

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de L'Enseignement Supérieure et de la Recherche Scientifique
Université de Mohamed Boudiaf - M'sila-
Faculté des Sciences
Département de Chimie



Numéro de série :

Numéro d'inscription :

Thèse

Présentée pour l'obtention du diplôme de

DOCTORAT LMD

Filière : Chimie

Spécialité : Matériaux Composites et Environnement

THEME

Caractérisation expérimentale et numérique du comportement
mécanique d'un composite à base d'une matrice
thermodurcissable renforcés par des fibres végétales de la
région de M'sila

Présentée Par

ADDOUR Yakout

Devant le jury composé de :

<u>Nom et Prénom</u>	<u>Grade</u>	<u>Etablissement</u>	<u>Qualité</u>
OUALI Dehimi	Professeur	E. N.S. Boussaâda	Président
BENYAHIA Azzedine	Professeur	Univ. Mohamed Boudiaf - M'sila-	Directeur de thèse
BERREDJEM Yamina	Professeur	Univ. Bordj Badji Mokhtar - Annaba-	Examineur
GHEID Abdelhak	Professeur	Univ. Med Cherif Messaidia- Souk Ahras-	Examinatrice
DEGHFEL Nadir	MCA	Univ. Mohamed Boudiaf - M'sila-	Examineur
NOUFEL Kamel	MCA	Univ. Mohamed Boudiaf - M'sila-	Examineur
MELOUKI Azzedine	MCB	Univ. Mohamed Boudiaf - M'sila-	Invité

Année Universitaire : **2022-2023**

Remerciements

Toutes les appréciations sont à Allah le miséricordieux et le compatissant de m'avoir assisté et armé de la patience et puissance afin de réaliser ce modeste travail.

Ma sincère gratitude et ma reconnaissance vont chez mon superviseur, Professeur BENYAHIA Azzedine, pour son aide, ses remarques, encouragements et sa disponibilité tout le temps. Honnêtement, sans leur soutien et confiance, la finalisation de ce projet aurait été difficile, pour ne pas dire impossible.

Je suis très reconnaissant aux membres du jury, à savoir Professeur OUALI Dehimí, Université de Boussaâda, Professeur GHED Abdelhak, Université de Souk Ahras, Docteur NOUFEL Kamel, Professeur BERREDJEM Yamina, Université de Annaba, et Docteur DEGHFEL Nadir, Université de M'sila qui ont accepté d'examiner et de faire parité de ce jury de thèse, encore que ses nombreuses obligations professionnelles. Je remercie également le
Dr Azzedine MELOUKI

Je remercie également toute l'équipe pédagogique de l'université de Mohamed Boudiaf, M'sila. Mes sincères remerciements s'adressent tout particulièrement aux : le doyen Prof. OUALI Ameer, et tous les responsables de ma formation pour avoir assuré les outils nécessaires à la réussite de mes études. De même, ma profonde gratitude et appréciation vont au Professeur MOSTFAY Mohamed qui n'a jamais manqué de m'aider et de m'encourager au cours de cette recherche. Également, je remercie les ingénieurs de laboratoire de Ville, société, environnement et développement durable pour m'avoir fourni les outils fondamentaux pour faire avancer mes recherches.

Je tiens à témoigner toute ma gratitude aux professeurs de l'université de Sétif, plus précisément : le Professeur MERDASSI pour leur confiance et leur assistance inestimable et constant et pour m'avoir autorisé à utiliser sans limite les équipements du laboratoire de L'unité de recherche.

Nous vifs remerciements vont également au personnel de l'entreprise « MAGHREB PIPE » M'sila docteur EL KHEIR BAALI et docteur Brahim BAALI.

Un grand merci également aux les ingénieurs de laboratoire de Génie mécanique à université de Sétif pour avoir fourni les outils vitaux et m'a aidé à faire avancer la partie pratique.

Enfin, je remercie mes parents et mon marie Merouane qui n'ont pas manqué de m'assister. Je suis également redevable à ma famille pour leur aide qui a beaucoup contribué à l'avancement de ce travail. Nous tenants tout d'abord à remercier dieu le tout puissant et miséricordieux qui nous à donner la force, la volanté et la patience d'accomplir ce modeste travail.

Dédicaces

*Je remercie les nombreuses personnes qui m'ont
encouragé et soutenu dans mes études.*

*La patience, la confiance et l'amour de mes parents et mon
marie sont vitaux pour mon existence. Ils fournissent ces
qualités par amour pour mon éducation.*

*Merci à khalissa, d'être mon soutien moral. Et, à mes très
chers enfants : **ALAA** et **ZAKARIA**, que dieu vous assiste.*

Je vous

*Souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et
de sérénité. Je vous exprime à travers cette dédicace mes
sentiments d'amour. Là ont été pour moi une immense
source d'encouragement.*

A ma famille et mes amis, ce message est pour vous.

Liste des figures

Figure 1 : les types de fibres naturelles.....6

Figure 2 : Structure d'une fibre végétale.....7

Figure 3 : Classification des fibre végétales.....8

Figure 4 : Schéma structurale d'une fibre végétale.....9

Figure 5 : Schéma structurale de la cellulose (n répétitions cellobiose)10

Figure 6 : Représentation les composant de la lignine.....10

Figure 7 : Structure d'un type dexyloglucane.....11

Figure 8 : Schéma structurale d'une chaine de pectine.....12

Figure 9 : Photo de plante Alfa (ADDOUR Novembre 2019)14

Figure 10 : Représentation de la plante Alfa.....15

Figure 11 : Morphologie de la plante d'Alfa.....16

Figure 12 : Structure typique de la fibre (i) non traitée et (ii) traité.....18

Figure 13 : Différents constituants d'un matériau composite.....23

Figure 14 : Les Différentes types de matrice selon la nature.....25

Figure 15 : Anhydrides et diacides couramment utilisés pour la synthèse du prépolymère polyester insaturé	27
Figure 16 : Glycols couramment utilisés pour la synthèse du prépolymère.....	28
Figure 17 : Représentation schématique de la formation de réseau tridimensionnel d'un polyester insaturé.....	28
Figure 18 : Les Différentes types de matrice selon la forme des constituants.....	30
Figure 19 : Classification des composites suivant la forme des constituants ((a) : composite à fibres longues, (b) : composite à fibres courtes, (c) : composite à particules)	31
Figure 20 : Composants d'automobile en composites de fibres végétales.....	35
Figure 21 : Présence des matériaux composites dans les lanceurs.....	35
Figure 22 : Application des matériaux composites dans le domaine médical.....	36
Figure 23 : Flacon d'Hydroxyde de sodium.....	42
Figure 24 : Plante Alfa utilisées dans ce travail.....	43
Figure 25 : Préparation de la fibre Alfa (a)Principales parties de la feuille d'Alfa, (b) les feuilles d'Alfa après nettoyage.....	43
Figure 26 : Les étapes de préparation et de traitement des fibres Alfa.....	45
Figure 27 : Résine polyester ortho phtalique et le durcisseur.....	46

Figure 28 : Moule utilisée en essai de flexion et les éprouvettes de flexion.....	47
Figure 29 : Moule utilisée en essai de traction et les éprouvettes de traction.....	48
Figure 30 : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF).....	49
Figure 31 : Diffractomètre D8 Bruker-Axs.....	50
Figure 32 : Appareil ATG.....	51
Figure 33 : Appareil MEB.....	52
Figure 34 : Machine de traction et de flexion Zwick/Roell Z100.....	53
Figure 35 : Forme de l'éprouvette haltère de traction –type ISO (1/2).....	54
Figure 36 : Spectre FTIR des fibres Alfa non traitées et traitées à 1% pendant (1, 3, 5, 24h).....	56
Figure 37 : Spectre FTIR des fibres Alfa non traitées et traitées à 2% pendant (1, 3, 5, 24h).....	57
Figure 38 : Spectre FTIR des fibres Alfa non traitées et traitées à 3% pendant (1, 3, 5, 24h).....	58
Figure 39 : Spectre FTIR des fibres Alfa non traitées et traitées à 4% pendant (1, 3, 5, 24h).....	59
Figure 40 : Spectre FTIR des fibres Alfa non traitées et traitées à 5% pendant (1, 3, 5, 24h).....	60
Figure 41 : Diffractogrammes de rayons X de fibres Alfa non traitées et traitées à 1% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	61

Figure 42 : Diffractogrammes de rayons X de fibres Alfa non traitées et traitées à 2% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	62
Figure 43 : Diffractogrammes de rayons X de fibres Alfa non traitées et traitées à 3% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	63
Figure 44 : Diffractogrammes de rayons X de fibres Alfa non traitées et traitées à 4% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	64
Figure 45 : Diffractogrammes de rayons X de fibres Alfa non traitées et traitées à 5% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	65
Figure 46 : Courbes thermogravimétriques de fibres Alfa non traitées et traitées à 1% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	67
Figure 47 : Courbes thermogravimétriques de fibres Alfa non traitées et traitées à 2% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	68
Figure 48 : Courbes thermogravimétriques de fibres Alfa non traitées et traitées 3% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	69
Figure 49 : Courbes thermogravimétriques de fibres Alfa non traitées et traitées 4% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	71
Figure 50 : Courbes thermogravimétriques de fibres Alfa non traitées et traitées 5% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	72
Figure 51 : Micrographies de la fibre Alfa : (a) fibre Alfa non traitée, (b) fibre Alfa traitée ATAF 15, (c) fibre Alfa traitée ATAF124.....	73

Figure 52 : Micrographies de la fibre Alfa : (a) fibre alfa non traitée, (b) fibre Alfa traitée ATAF55, (c) fibre Alfa traitée ATAF524(d), (f) fibre Alfa traitée ATAF51.....74

Figure 53 : Résistance à la flexion des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et traitées à 1% pendant (1, 3, 5 et 24h)75

Figure 54 : Module en flexion des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et Traitées 1% pendant (1, 3, 5 et 24h)76

Figure 55 : Résistance à la flexion des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et traitées à 2% pendant (1, 3, 5 et 24h)..... 77

Figure 56 : Module en flexion des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et traitées 2% pendant (1, 3, 5 et 24h)78

Figure 57 : Résistance à la flexion des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et traitées à 3% pendant (1, 3, 5 et 24h)79

Figure 58 : Module en flexion des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et Traitées 3% pendant (1, 3, 5 et 24h)79

Figure 59 : Résistance à la flexion des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et traitées à 4% pendant (1, 3, 5 et 24h)80

Figure 60 : Module en flexion des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et Traitées 4% pendant (1, 3, 5 et 24h)81

Figure 61 : Résistance à la flexion des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et traitées à 5% pendant (1, 3, 5 et 24h)82

Figure 62 : Module en flexion des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et Traitées 5% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	83
Figure 63 : Résistance à la traction des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et traitées à 1% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	84
Figure 64 : Module à la traction des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et Traitées 1% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	85
Figure 65 : Résistance à la traction des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et traitées à 2% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	86
Figure 66 : Module en traction des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et traitées 2% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	87
Figure 67 : Résistance à la traction des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et traitées à 3% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	88
Figure 68 : Module à la traction des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et Traitées 3% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	88
Figure 69 : Résistance à la traction des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et traitées à 4% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	89
Figure 70 : Module à la traction des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et Traitées 4% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	90
Figure 71 : Résistance à la traction des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et traitées à 5% pendant (1, 3, 5 et 24h).....	91

Figure 72 : Module à la traction des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et Traitées 5% pendant (1, 3, 5 et 24h)92

Figure 73 : Micrographies MEB des composites : (a) UTAF/UP, (b) ATAF55/UP, (c) ATAF524/UP.....93

Liste des tableaux

Tableau 1 : Structure chimique de certaines fibres végétales.....
12

Tableau 2 : Quelques avantages et inconvénients de fibres végétales.....13

Tableau 3 : Composition chimique de la fibre d'alfa.....
15

Tableau 4 : Quelques propriétés mécaniques des fibres végétales.....
16

Tableau 5 : Caractéristiques quelques des résines thermodurcissables.....
27

Tableau 6 : Caractéristiques quelques des résines thermoplastiques.....
29

Tableau 7 : Les avantages et inconvénients des matériaux composites..... 34

Tableau 8 : Propriétés physiques et mécaniques de polyester insaturé.....46

Tableau 9 : Codage des différents échantillons composites étudiés.....48

Tableau 10 : Dimensions normalisées de l'éprouvette haltère.....54

Tableau 11 : Indices cristallin des fibres Alfa non traitées et traitées 1% pendant (1, 3, 5 et 24h).....61

Tableau 12 : Indice cristallin des fibres Alfa non traitées et traitées 2% pendant (1, 3, 5 et 24h).....62

Tableau 13 : Indice cristallin des fibres Alfa non traitées et traitées 3% pendant (1, 3, 5 et 24h).....63

Tableau 14 : Indice cristallin des fibres Alfa non traitées et traitées 4% pendant (1, 3, 5 et 24h).....64

Tableau 15 : Indice cristallin des fibres Alfa non traitées et traitées 5% pendant (1, 3, 5 et 24h).....66

Tableau 16 : Valeurs des paramètres de dégradation thermique de la fibre d'Alfa non traitées et traitées à 1% pendant (1, 3, 5 et 24h).....67

Tableau 17 : Valeurs des paramètres de dégradation thermique de la fibre d'Alfa non traitées et traitées à 2% pendant (1, 3, 5 et 24h).....68

Tableau 18 : Valeurs des paramètres de dégradation thermique de la fibre d'Alfa non traitées et traitées à 3% pendant (1, 3, 5 et 24h).....70

Tableau 19 : Valeurs des paramètres de dégradation thermique de la fibre d'Alfa non traitées et traitées à 4% pendant (1, 3, 5 et 24h).....71

Tableau 20 : Valeurs des paramètres de dégradation thermique de la fibre d'Alfa non traitées et traitées à 5% pendant (1, 3, 5 et 24h).....72

Liste des abréviations

ATG	Analyse thermogravimétrique
ABS	Acrylonitrile butadiène : styrène à l'état amorphe
CrI (%)	Indice de cristallinité
CMM	Composites à matrice métallique
DRX	Diffraction de rayons X
E_f	Module a flexion
E_t	Module de traction
HDPE	Polyéthylène à haute densité
I_{am}	Intensité attribuée à la cellulose amorphe
I_{002}	Intensité du pic le plus élevé de la cellulose I
IRTF	Infrarouge à transformée de Fourier
MEB	Microscopie électronique à Balayage
PET	Polyéthylène téréphtalate semi cristallin
PLA	Acide poly lactique
PP	Polypropylène à l'état semi cristallin
PS	Polystyrène à l'état amorphe
PVC	Polychlorure de vinyle amorphe
TD	Résines thermodurcissables
T_f	Température de fusion
T_g	Température de transition vitreuse
TP	Résines thermoplastiques
TS	Résines thermostables
σ_f	Contrainte a flexion
σ_t	Contrainte à traction

Sommaire

Sommaire

Listes des figures

Listes des tableaux

Listes des abréviations

Introduction générale.....1

Partie 1 : Partie théorique

Chapitre I : rappel bibliographie sur les fibres végétales

I.1. Introduction5

I.2. Les fibres naturelles.....5

I.2.1. Définition des fibres naturelles.....5

I.2.1. Classification des fibres naturelles.....5

1) Les fibres animales.....5

2) Les fibres minérales.....6

3) Les fibres végétales.....6

I.3. Généralités les fibres végétales.....7

I.3.1. Définition des fibres végétales.....7

I.3.2. Classification des fibres végétales.....8

I.3.3. Structure et composition chimique d'une fibre végétale.....9

1)	cellulose.....	La	9
2)	Lignine.....		10
3)	Hémicellulose.....		11
4)	Les	pectines	11
5)	Les	cires	12
I.3.4. Les avantages et les inconvénients des fibres végétales.....			
			13
I.4.	La	fibre	13
	Alfa.....		
I.4.1.	Présentation	de la fibre	13
	Alfa		
I.4.2.	La morphologie	de la plante Alfa	14
		
I.4.3.	Structure chimique.....		15
I.4.4.	Domaine d'applications.....		16
I.4.5.	Les propriétés mécaniques des fibres d'Alfa		16
I.4.6.	Traitements	chimiques	17
		
1)		Traitement	17
	alcalin.....		
2)	Traitement	par	18
	permanganate.....		

3) Traitement par silane.....
19

4) Traitement par acétylation.....
19

Chapitre II : rappel bibliographie sur les matériaux composites

II.1. Introduction
.....23

II.2. Définition des matériaux composites
23

II.3. Les constituants de matériaux
composites.....24

II.3.1. Matrices
.....24

II.3.1. Renfort.....24

II.4. Classification des matériaux
composites24

II.4.1. Classification des matériaux composites selon la nature de la
matrice25

1) Composites à matrice
céramique25

2) Composites à matrice métallique26

3) Composites à matrice organique26

a) Matrice thermodurcissables (TD)
.....26

- Résine polyester.....27

- Résine époxy.....29

b) Matrices thermoplastiques.....
29

c)		Matrice
	élastomères.....	30
II.4.2. Classification suivant la forme des constituants		
		30
1)	Composites à fibres	30
2)	Matrices à particules	31
II.4.3. Classification des composites selon propriétés mécaniques		
		32
II.5. Procédés de fabrication des composites.....		
		32
II.6. Interface matrice-renfort dans les matériaux composites.....		
		32
II.7. Méthodes d'amélioration de l'interface fibre / matrice.....		
		33
1)	Technique de modification par voie physique.....	33
2)	Technique de modification par voie chimique.....	33
II.8. Avantages et inconvénients des matériaux composites.....		
		34
II.9. Domaines d'application des matériaux composites à fibres végétales.....		
		34
1)	Domaine industrie d'automobile.....	35
2)	Domaine spatial.....	35
3)	Domaine électrique et électronique.....	36
4)	L'industrie chimique.....	36
5)	Domaine médical et pharmaceutique.....	36
6)	Autres applications.....	37

II.10. Quelques études sur les matériaux composites.....
37

Partie 2 : Partie expérimentales

Chapitre III : matériaux et techniques expérimentales

III.1. Introduction.....42

III.2. Matériaux utilisés.....42

III.2.1. Hydroxyde de sodium.....
42

III.2.2.
Ethanol42

III.2.3. Acide acétique.....43

III.2.4. Phénol phtalique.....43

III.2.5. Fibres
d’Alfa.....43

1) Préparation des fibres Alfa.....
44

2) Traitement chimique des fibres
Alfa.....44

III.2.6. Polyester insaturé
.....45

III.2.7. Élaboration des composites47

1)préparation des éprouvettes de flexion à trois points
.....47

2) préparation des éprouvettes de traction.....47

III.3. Méthodes de caractérisation.....49

III.3.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF).....
49

a) Principe.....49

b) Mode opératoire.....	49
III.3.2. Diffraction des Rayons X (DRX).....	49
a) Principe.....	49
b) Mode opératoire.....	50
III.3.3. Caractérisation thermique par Analyse Thermogravimétrique (ATG).....	51
a) Principe.....	51
b) Mode opératoire.....	51
III.3.4. Caractérisation morphologique-Microscopie à balayage électronique.....	51
a) Principe.....	51
b) Mode opératoire	52
III.3.5. Les tests	52
mécaniques.....	52
1) Test de flexion à trois points.....	52
2) Test de traction.....	52
Chapitre IV : résultats et discussion	
IV.1. Introduction.....	55
IV.2. Caractérisation de la fibre	55
Alfa.....	55
IV.2.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF).....	55
1) Test IRTF des fibres Alfa traitées avec 1% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	55
2) Test IRTF des fibres Alfa traitées avec 2% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	56
3) Test IRTF des fibres Alfa traitées avec 3% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	57
4) Test IRTF des fibres Alfa traitées avec 4% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	58

5) Test IRTF des fibres Alfa traitées avec 5% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	59
IV.2.2. Diffraction des Rayons X (DRX)	60
1) Test DRX des fibres Alfa traitées avec 1% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	60
2) Test DRX des fibres Alfa traitées avec 2% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	61
3) Test DRX des fibres Alfa traitées avec 3% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	62
4) Test DRX des fibres Alfa traitées avec 4% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h)	63
5) Test DRX des fibres Alfa traitées avec 5% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	65
IV.2.3. Analyse thermogravimétrique (ATG).....	66
1) ATG des fibres Alfa traitées avec 1% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	66
2) ATG des fibres Alfa traitées avec 2% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	67
3) ATG des fibres Alfa traitées avec 3% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	69
4) ATG des fibres Alfa traitées avec 4% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	70
5) ATG des fibres Alfa traitées avec 5% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	71
IV.2.4. Caractérisation morphologique des fibres Alfa par microscopie électronique à balayage (MEB).....	73

1) Test MEB des fibres Alfa traitées à 1% pendant 1 et 24h.....	73
2) Test MEB des fibres Alfa traitées à 5% pendant 1, 5 et 24h.....	74
IV.3. Effet du traitement alcalin sur les propriétés mécaniques des composites.....	75
IV.3.1. Test de flexion à trois points.....	75
1) Test de flexion à trois points des fibres Alfa traitées avec 1% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	75
2) Test de flexion à trois points des fibres Alfa traitées avec 2% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	76
3) Test de flexion à trois points des fibres Alfa traitées avec 3% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	78
4) Test de flexion à trois points des fibres Alfa traitées avec 4% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	80
5) Test de flexion à trois points des fibres Alfa traitées avec 5% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	81
IV.3.2. Test de traction.....	83
1) Test de flexion à trois points des fibres Alfa traitées avec 1% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h)	83
2)Test de flexion à trois points des fibres Alfa traitées avec 2% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	85
3) Test de flexion à trois points des fibres Alfa traitées avec 3% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	87
4) Test de flexion à trois points des fibres Alfa traitées avec 4% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	89
5) Test de flexion à trois points des fibres Alfa traitées avec 5% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h).....	90

IV. 3.3. Caractérisation morphologique des composites UP/Alfa par microscopie électronique	
à balayage (MEB)	
.....	92
Conclusion général	97

Introduction générale

Introduction Générale

Les matériaux composites ont considérablement évolué ces dernières années en raison de leurs propriétés physiques et mécaniques telles que la rigidité, la résistance à la traction et la résistance à la flexion [1,2]. Cela les rend utilisables dans plusieurs domaines tels que l'emballage, la santé, l'industrie pharmaceutique, la fabrication automobile et le domaine aéronautique [3].

