



Université Mohamed Khider de Biskra  
**Faculté des Science Exactes et de des Sciences de la nature et la vie**  
**Département des Sciences de la matière**

# MÉMOIRE DE MASTER

Domaine Sciences de la Matière

**Filière de chimie**

**Chimie des matériaux**

Réf : CH 05

---

Présenté et soutenu par :

**ZERARI RANIA**

Le : 10/06/2024

## Elaboration des tuiles à base des biomatériaux cellulosiques

---

### Jury :

Mm	BOUNAB KARIMA	Pr	Université de Biskra	Présidente
Mr	BENAKCHA RACHID	MCB	Université de Biskra	Examinateur
Mm	FETTAH ASMA	MCA	Université de Biskra	Rapportrice

Année universitaire : 2023/2024

## RÉSUMÉ :

Ce travail vise à exploiter et à valoriser les résidus végétaux pour apporter une réelle contribution à la protection de l'environnement. Cela permet également d'étendre son champ d'application à d'autres secteurs industriels.

Cette étude a été consacrée au développement de nouveaux matériaux composites à base de résines époxy renforcées par des fibres naturelles, pour une éventuelle application dans la préparation de tuiles. Nous avons choisi des feuilles de maïs et des peaux de banane comme biomasses incorporées dans la matrice de résine (époxy) avec 10 % de charge, afin d'améliorer les propriétés physiques, chimiques et mécaniques et d'obtenir une bonne adhérence entre les fibres et le polymère. Les composites obtenus ont été analysés par spectroscopie infrarouge. Par la suite, des tests de dureté, d'absorption d'eau et de la résistance chimique dans les différents solvants ont été effectués.

Les résultats ont montré de bons rendements en biopolymères et des propriétés physicochimiques et mécaniques acceptables pour les composites, qui peuvent être améliorées à l'avenir en optimisant leurs méthodes de production.

**Mots clés :** Déchet végétal - Biopolymère – Matériaux composites - Tuiles

## ملخص :

يهدف هذا العمل إلى استغلال المخلفات النباتية وإعطائها قيمة مضافة من أجل تقديم مساهمة حقيقية في حماية البيئة . حيث تم توسيع مجال تطبيقها ليشمل قطاعات صناعية أخرى . وقد خصصت هذه الدراسة لتطوير مواد مركبة جديدة تعتمد على راتنج الأيبوكسي المعززة بالألياف الطبيعية، مما يسمح باستعمالها في إعداد البلاط . حيث اخترنا أوراق الذرة وقشور الموز ككثا حيوية مدمجة في مصفوفة الراتنج الأيبوكسي مع حشو بنسبة 10% من أجل تحسين الخواص الفيزيائية والكيميائية والميكانيكية والحصول على التصاق جيد بين الألياف والبوليمر. تم تحليل المركبات التي تم الحصول عليها بواسطة التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء. كما أجريت بعد ذلك اختبارات الصلابة وامتصاص الماء واختبار المقاومة الكيميائية في مذيبات مختلفة. أظهرت النتائج المتحصل عليها مردودا جيدا من البوليمر الحيوي والمركبات المحضرة خصائص فيزيائية كيميائية وميكانيكية مقبولة، والتي يمكن تحسينها في المستقبل من خلال تحسين طرق الإنتاج .

**الكلمات الرئيسية:** بقايا النباتات - البوليمر الحيوي - المواد المركبة - البلاط

# *Remerciement*

*Alhamdoulilah, avant tout et après tout*

*Je souhaite tout particulièrement remercier **Mm. Fettah Asma**, Maître de Conférences qui m'a encadrée et qui ma prodiguée durant toute la période de réalisation de ce mémoire. Je voudrais lui exprimer toute ma gratitude pour m'avoir transmis son sens de la pédagogie et son souci du détail.*

*Je remercie également les honorables membres du jury **Mr. Benakcha Rachid** et **Mm. Bounab Karima** qui ont examinés et portés une analyse critique sur le travail.*

*Je tiens donc à exprimer ma profonde et sincère gratitude à tous les professeurs de l'Université de Biskra qui nous ont accompagnés tout au long de la période d'étude.*

*Enfin, j'aimerais également remercier toutes les personnes qui m'ont soutenu d'une manière ou d'une autre pendant la préparation de cette mémoire.*

# Dédicace

الحمد لله كما ينبغي لعظيم وجهه \*\*\*

\*\*\* وسلطانه

*Dieu merci pour sa grâce.*

*Après toutes ces années de fatigue et de gros efforts pour arriver à ce stade d'étude.*

*Je dédie ce travail en particulier à mon cher père pour son grand soutien moral et financier, et à ma chère mère qui n'a jamais cessé de m'encourager et de prier pour moi. En témoignage d'amour et de respect pour ses grands sacrifices.*

*A Mes adorables frères et sœurs : Salima et Wahiba, Abdeldjalil et Okba, pour leur grand amour et leur soutien, surtout ma sœur Salima, qu'ils trouvent ici l'expression de ma haute gratitude  
Une spéciale dédicace à tous ceux qui ont été de vrais amis pour moi, qui m'ont soutenu et partagé avec moi tous les moments de ma joie et de ma peine tout au long de ces années, merci. Puisse Allah vous préserver. J'espère conserver à jamais les souvenirs et les liens qui nous unissent.*

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

*Merci à tous ceux qui m'ont aidé dans ce travail, je vous souhaite le meilleur dans votre vie.*

*Erari Rania*

# TABLE DE MATIERE

## RÉSUMÉ

<b>LISTE DES FIGURES.....</b>	<b>V</b>
<b>LISTE DES TABLEAUX.....</b>	<b>VII</b>
<b>LISTE DES ABREVIATIONS.....</b>	<b>VIII</b>
<b><u>INTRODUCTION GÉNÉRALE.....</u></b>	<b>1</b>
<b>RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>3</b>
<b><u>CHAPITRE I : Généralités sur les matériaux composites</u></b>	
<b>I.1-Introduction.....</b>	<b>5</b>
<b>I.2-Définition générale d'un composite.....</b>	<b>5</b>
<b>I.3-Les types des matériaux composites.....</b>	<b>6</b>
<b>I.3.1- Matériaux composites de hautes performances (HP).....</b>	<b>6</b>
<b>I.3.2-Matériaux composites de grande diffusion (GD).....</b>	<b>6</b>
<b>I.4-Classification des matériaux composites.....</b>	<b>6</b>
<b>I.4.1-Classification selon la nature de matrice.....</b>	<b>6</b>
<b>I.4.2-Classification selon la catégorie du renfort.....</b>	<b>7</b>
<b>I.4.3-Classification selon la forme du renfort.....</b>	<b>8</b>
<b>I.4.3.1-Les composites à fibres.....</b>	<b>8</b>
<b>I.4.3.2-Les composites à particules.....</b>	<b>8</b>
<b>I.5-Les caractéristiques générales.....</b>	<b>9</b>
<b>I.6-Composants d'un matériau composite.....</b>	<b>9</b>
<b>I.6.1-Matrice.....</b>	<b>10</b>
<b>I.6.1.1-Matrices thermoplastiques (TP).....</b>	<b>11</b>
<b>I.6.1.2-Matrices thermodurcissables (TD).....</b>	<b>11</b>
<b>◇ Epoxy .....</b>	<b>11</b>
<b>I.6.2-Renfort.....</b>	<b>12</b>

◇ Les fibres naturelles.....	13
➤ Les fibres végétales.....	14
A- Composition chimique.....	14
◇ La cellulose.....	14
◇ L'hémicellulose.....	15
◇ La lignine.....	16
B- Classification des fibres végétales.....	17
C- Le rôle des fibres.....	17
D- Traitements des fibres végétales.....	18
D.1-Traitement chimique.....	18
D.2- Traitement physique.....	19
D.3- Traitement mécanique.....	19
E- Avantages et inconvénients des fibres végétales.....	20
I.6.3- Les charges et les additifs.....	21
<b>I.7-Facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites...</b>	<b>21</b>
<b>I.8-Les tuiles.....</b>	<b>22</b>
I.8.1-Définition.....	22
I.8.2-Les propriétés.....	23
I.8.3-Différents types de tuiles.....	23
I.8.4- Etapes de la fabrication de tuiles composites.....	24
<b>I.9-Les avantages et inconvénients des matériaux composites à</b>	
<b>Charges végétales.....</b>	<b>25</b>
<b>I.10-Applications des matériaux composites.....</b>	<b>26</b>
<b>RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>27</b>
<b><u>CHAPITRE II : Partie expérimentale</u></b>	
<b>II.1-Introduction.....</b>	<b>33</b>
<b>II.2-Matériaux utilisés et techniques expérimentale.....</b>	<b>34</b>
II.2.1-Matériaux utilisés.....	34
II.2.1.1-Biomasses utilisées.....	34
II.2.1.2-Polymère utilisé.....	34

II.2.1.3- Solvants et produits chimiques .....	35
II.2.2-Techniques expérimentale.....	36
II.2.2.1- Préparation des poudres.....	36
II.2.2.2-Test de caractérisation physico-chimique des poudres.....	36
II.2.2.2.1- Taux de la matière sèche.....	36
II.2.2.2.2-Taux de cendres.....	37
II.2.2.3-Traitement chimiques des fibres dans les pelures de banane et les feuilles de maïs.....	38
A- La méthode 1.....	38
B- La méthode 2.....	41
II.2.2.4-Broyage et Tamisage.....	42
II.2.2.5-Elaboration des composites.....	43
II.2.2.5.1-Préparation et moulage des composites.....	43
II.2.2.5.2-Préparation des échantillons.....	44
II.3-Techniques de caractérisation.....	45
II.3.1-Test chimique.....	45
II.3.2-Analyse spectrale par FTIR.....	45
II.3.3-Test mécanique (Essai de dureté Vickers) .....	46
II.3.4-Caractérisation physico-chimique .....	47
II.3.4.1-Test d'absorption d'eau.....	47
II.3.4.2-Test de la résistance chimique .....	48
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	49
<b><u>CHAPITRE III : Résultats et discussion</u></b>	
III.1-Tests de caractérisation physico-chimique des biomasses.....	50
III.1.1-Taux d'humidité (matière sèche) .....	50
III.1.2-Taux de la cendre.....	51
III.2-Caractéristiques des biopolymères obtenus.....	52
III.2.1-Caractéristiques organoleptiques.....	52
III.2.2-Rendement des fibres naturelles.....	53
III.2.3-Test chimique.....	53
III.2.4-Spectre FTIR de biopolymère (Cellulose).....	54
III.3-Caractéristiques des composites élaborées.....	56

III.3.1-Spectre FTIR des composites.....	57
III.3.2-Test mécanique (Essai de dureté Vickers) .....	59
III.3.3-Caractérisation physico-chimique .....	61
III.3.3.1-Test d'absorption d'eau .....	61
III.3.3.2- Résistance chimiques des biomatériaux préparés .....	62
<b>RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>67</b>
<b><u>CONCLUSION GÉNÉRALE</u>.....</b>	<b>68</b>
<b>ANNEXE.....</b>	<b>70</b>

## LISTE DES FIGURES

N°	Figure	Page
I.1	Matériau composite.	6
I.2	Classification des composites selon la catégorie du renfort.	8
I.3	Les structures géométriques des renforts de composites à fibres longues, à fibres courtes et à particules.	9
I.4	Structure d'un matériau composite.	10
I.5	Les différents types de matrices.	10
I.6	Diagramme des applications des résines époxy dans l'industrie.	12
I.7	Différents types de renforts.	13
I.8	Classification des fibres naturelles.	14
I.9	Structure chimique de la cellulose montrant l'unité de répétition de cellobiose.	15
I.10	Structure d'un type de xyloglucane.	15
I.11	Structure des précurseurs de la lignine.	16
I.12	Structure possible de la lignine.	16
I.13	Schématisation du mercerisage de la fibre naturelle.	19
I.14	Structure typique de la fibre lignocellulosique, i (non traitée), ii(après traitement alcalin)	19
I.15	Exemple de fibre de sisal : a (Extraction des fibres de sisal), b (séchage), c (corde des fibres de sisal)	20
I.16	Décortication automatisée par martelage.	20
I.17	Procédés de fabrication des tuiles composites	24
I.18	Exemples d'application des bio-composites.	26
II.1	Plan de travail	33
II.2	Biomasses utilisées	34
II.3	Le polymère utilisé (époxy)	35
II.4	Préparation des poudres	36
II.5	Les échantillons après le séchage dans l'étuve A (feuilles de maïs) ; B (Pelures de banane)	37
II.6	Les échantillons après calcination dans le four : A (Pelures de banane) ;	38

	<b>B (feuilles demais)</b>	
<b>II.7</b>	<b>Les échantillons après la macération dans un mélange eau-alcool</b>	<b>39</b>
<b>II.8</b>	<b>Les échantillons après le traitement alcalin</b>	<b>39</b>
<b>II.9</b>	<b>Etapes d'extraction de cellulose (méthode 1)</b>	<b>40</b>
<b>II.10</b>	<b>Cellulose extraite par la méthode 1 : A (pelures de banane) ; B (feuilles de maïs).</b>	<b>40</b>
<b>II.11</b>	<b>Le montage de chauffage à reflux</b>	<b>41</b>
<b>II.12</b>	<b>Etape de rinçage</b>	<b>41</b>
<b>II.13</b>	<b>Etapes d'extraction de cellulose (méthode 2)</b>	<b>42</b>
<b>II.14</b>	<b>Cellulose extraite par la méthode 2 : A (pelures de banane) B (feuilles de maïs)</b>	<b>42</b>
<b>II.15</b>	<b>Procédé de tamisage à l'aide d'un tamis de diamètre 63 µm</b>	<b>43</b>
<b>II.16</b>	<b>Préparation et moulage des bio-composites.</b>	<b>44</b>
<b>II.17</b>	<b>Morceaux des tuiles obtenus</b>	<b>45</b>
<b>II.18</b>	<b>Le test chimique pour la détection de la cellulose</b>	<b>45</b>
<b>II.19</b>	<b>Spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S.</b>	<b>46</b>
<b>II.20</b>	<b>Micro-duremètre Vickers INNOVATEST VERZUS 750.</b>	<b>47</b>
<b>II.21</b>	<b>Test d'absorption d'eau pour les composites Epoxy/Fibres</b>	<b>47</b>
<b>II.22</b>	<b>Test de la résistance chimique.</b>	<b>48</b>
<b>III.1</b>	<b>Résultats de taux en matière sèche.</b>	<b>50</b>
<b>III.2</b>	<b>Résultats de taux de la cendre.</b>	<b>51</b>
<b>III.3</b>	<b>Résultats de rendement des fibres obtenus</b>	<b>53</b>
<b>III.4</b>	<b>Résultats de test chimique</b>	<b>54</b>
<b>III.5</b>	<b>Spectre IR des fibres de feuilles de maïs (méthode 1) / (méthode 2)</b>	<b>54</b>
<b>III.6</b>	<b>Spectre IR de pelures de banane (méthode 1) / (méthode 2)</b>	<b>55</b>
<b>III.7</b>	<b>Bio-composites élaborés</b>	<b>57</b>
<b>III.8</b>	<b>Spectre IR des composites de feuilles de maïs</b>	<b>57</b>
<b>III.9</b>	<b>Spectre IR des composites de pelures de banane</b>	<b>58</b>
<b>III.10</b>	<b>Résultat de l'essai de dureté Vickers</b>	<b>60</b>
<b>III.11</b>	<b>L'absorption d'eau des composites de pelures de banane</b>	<b>61</b>
<b>III.12</b>	<b>L'absorption d'eau des composites de feuilles de maïs</b>	<b>61</b>

