلاجات المختلفة للألياف النباتية تسمح بتعديل أسطحها. هذه العلاجات تقلل من احتباس الماء ، وتحسن تثبيت الألياف ، وتخلق رابطة قوية لواجهة الألياف الراتنجية ، وبالتالي تعطي خصائص ميكانيكية أفضل للمواد المركبة.

الهدف الرئيسي من أعمالنا التجريبية هو تقييم تأثير درجات الحرارة المختلفة (30 درجة ، 60 درجة مئوية ، 90 درجة مئوية ، 120 درجة مئوية ، 160 درجة مئوية ، و 200 درجة مئوية) من 5 ٪ من المعالجة الكيميائية القلوية هيدروكسيد الصوديوم لمدة ساعتين على التركيب الكيميائي الحيوي للألياف وكذلك السلوك الميكانيكي والشد الانحنائي للمركبات في أقمشة الجوت / البوليستر.

## Abstract

The major lock of the production of the composites with natural fibers is to integrate hydrophilic fibers in polymer matrices generally of hydrophobic character. The topologies of natural fibers may be a difficulty in understanding inter-facial phenomena and their importance in terms of adhesion and charge transfer. Various treatments of plant fibers allow the modification of their surfaces. These treatments reduce water retention, improve the anchoring of the fiber, create a strong bond to the fiber-resin interface and therefore give better mechanical properties to the composite materials.

The main objective of our experimental work is to evaluate the effect of different temperatures (30 ° C, 60 ° C, 90 ° C, 120 ° C, 160 ° C, and 200 ° C) of 5% alkaline chemical treatment NaOH and for 2 hours on the biochemical composition of the fibers as well as the mechanical tensile and flexural behavior of the composites in jute / polyester fabrics.