



Université Mohamed Khider de Biskra  
Entrez votre faculté  
Entrez votre département

# MÉMOIRE DE MASTER

**Domaine : Sciences et Techniques**

**Filière : Génie Mécanique**

**Spécialité : Construction Mécanique**

Réf. : Entrez la référence du document

---

Présenté et soutenu par :  
**BOUGHEDIRI Sara**

Le : mardi 9 juillet 2019

## Réalisation d'un nouveau matériau biocomposite à base de matrice résine

---

### Jury :

Pr.	DERFOUF Semcheddine	Pr	Université de Biskra	Rapporteur
Dr.	CHOUCHANE Nacer	MCA	Université de Biskra	Président
Dr.	DRIAS Nouredine	MCB	Université de Biskra	Examineur

# **REMERCIEMENTS**

Tout d'abord, nous tenons à remercier « **ALLAH** » Tout-Puissant de nous donner le courage et la volonté, la force et la patience de finir ce travail.

Je remercie mes parents pour ce qu'ils sont

J'exprime ma profonde gratitude et ma reconnaissance à Monsieur **DERFOUF Semcheddine**, Professeur à l'Université de Biskra et mon encadreur, pour la confiance qu'il m'a témoignée, pour ses conseils utiles, sa supervision, ses encouragements, son appui, sa gentillesse, ses suggestions et son aide durant la réalisation de ce mémoire.

Mes sincères remerciements vont également à Monsieur **GUETTAF TEMAM Taher**, Docteur à l'Université de Biskra pour son aide, ses précieux conseils et sa grande disponibilité.

Je remercie Monsieur **TOUAM Khemissi** Docteur à l'Université de Khenchla, pour son aide.

Je remercie M<sup>elle</sup> **HAIMER Sihem** pour son aide.

Je voudrais aussi remercier M<sup>elle</sup> **DAGHNOUCHE Chahrazad** pour son aide.

Je remercie également les membres du jury d'avoir accepté de juger mon travail.

Je remercie également mes enseignants et toutes les personnes qui m'ont soutenu ou aidé.

Enfin, mes derniers remerciements s'adressent à mes parents qui m'ont toujours soutenu et encouragé fortement pour donner toujours un coup de pouce dans notre étude et conclure ce travail.

# ***DÉDICACE***

*Je dédie ce travail*

A

*Mon père et ma mère*

A

*Mes grands pères et mes grandes mères*

A

*Mes belles sœurs Amina et Hadjer*

A

*Mes chère frères Abdellah et Omar*

A

*Mes collègues sihem et chahrazed*

A

*Tous les membres de ma famille*

A

*Mes amis (es)*

A

*Tous ceux qui me sont chers.*

## Liste de figure

<i>Figure (I.1) : Classification schématique des différents types de composites</i>	6
<i>Figure (I.2) : Les différentes matrices des matériaux composites</i>	7
<i>Figure (I.3) : Matériau composite</i>	8
<i>Figure (I.4) : Les différents types de fibres</i>	9
<i>Figure (I.5): Types des résines thermoplastiques</i>	11
<i>Figure (I.6) : Les types de charges</i>	12
<i>Figure (I.7): La formation d'un ancrage mécanique à l'interface</i>	13
<i>Figure (I.8): Moulage au contact</i>	14
<i>Figure (I.9): Moulage par projection simultanée</i>	14
<i>Figure (I.10): Injection thermodurcissable BMC</i>	15
<i>Figure (I.11): Compression thermodurcissable SMC</i>	15
<i>Figure (I.12): Enroulement filamentaire</i>	15
<i>Figure (I.13): Moulage par pultrusion</i>	15
<i>Figure (I.14): Moulage par centrifugation</i>	16
<i>Figure (I.15) : Classification des biocomposites</i>	17
<i>Figure (I.16) : Conception et applications innovantes des biocomposites en fibres de bambou dans : (a) l'aéroport Adolfo-Suárez de Madrid-Barajas et (b) Parking garage (Zoo de Leipzig, Allemagne)</i>	18
<i>Figure (I.17) : Applications de plastiques renforcés de fibres naturelles dans les produits de construction</i>	18
<i>Figure (I.18) : Application des composites à fibres naturelles dans le secteur militaire : (a) Casque militaire léger à base de composite renforcé avec des fibres naturelles et (b) pièces structurelles de l'avion de chasse de Lockheed Martin 'F-22 Raptor' fabriqué avec des composites renforcés avec</i>	19



<i>des fibres naturelles</i>	
<b>Figure (I.19) :</b> <i>Composites thermoplastiques renforcés avec les fibres de Bambou</i>	19
<b>Figure (I.20) :</b> <i>Quelques applications de fibres naturelles dans le domaine de l'automobile</i>	19
<b>Figure (II.1):</b> <i>Structure et composition d'une paroi végétale</i>	25
<b>Figure (II.2):</b> <i>Représentation schématique de la structure de la cellulose</i>	26
<b>Figure (II.3):</b> <i>Exemple de structure chimique d'hémicelluloses (xyloglucanes)</i>	26
<b>Figure (II.4):</b> <i>Représentation de la structure de la lignine et modèle moléculaire de la lignine dérivée du bois</i>	27
<b>Figure (II.5):</b> <i>Structure de la chaîne principale d'une molécule de pectine</i>	28
<b>Figure (II.6):</b> <i>Structure et modèle moléculaire de l'acide palmitique</i>	29
<b>Figure (II.7):</b> <i>Exemple de défaut structural sur une fibre de lin</i>	29
<b>Figure (II.8):</b> <i>Modèle descriptif de la rigidité de la fibre végétale (a) couches S2 dans une vue en 3D, (b) couches S2 projeté dans une vue 2D</i>	30
<b>Figure (II.9):</b> <i>Variation de la résistance des fibres végétales en fonction de la teneur en cellulose et l'angle spiral</i>	30
<b>Figure (II.10):</b> <i>Arbre de palmier dattier et les fibres de spadice</i>	33
<b>Figure (II.11):</b> <i>Publications sur les fibres naturelles.</i>	39
<b>Figure (II.12):</b> <i>Courbe type contrainte/déformation des fibres traitées par 2% de NaOH pendant 48h par rapport à ceux non traitées.</i>	40
<b>Figure (III.1):</b> <i>Le microscope optique digital (DigiBlue QX5 QSG).</i>	53
<b>Figure (III.2) :</b> <i>Etuve d'humidité</i>	53
<b>Figure (III.3):</b> <i>Balance électronique.</i>	54

<b>Figure (III.4) :</b> Machine de traction INSTRON 6959.	55
<b>Figure (III.5):</b> Préparation de spécimens: (A) : couper le spadice, (B) coupe longitudinale et (C) : coupe transversale.	56
<b>Figure (III.6):</b> Microstructure : Coupes transversales de spadice (a: agrandissement 10 fois et b: agrandissement 60 fois de la couche de cœur et c: agrandissement 60 fois de la couche de peau).	56
<b>Figure (III.7):</b> Microstructure : coupe longitudinale de spadice (a: agrandissement 10 fois et b: agrandissement 60 fois)	57
<b>Figure (III.8):</b> Etapes de la méthode mécanique d'extraction des fibres de spadice.	58
<b>Figure (III.9):</b> (a) Les bras de régime (b) Les fibres extraites.	59
<b>Figure (III.10):</b> Les fibres extraites par la méthode biologique (rouissage à terre) a: avant le lavage et b: après le lavage à l'eau douce.	60
<b>Figure (III.11):</b> Microstructure : les fibres de spadice extrait par la méthode mécanique, (A) : agrandissement de 10 fois et (B) : agrandissement de 60 fois	60
<b>Figure (III.12):</b> Microstructure : les fibres de spadice extrait par la méthode mécanique, (A) : agrandissement de 10 fois et (B) : agrandissement de 60 fois.	61
<b>Figure (III.13):</b> Les fibres de life: (A): tissu de life, (B): fibres libérées de life, (C): observation microscopique des fibres de life agrandissement de 60 fois	61
<b>Figure (III.14):</b> Préparation du traitement : (A) : les moyens utilisés, (B) : préparation de la solution de 5% de concentration, (C) : préparation de la solution de 2% de concentration, (D) les	63

<i>echantillant de fibres préparés, (E) : les solution de traitement, (F) : les fibres traités après le séchage.</i>	
<b>Figure (III.15):</b> Réduction massique de fibres après le traitement.	64
<b>Figure (III.16):</b> Microstructure : les fibres de spadice après le traitement avec l'eau distillé pendant 24h, (A) : agrandissement 60 fois et (B) : agrandissement 200 fois.	64
<b>Figure (III.17):</b> Microstructure : les fibres de spadice après le traitement avec l'eau distillé pendant 48h, (a) : agrandissement 60 fois et (b) : agrandissement 200 fois.	65
<b>Figure (III.18):</b> Micostructure : les fibres de spadice après le traitement avec 2% NaOH pendant 24h, (A) : agrandissement 10 fois, (B) : agrandissement 60 fois et (C) : agrandissement 200 fois.	65
<b>Figure (III.19):</b> Micostructure : les fibres de spadice après le traitement avec 2% NaOH pendant 48h, (a) : agrandissement 60 fois, (b) : agrandissement 200 fois .	65
<b>Figure (III.20):</b> Micostructure : les fibres de spadice après le traitement avec 5% NaOH pendant 24h, (a) : agrandissement 10 fois, (b) : agrandissement 60 fois et (c) : agrandissement 200 fois.	66
<b>Figure (III.21):</b> Microstructure : les fibres de spadice après le traitement avec 5% NaOH pendant 48h, (A) : agrandissement 60 fois, (B) : agrandissement 200 fois.	66
<b>Figure (IV.1):</b> Les fibres longues, (A) : fibres non traitées et (B) : fibres traitées avec 05% de NaOH pendant 48h.	70
<b>Figure (IV.2):</b> Les fibres moulues, (A): la moulinette utilisée, (B) : fibres non traitées et (C) : Fibres traitées avec 05% NaOH pendant 48h.	70

<b>Figure (IV.3):</b> Les fibres courtes de life utilisées.	71
<b>Figure (IV.4):</b> Eprouvettes des essais de traction des composites.	71
<b>Figure (IV.5):</b> Second type de moule utilisé pour les bio-composites à fibres longues et à fibres de life, (a) : le moule réalisé et (b) : conception de moule par SolidWorks.	72
<b>Figure (IV.6):</b> La Résine de Marque Scapa 41, (A) : la résine scapa 41, (B) : le durcisseur.	72
<b>Figure (IV.7):</b> Réalisation d'éprouvettes de la résine de marque scapa 41 pure, (A) : résine après le mélange et (B) : éprouvette réalisée, (C) : 'essai de traction.	74
<b>Figure (IV.8):</b> Allure de la courbe de l'essai de traction de la résine de marque Scapa 41.	74
<b>Figure (IV.9):</b> Les étapes réalisées pour faire l'essai de traction.	75
<b>Figure (IV.10):</b> Allure de la courbe de l'essai de traction de bio composite à 20% fibres de life + 80% de résine Scapa 41.	76
<b>Figure (IV.11):</b> Les étapes de réalisation de bio composites à fibres longues pour faire l'essai de traction	77
<b>Figure (IV.12):</b> Allure de la courbe de l'essai de traction de bio composite à 20 % fibres longues non traitées et de résine de marque Scapa 41.	78
<b>Figure (IV.13):</b> Les bio composite réalisé à base de fibres moulues et de résine de marque scapa 41	79
<b>Figure (IV.14):</b> Allure de la courbe de l'essai de traction de bio composite à 10% fibres moulues non traitées à bas de résine de marque Scapa 41.	79
<b>Figure (IV.15):</b> Allure de la courbe de l'essai de traction de bio composite	80

<i>à 10% fibres moulues traitées avec 05% de NaOH et de résine de marque Scapa 41.</i>	
<b>Figure (IV.16):</b> <i>La matrice commerciale, (A) : les deux résines, (B) : le catalyseur</i>	80
<b>Figure(IV.17):</b> <i>La réalisation des éprouvettes de résine commerciale pure pour l'essai de traction.</i>	81
<b>Figure (IV.18):</b> <i>Allure de la courbe de l'essai de traction de la résine commerciale pure.</i>	81
<b>Figure (IV.19):</b> <i>Bio composites de 20% de fibres de life à 80 % de résine commerciale.</i>	82
<b>Figure (IV.20):</b> <i>Allure de la courbe de l'essai de traction de bio composite à 20% fibres de life + 80% de résine commerciale.</i>	82
<b>Figure (IV.21):</b> <i>Les bio composites réalisés à base de fibres moulues de spadice à de résine commerciale. (A): renforcé par 10% de fibres non traitées, (B): renforcé par 10% de fibres traitées avec 05% de NaOH.</i>	83
<b>Figure (IV.22):</b> <i>Allure de la courbe de l'essai de traction du biocomposite à 10% fibres moulues non traitées et de résine commerciale.</i>	84
<b>Figure (IV.23):</b> <i>Allure de la courbe de l'essai de traction de bio composite à 10% fibres moulues traitées avec 05% de NaOH et de résine commerciale.</i>	84
<b>Figure (IV.24):</b> <i>Courbes de tractions réalisées.</i>	85

## Liste de tableau

<i>Tableau (I.1) : Les caractéristiques souhaitées de la matrice et ses facteurs de sélection</i>	10
<i>Tableau (I.2) : Caractéristiques des résines thermodurcissables</i>	11
<i>Tableau (I.3): Les procédés de fabrication des matériaux composites</i>	14
<i>Tableau (II.1): Différentes variétés de palmier dattier en Algérie</i>	33
<i>Tableau (II.2): Les principaux avantages et les inconvénients des fibres végétales.</i>	41
<i>Tableau (III.1): La variation de la masse de fibres de spadice.</i>	63
<i>Tableau (IV.1) : Les caractéristiques techniques de la résine de marque Scapa 41.</i>	73

## Sommaire

Remerciement.....	i
Dédicace.....	ii
Liste de figures.....	iii
Liste de tableaux.....	ix
Introduction générale .....	2

### Chapitre I : Généralités sur les matériaux composites

I. 1.	Définitions.....	6
I. 2.	Classification des matériaux composites.....	6
I. 2. 1.	Selon la forme du composant.....	6
I. 2. 2.	Selon la nature des composants.....	6
I. 3.	Les constituants d'un matériau composite.....	7
I. 3. 1.	Le renfort.....	8
I. 3. 2.	La matrice.....	9
I. 3. 2. 1.	Le rôle de matrice.....	9
I. 3. 2. 2.	Propriétés de la matrice et comment la choisir.....	10
I. 3. 2. 3.	Les divers types de la résine.....	10
I. 3. 2. 3. 1.	Les thermoplastiques.....	10
I. 3. 2. 3. 2.	Les thermodurcissables.....	11
I. 3. 3.	Les charges et additifs.....	12
I. 3. 3. 1.	Les charges.....	12
I. 3. 3. 2.	Les additifs .....	13
I. 4.	L'interface fibre/matrice et l'adhésion mécanique.....	13
I. 5.	Procédés d'élaboration.....	14
I. 6.	Avantages et inconvénients des composites.....	16

I. 7.	Les biocomposites.....	16
I. 7. 1.	Domaine d'application.....	17
	Référence bibliographique.....	20
<b>Chapitre II : Les biocomposites à fibres végétales</b>		
II.	Introduction.....	24
II. 1.	Définition de la fibre végétale.....	24
II. 2.	Composition chimique des fibres végétales.....	25
II. 2. 1.	La Cellulose.....	25
II. 2. 2.	L'hémicellulose.....	26
II. 2. 3.	La lignine.....	27
II. 2. 4.	La pectine.....	28
II. 2. 5.	La cire.....	28
II. 3.	Propriétés usuelles des fibres végétales.....	29
II. 3. 1.	Propriétés mécaniques de la fibre végétale.....	29
II. 3. 2.	Propriétés physiques des fibres végétales.....	31
II. 3. 3.	Propriétés écologiques des fibres végétales.....	31
II. 3. 4.	Des autres propriétés spéciales sur les fibres végétales.....	31
II. 4.	Paramètres influençant les propriétés des fibres végétales.....	31
II. 5.	Présentation des fibres de spadice de palmier dattier.....	32
II. 5. 1.	Introduction.....	32
II. 5. 2.	Etude morphologique du palmier dattier.....	32
II. 5. 3.	La disponibilité de palmier dattier en Algérie.....	33
II. 6.	Processus d'extraction des fibres végétales.....	34
II. 6. 1.	L'extraction mécanique.....	34
II. 6. 1. 1.	La décortication.....	34
II. 6. 1. 2.	Par déflexion.....	34



II. 6. 1. 3.	Par laminage.....	35
II. 6. 2.	L'extraction chimique.....	35
II. 6. 2. 1.	Procédé kraft.....	35
II. 6. 2. 2.	Procédé au bisulfite.....	35
II. 6. 2. 3.	Procédé acide.....	35
II. 6. 2. 4.	Procédé Soude-Anthraquinone.....	35
II. 6. 2. 5.	Procédé à la soude.....	36
II. 6. 2. 6.	Procédé au sulfate neutre de sodium.....	36
II. 6. 3.	L'extraction biologique.....	36
II. 6. 3. 1.	Le rouissage à terre.....	36
II. 6. 3. 2.	Le rouissage à l'eau.....	36
II. 6. 3. 3.	Par action microbienne.....	36
II. 7.	Traitement des surfaces des fibres végétales.....	36
II. 7. 1.	Introduction.....	36
II. 7. 2.	Traitement à la soude (NaOH).....	37
II. 8.	Synthèse des travaux réalisés sur les fibres végétales.....	38
II. 9.	Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts de matériaux composites.....	41
II. 10.	Conclusion.....	42
	Référence bibliographique.....	43

### **Chapitre III : Etude et préparation des fibres**

III.	Introduction.....	52
III. 1.	Les équipements utilisés.....	52
III. 1. 1.	Le microscope optique.....	52
III. 1. 2.	L'Etuve de séchage pour la déshumidification.....	53
III. 1. 3.	La Balance électronique.....	54
III. 1. 4.	Machine des essais de traction.....	54

III. 2.	Observation microscopique.....	55
III. 2. 1.	Utilisation microscope optique.....	55
III. 2. 2.	Préparations des spécimens.....	55
III. 2. 3.	La coupe transversale.....	56
III. 2. 4.	La coupe longitudinale.....	57
III. 3.	L'extraction des fibres.....	58
III. 3. 1.	Extraction mécanique.....	58
III. 3. 2.	Extraction biologique.....	59
III. 3. 3.	La comparaison.....	60
III. 3. 4.	Extraction des fibres de life.....	61
III. 4.	Le traitement alcalin.....	61
III. 4. 1.	L'effet de traitement alcalin sur la masse des fibres de spadice	62
III. 4. 2.	L'effet de traitement alcalin sur la surface des fibres de spadice.....	64
III. 4. 2. 1.	Traitement à l'eau distillé.....	64
III. 4. 2. 2.	Traitement à 2% NaOH.....	65
III. 4. 2. 3.	Traitement 5% NaOH.....	66
III. 5.	Conclusion.....	67
	Référence bibliographique.....	68

#### **Chapitre IV : Résultats et discussion**

IV.	Introduction .....	70
IV. 1.	Elaboration des fibres.....	70
IV. 2.	Préparation de moules.....	71
IV. 3.	Elaboration du biocomposite à base de la résine de marque Scapa 41.....	72
IV. 3. 1.	La résine de marque Scapa 41.....	72
IV. 3. 1. 1.	Caractéristiques générales de la résine.....	72

<b>IV. 3. 1. 2.</b>	<b>Préparation des éprouvettes de matrice Scapa 41.....</b>	<b>74</b>
<b>IV. 3. 2.</b>	<b>Elaboration du bio composite renforcé par les fibres de life....</b>	<b>75</b>
<b>IV. 3. 3.</b>	<b>Le bio composite renforcé par les fibres longues de spadice....</b>	<b>76</b>
<b>IV. 3. 4.</b>	<b>Les bio composites renforcés par les fibres moulées de spadice</b>	<b>78</b>
<b>IV. 4.</b>	<b>Elaboration des bio composites à base de résine commerciale..</b>	<b>80</b>
<b>IV. 4. 1.</b>	<b>Présentation de la résine.....</b>	<b>80</b>
<b>IV. 4. 2.</b>	<b>Bio composites renforcés par les fibres de life.....</b>	<b>82</b>
<b>IV. 4. 3.</b>	<b>Le bio composites renforcé par les fibres moulues de spadice..</b>	<b>83</b>
<b>IV. 5.</b>	<b>Les résultats.....</b>	<b>85</b>
<b>IV. 6.</b>	<b>Interprétations.....</b>	<b>86</b>
	<b>Conclusion générale.....</b>	<b>88</b>
	<b>Résumé</b>	

# **Introduction générale**

# Introduction générale

À un degré ou plus, les possibilités offertes par les matériaux traditionnels tels que les métaux et leurs alliages sont tellement épuisées que même en utilisant les dernières technologies il peut s'avérer difficile d'obtenir les caractéristiques de matériaux les plus élevées et donc des paramètres de performance plus hautes, la durabilité, la fiabilité des structures et des équipements proposés. Certains matériaux sont très résistants, durs et même lourds, tels que l'acier, d'autres peuvent être légers et moins résistants et durs, comme les poteaux de bambou, ce qui signifie que chaque matériau possède des propriétés souhaitées limitées, l'impossibilité d'obtenir un matériau conventionnel combinant toutes les caractéristiques requises ce qui a ramené l'effort de recherche à ce qu'on appelle les matériaux composites.

Depuis longtemps, les égyptiens sur les rives du fleuve Nil ont mélangé la boue et les pailles pour fabriquer les briques et formant des matériaux de construction, sont des composites isolants et économiques. Aujourd'hui les matériaux composites sont un mélange d'au moins deux matériaux, le premier est souvent constitué de fibres agissant comme renfort contenu dans une matrice, cette matrice maintient les fibres dans leur distribution géométrique, c'est créé des matériaux ultra-efficaces, qui sont légers, durables, flexibles et compétitifs, ces matériaux sculptent notre environnement et servent de source d'inspiration pour les concepteurs, tels que la création d'un banc de jardin à la fois léger et robuste de 06 mètres de long et portable pour deux colonnes seulement, ce grand banc a été créé à l'aide d'un panneau de polyester standard renforcé par les fibres de verre, acquérant ainsi des propriétés jamais atteintes auparavant avec des matériaux homogènes conventionnels, où l'a remporté le premier prix d'une compétition "Tour of Composite Materials 2". Chaque jour, les concepteurs confrontent des défis similaires et souvent sont venus avec des résultats inattendus et merveilleux.

En vue du développement durable, il y'a des méthodes et des nouvelles recherches au niveau du développement technique qui ont toujours besoin de la découverte. Ainsi l'utilisation de fibres naturelles, ce qui facilitera le recyclage des matériaux, et d'une part les rendre compatibles avec les exigences et attentes environnementales, et

d'autre part respecter le cahier des charges notamment en termes de propriétés mécaniques, est un défi à relever d'aujourd'hui pour atteindre les objectifs de futurs.

Dans ce cadre, l'étude est consacrée sur un type de fibres végétales, c'est les fibres de bras de régime du palmier dattier (spadice), ces fibres sont de plus en plus étudiées afin d'être employées comme renfort dans les matériaux composites. Grâce à leur faible densité, leur biodégradabilité, et le plus important est leur abondance, vu que notre pays possède plus de 18 millions de palmiers dattiers qui produisent plus de 800 variétés de dattes existantes dans les oasis du sud. L'utilisation de ces fibres est intéressante du point de vue économique et environnemental. Deux problématiques troublantes et cruciales sont à prendre en charge: l'extraction des fibres et l'amélioration de l'interface fibre / matrice pour une performance mécanique du bio composite.

L'objectif principal de ce travail est l'incorporation de ces fibres dans deux types de résines différentes (résine scapa 41 et une résine commercial) pour réaliser des biocomposites économiques et écologiques. Dans ce contexte notre travail est subdivisé en quatre chapitres:

Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique sur l'organisation interne des matériaux composites en terme de classifications, les composants, les procédés de mis en œuvre, ainsi que leurs domaines d'utilisation.

Le second est consacré à l'étude des fibres végétales et la possibilité de leurs intégrations dans les matériaux bio composites.

Le troisième chapitre, comprend une étude expérimentale qui vise principalement la préparation des fibres.

Le quatrième chapitre, englobe le protocole de réalisation de bio composite et les discussions des résultats expérimentaux obtenus.

# **Partie théorique**

# **Chapitre I**

## Généralités sur les matériaux composites



## I. 1. Définitions :

La norme AFNOR NF T50-100 définit un matériau composite comme étant un produit solide comportant au moins deux phases physiques distinctes, composées d'un matériau de liaison et d'un matériau sous forme granulée, fibreuse ou lamellaire [1].

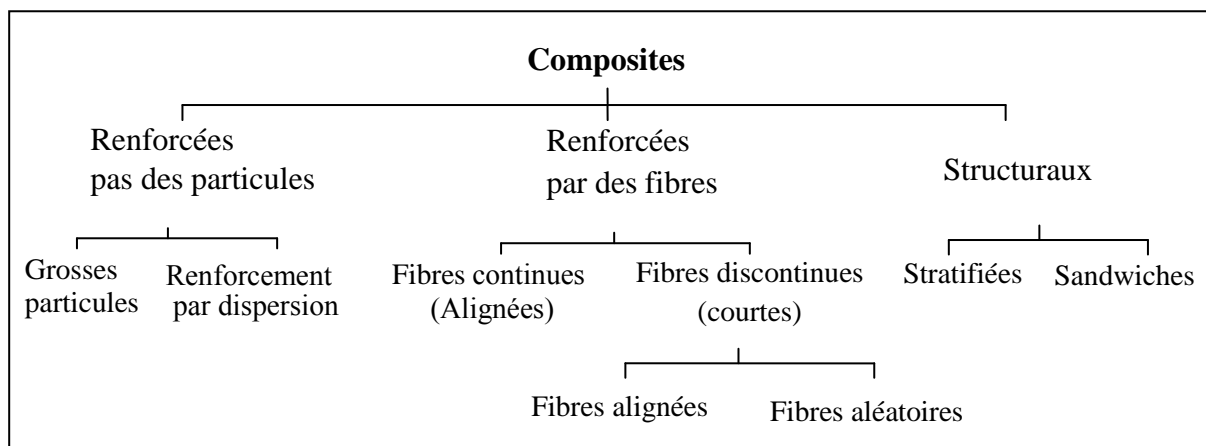
Dans son sens large, les composites sont des matériaux synthétiques, inhomogènes et généralement anisotropes constituants de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes à une échelle macroscopique. pour former un troisième matériau utile dont les performances sont supérieures à celles d'un matériau à un seul constituant [2,3].

## I. 2. Classification des matériaux composites :

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites qu'on peut classer soit selon la forme des composants ou suivant la nature des composants :

### I. 2. 1. Selon la forme du composant :

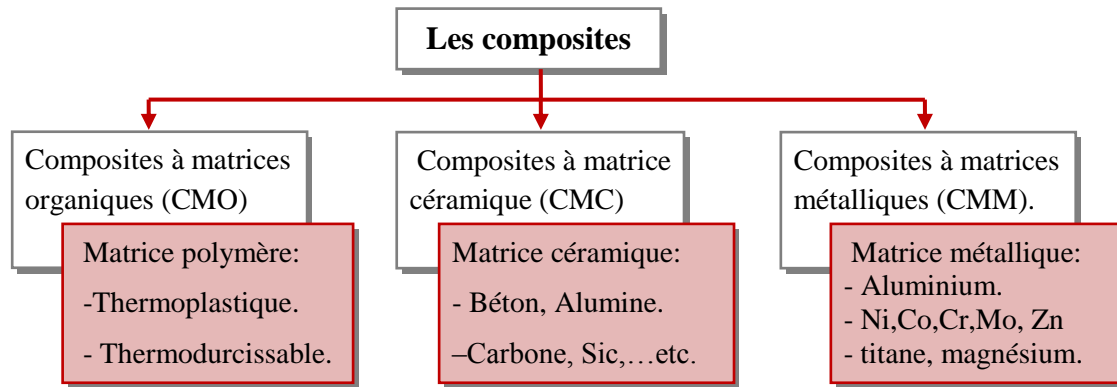
La figure (I.1) montre un schéma simple de classification des matériaux composites selon la forme du constituants, composé de trois sections principales: renforcé par des particules, renforcé par des fibres, et les composites structuraux.



**Figure (I.1) :** Classification schématique des différents types de composites [4].

### I. 2. 2. Selon la nature des composants:

Selon la nature de la matrice on peut classer les matériaux composites en trois grandes familles sont indiquées dans la figure (I.2):



**Figure (I.2) :** Les différentes matrices des matériaux composites [5].

L'utilisation des composites à matrice organique connaît un essor rapide. Unissant légèreté et résistance mécanique exceptionnelle, ces matériaux permettent en effet des applications toujours plus nombreuses dans des industries aussi importantes que l'aéronautique, la construction automobile, l'équipement sportif ou le biomédical [6]. Parmi les composites à matrice organique, on peut opérer une classification selon leurs performances.