Les propriétés mécaniques des matériaux composites changent en fonction de la qualité du renfort. Les chercheurs se sont basés sur l'utilisation de fibres naturelles dans la préparation des matériaux composites afin de contribuer à l'amélioration de leurs propriétés mécaniques. Les fibres naturelles présentent de nombreux avantages tels que leur disponibilité, faible coût, faible densité, biodégradabilité et leur comportement mécanique important [4,5].

Les renforts naturels sont utilisés sous forme de fibres incorporées dans une matrice polymère pour former des composites. Les propriétés mécaniques de ces composites à base de fibres naturelles sont influencées par plusieurs facteurs, tels que la morphologie des particules, leur dispersion dans la matrice et la qualité des interfaces entre le renfort et la matrice [5]. L'interaction entre le matériau de renfort et la matrice joue un rôle essentiel dans la détermination des propriétés mécaniques du composite. Pour assurer un transfert efficace des charges entre la matrice et le renfort, une adhérence solide à l'interface est nécessaire. Cela permet d'obtenir des composites présentant de bonnes propriétés mécaniques, telles que la résistance et la rigidité [5,6].

Les renforts naturels posent un défi particulier en raison de leur polarité élevée, ce qui les rend incompatibles avec de nombreux polymères thermodurcissables hydrophobes tels que les polyesters couramment utilisés (époxy, polyuréthane, etc.) qui présentent généralement des propriétés apolaires [2,3]. Pour résoudre le problème d'incompatibilité entre le renfort et la matrice, il est souvent nécessaire de modifier la surface des fibres végétales. Cette modification vise à améliorer l'adhérence entre les deux composants (renfort/matrice), et notamment à travers le traitement alcalin, le permanganate, le dichromate et le traitement par le silane. Le traitement le plus souvent utilisé est le traitement alcalin. De nombreux chercheurs ont observé que la préparation de tels matériaux composites renforcés avec des fibres naturelles peut améliorer l'efficacité mécanique de ces composites [7].

Alvarez et al. [8] ont démontré que le traitement alcalin (5 % m/v de NaOH) de fibres de sisal pendant deux jours à la température ambiante a conduit aux propriétés de flexion les plus élevées des composites de fibres Mater Bi-Y /sisal.

Nor Azowa et al. [9] ont traité les fibres de Kenaf avec diverses concentrations de NaOH (2, 4, 6 et 8 %) pendant 3 h. Les résultats ont montré que les fibres de Kenaf Comparaison des propriétés de traction et de flexion améliorées à 4 % de NaOH aux fibres non traitées.

Cao et coll. [10] étudié les propriétés mécaniques de Bagasse composites de polyester renforcé de fibres avant et après traitement alcalin. Des solutions de NaOH à des concentrations de 1, 3 et 5 % ont été utilisées. Des propriétés supérieures ont été obtenues pour les composites fabriqués à partir de fibres de bagasse traitées au NaOH à 1 %. Les auteurs ont observé une amélioration de 13 % de la résistance à la traction et 14% en résistance à la flexion, due à une modification chimique.

Dans cette étude, nous nous concentrons sur l'utilisation de fibres extraites de la plante Alfa comme renforts naturels, en raison de leur présence dans la nature et plus particulièrement dans les régions du sud du désert en Algérie.

Le but de cette étude est de préparer des matériaux composites avec une matrice de polyester insaturé renforcée de fibres Alfa non traitées et traitées de la région de M'sila. Le traitement chimique utilise une solution de soude à différentes concentrations (1, 2, 3, 4, 5% (m/v)) pendant différents laps de temps (1, 3, 5, 24h) afin d'exploiter les conditions optimales de concentration et de temps pour améliorer l'adhésion entre la matrice et le renfort. La présente thèse est organisée sous forme de deux grandes parties : bibliographique et expérimentale.

La partie bibliographique de la thèse est composée de deux chapitres distincts.

Le premier chapitre de cette étude se concentre sur l'analyse bibliographique portant sur les fibres végétales, en fournissant notamment des informations générales sur ces fibres, leur composition chimique, ainsi que leurs avantages et inconvénients. Une attention particulière est accordée aux fibres d'Alfa.

Dans le deuxième chapitre, nous aborderons les concepts généraux des matériaux composites, en commençant par leurs définitions et en fournissant une explication détaillée de leurs composants, classifications et structures essentielles. Nous mettrons également en évidence les avantages de ces matériaux dans divers domaines d'application.

La partie expérimentale est composée de deux chapitres :

Le troisième chapitre de cette étude met en évidence les différents matériaux et réactifs utilisés. Les techniques utilisées pour la préparation et la transformation des fibres d'alfa sont décrites en détail, de même que les méthodes de fabrication des composites et les techniques de caractérisation utilisées. Ces techniques de caractérisation couvrent divers aspects tels que la caractérisation chimique, structurale, morphologique et les propriétés mécaniques.

Le dernier chapitre présente les résultats obtenus à partir de ces différentes techniques de caractérisation appliquées aux composites à base de fibres Alfa/UP.

Enfin, une conclusion générale résume tous les résultats expérimentaux obtenus.

Références

- [1] M. Abdelmouleh, S. Boufi, M.N. Belgacem, A. Dufresne, Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites : effect of silane coupling agents and fibres loading, *Composites science and technology*, 67 (2007) 1627-1639.
- [2] V.V. Do Thi, *Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non*, Université de Grenoble ; Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh Ville, 2011.
- [3] A. Amrane, Z. Sereir, C. Poilâne, A. Vivet, Effet du Facteur de Forme et de la Fraction Massique des Fibres Courtes d'Alfa sur le Comportement Mécanique d'un Bio-composite Alfa/Greenpoxy, *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, 29 (2019).
- [4] K. Borchani, *Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa*, Lyon, 2016.
- [5] R. Boujmal, C.A. Kakou, S. Nekhlaoui, H. Essabir, M.-O. Bensalah, D. Rodrigue, R. Bouhfid, A.e.k. Qaiss, Alfa fibers/clay hybrid composites based on polypropylene: Mechanical, thermal, and structural properties, *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 31 (2018) 974-991.
- [6] D. Hammiche, A. Boukerrou, Y. Grohens, N. Guermazi, F.E. Arrakhiz, Mechanical properties and biodegradation of biocomposites based on poly (hydroxybutyrate-co-valerate) and alfa fibers, *Journal of Polymer Research*, 27 (2020) 1-10.
- [7] N. Laib, A. Benyahia, A. Redjem, N. Deghfel, Effect of chemical treatment with oxidants on the mechanical properties of luffa sponge/unsaturated polyester composites, (2020).
- [8] V.A. Alvarez, A. Vázquez, Influence of fiber chemical modification procedure on the mechanical properties and water absorption of MaterBi-Y/sisal fiber composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37 (2006) 1672-1680.
- [9] N.A. Ibrahim, K.A. Hadithon, K. Abdan, Effect of fiber treatment on mechanical properties of kenaf fiber-ecoflex composites, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 29 (2010) 2192-2198.
- [10] Y. Cao, S. Shibata, I. Fukumoto, Mechanical properties of biodegradable composites reinforced with bagasse fibre before and after alkali treatments, *Composites part A: Applied science and Manufacturing*, 37 (2006) 423-429.

Partie

1 :

Partie

1 2 3

Chapitre I : Rappel bibliographique sur les fibres végétales

I.1.Introduction

L'utilisation de fibres naturelles, en particulier de fibres végétales, comme renfort pour les matériaux composites présente deux avantages principaux. Tout d'abord, ces fibres sont largement disponibles à faible coût. De plus, la valorisation des fibres végétales permet de réduire les impacts environnementaux par rapport aux composites conventionnels, car elles sont des matières premières renouvelables, biodégradables, neutres vis-à-vis des émissions de dioxyde de carbone (CO₂) et nécessitent peu d'énergie pour leur production.

Le but de ce chapitre est d'introduire quelques concepts de base sur les fibres naturelles telles que les fibres végétales, leur composition chimique et leur importance dans les matériaux composites, ainsi que quelques concepts sur les fibres Alfa.

I.2.Les fibres naturelles

I.2.1. Définition

Les fibres naturelles sont utilisées depuis 3000 ans dans les composites, par exemple dans l'ancienne Égypte, où la paille et l'argile étaient mélangées pour construire des murs. Au cours de la dernière décennie, les composites renforcés de fibres naturelles ont reçu une attention croissante, tant dans le monde universitaire que dans diverses industries. Il existe une grande variété de fibres naturelles qui peuvent être utilisées comme renfort ou comme charges. [1, 2].

I.2.2. Classification des fibres naturelles

Les fibres naturelles peuvent être classées en trois groupes selon leur origine (animale, végétale, minérale), comme illustré dans la figure 1.

1) Fibres Animales

Les fibres animales, telles que la soie, la laine, les cheveux, les plumes, etc., sont la deuxième source la plus importante de fibres naturelles après les fibres végétales, utilisées pour le renforcement des composites. La fibre la plus essentielle et largement utilisée est la fibre de laine, appréciée pour ses excellentes propriétés en tant qu'isolant thermique, son pouvoir d'absorption élevé (16-18 %) et son importante élasticité (45 %) [3,4]. Les fibres d'origine animale sont classées en fonction de leur provenance, et on distingue principalement :

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

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

Ces fibres sont produites avec des faibles quantités et leurs prix sont relativement chers [5].

2) Fibres minérales

Les fibres minérales sont des fibres naturelles ou légèrement modifiées obtenues à partir de minéraux. L'amiante est la seule fibre minérale naturelle qui a suscité l'intérêt de l'industrie en raison de sa résistance à la chaleur, au feu, aux agressions électriques et chimiques, ainsi que de son pouvoir absorbant. Elle a été utilisée dans des applications telles que les patins de freins, les garnitures de chaudières ou de fours électriques, ainsi que dans diverses installations électriques comme les plaques chauffantes. Cependant, en raison des risques cancérigènes qu'elle présente, son utilisation a été progressivement interdite [4,5].

3) Les fibres végétales

Les fibres végétales sont des matériaux filamenteux dérivés de la biomasse, pouvant être extraites des fruits, des tiges ou des feuilles de plantes cultivées, d'arbustes et d'herbes. Elles peuvent être filées pour produire des fils et des cordes [6].

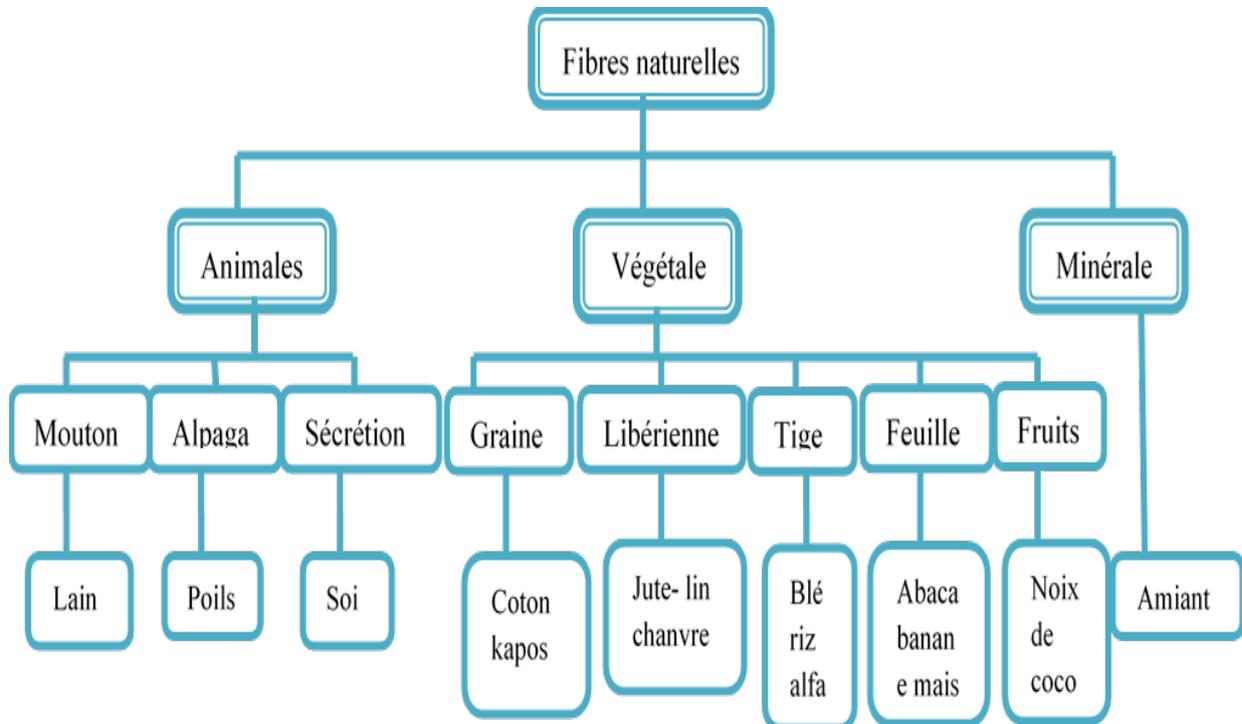


Figure1 : Les types de fibres naturelles [3].

I.3. Généralités sur les fibres végétales

I.3.1. Définition des fibres végétales

Une fibre végétale peut être comparée à un matériau composite renforcé par des fibrilles de cellulose (Figure 2). La matrice de ce matériau est principalement constituée d'hémicellulose et de lignine. Les fibrilles de cellulose sont disposées en hélice, formant un angle connu sous le nom d'angle micro fibrillaire [1]. Dans un matériau composite classique, les caractéristiques élastiques et de rupture dépendent généralement du pourcentage et de l'orientation des fibres de renfort. De la même manière, dans une fibre végétale, les propriétés physiques des fibres naturelles sont principalement déterminées par des facteurs tels que la composition chimique et physique, la structure, le pourcentage de cellulose, l'angle micro fibrillaire, la section et le degré de polymérisation [2, 6].

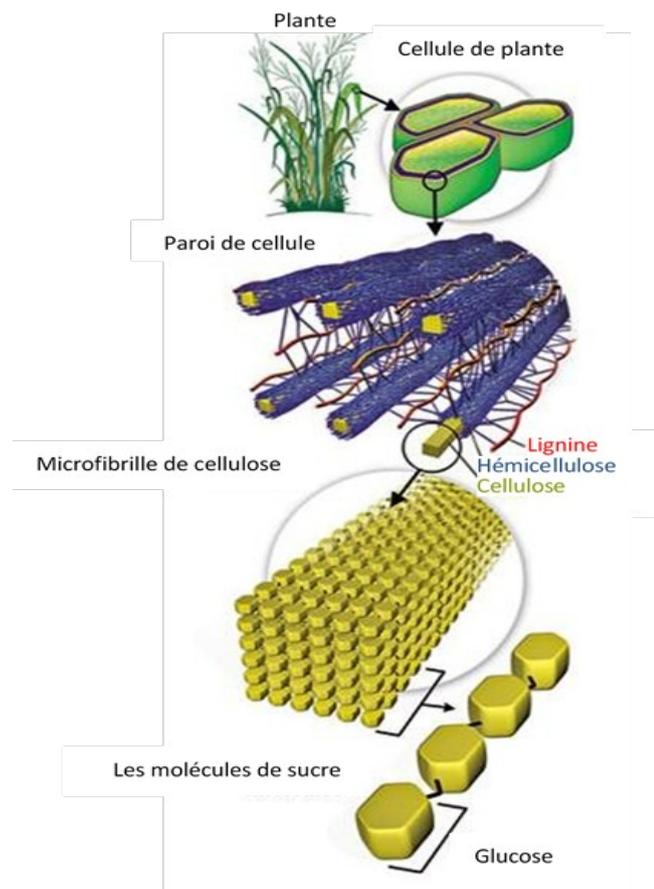


Figure 2 : Structure d'une fibre végétale [9].

I.3.2. Classification des fibres végétales

Ce sont des fibres lignocellulosiques qui peuvent être décomposées par les organes (Figure 3) :[6]

- Des fibres résultant des crins importants de graines par exemple (coton, kapok)
- Des fibres résultant des libers par exemple (fibre de lin).
- Des fibres dérivées des feuillages par exemple (sisal, Alfa, folioles de palm) et il y a de tronc comme (chanvre de manille), d'enveloppes des fruits comme noix de coco [7].

On peut aussi classer les fibres végétales selon leurs composants en cellulose, hémicellulose, lignine :

- Des fibres ligneuses sont aussi dures et rigides tel 'que le bois.
- Des fibres non-ligneuses, qui se caractérisent par leur douceur et leur souplesse par exemple (jute et sisal). [7].

La classification troisième selon la longueur, on trouve :

- Des fibres douces et longues.
- Des fibres dures, rigides et longues.
- Des fibres courtes.

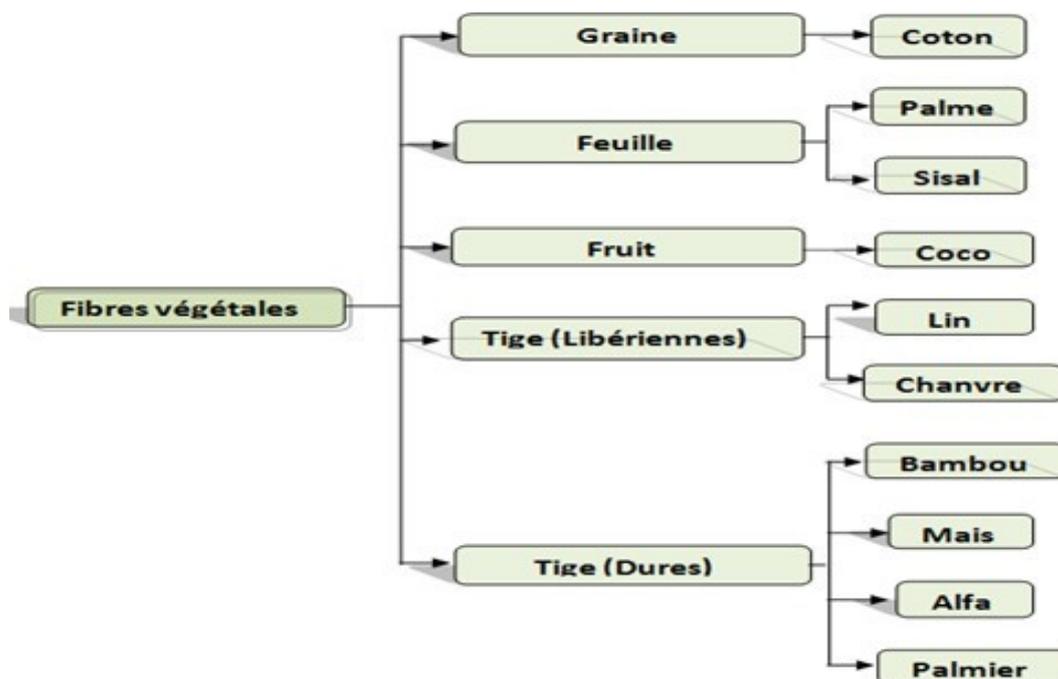


Figure 3 : Classification des fibres végétales [8].

I.3.3. Structure et composition chimique d'une fibre végétale

Les fibres végétales sont principalement composées de cellulose, de lignine et d'hémicellulose, et contiennent également une petite quantité de protéines, d'extraits et de composés inorganiques. Chaque fibre est considérée comme un composé de plusieurs fibrilles en raison du rôle de la lignine en tant que matrice de revêtement, qui est un composant très rigide par rapport à la cellulose, comme indiqué dans la figure 4 [3].

Selon la nature de la fibre, sa composition chimique diffère et se compose principalement de polymères attribués aux sucres glucidiques qui sont associés à la lignine et à d'autres éléments, mais en quantités différentes et faibles [5].

Les propriétés globales des fibres sont influencées par les différentes caractéristiques de leurs composants. Par exemple, l'hémicellulose joue un rôle dans l'absorption de l'humidité, la bioluminescence et la pyrolyse, tandis que la lignine est l'élément le plus thermiquement stable et protège contre la dégradation due aux rayons ultraviolets [3].

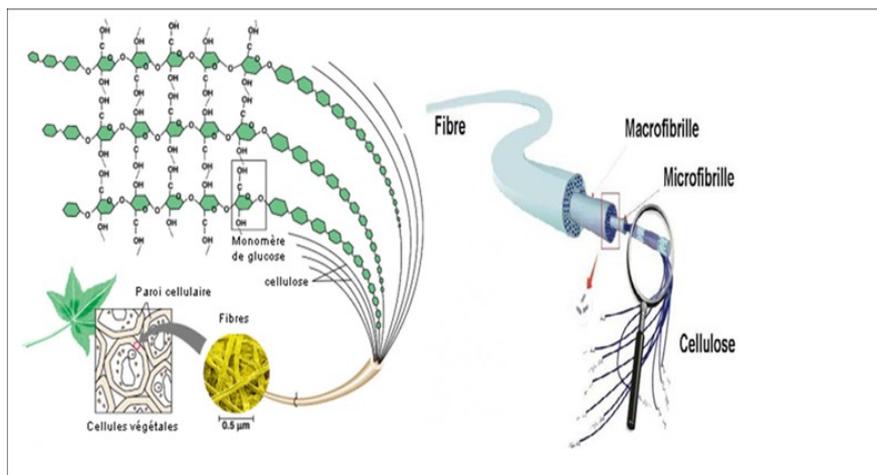


Figure 4 : La structure d'une fibre végétale [5].

1) La cellulose

La cellulose est un élément constitutif essentiel de toutes les plantes, représentant la molécule la plus abondante sur notre planète et un composant essentiel de la paroi cellulaire pour de nombreuses plantes [10].

La cellulose, faisant partie de la famille des polysaccharides, est une formule chimique $(C_6H_{10}O_5)_n$, où n représente le degré de cristallisation. C'est un homopolymère naturel constitué de chaînes de D-glucanes, avec des groupes hydroxyle libres aux positions 2, 3 et 6. Sa longueur de modèle est d'environ 10,3 Å, et les groupes périphériques contiennent des fonctions alcool et aldéhyde, comme indiqué dans la figure 5 [11]. En fonction de son origine, de son traitement et de ses différentes caractéristiques telles que la cristallisation et la porosité, nous pouvons facilement obtenir et interagir avec cette substance.

Ce composant est utilisé dans plusieurs domaines, notamment dans l'industrie du papier, ainsi que dans le secteur chimique pour la production de plastiques et de fibres textiles artificielles [12].