## LISTE DES TABLEAUX

<b>N°</b>	<b>Tableau</b>	<b>Page</b>
<b>I.1</b>	<b>Les différents types de composites.</b>	<b>7</b>
<b>I.2</b>	<b>Présente les avantages et les inconvénients des fibres végétales.</b>	<b>20</b>
<b>I.3</b>	<b>Avantages et inconvénients des matériaux composites.</b>	<b>25</b>
<b>II.1</b>	<b>Caractéristiques de polymère utilisé</b>	<b>34</b>
<b>II.2</b>	<b>Caractéristiques de l'éthanol utilisé</b>	<b>35</b>
<b>II.3</b>	<b>Caractéristiques d'acide chlorhydrique utilisé</b>	<b>35</b>
<b>II.4</b>	<b>Caractéristiques d'hydroxyde de sodium utilisé</b>	<b>35</b>
<b>II.5</b>	<b>Caractéristiques de L'eau de javel utilisé</b>	<b>36</b>
<b>II.6</b>	<b>Les formulations sélectionnées pour la préparation de nos échantillons</b>	<b>43</b>
<b>III.1</b>	<b>Caractéristiques organoleptiques des biopolymères obtenus</b>	<b>52</b>
<b>III.2</b>	<b>Résultats de la solubilité dans les solvants</b>	<b>63</b>
<b>III.3</b>	<b>Résultats de la perte de masse</b>	<b>64</b>

## LISTE DES ABREVIATIONS

<b>HP</b>	Matériaux composites de hautes performances
<b>GD</b>	Matériaux composites de grande diffusion
<b>CMO</b>	Les composites à matrices organiques
<b>CMC</b>	Les composites à matrices céramiques
<b>CMM</b>	Les composites à matrices métalliques
<b>TP</b>	Matrices thermoplastiques
<b>TD</b>	Matrices thermodurcissables
<b>DGEBA</b>	Diglycidyléther du bisphénol A
<b>µm</b>	Micromètres
<b>RTM</b>	Le moulage par transfert de résine
<b>AFP</b>	Placement automatisé des fibres
<b>EP</b>	La formulation d'Epoxy non chargée
<b>EP/PB</b>	La formulation d'Epoxy et les fibres de pelures de banane
<b>EP/FM</b>	La formulation d'Epoxy et les fibres de feuilles de maïs
<b>FTIR</b>	Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier
<b>IR</b>	Infrarouge
<b>DV</b>	Dureté Vickers
<b>KgF</b>	Kilogramme-force
<b>ASTM</b>	American Society for Testing and Materials
<b>M</b>	Feuilles de maïs avant traitement
<b>M1</b>	Feuilles de maïs après traitement alcalin
<b>M2</b>	Fibres des feuilles de maïs après traitement -méthode 01-
<b>M3</b>	Fibres des feuilles de maïs après traitement -méthode 02-
<b>B</b>	Pelures de banane avant traitement
<b>B1</b>	Pelures de banane après traitement alcalin
<b>B2</b>	Fibres des pelures de banane après traitement -méthode 01-
<b>B3</b>	Fibres des pelures de banane après traitement -méthode 02-

<b>MV</b>	Matrice vierge
<b>EB1</b>	Epoxy/fibres des pelures de banane -méthode 01-
<b>EB2</b>	Epoxy/fibres des pelures de banane -méthode 02-
<b>EM1</b>	Epoxy/fibres des feuilles de maïs -méthode 01-
<b>EM2</b>	Epoxy/fibres des feuilles de maïs -méthode 02-



***INTRODUCTION GÉNÉRALE***

Depuis le début du 21<sup>ème</sup> siècle, les composites renforcés par des fibres naturelles ont fait l'objet d'une attention considérable de la part des chercheurs scientifiques en raison des graves problèmes liés à la pollution de l'environnement et aux pénuries d'énergie. Les fibres végétales que l'on trouve dans le luffa, l'allium, le sisal, le quinoa et la banane présentent un certain nombre d'avantages significatifs par rapport à leurs homologues synthétiques [1] et ont été introduites dans tous les types de polymères : Thermoplastiques (polypropylène, polychlorure de vinyle et polyéthylène) et thermodurcissables (résines époxy, résines phénoliques et polyesters insaturés) [2]. Ils sont facilement disponibles, peu coûteux et peu denses, minimisent la corrosion des équipements de traitement, sont non toxiques, renouvelables, recyclables et biodégradables [3].

Les matériaux composites ont été utilisés dans diverses applications telles que l'industrie automobile, l'aéronautique, l'industrie électrique, l'emballage, l'équipement médical, l'habillement, le transport, et la construction [2]. L'utilisation de fibres naturelles comme renfort de matériaux composites est justifiée pour exploiter une ressource naturelle, développer des matériaux et des technologies respectueux de l'environnement. Il a été démontré que le renforcement des matériaux de construction avec des fibres naturelles améliorerait leurs performances [4].

Parmi les différentes fibres végétales présentes dans notre pays, on peut citer les fibres de pelures de bananes et les fibres de feuilles de maïs sont considérées comme un déchet de la nature produite dans notre région. Ces fibres offrent une stabilité particulière, c'est pour cela qu'elles sont associées comme renfort naturel aux matériaux polymères pour obtenir des biomatériaux.

L'une des applications des biomatériaux est la fabrication des tuiles, c'est un domaine de recherche en plein essor. Ces tuiles présentent plusieurs avantages par rapport aux tuiles traditionnelles, elles constituent une protection dense, elles sont plus légères, ce qui facilite leur transport et leur pose, plus résistantes aux intempéries, ce qui prolonge leur durée de vie et plus recyclables, ce qui réduit leur impact environnemental [5].

Dans ce contexte notre travail s'inscrit, l'objectif principal est de valoriser des déchets végétaux pour extraire des biopolymères cellulosique, qui sont ensuite combinés avec la résine époxy pour obtenir des matériaux composites et par la suite d'évaluer leurs propriétés physico-chimiques et mécaniques, afin de les appliqués dans la préparation des tuiles

Notre manuscrit est organisé comme suit :

- ✓ Le premier chapitre : Il s'agit d'une recherche bibliographique sur les composites fabriqués à partir de différents types de fibres et leurs diverses applications, ainsi que sur la connaissance des différentes fibres naturelles et autres utilisées dans les matériaux de construction.
- ✓ Le deuxième chapitre : Dans ce chapitre, nous présentons l'aspect expérimental, où nous avons exposé les matériaux et les protocoles expérimentaux ainsi que les techniques d'analyse et de caractérisations utilisées lors de ce travail.
- ✓ Le troisième chapitre est consacré aux résultats que nous avons obtenus et leurs l'interprétation.

Ce travail se termine par une conclusion générale qui résume les principaux résultats obtenus dans le cadre de cette étude, en déclarant quelques perspectives de recherche qui peuvent être réalisées par d'autres chercheurs.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] A.Sbiai, et al 2010 « Short Date Palm Tree Fibers / Polyepoxy Composites Prepared Using Rtm Process: Effect Of Tempo Mediated Oxydation Of The Fibers » 5(2) p672-689
- [2] H.Boussehel 2018 « Etude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène » Thèse de doctorat spécialité chimie des matériaux Université Mohamed Khider Biskra.
- [3] M.Benkhellat 2020 « Etude et analyse par éléments finis d'un composite renforcé par des fibres de palmier dattier ». Mémoire pour l'obtention d'ingénieur d'état en génie mécanique Ecole Nationale Polytechnique.
- [4] Z.Belkhir 2022 « Amélioration des propriétés mécaniques des composites à différentes matrices à base de fibres naturelles locales » Thèse de doctorat spécialité structures et matériaux avancés Université Larbi Tébessi Tébessa.
- [5] C.Magdelaine 2019 « Les avantages des éco-matériaux biosourcés pour la construction ». Notre-planete.info.

# **CHAPITRE I**

## **SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE**

## **I.1-Introduction :**

Les composites sont une catégorie de matériaux innovants qui combinent deux ou plusieurs matériaux pour créer des produits plus performants que leurs composants. Ils sont devenus une solution à un certain nombre de problèmes, ce qui en fait le meilleur choix dans de nombreux domaines.

Ce chapitre est divisé en trois parties. La première partie donne un aperçu des matériaux composites, de leurs composants, de leurs propriétés et de leurs domaines d'application.

La deuxième partie donne un aperçu des fibres naturelles, de leur rôle et de leur traitement.

La troisième partie présente les tuiles, leurs propriétés, leurs types et leurs procédés de fabrication.

## **I.2-Définition générale d'un composite :**

Un composite est un système de matériaux constitué de deux phases ou plus à l'échelle macroscopique, dont les performances et les propriétés sont bien supérieures à celles des matériaux constitutifs agissant indépendamment [1].

Les matériaux composites peuvent être classés en fonction de leur renfort [2], la phase la plus solide et discontinue est appelée fibres de renforcement, et la phase la plus faible et continue est appelée résine/matrice.[1], qui peut être organique, métallique ou minérale. Cette étude se concentre principalement sur les matériaux composites à matrice organique avec des renforts fibreux.

Avant de passer à l'analyse, il est important de comprendre que la modification de la nature, de la proportion des composants et de l'orientation des fibres entraîne une modification des propriétés du composite. Alors que la matrice transmet aux fibres les sollicitations mécaniques extérieures et protège les fibres des agressions extérieures, le renfort fibreux améliore les performances mécaniques du matériau composite. Le type d'association fibres/matrice est déterminé par les exigences de l'application, telles que les caractéristiques mécaniques, la résistance à la corrosion, le coût, etc. [2]

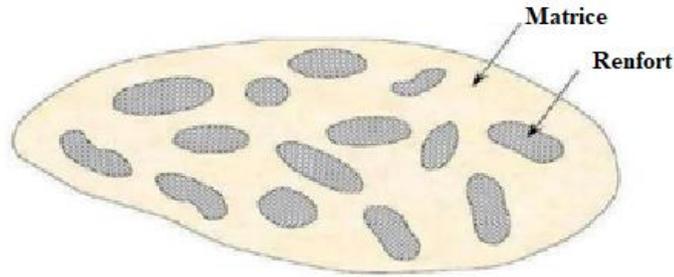


Figure I.1 : Matériau composite [3].

## I.3-Les types des matériaux composites :

### I.3.1- Matériaux composites de hautes performances (HP) :

La majorité des résines époxydes sont renforcées par des fibres longues de verre, mais Principalement, elles contiennent aussi du carbone ou de l'aramide [4]. Les HP utilisés dans l'aéronautique sont d'un coût élevé. Le coût est influencé par les renforts dont le taux de renfort est supérieur à 50%. Ses propriétés mécaniques (résistance et rigidité) dépassent de loin celles des métaux, contrairement au GD. Les méthodes de calcul de structures et d'homogénéisations pour les HP ont été développées [5].

### I.3.2-Matériaux composites de grande diffusion (GD) :

Ils sont généralement réalisés à partir de fibre de verre et de résine polyester insaturée ou phénolique [4]. Les GD représentent 95 % des matériaux composites utilisés. Ils sont généralement en plastique renforcé, avec un taux de renfort d'environ 30 %. Dans la plupart des cas, l'anisotropie des propriétés est absente ou non maîtrisée, car les renforts sont des fibres courtes. Les renforts et les matrices ont des coûts égaux [5].

## I.4-Classification des matériaux composites :

Les matériaux composites peuvent être classés selon plusieurs critères comme suit [6] :

### I.4.1-Classification selon la nature de matrice :

Un grand nombre de matériaux composites existent actuellement et sont généralement classés en trois groupes selon le type de matrice :

✧ Les composites à matrices organiques (CMO) :

Sont largement utilisés dans l'industrie pour fabriquer des composites industriels.

✧ Les composites à matrices céramiques (CMC) :

Conçus pour les applications de haute technicité et travaillant à haute température, tels que dans les secteurs spatial, nucléaire et militaire, ainsi que pour le freinage (freins carbone).

✧ Les composites à matrices métalliques (CMM) :

Sont un sujet d'intérêt pour les concepteurs des industries automobiles, électroniques et de loisirs, car ils répondent à des exigences mécaniques spécifiques.[7]

Cependant, en raison du besoin urgent de protéger la santé de l'environnement, des matrices naturelles sont également utilisées.[8]

Tableau I.1 : les différents types de composites [9]

Type de composite	Constituants type de composite	Domaine d'application
1) Composites matrice organique -papier -carton -panneaux de fibres toiles enduites -matériaux d'étanchéité et pneumatiques	Résine/fibre cellulosique -résine/copeaux -résine/tissus -élastomère -caoutchouc/acier	-imprimerie -bâtiment -toitures -automobile
2) composites à matrice minérale -bidon -composite-carbone	Ciment/sable/granulats Carbone/fibres	-génie civil -aviation -espace
3) composites à matrice métallique	Aluminium/fibres de bore Aluminium/fibres de carbone	-aérospatial

#### **I.4.2-Classification selon la catégorie du renfort :**

La matrice est renforcée par des fibres d'origine ou de forme différente.