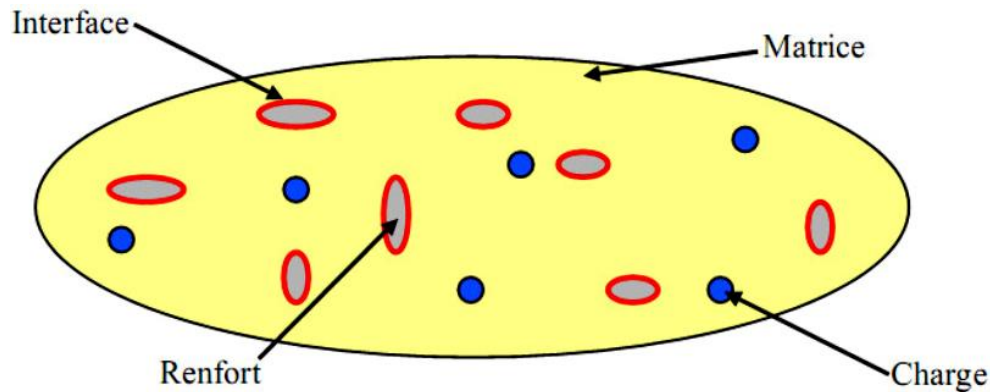
On distingue :

➤ **Les composites à grande diffusion (GD) :** peu coûteux et largement utilisés dans l'industrie (près de 95% des CMO), souvent utilisées les résines polyesters renforcées les fibres de verre avec un taux de renfort avoisinant 30 % Dans 90 % des cas [7].

➤ **Les composites à hautes performances (HP) :** beaucoup plus onéreux, ont un emploi restreint mais d'excellentes propriétés mécaniques, les renforts utilisés sont plutôt des fibres longues, avec un taux de renfort supérieur à 50 % [7].

### I. 3. Les constituants d'un matériau composite :

Le matériau composite est constitué principalement d'une phase continue appelée la matrice qui est blindée avec une phase discontinue est le renforcement, ces deux phases sont liées au niveau d'une interface qui assure l'adhésion entre eux, en outre de la charge qui améliore certaines propriétés du composite figure (I.3) [8, 9].

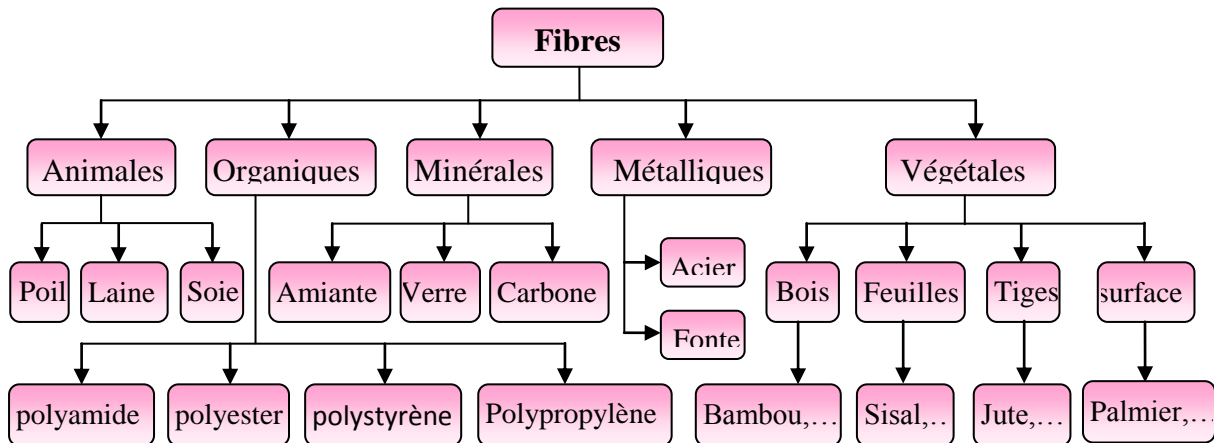


**Figure (I.3) : Matériau composite [9].**

### **I. 3. 1. Le renfort :**

Renforcer les constituants dans les composites, comme le mot l'indique, fournir la force nécessaire pour le composite, le but des renforts dans les matériaux composites est essentiellement d'accroître leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.) et d'améliorer certaines des propriétés physiques, tels les comportements au feu et à l'abrasion, la tenue en température ou les propriétés électriques. Les caractéristiques recherchées dans les renforts sont une masse volumique faible, une compatibilité avec les matrices et une facilité de mise en œuvre [10].

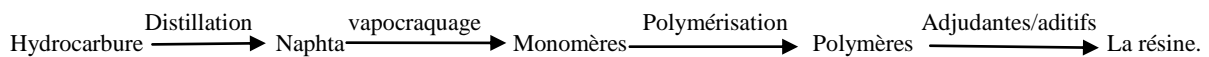
Technologiquement, les composites les plus importants sont ceux qui comprennent une phase discontinue sous forme de fibres. La structure moléculaire d'une fibre est généralement alignée dans le sens de l'axe de fibre ce qui produit une structure forte dans cette direction, de sorte que les objectifs de conception des composites renforcés de fibres incluent souvent une résistance et / ou une rigidité élevées sur une base de poids, ces caractéristiques sont exprimées en termes de paramètres de résistance et de module spécifiques, qui correspondent respectivement au rapport de la contrainte de traction de la gravité spécifique et le module de l'élasticité de cette gravité spécifique. Les fibres sont donc fortes mais fines, généralement possèdent une bonne résistance à la traction mais une résistance faible à la compression, ce qui leur confère une grande souplesse, on les commercialise essentiellement sous forme de fibres courtes (les feutres ou les mats) ou fibres longues (coupées au moment de la fabrication du matériau). Les fibres peuvent se présenter sous forme linéique (fils, mèches), tissus surfaciques (tissus, mats), multidirectionnelle (tresse, tissus complexes, tissage tridimensionnelle) [4, 11] comme elles existent en plusieurs types indiquées sur la figure (I.4) :



**Figure (I.4) :** Les différents types de fibres [12].

### I. 3. 2. La matrice :

Souvent, la matrice constituant le matériau composite est une résine polymère agit comme un «adhésif» lie les fibres entre elles [13], généralement issu du hydrocarbure (pétrole ou du gaz naturel) selon les étapes suivantes:



Cette résine est moulée, pressée et extrudée pour prendre des différentes formes, les résines polymères existent en grand nombre et chacune à un domaine particulier d'utilisation.

#### I. 3. 2. 1. Le rôle de matrice :

La fonction du polymère est très importante, où les fibres peuvent mieux fonctionner ensemble, parce que le polymère transfère les charges des fibres aux autres par la contrainte de cisaillement. Ainsi, une répartition des charges uniformément entre les fibres afin que toutes les fibres soient soumises à la même charge dans un composite du faisceau des fibres sèches. Lorsqu'un filament se casse, la charge répartie sur les autres filaments [13].

La matrice combine les particules individuelles de renforcement, et les protège contre les agressions extérieures, améliore la résistance de la rupture d'un composant et donnent la forme du matériau, pour la matrice, est nécessaire une bonne force de liaison avec le matériau de la phase de renforcement (c'est-à-dire une mouillabilité parfaite sans interaction chimique à l'interface de la matrice et du renforcement) [8].

### I. 3. 2. 2. Propriétés de la matrice et comment la choisir :

Les besoins ou les propriétés souhaitées de la matrice sont importants pour une structure composite et sa sélectionner basé sur des plusieurs facteurs doivent être pris en compte.on peut illustrer ça dans le tableau (I.1) :

Les facteurs de sélection de la matrice	Les propriétés de matrice
<ul style="list-style-type: none"> <li>- La matrice doit avoir une résistance mécanique proportionnelle à celle du renforcement, c'est-à-dire que les deux doivent être compatibles. Ainsi, si les fibres utilisées comme renforcement à haute résistance, il ne sert à rien d'utiliser une matrice à faible résistance, qui ne transmettra pas efficacement les contraintes au renfort.</li> <li>- La matrice doit résister aux conditions de service, à savoir température, humidité, exposition à un environnement ultraviolet, exposition à une atmosphère chimique, abrasion par des particules de poussière, etc.</li> <li>- La matrice doit être facile à utiliser dans le processus de fabrication sélectionné.</li> <li>- Exigences de fumée.</li> <li>- Espérance de vie.</li> <li>- Le composite résultant devrait être rentable.</li> <li>- Les fibres sont saturées avec une résine liquide avant qu'elle ne durcisse en un solide.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Absorption d'humidité réduite.</li> <li>- Faible retrait.</li> <li>- Faible coefficient de dilatation thermique.</li> <li>- Bonnes caractéristiques d'écoulement, de sorte qu'il pénètre complètement dans les faisceaux de fibres et élimine les vides pendant le processus de compactage / durcissement.</li> <li>- Résistance, module et allongement raisonnables (l'allongement doit être supérieur à celui des fibres).</li> <li>- Doit être élastique pour transférer la charge sur les fibres.</li> <li>- Excellente résistance chimique (selon l'application).</li> <li>- Doit être facilement transformable dans la forme finale du composite.</li> <li>- Stabilité dimensionnelle (conserve sa forme).</li> </ul>

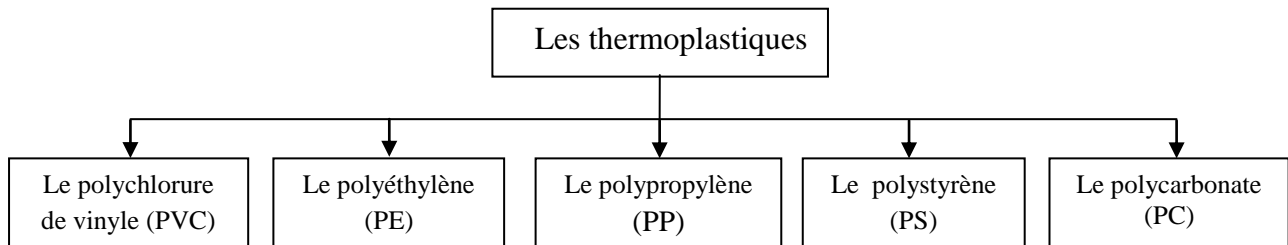
**Tableau (I.1) :** Les caractéristiques souhaitées de la matrice et ses facteurs de sélection [14, 15].

### I. 3. 2. 3. Les divers types de la résine :

Deux grandes familles de résines polymères existent sont:

#### I. 3. 2. 3. 1. Les thermoplastiques :

Les résines thermoplastiques, dont la fabrication atteint de loin le plus gros tonnage du fait d'un faible coût [16], sont les polymères qui fondent en chauffant et retrouvent leur forme solide en refroidissant de façon réversible, cela les rend recyclables, solubles, et renouvelables un grand nombre de fois, Aussi bien non biodégradables et ont des propriétés mécaniques faibles. On peut citer quelques exemples de ces résines dans la figure (I.5) :



**Figure (I.5):** Types des résines thermoplastiques [17].

Les thermoplastiques ne conviennent généralement pas au renforcement des fibres en raison de leur viscosité élevée à l'état liquide, qui liée à l'état moléculaire. Cela les empêche de mouiller les fibres adéquatement (imprégnation), ainsi un bon composite ne peut pas être formé. En outre, la production de matériaux composites utilisant des thermoplastiques nécessite une pression et une température élevées [13].

### I. 3. 2. 3. 2. Les thermodurcissables :

Ce sont les résines qui sont à l'état de base sous forme liquide de très faible viscosité contenant des monomères (molécules simples) qui se transforment en polymères (molécules complexes réticulées) lorsque la résine est durcie. Cette transformation est une réaction chimique unique, traitée à la température ambiante et conduit à un produit fini solide, rigide, infusible et ne fond pas en chauffant, mais finalement se désintégrer [13,14].

Ainsi les résines thermodurcissables possèdent des propriétés mécaniques et surtout thermomécaniques plus élevées que les résines thermoplastiques [16].

Les résines polyesters insaturées (polyesters condensés, vinylesters, dérivés allyliques, etc.), les résines de condensation (phénoliques, aminoplastes, furaniques, etc.) et les résines époxydes sont les principales résines thermodurcissables utilisées dans la mise en œuvre des matériaux composites [16]. Ces caractéristiques sont présentées dans le tableau (I.2)

Resins	$T_f(^{\circ}\text{C})$	$\rho$ (Kg/m <sup>3</sup> )	$\epsilon_t^R$ (%)	$\sigma_t^R$ (MPa)	$\sigma_c^R$ (MPa)	E (GPa)
Polyesters	60 à 100	1140	2 à 5	50 à 85	90 à 200	2.8 à 3.6
Phénoliques	120	1200	2.5	40	250	3 à 5
Epoxydes	290	1100 à 1500	2 à 5	60 à 80	250	3 à 5

**Tableau (I.2) :** Caractéristiques des résines thermodurcissables [17].

Du fait de ces caractéristiques plus élevées et de leur stabilité une fois transformés. les résines thermodurcissables sont jusqu'à présent les plus utilisées dans l'industrie des composites à matrice organique [18].

### I. 3. 3. Les charges et additifs :

Au sein de la matrice on incorpore des différents produits en quantités variables pour lui conférer des bonnes nouvelles caractéristiques particulières sans affecter sa structure moléculaire de base, comme même pour lui permettre de remplir davantage de fonctions techniques.

Les charges et les additifs jouent un rôle essentiel dans l'amélioration des caractéristiques mécaniques et physiques du produit fini, ainsi que pour faciliter la mise en œuvre.

#### I. 3. 3. 1. Les charges :

Les charges sont des particules solides non miscibles ajoutées en quelques dizaines de % à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les caractéristiques mécaniques, électriques ou thermiques, d'amélioration l'aspect de surface ou bien de réduire le prix de revient du matériau transformé, comme le montre dans la figure (I.6):

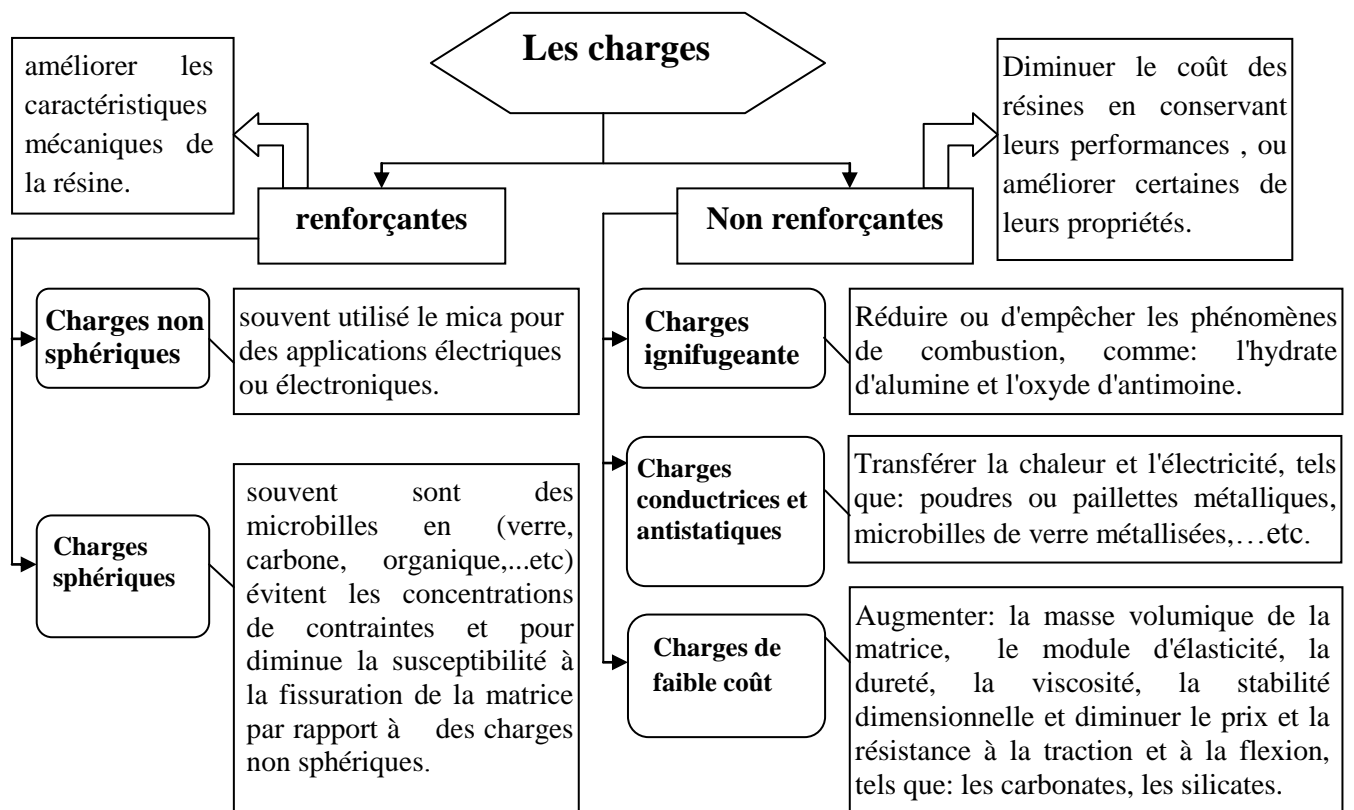


Figure (I.6) : Les types de charges [16].

### I. 3. 3. 2. Les additifs :

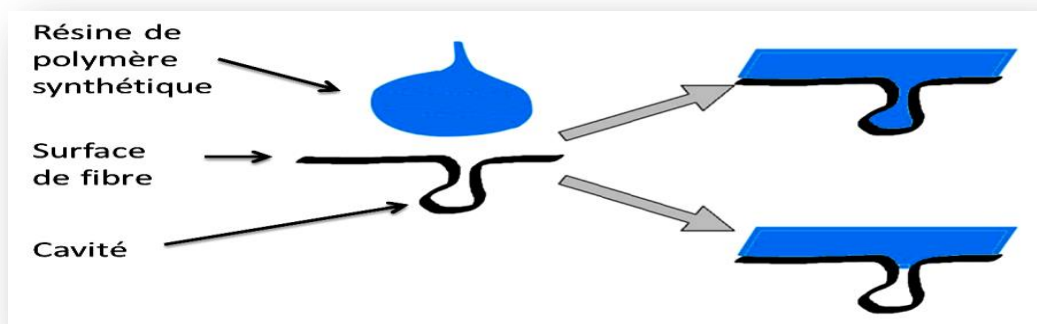
La Commission européenne définit les additifs comme des substances incorporées dans les résines pour obtenir un effet technique sur le produit fini et de meilleure performance lorsqu'il est utilisé [19], ces substances sont ajoutées en faible quantité de quelques % et moins, destinées à modifier ou améliorer leur comportement rhéologique en machine de transformation, ou bien d'assurer une adhérence adéquate entre le renforcement et la matrice.

Suivant les cas, on ajoute généralement: des lubrifiants et agents de démoulage, des pigments et colorants, des agents anti-retraits, des agents anti-ultraviolets, des accélérateurs, des catalyseurs,...etc. [16, 20].

### I. 4. L'interface fibre/matrice et l'adhésion mécanique :

En effet, un des modes d'endommagement dans les composites est la rupture à l'interface, cette dernière est une surface de contact entre la matrice et le renfort et joue un rôle très important pour comprendre le comportement mécanique et la durabilité des matériaux, mais n'intervient pratiquement jamais dans le calcul de structure composite. Où la transmet les contraintes entre la matrice et le renfort lors d'une sollicitation et sans déplacement relatif [7, 21].

Au niveau de la surface des fibres naturelles (en particulier de la fibre végétale de cellulose), il y a toujours des saillies, des cavités et des pores aident à l'occurrence d'adhésion en couche fine. Lors de l'élaboration du composite, la matrice à l'état liquide visqueux peut pénétrer dans les cavités et les pores de la surface du fibres pour former une intégration structurelle (voire la figure (I.7)), où le taux d'encrages mécaniques augmentent avec la porosité de surface [22-24].



**Figure (I.7):** La formation d'un ancrage mécanique à l'interface [21].



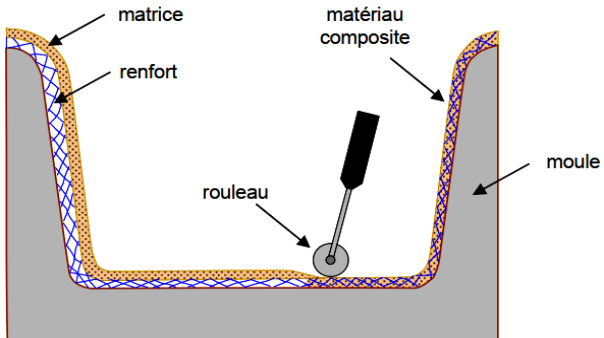
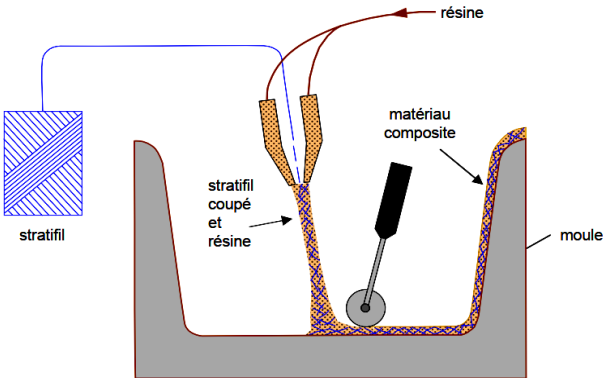
L'interface peut être considérée comme un point faible du composite d'un point de vue mécanique [25], son comportement mécanique est influencé par des nombreux facteurs conduisent au vieillissement du composites, comprennent la température, l'UV et l'humidité qui diminue les modules et augmenter la déformation [26].

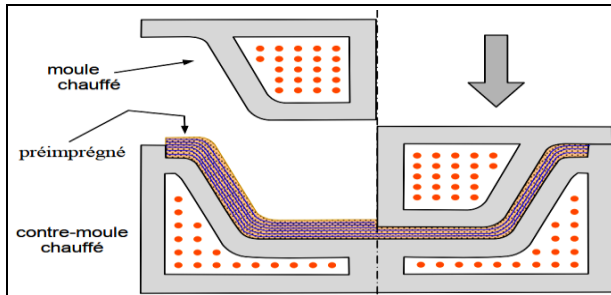
### I. 5. Procédés d'élaboration:

Les matériaux composites sont obtenus généralement par le moulage, le choix de ce dernier se fait en fonction:

- De la quantité et du coût des pièces à produire.
- Du risque de déformation et des tolérances dimensionnelles.
- Du type de matière et de la nature des charges et des renforts.
- Des dimensions des pièces.
- Des difficultés de moulage.
- Des opérations de finition [27].

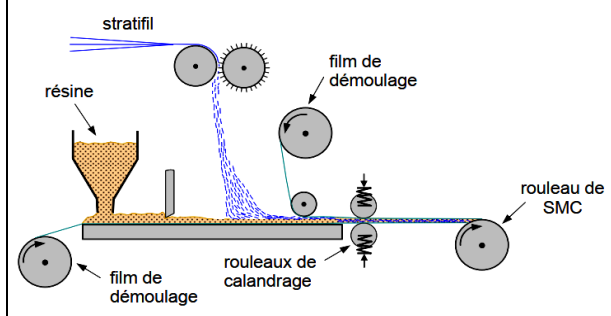
Les procédés les plus importants sont indiqués dans le tableau (I.3):

La procédée	Les caractéristiques
 <p>The diagram shows a cross-section of a mold (moule) containing a matrix (matrice) and reinforcement (renfort). A composite material (matériau composite) is being applied to the mold walls. A roller (rouleau) is used to compact the material. Labels include: matrice, renfort, matériau composite, moule, and rouleau.</p> <p><b>Figure (I.8):</b> Moulage au contact [16].</p>	<p>Procédé manuel pour la réalisation de pièces à partir de résines thermodurcissables, à température ambiante et sans pression. Les renforts sont déposés sur le moule et imprégnés de résine liquide, accélérée et catalysée. après durcissement de la résine, la pièce est démoulée et détournée. Elle est généralement pratiquée soit pour réaliser des pièces unitaires, soit pour des séries pouvant aller jusqu'à un millier de pièces par an [28,29].</p>
 <p>The diagram shows a cross-section of a mold (moule) with a composite material (matériau composite) being applied. A resin (résine) is being projected onto the mold walls. A roller (rouleau) is used to compact the material. Labels include: stratifil, stratifil coupé et résine, matériau composite, moule, and résine.</p> <p><b>Figure (I.9):</b> Moulage par projection simultanée [16].</p>	<p>C'est une évolution du procédé de moulage au contact et est particulièrement adaptée aux pièces de moyennes et grandes dimensions et de formes simples, ce est effectué par projection simultanée de fibres coupées et résine catalysée sur un moule, après projection sur le moule, un travail manuel de roulage et de dé bullage est nécessaire pour bien plaquer ou compacter le mélange fibres-résine sur le moule et éliminer au maximum les bulles générées par le système de projection [29,30].</p>



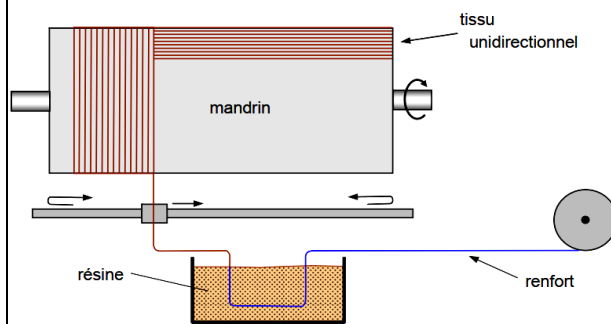
**Figure (I.10):**Injection thermodurcissable BMC [16].

Les renforts sont mis en place entre le moule et le contre moule. La résine est injectée. La pression de moulage est faible [31]. Les avantages sont : réalisation de grande série, faible coût matière, peu de finition, temps de cycle. Les limites sont : le taux et la longueur des renforts et les propriétés mécaniques du composite obtenu [30].



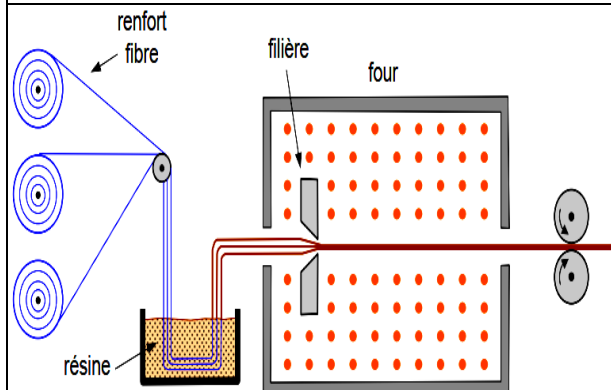
**Figure (I.11):**Compression thermodurcissable SMC [16]

Le principe consiste à déposer des feuilles de préimprégnés dans un contre moule chauffé, de comprimer le matériau avec un moule chauffé, polymérisation puis éjection de la pièce, ce procédé utilisé dans la production en grandes séries et les pièces d'aspect. Ces avantages sont : coût matière, propriétés mécaniques et thermiques. Les limites sont l'aspect, le dimensionnement des presses et la finition [28, 30].



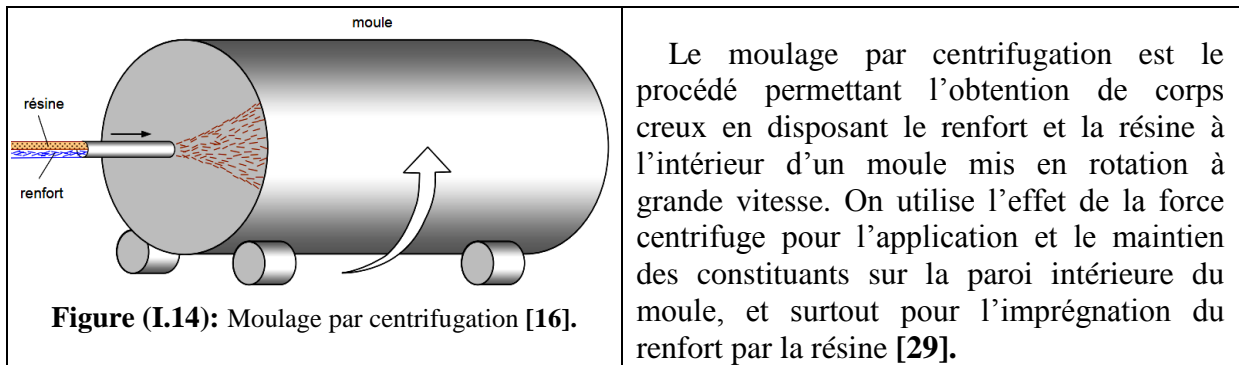
**Figure (I.12):**Enroulement filamentaire [16].

Le renfort imprégné de résine catalysée est enroulé avec une légère tension, sur un mandrin cylindrique ou de révolution en rotation. Ce type de moulage est bien adapté aux surfaces cylindriques et sphériques, et permet une conception avancée des pièces. Les avantages sont la disposition optimale des renforts, les très bonnes propriétés mécaniques, possibilité de réaliser des pièces de grandes dimensions avec des surfaces internes lisses [16, 30].



**Figure (I.13):**Moulage par pultrusion [16].

Dans le cas du matrice thermodurcissable qui représente 95 % du total des produits pultrudés, Les fibres de renforcement sont préalablement imprégnées d'une résine liquide puis tirées au travers d'une filière (conformateur) qui donne la géométrie du profilé à obtenir. Sous l'action de la chaleur et du catalyseur, la résine, dans la filière, se transforme chimiquement de façon irréversible en une matrice solide, insoluble et infusible [32], ce procédé Utilisé pour les composites hautes performances industrielles [30].

**Tableau (I.3):** Les procédés de fabrication des matériaux composites

## I. 6. Avantages et inconvénients des composites :

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

- Légèreté.
- Rigidité.
- Bonne résistance à la fatigue et aussi à la corrosion.
- Insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants.
- Possibilité de concevoir le matériau selon le besoin (pour les sandwichs et les stratifiés) , d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit.

Cependant certains inconvénients freinent leur diffusion :

- La sensibilité à la chaleur.
- Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication.
- La gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte.
- Le recyclage est actuellement très limité parce que le broyage ou les autres procédés sont très coûteux et fournissent une matière de faible qualité [33, 34].