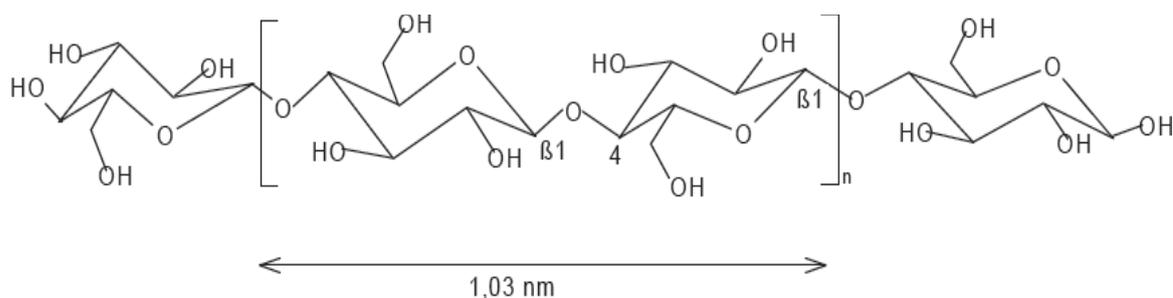


Figure 5 : Schéma structurale de la cellulose (n répétitions cellobiose) [13].

2) Lignine

La lignine est l'une des matières organiques les plus abondantes sur Terre après la cellulose, représentant environ 15 à 30 % de celle-ci. C'est un polymère aromatique tridimensionnel qui n'est que partiellement soluble dans l'eau et présente une grande résistance à l'hydrolyse par les enzymes bactériennes [11, 12].

La lignine est responsable de la dureté du bois et des plantes. Elle est le résultat d'une combinaison de trois alcools (l'alcool coumarylique, l'alcool sinapylique et l'alcool coniférylique), comme illustré dans la figure 6 [13].

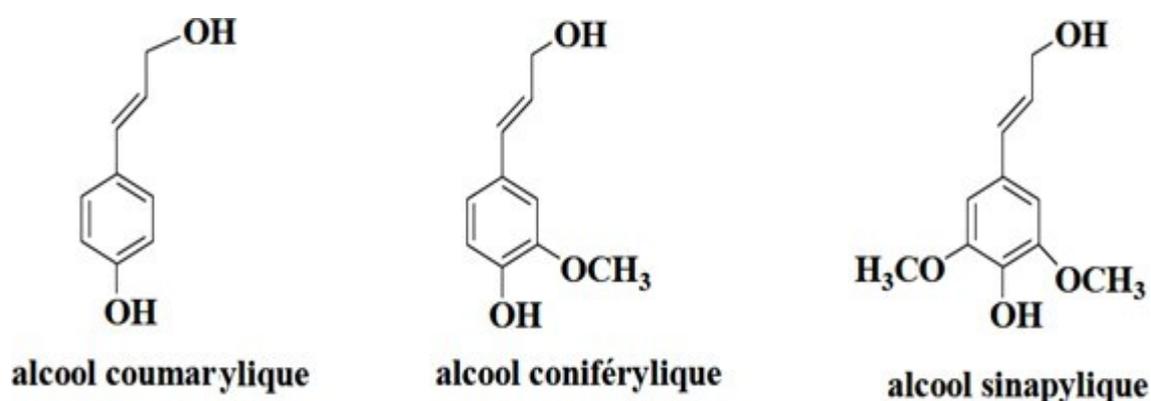


Figure 6 : Représentation les composant de la lignine [14].

3) Hémicellulose

L'hémicellulose est un biopolymère appartenant à la famille des glucides. Ses molécules sont hétérogènes et ont une structure moins ordonnée que la cellulose. Ses composants sont connus sous le nom de Zyloglucates. L'hémicellulose est constituée de différents sucres neutres tels que : Arabinose, Xylose, Glucose, Galactose, Mannose, les acides uroniques et des courtes chaînes latérales. L'hémicellulose peut être extraite de la paroi cellulaire par des solutions alcalines et présente la caractéristique d'être soluble dans l'eau (Figure 7) [3, 13].

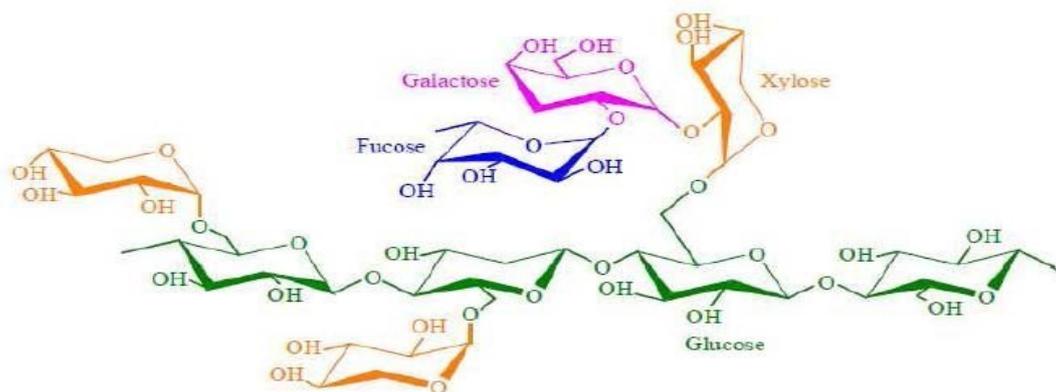


Figure 7 : Structure d'un type dexyloglucane.[12]

4) Les pectines

Les pectines sont un ancien mot grec signifiant "caillé épais". Les pectines sont une substance microscopique de nature glucidique, principalement composée d'acide galacturonique. En raison de ses propriétés acides, l'épiderme est très soluble et peut être décomposé par des enzymes. Les pectines, tout comme l'hémicellulose, sont composées de polysaccharides. La différence entre elles réside dans le fait que la pectine contient des groupes carboxyles, contrairement à l'hémicellulose.

En plus de l'ordre des granulés sont à celles de la cellulose, les pectines présentent des chaînes linéaires avec des groupes carboxyles, ce qui permet la formation de fortes liaisons hydrogène entre les chaînes, comme illustré dans la figure 8 [3, 15].

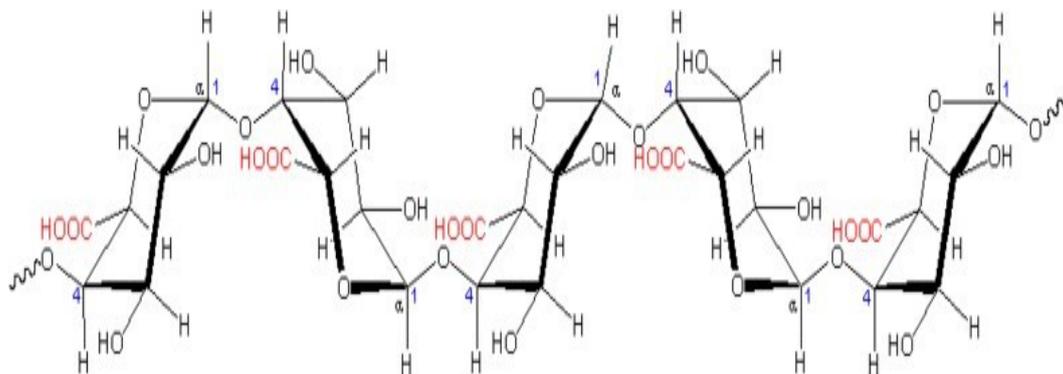


Figure 8 : schéma structurale d'une chaîne de pectine [15].

5) Les cires

Les cires sont des composés chimiques cireux qui agissent comme une protection physique des plantes contre les conditions naturelles et les insectes. Elles sont présentes sur la

mince couche extérieure des tiges. Elles sont essentiellement constituées d'acides gras, d'hydrocarbures, d'esters de cire de cétyle, et d'alcool [10].

La composition des fibres végétales est influencée par des facteurs tels que leur origine, la méthode d'extraction et les conditions climatiques dominantes. Le tableau 1 présente certaines fibres végétales [11].

Tableau 1 : Structure chimique de certaines fibres végétales [16].

Types des fibres	Cellulose %	Lignine %	Hémicellulose %	Pectine %	Cendres %
Lin	71	2,2	18,6-22,6	2,3	-
Kenaf	31-57	15-19	21,5-23	-	2-5
Jute	45-71,5	12-26	13,6-21	0,2	0,5-2
Chanvre	57-77	3,7-13	14-22,4	0,9	0,8
Ramie	68,6-91	0,6-0,7	5-16,7	1,9	-
Abaca	56-63	7-9	15-17	-	3
Sisal	47-78	7-11	10-24	10	0,6-1

I.3.4. Les avantages et les inconvénients des fibres végétales

L'introduction de fibres végétales dans les matrices polymères peut apporter des avantages notables par rapport aux fibres traditionnellement utilisées dans les composites, telles que les fibres de verre, comme indiqué dans le tableau 2 [5].

Tableau 2 : Les avantages et les inconvénients de fibres végétales.

Avantages	Inconvénients
✓ Faible densité	✓ Taux de reprise en eau important
✓ Moins chère	✓ Difficulté à résister au vieillissement.
✓ Fibres renouvelables	✓ Résistance thermique réduite.
✓ Consommation énergétique réduite	

<p>pour leur production.</p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ Fibres biodégradables ✓ Caractéristiques particulières élevés 	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Pour les applications commerciales, un bon niveau de support est nécessaire pour une qualité durable.
---	---

I.4. La fibre Alfa

I.4.1. Présentation de la plante Alfa

L'Alfa, également connue sous le nom scientifique *Stipa Tenacissima*, est également appelée *Esparto grass* ou *Esparto* en anglais. Originaires des régions arides de l'ouest du bassin méditerranéen, cette plante est présente en Afrique du Nord, du Maroc à la Libye, ainsi qu'en Europe du Sud, notamment en Espagne et en Italie. Sous le nom d'alfa, elle recouvre de vastes zones des hauts plateaux algériens [17]. L'Alfa est une plante pérenne qui survit pendant l'hiver et pousse de manière indépendante en formant des nappes. En raison de sa faible consommation d'eau, elle est endémique dans les zones les plus arides de la région méditerranéenne. Au sud, sa limite naturelle est déterminée par la sécheresse. Là où l'alfa cesse de pousser, le désert commence. Au nord et à l'ouest, c'est l'humidité croissante du climat qui élimine cette plante de la flore (Figure 9) [18, 19, 20].



Figure 9 : Photo de plante Alfa (ADDOUR, Novembre 2019).

La répartition territoriale de l'alfa peut être estimée comme suit [20] :

Algérie : 4.000.000 ha, Tunisie : 600.000 ha, Libye : 350.000 ha, Espagne : 300.000 ha, Maroc : 3.186.000 ha [20]

En Algérie, l'alfa est abondant dans la région oranaise, depuis le littoral jusqu'aux monts des Ksours, sur les hauts plateaux de la région de Ksar Chellala, Djelfa, autour de Boussada, jusqu'aux montagnes d'Ouled Nail et autour de Laghouat. A l'est, elle se répartit surtout dans

les régions ouest et sud de Setif, les Bibans, Boutaleb et Maadi. Elle couvre également une partie importante des versants de montagnes du massif des Aurès [20].

I.4.2. La morphologie de la plante

La plante est plutôt une grande herbe dure au lieu d'une plante "normale" avec une grande tige ramifiée et des feuilles. Cependant, de nombreuses tiges poussent en formant un cercle lorsqu'on les observe d'en haut, en partageant la même racine (Figure 10). Ces tiges peuvent atteindre une hauteur d'environ un mètre, tandis que les racines s'enfoncent à une profondeur de plus d'un mètre. Entre les deux se trouve le rhizome (Figure 11) [20].

Les racines sont fortement ramifiées avec de nombreux nœuds où de nouvelles racines secondaires se développent. Cette structure permet à l'alfa de s'enraciner solidement dans le sol, ce qui est essentiel dans les régions où elle pousse. Ces régions se situent à la limite du désert, où le sol sableux n'est pas stable. Ainsi, des racines ramifiées sont nécessaires pour s'ancrer et se développer dans de telles conditions [3, 17]. L'Alfa fleurit normalement du début du mois de mai jusqu'à la fin du mois de juin. L'alfa "mûre" est récoltée manuellement sur la période de juillet à novembre.

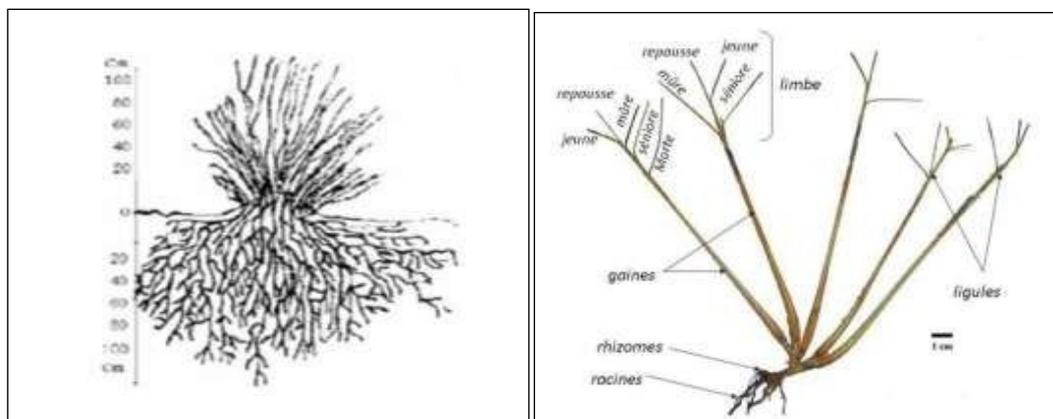


Figure 10 : Représentation de la plante Alfa **Figure11 :** Morphologie de la plante d'Alfa [17].

I.4.3. Structure chimique

La composition chimique des plantes varie en fonction des conditions climatiques de la région, de l'âge de la plante, de la composition du sol et des conditions de croissance. Le tableau 3 présente la composition chimique spécifique de l'alfa [20].

Tableau 3 : Composition chimique de la fibre d'alfa [[17],[19],[21], [20]]

	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicellulose/ Pectines (%)	Cendres (%)	Cires (%)	Silica (%)	Autres (%)
Akchiche et ses collaborateurs [17]	43,81	18,76	28,4	4,66	-	1,76	2,61
Paiva et ses collaborateurs [19]	45	23	25	2	5	-	-
Brahim et ses collaborateurs [20]	45	24	24	2	5	-	-
Bouiri et ses collaborateurs [21]	47,63	17,71	22,15	5,12	-	-	7,39

I.4.4. Domaines d'applications

En raison de l'importance de la plante alfa, elle est utilisée dans plusieurs domaines et se divise comme suit :

Tiges d'alfa utilisées :

- Dans l'industrie artisanale, pour la fabrication de tapis et de paniers.
- Dans l'industrie agroalimentaire, pour l'alimentation de certains animaux sauvages et du bétail.

Les fibres d'alfa utilisées :

- Dans l'industrie du papier, pour la fabrication de papiers de haute qualité, de papiers filtrants et de papiers condensateurs.
- Pour l'amélioration des composites, certaines fibres d'alfa ont récemment été introduites pour le renforcement des polymères [22].

I.4.5. Les propriétés mécaniques des fibres d'Alfa

Le tableau 4 résume les propriétés spécifiques des principales fibres naturelles utilisées comme renforts des matériaux polymères. [18].

Tableau 4 : Les propriétés mécaniques des fibres végétales [18].

Fibres	Masse volumique (g/cm ³)	Allongement à la rupture (%)	Contrainte à la rupture (MPa)	Module de Young (GPa)
Alfa	1,4	1,5–2,4	134–220	13–17,8
Agave	1,4	20	350	4,2
Coton	1,5	7–8	191–398	3.6–8.4
Jute	1,3	1,5–1,8	300–600	20
Lin	1,5	2,7–3,2	230–690	18
Chanvre	1,5	1,6	460	17
Ramie	1,5	3,6–3,8	266–630	42–86
Sisal	1,5	2–2,5	340–423	6–14
Bois	1,5	–	666	26

I.4.6. Traitements chimiques

Afin d'améliorer leur adhérence et leur dispersion dans les matrices polymères, il est nécessaire de traiter les fibres végétales. Les traitements disponibles sont généralement regroupés en deux catégories : les traitements chimiques et les traitements physiques. Dans cette partie, nous nous concentrons principalement sur les traitements chimiques, qui permettent de nettoyer la surface des fibres, de modifier leur composition chimique, de réduire leur rétention d'humidité, d'augmenter leur rugosité, de modifier leurs propriétés mécaniques et d'améliorer leur stabilité thermique [18, 19]. Il existe plusieurs méthodes chimiques variées, parmi lesquelles on peut citer le traitement au silane, le traitement au permanganate de potassium, le traitement à l'anhydride acétique et le traitement alcalin [2].

1) Traitement alcalin

Le traitement alcalin est l'un des traitements chimiques les plus couramment utilisés pour les fibres naturelles, et sa modification la plus significative est la rupture des liaisons hydrogène présentes dans la structure en réseau de ces fibres. Cette rupture entraîne une augmentation de la rugosité de leur surface [23, 24].

Les fibres naturelles sont soumises à un traitement alcalin par l'ajout d'hydroxyde de sodium (NaOH). Ce traitement permet d'éliminer une partie de la lignine, de la cire et de l'huile qui recouvrent la surface externe des parois cellulaires des fibres. En conséquence, la cellulose subit une dépolymérisation, ce qui expose les cristallites de taille plus réduite, comme illustré dans la figure 12 [2, 23].

De plus, lors du traitement alcalin, certaines substances cimentaires telles que les composés hémicellulosiques et la lignine sont éliminées, ce qui a un impact sur la composition chimique des fibres végétales, l'orientation moléculaire des cristallites de cellulose et le degré de polymérisation [24]. Comme représenté dans l'équation 1 :

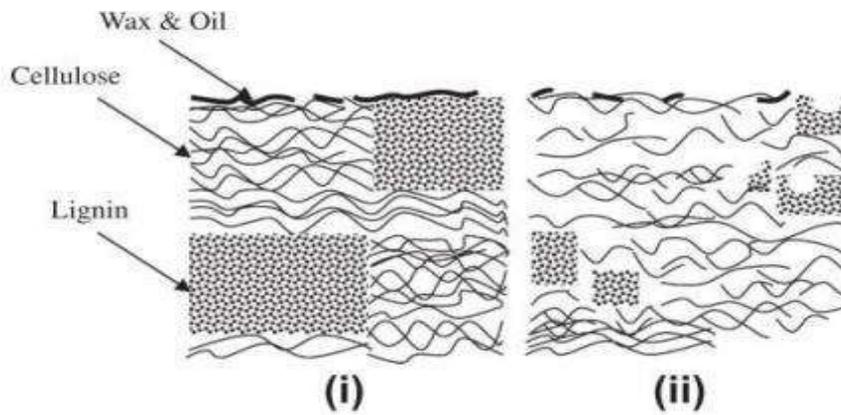
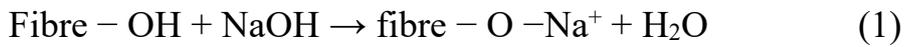


Figure 12 : Structure typique de la fibre (i) non traitée et (ii) traitée [23].

2) Traitement par permanganate de potassium

Le traitement au permanganate (ions MnO_4^-) repose sur la création de sites radicalaires au sein de la cellulose des fibres naturelles. Cette méthode vise à augmenter la réactivité de la cellulose, facilitant ainsi son interaction avec les matrices polymères [3, 25]. Voir l'équation 2 et 3 :



En général, ce type de traitement est effectué en utilisant du permanganate de potassium (KMnO₄) en solution (dans l'acétone) à différentes concentrations, avec une durée de trempage allant de 1 à 3 minutes, après un prétraitement alcalin. Ainsi, le caractère hydrophile des fibres naturelles est réduit, ce qui entraîne une diminution de l'absorption d'eau par le composite renforcé avec ces fibres. La tendance hydrophile des fibres diminue avec l'augmentation de la concentration de KMnO₄. Cependant, à des concentrations supérieures à 1 %, on observe une dégradation de la fibre naturelle [25].

3) Traitement par silane

Le silane est un composé chimique représenté par la formule SiH₄. Les silanes sont utilisés comme agents de couplage pour assurer la stabilité du composite en favorisant l'adhérence entre les fibres et la matrice polymère. De plus, ils permettent de réduire le nombre de groupes hydroxyles de la cellulose à l'interface entre la fibre et la matrice [23].

Lorsque de l'humidité est présente, les groupes alcoxy hydrolysables du silane se transforment en silanols, qui réagissent ensuite avec les groupes hydroxyles présents dans les fibres, formant ainsi des liaisons covalentes stables avec la paroi cellulaire [2]. De cette manière, les chaînes hydrocarbonées (R) introduites par l'application du silane limitent le gonflement des fibres en se diffusant dans la matrice, formant ainsi un réseau enchevêtré [24, 26]. Voir équation 4 :



De plus, le traitement au silane améliore la résistance à la traction du composite, réduit l'impact de l'humidité sur ses propriétés et renforce l'adhérence entre les fibres et la matrice, ce qui contribue à augmenter la résistance globale du composite [23, 26].

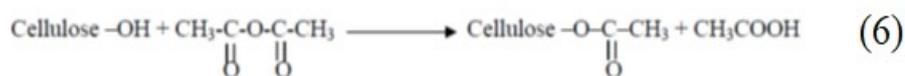
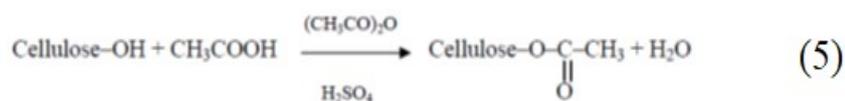
4) Traitement par acétylation

Le traitement d'acétylation est une méthode utilisée pour modifier la surface des fibres végétales afin de réduire leur caractère hydrophile. Le principe de ce traitement consiste à faire réagir les groupes hydroxyles (-OH) présents dans la fibre avec des groupes acétyle (CH₃CO⁻). Cette substitution modifie les propriétés de la fibre et lui confère une surface

hydrophobe. Les groupes hydroxyles impliqués dans la réaction proviennent à la fois des composants minoritaires de la fibre tels que les hémicelluloses et la lignine, ainsi que de la cellulose amorphe [18].

Les groupes hydroxyles des régions cristallines de la fibre sont fortement compacts en raison de liaisons intermoléculaires solides, ce qui les rend inaccessibles aux réactifs chimiques. Les réactions d'acétylation, avec catalyseur acide et sans catalyseur acide, sont illustrées respectivement ci-dessous. Puisque l'acide acétique ne réagit pas facilement avec la cellulose, il est préférable de le substituer par de l'anhydride acétique [18, 27].