Les composites fibreux peuvent être divisés en deux catégories, selon les fibres renforcées : les fibres inorganiques ou les fibres organiques. Ces fibres peuvent être de formes diverses (droites, plates ou multidirectionnelles).[10]

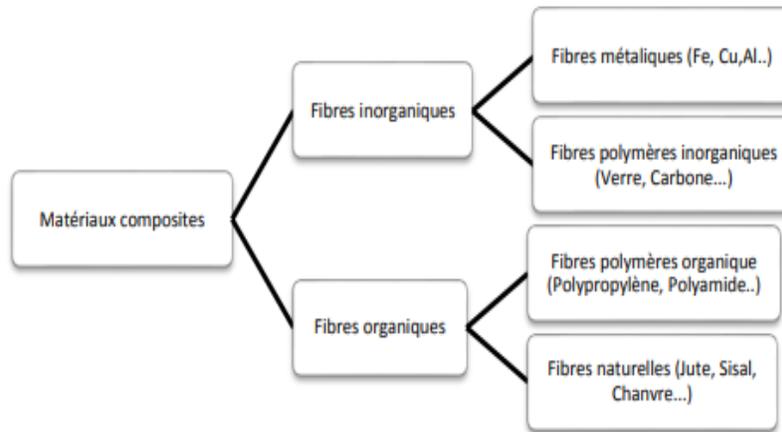


Figure I.2 : Classification des composites selon la catégorie du renfort. [10]

### I.4.3-Classification selon la forme du renfort :

En fonction de la forme des renforts, les composites sont classés en deux grandes classes :

**I.4.3.1-Les composites à fibres** : sont constitués de fibres continues ou discontinues, qu'elles soient coupées ou courtes. En modifiant leur orientation, on peut ajuster les propriétés mécaniques du matériau et obtenir des matériaux isotropes ou anisotropes.[11]

Le renfort se trouve sous forme de fibres, qui a leur a se divisent en :

- ✧ **Les composites à fibres longues** : sont constitués d'un ensemble de fibres continues alignées et immergées dans une matrice qui assure leur cohésion.
- ✧ **Les composites à fibres courtes** : les fibres discontinues sont disposées de façon aléatoire et non orientée.
- ✧ **Les composites à renfort tissu** : Un tissu est formé par des fils tissés dans deux directions perpendiculaires, qui correspondent à la direction de la chaîne (associée à la direction longitudinale de la couche composite) et la direction de trame (associée à la direction transversale de la couche composite).

Les tissus se différencient en ce qui concerne le type de fils utilisé et le mode d'entrecroisement des fils de chaîne et de trame.

### I.4.3.2-Les composites à particules :

Si le renfort est constitué de particules, on parle de matériau composite à particules. La particule est une fibre ne possédant pas de direction privilégiée [12].

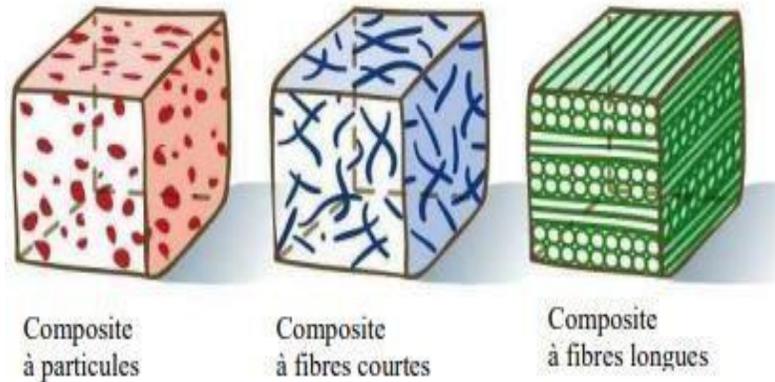


Figure I.3 : Les structures géométriques des renforts de composites à fibres longues, à fibres courtes et à particules [13]

## I.5-Les caractéristiques générales :

Les principales caractéristiques des pièces fabriquées en matériaux composites sont :

- Une faible masse,
- La bonne tenue en fatigue (durée de vie augmentée),
- L'absence de corrosion,
- L'absence de plasticité (leur limite élastique correspond à la limite de rupture)
- Le vieillissement sous l'action de l'humidité et de la chaleur,
- L'insensibilité à certains produits chimiques courants (solvants, peinture, huiles...),
- Tenue aux impacts et aux chocs très moyenne,[6]

## I.6-Composants d'un matériau composite :

Les matériaux composites sont des matériaux structurels constitués de deux ou plusieurs composants assemblés à un niveau macroscopique. Cela se compose généralement de deux phases : La première phase est appelée la matrice. La deuxième étape est l'étape de renforcement, qui assure la résistance mécanique. Il peut prendre la forme de fibres, de feuilles ou de particules incorporées à la phase matrice [14].

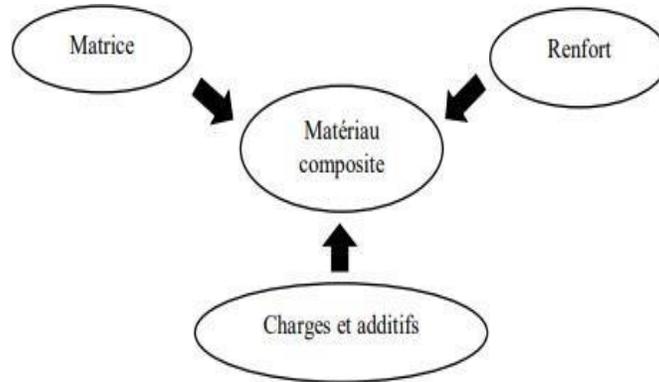


Figure I.4 : Structure d'un matériau composite [15].

## I.6.1-Matrice :

Le terme matrice désigne la matière solide qui entoure les renforts d'un matériau composite afin de former une masse compacte.[16]

L'objectif principal de la matrice est d'assurer la cohésion et l'orientation des fibres. Elle assure également la transmission des contraintes mécaniques et la protection contre les agressions extérieures. [15]

La matrice doit avoir une masse volumique faible pour préserver les propriétés mécaniques spécifiques élevées des matériaux composites [17].

La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la figure :

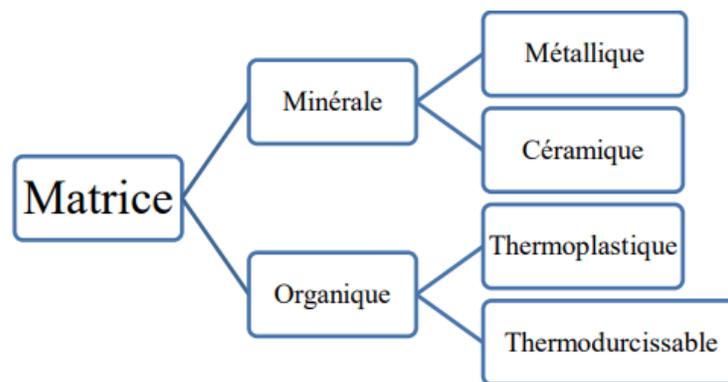


Figure I.5 : Les différents types de matrices. [18]

Dans la plupart des cas, la matrice composée du matériau composite est une résine polymère de faible densité. Il existe deux principaux types de résine : les thermoplastiques et les thermodurcissables [19].

Il est important de bien comprendre les différences fondamentales entre ces deux types de matrices. [20]

### **I.6.1.1-Matrices thermoplastiques (TP) :**

Les thermoplastiques se présentent sous forme de chaînes linéaires ou branchées qui ne sont liées entre elles que par des liaisons faibles (van der Waals ou hydrogène). Pour les modeler, il est nécessaire de les chauffer, puis de les refroidir pour les fixer. Cette opération est réversible. Leur faible propriété mécanique est renforcée par l'incorporation de charge, ce qui leur confère une tenue thermique et mécanique améliorée, ainsi qu'une bonne stabilité dimensionnelle [21]. Parmi les résines thermoplastiques, on peut citer le polypropylène et les polyamides [6].

### **I.6.1.2-Matrices thermodurcissables (TD) :**

Les thermodurcissables sont largement utilisés dans la fabrication des composites à matrice organique en raison de leurs propriétés mécaniques et de leur stabilité une fois transformés. Elles subissent une transformation irréversible et se durcissent à mesure que la température augmente pendant la polymérisation, Formation d'un réseau tridimensionnel de monomères liés par des liaisons covalentes. Généralement associées à des fibres longues ou continues. De plus, on utilise ces résines de manière exceptionnelle avec des renforts en raison de leur fragilité [22,18].

Parmi les résines thermodurcissables, on retrouve principalement : l'époxy, le polyester insaturé et la résine phénolique. Nous nous concentrerons sur la résine époxy [23].

#### ✧ **Epoxy :**

##### **A- Les résines époxydes :**

Les résines époxydes occupent une position spéciale en raison de leur polyvalence dans les domaines industriels (figure I.6). Il est estimé que la production mondiale de résines époxy est d'environ 1,6 million de tonnes par an. 85 % des résines époxy sont produites aux États-Unis, en Europe et au Japon [24].

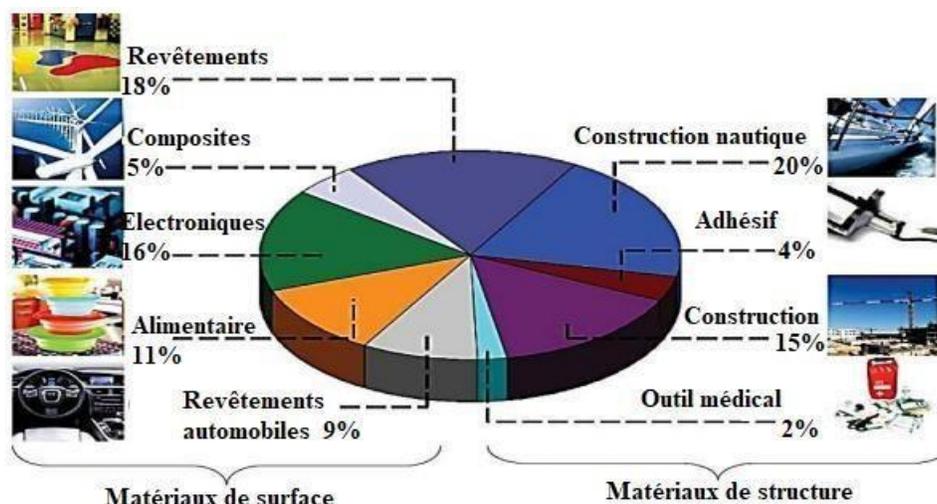


Figure I.6 : Diagramme des applications des résines époxy dans l'industrie [24].

C'est la résine la plus utilisée après la résine polyester insaturée. Elles ne représentent cependant que de l'ordre de 5 % du marché mondial des composites, à cause de leur prix élevé (de l'ordre de cinq fois plus que celui des résines polyesters). Du fait de leurs bonnes caractéristiques mécaniques, les résines époxydes, généralement utilisées sans charge, sont les matrices des composites à haute performance (construction aéronautique, espace, missiles, etc.) [23]. C'est un composé de deux liquides mixables, une résine époxyde et un durcisseur [25]

### **B- Durcisseur :**

Un durcisseur est ajouté (deuxième composant) pour former une molécule tridimensionnelle en créant des ponts intermédiaires entre les chaînes linéaires. Les deux produits se combinent pour former un monomère, le diglycidyléther du bisphénol A (DGEBA). Les durcisseurs peuvent agir entre 15 et 200°C, suivant leur nature chimique [26]

### **I.6.2-Renfort :**

Les renforts sont généralement fabriqués à partir de matériaux plus durs que la résine. [6] Le renforcement peut améliorer les propriétés physico-chimiques d'un matériau (telles que la résistance aux acides et aux bases pour le stockage de produits chimiques), ainsi que les propriétés mécaniques (telles que la résistance à la pression, aux chocs, à l'abrasion, etc.) et électriques (électriques). Résistance, conductivité, etc.). Cela facilite également la mise en œuvre et réduit les coûts de fabrication des matériaux [7]

Les caractéristiques recherchées pour les renforts sont :

- Des propriétés mécaniques élevées,
- Une masse volumique faible,
- Une bonne compatibilité avec les résines,
- Une facilité de mise en œuvre,
- Un faible coût. [27]

On peut trouver les renforts sous forme filamentaire (des fibres organiques ou inorganiques) [28].