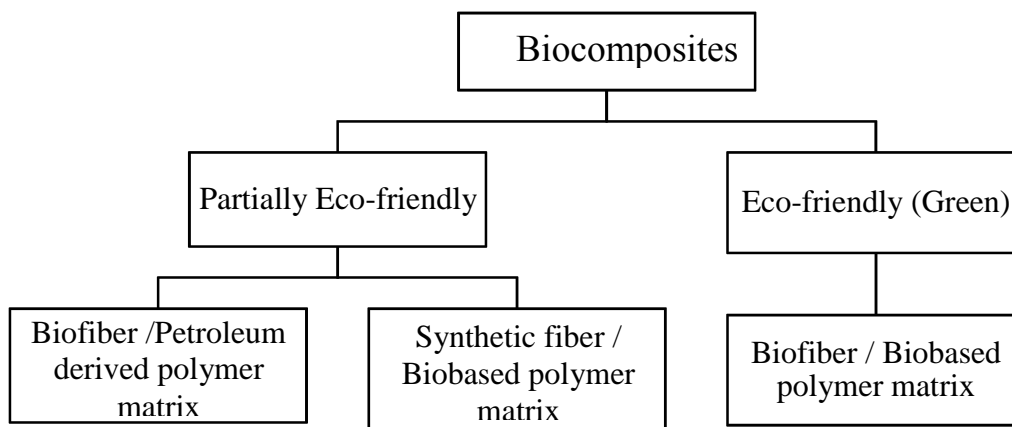
Ces quelques inconvénients et défis à relever, ont poussé les chercheurs et les pouvoirs publics à investir et orienter les recherches vers les ressources renouvelables et biodégradables [34].

## I. 7. Les biocomposites :

Dans nos jours, l'utilisation des ressources renouvelables dans les matériaux composites devient de plus en plus fréquente, exigeantes et étudiées, en raison de leurs importance économique, environnementale et mécanique, et leur larges applications, sont des matériaux aux appellations diverses (bio composite, biodégradable, biocompatible, etc.) [35].

Un biocomposite est un matériau composite dont l'une des parties au moins, renfort ou matrice, est issue de ressources renouvelables, tels que des renforcements de fibres naturelles ou des biopolymères.

Les biocomposites présentent différents niveaux de respect de l'environnement en fonction de leurs matériaux constitutifs et de leur biodégradabilité. La Figure (I.15) présente un schéma de ces catégories de biocomposites d'après la définition actuelle. Selon le type de polymère utilisé, ces composites peuvent également être entièrement biodégradables, suggérant ainsi le plus haut niveau d'avantages économiques et environnementaux [36].



**Figure (I.15) :** Classification des biocomposites [36].

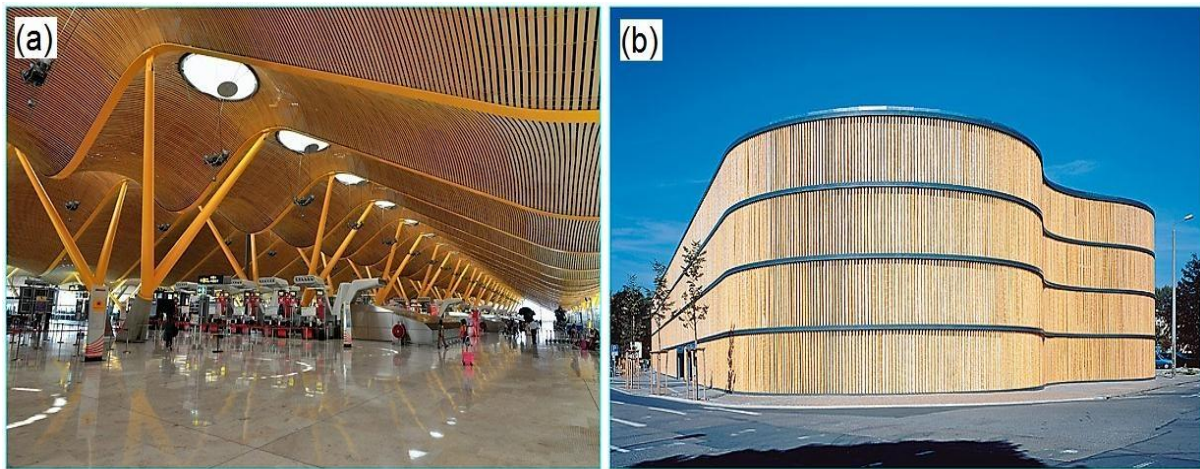
Les biocomposites ayant des propriétés mécaniques élevées sont la cible de nombreux efforts de recherche, Cependant, l'état immature des biopolymères, la variabilité des propriétés des fibres et les difficultés de traitement des composites ont limité leurs performances, empêchant ainsi leur capacité à concurrencer les matériaux composites synthétiques traditionnels. Néanmoins, l'avantage évident des biocomposites du point de vue environnementale a encouragé de nouveaux efforts pour développer de nouveaux matériaux, ainsi que pour caractériser et améliorer les propriétés des matériaux biocomposites actuellement développés. Il est prévu qu'une industrie des biocomposites performante, respectueuse de l'environnement et économiquement stable soit possible avec de tels progrès continus [37].

### **I. 7. 1. Domaine d'application :**

L'industrie des biocomposites renforcés avec les fibres naturelles a connu une croissance continue en raison des progrès technologiques et des applications accrues pour ces matériaux, leur utilisation s'inscrit dans une démarche d'éco-conception. Le développement de granulés thermoplastiques renforcés par des fibres naturelles végétales est utilisé dans des différents



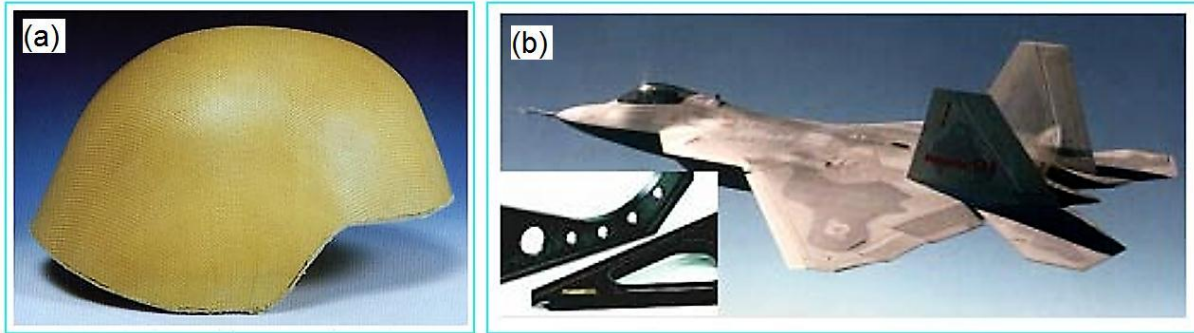
domaines (cosmétique, automobile, horticulture, électroménager, mobilier urbain, outillage...) [38], Les figures (I.16) à (I.20) montrent quelques ces applications.



**Figure (I.16) :** Conception et applications innovantes des biocomposites en fibres de bambou dans : (a) l'aéroport Adolfo-Suárez de Madrid-Barajas et (b) Parking garage (Zoo de Leipzig, Allemagne) [39].



**Figure (I.17) :** Applications de plastiques renforcés de fibres naturelles dans les produits de construction [40].



**Figure (I.18) :** Application des composites à fibres naturelles dans le secteur militaire :  
(a) Casque militaire léger à base de composite renforcé avec des fibres naturelles et  
(b) pièces structurales de l'avion de chasse de Lockheed Martin 'F-22 Raptor' fabriqué avec des composites renforcés avec des fibres naturelles [41].



**Figure (I.19) :** Composites thermoplastiques renforcés avec les fibres de bambou [39].



**Figure (I.20) :** Quelques applications de fibres naturelles dans le domaine de l'automobile [42].



## Références bibliographiques

- [1] Roudgé, M., *Modélisation expérimentale par les réseaux de neurones du perçage multi-matériaux*, 2011, Bordeaux 1.
- [2] Nechad, H., *Evaluation de l'endommagement et de la rupture de matériaux hétérogènes par ultrasons et émission acoustique: Estimation de la durée de vie restante*. Thesea l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2004.
- [3] Jones, R.M., *Mechanics of composite materials* 2014: CRC press.
- [4] Callister, W.D. and D.G. Rethwisch, *Materials science and engineering: an introduction*. Vol. 7. 2007: John Wiley & Sons New York.
- [5] Dermarkar, S., *Matériaux composites à matrice métallique*. Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques, 1990(M250): p. M250. 1-M250. 16.
- [6] Bourban, P.-E., *Matériaux composites à matrice organique: constituants, procédés, propriétés*. Vol. 15. 2004: PPUR presses polytechniques.
- [7] Gharbi, A., *Analyse des fissurations des matériaux composites et détermination de leur délaminage utilisant des capteurs piézo-électriques*, 2005.
- [8] Klárová, M., *Composite materials*, 2015, VSB.
- [9] Boudenne, A., *Etude expérimentale et théorique des propriétés thermophysiques de matériaux composites à matrice polymère*, 2003, Paris 12.
- [10] El Hadji Babacar, L., *Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose*, 2008, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- [11] Swier, S., G. Van Assche, and B. Van Mele, *Reaction kinetics modeling and thermal properties of epoxy-amines as measured by modulated-temperature DSC. I. Linear step-growth polymerization of DGEBA+ aniline*. Journal of Applied Polymer Science, 2004. **91**(5): p. 2798-2813.
- [12] Mokhtari, A., *Influence des ajouts de fines minérales sur les Performances Mécaniques des Bétons Renforcés de Fibres Végétales de Palmier Dattier*, in *université Ouargla, thèse de magister* 2006.
- [13] Nijssen, R.P.L., *Composite Materials an introduction* 2015.
- [14] Dutt, M.K., *Investigations on dynamic properties of polymer based composites*, 2012.
- [15] Peters, S.T., *Handbook of composites* 2013: Springer Science & Business Media.

- [16] Berthelot, J.-M., *Matériaux composites*. Edition TEC et DOC, Paris 1999.
- [17] Gornet, L., *Généralités sur les matériaux composites*. 2008.
- [18] Paris, C., *Étude et modélisation de la polymérisation dynamique de composites à matrice thermodurcissable*, 2011, INPT.
- [19] Limited, R.T., *Addcon World 2005: Conference Proceedings 2005*: iSmithers Rapra Publishing.
- [20] Carette, L., *Généralités sur les adjuvants*. Techniques de l'ingénieur. Plastiques et composites, 1993. **2**(A3230): p. A3230. 1-A3230. 3.
- [21] Nardin, M., *Interfaces fibre-matrice dans les matériaux composites. Application aux fibres végétales*. Revue des composites et des matériaux avancés, 2006. **16**(1): p. 49.
- [22] Ho, P., et al., *Fundamentals of Adhesion*, 1991, New York: Plenum Press.
- [23] Kinloch, A., *Adhesion and adhesives: science and technology*. 1987. City: London, Chapman and Hall, 1987.
- [24] Schultz, J. and M. Nardin, *Theories and mechanisms of adhesion, in adhesion promotion techniques (edited by Mittal KL, et al)*, 1999, New York: Marcel Dekker, Inc.
- [25] Khavandi, A., *Etude de la déformation non élastique de composites unidirectionnel verre-résine époxyde: prévision du comportement mécanique (module dynamique, fluage)*, 1997, Lyon, INSA.
- [26] Nguyen, D.C., *Caractérisation de l'interface fibre/matrice: application aux composites polypropylène/chanvre*, 2016, Troyes.
- [27] CHEVALIER, M., *Moulage haute pression des matières thermodurcissables*. Techniques de l'ingénieur. Plastiques et composites, 1996(A3710a): p. A3710a. 1-A3712. 4.
- [28] CARMA, *Glossaire des matériaux composites*. 2006.
- [29] BERBAIN, F., A. CHEVALIER, and C. Choudin, *Mise en oeuvre des composites: Méthodes et matériels*. Techniques de l'ingénieur. Plastiques et composites, 1997(A3720): p. A3720. 1-A3720. 34.
- [30] Bahlouli, N., *Comportement mécanique en température du pli élémentaire d'un stratifié carbone/epoxy*, 1994, Cachan, Ecole normale supérieure.
- [31] Gay, D., *Matériaux Composites. 5ème édition*, Ed. Hermès 2005.
- [32] Binse, P., *Fabrication de profilés en composites par pultrusion* 1995: Ed. Techniques Ingénieur.



- [33] Vannucci, P., *Matériaux composites structuraux*, 2007, Université de Versailles et Saint-Quentin-en-Yvelines.
- [34] Ly, E.H.B., *Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose*, 2008, Grenoble INPG.
- [35] Gay, D., *Matériaux composites, 4 e édition revue et augmentée*. Hermès-Paris, 1997.
- [36] Misra, M. and L.T. Drzal, *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites* 2005: Taylor & Francis.
- [37] Cutter, A.G., *Development and characterization of renewable resource-structural composite materials*, 2008, UC San Diego.
- [38] Sreekala, M., et al., *Oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites: influence of fibre surface modifications on the mechanical performance*. *Applied Composite Materials*, 2000. **7**(5-6): p. 295-329.
- [39] Suhaily, S.S., et al., *Bamboo based biocomposites material, design and applications*, in *Materials Science-Advanced Topics* 2013, IntechOpen.
- [40] Farsi, M., *Thermoplastic matrix reinforced with natural fibers: a study on interfacial behavior*, in *Some critical issues for injection molding* 2012, IntechOpen.
- [41] Van Rijswijk, K., W. Brouwer, and A. Beukers, *Application of natural fibre composites in the development of rural societies*. Delft: Delft University of Technology, 2001.
- [42] Teles, M.C.A., et al., *Evaluation of the diameter influence on the tensile strength of pineapple leaf fibers (PALF) by Weibull method*. *Materials Research*, 2015. **18**: p. 185-192.

# **Chapitre II**

Les biocomposites à fibres végétales

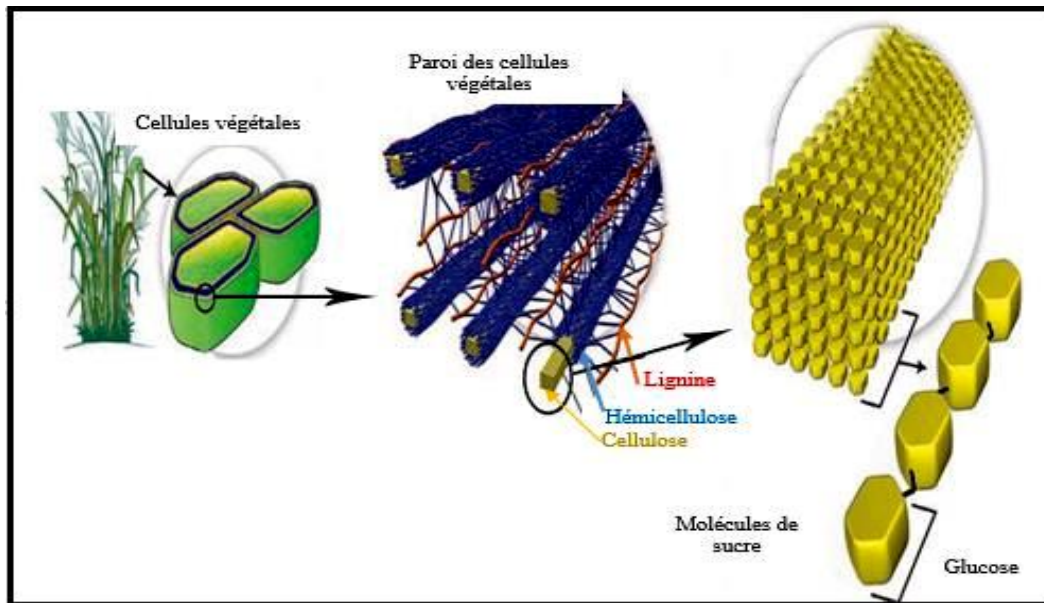
## II. Introduction:

Au cours des dernières années, les problèmes liés aux questions environnementales ont motivé des recherches approfondies sur les matériaux écologiques. Un intérêt particulier a été accordé à l'utilisation des fibres obtenues à partir de sources végétales renouvelables dans les matériaux composites [1-4]. Une combinaison de propriétés mécaniques et physiques intéressantes et de leurs avantages environnementaux a été le principal moteur de leur utilisation comme alternative aux renforcements classiques. Les fibres végétales ou de cellulose présentent un ensemble d'avantages importants, tels qu'une large disponibilité à un coût relativement bas, bio-renouvelabilité, capacité de recyclage, biodégradabilité, nature non dangereuse, l'empreinte carbone nulle et des propriétés physiques et mécaniques intéressantes (faible densité et résistance bien équilibrée, la rigidité et la force) [5, 6].

L'incorporation des fibres végétales à savoir le lin [7], le chanvre [8], le jute [9], le ramie [10], le sisal [11], le kenaf [12], le coco [13], le abaca [14] et d'autres fibres, dans des matériaux thermoplastiques ou thermodurcissables en remplacement des fibres de verre est un concept qui commence à être industrialisé et commercialisé. Les composites renforcés par des fibres végétales trouvent des applications dans la fabrication des habitacles de plusieurs marques de voitures [15-17], de petits bateaux et kayaks [18-20], et même dans la boiserie et les constructions en génie civil ou bien dans des structures secondaires dans des applications qui répondent au souci de la préservation de l'environnement [21, 22].

### II. 1. Définition de la fibre végétale :

Les fibres végétales sont des structures biologiques constituées essentiellement de fibrilles de cellulose, maintenues ensemble par une matrice composée principalement de lignine et d'hémicellulose Figure (II.1). Les fibrilles de cellulose sont orientées en hélice suivant un angle nommé angle microfibrillaire [20]. Les conditions climatiques, l'âge et le processus de digestion influe non seulement sur la structure des fibres, mais aussi la composition chimique [2].



**Figure (II.1):** Structure et composition d'une paroi végétale [23].

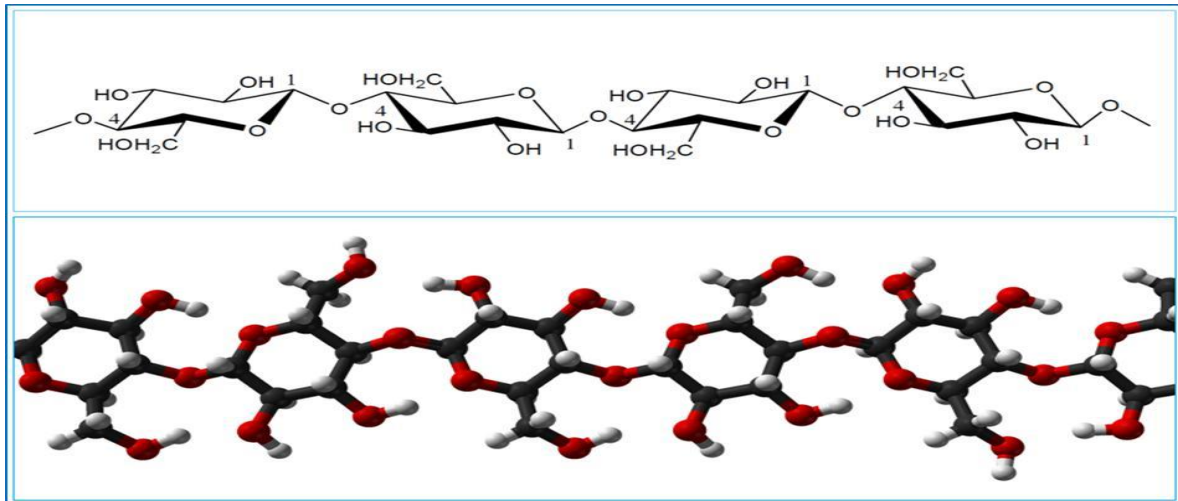
## II. 2. Composition chimique des fibres végétales :

Les principales composantes des fibres végétales sont la cellulose ( $\alpha$ -cellulose), l'hémicellulose, la lignine, la pectine, et les cires [2, 4].

### II. 2. 1. La Cellulose :

La cellulose est le composant essentiel de toutes les plantes des fibres. En 1838, Anselme Payen [24] a suggéré que les parois cellulaires d'un grand nombre de plantes sont constituées de la même matière, à laquelle il donna le nom de cellulose. D'un point de vue chimique, La cellulose est un polymère naturel linéaire constitué par unités répétitives de glucoses ( $C_6H_{11}O_5$ ) reliées entre elles par une liaison glycosidique du type  $\beta$ 1-4 comme indiqué sur la Figure (II.2) [2, 4, 25]. Les nombreux groupements hydroxyles (OH) sont responsables du comportement physico-chimique de la cellulose [25]. La cellulose n'est pas hydrosoluble ; mais fortement hydrophile [26].

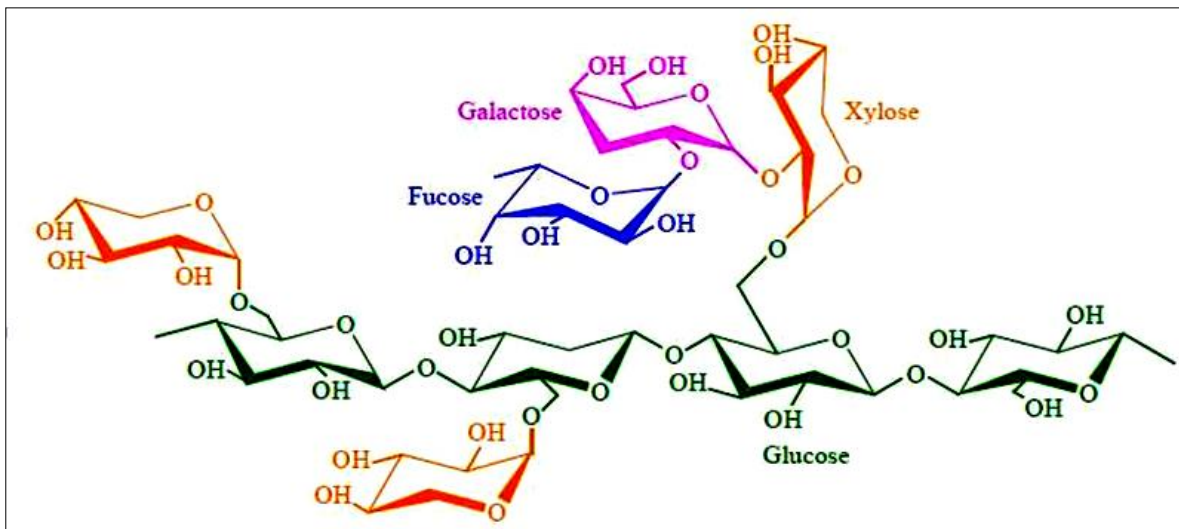
La cellulose résiste aux fortes solutions alcalines (jusqu'à 17,5% en poids) ; mais elle est facilement hydrolysée par l'acide en sucres hydrosolubles. La cellulose est relativement résistante aux agents oxydants. La cellulose est responsable de la résistance mécanique de la plante [4].



**Figure (II.2):** Représentation schématique de la structure de la cellulose [27].

### II. 2. 2. L'hémicellulose :

Les hémicelluloses forment la matrice de support des microfibrilles de cellulose [28] . sont des polymères amorphes, de masse moléculaire plus faible que celle de la cellulose. Ils contiennent plusieurs unités de sucre (xylose, arabinose, galactose, glucose, ...) et plusieurs branchements différents, Figure (II.3) [29].

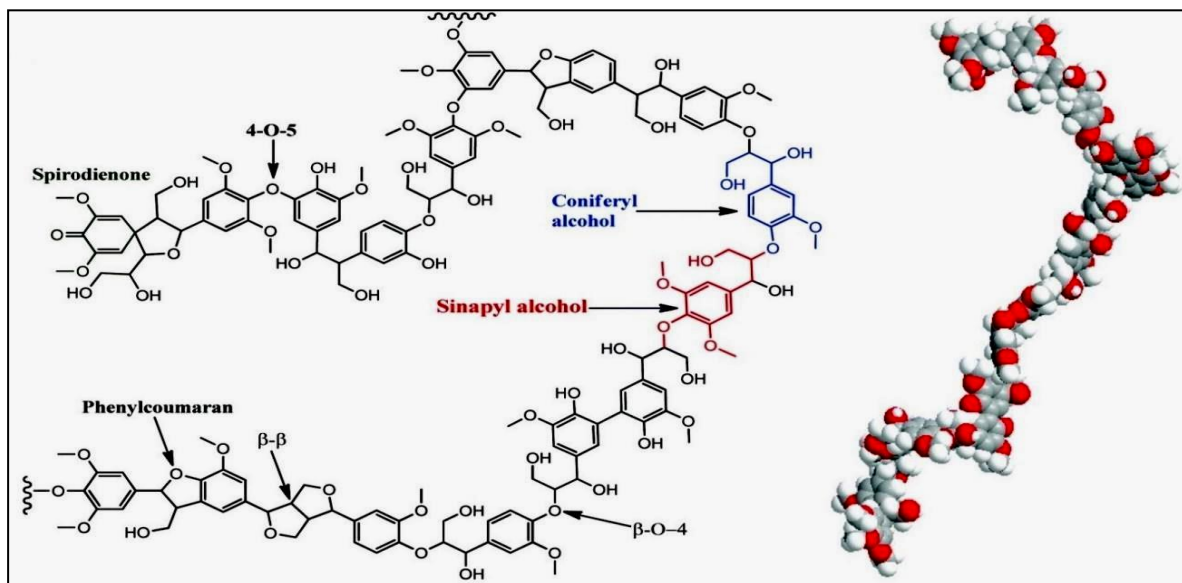


**Figure (II.3):** Exemple de structure chimique d'hémicelluloses (xyloglucanes) [26].

L'hémicellulose est très hydrophile (travers l'interface (groupes hydroxyles)), soluble dans les solutions alcalines et facilement hydrolysée dans les acides [4]. L'hémicellulose est responsable de la biodégradation, l'absorption d'humidité et de la dégradation thermique de la fibre [30], en outre de l'élasticité des fibres [29].

### II. 2. 3. La lignine :

La lignine est un polymère hydrophobe qui se situe entre les micro-fibrilles de cellulose et d'hémicellulose jouant le rôle d'un liant qui permet de les fixer les uns aux autres afin de former la paroi cellulaire [31, 32], c'est un polymère hydrocarboné complexe à constituants aliphatiques et aromatiques [4]. La lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant trois unités différentes de type phénylpropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique (Figure II.4) [25]. La lignine a une structure très hétérogène qui varie en fonction des différentes espèces végétales.

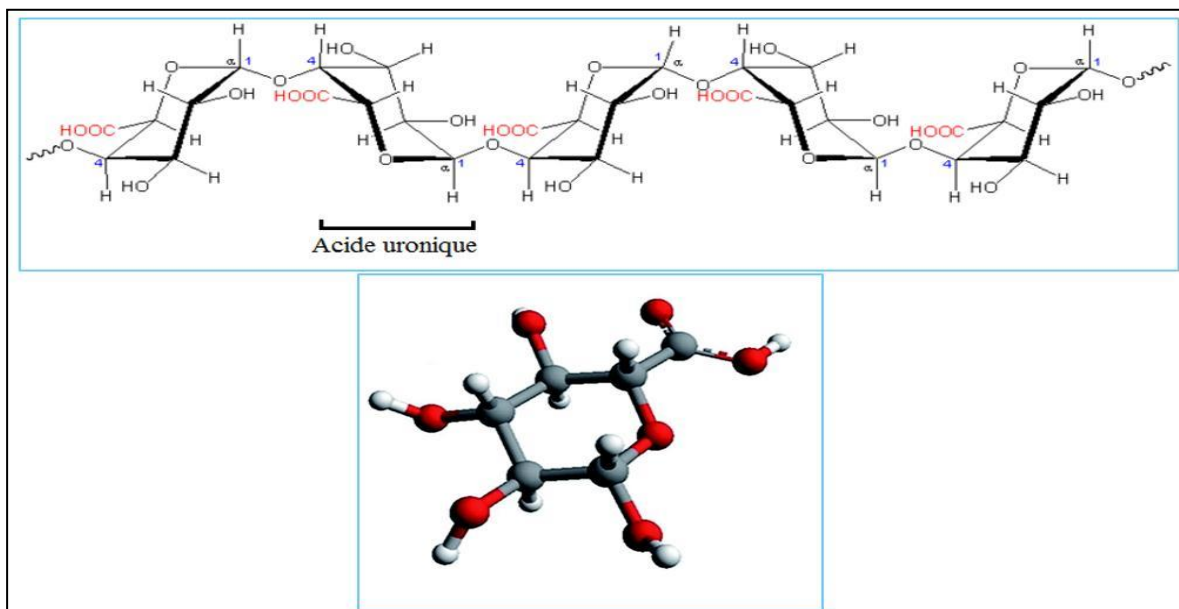


**Figure (II.4):** Représentation de la structure de la lignine et modèle moléculaire de la lignine dérivée du bois [33].

La lignine est non hydrolysée par des acides ; mais soluble dans une solution alcaline chaude. La lignine est totalement amorphe et de nature hydrophobe. C'est le composé qui donne la rigidité aux plantes [4], et contribue à leur protection contre certaines attaques parasitaires [34]. La lignine est thermiquement stable ; mais elle est responsable de la dégradation de la fibre par les ultraviolets (UV) [30]. Il possède des propriétés mécaniques largement inférieures à celle de la cellulose, environ 4 GPa en module élastique alors que pour la cellulose cette valeur peut aller jusqu'à 135 GPa [2]. L'élimination de la lignine devient donc souhaitable pour de meilleures propriétés mécaniques des fibres unitaires.

### II. 2. 4. La pectine :

Les pectines jouent un rôle capital dans l'architecture de la paroi végétale. Ces substances pectiques sont présentes avec des proportions variées dans la plupart des végétaux (environ 1% dans le bois). Elles jouent le rôle de ciment intercellulaire et contribuent à la cohésion des tissus végétaux [35]. La pectine est un polymère de polysaccharides acide qui se compose essentiellement par un enchainement d'acide uronique lié en 1-4 (figure II.5). Les molécules de pectine possèdent des fonctions carboxyles qui les dotent d'une capacité à échanger des ions [26]. La pectine donne aux plantes leur flexibilité [4]. Elle est comme la lignine thermiquement stable ; mais elle est aussi responsable de la dégradation de la fibre par les UV [30].