Pour accélérer la réaction, les fibres peuvent être préalablement immergées dans de l'acide acétique, puis traitées avec de l'anhydride acétique pendant une durée de 1 à 3 heures [18]. Voir l'équation 5 et 6 :



Références

- [1] C. Magniont, Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier, 2010.
- [2] V.V. Do Thi, Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non, Grenoble, 2011.
- [3] B. Meghlaoui, Elaboration et caractérisation d'un composite biodégradable a matrice polymère et renfort naturel, Universite Mouloud MAMMERI Tizi-Ouzou, 2020.
- [4] S. Mouhoubi, H. Osmani, T. Bali, S. Abdeslam, Élaboration et étude des propriétés des composites Polyester-Alfa traitée et non traitée, (2012).
- [5] S. BOUHANK, Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne: Formulations et caractérisations, 2017.
- [6] D. BENMEDOUR, Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de fibre végétale: Application à la plante d'Alfa, 2012.
- [7] M. Dallel, Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.) Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil, Université de Haute Alsace-Mulhouse, 2012.
- [8] H. Nacer, Effet des différents méthodes d'extractions de traitements des fibres végétales (palmier dattier) sur les propriétés mécaniques.
- [9] M.Rokbi, H.Osmani,A. Imad,N. Benseddiq, Effect of chemical treatment on flexure properties of natural fiber-reinforced polyester composite,procedia Engineering,10 (2011)

- [10] M. ROKBI, H. OSMANI, L'effet des traitements de surface des fibres sur les propriétés mécaniques de composites Polyester-fibres Alfa, Congrès français de mécanique, AFM, Maison de la Mécanique, 39/41 rue Louis Blanc, 92400 Courbevoie, France ..., 2011.
- [11] E. Rogge, Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'Alfa (Esparto grass) en vue d'applications textiles, Mémoire de maîtrise pour l'obtention du grade académique de master, Génie des matériaux, Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud-Alsace (UHA, Mulhouse, France), Année universitaire, (2010).
- [12] D. Sedan, Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment: influence sur les propriétés mécaniques du composite, Limoges, 2007.
- [13] E.H.B. Ly, Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose, Grenoble INPG, 2008.
- [14] S. Nekkaa, Etude des propriétés d'un nouveau matériau composite à base de polypropylène renforcé par une fibre végétale locale Genét d'Espane, 2018.
- [15] S. Bouzouita, Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel, Ecole Centrale de Lyon; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir, 2011.
- [16] B. Gabriele, T. Cerchiara, G. Salerno, G. Chidichimo, M.V. Vetere, C. Alampi, M.C. Gallucci, C. Conidi, A. Cassano, A new physical–chemical process for the efficient production of cellulose fibers from Spanish broom (*Spartium junceum* L.), *Bioresource technology*, 101 (2010) 724-729.
- [17] A. Omar, M.B. Khadra, Esparto grass (*Stipa tenacissima* L.), raw material of papermaking. First part, *ХИМИЯ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ*, (2007).
- [18] K. Borchani, Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa, Lyon, 2016.
- [19] M. Paiva, I. Ammar, A. Campos, R.B. Cheikh, A. Cunha, Alfa fibres: Mechanical, morphological and interfacial characterization, *Composites Science and Technology*, 67 (2007) 1132-1138.
- [20] B. Bouiri, M. Amrani, Production of dissolving grade pulp from Alfa, *BioResources*, 5 (2010) 291-302.
- [21] S.B. Brahim, R.B. Cheikh, Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite, *Composites Science and Technology*, 67 (2007) 140-147.
- [22] S. Jarradi, K. Tounsi, The use of satellite remote sensing and geographic information systems in monitoring the dynamics of alfatières aquifers. Case of the delegation of Hassi el

Frid of the governorate of Kasserine in Tunisia. L'utilisation de la télédétection satellitaire et des systèmes, vol. CI, (2018) 3449-3458.

[23] L.Y. Mwaikambo, M.P. Ansell, Chemical modification of hemp, sisal, jute, and kapok fibers by alkalization, *Journal of applied polymer science*, 84 (2002) 2222-2234.

[24] M. Kabir, H. Wang, K. Lau, F. Cardona, Chemical treatments on plant-based natural fibre reinforced polymer composites: An overview, *Composites Part B: Engineering*, 43 (2012) 2883-2892.

[25] N. Chand, M. Fahim, *Tribology of natural fiber polymer composites*, Woodhead publishing 2020.

[26] R. Kozłowski, M. Władysław-Przybylak, *Uses of natural fiber reinforced plastics*, *Natural fibers, plastics and composites*, Springer 2004, pp. 249-274.

[27] P.K. Kushwaha, R. Kumar, Effect of silanes on mechanical properties of bamboo fiber-epoxy composites, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 29 (2010) 718-724.

Chapitre II : Rappel bibliographique sur les matériaux composites

II.1. Introduction

Les fibres naturelles sont connues depuis longtemps et sont utilisées comme renfort dans la fabrication des matériaux composites. Notamment, dans les domaines de l'emballage, de la santé, de la pharmacie, de l'industrie automobile et de l'aéronautique, l'utilisation de fibres naturelles dans les matériaux composites est motivée par leurs caractéristiques positives telles que leur faible coût, leur biodégradabilité, leur rigidité et leur comportement mécanique important.

Dans ce chapitre, nous présenterons des généralités sur les matériaux composites, en abordant différents constituants de ces matériaux. Nous commencerons par en donner les définitions, puis nous expliquerons en détail leur composition, leur classification, leur structure de base, ainsi que les avantages et les domaines d'application qui leur sont propres.

II.2. Définition des matériaux composites

Un matériau composite peut être défini de manière générale comme l'assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles à l'échelle microstructurale. Les composites sont le plus souvent constitués d'une matrice dans laquelle des renforts sont dispersés de manière contrôlée (figure 13) [1]. La matrice maintient les renforts et assure les transferts de charge, tandis que les renforts apportent principalement leurs caractéristiques mécaniques élevées, telles que le module, la limite d'élasticité et la résistance mécanique. L'objectif de cette combinaison est d'obtenir un matériau dont les propriétés spécifiques (telles que les propriétés mécaniques rapportées à la masse volumique) sont supérieures à celles de la matrice non renforcée. Les matériaux ainsi obtenus sont très hétérogènes et anisotropes [1, 2].

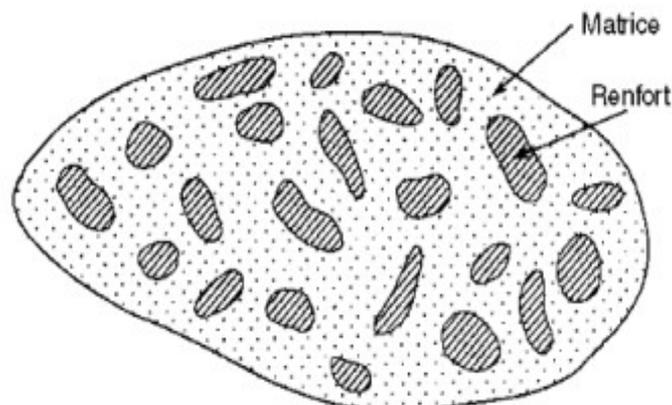


Figure 13 : Différents constituants d'un matériau composite [2].

II.3. Les constituants des matériaux composites

Un matériau composite est composé de plusieurs constituants : une phase continue appelée matrice ou liant, et une ou plusieurs phases discontinues appelées renfort ou fibre. Les renforts sont généralement plus durs et confèrent au matériau des propriétés mécaniques élevées. Dans le cas de plusieurs phases discontinues, le composite est appelé hybride. En plus de ces deux constituants de base, il faut ajouter une interface qui assure la compatibilité entre le renfort et la matrice, et qui transmet les contraintes de l'un à l'autre [3].

II. 3.1. Matrices

La matrice joue plusieurs rôles essentiels dans les matériaux composites. Elle relie les fibres de renforcement entre elles, confère une résistance chimique à la structure, donne la forme souhaitée au matériau final et permet la répartition des contraintes [4]. Le choix de la matrice la plus appropriée dépend de l'application du composite. Dans le cas des composites à base de fibres, la matrice polymère est le composant principal [3]. On peut utiliser des matrices telles que le polyester insaturé (UP), l'époxy, le polyéthylène (PE) et le polypropylène (PP), selon les besoins. La matrice peut être soit thermoplastique, soit thermodurcissable pour les polymères [5].

II.3.2. Renfort

Le rôle des renforts est de supporter la plupart des efforts mécaniques appliqués au composite, grâce à leurs propriétés mécaniques élevées telles que la résistance mécanique et le module d'élasticité [3]. Les renforts fibreux peuvent être divisés en deux catégories en fonction de la géométrie de la fibre : les composites à fibres continues et les composites à fibres discontinues [4, 5].

II.4. Classification des matériaux composites

Les matériaux composites sont classés en fonction de la nature de leur matrice ou de la forme de leurs constituants, ce qui permet de les diviser en :

La nature de la matrice : - Matériaux composites à matrice organique
- Matériaux composites à matrice minérale

La forme des constituants : - Matériaux composites à fibres

- Matériaux composites à particules
- Structuraux

II.4.1. Classification des matériaux composites selon la nature de la matrice

Selon les propriétés des matériaux de la matrice, les composites, peuvent être divisés en trois catégories : les composites à matrice organique (polymères), les composites à matrice métallique et les composites à matrice céramique comme indiquée la figure 14 [5].

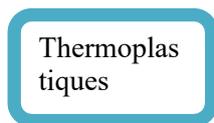


Figure 14 : Les Différentes types de matrice selon la nature [2].

1) Composites à matrice céramique

Ces composites sont utilisés lorsque les températures dépassent 1000°C. Dans ce type de composite, le renfort est généralement constitué de fibres longues en carbone, en silice ou en carbure de silicium, assemblées par tissage multidimensionnel. Ce renfort poreux est ensuite infiltré par la matrice (carbone, silice, carbure de silicium), qui se trouve soit à l'état liquide, soit à l'état gazeux. La dernière étape de fabrication consiste à densifier le composite par frittage sous haute pression et haute température [1, 4].

2) Composites à matrice métallique (CMM)

Les composites à matrice métallique (CMM) sont utilisés pour des applications à haute température allant jusqu'à 600°C. Dans ces composites, des métaux ou alliages métalliques sont sélectionnés en fonction de leurs propriétés spécifiques à l'état non renforcé, avec l'aluminium, le titane et le magnésium étant les plus couramment utilisés. Les procédés de fabrication des CMM varient en fonction de l'état de la matrice lors de l'incorporation des renforts, qu'elle soit liquide (forgeage liquide, fonderie moyenne pression, etc.), semi-solide (rhéomoulage) ou solide (métallurgie des poudres). Les CMM présentent d'excellentes caractéristiques mécaniques spécifiques et une résistance élevée à la température [2].

3) Composites à matrice organique

L'utilisation des composites à base organique est actuellement limitée aux températures inférieures à 200°C. Ces composites utilisent trois types de matrices : les résines thermoplastiques (TP), les résines thermodurcissables (TD) et les résines thermostables (TS). Ces matrices sont des polymères et possèdent les propriétés suivantes [5].

- Faible densité.
- Faible coût.
- Bonnes propriétés mécaniques.
- Bonne résistance thermique.
- Bonne résistance aux solvants et à l'humidité.
- Bonne adhésion aux fibres.

a) Matrice thermodurcissables (TD)

Les matrices à base organique, telles que les résines thermostables et thermodurcissables, sont généralement présentes sous forme de résine liquide visqueuse, composée de particules longues et indépendantes. Lorsqu'elles subissent une transformation irréversible, elles se durcissent à une température spécifique pendant la polymérisation, formant un réseau tridimensionnel de monomères qui se fixe après un traitement thermique. Ce processus transforme la résine en un produit insoluble et non recyclable, mais doté de propriétés mécaniques et thermomécaniques élevées. Les résines les plus fréquemment utilisées sont le polyester et l'époxy. Les propriétés les plus significatives de ces résines sont répertoriées dans le tableau 5 [6, 7].

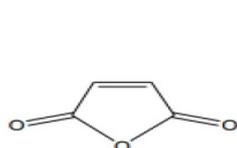
Tableau 5 : Caractéristiques quelques des résines thermodurcissables [5].

Résines	Densité	Résistance (MPa)	Module d'Young (GPa)	Tmax (°C)
Epoxy	1,1-1,5	130	4,5	90-200
Uréthane	1,1	30	0,7-7	100
Polyesters	1,2	80	4	60-200
Urée formaldéhyde	1,2-1,5	40-80	6-10	140
Phénol formaldéhyde	1,1-1,3	35-60	3-4	80-300

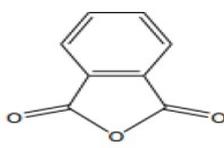
Résines polyesters

Les Polyesters insaturés peuvent être classées en différentes catégories en fonction de la composition du polyester. Les plus courantes sont :

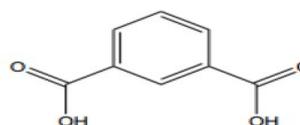
- **Résines pure maléique** : si le polyester est synthétisé à partir d'anhydride maléique (ou d'acide maléique ou fumarique) et d'un ou plusieurs glycols.
- **Résines orthophtalique** : si le polyester est synthétisé à partir d'un mélange d'anhydride maléique et d'anhydride orthophtalique (AP) (ou des diacides correspondants), ainsi que d'un ou plusieurs glycols.
- **Résines isophtalique** : si le polyester est synthétisé à partir d'un mélange d'anhydride maléique (ou des diacides correspondants) et d'acide isophtalique, ainsi que d'un ou plusieurs glycols (figure 15, 16) [14].



Anhydride maléique (AM)



Anhydride orthophtalique (AO)



Acide isophtalique (AI)

Figure 15 : Anhydrides et diacides couramment utilisés pour la synthèse du prépolymère polyester insaturé [14]

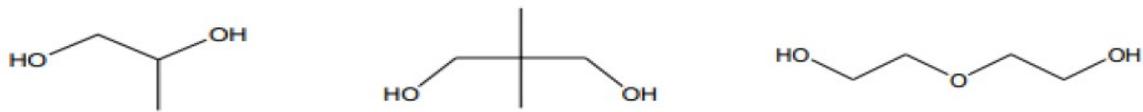


Figure 16 : Glycols couramment utilisés pour la synthèse du prépolymère Polyester insaturé [14].

Synthèse de la résine UP

Les résines polyesters insaturés (UP) sont des mélanges composés de ce qu'on appelle un prépolymère polyester (oligomères polymérisables) et d'un monomère vinylique [14].

Le prépolymère est un polycondensat d'un ou plusieurs glycols avec un ou plusieurs acides (et/ou anhydride de diacide), dont l'un au moins contient une double liaison éthylénique. Ce prépolymère est mis en solution dans un monomère insaturé, qui sert dans un premier temps de solvant et dont les insaturations éthyléniques sont susceptibles de réagir ultérieurement par copolymérisation radicalaire avec les doubles liaisons des prépolymères polyesters [7,14].

Ce mélange, désigné sous le nom de résine polyester insaturé, est stabilisé par des inhibiteurs afin d'éviter tout avancement d'une éventuelle réaction, sous l'action de la température ou de radiations lumineuses en assurant ainsi sa conservation au stockage. L'apport d'un amorceur radicalaire à la résine UP en présence d'un accélérateur, conduit à la formation de matériaux réticulés, infusibles et insolubles dans tous les solvants (figure 17) [14].

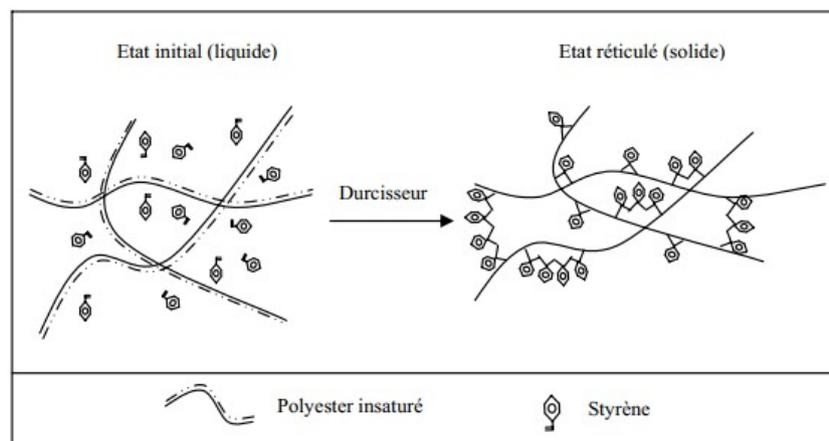


Figure 17 : Représentation schématique de la formation de réseau tridimensionnel d'un polyester insaturé [14].

Résines époxydes

Les résines les plus couramment utilisées après les résines polyesters insaturées sont les résines époxy. Cependant, elles ne représentent qu'environ 5 % du marché des composites en raison de leur prix élevé (environ cinq fois supérieur à celui des résines polyesters) [7].

b) Matrices thermoplastiques

Les thermoplastiques sont des polymères dont les chaînes sont liées par des liaisons faibles, ce qui les rend recyclables. Ils présentent une faible solubilité dans les solvants et se composent d'une phase amorphe et d'une phase semi-cristalline. Ce type de matrice est devenu essentiel dans de nombreux secteurs tels que l'automobile et l'emballage en raison de ses avantages, tels qu'une résistance accrue, une bonne résistance aux dommages, des propriétés mécaniques élevées, une faible densité et une grande variété de choix. Les principales caractéristiques sont présentées dans le tableau 6 [6].

Tableau 6 : Caractéristiques quelques résines thermoplastiques [6].

Résines	Densité	Résistance (MPa)	Module d'Young (GPa)	Tg(°C)	Tf(°C)
PP	0,92	30	1,2	5	165
PLA	1,25	40-60	3-4	50-60	150
HDPE	0,95	28	1,1	-100	134
PVC	1,39	58	2,9	75-105	160-220
PS	1,05	55	3,2	90-100	-
PET	1,30	47	2,6	70	255-265
ABS	1,05	50	2,5	90-120	-

c) Matrice élastomères

Les élastomères appartiennent à la famille des hauts polymères. Microscopiquement, ils se présentent sous forme de macromolécules constituées de longues chaînes de polymères, linéaires ou ramifiées, enchevêtrées les unes dans les autres. En raison de leur structure amorphe et pour des températures supérieures à leur température de transition vitreuse, les élastomères se caractérisent par une grande déformabilité et une haute élasticité caoutchouteuse [8].

II.4.2. Classification suivant la forme des constituants

La figure 18 présente un schéma de classification des matériaux composites en fonction de la forme de leurs constituants. Nous établissons une distinction entre trois grandes catégories.

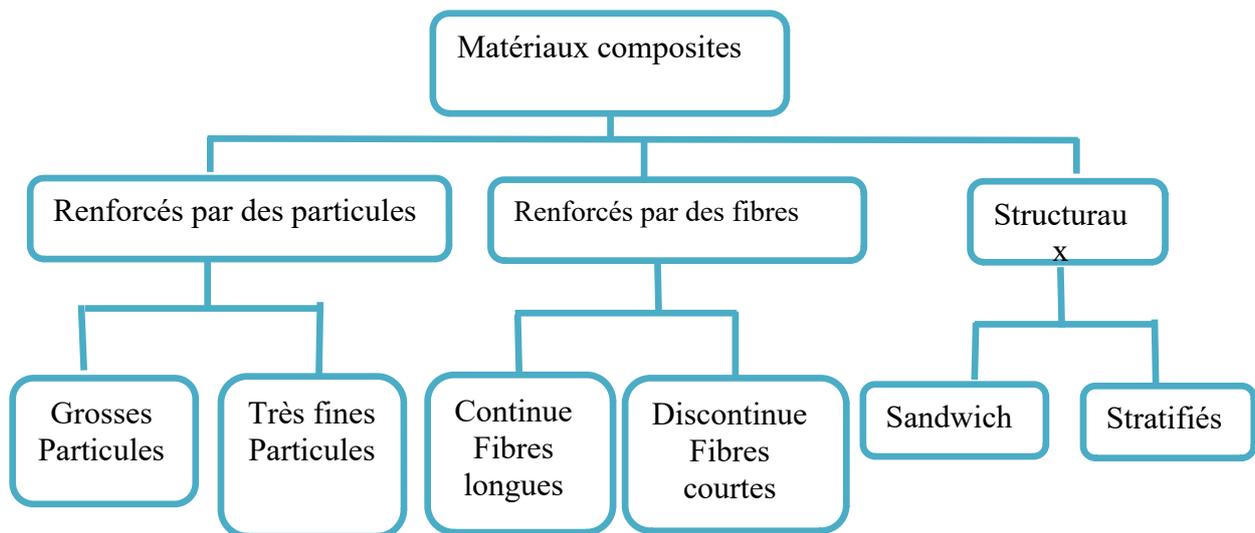


Figure 18 : Les différents types de matrice selon la forme des constituants [9].

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 et l'orientation des fibres permettent de moduler les propriétés mécaniques des matériaux composites, offrant ainsi la possibilité d'obtenir des matériaux allant de fortement anisotropes à isotropes dans un plan donné [2].

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 les paramètres suivants :

- La nature des constituants,
- La proportion des constituants,
- L'orientation des fibres, [2, 10].

2) Composites à particules

Un matériau composite est dit composite à particules lorsque le renfort se trouve sous forme de particules (figure 19). Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée [2, 8]. 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. [8]. Dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques. [11].

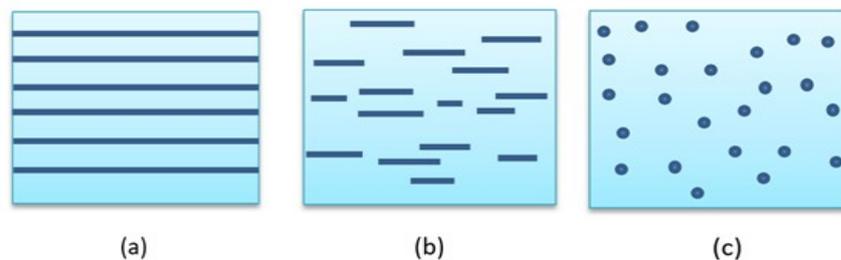


Figure 19 : Classification des composites suivant la forme des constituants ((a) : composite à fibres longues, (b) : composite à fibres courtes, (c) : composite à particules) [12].

II.4.3. Classification des composites selon propriétés mécaniques

Nous distinguons :

— Les composites dits « à diffusion générale GD », leurs propriétés mécaniques assez faible, mais le coût convient à la production de masse.