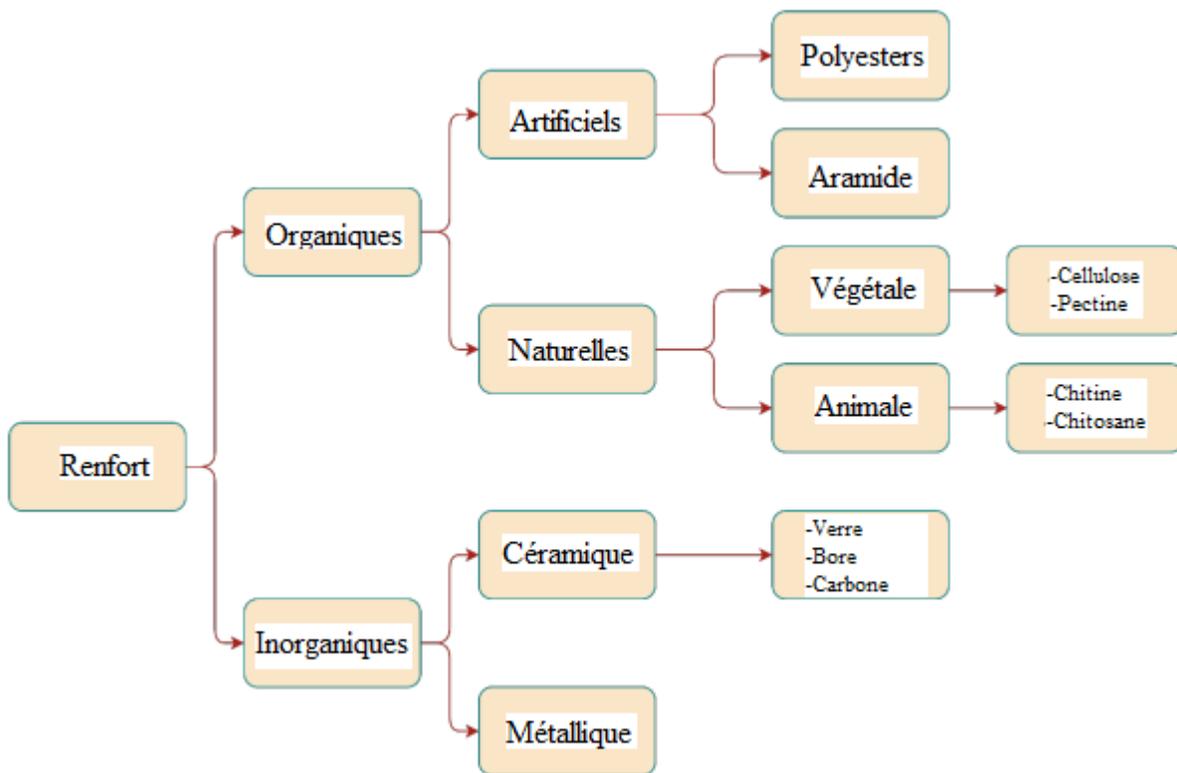


Figure I.7 : Différents types de renforts. [23]

### ✧ **Les fibres naturelles :**

Au cours de la dernière décennie, les composites renforcés de fibres naturelles ont de plus en plus attiré l'attention des chercheurs et de l'industrie [29].

Comme le montre la figure I.8, il existe une vaste gamme de fibres naturelles qui peuvent être utilisées comme matériaux de renforcement ou comme charges [30].

Nous en avons trois types : les fibres animales, végétales, minérales.

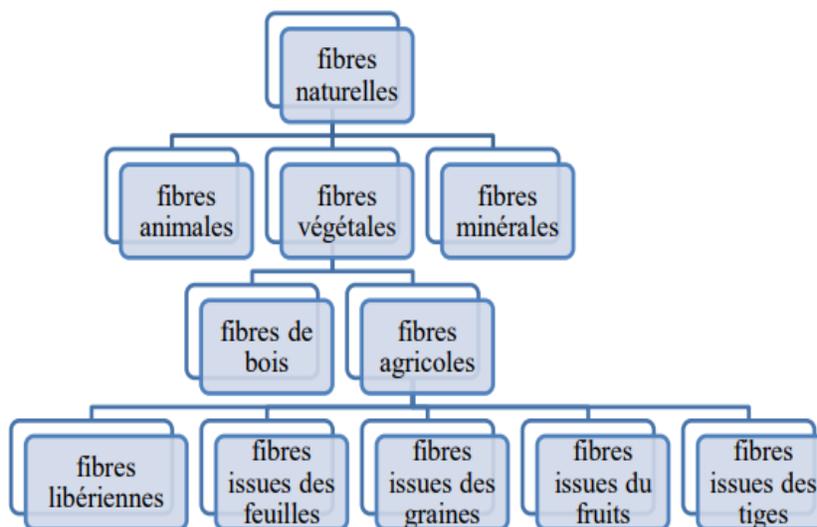


Figure I.8 : Classification des fibres naturelles [29]

➤ **Les fibres végétales :**

Les fibres végétales sont principalement composées de cellulose, d'hémicelluloses, de lignines et de pectines, isolées ou associées à d'autres composants. Ces fibres offrent de nombreux avantages pour la production de matériaux composites combinés à des polymères et sont de plus en plus explorées pour de nouvelles applications dans des domaines tels que les plastiques, la construction et le secteur automobile. Ils ont le potentiel de renforcer les polymères, en remplaçant les fibres synthétiques comme le verre, le kevlar et le carbone.[6]

**A- Composition chimique :**

✧ **La cellulose :**

La cellulose est le polymère naturel le plus abondant dans la nature. Chaque année, 830 millions de tonnes de cellulose sont produites par photosynthèse.[32]

La cellulose est un polymère constitué de très longues chaînes stéréorégulières de composés de glucose  $C_6H_{12}O_6$  (figure I.9). La composition élémentaire massique des macromolécules de cellulose est de 49,4 % en oxygène, 44,4 % en carbone et de 6,2 % en hydrogène [33].

Le motif répété est un dimère cellobiose [34] (formé de 2 unités de glucose) liées entre elle par une liaison glycosidique  $\beta$ -(1,4) [32]. Le nombre d'unités répétitives et le degré de polymérisation varient en fonction de l'origine de la cellulose.

De nombreuses fibres (coton, chanvre, jute, lin, etc.) étant composées de cellulose, ce polymère présente un grand intérêt d'un point de vue industriel [34]

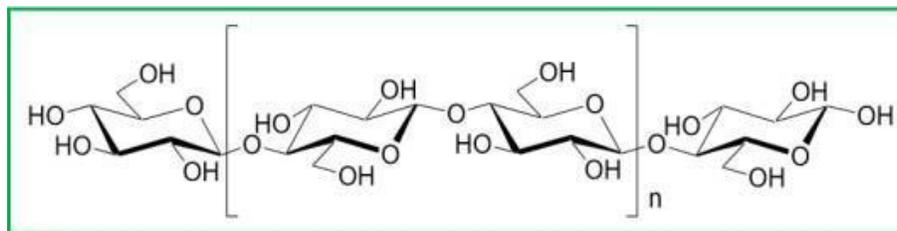


Figure I.9 : Composition chimique de la cellulose montrant l'unité de répétition de la cellobiose [35].

### ✧ L'hémicellulose :

L'hémicellulose est un polymère amorphe présentant diverses structures. N'est ni de la cellulose ni de la pectine, c'est donc un polysaccharide complexe de faible poids moléculaire. Ils sont situés à hauteur du mur végétal.

Parmi les hémicelluloses, on peut citer : les arabinanes, les xylanes, galactanes, mannanes et glucanes. Ils sont responsables du maintien de la structure organisée de la paroi et agissent comme agents de liaison entre les fibrilles de cellulose. Ils sont facilement extraits avec des solutions alcalines et sont solubles dans l'eau.

Ils ont une structure en forme d'hélice qui leur donne une certaine souplesse.[36]

.la structure de l'hémicellulose est représentée sur la figure I.10 :

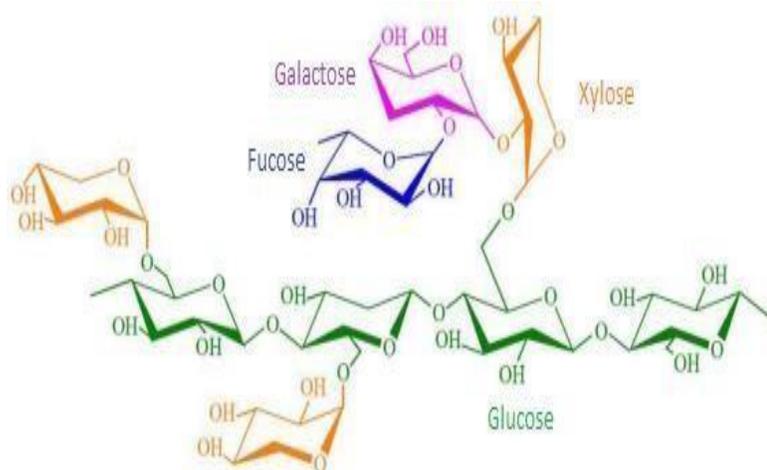


Figure I.10 : Structure d'un type de xyloglucane [29]

## ✧ La lignine :

C'est le polymère naturel le plus abondant sur Terre, représentant 18 à 35 % de la biomasse en poids [30]. La lignine originelle ou 'protolignine' constitue la plus importante fraction non saccharique des fibres végétales. Elle est formée à partir d'un polymère phénolique amorphe tridimensionnel contenant trois types différents de pénylopropanes (alcools p-coumaryl, coniférylique et sinapylique) [37] (figure I.11). Enfin, la lignine, par sa nature plutôt hydrophobe, provoque une résistance à l'eau et contrôle également le transport des solutions et la teneur en eau des plantes [38], contribue à la rigidité structurale des parois cellulaires et protège contre les attaques des organismes pathogènes [30].

Une structure possible est illustrée à la figure I.12.

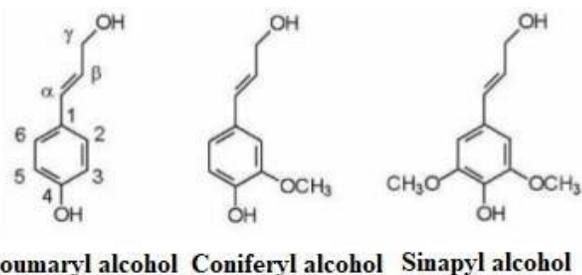


Figure I.11 : Structure des précurseurs de la lignine [29].

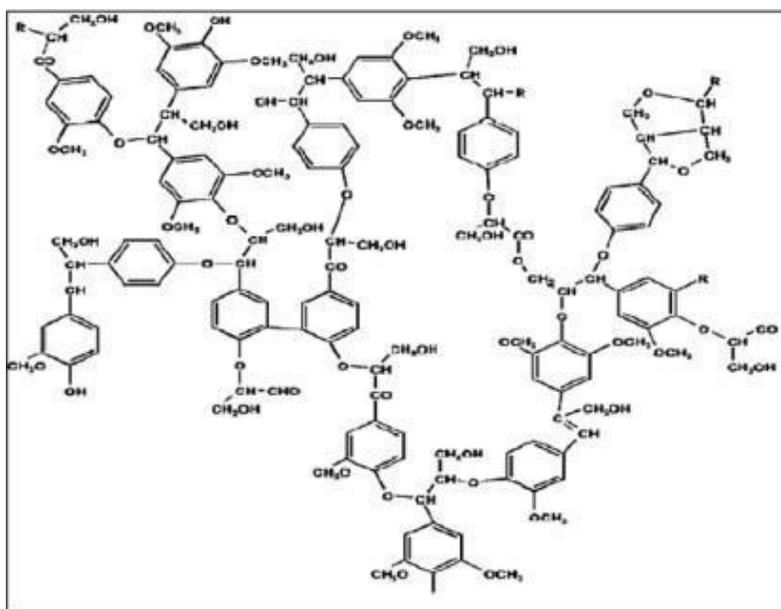


Figure I.12 : Structure possible de la lignine [39].

### **B- Classification des fibres végétales :**

#### ✧ **Les fibres des feuilles :**

La fibre est fabriquée en chevauchant de paquet qui entoure le long des feuilles à renforcer par ces fibres rigides et dures.[40].

#### ✧ **Fibres de tige :**

Les fibres de tige sont obtenues à partir des tiges des plantes dicotylédones. Leur but est de donner une bonne rigidité aux tiges des plantes. Les fibres de lin, de kenaf et de chanvre sont parmi les fibres de tige les plus couramment utilisées. [40-41].

#### ✧ **Fibre de bois :**

La fibre de bois est obtenue par le broyage d'arbres tels que le bambou [42].

#### ✧ **Fibres de surface :**

Les fibres de surface entourent généralement la surface de la tige, du fruit ou du grain. La fibre de surface du grain est le plus grand groupe de cette famille de fibres. Ils comprennent le coton et la noix de coco (noix de coco). [43]

### **C- Le rôle des fibres :**

Les principales raisons d'utiliser des fibres comme renforts sont leur bonne résistance à la rupture. Le rôle des fibres incorporées dans la matrice est d'augmenter la résistance à la traction de la matrice et de réduire la propagation des microfissures. Dans certains cas, elles peuvent également renforcer la structure ou remplacer les armatures passives. En général, les fibres améliorent également la répartition des contraintes mécaniques.

L'incorporation de fibres augmente la ductilité de la matrice et donc les propriétés post-fissures. En outre, les fibres peuvent améliorer la résistance à la flexion, à la torsion, au cisaillement, aux chocs et à la fatigue. Une matrice de fibres continues peut résister aux contraintes après l'apparition de fissures. Les améliorations de la résistance mentionnées ci-dessus dépendent du contenu, de la nature, de la taille et de la méthode de traitement des fibres utilisées. Il est important de souligner qu'une distribution uniforme des fibres dans le mélange est une condition préalable à l'amélioration des propriétés mécaniques de la matrice fibreuse. Selon le type utilisé, les fibres permettent également de mieux contrôler la propagation et l'ouverture des fissures [36].

### D- Traitements des fibres végétales :

La qualité de l'interface fibre-matrice est très importante pour l'utilisation de fibres naturelles comme fibres de renforcement des polymères. Il est donc souvent nécessaire d'ajuster la surface de la fibre pour améliorer cette interface. [7]

Pour obtenir les propriétés spécifiques requises des matrices de fibres végétales, il existe trois principaux types de traitement répertoriés : Physique, chimique et thermique [36].

#### D.1-Traitement chimique :

Les traitements chimiques dans les fibres végétales servent à résoudre le problème de compatibilité entre les fibres et la matrice et améliorer ainsi leur adhérence qui consiste en :

- Nettoyage de la surface de la fibre ;
- Modification de la composition chimique ;
- Réduction de la rétention de l'humidité ;
- Augmentation de la rugosité ;
- Modification des propriétés mécaniques ;
- Amélioration de la stabilité thermique.[36]

Les modifications chimiques comprennent les traitements chimiques avec de la soude ; silane (alcoxyde de silicium fonctionnalisé), la triazine, l'acide acétique, l'isocyanate, le benzoyl, l'imidazolidinone ...etc. [7]

#### ➤ **Traitement alcalin :**

Ce traitement des fibres naturelles, également connu sous le nom d'ancrage, est le moyen le plus courant de produire des fibres de haute qualité. Ils comprennent l'immersion des fibres dans une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH), l'hydroxyde de potassium (KOH) ou l'hydroxyde de lithium (LiOH). Ceci divise la fibre composite en fibres plus petites, augmentant la zone de contact. Cette technique augmente également le nombre de sites interactifs et améliore le mouillage des fibres.