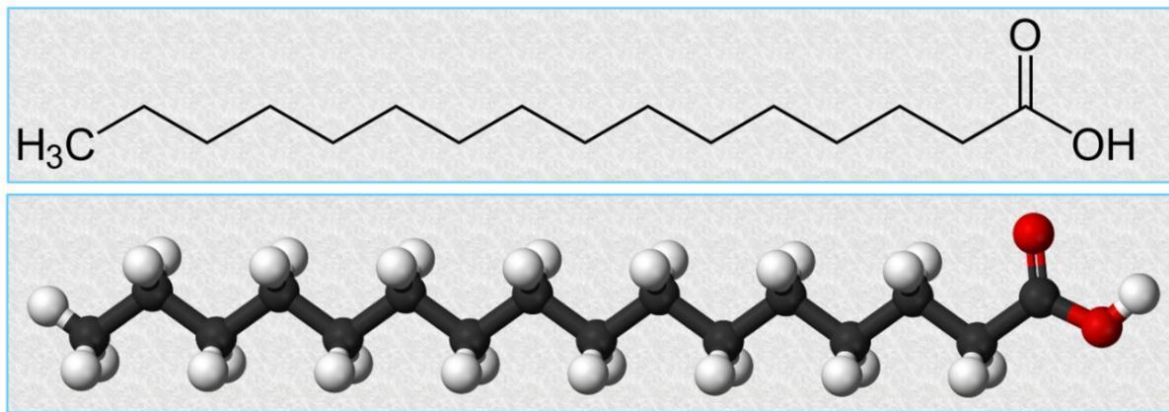


**Figure (II.5):** Structure de la chaîne principale d'une molécule de pectine [26, 36].

### II. 2. 5. La cire :

Les cires sont des composantes des fibres végétales qui peuvent être extraites avec des solutions organiques. Elles sont constituées de différents types d'alcools insolubles dans l'eau et de plusieurs acides comme l'acide palmitique, l'acide oléagineux et l'acide stéarique (figure II.6) [2, 4].





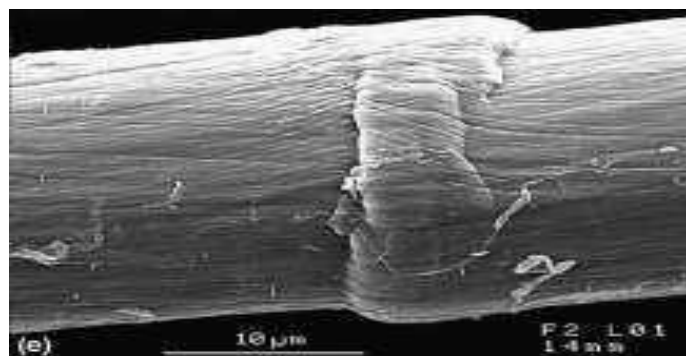
**Figure (II.6):** Structure et modèle moléculaire de l'acide palmitique [37, 38].

## II. 3. Propriétés usuelles des fibres végétales :

### II. 3. 1. Propriétés mécaniques de la fibre végétale :

La grande variabilité constitutive et anatomique de la fibre végétale implique une variabilité de leurs propriétés mécaniques [39], ces propriétés sont principalement déterminées par la composition chimique et physique telle que la structure des fibres, teneur en cellulose, l'angle microfibrillaire, la section et le degré de polymérisation [2, 40].

La faiblesse de la masse volumique des fibres végétales (1,2 à 1,5 g/cm<sup>3</sup>) confère à ces matériaux des propriétés mécaniques spécifiques intéressantes. Les fibres longues ont la résistance à la traction ven traction plus faibles que les fibres courtes, du fait que les premières ont de plus grandes probabilités de contenir des défauts de formation (figure II.7) [39].

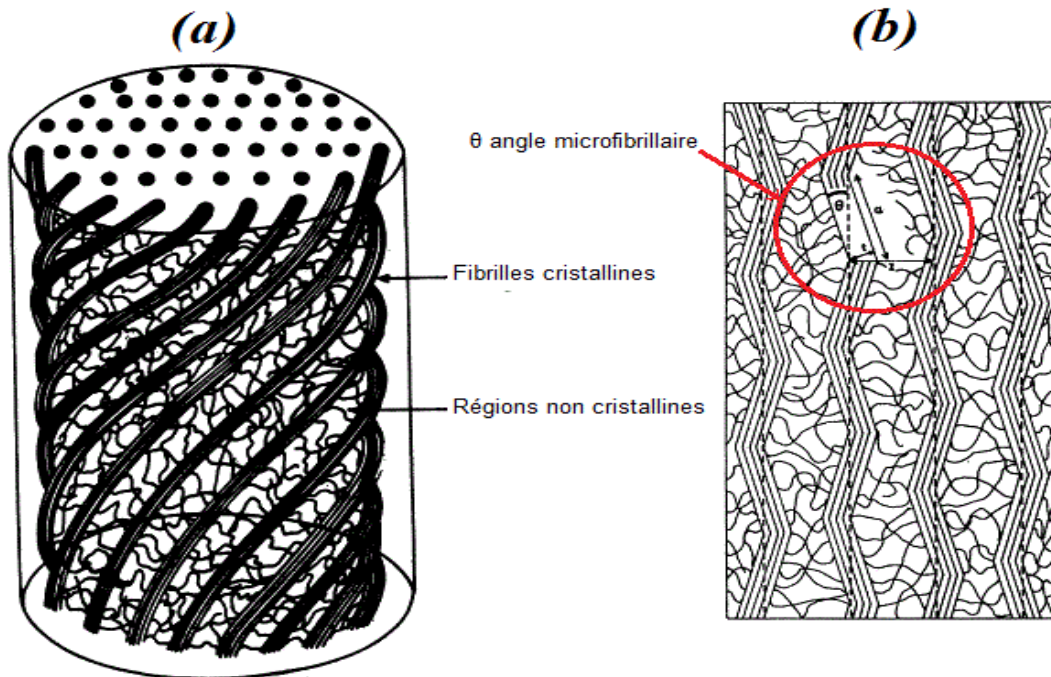


**Figure (II.7):** Exemple de défaut structural sur une fibre de lin [39].

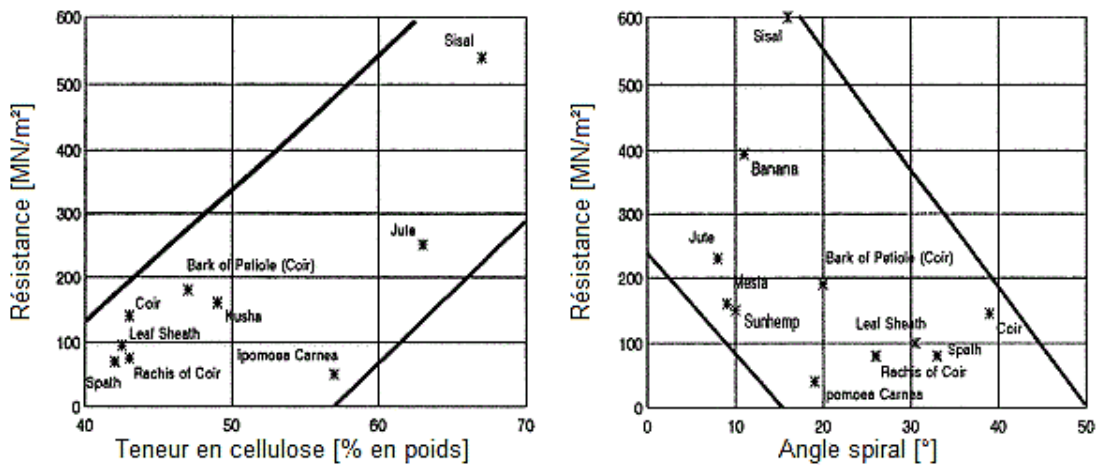
De plus, la résistance et la rigidité des fibres augmentent avec l'augmentation de la teneur en cellulose et avec la diminution de l'angle microfibrillaire. Par exemple, les fibres naturelles ayant une teneur élevée en cellulose et un faible angle microfibrillaire ont montré des



résistances à la traction plus élevées que celle ayant une faible teneur en cellulose et un grand angle spiral (figures II.8 et II.9). Par contre, les fibres végétales à grand angle microfibrillaire sont plus allongeable que les fibres à faible angle microfibrillaire [2, 40]. Dans une autre étude, John et Thomas en Inde [4] ont constaté que si les microfibrilles ont une orientation spirale vers l'axe de la fibre, les fibres végétales sont plus ductiles. Tandis que si les microfibrilles sont orientées parallèlement à l'axe de la fibre, les fibres végétales seront rigides et présentent une résistance à la traction élevée.



**Figure (II.8):** Modèle descriptif de la rigidité de la fibre végétale (a) couches S2 dans une vue en 3D, (b) couches S2 projeté dans une vue 2D [2].



**Figure (II.9):** Variation de la résistance des fibres végétales en fonction de la teneur en cellulose et l'angle spiral [2].

### **II. 3. 2. Propriétés physiques des fibres végétales :**

Généralement une fibre végétale est caractérisée par son diamètre, sa densité, sa teneur en eau et son pourcentage d'absorption d'eau [41].

### **II. 3. 3. Propriétés écologiques des fibres végétales :**

- La fibre végétale est naturelle et ne cause pas d'irritation pour la peau.
- Plus de confort pendant la manipulation et renouvelables [42].

### **II. 3. 4. Des autres propriétés spéciales des fibres végétales :**

La fibre végétale présente plusieurs propriétés fondamentales qui définissent le comportement de la fibre, elle peut être :

- Bonne isolation thermique.
- Bonne absorption des vibrations.
- Bonne isolation acoustique.
- Fibres moins abrasive [43].

## **II. 4. Paramètres influençant les propriétés des fibres végétales :**

Plusieurs facteurs peuvent influencer les propriétés des fibres. On peut notamment distinguer l'influence des conditions : i) culturelles de la plante pendant sa croissance (variété de semis, terrain, traitements phytosanitaires, engrais, maturité), ii) climatiques (saison, température, pluviométrie) et les étapes de l'élaboration (séchage, rouissage, teillage, filature, traitements). Par ailleurs, la géométrie des fibres testées a une influence sur les propriétés. En effet, il apparaît que le module d'Young a tendance à diminuer avec le diamètre moyen [44-46] et la longueur [47, 48] de la fibre. Charlet [45] a rapporté que les fibres de lin, de la variété Hermès, localisées dans la zone médiane de la tige présentent, bien que de façon très dispersée, de meilleures propriétés mécaniques [49].

Les paramètres extrinsèques, tels que les techniques d'extraction des fibres [47], les traitements chimiques [47], mécaniques [50] ou biologiques [51] ainsi que les réglages des paramètres des procédés, les conditions d'essai (humidité, température, vitesse de sollicitation), ou encore les méthodes d'analyses (déformation, section), sont autant de facteurs pouvant avoir une influence importante sur les résultats [50] rouam.

## **II. 5. Présentation des fibres de spadice de palmier dattier :**

### **II. 5. 1. Introduction :**

Depuis le début du siècle, le palmier dattier a fait l'objet de plusieurs études morphologiques qui visent, soit l'identification des cultivars, soit l'établissement des listes des principaux cultivars dans leurs zones traditionnelles de culture. Mais ces études restent généralement descriptives et souvent incomplètes.

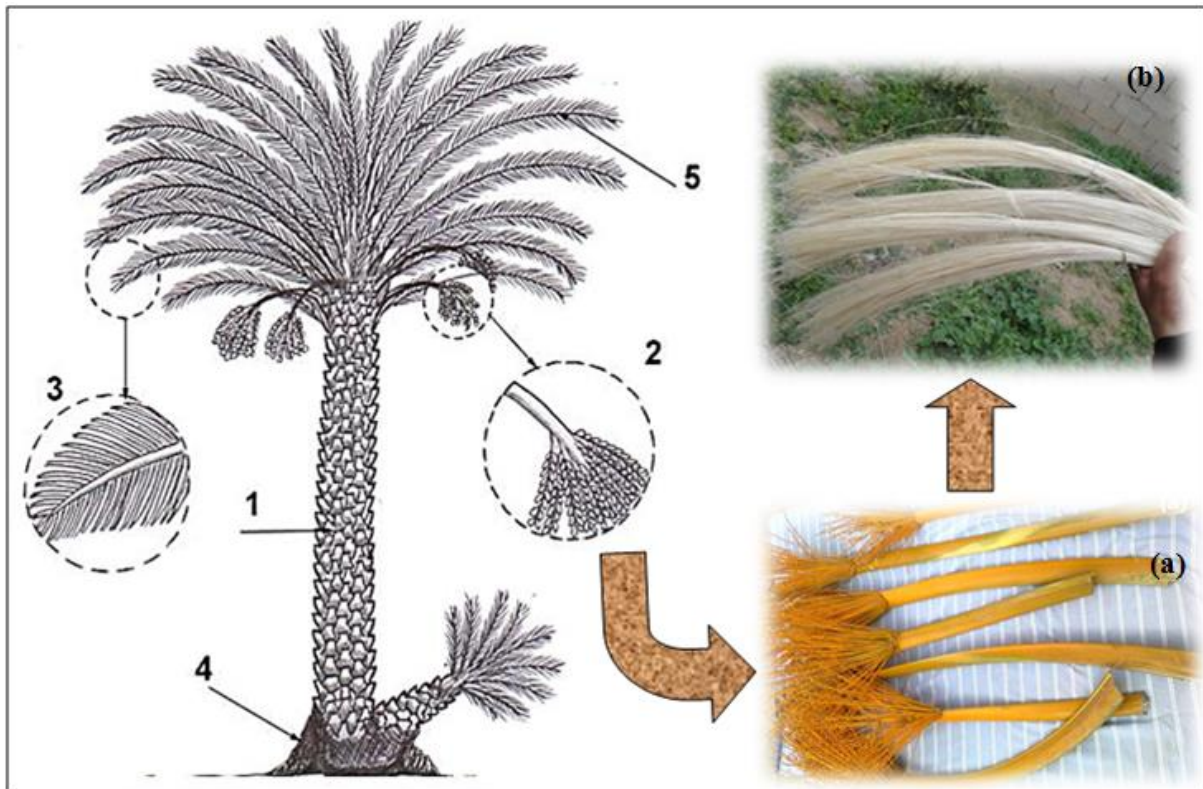
Selon les chercheurs, le palmier dattier est une source de matières premières pour des applications industrielles [52-54], où il serve de matériaux de construction. Tout d'abord, on se sert des stipes des palmiers pour établir la structure principale de la construction (charpente, poutre). Ensuite, pour réaliser la toiture, on se sert des feuilles qui ont la propriété de former une excellente couche étanche. Les cloisons intérieures quant à elles sont réalisées à partir de folioles tressées.

### **II. 5. 2. Etude morphologique du palmier dattier :**

Le palmier dattier appartient à la classe des monocotylédones (une feuille embryonnaire dans la graine). Les monocotylédones ont une organisation différente, ils n'ont pas de cambium (une couche mince située entre le bois et l'écorce), alors que le bois de palmier présentant une structure et des propriétés bien différentes de celle des autres arbres [55, 56].

En effet, le palmier est une herbe géante de 20 à 30 m de hauteur (figure I.1), au tronc cylindrique (le stipe), portant une couronne de feuilles pennées, divisées avec une longueur de 4 à 7 m. Il porte des inflorescences mâles ou femelles [57].

Le palmier dattier produit entre 5 à 15 bouquets de dattes par arbre. Chaque bouquet peut contenir jusqu'à 1000 dattes correspondant à un poids approximatif entre 6 à 8 Kg. un arbre de palmier commence à produire des dattes à partir de 3 ans, mais généralement entre 3 à 5 ans. Il peut rester vivant et productif pendant 150 ans environ [57]. La forme, la taille et la couleur des fruits varient selon la variété. Le palmier dattier a une structure fibreuse, possédant cinq types de fibres sont indiqués dans la figure II.10 [58]:



**Figure (II.10):** Arbre de palmier dattier et les fibres de spadice [58, 59].

(1) fibres de bois du tronc, (2) fibres de tige au niveau des tiges des péduncules et du support dattier (grappe), (3) fibres de feuilles au niveau des péduncules, (4) fibres de liffe (entre les Kornaf, le tronc est recouvert d'une bourre fibreuse que l'on appelle liffe), (5) fibres de surface autour de son tronc ou de base de palmes (pétiole), (a) bras de grappe du palmier dattier, (b) Fibres extraites des bras de palmier dattier.

### II. 5. 3. La disponibilité de palmier dattier en Algérie :

Au plan mondial, l'Algérie se classe à la 7<sup>ème</sup> position en termes de production derrière l'Egypte (1<sup>er</sup> producteur mondial), l'Iran, l'Arabie Saoudite, les EAU, l'Irak et le Pakistan. L'Algérie produit environ 10% de la production mondiale des dattes répartie dans les différentes régions de production avec plusieurs variétés dont les plus répondues sont: **Deglet Nour, El Ghers, Mech Degla, Degla Baida** [52, 60, 61]. Les autres variétés sont présentées dans le tableau (II.1).

Variétés	Nombre	Localisation
El Ghers	2.500.000	Oud Righ, Zibens, Oued souf, Ouargla, M'zeb, El Golia, Biskra(Tolga)

<b>Deglet Nour</b>	1.500.000	Oud Righ, Zibens, Oued souf, Ouargla, M'zeb, El Golia, Biskra(Tolga)
<b>Mech degla</b>	1.500.000	Oud Righ, Zibens, Oued souf, Ouargla, Biskra(Tolga)
<b>Tilemson</b>	500.000	Touat, El Boléa, Gourara, Tidikelt
<b>Tin-Nacer</b>	400.000	Touat, El Golia, Tidikelt
<b>Degla Beida</b>	300.000	Oud Righ, Zibens, Oued souf
<b>Tazerait</b>	100.000	M'zeb, Tidikelt, Saoura
<b>Tegaza</b>	70.000	Touat, Tidikelt, El Golia ,Hoggar
<b>Temjouhart</b>	50.000	El Golia, Gourara, M'zeb
<b>Takerbouch</b>	42.000	Tidikelt, Touat
<b>Tafezouine</b>	35.000	M'zeb, Oued souf, Oud Righ
<b>Tantebouch</b>	10.000	Oud Righ, Ouargla, Tidikelt
<b>Timedouel</b>	8.000	M'zeb, El Golia

**Tableau (II.1):** Différentes variétés de palmier dattier en Algérie [60].

## II. 6. Processus d'extraction des fibres végétales :

Les fibres végétales sont extraites des plantes par différentes méthodes mécaniques, chimiques et biologiques (utilisation des bactéries et enzymes) en fonction du type de fibre considéré.

### II. 6. 1. L'extraction mécanique :

#### II. 6. 1. 1. La décortication :

Appelée aussi teillage. Il s'agit d'un procédé permettant de rompre l'adhésion et séparer les fibres entre elles du corps de la tige en ouvrant les faisceaux de fibres pour aboutir à des faisceaux plus fins[62]. Durant ce processus le cœur de la tige est brisé à plusieurs reprises en petits morceaux tout en gardant les propriétés des fibres. Ils existent deux méthodes principalement utilisées pour cet effet : les rouleaux tournants et les broyeurs à marteau [63].

#### II. 6. 1. 2. Par déflexion :

L'extraction des fibres se fait par action combinée de grattage et de battage, râpent les feuilles de la plante et libèrent les fibres. [64]

### **II. 6. 1. 3. Par laminage :**

Les tiges sont découpées en morceaux qui sont ensuite écrasés sous presse ou par laminage ou encore par combinaison des 2 traitements. Ceci est effectué plusieurs fois de suite jusqu'à ce que les fibres soient le plus possible séparées [64].

### **II. 6. 2. L'extraction chimique :**

Plusieurs méthodes basées sur la séparation chimique de la cellulose des autres composants non cellulosiques. Elles permettent d'éviter les inconvénients de l'extraction mécanique, et surtout un gain de temps et d'énergie considérables. Dans cette section, nous présentons les principales méthodes d'extraction chimique des fibres végétales [64].

#### **II. 6. 2. 1. Procédé kraft :**

Ce procédé alcalin visant à éliminer la lignine, les pectines et les hémicelluloses sous l'action d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) et de sulfure de sodium (Na<sub>2</sub>S), ce dernier est un réducteur, il protège la cellulose et évite son oxydation [65].

#### **II. 6. 2. 2. Procédé au bisulfite :**

Le procédé au bisulfite permet de séparer la lignine des fibres de cellulose en utilisant divers sels de l'acide sulfureux, les sels utilisés dans le processus de réduction sont en fonction du pH: des sulfites (SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>) ou bisulfites (HSO<sub>3</sub><sup>-</sup>) [65].

#### **II. 6. 2. 3. Procédé acide :**

Les composants non cellulosiques sont éliminés par l'action d'un acide de préférence fort tel que l'acide sulfurique qui transforme la lignine en acide lignosulfonique soluble, ou l'acide chlorhydrique qui grâce à ses ions chlorates, forme des chlorolignines solubles dans l'hydroxyde de sodium [66].

#### **II. 6. 2. 4. Procédé Soude-Anthraquinone :**

Le procédé Soude-Anthraquinone ou Kraft-Anthraquinone utilise un catalyseur tel que les composés quiconque dont fait partie l'anthraquinone, de ce fait le temps de cuisson peut être réduit et le rendement en pâte augmenté, les propriétés de ces pâtes sont comparables à celles des pâtes kraft [66].



### **II. 6. 2. 5. Procédé à la soude :**

Ce procédé n'utilise que la soude NaOH pour dissoudre les substances non cellulosiques telles que la lignine, la pectine et l'hémicellulose ainsi que les différents constituants formant la réserve et la paroi extérieure de la tige de plante [66].

### **II. 6. 2. 6. Procédé au sulfate neutre de sodium :**

Les fibres sont extraites à l'aide d'une solution de sulfate de sodium avec de carbonate de sodium à une température de 170° à 180°C sous pression (en autoclave), les substances ligneuses sont ainsi délignifiées, sulfonées et dépolymérisées et les hémicelluloses sont dissoutes, les fibres cellulosiques sont alors libérées [64].

### **II. 6. 3. L'extraction biologique :**

#### **II. 6. 3. 1. Le rouissage à terre :**

Il consiste à étaler les tiges (de lin par exemple) dans un champ après sa récolte, à fin de bénéficier de l'action combinée du soleil et de la pluie ce qui va favoriser le développement de microorganismes capables de dissocier les éléments non cellulosiques de la partie fibreuse de la plante par élimination des liaisons qui les relient ensemble [66].

#### **II. 6. 3. 2. Le rouissage à l'eau :**

Ce type de rouissage basé sur que les tiges est plongé dans l'eau pendant plusieurs jours. pour les soumettre à l'action de bactéries anaérobies [66].

#### **II. 6. 3. 3. Par action microbienne :**

Le principe repose sur l'utilisation des microbiens (les bactéries, les protozoaires et les champignons) capables de dégrader les composants non cellulosiques présents dans les tiges ou les feuilles des plantes pour libérer les fibres [67].

## **II. 7. Traitement des surfaces des fibres végétales :**

### **II. 7. 1. Introduction :**

Les fibres de cellulose sont hydrophile et donc incompatibles avec les polymères qui sont hydrophobes. Or, la qualité de l'interface fibre-matrice est importante pour l'utilisation des fibres naturelles comme renfort fibreux pour les polymères. Il est donc très souvent nécessaire

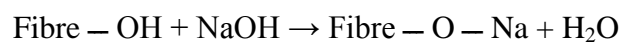
de modifier la surface des fibres pour optimiser cette interface. Les méthodes de modification sont différemment efficaces en ce qui concerne l'adhésion entre la matrice et les fibres.

Dans la bibliographie on trouve plusieurs méthodes variées dont on cite à titre d'exemple : les traitements corona [68], le traitement avec des silanes [69], le traitement autoclave et plasma [70] et les traitements alcalins [71-73]. Ou encore l'utilisation d'autres produits chimiques qui permettent d'améliorer l'adhésion des fibres avec la matrice. Cependant, certaines de ces méthodes posent les inconvénients tels que l'utilisation des équipements et/ou des produits chimiques onéreux.

On va présenter seulement les traitements alcalins car ce type de traitement est le plus utilisé pour les fibres naturelles. La modification importante apportée par un traitement alcalin est la diminution des liaisons hydrogène entre la cellulose et les deux autres principaux constituants : hémicellulose et lignine. La définition standard est la suivante: procédé qui consiste à soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse concentrée d'une base forte, dans le but de provoquer un gonflement important résultant en des changements dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés mécaniques.

### II. 7. 2. Traitement à la soude (NaOH) :

Le traitement alcalin ou mercerisation est l'un des traitements chimiques les plus utilisés des fibres naturelles pour renforcer les thermoplastiques et les thermodurcissables. La modification importante apportée par le traitement alcalin est la perturbation de la liaison hydrogène dans la structure du réseau, augmentant ainsi la rugosité de surface. Ce traitement élimine une certaine quantité de lignine, de cire et d'huiles recouvrant la surface externe de la paroi cellulaire de la fibre, dépolymérise la cellulose et expose les cristallites de courte longueur [74]. L'ajout d'hydroxyde de sodium aqueux (NaOH) à une fibre naturelle favorise l'ionisation du groupe hydroxyle en alcoolate [69]:



Ainsi, le traitement alcalin influence directement la fibrille cellulosique, le degré de polymérisation et l'extraction de la lignine et des composés hémicellulosiques [75]. En traitement alcalin, les fibres sont immergées dans une solution de NaOH pendant une période donnée. Ray et al. [76] Et Mishra et al [77]. Ont traité des fibres de jute et de sisal avec une solution aqueuse à 5% de NaOH pendant 2 h à 72 h à la température ambiante. Des traitements similaires ont été tentés par Morrison et al [78]. traiter les fibres de lin. Garcia et



al [79]. Ont rapporté qu'une solution alcaline à 2% pendant 90 secondes à une température de 200 ° C et à une pression de 1,5 MPa était appropriée pour le dégomme et la défibrillation en fibres individuelles. Ces chercheurs ont observé que les alcalis entraînaient une augmentation de la teneur en cellulose amorphe aux dépens de la cellulose cristalline. Il a été rapporté que le traitement alcalin avait deux effets sur la fibre: (1) il augmentait la rugosité de la surface, entraînant un meilleur emboîtement mécanique, et (2) il augmente la quantité de cellulose exposée à la surface de la fibre, augmentant ainsi le nombre de sites de réaction possibles [80]. Par conséquent, le traitement alcalin a un effet durable sur le comportement mécanique des fibres de lin, en particulier sur la résistance et la rigidité des fibres [75]. Van de Weyenberg et al [81]. ont rapporté que le traitement alcalin augmentait de 30% les propriétés de traction (résistance et module) des composites fibres de lin – époxy et coïncidait avec l'élimination de la pectine. Le traitement alcalin a également amélioré de manière significative les comportements mécaniques, mécaniques et dynamiques en fatigue des composites renforcés de fibres [82-84]. Jacob et al [84]. ont examiné l'effet de la concentration en NaOH (0,5,1, 2, 4 et 10%) sur le traitement de composites renforcés de fibres de sisal et ont conclu que la résistance à la traction maximale résultait du traitement à 4% de NaOH à la température ambiante. Mishra et al [85]. ont rapporté qu'un composite de polyester renforcé de fibres de sisal traité à 5% de NaOH avait une meilleure résistance à la traction que des composites traités à 10% de NaOH. Cela est dû au fait qu'à une concentration élevée en alcali, une délignification excessive de la fibre naturelle se produit, entraînant une fibre plus faible ou endommagée. La résistance à la traction du composite a considérablement diminué après une certaine concentration optimale de NaOH.

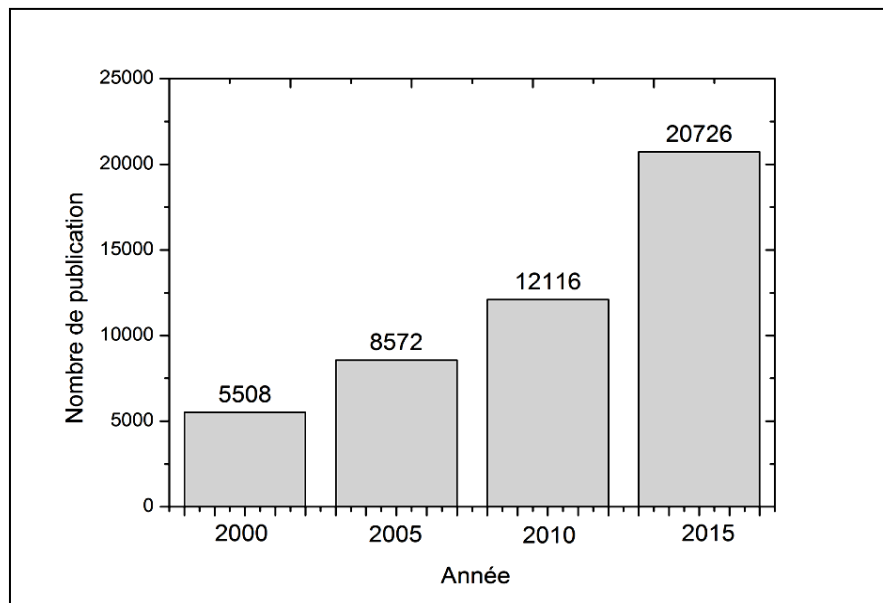
## **II. 8. Synthèse des travaux réalisés sur les fibres végétales :**

Les travaux de recherche sur le palmier dattier ont pris de l'importance à partir des années 70 du 19eme siècle. Ce sont les biotechnologiques qui ont prévalu ces recherches. Cependant, ces recherches ont nécessité le passage par des travaux sur la connaissance de la biologie du palmier.