— Le matériau composite dit "High Performance HP" présente les propriétés mécaniques spécifiques élevées et coût unitaire élevé. Ce sont les plus couramment utilisés aérospatial [2].

II.5. Procédés de fabrication des composites

L'un des moyens les plus appréciés de former des matériaux composites pour les méthodes d'évolution manuelles ou mécanisées.

Parmi les procédés manuels, on distingue :

- La projection simultanée à l'aide d'un pistolet qui dose la proportion fibre/matrice
- Le drapage de préimprégnés (catalyse à haute température, souvent sous vide)
- Le moulage au contact
- Le moulage sous vide
- Infusion

Les procédés mécanisés sont :

Compression des préimprégnés :

- SMC (initiales de « Sheet Molding Compound » en anglais)
- BMC (initiales de « Bulk Molding Compound » en anglais)

Injection :

- Des thermoplastiques renforcés : Moulage par injection
- Des thermodurcissables renforcés :
 - RTM (initiales de « Resin transfer Molding »)
 - R.RIM (Reinforced Reaction Injection Molding) : l'équivalent de la RIM (Reaction Injection Molding) pour les matériaux composites [2, 13].

II.6. Interface matrice-renfort dans les matériaux composites

L'adhésion entre la matrice et le renfort est le point le plus important en termes de caractéristiques des matériaux composites. Le manque d'adhésion entre les deux constituants

constitue une difficulté qui peut limiter l'utilisation des fibres naturelles dans les composites [14]. Ce phénomène est lié au caractère hydrophile et polaire des fibres naturelles, qui est incompatible avec les polymères hydrophobes et apolaires [15]. Afin de remédier à ce problème, de nombreuses recherches ont été menées pour améliorer l'adhésion entre la fibre et la matrice [16,17].

II.7. Méthodes d'amélioration de l'interface fibre / matrice

Pour obtenir des matériaux composites performants, des traitements complémentaires sont nécessaires pour séparer les fibres, nettoyer leurs surfaces, obtenir une liaison fibre/matrice de qualité et, dans certains cas, diminuer le caractère hydrophile (présence de groupements hydroxydes). Dans un matériau composite, l'adhérence fibre/matrice joue un rôle très important sur la transmission des contraintes entre les fibres et la tenue au vieillissement [18].

Ces modifications visent à :

- Créer une liaison solide entre la fibre et la matrice.
- Réduire l'hydrophilie des fibres végétales.

La méthode de modification (traitement) a des effets distincts sur l'adhésion entre la matrice et les fibres [19]. Il existe plusieurs techniques permettant d'assurer la compatibilité entre les fibres cellulosiques et les matrices polymères. Ces diverses techniques peuvent être divisées en deux catégories : les méthodes physiques et les méthodes chimiques [10].

1) Technique de modification par voie physique

Les méthodes physiques modifient la surface des fibres et leurs propriétés structurales sans altérer la composition de la fibre cellulosique. Parmi ces méthodes, les plus couramment utilisées sont la décharge électrique (corona, plasma froid). Elles se sont révélées efficaces pour les substrats de polymères non réactifs tels que le polypropylène, le polyéthylène, le polystyrène, etc. [20]. Ces méthodes sont également appliquées avec succès aux fibres cellulosiques pour réduire la viscosité à l'état fondu des composites cellulose/polyéthylène et améliorer les propriétés mécaniques des composites cellulose/polyéthylène [21].

2) Technique de modification par voie chimique

Le traitement chimique vise à optimiser l'interface entre la fibre cellulosique hydrophile et la matrice polymère hydrophobe. Dans la bibliographie, plusieurs méthodes chimiques variées peuvent être citées, telles que le traitement au silane, le traitement à l'anhydride maléique, le traitement à l'anhydride acétique, le traitement alcalin, etc. [10, 21]. Dans notre étude, nous nous intéressons uniquement au traitement alcalin, également appelé mercerisation ou mercerisage. Ce traitement est le plus couramment utilisé pour le traitement des fibres naturelles destinées à renforcer les polymères [22]. Il vise à éliminer les composants non celluloses tels que l'hémicellulose, la lignine, la pectine, les cires et les huiles naturelles qui se trouvent à la surface de la fibre. L'élimination de ces composants amorphes conduit à une amélioration de la résistance à la traction des fibres [21].

II.8. Avantages et inconvénients des matériaux composites

Les fibres végétales dans les composites polymériques ont quelques avantages et quelques inconvénients le tableau 7.

Tableau 7 : Les avantages et les inconvénients des matériaux composites [23].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> ✓ Leur poids léger. ✓ Leur résistance à la corrosion et à la fatigue. ✓ Leur insensibilité aux produits tels que les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants. ✓ Leur capacité à prendre différentes formes, à intégrer des accessoires et à permettre la réduction du bruit. 	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Les coûts des matières premières et des processus de fabrication. ✓ La gestion des déchets générés et la réglementation de plus en plus stricte. ✓ La faible stabilité dimensionnelle. ✓ L'absorption d'eau

II.9. Domaines d'application des matériaux composites à fibres végétales

Les matériaux composites sont largement utilisés dans l'industrie car ils présentent de bonnes caractéristiques telles que la rigidité, la légèreté et la résistance aux contraintes d'origine mécanique et thermique.

1) Domaine industrie d'automobile

Les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans l'industrie automobile en raison de leurs propriétés légères et résistantes, tels que les panneaux de carrosserie, l'intérieur des voitures (les panneaux de garnissage, les consoles centrales, les portes, etc.) (Figure 20) et les systèmes de freinage. L'utilisation des matériaux composites dans l'automobile permet de réduire le poids des véhicules, d'améliorer l'efficacité énergétique, d'augmenter les performances et de réduire les émissions de CO₂. Cependant, les coûts de production des composites restent souvent plus élevés que ceux des matériaux traditionnels, ce qui limite encore leur utilisation à grande échelle. [24].



Figure 20 : Composants d'automobile en composites de fibres végétales [24].

2) Domaine Spatial.

Les matériaux composites sont utilisés dans l'industrie des satellites, des réservoirs militaires, tuyères, corps de rentrée d'atmosphère, ...etc. Comme indiqué la figure 21[25].



Figure 21 : Présence des matériaux composites dans les lanceurs [25].

3) **Domaine électrique et électronique**

Les matériaux composites sont dotés d'une isolation électrique de haute qualité, d'une absence d'étincelles et de bonnes propriétés antimagnétiques. Ils sont utilisés dans la construction de colonnes de distribution, de tuyaux isolants, de bagues de retenue électrique, de lampadaires, de poteaux de télégraphe et d'outils de travail sous tension. [25].

4) **L'industrie chimique**

Les composites sont largement utilisés dans l'industrie chimique, notamment pour la fabrication d'équipements anticorrosion. Les composites à base de FRP (Fibre de Verre Renforcée de Plastique) se distinguent par leur grande résistance aux produits chimiques corrosifs. Ils comprennent principalement des épurateurs, des tuyaux, des réservoirs de stockage, des cheminées, des ventilateurs d'extraction, des tours, des pompes, des réacteurs, etc., destinés à une utilisation dans des environnements acides et alcalins [26].

5) **Domaine médical et pharmaceutique**

Le domaine médical et pharmaceutique est un autre créneau important pour les applications des matériaux composites. On y trouve notamment des implants chirurgicaux utilisés en chirurgie vasculaire et orthopédique (Figure 22). En ingénierie tissulaire, les biopolymères sont largement utilisés comme structures poreuses en raison de leur résistance élevée et de leur vitesse de dégradation réglable. Les matériaux composites sont également utilisés comme fils résorbables ou comme matrices implantables pour la libération contrôlée de médicaments dans le corps humain. Ils sont également utilisés dans certains dispositifs thérapeutiques, tels que les prothèses temporaires [27].



Figure 22 : Application des matériaux composites dans le domaine médical [27].

6) Autres applications

La grande variété de matériaux à base de fibres végétales offre de nombreuses applications dans différents domaines, tels que les emballages (contenants, boîtes, etc.), les flacons, les installations, le mobilier, les équipements publics et les espaces réservés à des besoins spécifiques [28].

II.10. Quelques études sur les matériaux composites

De nombreux chercheurs ont observé que la préparation de tels matériaux composites renforcés avec des fibres naturelles peut améliorer l'efficacité mécanique de ces composites [29].

Laib et al. [30] ont fabriqué un matériau composite en utilisant une matrice de polyester insaturé et des fibres de Luffa qui ont été soumises à différents traitements chimiques (NaOH, permanganate, dichromate, silane et eau de Javel) afin d'améliorer l'adhésion interfaciale entre les fibres et la matrice. Selon les résultats, une amélioration maximale de la résistance à la flexion d'environ 23,8 % a été observée pour les composites traités avec de l'eau de Javel.

Mishra et al. [31] ont soumis la fibre de sisal à différents traitements à base de soude caustique à des concentrations de 5 % et 10 %. Leurs résultats ont démontré que la résistance à la traction du composite traité avec 5 % de NaOH était supérieure à celle des composites traités avec 10 % de NaOH. Ajouguim et al. [32] ont traité la fibre Alfa avec 6 % d'hydroxyde de sodium à différents moments (1, 2, 4, 6 et 24 heures). Ils ont constaté que le traitement alcalin pendant 6 heures et le traitement hydrothermique pendant 1 heure étaient plus

favorables en raison de l'élimination de la matière organique, ce qui a augmenté la rugosité et l'indice de cristallinité.

Boukhoulda et al. [33] ont effectué un traitement des fibres d'alfa avec de l'hydroxyde de sodium à différentes concentrations (9 %, 10 %, 11 % et 12 %). Les résultats ont démontré que le composite renforcé avec des fibres traitées avec une concentration de 9 % de NaOH présentait la plus grande résistance à la traction. Benyahia et al. [34] ont examiné l'impact du traitement alcalin sur les composites à base de polyester insaturé renforcés par des fibres. Ils ont traité les fibres d'alfa avec différentes concentrations de NaOH (1 %, 3 %, 5 % et 7 %) pendant 24 heures afin d'améliorer les propriétés mécaniques, notamment la résistance à la flexion, du composite étudié. Selon les résultats, une amélioration significative de la résistance à la flexion a été observée, en particulier pour les composites renforcés par des fibres d'alfa traitées avec 7 % de NaOH.

D. Bachtiar et al. [35] ont étudié l'effet du traitement alcalin des fibres de palmier sur les propriétés de flexion (résistance à la flexion et module de flexion) et la résistance aux chocs des composites à base de polystyrène. À une concentration de 6 % de NaOH, ils ont constaté que les composites fabriqués à partir de fibres traitées présentaient de meilleures propriétés de flexion et une meilleure résistance aux chocs par rapport aux composites fabriqués à partir de fibres non traitées.

Référence

- [1] D. Ducret, Elasticité anisotrope et endommagement des matériaux composites : caractérisation ultrasonore et modélisation micromécanique, Lyon, INSA, 2000.
- [2] D. BENMEDOUR, Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de fibre végétale : Application à la plante d'Alfa, 2012.
- [3] N. Makhloufi, Simulation numérique de la fissuration des composites par fatigue, Batna, 2012.
- [4] N. Ghebrid, Etude des problèmes de conduction thermique dans un matériau composite à matrice polymère pigmenté de dioxyde de Tit, 2018.
- [5] B. Goytino, J.-P. Gay, Importance respective des périodes de formation, de remplissage et de maturation du grain dans la composition du rendement, Physiologie et Production Du Maïs, eds INRA, Paris, France, (1991) 207-214.
- [6] S. Bensaid, Contribution à la caractérisation et à la modélisation électromagnétique et thermique des matériaux composites anisotropes, Université de Nantes, 2006.
- [7] K. NEDRI, Analyse de la vibration libre des plaques composites sur fondation élastique, 2015.
- [8] F. Neghar, Etude des propriétés thermiques d'un matériau composite à matrice polymère, University of Jijel, 2020.

- [9] D. Sedan, Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment : influence sur les propriétés mécaniques du composite, Limoges, 2007.
- [10] V.V.D.T. Do Thi, Matériaux composites à fibres naturelles/polymère biodégradables ou non, Université de Grenoble ; Université des Sciences Naturelles d'Ho Chi Minh Ville, 2011.
- [11] H. Nechad « Evaluation de l'endommagement et de la rupture de matériaux hétérogènes par ultrasons et émission acoustique : Estimation de la durée de vie restante », Thèse doctorat, Laboratoire GEMPPM à l'INSA de Lyon, (2004).
- [12] E.H.B. Ly, Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose, Grenoble INPG, 2008.
- [13] M. Carma, Glossaire des matériaux composites, National Press, USA, pp6-8, 2006.
- [14] Yoann. L, (2012), Nanostructuration de résines polyester insaturé par des copolymères à blocs : application aux composites SMC et BMC, Thèse de doctorat, École doctorale Matériaux de Lyon, France.
- [15] M. Rokbi, H. Osmani, A. Imad, N. Benseddiq, Effect of chemical treatment on flexure properties of natural fiber-reinforced polyester composite, procedia Engineering, 10 (2011) 2092-2097.
- [16] F.M.L. REKBI, Contribution à l'analyse de l'endommagement des matériaux composites, Université Mohamed Khider-Biskra, 2016.
- [17] C. Meirhaeghe, H. Bewa, Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usages matériaux en France, Étude FRD subventionnée par l'ADEME, 16 (2011) 65.
- [18] A. Elouaer, Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales, Reims, 2011.
- [19] A. Bledzki, J. Gassan, Composites reinforced with cellulose based fibres, Progress in polymer science, 24 (1999) 221-274.
- [20] R. Malkapuram, V. Kumar, Y.S. Negi, Recent development in natural fiber reinforced polypropylene composites, Journal of reinforced plastics and composites, 28 (2009) 1169-1189.

- [21] E. FIBER, L'effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matières plastiques, *Rev. Roum. Chim*, 52 (2007) 409-414.
- [22] Y. Lamia, Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss), Mémoire de Magister, Université FERHAT ABBAS-SETIFUFAS (ALGERIE), (2011).
- [23] P. Thori, P. Sharma, M. Bhargava, An approach of composite materials in industrial machinery: advantages, disadvantages and applications, *International Journal of Research in Engineering and Technology*, 2 (2013) 350-355.
- [24] L. Mohammed, M.N. Ansari, G. Pua, M. Jawaaid, M.S. Islam, A review on natural fiber reinforced polymer composite and its applications, *International journal of polymer science*, 2015 (2015).
- [25] A. Fadel, Influence des diverses modifications du Genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique, 2018.
- [26] L. Merad, Etude par Spectroscopie Raman et modélisation d'une résine composite RTM, Université Paul Verlaine-Metz, 2010.
- [27] G. Gupta, A. Kumar, R. Tyagi, S. Kumar, Application and future of composite materials: A review, *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, 5 (2016) 6907-6911.
- [28] K. Joseph, R.D. Tolêdo Filho, B. James, S. Thomas, L.H.d. Carvalho, A review on sisal fiber reinforced polymer composites, *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, 3 (1999) 367-379.
- [29] R. Imen, S. Wadhah, B.Y. Rached, Identification de la loi de comportement des matériaux composites à fibres organiques (*Stipa Tenacissima L.*).
- [30] N. Laib, A. Benyahia, A. Redjem, N. Deghfel, Effect of chemical treatment with oxidants on the mechanical properties of Luffa sponges/unsaturated polyester composites, (2020).
- [31] S. Mishra, A.K. Mohanty, L.T. Drzal, M. Misra, G. Hinrichsen, A review on pineapple leaf fibers, sisal fibers and their biocomposites, *Macromolecular Materials and Engineering*, 289 (2004) 955-974.

[32] S. Ajouguim, K. Abdelouahdi, M. Waqif, M. Stefanidou, L. Saâdi, Modifications of Alfa fibers by alkali and hydrothermal treatment, *Cellulose*, 26 (2019) 1503-1516.

[33] A. Boukhoulda, F. Boukhoulda, H. Makich, M. Nouari, B. Haddag, Elaboration and mechanical properties analysis of a composite based on polyester resin reinforced with natural Alfa fibres, *Journal of Composite Materials*, 53 (2019) 3993-4001.

[34] A. Benyahia, A. Merrouche, Effect of chemical surface modifications on the properties of alfa fiber-polyester composites, *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 53 (2014) 403-410.

[35] Bisanda E.T.N., Ansell M.P. The Effect of Silane Treatment on the Mechanical and Physical Properties of Sisal-Epoxy Composites. *Composites Science and Technology*. Vol. 41, 1991, 165-178.

Partie 2 :

Partie Expérimentale

Chapitre III : Méthodes et matériels

III.1. Introduction

Ce chapitre présente les différentes étapes expérimentales utilisées pour préparer les matériaux composites. Commencant par l'extraction des fibres Alfa, suivie de la préparation d'échantillons de matériaux composites. Parmi les méthodes de caractérisations utilisés dans ce chapitre : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), diffraction des rayons X (DRX), Analyse Thermogravimétrique (ATG), Microscopie à balayage électronique (MEB) et les tests mécaniques tels que test de traction et test de flexion à trois points.

III.2. Matériaux utilisés

III.2.1. Hydroxyde de sodium

La soude caustique est un produit fourni par SIGMA-ALDRICH comme illustré la figure 23.

- Formule chimique : NaOH
- Masse molaire : $M = 40 \text{ g/mol}$
- Densité (à 20°C) : $2,1 \text{ g/cm}^3$.
- Etat et couleur : solide de formes variables, blanc.

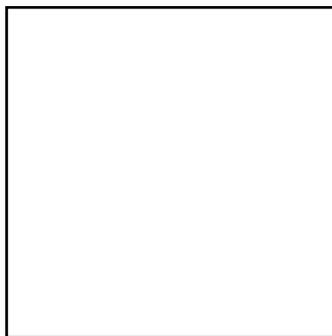


Figure 23 : Flacon d'hydroxyde de sodium.

III.2.2. Ethanol

L'éthanol est utilisé dans la préparation de phénolphaléine.

- Formule chimique : $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$
- Masse molaire : $46,07 \text{ g/mol}$
- Densité (à 20°C) : $0,805 \text{ à } 0,811$

III.2.3. L'acide acétique

L'acide acétique est utilisé pour éliminer les traces de soude.

- Formule chimique : $C_2H_4O_2$
- Masse molaire : $M = 60.04 \text{ g/mol}$
- Etat et couleur : liquide incolore
- Densité (à 20°C) : 1.0480 à 1.051

III.2.4. Phénolphtaléine

Cette solution est préparée en dissolvant 0,1 g de phénolphtaléine dans 80 ml d'alcool, puis elle est diluée dans 100 ml d'eau. Elle est utilisée comme indicateur pour vérifier la nature de l'eau de rinçage (acide/basique).

- Formule : $C_{20}H_{14}O_4$
- Nom IUPAC : 3,3-bis (4-hydroxy phényl) -2-benzofuran-1(3H) -one
- Masse molaire : 362,28 g/mol
- Densité : 1,300 g/cm³
- Etat et couleur : cristaux blancs
- Point de fusion : 258 à 263 °C

III.2.5. Fibres d'Alfa

1) Préparation des fibres d'Alfa

La récolte de la plante Alfa a été effectuée en novembre 2019. La plante se présente sous la forme d'une touffe constituée de feuilles plates et cylindriques, atteignant une hauteur maximale d'environ 70 cm (Figure 24). L'enlèvement des feuilles se fait exclusivement à la main par arrachage. Les feuilles d'Alfa utilisées dans cette thèse ont été récoltées dans la région de Hodna, située à M'sila en Algérie.



Figure 24 : Plante Alfa utilisées dans ce travail.

Après la récolte, les feuilles d'Alfa sont sélectionnées pour ne garder que les feuilles vertes intactes (vivantes) et sans cassure (endommagement). Elles sont généralement couvertes d'impuretés comme la poussière et la terre, surtout sur leurs parties inférieures. Ensuite, les deux extrémités des feuilles restantes sont découpées pour ne garder que la partie médiane (Figure 25 (a)). Les fibres seront extraites de cette partie médiane parce qu'elle présente une faible variation de diamètre. Les fibres ont été préalablement rincées à l'eau du robinet afin d'éliminer les impuretés et la poussière. Ensuite, elles ont été séchées naturellement à l'air libre pendant une période de 3 jours à température ambiante. (Figure 25 (b)).

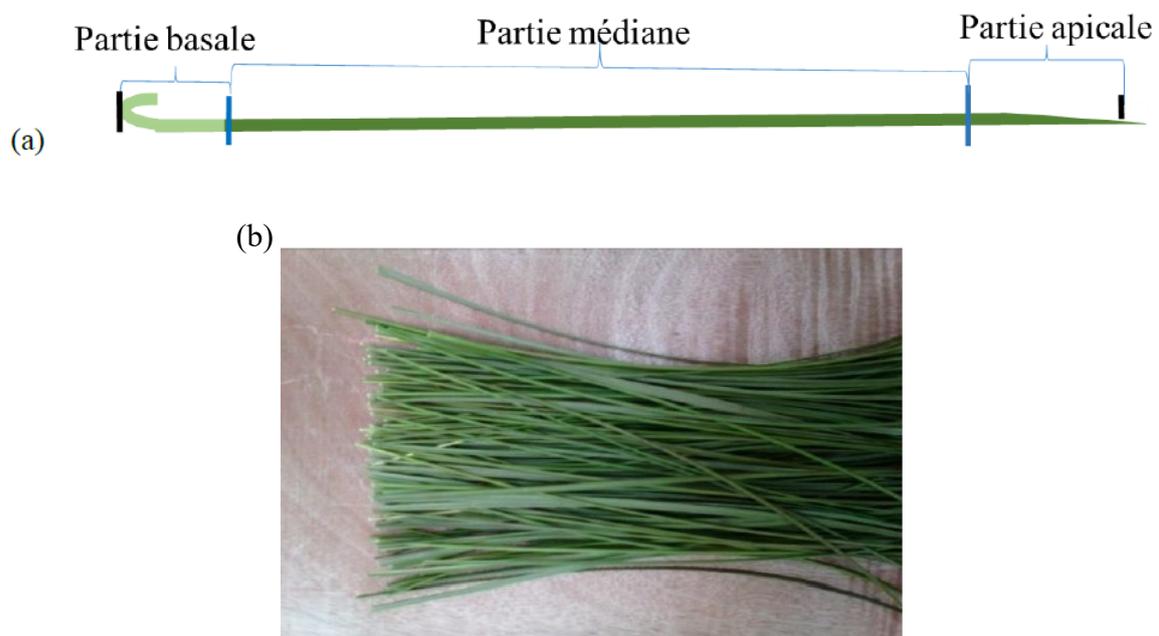


Figure 25 : Préparation de la fibre Alfa (a) Principales parties de la feuille d'Alfa, (b) les feuilles d'Alfa après nettoyage.