Le traitement alcalin réduit le nombre de groupes -OH dans la cellulose et forme des groupes  $-O^-Na^+$  entre les chaînes moléculaires de la cellulose (figure I.13). Cela détruit l'hémicellulose, la pectine et une partie de lignine. Le degré de polymérisation et la direction

des zones cristallines dans la cellulose changent également, créant plus de zones amorphes et augmentant ainsi l'accès aux produits chimiques (figure I.14). [30]



Figure I.13 : Schématisation du mercerisage de la fibre naturelle.

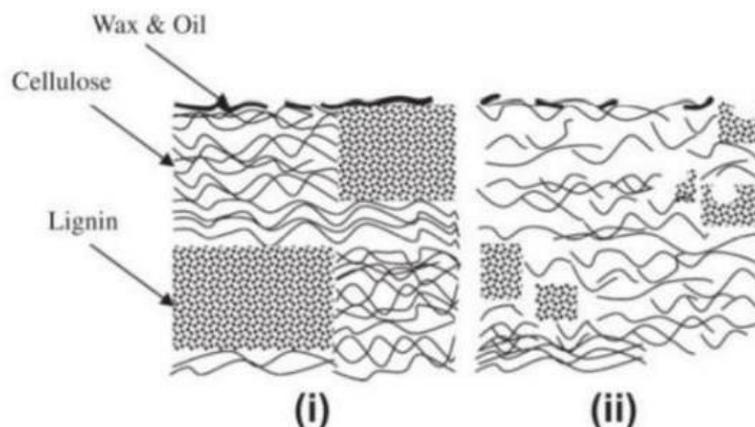


Figure I.14 : Structure typique de la fibre lignocellulosique, i (non traitée), ii (après traitement alcalin) [30].

## D.2- Traitement physique :

L'objectif des méthodes physiques est de modifier les propriétés structurelles et surfaciques de surface d'une fibre de cellulose, sans qu'il soit nécessaire de procéder à des modifications chimiques.[44]

On peut citer entre autres :

- L'irradiation par Ultra-violet
- Les traitements par décharges électriques (corona, plasma froid)
- Le traitement par irradiation  $\gamma$ . [7]

## D.3- Traitement mécanique :

C'est une technique très économique. Il consiste en une séparation des fibres à l'aide de différentes machines telles que des machines de découpe (marteau ou laminage), les tambours rotatifs ou des rouleaux cannelés (figures I.15 et I.16). Ainsi la fibre est isolée sans changer sa composition ou structure [30].

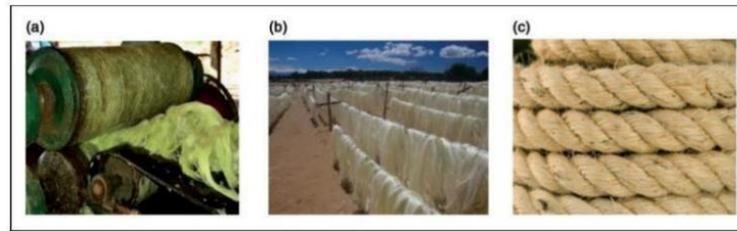


Figure I.15 : Exemple de fibre de sisal : a (Extraction des fibres de sisal), b (séchage), c (corde des fibres de sisal) [30]

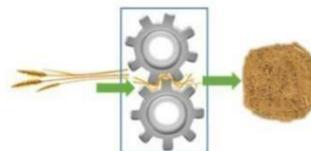


Figure I.16 : Décortication automatisée par martelage [30].

### E- Avantages et inconvénients des fibres végétales :

Les propriétés physiques mécaniques des fibres végétales sont influencées par certaines conditions telles que la croissance, le climat, l'âge et l'origine végétale, en plus de laquelle les fibres végétales présentent certaines limitations et inconvénients, cependant, ils ont un effet bénéfique sur les propriétés physiques mécaniques du composé [6].

Tableau I.2 : présente les avantages et les inconvénients des fibres végétales. [45]

Avantages	Inconvénients
Faible coût	Absorption d'eau
Biodégradable (pour l'environnement)	Biodégradabilité (pour le matériau)
Ressource renouvelable	Fibres anisotropes
Propriétés mécaniques spécifiques	Pour des applications industrielles, nécessite de gestion d'un stock
Importantes (résistance et rigidité)	Faible stabilité dimensionnelle
Demande peu d'énergie pour la production	Faible tenue thermique (200 à 300 °C max)
Non abrasif pour les outillages	Variation de qualité en fonction du lieu de croissance, des conditions météorologiques
Bon isolant thermique et acoustique	Renfort discontinu
Neutre pour l'émission de CO <sub>2</sub>	
Pas de résidus après incinération	
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres	

## I.6.3- Les charges et les additifs :

Le terme général de charge ou d'additif désigne toute matière inerte, minérale ou végétale, qui interfère dans la modification spécifique des propriétés mécaniques, électriques ou thermiques, améliore l'aspect extérieur, réduit le prix de revient du matériau transformé ou facilite la mise en œuvre du matériau composite lorsqu'elle est incorporée à la résine.

Les matrices thermodurcissables (TD) contiennent toujours des charges de type et de forme différents, souvent à des niveaux élevés allant jusqu'à 60 % en poids, contrairement aux matrices thermoplastiques (TP).[46]

Les additifs tels que les plastifiants, les stabilisants et les colorants sont largement utilisés en faibles pourcentages dans la conception des matériaux composites.[30]

Pour une résine particulière, le choix des charges ou additifs est déterminé par les ajustements nécessaires :

- Compatibilité avec la résine de base.
- Uniformité de qualité et de granulométrie.
- Faible action abrasive.
- Bas prix de revient.[47]

## I.7-Facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites :

Le renforcement des matériaux composites par des fibres végétales dépend des paramètres suivants : Influence de la nature et dosage des constituants, la dispersion et l'orientation de la fibre, interface fibre/matrice et influence de la morphologie.

### ✧ Influence de la nature et dosage des constituants :

Il est essentiel de trouver la dose optimale de renfort dans la matrice suivant leur nature, dimension ...etc. afin d'optimiser sa rigidité. Un renforcement trop important entraîne une diminution des performances et réduit l'adhésion. Selon la littérature, il est rare de trouver des composites avec une teneur en fibres supérieure à 50-60%, sans que cela ait un effet néfaste sur les propriétés mécaniques des composites et leur mise en œuvre. Il en résulte des matériaux rugueux dont les surfaces se brisent sous de faibles charges

## ✧ **La dispersion et l'orientation de la fibre :**

Les propriétés physicomécaniques des matériaux composites sont influencées par plusieurs facteurs, notamment la dispersion des renforts dans les matrices où les fibres ont tendance à se regrouper, ce qui entraîne une hétérogénéité. Les dimensions et l'orientation des fibres dans la matrice sont également des facteurs déterminants. Pour un renforcement maximal et un meilleur comportement des matrices. Les fibres doivent être disposées dans une seule direction, où elles sont pressées longitudinalement.

## ✧ **Interface fibre / matrice :**

Les interactions entre le renfort et la matrice déterminent les performances du composite. Ces interactions se rapportent aux propriétés intrinsèques du matériau constituant et dépendent également très fortement de l'adhérence.

Parmi les paramètres responsables de l'interface fibre/matrice, on peut citer les suivants :

- La nature et la composition du renfort ainsi que l'effet du taux et de la taille du renfort
- La nature de la matrice.
- Les forces d'interaction entre le renfort et la matrice, et la mouillabilité du renfort à la matrice.

## ✧ **Influence des dimensions :**

Les dimensions des fibres végétales sont un facteur principal dans la détermination de leurs propriétés mécaniques. La taille du renfort a un impact significatif sur les propriétés mécaniques du composite, ainsi que sur le processus de fabrication. En outre, les fibres courtes résistent mieux aux contraintes de traction que les fibres longues, qui sont plus susceptibles de présenter des défauts de formation.[36]

## **I.8-Les tuiles :**

### **I.8.1-Définition :**

La tuile est un matériau de construction traditionnel qui a été utilisé pendant des siècles pour la couverture des toits et des sols.

Le terme est dérivé du mot latin tegere, qui signifie « couvrir ». Sa popularité se poursuit encore aujourd'hui grâce à ses caractéristiques distinctives [48].

### **I.8.2-Les propriétés :**

Les tuiles sont classées parmi les déchets inertes et présentent des avantages significatifs pour la protection de l'environnement. Leur recyclage varie en fonction de leur état. Les tuiles intactes peuvent être réutilisées à plusieurs reprises, notamment pour des travaux de rénovation.

Bien que les tuiles composites soient plus chères que le bois traité, elles sont plus durables car elles n'ont pas besoin d'être vernies et ne pourrissent pas.

La tuile en composite est un produit de haute qualité offrant de nombreux avantages :

- Elle est imputrescible (ne pourrit pas).
- Elle résiste aux rayons UV (ne se décolore pas sous l'exposition au soleil).
- Elle est résistante aux égratignures.
- Elle a une durée de vie pouvant atteindre 25 ans.
- Sa base en résine assure une meilleure ventilation en cas d'accumulation d'eau.
- Facilité d'installation [49]

### **I.8.3-Différents types de tuiles :**

On peut classer les tuiles en plusieurs types en fonction de leur composition. Voici les principaux types de tuiles :

#### ✧ **Tuiles en terre cuite :**

Elle est particulièrement appréciée pour sa résistance et sa durabilité. L'argile est cuite à haute température, ce qui lui confère une bonne résistance aux intempéries.

#### ✧ **Tuiles en béton :**

Ce type de tuiles est très solide et offre une bonne isolation acoustique. Leur fabrication nécessite moins d'énergie que celle des tuiles en terre cuite, mais elles sont plus lourdes que ces dernières.

## ❖ **Tuiles composites :**

Il s'agit de matériaux composites à base de fibres et de polymères. Ils sont légers et résistants et s'adaptent à un large éventail de styles architecturaux. [50]

### **I.8.4- Etapes de la fabrication de tuiles composites :**

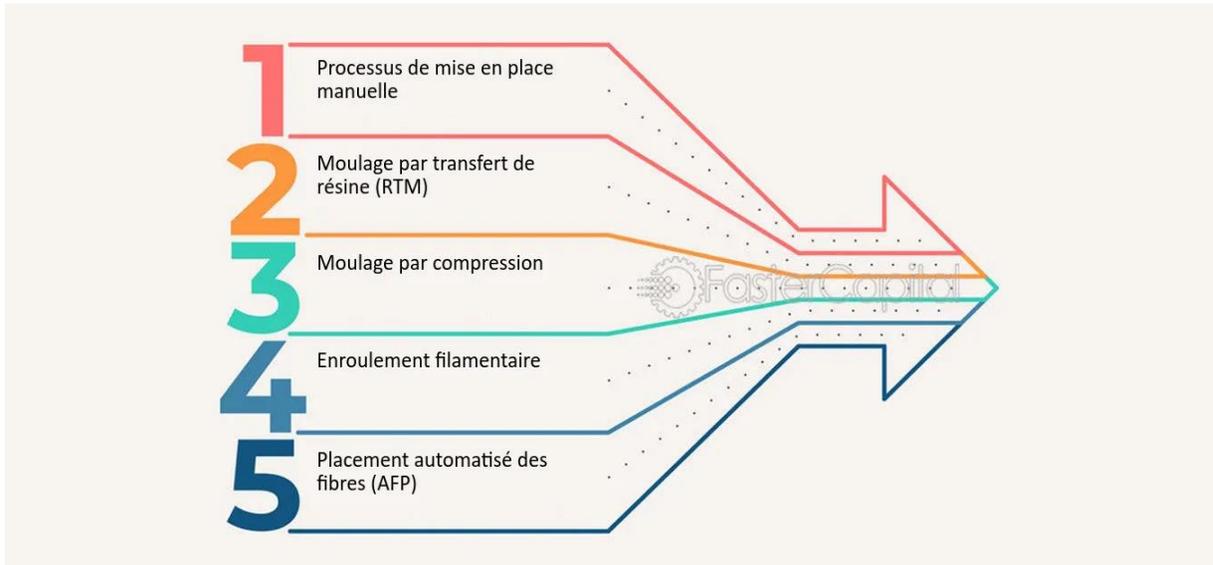


Figure I.17: Procédés de fabrication des tuiles composites.[51]

## ❖ **Processus de mise en place manuelle :**

Technologie permettant de créer des pièces prototypes ou de simulation. Le procédé consiste à imprégner manuellement les renforts placés dans un moule. Il est rentable et permet de produire des pièces de toutes formes, mais la cadence de production est très lente.

## ❖ **Le moulage par transfert de résine (RTM) :**

Procédé discontinu haute pression (100 bars). Qui se déroule dans un moule fermé contenant des fibres, dans lequel de la résine est injectée sous pression. La résine traverse le moule et sature les fibres, créant ainsi une pièce composite. Le RTM est un procédé de production de haute qualité, mais il nécessite un équipement coûteux et plus de temps que les autres procédés.

## ❖ **Moulage par compression :**

Les fibres sont placées dans un moule chauffé et comprimées en modifiant la chaleur et la pression. La résine est ajoutée avant ou pendant le processus de compression. Le moulage par compression

permet d'obtenir des pièces de grande taille avec une bonne qualité et de bonnes propriétés mécaniques.

✧ **L'enroulement filamentaire :**

Les fibres continues sont enroulées autour d'un mandrin rotatif et imprégnées au fur et à mesure de l'enroulement, formant ainsi un composite solide et durable. Les avantages sont la disposition optimale des renforts, d'excellentes propriétés mécaniques et la possibilité de produire des pièces aux formes complexes et aux tolérances fines.

✧ **Placement automatisé des fibres (AFP) :**

Des fibres continues sont déposées sur un moule à l'aide d'une machine commandée par ordinateur, créant ainsi une pièce composite présentant une bonne précision dimensionnelle et d'excellentes propriétés mécaniques. Il s'agit toutefois d'un procédé coûteux en termes d'équipement et qui n'est pas adapté à la production à petite échelle [52].