Ensuite d'autres approches se sont développées au sein des équipes de recherche qui se sont intéressées aux différentes fibres des palmiers dattiers. Ces dernières ont fait l'objet de nombreuses études permettant de caractériser ses propriétés mécaniques, physico-chimiques et thermiques et de chercher la possibilité de l'incorporation dans les matrices thermodurcissables ou thermoplastiques pour le domaine de la mécanique et les matrices de

ciments ou argileuses dans les domaines de génie civil afin d'obtenir des composites adaptés aux applications de construction et de l'isolation. La majorité de ces travaux ont porté sur la caractérisation mécanique.

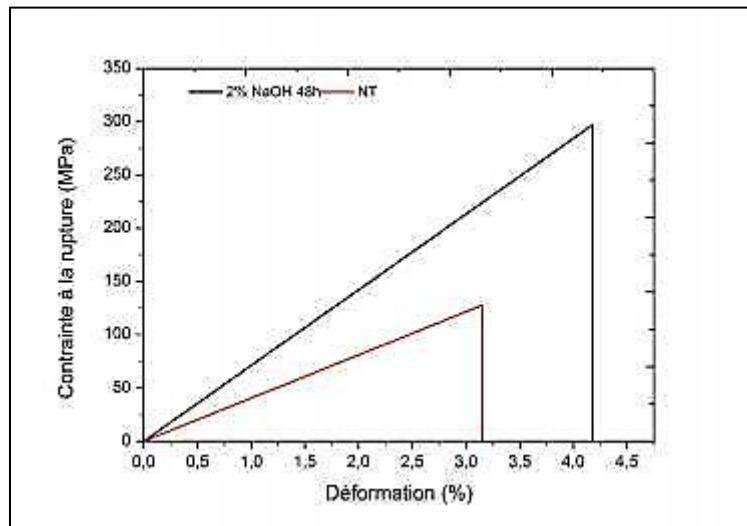
La figure II.11 présente le nombre de publications référencées sur le site web "Science Direct" géré par l'éditeur Elsevier. On constate que ce nombre s'accroît de façon extrêmement significative (exponentielle).



**Figure (II.11):** Publications sur les fibres naturelles.

Le nombre de publications passant de 5508 au début des années 2000 à 8572 en 2005. Et de 12116 en 2010 à 20726 en 2015. La lecture de ce graphe montre clairement l'importance de l'étude des fibres naturelles dans le domaine de la recherche scientifique et technologique au niveau mondial par les chercheurs et les industriels. A titre d'exemple on cite quelques travaux qui sont en relation étroite avec notre étude [59].

**Bezazi et al. [86]** Ont déterminé les propriétés mécaniques, des fibres des bras de grappe de palmier dattier, avant et après le traitement chimique avec différentes concentrations de NaOH soit : 1% et 2% pendant des durées d'immersions de 48 et 72 h à la température ambiante. Les résultats obtenus montrent que le traitement chimique améliore les propriétés mécaniques comme la contrainte à la rupture et le module de Young. L'optimum est trouvé pour les fibres traitées avec 2% de concentration de NaOH pendant 48h d'immersion (figure II.12).



**Figure (II.12):** Courbe type contrainte/déformation des fibres traitées par 2% de NaOH pendant 48h par rapport à ceux non traitées.

**Abdel-Rahman et al. [87]**, Ont déterminé les propriétés mécaniques des tiges de palmiers (rachis). Les résultats de leur étude montrent que la résistance à la traction de la paroi de la tige varie entre 116 à 208 MPa, tandis que celle du cœur est aux alentours de la moitié de ces valeurs. La valeur du module d'élasticité des tiges est comprise entre 10 à 30 GPa.

**Kaddami et al. [88]**, Ont étudié l'utilisation des fibres courtes de palmier dattier (fibres de feuilles) comme renfort dans des matrices polyester et époxyde. La morphologie et les propriétés mécaniques des composites obtenues ont été caractérisées en flexion 3-points. Les résultats montrent que l'adhésion interfaciale est meilleure dans le cas des composites à base de résine époxyde. Afin d'améliorer l'adhérence interfaciale de l'estérification de la matière de charge lignocellulosique en milieu alcalin, des traitements chimiques ont été effectués en utilisant les anhydrides acétiques et maléiques. Ce type de modification chimique, a conduit à un changement dans la composition chimique des renforts ce qui a amélioré les propriétés mécaniques des composites ayant une matrice époxyde.

Dans le travail de **Al-Kaabi et al [89]**, les fibres naturelles extraites du palmier dattier (mat naturel) ont été utilisées comme renfort pour des composites à matrice polymère. Des échantillons de polyester ont été soumis à de divers types de tests mécaniques (flexion 3-points, essai d'impact «Charpy») et physiques pour avoir l'effet de la longueur et l'état de la surface des fibres sur les propriétés mécaniques. Les résultats obtenus montrent que ces fibres peuvent donner des propriétés raisonnables et pourraient être utilisées pour des applications à faible coût qui exigent peu de force moyenne.

**Taha et al. [90]**, Ont présenté une étude expérimentale qui permet de déterminer les propriétés mécaniques des fibres qui sont extraites de la tige spadice de palmier dattier DPSS de la région Ezbet El-Nakhl en Egypte. Ces tiges sont ensuite divisées en fibres longues de 50 cm avant de subir un traitement chimique par l'hydroxyde de sodium (NaOH) avec des concentrations de 2 et 5% avec des durées de traitement de 2, 4, 6 et 24 heures à une température de 23°C. Les meilleurs résultats sont obtenus avec une solution de NaOH de concentration de 2% pendant une durée de traitement de 2 heures. Les valeurs de la contrainte à la rupture des fibres traitées et non traitées sont respectivement de l'ordre de 400 et 600 MPa, ce qui représente une augmentation de 50%.

**Jacob et al. [4]**, Ont étudié les effets de la modification chimique de surface des fibres de sisal-huile de palme utilisées pour renforcer des bio composites. Le traitement alcalin des fibres de Sisal et des fibres de palmier d'huile de longueurs de 10 mm et 6 mm a été pendant 1 heure dans des conditions ambiantes avec des solutions NaOH de concentrations: 0,5, 1, 2, 4%. Les résultats montrent que le traitement alcalin augmente la résistance à la traction des composites par rapport aux composites non traitées et la force de traction maximale a été observée pour les composites préparés avec 4% de fibres traitées NaOH.

## II. 9. Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts de matériaux composites :

Ces fibres présentent de nombreux avantages comme renfort de matériaux composites. En revanche, certains inconvénients peuvent être un frein au niveau du développement industriel. Les principaux avantages et inconvénients sont rassemblés dans le tableau ci-dessous :

Avantages	Inconvénients
Ressource renouvelable et biodégradable.	Variabilité importante et défauts.
Pas d'émission de CO <sub>2</sub> , en plus elle absorbe le CO <sub>2</sub> émis par les activités quotidiennes.	Faible durabilité à long terme.
Moins abrasive.	Compatibilité entre la fibre et la matrice.
Propriétés mécaniques spécifiques importantes (résistance et rigidité).	Faibles tenue à la température.
Bon régulateur de l'humidité interne	Fort absorption de l'humidité.

dans le bâtiment.	
Production : peu de technologie, ni d'énergie.	Variations dimensionnelles (gonflement /rétractabilité).
Non-toxiques : Pas d'allergie ou d'irritation cutanée lors de la manipulation.	Nécessite la gestion des stocks, surtout pour des applications industrielles.
Peu coûteux.	Forte capacité d'absorption d'eau :
Faible densité (légère).	Le coefficient d'absorption de la fibre de
Disponible.	Banane, Chanvre, Sisal, Palmier dattier,
Très bonne capacité d'isolation thermique et acoustique.	Lin et Noix de coco est respectivement d'environ 407, 158,149, 140,136, et 120%,[40, 91].

**Tableau (II.2):** Les principaux avantages et les inconvénients des fibres végétales.

## II. 10. Conclusion:

Les fibres végétales sont une alternative très intéressante aux fibres synthétiques Où elles présentent plusieurs avantages prometteurs pour l'utilisation dans des applications composites Tels que l'isolation thermique et acoustique et tant d'autres encore.

Les fibres végétales ont une structure complexe et une composition chimique variable qui est fortement influencée par différents facteurs tels que : les conditions climatiques, l'âge de la plante et la nature de sol ; ce qui les rend difficile à étudier, en outre, la forte capacité d'absorption d'eau et les propriétés inappropriées des composants non celluloses limitent leur utilisation en tant que renfort, ainsi il faut traiter les fibres pour les extraire, tandis que la cellulose est le composant principal de la fibre et le responsable de la rigidité et de la résistance à la traction mécanique.

La disponibilité des fibres végétales dans le monde entier contribue à l'augmentation de leur utilisation. D'autre part, le nombre considérable de palmiers dattiers en Algérie, qui dépasse les 18 millions de palmiers avec des différentes variétés est le centre d'intérêt de nombreux chercheurs qui les ont amenés à faire des études approfondies sur ce sujet d'un point de vue économique et environnemental.

## Références bibliographiques

- [1] Biagiotti, J., D. Puglia, and J.M. Kenny, *A review on natural fibre-based composites-part I: structure, processing and properties of vegetable fibres*. Journal of Natural Fibers, 2004. **1**(2): p. 37-68.
- [2] Bledzki, A. and J. Gassan, *Composites reinforced with cellulose based fibres*. Progress in Polymer Science, 1999. **24**(2): p. 221-274.
- [3] Faruk, O., et al., *Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010*. Progress in Polymer Science, 2012. **37**(11): p. 1552-1596.
- [4] John, M.J. and S. Thomas, *Biofibres and biocomposites*. Carbohydrate Polymers, 2008. **71**(3): p. 343-364.
- [5] Satyanarayana, K.G., G.G. Arizaga, and F. Wypych, *Biodegradable composites based on lignocellulosic fibers—An overview*. Progress in Polymer Science, 2009. **34**(9): p. 982-1021.
- [6] Wambua, P., J. Ivens, and I. Verpoest, *Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics?* composites science and technology, 2003. **63**(9): p. 1259-1264.
- [7] Baley, C. and A. Bourmaud, *Average tensile properties of French elementary flax fibers*. Materials Letters, 2014. **122**: p. 159-161.
- [8] George, M., et al., *Characterization of chemically and enzymatically treated hemp fibres using atomic force microscopy and spectroscopy*. Applied Surface Science, 2014. **314**: p. 1019-1025.
- [9] Memon, A. and A. Nakai, *Mechanical properties of jute spun yarn/PLA tubular braided composite by pultrusion molding*. Energy Procedia, 2013. **34**: p. 818-829.
- [10] Chen, D., J. Li, and J. Ren, *Influence of fiber surface-treatment on interfacial property of poly (l-lactic acid)/ramie fabric biocomposites under UV-irradiation hydrothermal aging*. Materials Chemistry and Physics, 2011. **126**(3): p. 524-531.
- [11] Belaadi, A., et al., *Tensile static and fatigue behaviour of sisal fibres*. Materials & Design, 2013. **46**: p. 76-83.
- [12] Mahjoub, R., et al., *Tensile properties of kenaf fiber due to various conditions of chemical fiber surface modifications*. Construction and Building Materials, 2014. **55**: p. 103-113.
- [13] Rahman, M.M. and M.A. Khan, *Surface treatment of coir (Cocos nucifera) fibers and its influence on the fibers' physico-mechanical properties*. composites science and technology, 2007. **67**(11-12): p. 2369-2376.

- [14] Liu, K., et al., *Effect of chemical treatments on transverse thermal conductivity of unidirectional abaca fiber/epoxy composite*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2014. **66**: p. 227-236.
- [15] Lovins, A.B. and D.R. Cramer, *Hypercars®, hydrogen, and the automotive transition*. International Journal of Vehicle Design, 2004. **35**(1-2): p. 50-85.
- [16] Sivam, R., *Potential of Brazilian natural cellulosic fibres for composite manufacturing*. Symposium on fibre reinforced composites. South Africa, 2009: p. 24-25.
- [17] Zah, R., et al., *Curauá fibers in the automobile industry—a sustainability assessment*. Journal of cleaner production, 2007. **15**(11-12): p. 1032-1040.
- [18] J, T. and Y. Xin, *Composites non tissés avec des fibres naturelles et PP recyclés pour les applications intérieures en automobile*. Rapport ENSAIT, 2009.
- [19] M, M., *Étude prospective de la valorisation du lin par l'industrie automobile*. Rapport de synthèse, Goyhenetche consultants., 2008.
- [20] Baley, C., *Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites* 2013: Ed. Techniques Ingénieur.
- [21] Taallah B., G.A.K.A., *Effet de la teneur en fibres de palmier dattier et de la contrainte de compactage sur les propriétés des blocs de terre comprimée*. Courrier du Savoir, 2014: p. 45-51.
- [22] Abdelaziz, S., et al., *Valorisation des tiges de dattiers dans la formulation des mortiers: propriétés physiques et mécaniques*. 31èmes Rencontres de l'AUGC, 2013.
- [23] S.K, R., *Lignocellulose: A Complex Biomaterial*. Chemical & Engineering News, 2008. **86**: p. 15.
- [24] Payen, A., *Mémoire sur la composition du tissu propre des plantes et du ligneux*. Comptes rendus, 1838. **7**: p. 1052-1056.
- [25] Thiebaut-Roux, S., *Valorisation chimique de composés lignocellulosiques: obtention de nouveaux matériaux*, 1995, Institut National Polytechnique de Toulouse.
- [26] Sedan, D., *Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment: influence sur les propriétés mécaniques du composite*, 2007, Limoges.
- [27] Sharma S.D., S.G., *Enantioseparation of Efavirenz by Ultra Performance Liquid Chromatography*. Advances in Analytical Chemistry, 2013. **3**: p. 29-33.
- [28] Le Moigne, N., *Mécanismes de gonflement et de dissolution des fibres de cellulose*, 2008, Paris, ENMP.

- [29] Misra, M. and L.T. Drzal, *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites* 2005: Taylor & Francis.
- [30] Sedan, D., et al., *Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/matrix interaction*. Journal of the European Ceramic Society, 2008. **28**(1): p. 183-192.
- [31] Guo, D., et al., *Downregulation of caffeic acid 3-O-methyltransferase and caffeoyl CoA 3-O-methyltransferase in transgenic alfalfa: impacts on lignin structure and implications for the biosynthesis of G and S lignin*. The plant cell, 2001. **13**(1): p. 73-88.
- [32] Rowell, R.M., et al., *Cell wall chemistry*. Handbook of wood chemistry and wood composites, 2005. **2**.
- [33] Liu, W.-J., H. Jiang, and H.-Q. Yu, *Thermochemical conversion of lignin to functional materials: a review and future directions*. Green Chemistry, 2015. **17**(11): p. 4888-4907.
- [34] Couhert, C., *Pyrolyse flash à haute température de la biomasse ligno-cellulosique et de ses composés: production de gaz de synthèse*, 2007, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [35] Monties, B., *Les polymères végétaux: Polymères pariétaux et alimentaires non azotés* 1980: Gauthier-Villard.
- [36] Jayakumar, G.C., et al., *Studies on the physico-chemical characteristics of collagen–pectin composites*. RSC Advances, 2014. **4**(109): p. 63840-63849.
- [37] Mancini, A., et al., *Biological and nutritional properties of palm oil and palmitic acid: effects on health*. Molecules, 2015. **20**(9): p. 17339-17361.
- [38] E, U., *Biología Molecular: Moléculas para el metabolismo*. Biología, 2015: p. 65-71.
- [39] Charlet, K., et al., *Etude morphologique d'un composite naturel. La fibre de lin*. Revue des composites et des matériaux avancés, 2006. **16**(1): p. 11.
- [40] Magniont, C., *Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources*, 2010, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
- [41] Abdessamed, M., *Influence des ajouts de fines minérales sur les Performances Mécaniques des Bétons Renforcés de Fibres Végétales de Palmier Dattier*. université Ouargla, thèse de magister, 2006.
- [42] Bates.J, *les fibres naturelles pour les composites*. KU.LEUVEN, 2014.



- [43] Bouzouita, S., *Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel*, 2011, Ecole Centrale de Lyon; Ecole Nationale d'Ingénieurs de Monastir.
- [44] Baley, C., *Analysis of the flax fibres tensile behaviour and analysis of the tensile stiffness increase*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2002. **33**(7): p. 939-948.
- [45] Charlet, K., et al., *Scattering of morphological and mechanical properties of flax fibres*. Industrial Crops and Products, 2010. **32**(3): p. 220-224.
- [46] Bourmaud, A. and C. Baley, *Rigidity analysis of polypropylene/vegetal fibre composites after recycling*. Polymer Degradation and Stability, 2009. **94**(3): p. 297-305.
- [47] Pickering, K.L., et al., *Optimising industrial hemp fibre for composites*. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2007. **38**(2): p. 461-468.
- [48] BC, N., *Vibration control with viscoelastic material*. The Shock and Vibration Digest, 1984. **16**: p. 17-22.
- [49] Vaswani, J., N. Asnani, and B. Nakra, *Vibration and damping analysis of curved sandwich beams with a viscoelastic core*. Composite structures, 1988. **10**(3): p. 231-245.
- [50] Moser, K. and M. Lumassegger, *Increasing the damping of flexural vibrations of laminated FPC structures by incorporation of soft intermediate plies with minimum reduction of stiffness*. Composite structures, 1988. **10**(4): p. 321-333.
- [51] Meunier, M. and R. Shenoi, *Dynamic analysis of composite sandwich plates with damping modelled using high-order shear deformation theory*. Composite structures, 2001. **54**(2-3): p. 243-254.
- [52] Bousdira, K., *Contribution à la connaissance de la biodiversité du palmier dattier pour une meilleure gestion et une valorisation de la biomasse [texte imprimé]: caractérisation morphologique et biochimique des dattes des cultivars les plus connus de la région du Mزاب*, 2007, Université de Boumerdès-M'hamed Bougara.
- [53] Kriker, A., *Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec*. 2005.
- [54] Eddine, B.S. and C. Foued, *La conduite du palmier dattier dans les palmeraies des Zibans (Algérie) Quelques éléments d'analyse*. European Journal of Scientific Research, 2010. **42**(4): p. 644-660.

- [55] Benmansour, N., *Étude des performances de produits renouvelables et locaux adaptés aux applications de l'isolation thermique dans le bâtiment*. Mémoire de magister, Université El Hadj Lakhdar-Batna, Algérie, 2011.
- [56] Abdelhak, K., *Etude des matériaux à base de bois de palmier dattier-durabilité, dégradation et propriétés structurales et de transfert*, 2013.
- [57] Alaoui, S., *Référentiel pour la Conduite Technique du palmier dattier*. Référentiel de Conduite Technique des Principales Cultures au Maroc". Éditeurs: Si Bennasseur Alaoui et Ajiro Yasuhei, 2005: p. 102-112.
- [58] Kriker, A., *Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec*, 2005.
- [59] AMROUNE, S., *Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier*, 2016.
- [60] Rhouma, S., et al., *Genetic diversity and phylogenetic relationships in date-palms (Phoenix dactylifera L.) as assessed by random amplified microsatellite polymorphism markers (RAMPOs)*. Scientia horticulturae, 2008. **117**(1): p. 53-57.
- [61] Peyron, G., *Guide illustré de formation: Cultiver le palmier dattier*. Éd. CIRAD, 2000.
- [62] Hempel, H., C. Fürll, and F. Munder, *Processing of bast fiber plants for industrial application*, in *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites* 2005, CRC Press. p. 129-161.
- [63] Bismarck, A., S. Mishra, and T. Lampke, *Plant fibres as reinforcement for green composites Natural Fibres, Biopolymers, and Biocomposites*. Ed: Mohanty, AK; Misra, M.; Drzal, LT, 2005, Boca Raton: CRC Press) p.
- [64] Hafida, B., *étude de l'effet du traitement chimique des fibres de palmier dattier sur le comportement mécanique du béton polymère*, 2014, université de M'sila.
- [65] Meirhaeghe, C. and H. Bewa, *Évaluation de la disponibilité et de l'accessibilité des fibres végétales à usages matériaux en France*. Étude FRD subventionnée par l'ADEME, 2011.
- [66] Dallel, M., *Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil*, 2012, Université de Haute Alsace-Mulhouse.
- [67] Msahli, S., *Etude du potentiel textile des fibre d'agave americana L*, 2002, Mulhouse.
- [68] Ragoubi, M., et al., *Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof*. Industrial Crops and Products, 2010. **31**(2): p. 344-349.

- [69] Agrawal, R., et al., *Activation energy and crystallization kinetics of untreated and treated oil palm fibre reinforced phenol formaldehyde composites*. Materials Science and Engineering: A, 2000. **277**(1-2): p. 77-82.
- [70] Gouanvé, F., et al., *Composites polyester insature renforces par des fibres de lin. Effets de traitements plasma froid et autoclave sur les proprietes permeametriques*. Revue des composites et des matériaux avancés, 2006. **16**(1): p. 115.
- [71] Alawar, A., A.M. Hamed, and K. Al-Kaabi, *Characterization of treated date palm tree fiber as composite reinforcement*. Composites Part B: Engineering, 2009. **40**(7): p. 601-606.
- [72] Al-Khanbashi, A., K. Al-Kaabi, and A. Hammami, *Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: fiber characterization*. Polymer composites, 2005. **26**(4): p. 486-497.
- [73] Khalid, N. and J.M. Yatim. *Tensile behavior of the treated and untreated kenaf fibers. in 2010 National Postgraduate Seminar (NAPAS 10'), (c)*. 2010.
- [74] Mohanty, A., M. Misra, and L.T. Drzal, *Surface modifications of natural fibers and performance of the resulting biocomposites: an overview*. Composite interfaces, 2001. **8**(5): p. 313-343.
- [75] Jähn, A., et al., *Characterization of alkali treated flax fibres by means of FT Raman spectroscopy and environmental scanning electron microscopy*. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2002. **58**(10): p. 2271-2279.
- [76] Ray, D., et al., *Effect of alkali treated jute fibres on composite properties*. Bulletin of Materials Science, 2001. **24**(2): p. 129-135.
- [77] Mishra, S., et al., *Graft copolymerization of acrylonitrile on chemically modified sisal fibers*. Macromolecular materials and engineering, 2001. **286**(2): p. 107-113.
- [78] Morrison Iii, W., et al., *Chemical and physical characterization of water-and dew-retted flax fibers*. Industrial Crops and Products, 2000. **12**(1): p. 39-46.
- [79] Garcia-Jaldon, C., D. Dupeyre, and M. Vignon, *Fibres from semi-retted hemp bundles by steam explosion treatment*. Biomass and Bioenergy, 1998. **3**(14): p. 251-260.
- [80] Valadez-Gonzalez, A., et al., *Effect of fiber surface treatment on the fiber–matrix bond strength of natural fiber reinforced composites*. Composites Part B: Engineering, 1999. **30**(3): p. 309-320.
- [81] Van de Weyenberg, I., et al., *Influence of processing and chemical treatment of flax fibres on their composites*. composites science and technology, 2003. **63**(9): p. 1241-1246.

- [82] Joseph, K., S. Thomas, and C. Pavithran, *Effect of chemical treatment on the tensile properties of short sisal fibre-reinforced polyethylene composites*. *Polymer*, 1996. **37**(23): p. 5139-5149.
- [83] Sarkar, B. and D. Ray, *Effect of the defect concentration on the impact fatigue endurance of untreated and alkali treated jute–vinylester composites under normal and liquid nitrogen atmosphere*. *composites science and technology*, 2004. **64**(13-14): p. 2213-2219.
- [84] Jacob, M., S. Thomas, and K.T. Varughese, *Mechanical properties of sisal/oil palm hybrid fiber reinforced natural rubber composites*. *composites science and technology*, 2004. **64**(7-8): p. 955-965.
- [85] Mishra, S., et al., *Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites*. *composites science and technology*, 2003. **63**(10): p. 1377-1385.
- [86] Bezazi, A., S. Amroune, and F. Scarpa, *Analyse statistique et effet des traitements chimique sur le comportement physico-mécanique des fibres des bras de grappe des palmiers dattier*. *Synthèse: Revue des Sciences et de la Technologie*, 2015. **31**: p. 108-120.
- [87] Abdel-Rahman, H., et al., *Physical, mechanical and durability characteristics of date palm frond stalks as reinforcement in structural concrete*. *International Journal of Cement Composites and Lightweight Concrete*, 1988. **10**(3): p. 175-181.
- [88] Kaddami, H., et al., *Short palm tree fibers–Thermoset matrices composites*. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2006. **37**(9): p. 1413-1422.
- [89] Al-Kaabi, K., A. Al-Khanbashi, and A. Hammami, *Date palm fibers as polymeric matrix reinforcement: DPF/polyester composite properties*. *Polymer composites*, 2005. **26**(5): p. 604-613.
- [90] Taha, I., L. Steuernagel, and G. Ziegmann, *Optimization of the alkali treatment process of date palm fibres for polymeric composites*. *Composite interfaces*, 2007. **14**(7-9): p. 669-684.
- [91] Pacheco-Torgal, F. and S. Jalali, *Cementitious building materials reinforced with vegetable fibres: A review*. *Construction and Building Materials*, 2011. **25**(2): p. 575-581.

# **Partie expérimentale**

# **Chapitre III**

## **Etude et préparation des fibres**

### **III. Introduction :**

À la suite de notre étude extensive sur les fibres végétales tel que la composition, les propriétés, l'amélioration de la surface et plus important encore, la possibilité d'incorporation dans les composites avec l'obtention des propriétés mécaniques améliorés, nous passons dans ce chapitre à une étude expérimentale sur la structure des fibres du spadice, les méthodes d'extraction et l'effet du traitement chimique (avec NaOH et l'eau distillé) pour des concentration différentes (02% et 05%) pendant des différentes durées (24h et 48h), afin de les préparées pour réaliser le bio composites.

Ces fibres proviennent des spadices des palmiers dattier (bras de régimes) de la région de Biskra, les spadices sont d'un coût négligeable car elles sont récupérées lors de la récolte des dattes généralement dans la période d'hiver soit le mois de décembre. Sachant que notre pays l'Algérie possède plus 18 millions de palmiers dattiers, ces tiges sont en grande abondance, elles sont soit jetées ou brûlées chaque année après l'entretien et la récolte des palmiers. Cette ressource naturelle et renouvelable mérite d'être bien valorisée.

Nous nous sommes également intéressés par la préparation d'un autre type de fibres de palmier dattier, c'est le life, afin de l'incorporer aussi dans la réalisation d'un nouveau matériau bio composite.

#### **III. 1. Les équipements utilisés :**

La réalisation de ce travail scientifique dépend de l'utilisation de plusieurs équipements afin de nous aider à compléter notre étude avec leurs différentes étapes. Ces équipements sont mentionnés dans la suite:

##### **III. 1. 1. Le microscope optique :**

Pour l'ensemble des observations, le moyen utilisé est le microscope optique digital (DigiBlue QX5 QSG) représenté sur la figure (III.1). Cet appareil est disponible au niveau de hall technologie de département génie mécanique de l'université Biskra. Le microscope en question peut être connecté à un microordinateur via un port USB pour la prise de photos, il permet des agrandissements de 10 fois, 60 fois et 200 fois.



**Figure (III.1):** Le microscope optique digital (DigiBlue QX5 QSG).

### **III. 1. 2. L'Etuve de séchage pour la déshumidification :**

Pour le séchage des fibres on a utilisé une étuve, cet équipement est disponible dans les ateliers du hall technologique de département de génie mécanique de l'université de Biskra comme montré dans la figure (III.2).



**Figure (III.2) :** Etuve d'humidité.



### III. 1. 3. La Balance électronique :

Dans ce travail, nous avons mesuré les poids à l'aide d'un Balance Electronique de pesée de Model est PS 600. R2 et r3.1.1. de version, sa précision est 10-3g avec un tolérances de mesure égale 0.003 g pour 500 g et un tolérance de centricity égale 0.001g pour 200g. cette balance est disponible au niveau des ateliers du hall technologique de département de génie mécanique de l'université de Biskra comme montré dans la figure (III.3).



Figure (III.3): Balance électronique.