2) Traitement alcalin des fibres d'Alfa

Les fibres Alfa immergées dans une solution d'hydroxyde de sodium à différentes concentrations (1, 2, 3, 4, 5 %) (m/v) pendant (1, 3, 5, 24 h), le rapport (fibres/solution) utilisé était de 2 :3 (m/v). Après le traitement, les fibres ont été rincées avec de l'eau acidifiée (contenant de l'acide acétique 2 %) durant 3 min. Ensuite le rinçage avec de l'eau du robinet sont répété plusieurs fois afin d'éliminer les traces de soude qui se présentent en excès. Enfin les fibres séchées pendant 5 jours à température ambiante et mises dans une étuve à 100 °C pendant 6 heures. La taille de fibres utilisées dans cette préparation est de 1 cm comme indiqué la figure 26.

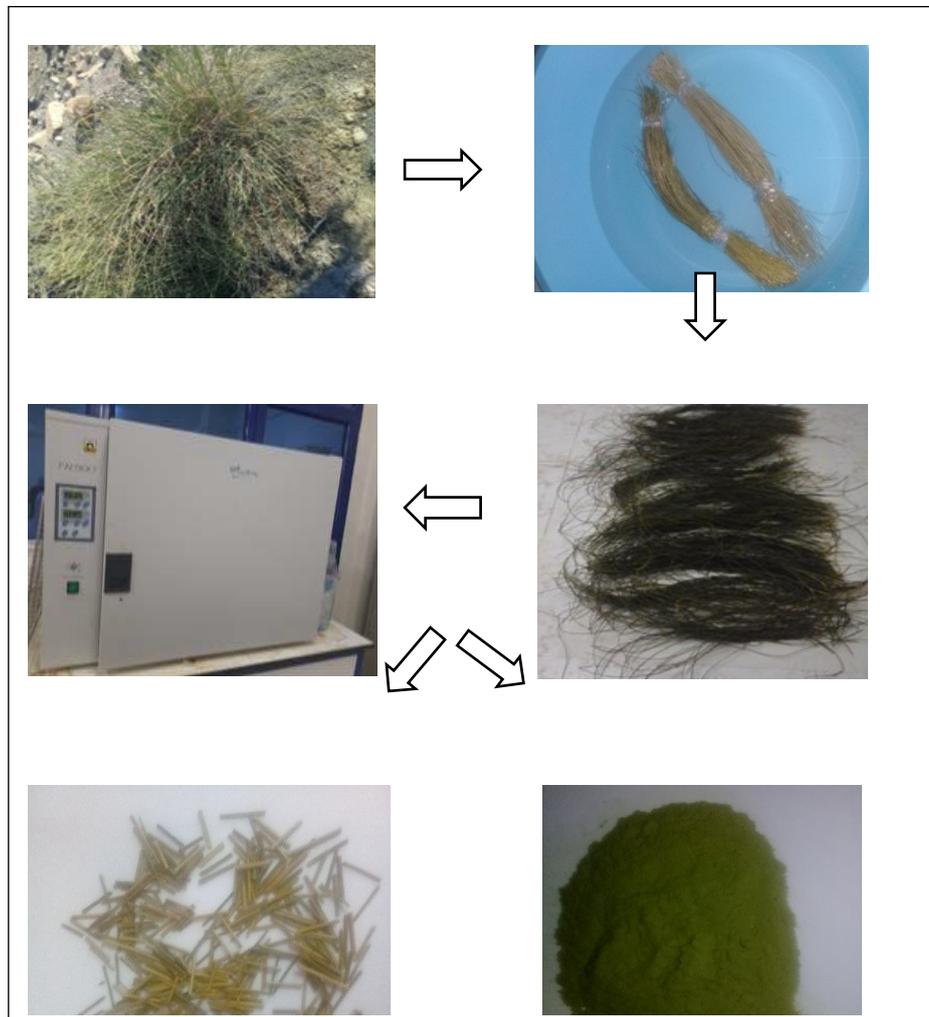


Figure 26 : Les étapes de préparation et de traitement des fibres Alfa.

III.2.6. Polyester insaturé

Le polymère utilisé dans notre étude, est le polyester ortho phtalique insaturé stratification (UP), sous forme liquide visqueux et de couleur bleue opaque (figure 27), accélérée et de moyenne réactivité, nommée « LORNESTER H511 TA ». Ce produit est délivré par la société « LORN », une société algérienne de produits chimiques. Le polyester a été durci en utilisant 2% de peroxyde de méthyle-éthyle-cétone. D'après la fiche technique fournie, les caractéristiques du polyester insaturé sont résumées dans le tableau 1.

Durcisseur (catalyseurs) : Le catalyseur initie la réticulation des chaînes de polyesters insaturés et des monomères réactifs en les faisant passer de l'état liquide à l'état solide, ce

sont des peroxydes organiques. Le plus utilisé est le Peroxyde de méthyl éthyle cétone « PMEC ».

Il est employé pour le travail au contact, sa formule est la suivante :

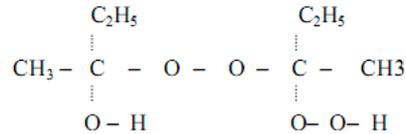


Figure 27 : Résine polyester ortho phtalique et le durcisseur.

Tableau 8 : Quelques propriétés du polyester insaturé

Polyester insaturé	caractéristiques
Viscosité 25°C	1000-1800Cps
Teneur en styrène	39-41 %
Indice d'acide	max 30 KOH/g
Densité	1.09-1.11 Kg/dm ³
Gel time à 25°C	20-40 minutes
Temps de durcissement	50-70 minutes
Pic exothermique	100-120 minutes
Résistance en traction	40-60 MPa
Résistance en flexion	80-100 MPa
Couleur	bleue opaque
Catégorie	résine ortho phtalique
Formule chimique	$[-\text{CO}-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COO}-]_n$

III.2.7. Elaboration des composites

Les propriétés mécaniques sont très importantes pour les matériaux composites afin d'évaluer l'amélioration de l'adhérence de l'interface entre la matrice et les fibres traitées et non traitées. Les éprouvettes préparées dans cette étude sont soumises à deux types d'essais : des essais de traction et des essais de flexion, ce qui explique la présence de deux types d'éprouvettes.

1) Préparation des éprouvettes de test de flexion à trois points

Nous avons utilisé un moule rectangulaire en bois de dimensions (120 x 15 x 4) mm³ pour créer cinq éprouvettes. Afin de faciliter l'étape de démoulage, nous avons appliqué une couche de cire. Le taux de fibres dans le composite a été fixé à 30% (v/v). La résine de polyester insaturée est préparée en prenant 100 ml et en ajoutant 2 % du matériau durci, puis en mélangeant pendant 10 minutes. Ensuite, nous versons très soigneusement la résine régulièrement sur toutes les fibres. Ensuite, nous plaçons un papier non collant et le comprimons légèrement à l'aide d'un cylindre de bois rotatif pour éliminer les bulles d'air. Nous laissons le composé se solidifier à température normale pendant environ 12 heures. Les éprouvettes ont été préparées pour le matériau composite afin de réaliser des tests de flexion conformément à la norme [ASTM D790] comme indiqué la figure 28.



Figure 28 : Eprouvettes de flexion

2) Préparation des éprouvettes de test de traction

Nous avons utilisé un moule en bois de forme rectangulaire (16 éprouvettes) dont les dimensions sont de (200 x 20 x 4) mm³. Nous avons appliqué une couche de cire pour faciliter l'étape de démoulage. Le taux de fibres dans le composite a été fixé à 30% (v/v). Dans ce travail, nous avons choisi la technique de moulage par contact à température ambiante. Pour préparer la résine de polyester insaturée, nous commençons par prendre 100 ml et y ajoutons 2 % du matériau durcissant, que nous mélangeons pendant 10 minutes. Ensuite, nous procédons à un versement minutieux et régulier de la résine sur l'ensemble des fibres. Nous plaçons ensuite délicatement un papier non collant et appliquons une légère pression à l'aide

d'un cylindre de bois rotatif afin d'éliminer les bulles d'air. Enfin, nous laissons le mélange se solidifier à température ambiante pendant environ 12 heures. Les éprouvettes ont été préparées pour les tests de traction, conformément à la norme [ASTMD638/ISO527.2-1A] comme illustré la figure 29.



Figure 29 : Moule utilisée en essai de traction et les éprouvettes de traction.

Tableau 9 : Codage des différents échantillons composites étudiés.

Code des composites	Formulation
UTAF/UP	Fibres d'alfa non traitées/polyester insaturés
ATAF11 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 1 % pendant 1 h
ATAF13 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 1 % pendant 3h
ATAF15 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 1 % pendant 5h
ATAF124 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 1 % pendant 24h
ATAF21 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 2 % pendant 1 h
ATAF23 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 2 % pendant 3h
ATAF25 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 2 % pendant 5h
ATAF224 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 2 % pendant 24h
ATAF31 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 3 % pendant 1 h
ATAF33 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 3 % pendant 3h
ATAF35 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 3 % pendant 5h
ATAF324 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 3 % pendant 24h
ATAF41 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 4 % pendant 1 h
ATAF43 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 4 % pendant 3h
ATAF45 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 4 % pendant 5h
ATAF424 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 4 % pendant 24h
ATAF51 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 5 % pendant 1 h
ATAF53 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 5 % pendant 3h

ATAF55 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 5 % pendant 5h
ATAF524 /UP	Fibre Alfa traitée alcalin/polyester 5 % pendant 24h

III.3. Méthodes des caractérisations

III.3.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

a) Principe

La spectrométrie infrarouge permet de connaître la nature chimique d'un produit par l'identification de certaines bandes d'absorption présentes sur un spectre. Chaque bande d'absorption correspond à un mode de vibration d'une liaison chimique entre deux atomes. Elle permet d'obtenir des informations sur la structure moléculaire d'un composé donné en détectant la présence de groupements fonctionnels dans ce composé.

b) Mode opératoire

Les échantillons à analyser sont préparés sous forme de pastilles. Il s'agit d'un mélange contenant une petite quantité (~5% en masse) de fibres Alpha préalablement broyées (traitées ou non traitées) avec 95% en masse de bromure de potassium (KBr). La plage de balayage s'étend de 400 à 4000 cm^{-1} avec une résolution de 2 cm^{-1} . Les mesures de spectroscopie infrarouge des différents échantillons ont été enregistrées à l'aide d'un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) du modèle IR Affinity-1S SHIMADZU, fabriqué au Japon, qui est installé au laboratoire de chimie de l'université de Sétif comme indiqué la figure 30.



Figure 30 : Spectrophotomètre infrarouge à transforme de fourrier.

III.3.2. Diffraction des Rayons X (DRX)

a) **Principe**

Technique de base de la caractérisation des matériaux, la diffraction des rayons X permet la détermination des phases micro et polycristallines des matériaux. Cette méthode n'est applicable qu'aux matériaux composés d'un nombre relativement important de cristaux aux orientations non préférentielles (céramiques, roches, monocristaux et chaînes de polymères). Lorsqu'un faisceau de photons X interagit avec un échantillon cristallin, une partie du rayonnement est diffractée (de longueur d'onde du rayonnement incident λ) selon des angles définis θ , dont les valeurs sont directement reliées aux distances d entre les plans réticulaires par la loi de Bragg.

$$\sin \theta = \frac{k\lambda}{2d} \quad (7)$$

Où k est l'ordre de diffraction (nombre entier)

b) **Mode opératoire**

Les valeurs de l'indice de cristallinité (CrI) des fibres Alfa traitées et non traitées ont été mesurées à l'aide d'un diffractomètre (D8 Bruker-AXS, fabriqué en Allemagne) (figure 31) avec un rayonnement de cuivre (Cu $K\alpha$, $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$). Le diffractomètre fonctionnait à 40 kW et 20 mA, avec une vitesse de balayage de $5^\circ/\text{min}$ dans une plage de 2θ de 5° à 70° . L'indice de cristallinité (CrI) des échantillons a été calculé en utilisant l'équation (1), basée sur les intensités de diffraction données par Segal et al. [18].

$$\text{CrI} = \frac{I_{002} - I_{\text{am}}}{I_{002}} \quad (8)$$

Où :

CrI : indice de cristallinité

$I_{(002)}$: Intensité de la phase cristalline du plan (002) à $2\theta = 22^\circ$

I_{am} : Intensité de la phase amorphe à $2\theta = 17^\circ$.



Figure31 : Diffractomètre D8 Bruker-AXS.

III.3.3. Caractérisation thermique par Analyse Thermogravimétrique (ATG)

a) Principe

L'analyse thermogravimétrique est une technique d'analyse thermique qui permet de mesurer la quantité et la vitesse de variation de masse d'un échantillon en fonction de la température et du temps. Elle permet d'évaluer toute perte de masse ou les variations de phase lorsque le matériau se décompose, se déshydrate ou s'oxyde. Dans notre cas, l'ATG a été utilisée pour évaluer la teneur en eau des substrats celluloses (fibres et constituants) ainsi que pour déterminer le domaine de dégradation de ces derniers.

b) Mode opératoire

Les propriétés thermiques ont été étudiées par analyse thermogravimétrique (ATG) afin de suivre l'évolution de la stabilité thermique des fibres. Pour cela, l'appareil dispose d'une balance de grande précision. L'échantillon de quelques mg est placé dans un creuset sur la canne de mesure. La canne est ensuite positionnée dans un four où circule un gaz de balayage (azote, argon, air, oxygène, etc.). Les mesures ont été effectuées depuis une température de 20 °C jusqu'à 800 °C, avec une vitesse de chauffage de 10 °C/min, dans une atmosphère d'azote, en utilisant un appareil [SDT Q600 TA, fabriqué aux États-Unis], comme illustré dans la figure 32.



Figure 32 : Appareil ATG.

III.3.4. Microscopie électronique à balayage

a) Principe

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions électrons-matière. Elle est capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon. Le principe du MEB consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser, ce qui provoque l'émission de certaines particules en réponse. Ces particules sont ensuite analysées par différents détecteurs, ce qui permet de reconstruire une image virtuelle en trois dimensions de la surface de l'objet observé par MEB.

b) Mode opératoire

Le test au microscope électronique à balayage (MEB) est effectué pour vérifier l'adhésion entre les fibres Alfa et la matrice après la rupture des éprouvettes ainsi que la surface de la fibre traitées et non traitées. Une métallisation à l'or est ensuite réalisée pour rendre le matériau conducteur, facilitant ainsi l'écoulement des charges électriques résultant de l'action du faisceau électronique sur l'échantillon. La microscopie électronique à balayage utilisée dans ce test est de type [JOEL JSM 7001F, fabriqué au Japon] (Figure 33). Les images MEB ont été obtenues par le procédé d'imagerie électronique secondaire avec une tension d'accélération du faisceau de 15 kV.



Figure 33 : Microscope électronique à balayage (MEB/EDX).

III.3.5. Les tests mécaniques

Les composites à base de polyester renforcés de fibres d'alfa ont été soumis à des essais mécaniques de traction et de flexion à trois points pour leur caractérisation.

1) Test de flexion à trois points

a) Principe

Le principe de la flexion à trois points consiste à poser l'éprouvette sur deux appuis et lui appliquer une force à vitesse constante perpendiculairement à sa surface.

b) Mode opératoire

Le test de flexion à trois points du composite a été effectué à l'aide d'un appareil de type [ZWICK/Roell Z100], comme indiqué dans la figure 33. La charge initiale appliquée est de 1N, la capacité de charge maximale est de 100 KN, et la vitesse de traverse est de 2 mm/min. Les échantillons ont été préparés pour le test avec des dimensions de 80 mm × 12,7 mm × 3 mm, en respectant un rapport portée/profondeur recommandé de 16 :1 selon la norme ASTM D790. Le calcul de la résistance à la flexion et du module de flexion est effectué à l'aide des équations (9) et (10).

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (9)$$

$$E_f = \frac{PL^3}{4bd^3w} \quad (10)$$

Où : L est la longueur de l'échantillon (mm),

P est la charge appliquée sur l'éprouvette (N),

b et d sont respectivement la largeur et l'épaisseur de l'échantillon (mm), W est la déviation.

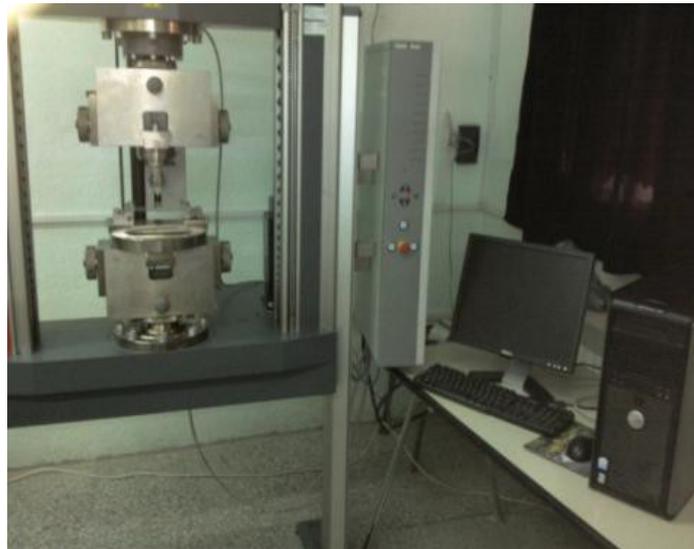


Figure 34 : Machine de traction et flexion Zwick/Roell Z100.

2) Test de traction

a) Principe

L'essai de traction constitue l'essai mécanique le plus classique et le mieux étudié, il consiste à exercer sur une éprouvette, une force croissante ou une déformation constante qui va la déformer progressivement et la rompre.

b) Mode opératoire

Les éprouvettes ont été préparés pour le matériaux composite afin d'effectuer le test de traction, conformément à la norme [ASTMD638/ISO527.2-1A]. La charge initiale appliquée est de 1N et la vitesse de traverse est de 2 mm/min. Les échantillons ont été préparés pour le test avec des dimensions de 200 mm × 12,7 mm × 3 mm. Le calcul de la résistance à la traction et du module de traction est effectué à l'aide des équations (11) et (12).

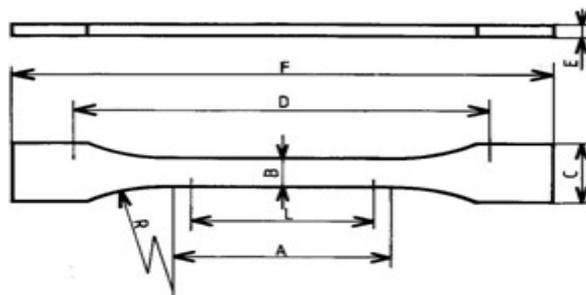


Figure 35 : Forme de l'éprouvette haltère de traction –type ISO (1/2)

Tableau 10 : Dimensions normalisées de l'éprouvette haltère.

<i>L</i>	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>E</i>	<i>F</i>	<i>C</i>	<i>D</i>	<i>R</i>
25 ± 0,5mm	30 ± 0,5mm	5 ± 0,5mm	2 ± 0,4mm	75 mm	10 ± 0,5mm	57,5± 3mm	30mm

Avec D : distance initiale entre les mors,

L : distance entre les repères,

A : partie entre les congés.

La contrainte par traction est mesurée par l'équation (11):

$$\frac{\sigma_t}{b d} = \frac{P}{b d} \quad (11)$$

P est la charge appliquée (N), b et d sont respectivement la largeur et l'épaisseur de l'échantillon (mm).

Le module de Young par traction est mesuré par l'équation (12):

$$E_t = \frac{\sigma_t}{\epsilon} \quad (12)$$

σ_t est la contrainte par traction (MPa), ϵ est la deformation par traction (mm).

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1. Introduction

Ce chapitre aborde la discussion des résultats obtenus à partir des échantillons préparés en utilisant des méthodes de caractérisation, y compris des tests sur les fibres Alfa tels que la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF), la diffraction des rayons X, l'analyse thermogravimétrique (ATG) et la microscopie électronique à balayage. Il comprend également des tests sur les matériaux composites préparés, notamment des tests mécaniques tels que le test de traction et le test de flexion à trois points.

IV.2. Caractérisation de la fibre Alfa

IV.2.1. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

1) Test IRTF des fibres Alfa traitées avec 1% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h)

La figure 36 présente différentes caractéristiques spectrales observées sur les fibres Alfa, qu'elles aient été traitées à une concentration de 1% de soude pendant (1, 3, 5, 24 h) ainsi que des fibres Alfa non traitées. On observe une large bande d'absorption autour de 3321 cm^{-1} , attribuée aux groupements hydroxyles (OH) liés à la cellulose et à l'hémicellulose [1]. Ce pic a été réduit dans les spectres des fibres Alfa traitées (ATAF11, ATAF13, ATAF124), ce qui est attribué à la diminution des groupements hydroxyles (-OH) et à la solubilisation de la lignine. Deux pics présents à 2913 cm^{-1} et 2840 cm^{-1} correspondent aux vibrations des groupes aliphatiques CH et CH_2 , présents respectivement dans la cellulose et l'hémicellulose [2, 3]. On a observé que l'intensité de ces deux pics a été réduite dans les spectres des fibres Alfa traitées (ATAF13, ATAF15, ATAF124) en raison de l'effet du traitement.

Un autre pic à 1735 cm^{-1} est associé aux groupes carbonyle C=O. On remarque également la disparition de ce pic dans les fibres (ATAF13, ATAF15, ATAF124), résultant de l'hydrolyse partielle de l'hémicellulose en milieu alcalin [4]. La bande à 1640 cm^{-1} est attribuée à l'étirement et à la vibration de la liaison H-OH de l'eau [5]. De plus, le pic à 1033 cm^{-1} est associé à la vibration de la liaison C-O des hémicelluloses [2]. L'intensité de ces deux pics est diminuée dans les fibres (ATAF13, ATAF15, ATAF124), ce qui peut être dû à la dissolution partielle de la lignine, des cires et des pectines. De même, un petit pic autour de 1257 cm^{-1} , lié à la vibration du groupe acétylique (C=O) de la lignine, a également diminué.