## **I.9-Les avantages et inconvénients des matériaux composites à charges végétales :**

Tableau I.3 : Les avantages et les inconvénients des matériaux composites [53-55].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Légèreté</li> <li>- Grande résistance à la fatigue (durée de vie augmentée)</li> <li>- Liberté de formes</li> <li>- Maintenance réduite</li> <li>- Faible vieillissement sous l'action de l'humidité, de la chaleur, de la corrosion</li> <li>- Insensibles aux produits chimiques sauf les décapants de peinture qui attaquent les résines</li> <li>- Tenue aux impacts et aux chocs très moyenne</li> <li>- Très forte anisotropie</li> <li>- Une bonne isolation électrique</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Sont hydrophile</li> <li>- Faible stabilité dimensionnelle</li> <li>- La gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte</li> <li>- Leur insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants</li> <li>- Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication</li> </ul>

## I.10-Applications des matériaux composites :

Les matériaux composites sont une alternative aux matériaux synthétiques nocifs, ce qui contribue à réduire les problèmes de pollution. En outre, leur légèreté, leur biodégradabilité, leur faible coût et leur faible consommation d'énergie leur permettent d'être utilisés dans de nombreux secteurs d'application qui ne nécessitent pas une résistance mécanique élevée, mais qui requièrent des coûts d'achat et d'entretien réduits (figure I.18). Ces secteurs sont les suivants:

- Automobiles (par exemple, panneaux entre le compartiment moteur et l'habitacle).
- Équipements sportifs.
- Composants électriques
- Construction (panneaux de porte et de toit).
- Équipement médical (sutures internes, matériel de fixation orthopédique, microsphères pour les produits pharmaceutiques et l'ingénierie tissulaire).
- Emballages et textiles [30].



Figure I.18 : Exemples d'application des bio-composites [30].

## RÉFÉRENCE BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Y.Charles Lu and S.Pilla 2014 « Design of automotive composites » SAE INTERNATIONAL p VII
- [2] A.Benkhedda 2008 « Etude hygrothermique des matériaux composites à matrice polymère avec la prise en compte e l'effet vieillissement lors de la désorption en transitoire » Thèse de doctorat spécialité aéronautique Université Saad Dahlab Blida.
- [3] N.Bouhemame 2021 « Etude des matériaux composites à matrice polymère chargée par des fibres de Palmier Dattier » Thèse de doctorat spécialité génie mécanique Université Kasdi Merbah Ouargla.
- [4] KH.Nouioua, H.Belaada et K.Dahmoune 2021 « Elaboration et Caractérisation d'un Matériau Inorganique (destiné à la Préparation des Matériaux Composites) ». Mémoire de master spécialité chimie des matériaux Université Mohamed Boudiaf-Msila.
- [5] [Materiaux composites.pdf](#) - [PDF Document] (vdocuments.site)
- [6] M.Benkhellat 2020 « Etude et Analyse par éléments finis d'un composite renforcé par des fibres de palmier dattier ». Mémoire pour l'obtention d'ingénieur d'état en génie mécanique Ecole Nationale Polytechnique.
- [7] H.Boussehel 2018 « Etude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène » Thèse de doctorat spécialité chimie des matériaux Université Mohamed Khider Biskra.
- [8] S.Amirou 2015 « Etude et mise au point de composite à base de la matière fibreuse du palmier dattier phoenix dactylifera l ». Thèse de doctorat spécialité génie des matériaux. Université de Boumerdes, Algérie.
- [9] J.V.Miranda 2004 « techeniques et systèmes de renfort des structures en béton »
- [10] T.Djoudi 2020 « Elaboration et caractérisation de composites biosourcés à base de fibres de palmier dattier » Thèse de doctorat spécialité génie mécanique. Université Mohamed Khider Biskra.

- [11] L.Berreur, B.D.Maillard, et S.Nösperger 2002 « L'industrie française des matériaux composites », Ministère de l'économie des finances et de l'industrie, p1-47.
- [12] Jean-Marie Berthelot 2005 « Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures ». Editions Tec & Doc.
- [13] [Materiaux Composites 2021.pdf](#)
- [14] S. Ariadurai 2012 « Bio-Composites : current status and future trends », 5th International Technical Textiles Conference, p1-16.
- [15] Saad.H 2013 « Développement de bio-composites à base de fibres végétales et de colles écologiques » Thèse de doctorat spécialité chimie Université Pau Et Des Pays De l'Adour.
- [16] H.Djemai 2017 « Contribution a l'étude de l'endommagement dans les matériaux composites sandwiches » , Thèse de doctorat spécialité génie mécanique Université Mohamed Khider Biskra.
- [17] Brahim.H 2018 « Elaboration et caractérisation physico-mécanique d'une structure sandwich multicouches ». Thèse de doctorat Université spécialité génie des matériaux M'hamed Bougara de Boumerdes, département Génie.
- [18] L.Gornet 2008 « Généralités sur les matériaux composites », Engineering School France version 1.
- [19] L.El Hadji Babacar 2008 « Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose », Thèse de doctorat spécialité sciences et génie des matériaux Institut National Polytechnique de Grenoble France.
- [20] J.Pastor, J.Ohayon et C.Disdier 1998 « Homogénéisation périodique et composites à fibres actives ». L'academie des sciences séries iib mechanics physics astronomy 326(10) p599-604
- [21] H.Kausch, N.Heymans, C.J.Plummer, P. Decroly 2001 « Matériaux polymères : propriétés mécaniques et physiques » Presses Polytechniques Et Universitaires Romandes (TM volume 14).
- [22] C.Paris 2011 « Étude et modélisation de la polymérisation dynamique de composites à matrice therm durcissable », Thèse de doctorat spécialité génie mécanique et mécanique des matériaux Université de Toulouse.

- [23] A.Ouamane 2023 « Caractérisation - valorisation - application des bio-polymères issus des biomasses » Mémoire de master spécialité chimie des matériaux Université Mohamed Khider Biskra .
- [24] G.Delmas 2011 « structure et application à l'élaboration de résines époxy » Thèse de doctorat spécialité génie des procédés délivré par Institut National Polytechnique De Toulouse.
- [25] Caractérisation Physico-mécanique des Matériaux Bio-Composites EpoxyFibres de Palm.pdf
- [26] A.Raskin.A, J.P.Salomon , SJ.abbagh 2005 « Les résines composites Classification / Evolution ». Réalités Cliniques Réalités Cliniques, EditionCdP, 16 (4).
- [27] J.Rout , et al 2000 « Scanning electron microscopy study of chemically modified coir fibers». J Appl Polym Sci ;79(7); p1169–77.
- [28] Z.Debabi et A.Bouguerra 2019 « Effet des traitements chimiques sur la morphologie structurale des fibres végétales utilisées dans un matériau composite » Mémoire de master spécialité chimie Université Mohamed Boudiaf -M'sila.
- [29] D.THI VI VI, 2011 « Matériaux Composites A Fibres Naturelles / Polymère Biodégradables Ou Non », Thèse de doctorat spécialité matériaux polymères et composites L'université De Grenoble Et De L'université Des Sciences De Hochiminh Ville.
- [30] A.Bouhekrit et S.Benbabaali 2020 « Elaboration et caractérisation de composites renforcés par des fibres ligno-cellulosiques » Mémoire pour l'obtention d'ingénieur d'état en génie de l'environnement Ecole Nationale Polytechnique.
- [31] C.Baley 2004 « Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites ». Technique de l'ingénieur, traité génie des procédés p130.
- [32] J.C.fung 2009 «A new composite material consisting of flax fibers, recycled tire rubber and thermoplastic» Doctoral thesis in agricultural and bioresource engineering University of Saskatchewan Canada.

- [33] F.Fischer 2006 « Synthèse et étude de matériaux nanostructures à base d'acétate de cellulose pour applications énergétiques ». Thèse de doctorat spécialité énergétique Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [34] E.A.Gutiérrez 2007 « Influence de facteurs abiotiques sur la régulation des paramètres microbiens impliqués dans la dégradation de la matière organique d'une litière forestière méditerranéenne » Thèse de doctorat spécialité sciences de l'environnement. biologie de populations et écologie Université Paul Cezanne .
- [35] G.Siqueira, J.Bras, A.Dufresne 2010 « Cellulosic bionanocomposites: a review of preparation, properties and applications » Polymers 2(4), p728-765 .
- [36] Z.Belkhir 2022 « Amélioration des propriétés mécaniques des composites à différentes matrices à base de fibres naturelles locales » Mémoire de master spécialité structures et matériaux avancés Université Larbi Tébessi Tébessa .
- [37] S, Thiebaud 1995 « Valorisation chimique de composés lignocellulosiques : obtention de nouveaux matériaux » Thèse de doctorat spécialité sciences des agroressources Institut National Polytechnique De Toulouse.
- [38] M.Carrega et Coll 2007 « Matériaux polymère » 2ème édition Dunod, Paris, France.
- [39] R. Kueny 2013 « Biocomposites : composites de hautes technologies en renfort de fibres naturelles et matrice de résines naturelles » Thèse de doctorat spécialité sciences du bois et des fibres Université de Lorraine.
- [40] L.Nilson 1975 « Reinforcement of concrete with sisal and other vegetable fibres» National Swedish Inst. for Building Research, Stockholm.
- [41] R.S.P.Coutts 1983 « Flax fibers as a reinforcement in cement mortar», The international journal of cement composites and lightweight concrete 5(4) p257-262.

- [42] K.Abdelouahed 2005 « Caractérisation des fibres de palmier dattier et propriétés des bétons et mortiers renforcés par ces fibres en climat chaud et sec ». Thèse de doctorat spécialité génie civil Ecole Nationale Polytechnique Alger.
- [43] A.K.Bledzki et J.Gassan 1999 « Composites reinforced with cellulose based fibers », Elsevier, Progress in polymer science 24(2) p221-274.
- [44] J.Simonsen, Z.Hong, T.G.Rials 1997 «The properties of the wood-polystyrene interphase determined by inverse gas chromatography». Wood and Fiber Science 29(1) p75-84.
- [45] Y.Djebbloun 2018 « Contribution à la caractérisation des matériaux composites renforcés de fibres végétales », Thèse de doctorat spécialité génie mécanique Université Mohamed Khider, Biskra.
- [46] M.Abdessemed 2011 « Etude expérimentale et modélisation numérique du comportement des poutres en béton armé renforcées par matériaux composites sous flexion- Cas des ponts » Thèse de doctorat spécialité génie civil Ecole Nationale Polytechnique, Alger.
- [47] J.M.Berthelot 2002 « Matériaux composites : comportement mécanique et analyse des structures » 4eme édition TEC et DOC.
- [48] N.Brahimi et Y.Meskine 2017 « Effet de déchets de tuile sur les caractéristiques physico-mécaniques d'un béton de sable auto plaçant » Mémoire de master spécialité génie civil Université Dr Yahia Farès De Médéa.
- [49] B.CLEMENT 2011 « La typologie des tuiles de terre cuite au deuxième âge du Fer en Gaule méridionale : nouvelles données », in Actes du congrès d'Arles, Sfecag, Marseille p597-606.
- [50] [Tuile | Formule, propriétés et application \(material-properties.org\)](http://material-properties.org)
- [51] [Composites le melange parfait unir les materiaux de base dans les composites - FasterCapital](#)
- [52] S.Beldjilali et A.Benyoucef 2022 «Elaboration et caractérisation des composites à renforcer par des fibres naturelles » Mémoire de master

spécialité ingénierie des matériaux et des surfaces Université Saad Dahled De Blida 1

- [53] Y.Djebbloun 2004 « Etude de la rupture en mode i d'ouverture des matériaux composites» Mémoire de magistere spécialité génie mécanique Université Mohamed Khider Biskra.
- [54] I.Benakli et F.Hamani 2016 « Etude des Biocomposites à Base de Polymère Biosourcé Phbv et Fibres Alfa » Mémoire master spécialité génie des procédés Université A. Mira–Bejaia.
- [55] S.Paul et al 2008 « Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of banana fiber/polypropylene commingled composite materials» Compos. Part A: Applied Science and Manufacturing, 39 p1582–1588.

# **CHAPITRE II**

## ***PARTIE EXPÉRIMENTALE***

**II.1-Introduction :**

Ce chapitre est subdivisé en trois parties, la première partie est consacrée à la description des matériaux utilisés dans notre étude notamment le matériel, les produits chimiques, les biomasses choisies et la résine époxy. La deuxième partie est scindée principalement à la préparation des fibres par deux méthodes. Enfin, la troisième partie est destinée à l'élaboration des différents composites ainsi que leur caractérisation. Ce travail a été effectué selon la démarche illustrée dans la (figure II.1).

La présente étude a été réalisée au sein du laboratoire pédagogique de chimie organique du département des sciences de la matière, à la faculté des sciences exactes et sciences de la nature et de la vie de l'Université Mohammed Khider Biskra.