### III. 1. 4. Machine des essais de traction :

Pour effectue les essais mécaniques de traction on utilise la machine de traction de marque **INSTRON 5969** dotée d'une cellule de 10 KN. La déformation est mesurée avec un extensomètre à pince et le logiciel de commande et d'acquisition de données de la machine permet la réalisation des séquences de chargement complexes. Cette machine est disponible au niveau du laboratoire de RDM du département de génie mécanique de l'université de Biskra



**Figure (III.4) :** Machine de traction INSTRON 6959.

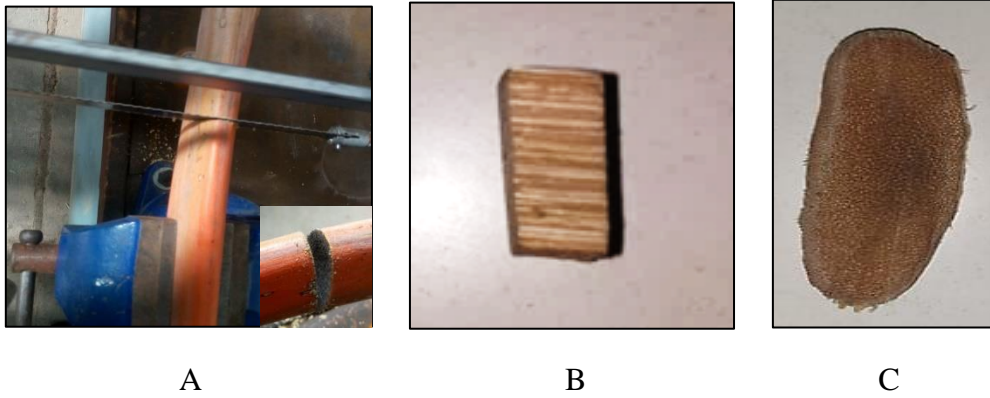
## **III. 2. Observation microscopique :**

### **III. 2. 1. Utilisation microscope optique :**

Le microscope optique permet de visualiser des objets vivants (bactéries, levures, organismes unicellulaires) ou fixés (coupes de tissus) à l'échelle cellulaire. Il s'applique aussi à la physique des matériaux ou à la géologie. Les objets illuminés deviennent très clairs et il est souvent nécessaire de procéder à des colorations des tissus afin de les observer. Ces techniques de coloration permettent aussi de distinguer des objets précis, ou de différencier deux organismes proches (coloration de Gram pour les bactéries), car tous les tissus ne fixent pas la coloration de la même façon. De nombreuses variantes basées sur la microscopie optique sont aujourd'hui utilisées (contraste de phase, fond noir, lumière polarisée, fluorescence,...).[2]

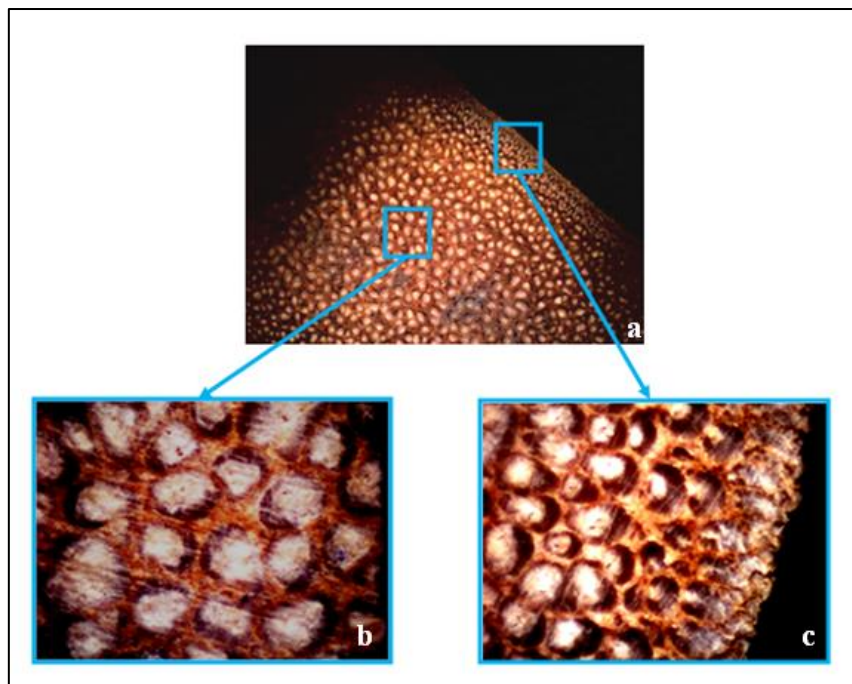
### **III. 2. 2. Préparations des spécimens :**

Afin de mieux comprendre la structure biologique des fibres de spadice, nous avons effectué une étude microscopique d'une section longitudinale et transversale, où Nous avons découpé des petits morceaux dans les deux directions relatives, transversale et longitudinale figure (III.5).



**Figure (III.5):** Préparation de spécimens: (A) : couper le spadice, (B) coupe longitudinale et (C) : coupe transversale.

### III. 2. 3. La coupe transversale :



**Figure (III.6):** Microstructure : Coupes transversales de spadice (a: agrandissement 10 fois et b: agrandissement 60 fois de la couche de cœur et c: agrandissement 60 fois de la couche de peau).

A travers l'observation microscopique de la coupe transversale de la structure de spadice nous remarquons que:

- La structure biologique des fibres de spadice est composée d'un faisceau des fibres cellulosiques de renforcement, avec une orientation essentiellement unidirectionnelle, qui sont noyées dans une matrice de lignine, celle-ci assure une bonne adhésion entre eux.

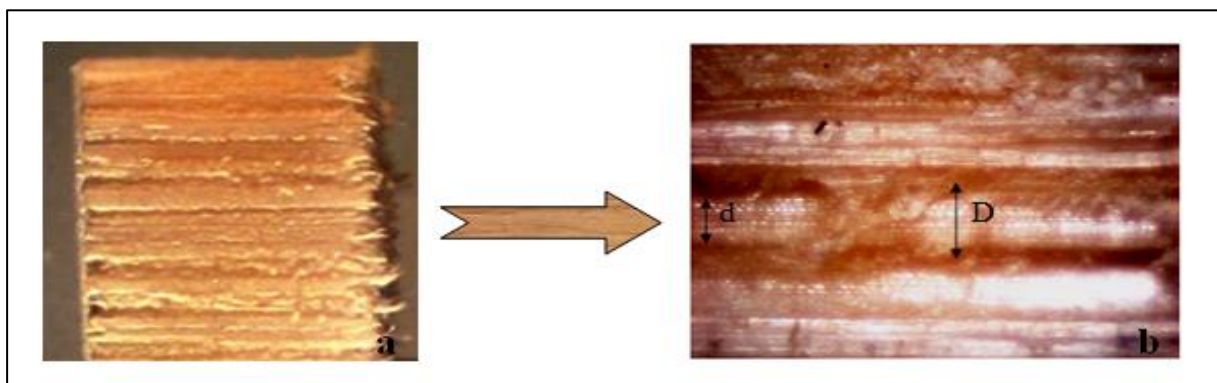
- On peut distinguer clairement les deux différentes couches, la première dite " la peau " et située dans la partie extérieure de la matière avec une faible épaisseur, elle est constituée d'un grand nombre de fibres avec des petits diamètres et d'une concentration maximale. Par contre la deuxième couche " le cœur ", qui située à l'intérieur, elle occupe l'espace restant de la matière et contient un nombre moins grand de fibres mais les diamètres sont plutôt assez grands avec une concentration relativement faible par rapport à la première couche.
- Les fibres ne possèdent pas le même diamètre et toujours il y a une variation entre eux même dans la même couche.

#### ✚ L'interprétation:

Selon guettaf [1]. L'existence de deux couches distinctes dans le spadice s'explique par les faits que le bois du régime de datte doit assurer :

- Le renforcement de la structure sous l'effet de la charge du fruit en développement croissant.
- La compacité de la peau afin de garder la quantité d'eau nécessaire dans le cœur.
- Facilitation de transport de la sève dans la partie intérieure du bois de régime.

#### III. 2. 4. La coupe longitudinale :



**Figure (III.7):** Microstructure : coupe longitudinale de spadice (a: agrandissement 10 fois et b: agrandissement 60 fois)

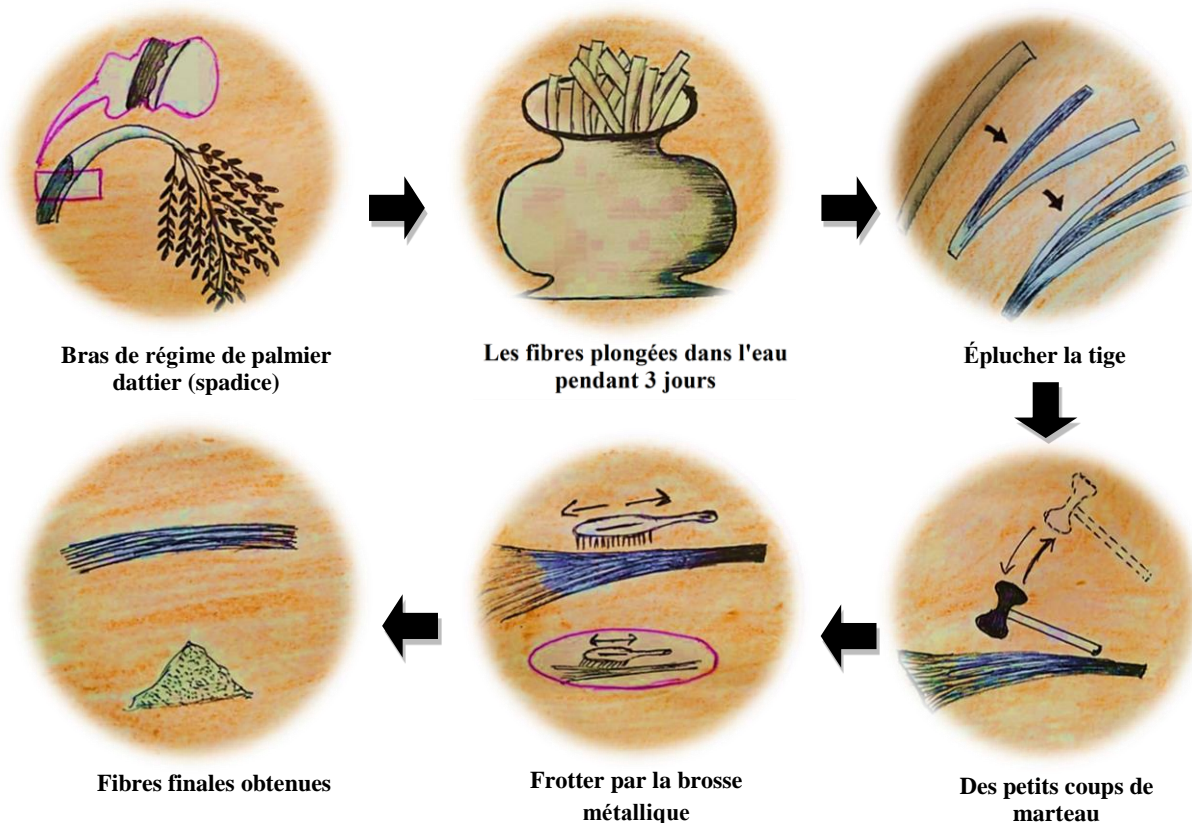
La nouvelle remarque que nous pouvons ajouter grâce à l'observation microscopique de la coupe longitudinale est que pour une même fibre, nous ne trouvons pas le même diamètre pour chaque région de la fibre, figure (III.7), où nous trouvons que  $D > d$ .

### III. 3. L'extraction des fibres :

Dans notre travail nous avons utilisé deux méthodes pour extraire les fibres de spadice, une méthode mécanique et une méthode biologique, ces deux méthodes nous permettent de faire une comparaison pour déterminer l'optimum en terme de la durée, de la facilité, de la préservation des caractéristiques mécaniques, et de la préservation aussi de l'interface des fibres. Les étapes d'extraction sont présentées comme suit:

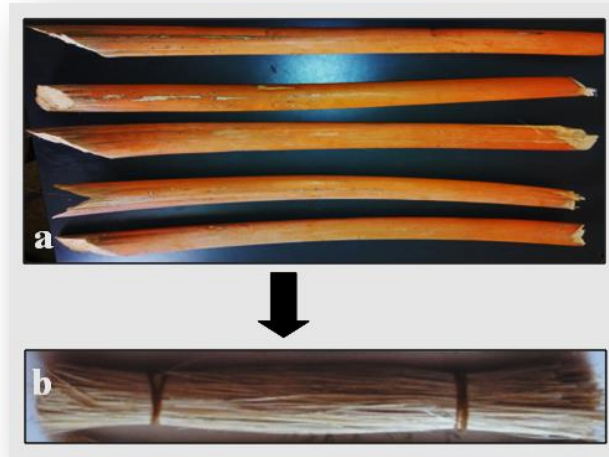
#### III. 3. 1. Extraction mécanique :

La méthode mécanique consiste à plonger la fibre dans un bain d'eau pendant trois jours à une température ambiante ( de 29 ° C à 32 ° C), pour la biodégradabilité du fibres et faciliter l'extraction, ensuite, on épluche les tiges pour enlèvement de la partie extérieure et réduire la cohésion des fibres , Après cela nous matons par le biais des à-coups au moyen d' un petit marteau sur les tiges épluchées sans pour cela endommager les fibres, puis on frotte les surfaces de ces dernières à l'aide d'une brosse métallique afin de séparer les fibres de la lignine qui les entoure. La tige est retournée pour effectuer la même opération sur les autres côtés afin d'obtenir finalement à un faisceau de fibres séparées.



**Figure (III.8):** étapes de la méthode mécanique d'extraction des fibres de spadice.





**Figure (III.9):** (a) Les bras de régime (b) Les fibres extraites.

### **III. 3. 2. Extraction biologique :**

Dans un environnement humide, on laisse les bras de régimes de palmier dattier à fin de bénéficier de l'action combinée du soleil et de la pluie durant deux mois pour favoriser le développement des micro-organismes capables de dissocier les éléments non cellulosiques de la partie fibreuse de la plante par élimination des liaisons qui les relient l'ensemble.

Pendant ces deux mois, nous contrôlons les fibres chaque semaine afin de vérifier la possibilité d'extraction d'une part, d'autre part pour éviter l'activité bactérienne sur la cellulose qui entraîne une perte des propriétés mécaniques de fibres, Nous continuons à contrôler jusqu'à la validation d'élimination de la lignine et de la séparation des fibres figure (III.10) , sachant que cette période peut varier (augmentée ou diminuée) en raison de la modification des conditions météorologiques ou du type des fibres en cause.

Enfin et après l'extraction, nous lavons les fibres a l'eau douce pour lee débarrasser des effets des bactéries jusqu'à l'obtention finalement des fibres prêtes pour le processus de confection des biocomposites.



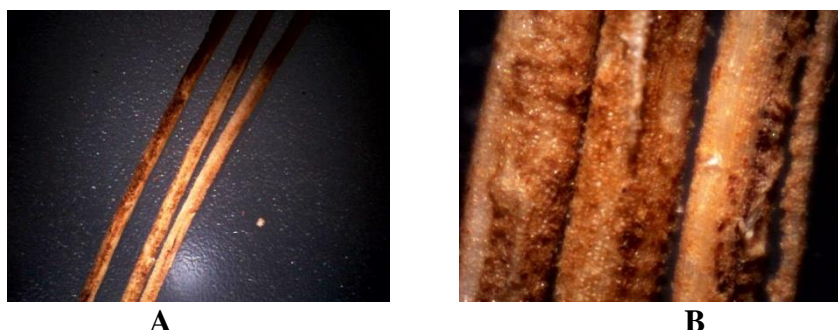
**Figure (III.10):** Les fibres extraites par la méthode biologique (rouissage à terre) a: avant le lavage et b: après le lavage à l'eau douce.

### III. 3. 3. La comparaison :

À travers l'expérimentation de deux méthodes, nous avons établi une comparaison qui englobe les résultats obtenus, sont comme suit:

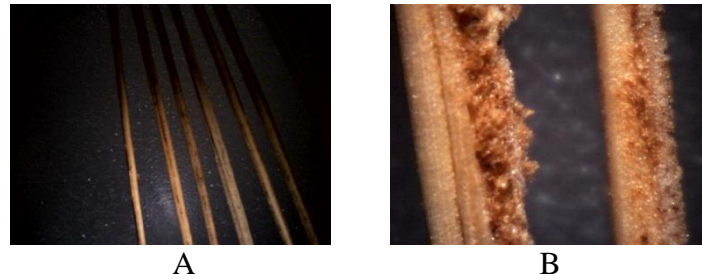
Inévitablement, si nous cherchons un moyen plus rapide, la méthode mécanique c'est l'optimale qu'elle prend trois jours pour extraire les fibres, contrairement à la méthode biologique, qui nécessite environ deux mois pour les extraire.

En termes de l'interface, les composants non celluliques en particulier, la lignine sont éliminés par les bactéries de manière significative dans la méthode biologique, ainsi une surface de fibres plus poreuse de celle de l'extraction mécanique qui nous donne une surface moins poreuse à la suite d'un peu d'élimination de la lignine, Comme le montrent les figures (III.11) et la figure (III.12).



**Figure (III.11):** Microstructure : les fibres de spadice extrait par la méthode mécanique,

(A) : agrandissement de 10 fois et (B) : agrandissement de 60 fois



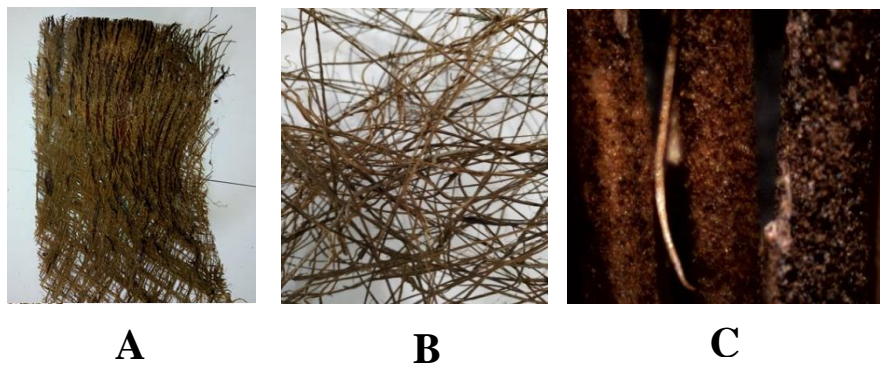
**Figure (III.12):** Microstructure : les fibres de spadice extrait par la méthode mécanique,

(A) : agrandissement de 10 fois et (B) : agrandissement de 60 fois.

L'amélioration de la surface des fibres dans la méthode biologique explique que la séparation des fibres ne s'effectue qu'en débarrassant la matrice de lignine par les bactéries, tandis que l'extraction mécanique dépend de la création des chocs sur le spadice conduisant à la séparation des fibres avec la survie de la lignine adhérente aux fibres.

### III. 3. 4. Extraction des fibres de life :

Nous avons manuellement séparé les tissus de fibres de life afin d'obtenir des fibres libres séparées les unes des autres pour les utiliser dans les bio composites, comme l'illustre la figure suivante:



**Figure (III.13):** Les fibres de life: (A): tissu de life, (B): fibres libérées de life, (C): observation microscopique des fibres de life agrandissement de 60 fois

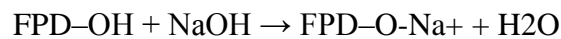
### III. 4. Le traitement alcalin:

En effet, les solutions de concentrations plus élevées ont un effet très néfaste sur les propriétés des fibres traitées. Ces dernières provoquent la modification de la structure moléculaire de la cellulose (rupture des chaînes de cellulose), ce qui entraîne la chute des propriétés mécaniques).



Après l'extraction de fibres et leurs biens lavage avec de l'eau puis leurs séchage, vient l'étape du traitement alcalin des fibres du spadice.

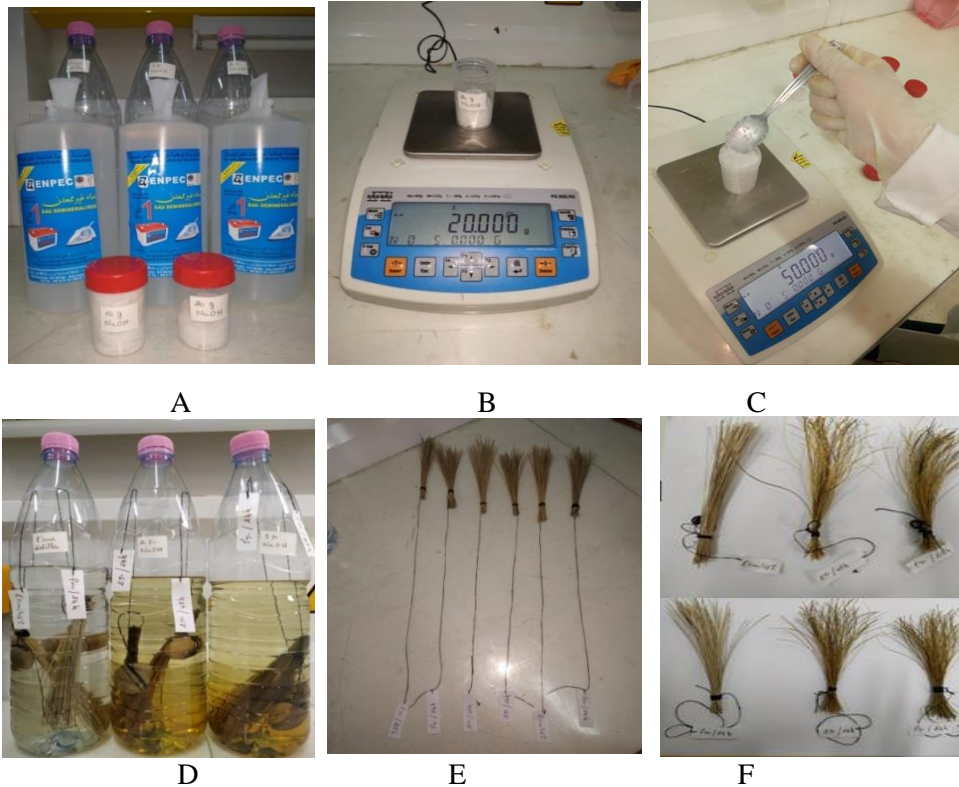
Dans le but de faire disparaître les composante chimiques non cellulosiques entourant les fibres telle que la lignine, l'hémicellulose et la pectine afin d'améliorer l'adhérence fibre/matrice et aussi pour obtenir des surfaces rugueuses, nous avons fait un traitement chimique aux fibres de spadice extraites par la méthode biologique par leurs immersion dans des solutions alcalines avec des concentration de 02% et 05% de NaOH, préparées respectivement par de la dissolution de 20 g de pastilles d'hydroxyde de sodium NaOH dans 980 cm<sup>3</sup> d'eau distillée et la dissolution de 50 g de NaOH dans 950 cm<sup>3</sup> de ce dernier. En outre de le traitement avec l'eau distillé. Chaque traitement a été réalisé pour les durées de 24 et 48 heures à la température ambiante. Ensuite, les fibres ont été rincées à l'eau avant d'être émergées dans l'eau distillée pendant 15 min pour avoir un PH neutre, et enfin elles ont été séchées dans une étuve à une température de 70°C pendant une durée de 05 heures. La réaction de la fibre de palmier dattier avec le NaOH est décrite comme suit :



Après le traitement alcalin de fibres, nous avons étudié l'effet de la solution de sodium sur la masse et la surface de fibres à partir de l'observation microscopique.

#### **III. 4. 1. L'effet de traitement alcalin sur la masse des fibres de spadice :**

Afin d'étudier la variation massique des fibres, nous avons pesé la masse des fibres de spadice avant et après traitement, où les divisés en six parties pour les traitements de: 02% NaOH, 05% NaOH, et le traitement avec l'eau distillé, pour la durée de 24h et 48h à chaque traitement. Nous réglons la date et le moment du début du processus puis on commence le traitement selon le protocole précédemment décrit voir figure (III.14), Les résultats sont exposé dans le tableau (III.1).



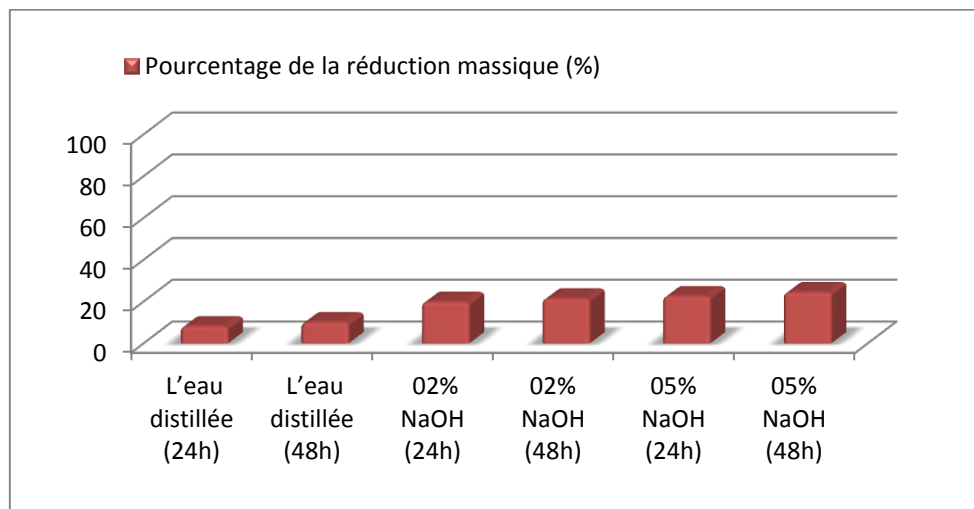
**Figure (III.14):** Préparation du traitement : (A) : les moyens utilisés, (B) : préparation de la solution de 5% de concentration, (C) : préparation de la solution de 2% de concentration, (D) les échantillons de fibres préparés, (E) : les solutions de traitement, (F) : les fibres traitées après le séchage.

✚ **Remarque :** Nous avons attaché les fibres avec des petites pierres pour qu'elles ne flottent pas au-dessus de la solution.

Type de traitement \ La masse (g)	L'eau distillée		2% NaOH		5% NaOH	
	Pendant 24h	Pendant 48h	Pendant 24h	Pendant 48h	Pendant 24h	Pendant 48h
La masse (g) avant le traitement	2.288	2.49	2.232	2.195	2.511	2.519
La masse (g) après le traitement	2.102	2.24	1.79	1.725	1.945	1.904
Le pourcentage de la réduction massique (%)	8.129	10.040	19.802	21.412	22.54	24.414

**Tableau (III.1):** La variation de la masse de fibres de spadice.

Le pourcentage de réduction massique après le traitement peut être représenté dans la figure (III.15).



**Figure (III.15):** Réduction massique de fibres après le traitement.

✚ **Les résultats :** L'étude des variations de la masse de fibres après le traitement nous a permis de dire que :

- Le traitement chimique était plus efficace que le traitement avec l'eau distillé.
- L'efficacité du traitement et la réduction de la masse des fibres est en relation avec l'augmentation du temps et la concentration de la solution alcaline.

### III. 4. 2. L'effet de traitement alcalin sur la surface des fibres de spadice :

Nous avons fait une observation microscopique après chaque traitement pour expliquer l'effet de traitement sur la surface des fibres.

#### III. 4. 2. 1. Traitement à l'eau distillé :

- **Après 24 heures :**



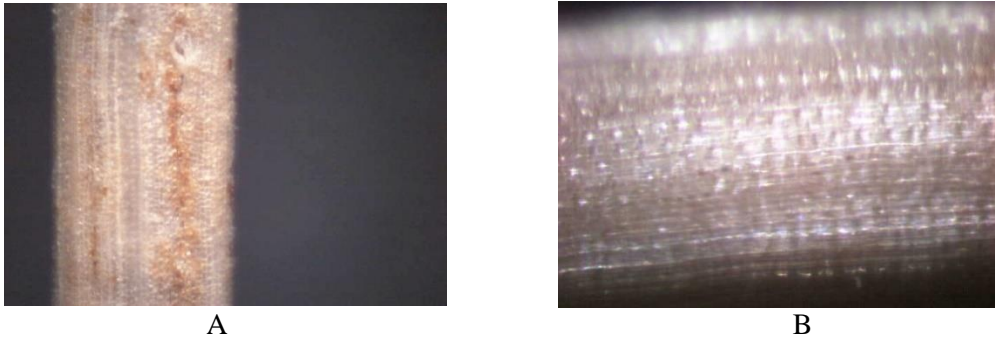
A



B

**Figure (III.16):** Microstructure : les fibres de spadice après le traitement avec l'eau distillé pendant 24h, (A) : agrandissement 60 fois et (B) : agrandissement 200 fois.

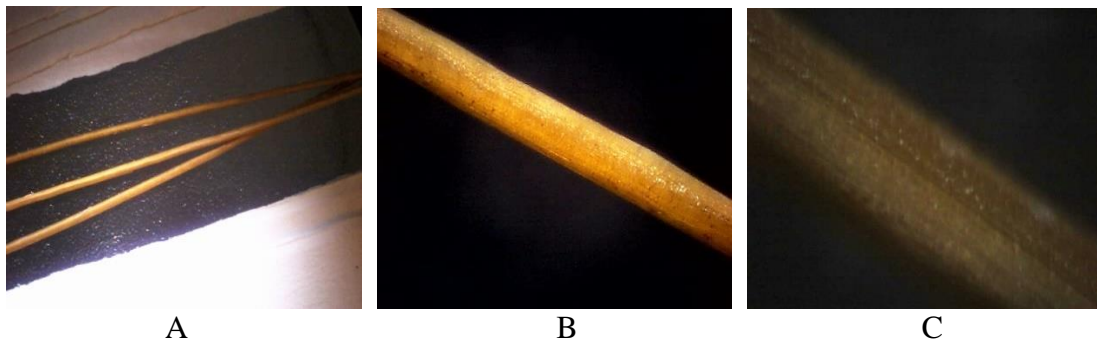
➤ **Après 48 heures :**



**Figure (III.17):** Microstructure : les fibres de spadice après le traitement avec l'eau distillé pendant 48h, (a) : agrandissement 60 fois et (b) : agrandissement 200 fois.

**III. 4. 2. 2. Traitement à 2% NaOH :**

➤ **Après 24 heures :**



**Figure (III.18):** Microstructure : les fibres de spadice après le traitement avec 2% NaOH pendant 24h, (A) : agrandissement 10 fois, (B) : agrandissement 60 fois et (C) : agrandissement 200 fois.