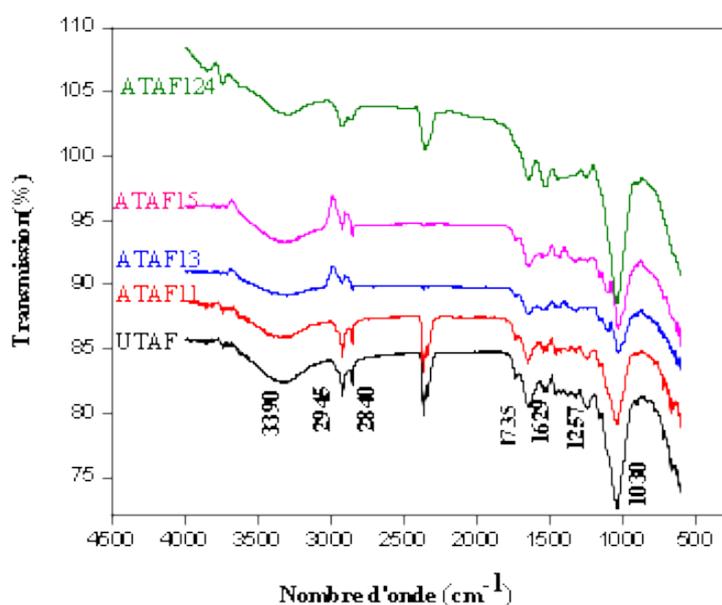


Figure 36 : Spectre FTIR des fibres Alfa non traitées et traitées à 1% pendant (1, 3, 5, 24h).

2) Test IRTF des fibres Alfa traitées avec 2% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h)

La figure 37 présente différentes caractéristiques spectrales observées sur les fibres Alfa traitées à une concentration de 2% de soude pendant (1, 3, 5, 24 heures), ainsi que des fibres Alfa non traitées. On observe une diminution de l'intensité du pic à 3321 cm⁻¹ dans les spectres des fibres Alfa traitées (ATAF25, ATAF224) par rapport aux fibres Alfa non traitées, ce qui est attribué à la diminution des groupements hydroxyles (-OH) [1]. De même, les deux pics à 2913 cm⁻¹ et 2840 cm⁻¹ ont été réduits dans les spectres des fibres Alfa traitées (ATAF23, ATAF25, ATAF224) en raison de l'effet du traitement [2, 3].

On observe un autre pic à 1735 cm⁻¹ qui disparaît dans les fibres Alfa traitées. (ATAF23, ATAF25, ATAF224), résultant de l'hydrolyse partielle de l'hémicellulose en milieu alcalin [4]. Les deux pics à 1640 cm⁻¹ et à 1033 cm⁻¹ sont réduits dans les fibres Alfa traitées (ATAF23, ATAF25) par rapport aux fibres Alfa non traitées, ce qui peut être attribué à la dissolution partielle de la lignine, des cires et des pectines. De même, un petit pic autour de 1257 cm⁻¹ a également diminué dans les fibres Alfa traités (ATAF15, ATAF124) [2, 5].

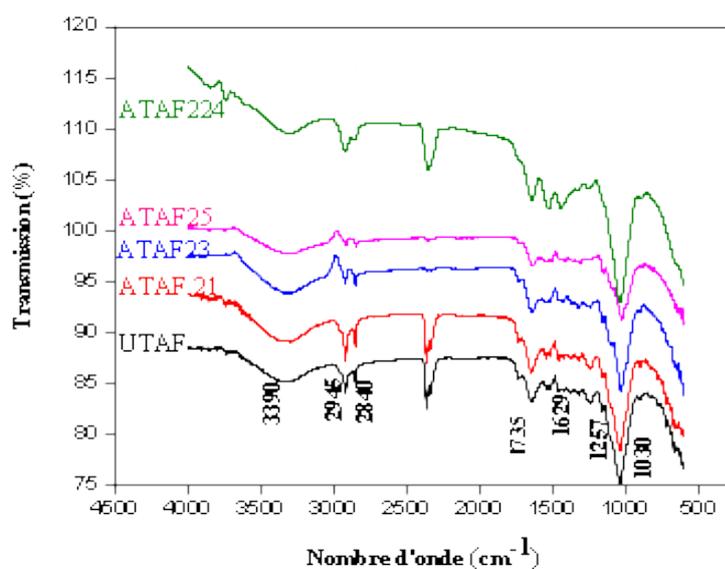


Figure 37 : Spectre FTIR des fibres Alfa non traitées et traitées à 2% pendant (1, 3, 5, 24h).

3) Test IRTF des fibres Alfa traitées avec 3% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h)

La figure 38 présente le spectre IRTF des fibres Alfa traitées avec une concentration de 3 % pendant différentes durées (1, 2, 3, 4 et 5 heures), ainsi que des fibres Alfa non traitées. On observe une diminution de l'intensité du pic à 3321 cm^{-1} dans les spectres des fibres Alfa traitées (ATAF35, ATAF324) par rapport aux fibres Alfa non traitées, ce qui est attribué à la diminution des groupements hydroxyles (-OH) [1]. Les deux pics à 2913 cm^{-1} et 2840 cm^{-1} ont été réduits dans les spectres des fibres Alfa traitées (ATAF31, ATAF35, ATAF324) en raison de l'effet du traitement [2, 3]. De plus, on observe une réduction de l'intensité des deux pics à 1257 cm^{-1} et 1735 cm^{-1} dans les spectres des fibres Alfa traitées (ATAF31, ATAF35 et ATAF324) par rapport aux fibres Alfa non traitées, ce qui correspond à une élimination partielle de la lignine et de l'hémicellulose. De même, les deux pics à 1640 cm^{-1} et 1033 cm^{-1} pour les fibres (ATAF31, ATAF33 et ATAF324) ont été réduits en raison de l'élimination du composant hémicellulose [4, 7].

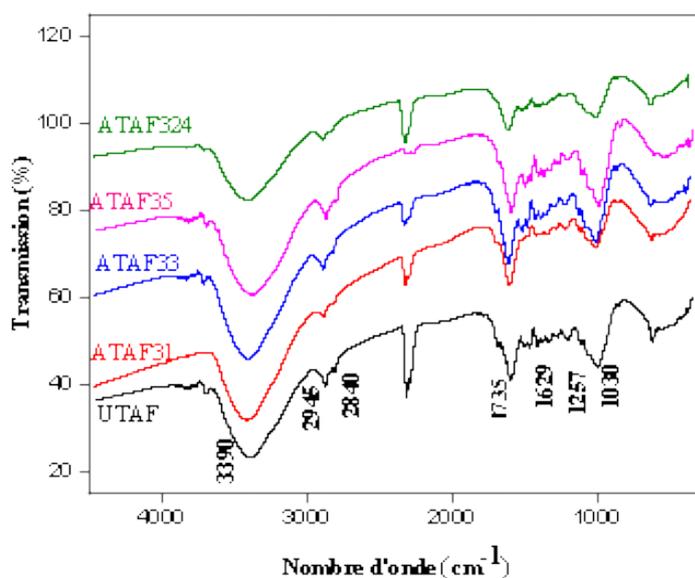


Figure 38 : Spectre FTIR des fibres Alfa non traitées et traitées à 3% pendant (1, 3, 5, 24h).

4) Test IRTF des fibres Alfa traitées avec 4% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h)

La figure 39 présente les différentes caractéristiques spectrales observées sur les fibres Alfa traitées avec une concentration de 2% d'hydroxyde sodium pendant des durées (1, 3, 5 et 24 h), ainsi que des fibres Alfa non traitées. On constate une réduction de l'intensité du pic à 3321 cm^{-1} dans les spectres des fibres Alfa traitées (ATAF4 3, ATAF45, ATAF424) par rapport aux fibres Alfa non traitées, ce qui est attribué à la diminution des groupements hydroxyles (-OH) [1]. De même, les deux pics à 2913 cm^{-1} et 2840 cm^{-1} ont été réduits dans les spectres des fibres Alfa traitées (ATAF41, ATAF43, ATAF45) en raison de l'effet du traitement.

Un autre pic à 1735 cm^{-1} est observé, mais il disparaît dans les fibres Alfa traitées (ATAF43, ATAF45, ATAF424), ce qui est causé par l'hydrolyse partielle de l'hémicellulose en milieu alcalin [4]. Le pic à 1033 cm^{-1} est réduit dans les fibres Alfa traitées (ATAF43, ATAF45) par rapport aux fibres Alfa non traitées, ce qui peut être attribué à la dissolution partielle de la lignine, des cires et des pectines. De plus, un petit pic situé autour de 1257 cm^{-1} a également diminué dans les fibres Alfa traitées (ATAF43, ATAF45, ATAF424) [2, 5].

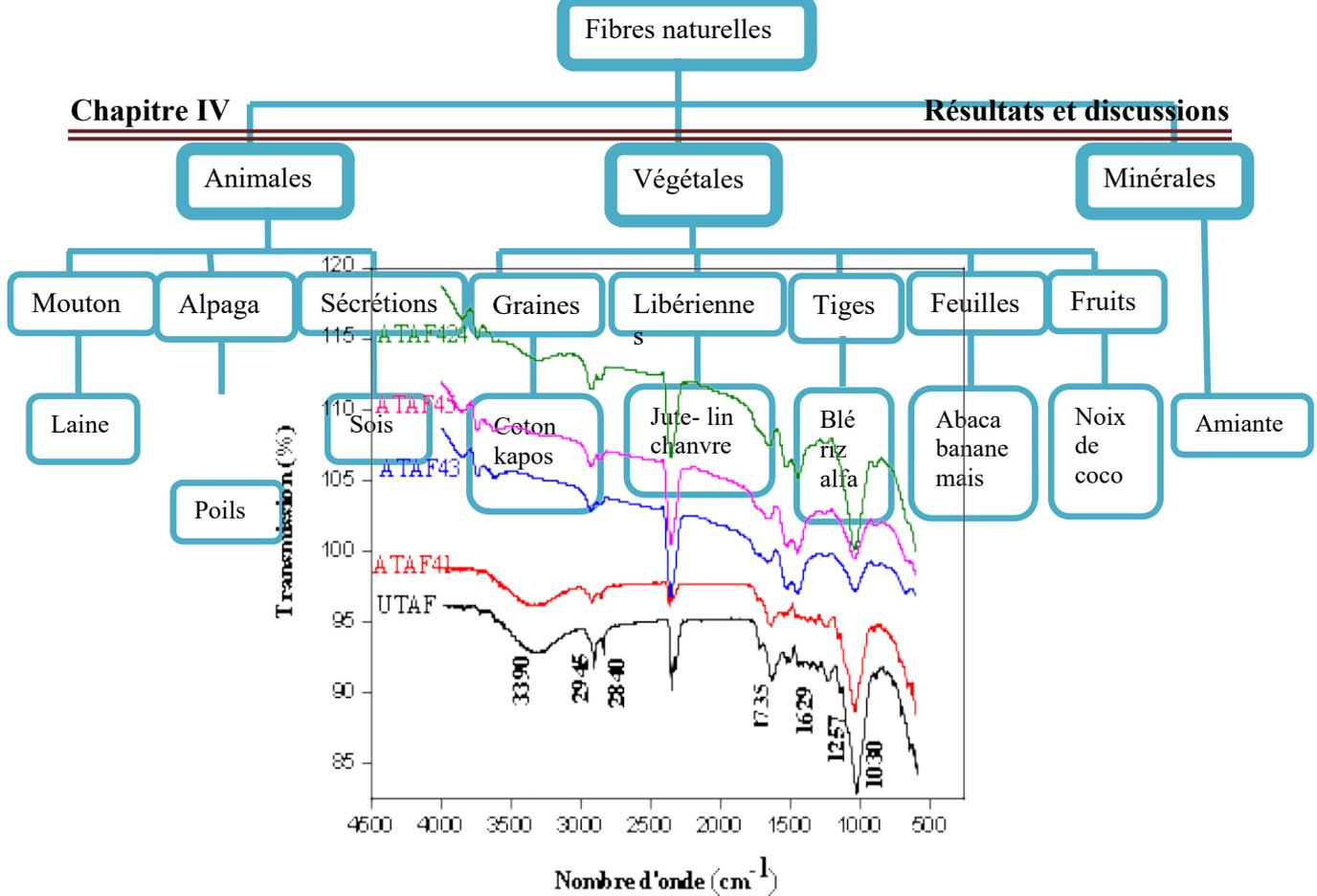


Figure 39 : Spectre FTIR des fibres Alfa non traitées et traitées à 4% pendant (1, 3, 5, 24h).

5) Test IRTF des fibres Alfa traitées avec 5% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h)

La figure 40 présente les caractéristiques spectrales observées sur les fibres Alfa traitées avec une concentration de 5% d'hydroxyde de sodium pendant différentes durées (1, 3, 5 et 24 heures), ainsi que sur les fibres Alfa non traitées. L'intensité des deux pics à 1257 cm^{-1} et 1735 cm^{-1} observés dans les spectres des fibres Alfa traitées (ATAF51, ATAF53, ATAF524) diminue par rapport aux fibres Alfa non traitées, ce qui est dû à l'élimination partielle de la lignine et de l'hémicellulose. De même, les deux pics à 3321 cm^{-1} et 1033 cm^{-1} sont réduits pour les fibres Alfa traitées (ATAF51, ATAF53, ATAF524) en raison de l'élimination des composants d'hémicellulose [6, 7]. En conclusion, on peut dire que la concentration du traitement alcalin et la durée du traitement des fibres Alfa entraînent la dissolution de certains composants des fibres, notamment la lignine et les hémicelluloses [4, 7, 8].

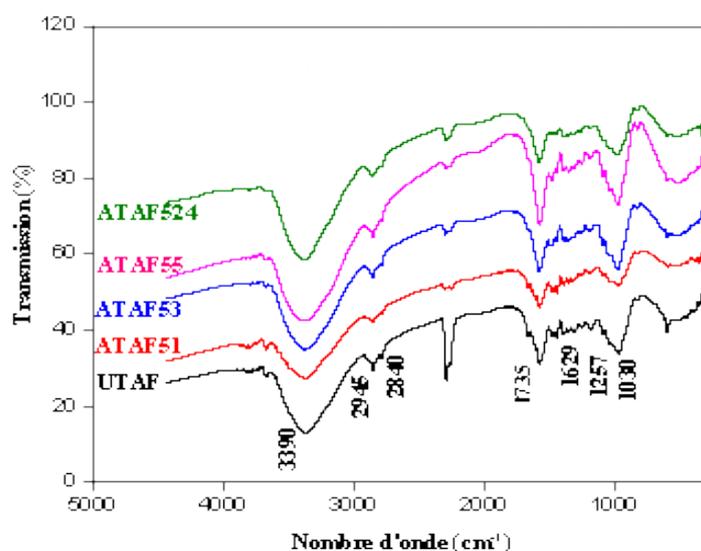


Figure 40 : Spectre FTIR des fibres Alfa non traitées et traitées à 5% pendant (1, 3, 5, 24h).

IV.2.2. Diffraction des Rayons X (DRX)

Les effets de la modification de la structure cristalline des fibres Alfa ont été étudiés en utilisant la technique de diffraction des rayons X (DRX) à différentes durées de traitement (1, 3, 5, 24 heures) et avec différentes concentrations de solution alcaline de NaOH (1, 2, 3, 4 et 5 %).

1) DRX des fibres Alfa traitées avec 1% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h)

La figure 41 montre les diffractogrammes de rayons X de la fibre Alfa traitée par NaOH à 1 % pendant 1, 3, 5 et 24 h. Le tableau 11 indique les valeurs de l'indice de cristallinité calculé selon la méthode Segal [18]. Les valeurs de l'indice de cristallinité des fibres Alfa ont montré une amélioration après le traitement. L'échantillon (ATAF15) a présenté le plus haut indice de cristallinité, soit 34 %, ce qui correspond à une augmentation de 19 % par rapport à la fibre Alfa non traitée. Ces résultats indiquent également que le temps de traitement a un effet positif et augmente l'indice de cristallinité (CrI), atteignant son maximum après 5 heures de traitement à une concentration de 1 %. Cette augmentation pourrait être attribuée à l'élimination des hémicelluloses amorphes des fibres [4, 7, 8] ou éventuellement à un réarrangement des régions cristallines pour conférer aux fibres des propriétés plus cristallines [11, 12]. Cependant, après 5 heures, l'indice de cristallinité diminue probablement en raison des dommages causés par le traitement alcalin aux fibres, ce qui entraîne une diminution de l'indice de cristallinité à long terme [4, 7].

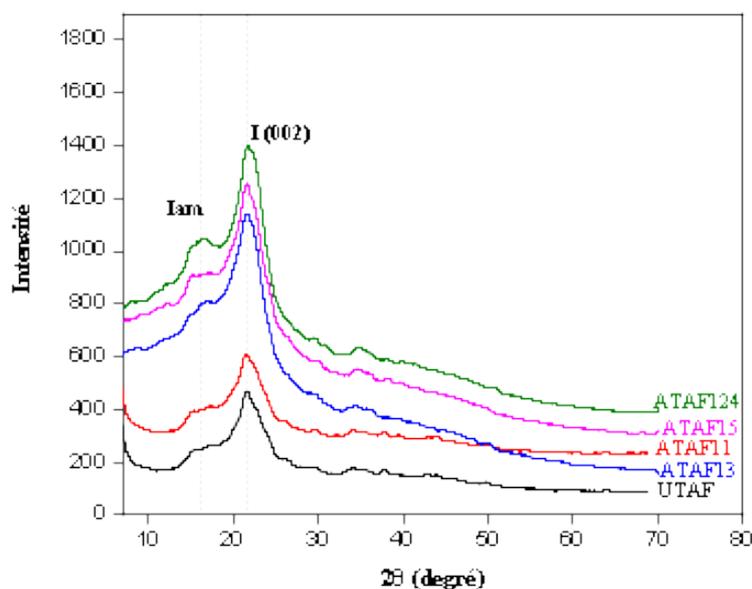


Figure 41 : Diffractogrammes de rayons X de fibres Alfa non traitées et traitées à 1% pendant (1, 3, 5 et 24h).

Tableau 11: Indices cristallin des fibres Alfa non traitées et traitées à 1% pendant (1, 3, 5 et 24h).

Matériel	UTAF	ATAF11	ATAF13	ATAF15	ATAF124
I ₍₀₀₂₎	430	444	1091	1071	1135
I _{am}	312	295	748	707	766
CrI %	27,7	33,5	31,4	34	32,5

IV.2.3. Analyse thermogravimétrique (ATG)

1) ATG des fibres Alfa traitées avec 1% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h)

Une analyse thermogravimétrique a été réalisée afin de comparer les effets des traitements sur la stabilité thermique des fibres Alfa [12]. La figure 46 représente les courbes de stabilité thermique des fibres Alfa traitées à une concentration de 1 % pendant différentes durées (1, 3, 5, 24 heures) et des fibres Alfa non traitées. On observe trois régions de perte de masse. Dans la première zone, entre 25 et 100 °C, les fibres Alfa traitées et non traitées perdent une petite quantité de masse, correspondant à l'évaporation des molécules d'eau. Cette observation a également été rapportée par plusieurs auteurs [13, 14]. La deuxième région se situe entre 200 et 290 °C, où les fibres Alfa non traitées commencent à se décomposer vers 205 °C, tandis que les fibres Alfa traitées commencent à se décomposer autour de 220 °C et

230 °C, respectivement. La dégradation des fibres peut être attribuée à la dégradation des hémicelluloses [8, 15]. La décomposition dans la troisième zone, entre 290 et 400 °C, est associée à la dégradation de la cellulose et de la lignine [13]. Il est important de souligner que les températures sont plus élevées pour les échantillons (ATATF11, ATATF13, ATAF15) comme indiqué le tableau 16. Ces résultats indiquent clairement une amélioration du comportement thermique des fibres Alfa traitées au NaOH à différents de temps.

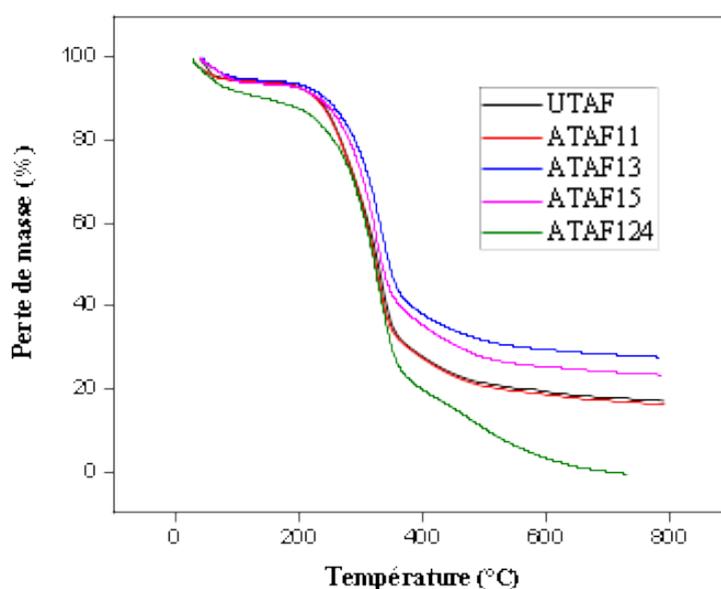


Figure 46 : Courbes thermogravimétriques de fibres Alfa non traitées et traitées à 1% pendant (1, 3, 5 et 24h).

Tableau 16 : Valeurs des paramètres de dégradation thermique de la fibre d'Alfa non traitées et traitées à 1% pendant (1, 3, 5 et 24h).

Matériel	UTAF	ATAF11	ATAF13	ATAF15	ATAF124
T _d (°C)	205	220	225	223	213
T _f (°C)	359	361	366	368	363
Perte de masse à T _{dmax} (%)	60,1	58,2	50,1	51,3	61,1

IV.2.4. Caractérisation morphologique des fibres Alfa par microscopie électronique à balayage (MEB)

1) Test MEB des fibres Alfa traitées à 1% pendant 1 et 24h

D'après la Figure 51(a), on observe que la surface des fibres d'Alfa non traitées est recouverte d'une couche de matière présentant une texture irrégulière non cellulosique qui peut être une couche de lignine, d'hémicellulose et de cire [4, 17]. En revanche, après le traitement des fibres d'Alfa par la soude, on remarque que la surface des fibres traitées devient nette et rugueuse (Figure 51(b), (c)). Le traitement alcalin des fibres entraîne l'élimination des composants non cellulosiques et crée une surface plus rugueuse [17]. Cette rugosité favorise une meilleure adhérence entre la matrice et les fibres, ce qui se traduit par de bonnes propriétés mécaniques. Cependant, il convient de noter que les fibres ont montré une détérioration lorsqu'elles ont été traitées avec une solution de NaOH à une concentration de 1% pendant 5 h.