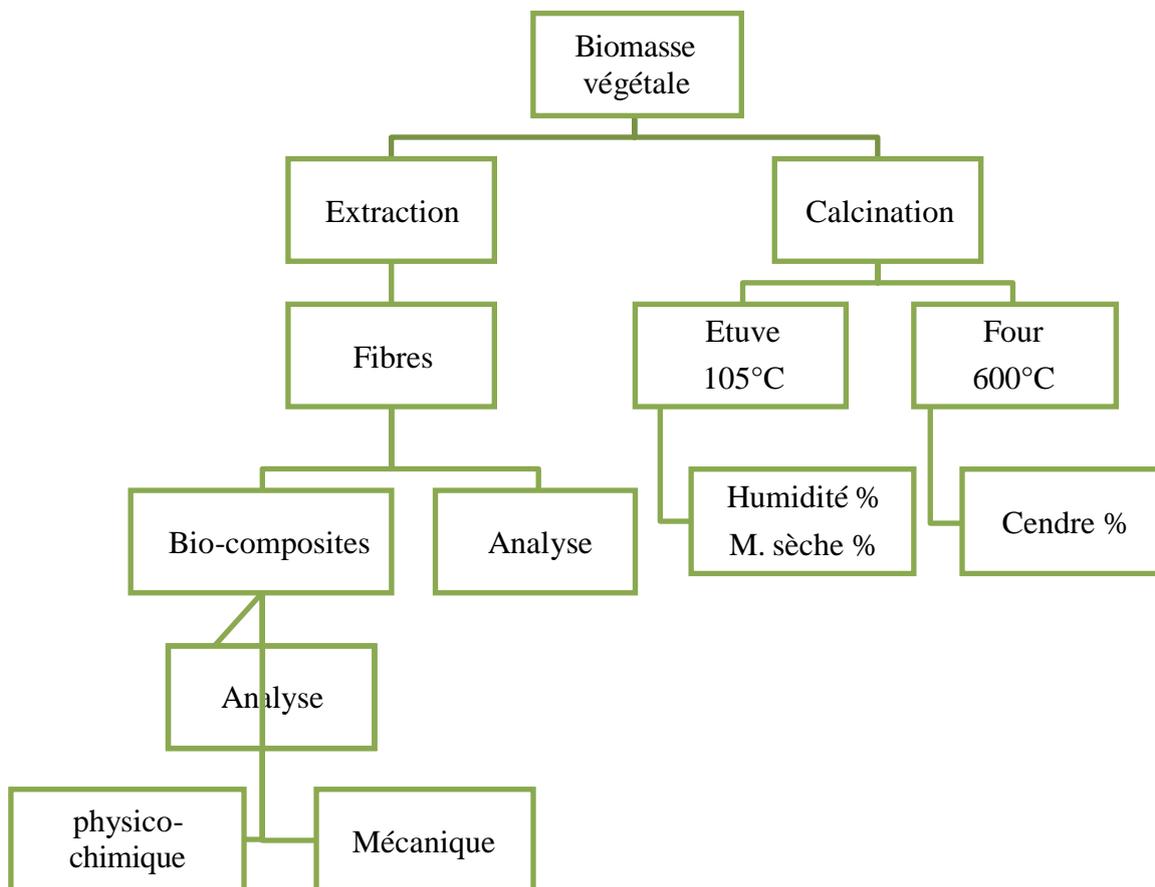


Figure II.1 : Plan de travail

## II.2-Matériaux utilisés et les techniques expérimentales :

### II.2.1 Matériaux utilisés :

#### II.2.1.1-Biomasses utilisées :

- ✧ **Pelures de banane** : également appelée peau de banane, est la couche externe qui recouvre le fruit de la banane. Les écorces de plantain contiennent moins de fibres que les peaux de banane dessert et la teneur en lignine augmente avec la maturité (de 7 à 15 % de la matière sèche). En moyenne, les peaux de banane contiennent 6 à 9 % de protéines dans la matière sèche et 20 à 30 % de fibres (mesurées en tant que fibres non biodégradables). En outre, elles contiennent deux types différents de chaînes de polymères, appelées amylose et amylopectine, formées le polysaccharide (amidon) [1].
- ✧ **Feuilles de maïs** : Il s'agit d'un déchet agricole courant obtenu après la récolte. Ses fibres sont actuellement utilisées comme matériau de renforcement en raison de leur faible coût, de leurs propriétés mécaniques relativement bonnes, de leur résistance spécifique élevée, de leur disponibilité et de leurs caractéristiques environnementales. Les constituants chimiques des feuilles de maïs ont été identifiés, notamment la cellulose (43 %), la lignine (22 %), l'hémicellulose (31 %) et les cendres (1,9 %) [2].



Figure II.2 : Biomasses utilisées

#### II.2.1.2-Polymère utilisé :

Est une résine époxy, Il est fabriqué par la société « LORN CHEMICALS » à Bouira en Algérie. Tableau II.1 : Caractéristiques de polymère utilisé

<b>Forme</b>	Liquide visqueux
<b>Couleur</b>	Transparente
<b>Masse volumique</b>	1.1 g/cm <sup>3</sup>
<b>Température de stockage</b>	Ne doit pas dépasser 25°C
<b>Temps de durcissement</b>	24 heures



Figure II.3: Le polymère utilisé (époxy)

**II.2.1.3- Solvants et produits chimique :**

✧ Ethanol ou Ethyl Alcohol :

Utilisé par les sociétés « BIOCHEM Chermopharma »

Tableau II.2 : Caractéristiques de l'éthanol utilisé

Formule moléculaire	Masse moléculaire	Densité
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O	46.07g/mol	0.79

✧ L'acide chlorhydrique :

L'acide chlorhydrique utilisé est produit par la société « BIOCHEM Chermopharma », (Il est utilisé pour le réglage du pH de la solution).

Tableau II.3 : Caractéristiques d'acide chlorhydrique utilisé

Formule moléculaire	Masse moléculaire	Densité	Pureté
HCl	36.46 g/mol	1.18	35-38%

✧ L'hydroxyde de sodium :

Utilisé est fabriqué par la société « BIOCHEM Chermopharma ».

Tableau II.4 : Caractéristiques d'hydroxyde de sodium utilisé

Formule moléculaire	Masse moléculaire	Densité
NaOH	39,997 g/mol	2.13 g/cm <sup>3</sup>

✧ Sodium hypochlorite :

L'eau de javel (Bref) utilisé est fabriqué par la société « Henkel ».

Tableau II.5 : Caractéristiques de L'eau de javel utilisé

Formule moléculaire	Masse moléculaire	Degré
NaClO	74.44 g/mol	12° chl

## II.2.2-Techniques expérimentales :

### II.2.2.1- Préparation des poudres :

Après séchage des biomasses à la température ambiante et à l'abri de l'humidité, les réduisent en poudre fine et uniforme à l'aide d'un broyeur type « moulin à café »

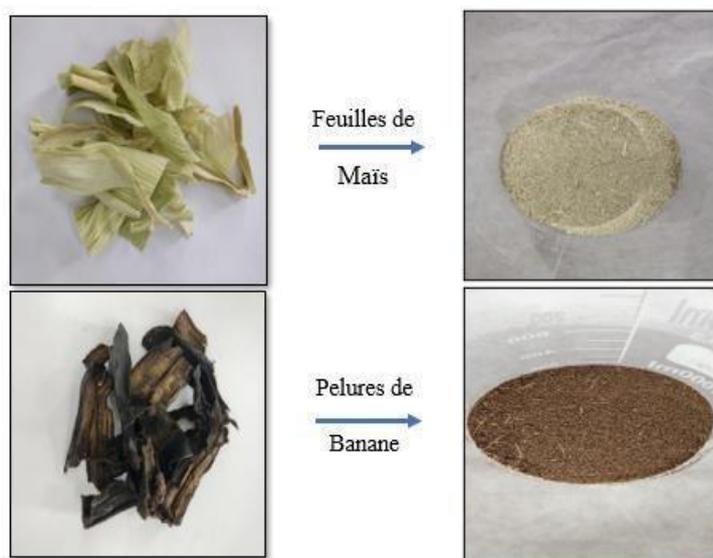


Figure II.4 : Préparation des poudres

### II.2.2.2-Test de caractérisation physico-chimique des poudres :

#### II.2.2.2.1- Taux de la matière sèche :

✧ Principe :

Le dosage de l'eau dans les matières végétales permet de vérifier la bonne conservation et le bon emballage de ces objets. Conformément aux normes de la Pharmacopée Européenne (2000), cette concentration ne dépasse pas 10%. Il faut également tenir compte de la teneur en eau dans le dosage du principe actif.

Correctement chauffé à 100-105°C pendant une durée suffisante, un échantillon subira une perte de masse correspondant approximativement à la quantité d'eau qu'il contient. [3]

✧ Technique :

Il faut que l'échantillon homogène, broyé ou concassé. On introduit 2g de notre poudre végétale dans un creuset en verre bien séché et préalablement taré. Puis le placé dans une étuve à 110°C pendant 24h heures. On laisse refroidir ensuite on pèse la masse de l'échantillon.

✧ Calcul :

$$X\% = \frac{m - m'}{m} \times 100$$

m : masse de l'échantillon avant le séchage ;

m' : masse de l'échantillon après le séchage = masse après séchage (creuset + échantillon)

– masse du creuset vide.

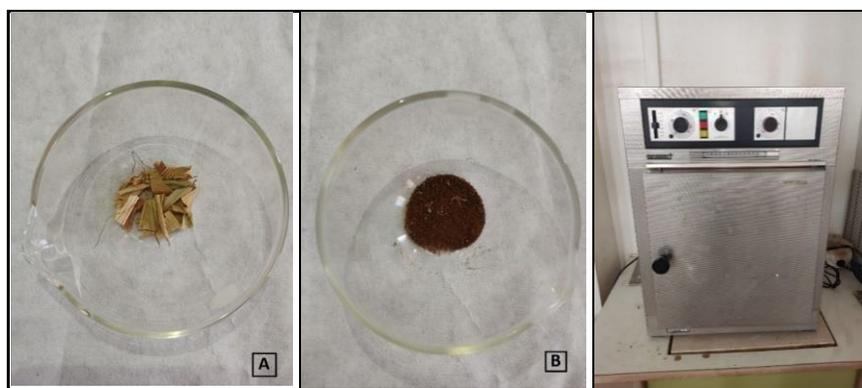


Figure II.5 : Les échantillons après le séchage dans l'étuve A (feuilles de maïs)

B (Pelures de banane)

#### II.2.2.2.2-Taux de cendres :

✧ Principe :

Il s'agit d'évaluer la quantité de substance restante qui n'est pas volatilisée lorsque l'échantillon est complètement calciné. Selon les normes décrites dans la Pharmacopée Européenne (2007), la teneur totale maximale en cendres est de 14,0 %. [3]

✧ Technique

Dans un creuset en porcelaine, préalablement taré, mettez 5g de notre poudre. Placer les échantillons préparés dans un four à 600°C pendant 6h heures (toute la matière organique est brûlée et seule la partie inorganique est récupérée), on laisse refroidir puis on pèse la masse résiduelle de l'échantillon.

✧ Calcul :

$$T\% = \frac{M - M'}{E} \times 100$$

M : masse finale (creuset + cendres totales)

M' : masse du creuset vide

E : prises d'essais de la matière.

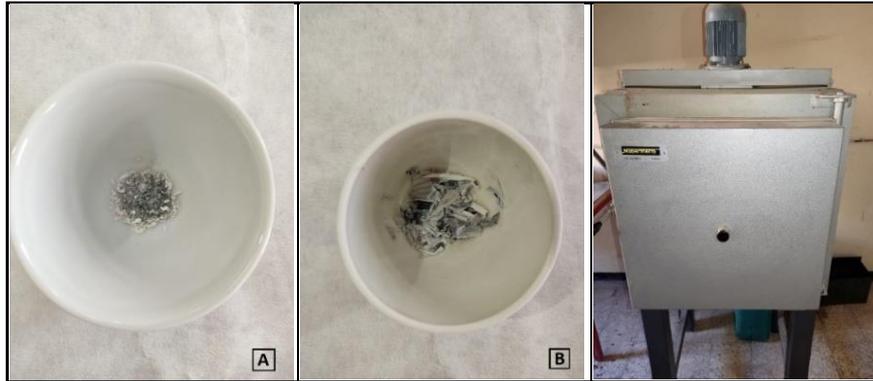


Figure II.6 : Les échantillons après calcination dans le four : A (Pelures de banane) ;

B (feuilles de maïs)

### II.2.2.3-Traitement chimiques des fibres dans les pelures de banane et les feuilles de maïs :

Dans cette partie on va extraire la cellulose à partir de Pelures de banane et les Feuilles de maïs. Les fibres ont été modifiées selon les méthodes décrites ci-dessous :

#### A- Méthode 1 :

✧ Macération :

Les fibres sont macérées dans un mélange eau-alcool (éthanol : eau) (50 :50) à température ambiante pendant 24 heures, afin d'éliminer les impuretés et les composés qui peuvent être extraits par ce mélange, et d'obtenir une matière première plus propre et plus homogène pour le traitement alcalin.



Figure II.7 : Les échantillons après la macération dans un mélange eau-alcool

✧ Traitement alcalin :

Les fibres macérées dans une solution d'hydroxyde de sodium NaOH (2 %) sont traitées à température égale 50 °C pendant 3 heures sous agitation pour éliminer les composants indésirables des fibres végétales tels que les hémicelluloses, les lignines et les pectines.



Figure II.8 : Les échantillons après le traitement alcalin

✧ Blanchiment :

On fait la macération des fibres dans l'eau de javel (sodium hypochlorite NaClO) à température ambiante pendant une 24 h.