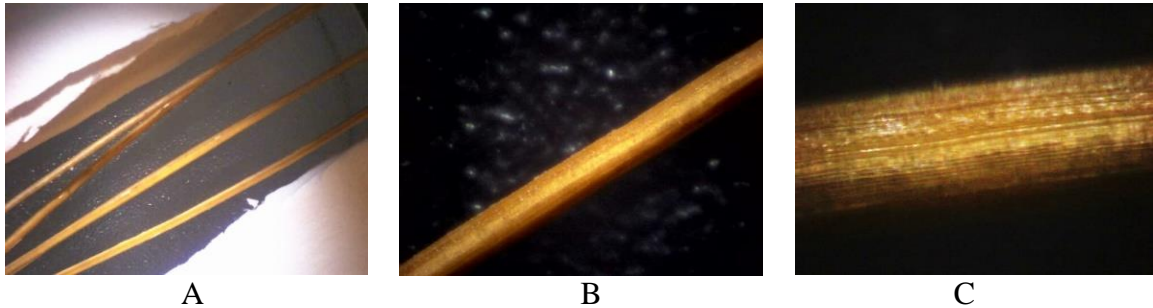
➤ **Après 48 heures:**



**Figure (III.19):** Microstructure : les fibres de spadice après le traitement avec 2% NaOH pendant 48h, (a) : agrandissement 60 fois, (b) : agrandissement 200 fois

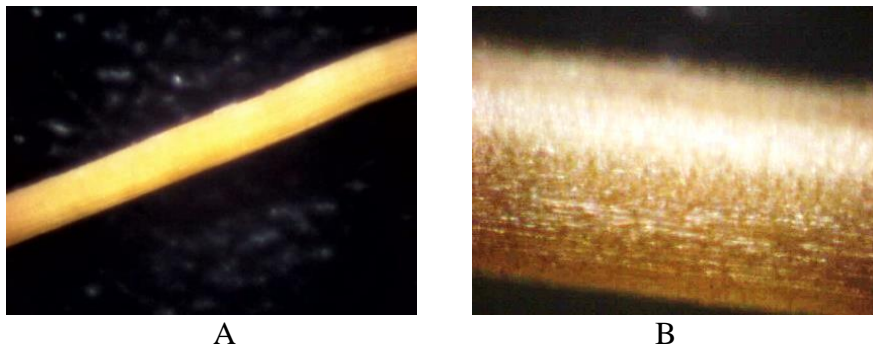
### III. 4. 2. 3. Traitement 5% NaOH:

#### ➤ Après 24 h :



**Figure (III.20):** Microstructure : les fibres de spadice après le traitement avec 5% NaOH pendant 24h, (a) : agrandissement 10 fois, (b) : agrandissement 60 fois et (c) : agrandissement 200 fois.

#### ➤ Après 48 heures :



**Figure (III.21):** Microstructure : les fibres de spadice après le traitement avec 5% NaOH pendant 48h, (A) : agrandissement 60 fois, (B) : agrandissement 200 fois .

#### ✚ Résultat et interprétation :

À partir de l'observation microscopique des fibres après le traitement avec des différentes concentrations et durées variables nous notons qu'il n'y a pas une différence significative dans l'amélioration de la surface des fibres, malgré l'augmentation de la concentration de NaOH et de la durée du traitement, en particulier entre les deux traitements alcalins, où nous remarquons dans chaque cas que la surface de la fibre est très poreuse, parce qu'il n'y a pas une grande proportion de lignine attachée aux fibres qui est éliminée par le traitement alcalin, ce qui confirme le résultat précédent selon lequel l'extraction biologique de la fibre donne une surface plus rugueuse.

### III. 5. Conclusion

Après avoir étudié la structure des fibres, nous avons constaté qu'elle est hétérogène, où il n'y a pas d'égalité entre le diamètre de la fibre, ni dans la même fibre, ni même entre les fibres extérieures et les fibres intérieures de spadice.

Les techniques utilisés pour l'extraction des fibres permettent d'obtenir des fibres de longueur égale la longueur du spadice avec un diamètre qui varie entre 0.15 jusqu'à 1.2 mm.

L'extraction mécanique des fibres de spadice est très difficile, elle dépend tout d'abord sur l'application du choc soigneusement, mais reste la meilleur en terme du temps, par contre la méthode biologique qui nécessite une durée très longue qui dépend principalement sur la météo ce qui en fait un processus aléatoire, mais, elle est très facile, ne besoin d'aucune activité manuelle, seul le suivi est requis.

Le traitement alcalin est plus efficace que le traitement à l'eau distillée, ainsi que la porosité de la surface des fibres et la diminution de la masse sont principalement liées à l'augmentation de la concentration de NaOH et à la durée d'immersion.

## Références bibliographique:

- [1] GUETTAF-TEMAM, T., *Modélisation du comportement mécanique des constituants du palmier dattier*, in *Génie Mécanique*2017, Université Mohamed Khider – Biskra.
- [2] <https://www.futura-sciences.com/sante/definitions/medecine-microscope-optique-7773/> [consulté le 18 Avr 2019]

# **Chapitre IV**

## Résultats et discussion



## IV. Introduction :

Après la préparation et élaboration des fibres, nous sommes passés dans ce chapitre à la présentation des différentes techniques et méthodes de leur mise en œuvre, ainsi que la présentation des protocoles expérimentaux utilisés pour la réalisation de bio-composites, ces derniers sont basés sur deux variantes de matrices différentes, ensuite après la collecte des résultats tirés des essais de traction engagés nous passons finalement aux discussions.

### IV. 1. Elaboration des fibres :

À partir des fibres extraites biologiquement et traitées chimiquement avec 05% de NaOH pendant 48 heures, ainsi que les fibres non traitées, nous avons pu élaborer deux types de fibres en terme de forme, les fibres longues figure (IV.1), et des fibres moulues ont été broyées par une moulinette voir la figure (IV.2), en ajout des fibres courtes de life choisit avec un diamètre variant entre 0.4 jusqu'à 1.5 mm et une longueur variant entre 0.4 à 0.5 mm voir figure (IV.3), pour les incorporer dans les bio-composites obtenus à chaque fois à partir d'une résine particulière.



**Figure (IV.1):** Les fibres longues,

(A) : fibres non traitées et (B) : fibres traitées avec 05% de NaOH pendant 48h



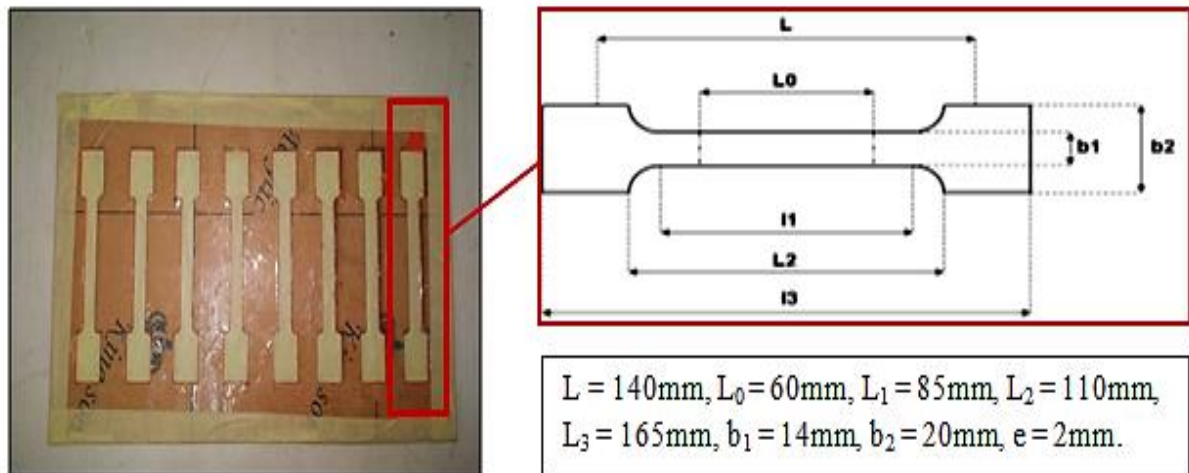
**Figure (IV.2):** Les fibres moulues, (A): la moulinette utilisée, (B) : fibres non traitées et (C) : Fibres traitées avec 05% NaOH pendant 48h.



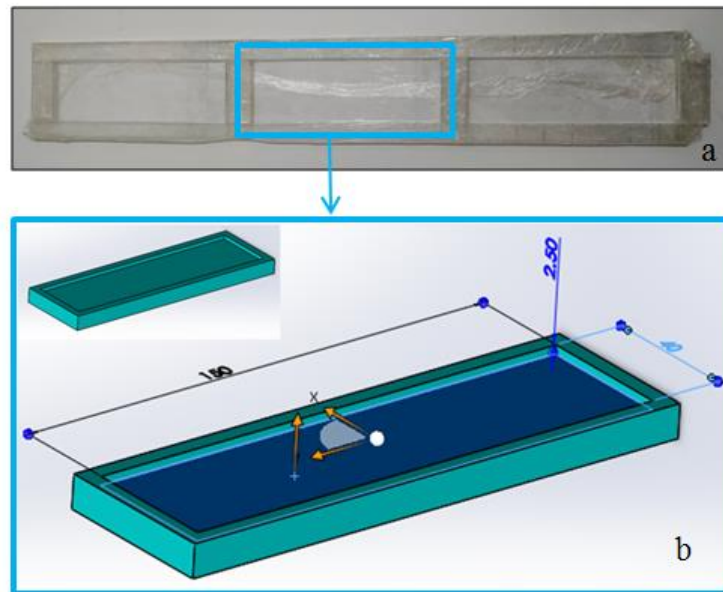
**Figure (IV.3):** Les fibres courtes de life utilisées.

Dans ce travail, Nous avons choisi les fibres traitées et les fibres non traités pour réaliser les bio-composites, afin de déterminer l'effet de traitement chimique sur les propriétés mécaniques des bio-composites.

**IV. 2. Préparation de moules** Pour réaliser les bio-composites nous avons utilisé deux moules, l'un pour les bio-composites à base de fibres moulues sous forme d'éprouvettes obtenues selon la norme NF ISO 527, et l'autre pour les bio composites à base de fibres de life et à base de fibres longues sous forme de parallélépipède. Le procédé de moulage utilisé c'est le moulage à contact. Les moules et leurs dimensions sont présentés dans les figures (IV.4) et (IV.5):



**Figure (IV.4):** Eproutettes des essais de traction des composites.



**Figure (IV.5):** Second type de moule utilisé pour les bio-composites à fibres longues et à fibres de life, (a) : le moule réalisé et (b) : conception de moule par SolidWorks.

### IV. 3. Elaboration du biocomposite à base de la résine de marque Scapa 41 :

#### IV. 3. 1. La résine de marque Scapa 41 :

##### IV. 3. 1. 1. Caractéristiques générales de la résine :

La première résine utilisée dans ce travail lors de l'élaboration des différents types de biocomposite est la résine de marque Scapa 41 voir figure (IV.6), c'est une résine époxy bi-composant, polymérisable à température ambiante et semi-rigide non chargée. La couleur du mélange est plutôt ambre.



**Figure (IV.6):** La Résine de Marque Scapa 41, (A) : la résine scapa 41, (B) : le durcisseur.

La résine de marque Scapa 41 est un produit de synthèse principalement utilisé dans l'isolation électrique des accessoires de câbles Basse Tension, la protection mécanique des accessoires de câbles Haute Tension et Ampérage et pour la protection contre l'humidité. La préparation est nécessaire pour utiliser la résine époxy dans la fabrication d'un matériau composite, c'est une résine thermodurcissable liquide qui avec l'adjonction d'un durcisseur, Il est important de noter que cette réaction chimique est irréversible. Cette résine présente plusieurs avantages tel que:

- ✓ Conditionnée en petits sac prêt à l'emploi. Proportions résine/durcisseur précises.
- ✓ Mélange aisé grâce aux proportions résine/durcisseur.
- ✓ Polymérise même en milieu très humide sans formation de bulles.
- ✓ Temps de polymérisation adapté aux climats tempérés.
- ✓ Accrochage exceptionnel sur le PVC et le PE.
- ✓ Approuvée EDF (Type MPF 01-1 et MPF-PM) elle est conforme à la spécification UTE C 33-010.
- ✓ Après mélange dans le sac le produit restant est totalement inerte.

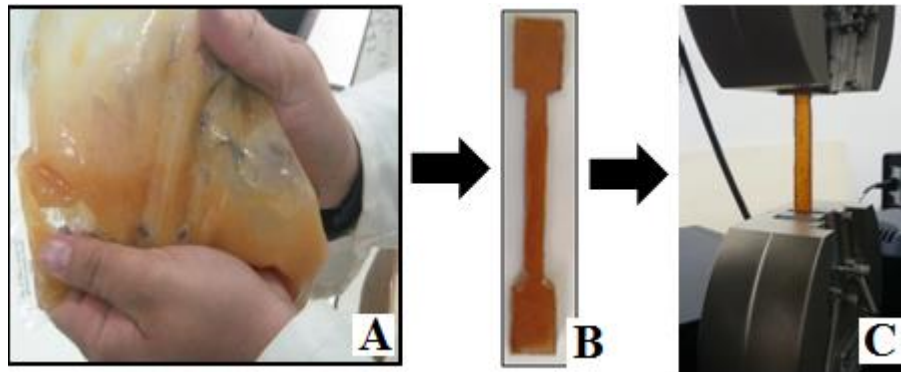
Les caractéristiques techniques de la résine de marque Scapa 41 peuvent être mentionnées dans le tableau suivant :

Propriétés	Unité	Valeur Nominale	Méthode de test
<b>Viscosité de la résine à 25°C (Brookfield)</b>	mPa.s	3500	ISO 2555
<b>Viscosité du durcisseur à 25°C</b>	mPa.s	3500	ISO 2555
<b>Proportion de durcisseur pour 100g de résine</b>	G	100	-
<b>Densité du mélange à 25°C</b>	-	1.04	ISO 3521
<b>Durée de vie en Pot Pour 100g à 25°C</b>	Min.	25	UTE C 33-010
<b>Dureté Shore A</b>		95	ISO 868
<b>Résistivité volumique</b>	Ohm.m	$1 \times 10^{12}$	IEC 60093
<b>Rigidité diélectrique</b>	kV/mm	25	ICE 60243

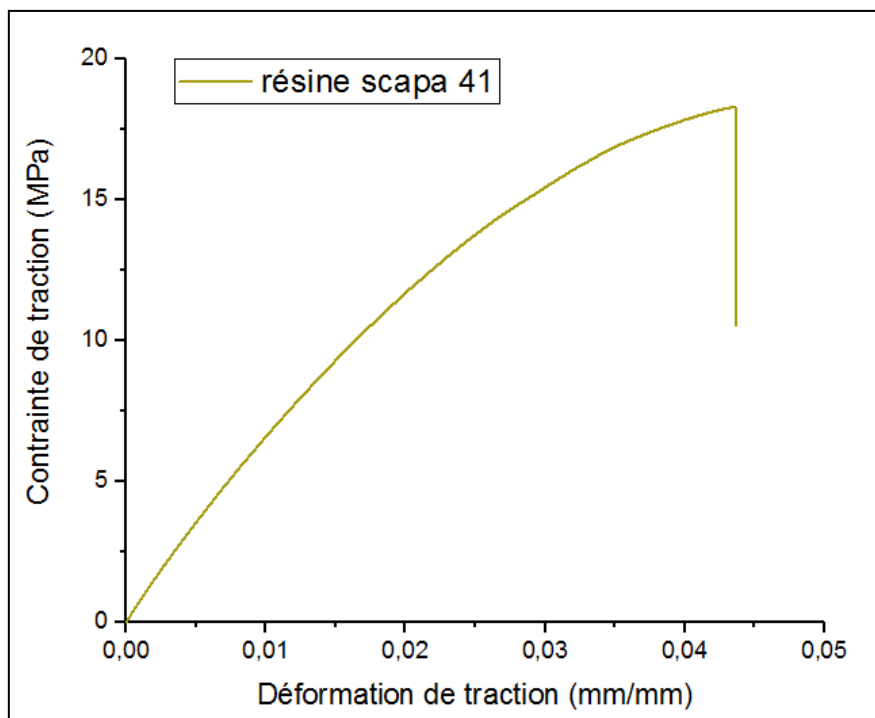
**Tableau (IV.1) :** Les caractéristiques techniques de la résine de marque Scapa 41.

### IV. 3. 1. 2. Préparation des éprouvettes de matrice Scapa 41 :

Pour étudier le comportement mécanique de la matrice de marque Scapa 41 (résine + durcisseur), nous avons réalisé des éprouvettes à partir du mélange de cette résine et du durcisseur conjointement fourni, ce mélange est coulé dans les moules d'éprouvettes, puis laissées pour séchage à la température ambiante pour les élaborées au test de traction voir figure (IV.7). Le résultat de ce test est présenté dans la figure (IV.8)



**Figure (IV.7):** Réalisation d'éprouvettes de la résine de marque scapa 41 pure, (A) : résine après le mélange et (B) : éprouvette réalisée, (C) : l'essai de traction.



**Figure (IV.8):** Allure de la courbe de l'essai de traction de la résine de marque Scapa 41.

### IV. 3. 2. Elaboration du bio composite renforcé par les fibres de life :

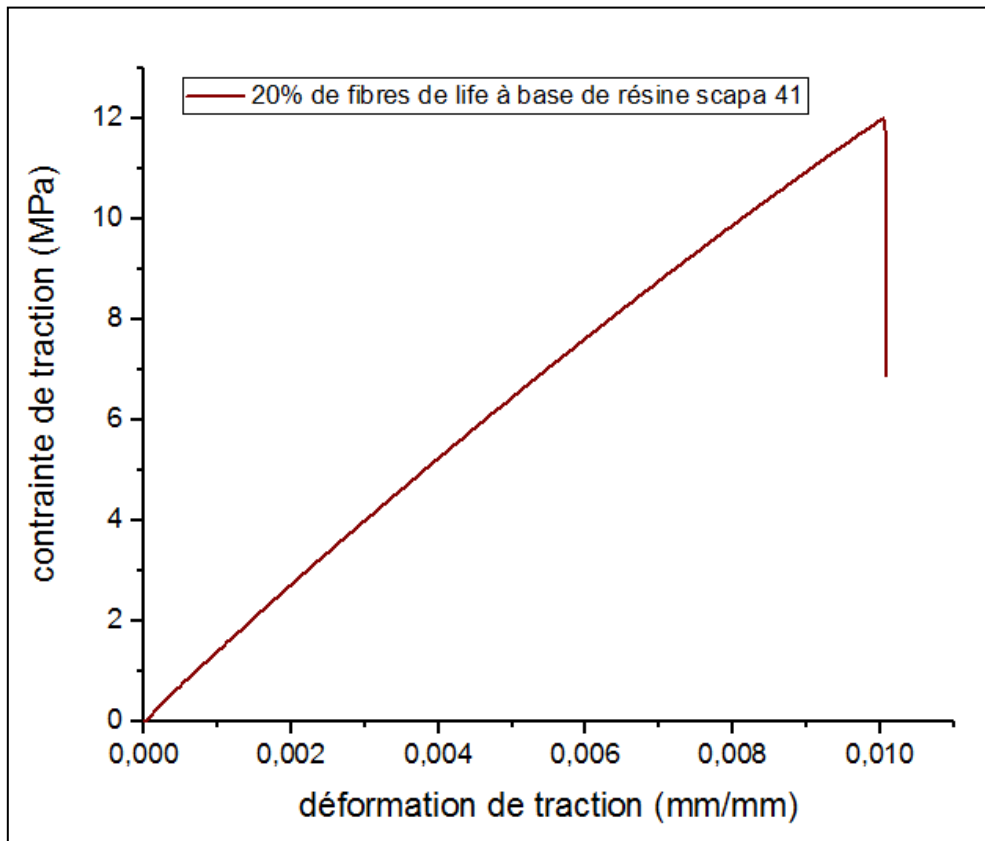
Dans ce cas, on a mixé 07.5 g de fibres de life avec 30g de Résine de marque Scapa 41, afin d'obtenir un biocomposite contenant 20% de fibres et 80% de résine soit 20% de renfort et 80% de matrice, Ce mélange est versé dans le moule et laissé sécher à la température ambiante pendant 24h, après le séchage nous traçons la forme d'éprouvette sur le bio composite réalisé et nous enlevons la partie excédentaire par la meule pour passer ensuite à l'essai de traction, la figure (IV.9) indique ces étapes:



**Figure (IV.9):** Les étapes réalisées pour faire l'essai de traction.

A la suite de teste de traction, nous avons obtenu le résultat combiné dans le figure (IV.10).





**Figure (IV.10):** Allure de la courbe de l'essai de traction de bio composite à 20% fibres de life + 80% de résine Scapa 41.

### IV. 3. 3. Le bio composite renforcé par les fibres longues de spadice :

Nous pesons 3g de fibres longues non traitées de 150 mm de longueur avec la balance électronique, ces fibres sont disposées sur un adhésif en trois couches afin de maintenir les fibres alignées et donner un sens unidirectionnel, ensuite, on pèse aussi 12 g de la résine pour obtenir 20% de fibres et 80% de résine. Après cela nous mettons la première couche de fibres alignées dans le moule où la coté des fibres est en face, et la coté de l'adhésif est lié au moule, une partie de la résine est coulée sur les fibres et la répartie sur tout la surface de cette couche de fibres par une fourchette pour éliminer les bulles d'air qui entraînent la non homogénéité du biocomposite, puis nous plaçons la deuxième couche des fibres et nous retirons l'adhésif de la même manière, nous complétons la troisième couche des fibres et on coule le reste de la résine et nous laissons sécher à la température ambiante pendant 24 h pour obtenir un bio composite stratifié unidirectionnel qui prend la forme de moule (parallépipède) et constitué de trois couches de fibre et trois couches de résine avec une épaisseur de 3 mm.

En fin nous trace la forme d'éprouvette sur le biocomposite réalisé et nous enlevons la partie excédentaire par la machine meule, les étapes les plus importantes de ce protocole expérimental sont montrées dans la figure (IV.11):



(a) : Fibres alignées dans un scotch adhésif



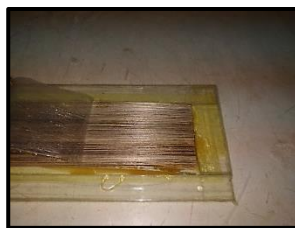
(b) : Les fibres alignées placées dans le moule



(c) : La résine est coulée sur la couche de fibres



(d) : Distribution de résine sur tout la surface



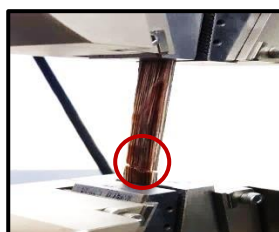
(e) : Ajouter la couche suivante et enlever le scotch adhésif



(f) : Enlever la partie excédentaire



(g) : Le biocomposite finale obtenu



(h) : l'essai de traction

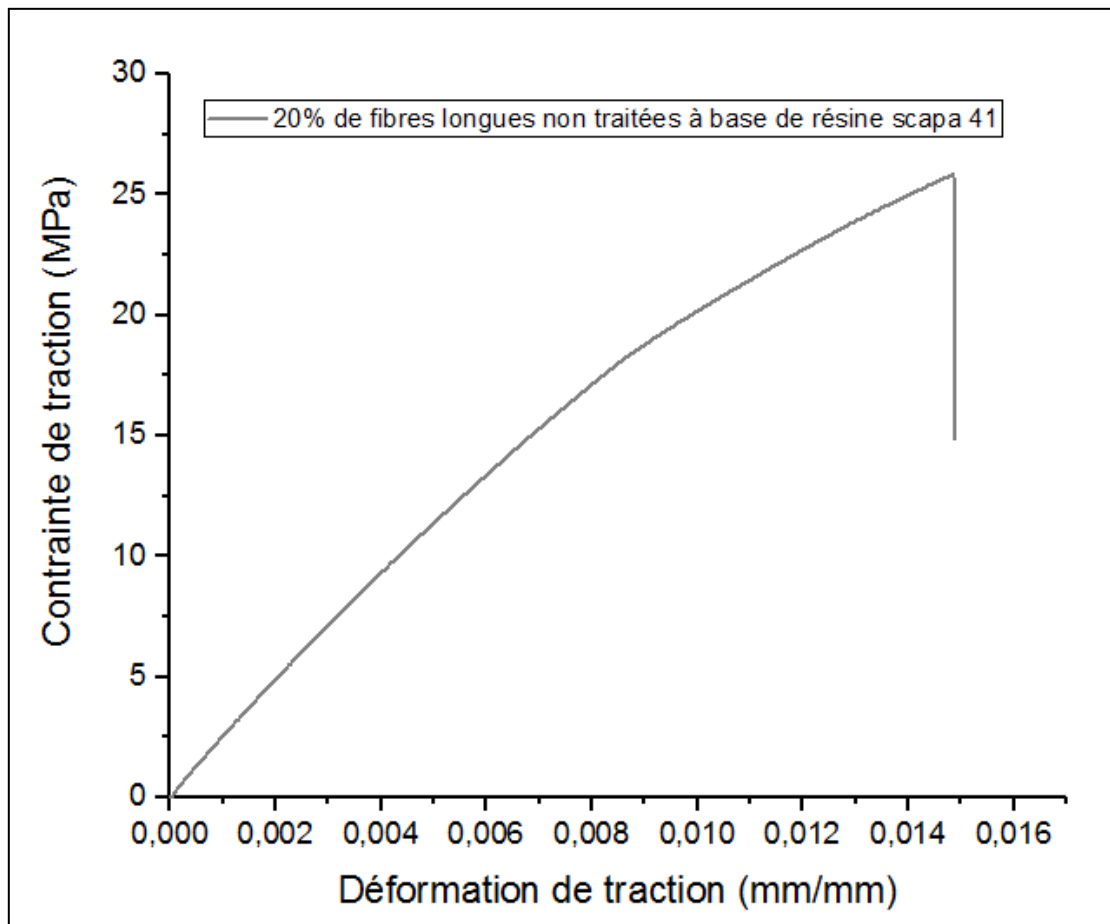


(i) : Le biocomposite finale obtenu

**Figure (IV.11):** Les étapes de réalisation de bio composites à fibres longues pour faire l'essai de traction



Après l'essai de traction nous avons obtenu la courbe qui représentée dans la figure (IV.12):

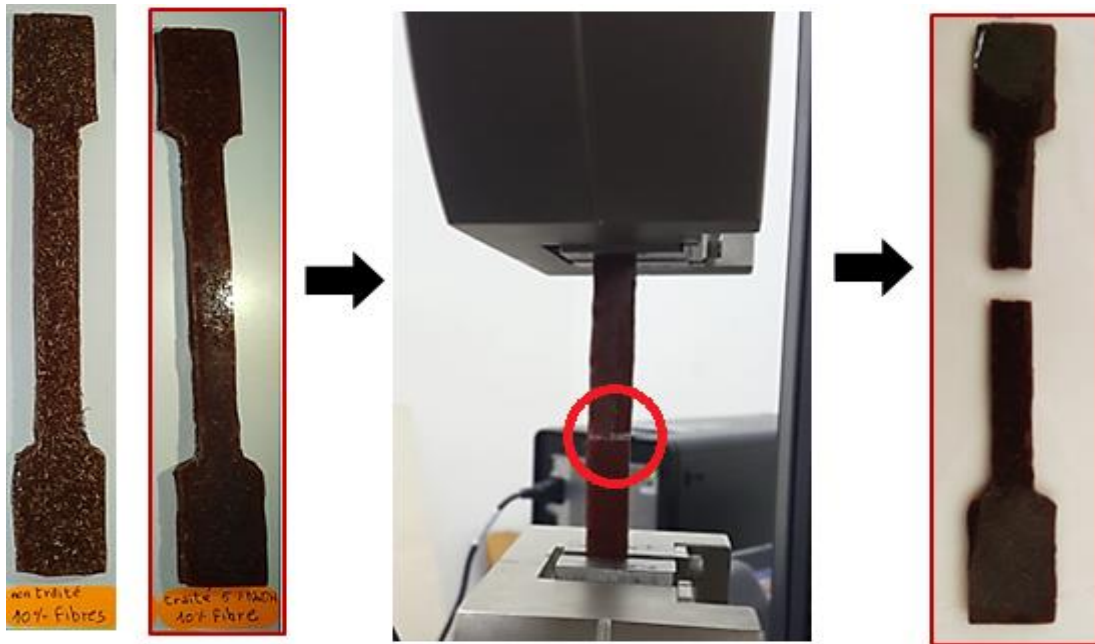


**Figure (IV.12):** Allure de la courbe de l'essai de traction de bio composite à 20 % fibres longues non traitées et de résine de marque Scapa 41.

#### **IV. 3. 4. Les bio composites renforcés par les fibres moulées de spadice :**

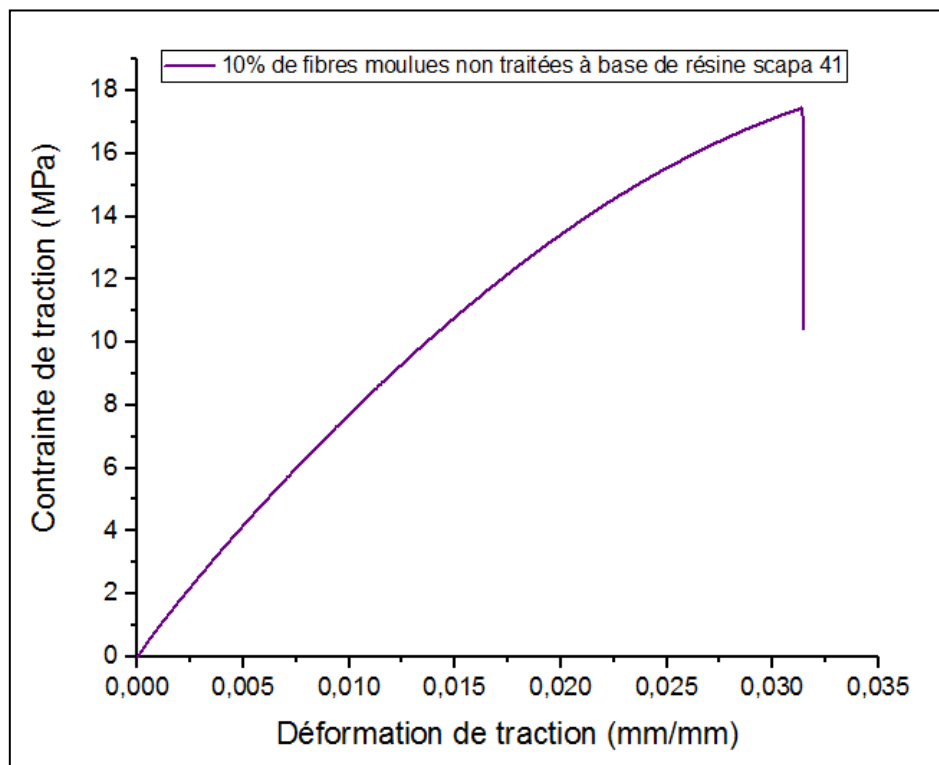
Nous avons préparé un biocomposite qui contient 10% de fibres et 90% de résine à partir d'une mixture de 20g de résine et de 02.22g de fibres, on coule le mélange dans son moule de la forme de l'éprouvette et on le laisse sécher à la température ambiante pendant 24h.