Les images présentées dans la Figure 51(c) révèlent une détérioration des fibres suite à un traitement prolongé avec une solution de NaOH à une concentration de 1% pendant 24 h. Ces observations confirment que l'augmentation de la durée du traitement affaiblit les fibres, ces résultats concordent avec les conclusions précédentes obtenues par Mouhoubi et al. [4].



Figure 51 : Micrographies de la fibre Alfa : (a) fibre Alfa non traitée, (b) fibre Alfa traitée ATAF 15, (c) fibre Alfa traitée ATAF124.

2) Test MEB des fibres Alfa traitées à 5% pendant 1, 5 et 24h

D'après la Figure 52, on observe que la surface des fibres d'Alfa, après le traitement par la soude à 5%, devient nette et rugueuse par rapport aux fibres d'Alfa non traitées (Figure 52(b), (c)). Le traitement alcalin des fibres entraîne l'élimination des composants non celluloses et crée une surface plus rugueuse [17]. Cette rugosité favorise une meilleure adhérence entre la matrice et les fibres, ce qui se traduit par de bonnes propriétés mécaniques. Cependant, il convient de noter que les fibres ont montré une détérioration lorsqu'elles ont été traitées avec une solution de NaOH à une concentration de 5% pendant 1 et 5 heures. Les images présentées dans la Figure 52 (f) révèlent une détérioration des fibres suite à un traitement prolongé avec une solution de NaOH à une concentration de 5% pendant 24 heures. Ces observations confirment que l'augmentation de la durée du traitement affaiblit les fibres [4].



Figure 52 : Micrographies de la fibre Alfa : (a) fibre alfa non traitée, (b) fibre Alfa traitée ATAF55, (c) fibre Alfa traitée ATAF524(d), (f) fibre Alfa traitée ATAF51.

IV.3. Effet du traitement alcalin sur les propriétés mécaniques des composites

IV.3.1. Test de flexion à trois points

1) Test de flexion à trois points des fibres Alfa traitées avec 1% de NaOH pendant (1, 3, 5 et 24h)

L'effet de traitement alcalin des fibres Alfa sur la résistance de flexion à trois points des composites est représenté dans la figure 53, on remarque une augmentation de la résistance de flexion pour les composites ATAF15/UP, ATAF124/UP respectivement par rapport au composite non traité UTAF/UP. Même remarque ont été observé par Kabir et al.[18] qui ont étudié l'effet de l'alcalinisation, sur les composites de polyester renforcés de fibres de chanvre. Car parmi tous les traitements, les composites de fibres de chanvre traités à (8% de NaOH ont montré la meilleure résistance à la flexion et le meilleur module par rapport aux composites non traités et aux autres composites traités chimiquement. Mais l'échantillon ATAF124/UP de composites de fibres Alfa traitées par NaOH présente une résistance à la flexion plus élevée, c'est-à-dire valeur maximale est 55,32 MPa avec un taux d'augmentation de 21,6 % par rapport au composite (UTAF/UP) et d'autre composites. Cela indique que le temps de traitement alcalin de fibres Alfa élimine une certaine quantité de lignine, d'hémicellulose et d'autres impuretés, permet le détachement et leur réorganisation le long de l'axe principal de la fibre donnant lieu une structure plus rigide. Ainsi que le traitement alcalin rend la surface de la fibre rugueuse et améliore la force d'adhérence de la fibre avec la matrice [2, 19, 20].

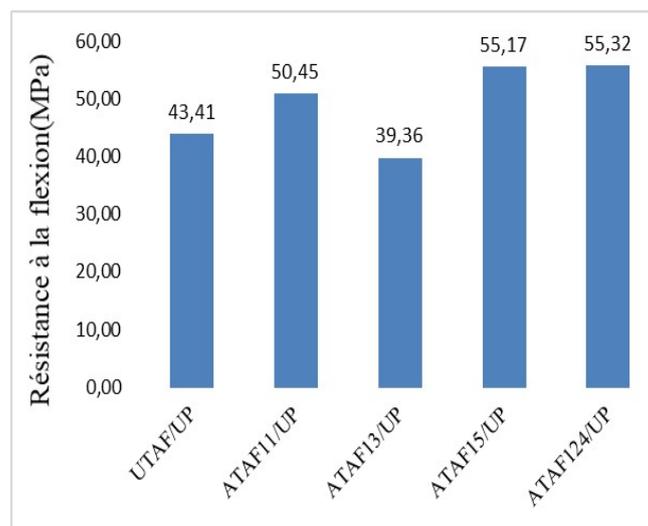


Figure 53 : Résistance à la flexion des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et traitées à 1% pendant (1, 3, 5 et 24h)

L'effet du traitement alcalin des fibres Alfa sur le module de flexion à trois points des composites est représenté dans la figure 54. Nous observons une amélioration du module de Young pour tous les composites ATAF15/UP et ATAF124/UP par rapport au composite UTAF/UP qui a une valeur de 1,64 GPa. La valeur maximale est de 4,8 GPa pour les composites ATAF15/UP et ATAF124/UP, ce qui représente une augmentation de 66,6 % par rapport au composite non traité UTAF/UP. Le traitement alcalin a amélioré l'interaction fibre-matrice en éliminant la lignine et l'hémicellulose, ce qui a conduit à une meilleure incorporation des fibres dans la matrice [22]. Ces résultats sont similaires à ceux de Benyahia et al. [23], Nor Azowa et al. [2], Hashime et al. [24], et Williams et al. [25], qui ont également attribué cette augmentation de la force de liaison entre la fibre et la matrice [2, 26].

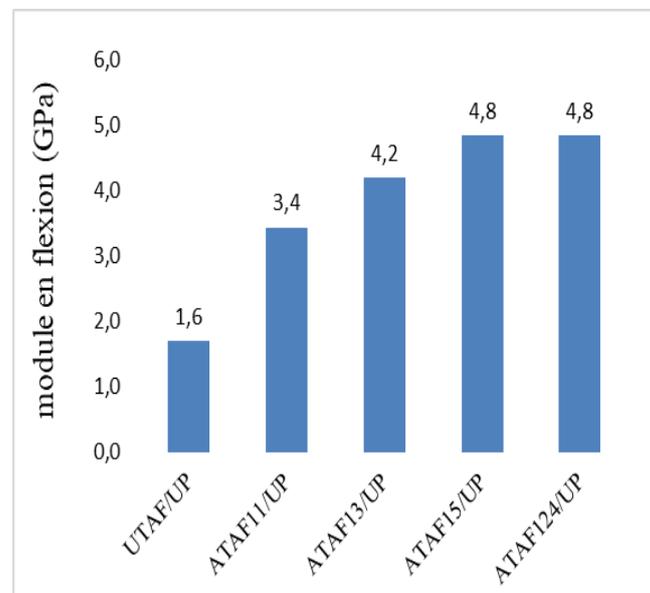


Figure 54 : Module en flexion des composites UP/fibres d'Alfa non traitées et Traitées 1% pendant (1, 3, 5 et 24h).

IV.3. 3. Caractérisation morphologique des composites UP/Alfa par microscopie électronique à balayage (MEB)

La Figure 73 présente des photos MEB des surfaces de rupture des composites étudiés. La figure 73(a) présente la photo MEB du composite de fibres non traitées. On observe un faible découlement entre la fibre et la matrice, ce qui est dû à une faible adhésion à l'interface (fibre/matrice). Cependant, pour l'échantillon ATAF55/UP, il est remarquable que le composite (Figure 46(b)) présente moins de décollement des fibres et une bonne adhésion

entre la fibre et la matrice. Cette observation peut contribuer à une meilleure absorption des contraintes, ce qui se traduit par une résistance accrue à la flexion. On peut également remarquer une diminution des cavités présentes à la surface de rupture des composites de fibres traitées par rapport aux composites de fibres non traitées. Cette réduction peut être attribuée à une meilleure liaison interfaciale entre les fibres Alfa et la matrice, ce qui réduit l'extraction des fibres [7]. Toutefois, après un temps de traitement de 24 heures, on remarque une certaine fragilité des fibres (figure 46(c)), ce qui se traduit par une diminution des propriétés de flexion.

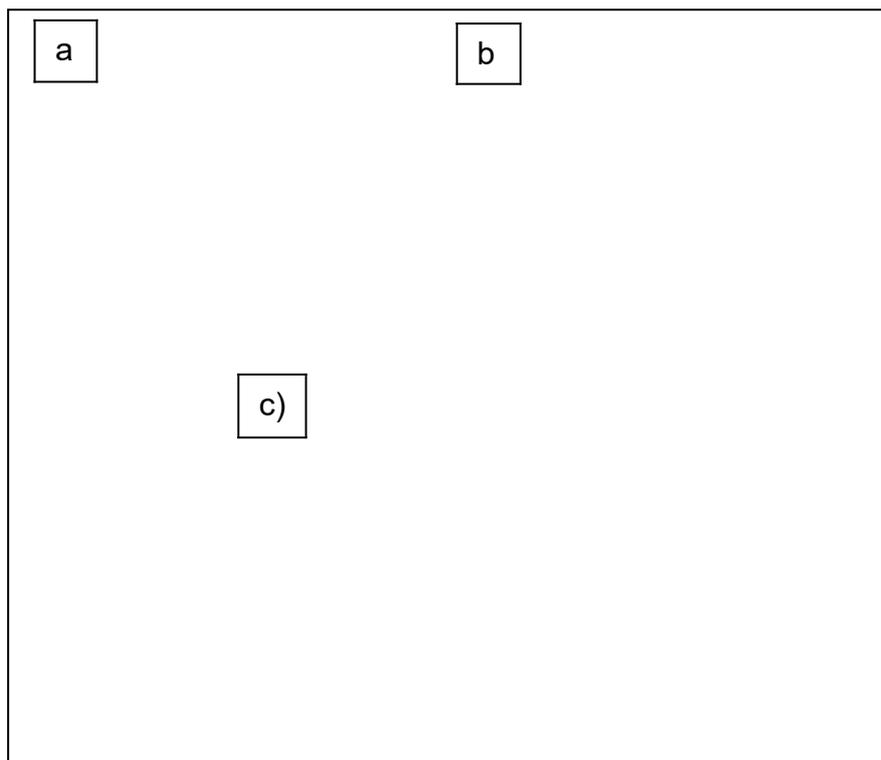


Figure 73 : Micrographies MEB des composites :

(a) UTAF/UP, (b) ATAF55/UP, (c) ATAF524/UP.

Référence

- [1] D. Hammiche, A. Boukerrou, Y. Grohens, N. Guermazi, F.E. Arrakhiz, Mechanical properties and biodegradation of biocomposites based on poly (hydroxybutyrate-co-valerate) and alfa fibers, *Journal of Polymer Research*, 27 (2020) 1-10.
- [2] A. Benyahia, A. Merrouche, Effect of chemical surface modifications on the properties of alfa fiber-polyester composites, *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 53 (2014) 403-410.
- [3] M. El Achaby, Z. Kassab, A. Barakat, A. Aboulkas, Alfa fibers as viable sustainable source for cellulose nanocrystals extraction: Application for improving the tensile properties of biopolymer nanocomposite films, *Industrial Crops and Products*, 112 (2018) 499-510.
- [4] S. Mouhoubi, M. Bourahli, H. Osmani, S. Abdeslam, Effect of alkali treatment on alfa fibers behavior, *Journal of Natural Fibers*, 14 (2017) 239-249.
- [5] M. GOUROUZA, A. ZANGUINA, I. NATATOU, Caractérisation d'une argile mixte du Niger, *Sciences des Structures et de la matière*, 1 (2013).
- [6] F. Arrakhiz, M. Elachaby, R. Bouhfid, S. Vaudreuil, M. Essassi, A. Qaiss, Mechanical and thermal properties of polypropylene reinforced with Alfa fiber under different chemical treatment, *Materials & Design*, 35 (2012) 318-322.
- [7] B. Meghlaoui, M. O. Ouali, S.Hocine, Effect of chemical treatment og Alfa natural fibres on the mechanical properties of polyethylene matrix composites.
- [8] S. Ajouguim, K. Abdelouahdi, M. Waqif, M. Stefanidou, L. Saâdi, Modifications of Alfa fibers by alkali and hydrothermal treatment, *Cellulose*, 26 (2019) 1503-1516.
- [9] B. Meghlaoui, Elaboration et caractérisation d'un composite biodégradable a matrice polymère et renfort nature, Université Mouloud MAMMERI Tizi-Ouzou, 2020.
- [10] M.A. Efendy, K.L. Pickering, Comparison of harakeke with hemp fibre as a potential reinforcement in composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 67 (2014) 259-267.
- [11] H. Abral, H. Putra, S. Sapuan, M. Ishak, Effect of alkalization on mechanical properties of water hyacinth fibers-unsaturated polyester composites, *Polymer-plastics technology and engineering*, 52 (2013) 446-451.

- [12] V. Fiore, T. Scalici, A. Valenza, Characterization of a new natural fiber from *Arundo donax* L. as potential reinforcement of polymer composites, *Carbohydrate polymers*, 106 (2014) 77-83.
- [13] J. Jayaramudu, A. Maity, E. Sadiku, B. Guduri, A.V. Rajulu, C.V. Ramana, R. Li, Structure and properties of new natural cellulose fabrics from *Cordia dichotoma*, *Carbohydrate Polymers*, 86 (2011) 1623-1629.
- [14] K. Borchani, Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa, Lyon, 2016.
- [15] K.E. Borchani, C. Carrot, M. Jaziri, Untreated and alkali treated fibers from Alfa stem: effect of alkali treatment on structural, morphological and thermal features, *Cellulose*, 22 (2015) 1577-1589.
- [16] A. Mohanty, M.a. Misra, G. Hinrichsen, Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview, *Macromolecular materials and Engineering*, 276 (2000) 1-24.
- ~~[17] Hemsri S., Grieco K., Asandei A.D., Parnas R.S. Wheat gluten composites reinforced with coconut fiber. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 43, 2012, 1160-1168.~~
- [18] M. Kabir, H. Wang, K. Lau, F. Cardona, T. Aravinthan, Mechanical properties of chemically-treated hemp fibre reinforced sandwich composites, *Composites Part B: Engineering*, 43 (2012) 159-169.
- [19] C. Boynard, S. Monteiro, J. d'Almeida, Aspects of alkali treatment of sponge gourd (*Luffa cylindrica*) fibers on the flexural properties of polyester matrix composites, *Journal of Applied Polymer Science*, 87 (2003) 1927-1932.
- [20] M.Z. Rong, M.Q. Zhang, Y. Liu, G.C. Yang, H.M. Zeng, The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites, *Composites Science and technology*, 61 (2001) 1437-1447.
- [21] I. Salem, A. Rozyanty, B. Betar, T. Adam, M. Mohammed, A. Mohammed, Study of the effect of surface treatment of kenaf fiber on chemical structure and water absorption of kenaf filled unsaturated polyester composite, *Journal of Physics: Conference Series*, IOP Publishing, 2017, pp. 012001.
- [22] S. Mishra, A.K. Mohanty, L.T. Drzal, M. Misra, G. Hinrichsen, A review on pineapple leaf fibers, sisal fibers and their biocomposites, *Macromolecular Materials and Engineering*, 289 (2004) 955-974.

- [23] A. Benyahia, A. Merrouche, M. Rokbi, Z. Kouadri, Study the effect of alkali treatment of natural fibers on the mechanical behavior of the composite unsaturated Polyester-fiber Alfa, composites, 2 (2013).
- [24] M.Y. Hashim, M.N. Roslan, A.M. Amin, A.M.A. Zaidi, S. Ariffin, Mercerization treatment parameter effect on natural fiber reinforced polymer matrix composite: A brief review, International Journal of Materials and Metallurgical Engineering, 6 (2012) 784-790.
- [25] T. Williams, M. Hosur, M. Theodore, A. Netravali, V. Rangari, S. Jeelani, Time effects on morphology and bonding ability in mercerized natural fibers for composite reinforcement, International Journal of Polymer Science, 2011 (2011).
- [26] L. Yan, N. Chouw, X. Yuan, Improving the mechanical properties of natural fibre fabric reinforced epoxy composites by alkali treatment, Journal of Reinforced Plastics and Composites, 31 (2012) 425-437.
- [27] J. Rout, M. Misra, S. Tripathy, S. Nayak, A. Mohanty, The influence of fibre treatment on the performance of coir-polyester composites, Composites Science and Technology, 61 (2001) 1303-1310.
- [28] A. Boukhoulda, F. Boukhoulda, H. Makich, M. Nouari, B. Haddag, Elaboration and mechanical properties analysis of a composite based on polyester resin reinforced with natural Alfa fibres, Journal of Composite Materials, 53 (2019) 3993-4001.
- [29] H. Abral, D. Kadriadi, A. Rodianus, P. Mastariyanto, S. Arief, S. Sapuan, M.R. Ishak, Mechanical properties of water hyacinth fibers–polyester composites before and after immersion in water, Materials & Design, 58 (2014) 125-129.
- [30] D. Ariawan, T.S. Rivai, E. Surojo, S. Hidayatulloh, H.I. Akbar, A.R. Prabowo, Effect of alkali treatment of Salacca Zalacca fiber (SZF) on mechanical properties of HDPE composite reinforced with SZF, Alexandria Engineering Journal, 59 (2020) 3981-3989.
- [31] M. Jacob, S. Thomas, K.T. Varughese, Mechanical properties of sisal/oil palm hybrid fiber reinforced natural rubber composites, Composites science and Technology, 64 (2004) 955-965.
- [32] Nor Azowa I., Kamarul Arifin H., Khalina A., Effect of fiber treatment on mechanical properties of Kenaf fiber-Ecoflex composites, Journal of Reinforced Plastics and Composites, 29, 2192-2197, 2010.
- [33] V. O. Tanobe, T. H. Flores-Sahagun, S. C. Amico, G. I. Muniz and K. G. Satyanarayana, *D fence Sci. J.*, **64**, 273 (2014), <https://doi.org/10.14429/dsj.64.7327>

[34] Atiqah A, Maleque MA, Jawaid M, Iqbal M. Development of kenaf-glass reinforced unsaturated polyester hybrid composite for structural application. Composites Part B 2014 ;56 :68-73.

Conclusion générale

Conclusion Générale

Les fibres naturelles sont d'un grand intérêt pour les chercheurs car elles peuvent être utilisées comme alternatives aux fibres synthétiques utilisées pour renforcer les polymères. Bien que les fibres naturelles présentent des aspects positifs tels que leur faible cout, leur faible densité et leur caractère respectueux de l'environnement, elles ne sont cependant pas entièrement exemptes de difficultés pouvant limiter leur utilisation dans les matériaux composites. Par exemple, elles ont une forte capacité d'absorption d'eau, ce qui entraîne une faible adhérence entre elles et la matrice polymérique, affaiblissant ainsi les propriétés mécaniques des composites. L'objectif de cette étude est de préparer des matériaux composites à base de polyester insaturé ortho phtalique renforcé par des fibres Alfa appropriées pour la région Msila. Afin d'améliorer l'efficacité mécanique, nous avons traité les fibres avec une solution de soude à différentes concentrations (1 %, 2 %, 3 %, 4 % et 5 %) et pendant différentes durées de traitement (1 heure, 3 heures, 5 heures, 24 heures).

Échantillon 1 : concentration 1 % pendant (1, 3, 5, 24 heures)

Échantillon 1 : concentration 2 % pendant (1, 3, 5, 24 heures)

Échantillon 1 : concentration 3 % pendant (1, 3, 5, 24 heures)

Échantillon 1 : concentration 4% pendant (1, 3, 5, 24 heures)

Échantillon 1 : concentration 5 % pendant (1, 3, 5, 24 heures)

Le but de ce traitement est d'améliorer l'efficacité mécanique du matériau composite préparé afin d'améliorer l'adhérence. Grâce à notre étude, nous pouvons tirer les observations suivantes :

- Les tests infrarouges ont montré que le temps de traitement alcalin de la fibre Alfa a contribué à l'élimination d'une partie de l'hémicellulose et de la lignine.
- Le test de diffraction des rayons X a montré que l'indice de cristallinité, selon l'équation de Ségel, aurait augmenté suite à un traitement alcalin, avec une valeur maximale de 40,2 % dans les fibres traitées avec une concentration de 5 % pendant 5 heures (ATAF55), par rapport aux fibres non traitées.
- test thermogravimétrique ATG a montré que le traitement alcalin provoque aussi une augmentation de la température de début de dégradation et par conséquent une amélioration de la stabilité thermique des fibres d'Alfa. La température de mise en œuvre des composites à base

des fibres d'Alfa ne doit donc pas excéder 210°C pour les fibres d'Alfa non traitées et 230°C pour les fibres traitées.

- Le test de flexion des échantillons montre que la meilleure résistance à la flexion est observée pour le composite traité avec une concentration de 5 % pendant 5 heures (ATAF55/UP), avec une valeur de 64,73 MPa, soit une augmentation de 32,9 % par rapport aux composite renforcés avec des fibres non traitées. En ce qui concerne le module de flexion, nous obtenons la valeur maximale pour le même échantillon, soit 5,2 GPa, ce qui représente une augmentation de 68 %.

- Les micrographies MEB ont révélé une augmentation de la rugosité des fibres traitées par rapport à celles non traitées, grâce à l'élimination des constituants non cellulosiques. Ceci est confirmé par les mesures de teneur en cellulose, hémicellulose et lignine.

Les micrographies MEB des composites renforcés par des fibres d'alfa traitées et non traitées ont clairement montré une rupture de la fibre plutôt qu'un glissement hors de la matrice dans le cas des fibres traitées, ce qui indique une meilleure résistance de la fibre à l'adhérence du polyester, entraînant ainsi une amélioration des propriétés mécaniques de ces composés. C'est le contraire de ce qui est observé dans le cas des composites renforcés par des fibres non traitées.

À travers cette étude, on peut dire que le comportement mécanique des matériaux composites préparés est lié à la concentration de soude utilisée pour le traitement, ainsi au temps de traitement. Ces deux facteurs peuvent jouer un rôle important dans l'amélioration de l'interaction entre la matrice polymérique et le renfort (fibre), et si nous pouvons choisir la meilleure condition de temps et de concentration.

Enfin, les composites préparés, renforcés par les fibres végétales, sont des composites prometteurs à l'avenir, afin de remplacer les composites renforcés par les fibres synthétiques