Suite à ce protocole expérimental nous avons réalisé deux types de bio composites en termes de type de fibres, l'un est renforcé par les fibres moulées de spadice non traitées et l'autre est renforcé par les mêmes fibres, mais elles sont traitées avec 05% de NaOH pendant 48h. Les bio composites réalisés sont présentés dans la figure (IV.13):

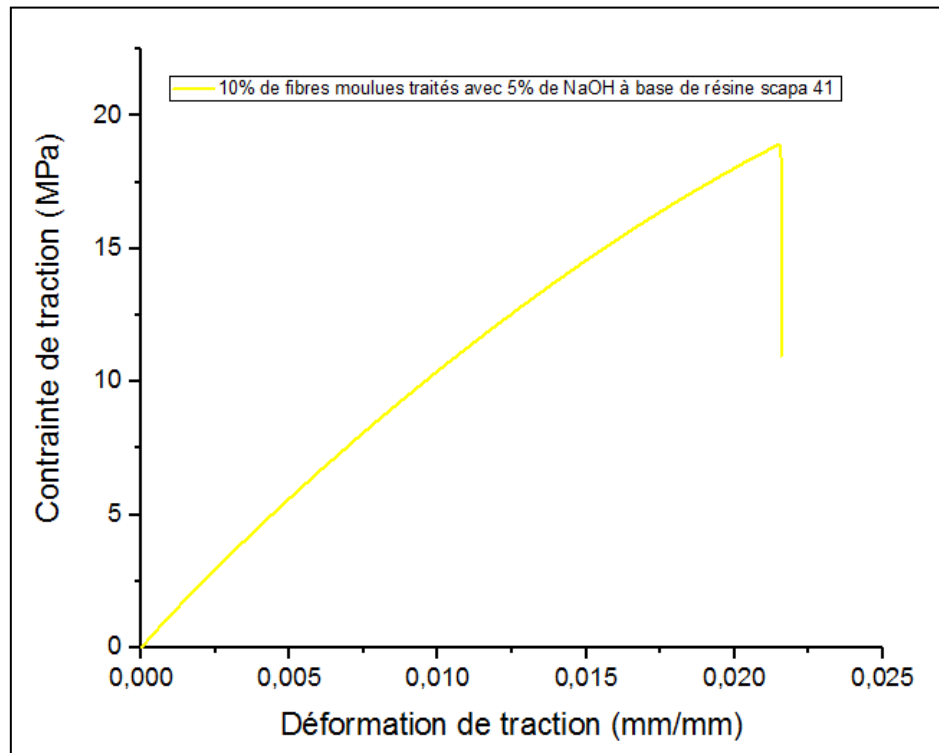


**Figure (IV.13):** Les bio composite réalisé à base de fibres moulues et de résine de marque scapa 41.

Juste après sa réalisation nous somme passé à l'essai de traction mécanique sur ces éprouvettes, les résultats obtenus sont indiqués dans la figure (IV.14) et la figure (IV.15):



**Figure (IV.14):** Allure de la courbe de l'essai de traction de bio composite à 10% fibres moulues non traitées à bas de résine de marque Scapa 41.

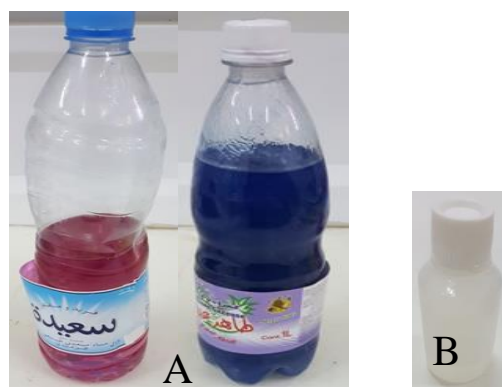


**Figure (IV.15):** Allure de la courbe de l'essai de traction de bio composite à 10% fibres moulues traitées avec 05% de NaOH et de résine de marque Scapa 41.

#### IV. 4. Elaboration des bio composites à base de résine commerciale :

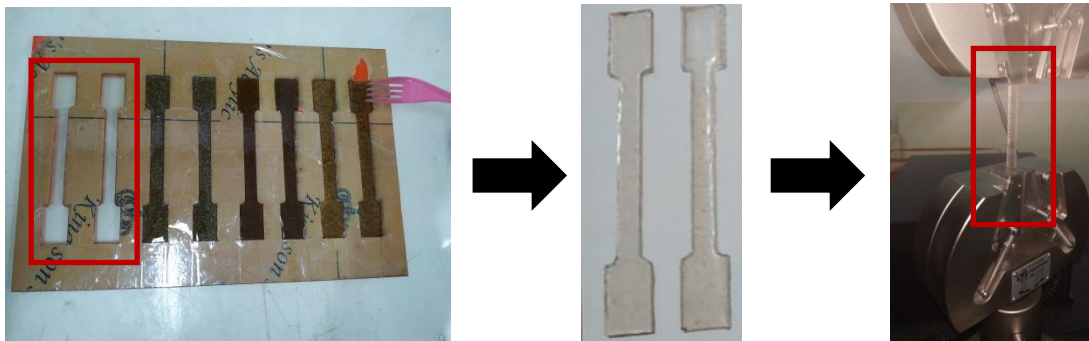
##### IV. 4. 1. Présentation de la résine :

La deuxième résine utilisée est une combinaison de deux types différentes de résines commerciales, elles sont utilisées en 99% de la masse globale de matrice, avec un catalyseur ayant une fonction principale d'accélérer le séchage du biocomposite, ce dernier est utilisé pour une proportion de 01% de la masse globale. Les deux résines et le catalyseur sont présentés dans la figure (IV.16):



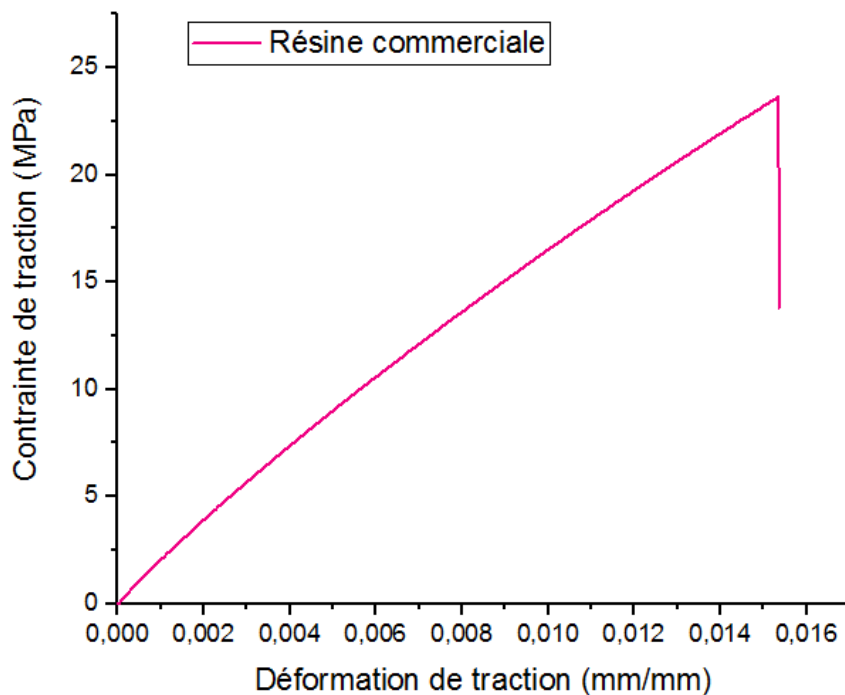
**Figure (IV.16):** La matrice commerciale, (A) : les deux résines, (B) : le catalyseur.

Pour déterminer les caractéristiques mécaniques de cette résine et le comportement mécanique, nous avons réalisé des essais de traction sur des éprouvettes de cette résine où nous avons mixé 20g de résines (10g de chaque résine) avec 0.20g de catalyseur afin d'obtenir un mélange transparent cette mixture, celle-ci contient 99% de résine et 1% de catalyseur, on coule cette mixture dans le moule puis nous laissons sécher à la température ambiante pendant 24h. Les éprouvettes obtenues sont montrées dans la figure (IV.17):



**Figure(IV.17):** La réalisation des éprouvettes de résine commerciale pure pour l'essai de traction.

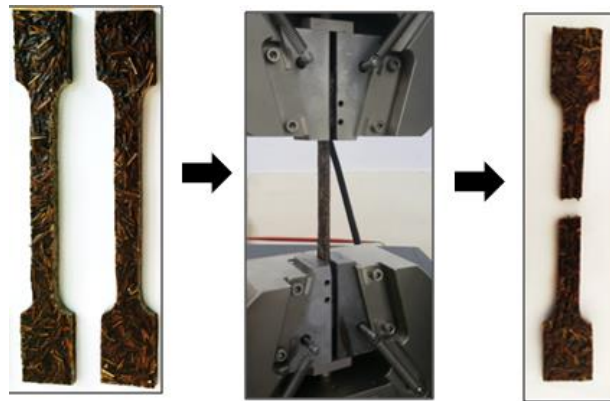
Le résultat d'essai de traction mécanique concernant cette résine est montré dans la figure (IV.18):



**Figure (IV.18):** Allure de la courbe de l'essai de traction de la résine commerciale pure.

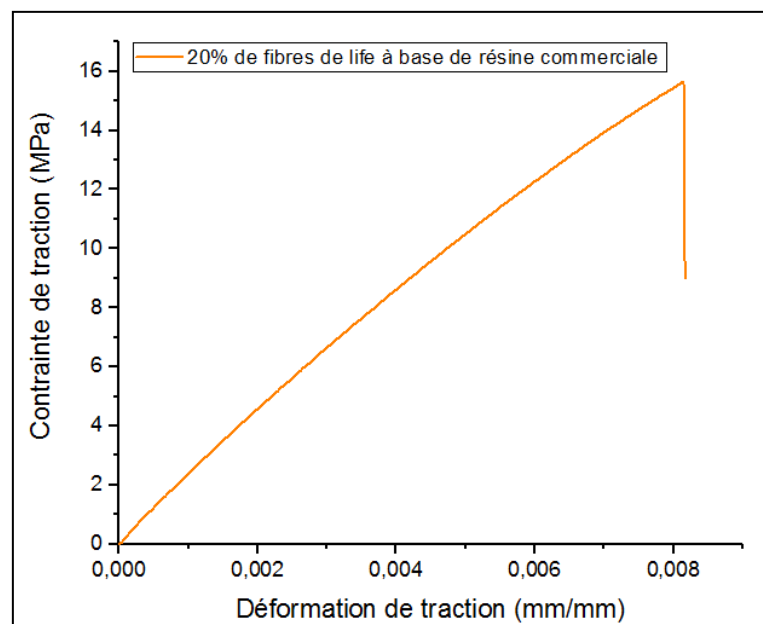
#### IV. 4. 2. Bio composites renforcés par les fibres de life :

Le bio composite renforcé par les fibres de life et à base de résine commerciale a été réalisé à partir de 20% de fibres et 80% de résine pour un mélange de 7.58g de fibres incorporées dans 30.3g de résine (15g de chaque résine + 0.3g de catalyseur), le mélange obtenu a été coulé dans son moule sous forme de parallélépipède, sans oublier l'enlèvement des bulles d'air par la fourchette, après cela on laisse le biocomposite réalisé sécher à la température ambiante durant 48h. En fin nous traçons la forme de l'éprouvette et nous éliminons la partie excédentaire par la machine meule pour obtenir un biocomposite sous forme d'éprouvette élaboré pour l'essai de traction figure (IV.19):



**Figure (IV.19):** Bio composites de 20% de fibres de life à 80 % de résine commerciale.

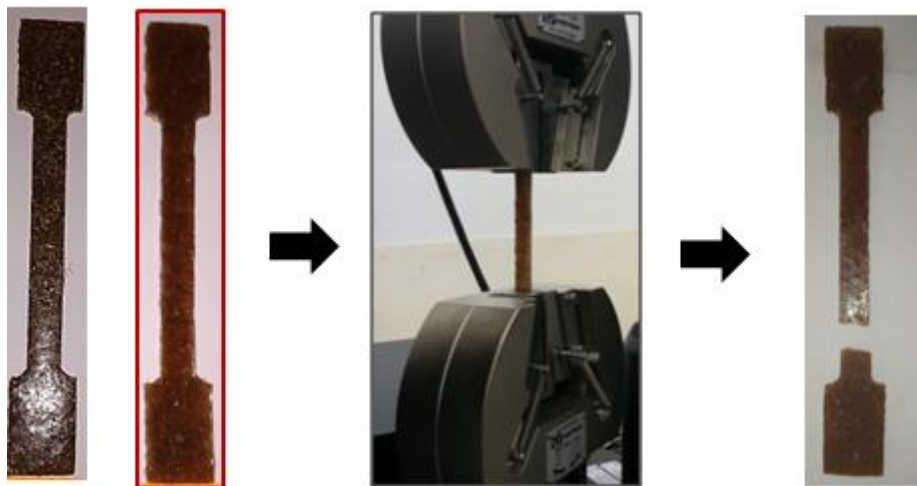
Le résultat de traction obtenu est comme suit :



**Figure (IV.20):** Allure de la courbe de l'essai de traction de bio composite à 20% fibres de life + 80% de résine commerciale.

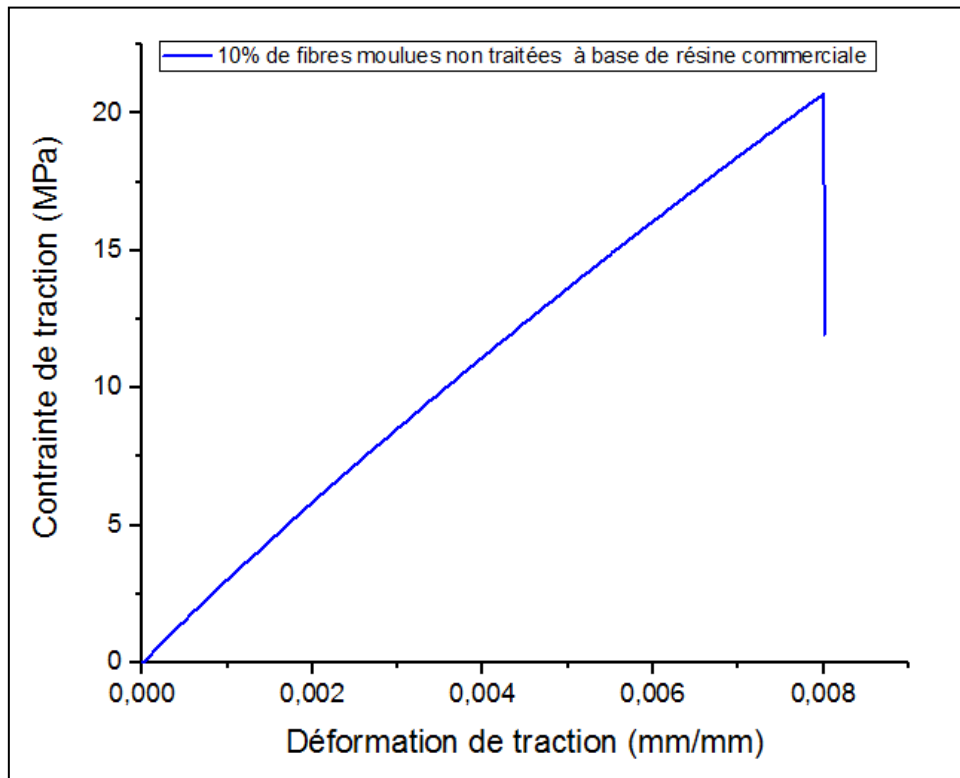
#### IV. 4. 3. Le bio composites renforcé par les fibres moulues de spadice :

On mélange 10 g de chaque résine commerciale et on ajoute 0.2 g de catalyseur pour obtenir une matrice contient de 99 % de résine et de 1 % catalyseur. Puis on ajoute 2.24 g de fibres à ce mélange pour réaliser un bio composite qui contient de 90% de résine et 10% de fibres. En fin nous coulons le mélange dans le moule et le répartir par la fourchette, puis laisser sécher à la température ambiante pendant 24h. Selon ce protocole nous avons réalisé deux bio composites, l'un est renforcé par les fibres moulues de spadice non traitées, l'autre est renforcé par les fibres moulues de spadice traitées avec 05% de NaOH pendant 48h, voir figure (IV.21):

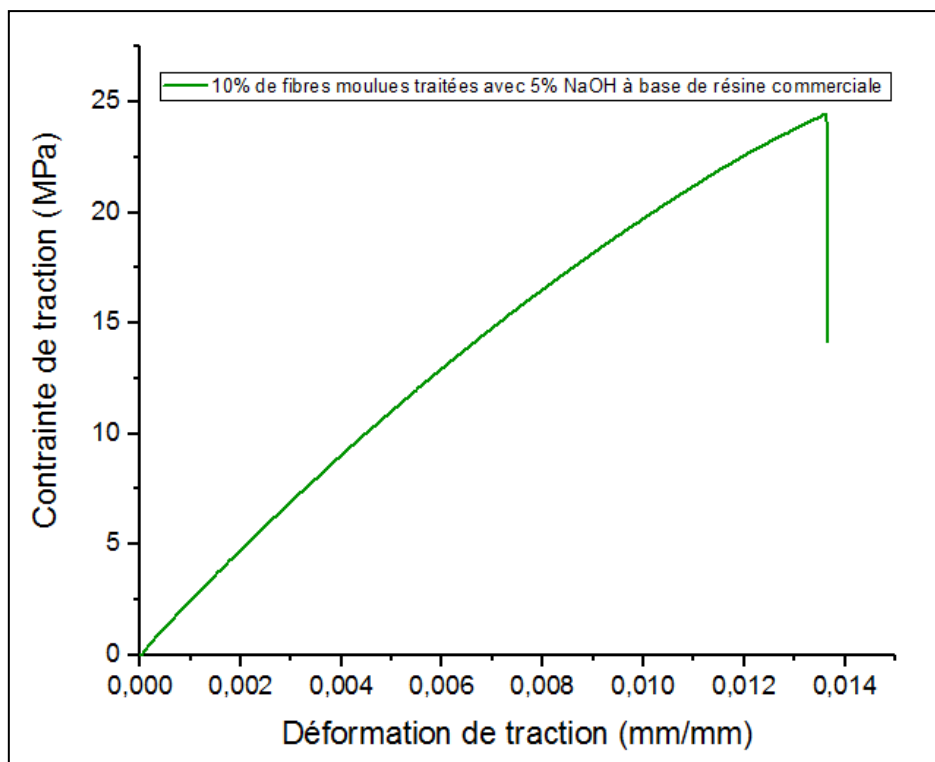


**Figure (IV.21):** Les bio composites réalisés à base de fibres moulues de spadice à de résine commerciale. (A): renforcé par 10% de fibres non traitées, (B): renforcé par 10% de fibres traitées avec 05% de NaOH.

Après l'essai de traction du bio-composite nous avons obtenus le résultat illustré dans la figure(IV.22):



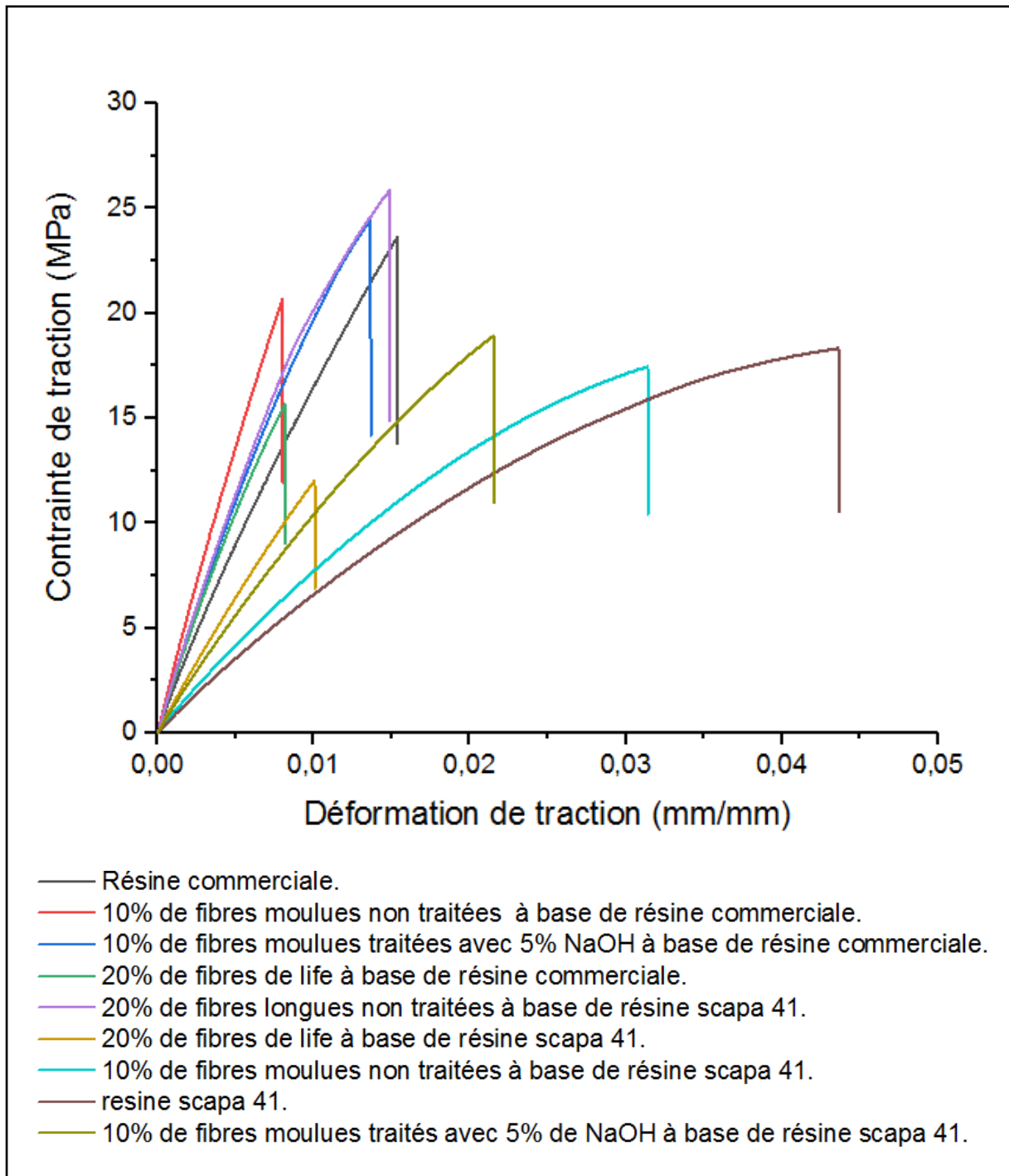
**Figure (IV.22):** Allure de la courbe de l'essai de traction du biocomposite à 10% fibres moulues non traitées et de résine commerciale.



**Figure (IV.23):** Allure de la courbe de l'essai de traction de bio composite à 10% fibres moulues traitées avec 05% de NaOH et de résine commerciale.

## IV. 5. Les résultats

La courbe qui va suivre englobe une forme de comparaison des allures des tests des essais de traction réalisées entre les différents matériaux biocomposites dans le but de lister une hiérarchie des résistance obtenus de ces différents matériaux...



**Figure (IV.24):** Courbes de tractions réalisées.



## IV. 6. Interprétations

A travers les courbes illustrées dans la figure ci-dessus nous avons déduit plusieurs interprétations majeures telles que :

- ✓ La résine commerciale de marque SCAPA 41 possède des caractéristiques mécaniques telles que la rigidité et la résistance à la traction moins élevée que celle la résine commerciale qui comprend la combinaison des deux résines et le catalyseur.
- ✓ De point de vue consistance et résistance les fibres de spadice sont plus importantes que les fibres de life, vu que les bio composites à fibres de spadice ont atteint des propriétés mécaniques plus élevées que les bio composites à fibres de life.
- ✓ Le traitement chimique avec de l'NaOH de concentration 05% est incompatible avec les fibres de spadice car il conduit à leur détérioration par contre celui de concentration 02% conduit à leur renforcement.
- ✓ Les biocomposite renforcés par les fibres non traitées présentent des caractéristiques mécaniques meilleures que les biocomposites à fibres traitées de 05% de NaOH.

# **Conclusion générale**

## Conclusion générale

À la suite de notre étude bibliographique et expérimentale approfondie sur les matériaux composites et mêmes sur les fibres végétales, Nous avons pu atteindre l'objectif principal de ce travail de recherche engagé en plus cela nous a procuré plusieurs résultats résumés comme suit:

- ✓ Les fibres végétales possèdent une structure hétérogène qui rend leurs études difficile avec des résultats non cohérents et instables, ceci est confirmé par l'observation microscopique de fibres de spadice ainsi que les fibres de life.
- ✓ L'extraction des fibres de spadice est un travail difficile dans le but d'obtenir des fibres longues non endommagées, soit par la méthode mécanique dont la difficulté réside dans le travail manuel, soit par la méthode biologique qui nécessite un suivi continu.
- ✓ L'amélioration de la surface des fibres et la diminution de la masse sont principalement liées à l'augmentation de la concentration de NaOH et à la durée d'immersion.
- ✓ Le traitement par l'NaOH à une concentration optimale pour une durée appropriée entraîne une augmentation des propriétés mécaniques du biocomposite, tandis que l'augmentation de l'une de ces deux conditions conduit directement à la détérioration de ce dernier, ceci est confirmé par les essais de traction des biocomposite avant et après le traitement par 05% de NaOH pendant 48h.
- ✓ De point de vue consistance et résistance, les fibres de spadice sont plus importantes que les fibres de life, vu que les bio composites à fibres de spadice ont atteint des propriétés mécaniques plus élevées que les bio composites à fibres de life
- ✓ La réalisation du composite est une affaire d'extraction des fibres et amélioration d'interface, puis développer le protocole le plus approprié, pour atteindre la performance mécanique le plus élevé.

## Résumé

L'utilisation croissante des matériaux composites engendre des problèmes de gestion des déchets qui en résultent. On s'oriente alors de plus en plus vers la mise en œuvre de produits biodégradables, soit en ayant recours à des polymères biodégradables, soit par incorporation des fibres biodégradables dans des matériaux polymériques. Cette dernière a récemment attiré l'attention des scientifiques et ingénieurs en raison des avantages qu'elles présentent par rapport aux fibres de renforcement classiques comme les fibres de verre ou de carbone.

Dans ce contexte, nous avons choisi les fibres de spadice et de life comme renfort aux matériaux composite, ces fibres étant principalement disponibles en abondance, ce qui rend leurs bio composites très économiques.

Dans ce travail nous nous intéressons en premier lieu à l'étude structurelle microscopique de fibres de spadice et de life, afin de déduire le mode d'extraction approprié à ces fibres.

Un traitement chimique par l'NaOH pour les fibres de spadice avec différentes concentrations (2% et 5%) et avec différentes durées d'immersion (24h et 48h), vise principalement à connaître l'effet de traitement sur ces fibres, ainsi que l'effet sur l'interface fibres/matrice par le biais d'observations microscopiques et de test des propriétés mécaniques.

Ensuite, un protocole de réalisation des bio composites à base de deux types de résines différente est mis en place, puis ces biocomposites sont soumis aux essais de traction.

## الملخص

تزايد استخدام المواد المركبة يخلق مشاكل تدوير النفايات الناتجة. لذلك تم الاتجاه أكثر فأكثر إلى تنفيذ المنتجات القابلة للتحلل، سواء من خلال استخدام البوليمرات القابلة للتحلل، أو من خلال إضافة ألياف قابلة للتحلل في المواد البوليمرية، حيث لفت هذا الأخير انتباه العلماء و المهندسين نظرا للمزايا التي تقدمها مقارنة مع الألياف التقليدية الأخرى، كالألياف الزجاجية أو ألياف الكربون.

ضمن هذا السياق، تم اختيار نوعين من الألياف النباتية، هما ألياف الليف و ألياف السباديس، و ذلك لاستخدامهما كتعزيزات للمواد المركبة، كونها أساسا متواجدة بوفرة، وهو ما يجعل مركباتها الحيوية ذات تكلفة منخفضة.

في البداية يركز عملنا على الدراسة المجهرية لبنية ألياف الليف و كذلك السباديس، لنتقل مباشرة إلى تحديد الطريقة الأمثل لاستخراج هذه الألياف.

يهدف العلاج الكيميائي لألياف السباديس بواسطة محلول هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) عند تراكيز مختلفة (2% و 5%) و خلال فترات زمنية متغيرة (24 ساعة و 48 ساعة) أساسا لمعرفة مدى تأثيره على هذه الألياف و كذلك على مستوى الواجهة ألياف / مصفوفة، و ذلك من خلال الملاحظات المجهرية للألياف و اختبار الشد للمركبات الحيوية .

في النهاية، يتم وضع بروتوكول لإنشاء المركبات الحيوية استنادًا إلى نوعين مختلفين من الراتنجات ، ثم يتم إخضاع هذه المركبات لاختبارات الشد الميكانيكية.