Toutes les étapes sont détaillées dans la figure suivante :

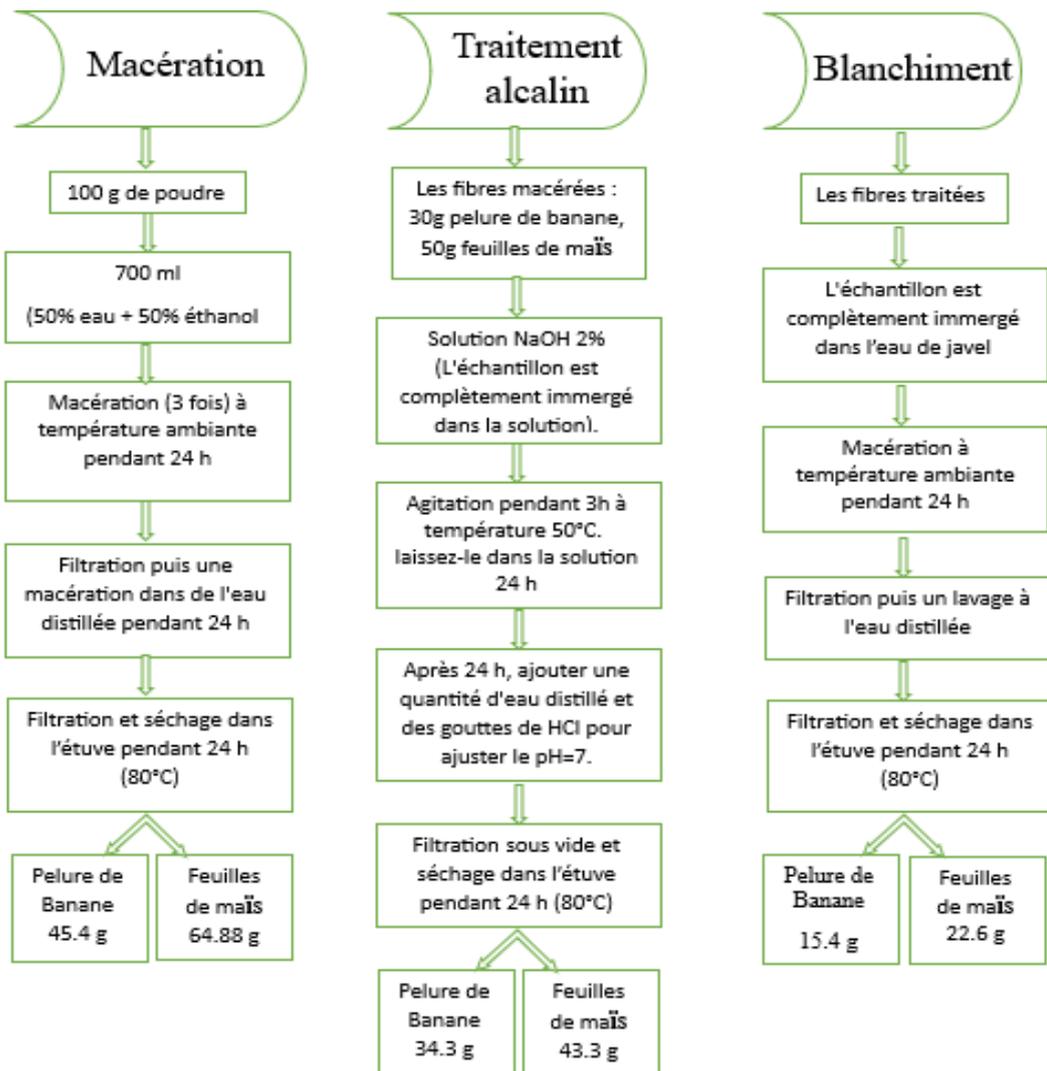


Figure II.9 : Etapes d'extraction de cellulose (méthode 1)

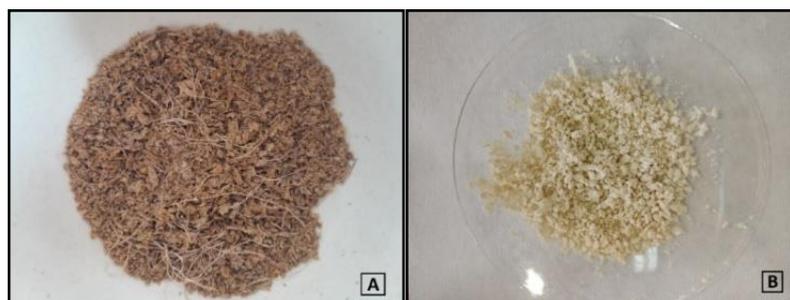


Figure II.10 : Cellulose extraite par la méthode 1 : A (pelures de banane)  
B (feuilles de maïs)

### B- Méthode 2 :

#### ✧ Prétraitement des fibres :

Dans un bécher, introduire 100 g de l'échantillon broyé et 1000 ml HCl (5%), puis agiter pendant 1h.

#### ✧ Chauffage à reflux :

Digérer le résidu obtenu en utilisant 1000 ml de NaOH (10%) sous reflux pendant 1h.



Figure II.11 : Le montage de chauffage à reflux

#### ✧ Dégraissage :

Rincer les résidus obtenus après chauffage à reflux, par 450 ml d'alcool éthylique (EtOH) et ensuite avec 450 ml d'éther diéthylique.



Figure II.12 : Etape de rinçage

Ces étapes sont présentées dans la figure suivante :

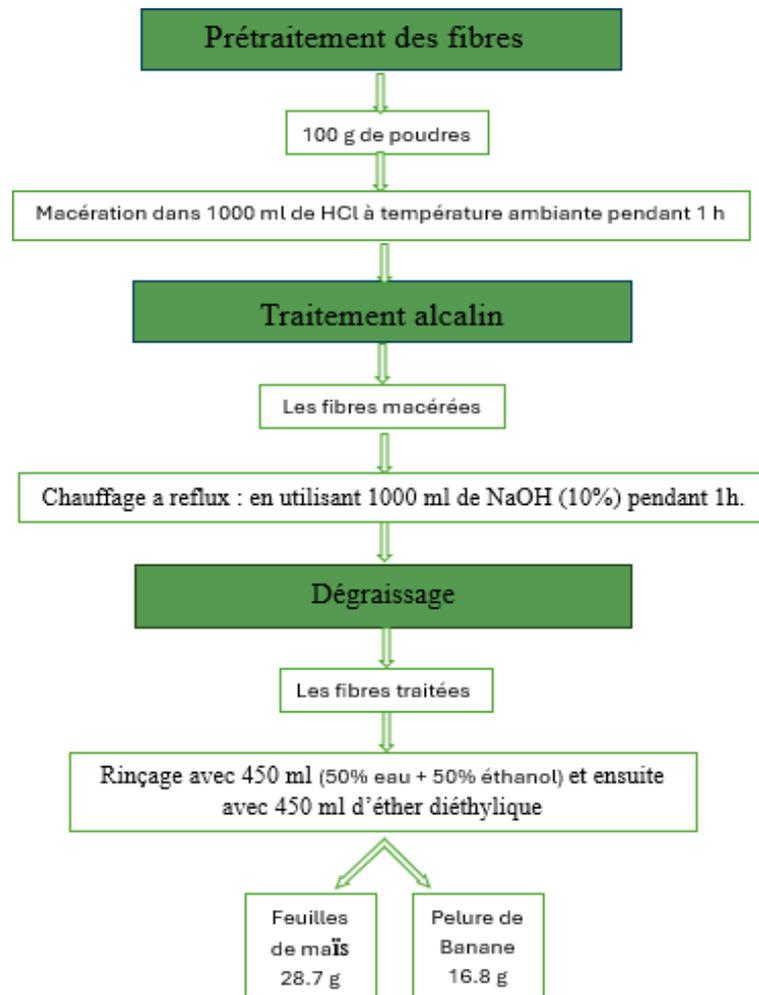


Figure II.13 : Etapes d'extraction de cellulose (méthode 2)

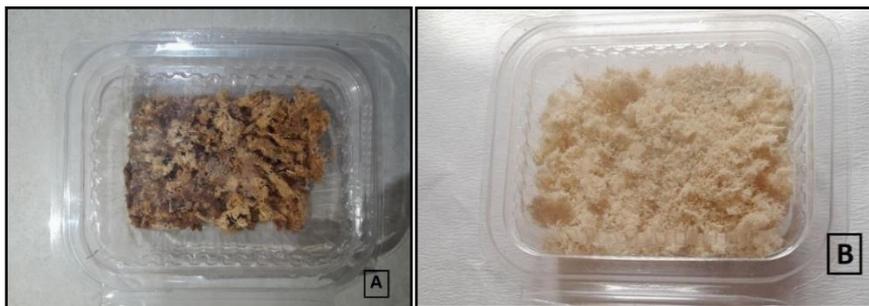


Figure II.14 : Cellulose extraite par la méthode 2 : A (pelures de banane)

B (feuilles de maïs)

#### II.2.2.4-Broyage et Tamisage :

Les fibres de maïs et de banane sont broyées en une poudre très fine à l'aide d'un moulin à café domestique. Après le broyage, la poudre obtenue est passée au travers d'un tamis de diamètre 63  $\mu\text{m}$ .



Figure II.15 : Procédé de tamisage à l'aide d'un tamis de diamètre 63  $\mu\text{m}$ .

#### II.2.2.5-Elaboration des composites :

La résine époxy a été renforcée par des fibres naturelles préparées précédemment. La fabrication des composites consiste en la technique de stratification manuelle dans un moule préparée par les dimensions de 120 mm  $\times$  120 mm  $\times$  2 mm

##### II.2.2.5.1-Préparation et moulage des composites :

Tableau II.6 : les formulations sélectionnées pour la préparation des échantillons :

Formulation	EPOXY	FIBRE
EP	100%	0%
EP/PB	90%	10%
EP/FM	90%	10%

- EP : La formulation d'Epoxy non chargée.
- EP/PB : La formulation d'Epoxy et les fibres de pelures de banane.
- EP/FM : La formulation d'Epoxy et les fibres de feuilles de maïs.

Mélanger d'abord la fibre et l'époxy (3,17 g : fibre ; 18,82 g : époxy), puis ajouter le durcisseur (9,69 g : durcisseur). Voir l'annexe 1

Le mélange doit se faire lentement afin d'éviter les bulles d'air et d'obtenir une répartition uniforme. Une fois que le mélange composite (90 % d'époxy et 10 % de fibres) est prêt : Préparer le moule, s'assurer qu'il est propre et sec, et appliquer un agent de démoulage pour faciliter le retrait du composite une fois qu'il a durci. Versez soigneusement et uniformément le mélange dans le moule préparé. Laissez sécher à l'air libre pendant 24 heures. Une fois le temps de séchage écoulé, retirez soigneusement la pâte du moule pour éviter de la casser ou de l'endommager.

**Mélanger l'époxy avec les fibres de chaque échantillon, puis ajouter le durcisseur.**



Figure II.16 : Préparation et moulage des bio-composites.

### II.2.2.5.2-Préparation des échantillons :

Les composites préparés ont été découpés en morceaux à l'aide d'un cutter et 9 morceaux ont été prélevés par échantillon.

- L'absorption d'eau (1.5 cm, 1.5 cm)
- Solubilité (1.5 cm, 1.5 cm)
- IR (1 cm, 1 cm)

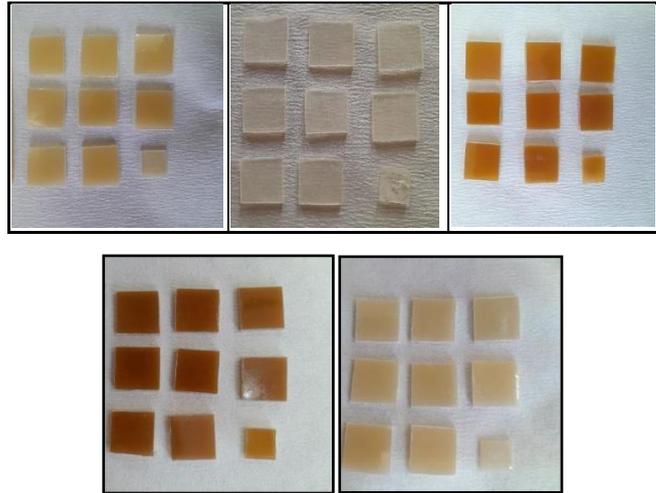


Figure II.17 : Morceaux des biomatériaux obtenus

### II.3-Techniques de caractérisation :

#### II.3.1-Test chimique :

Dans ce test chimique pour la cellulose, nous avons utilisé quelques gouttes d'acide sulfurique et diode, où la couleur vire au vert ou au bleu-vert.

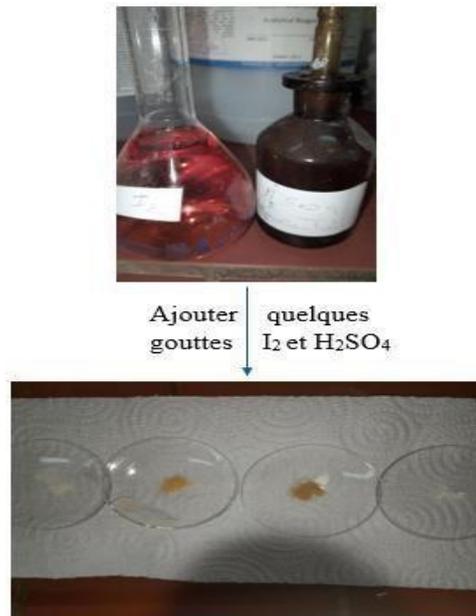


Figure II.18 : Le test chimique pour la détection de la cellulose

#### II.3.2-Analyse spectrale par FTIR :

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse chimique qui se fonde sur l'aptitude d'un matériau à absorber le rayonnement infrarouge. Selon les principes de cette technique, les molécules absorbent des fréquences particulières qui dépendent de leur structure.

Ces absorptions correspondent à des fréquences de résonance, signifiant que la fréquence du rayonnement absorbé équivaut à l'énergie de transition des liaisons vibrantes. Le spectre infrarouge obtenu peut alors être utilisé pour identifier les liaisons [4].

On effectue l'analyse des fibres non traitées et mercerisées en utilisant le SHIMADZU FTIR - 8400S dans la gamme de 400 à 4000  $\text{cm}^{-1}$  :



Figure II.19 : Spectrophotomètre SHIMADZU – FTIR 8400S.

### II.3.3-Test mécanique (Essai de dureté Vickers) :

La dureté d'un matériau est sa résistance à la déformation ; elle est mesurée en appliquant une charge à l'aide d'une tête pyramidale droite à base carrée, puis en mesurant le diamètre de l'empreinte laissée sur la surface après le retrait de la charge. L'oculaire est utilisé pour déterminer avec précision la position de l'empreinte afin de déterminer la valeur de HV en appuyant deux fois sur le bouton de haute tension de l'appareil ou en appliquant l'équation suivante. [5] :

$$Hv = 1.854 \frac{p}{d^2}$$

p :charge appliquée.

d : longueur moyenne des diagonales de l'empreinte (mm).

Ainsi, nous avons choisi de faire appel à la dureté Vickers, en utilisant un duremètre de type INNOVATEST VERZUS 750.

Les mesures de dureté ont été effectuées à l'aide de la méthode Vickers, en appliquant une charge de 1 kgf. Toutes les mesures représentent une moyenne de 5 points.



Figure II.20 : Micro-duremètre Vickers INNOVATEST VERZUS 750.

### II.3.4-Caractérisation physico-chimique :

#### III.3.4.1-Test d'absorption d'eau :

L'essai d'absorption d'eau a été effectué conformément à la procédure décrite dans la norme ASTM D570. Les échantillons nécessaires aux essais sont découpés des morceaux carrés de 15 mm de côté. Ensuite, nous les immergeons dans des béchers contenant de l'eau distillée à température ambiante, nous prélevons la masse toutes les 24 heures, nous les séchons avec du papier absorbant et nous les pesons à nouveau ( $m_t$ ), et le processus continue jusqu'à ce que le poids des échantillons se stabilise. Le taux d'absorption d'eau a été calculé comme suit : [4]

$$\Delta m \% = \frac{m_t - m_0}{m_0} \times 100$$

$m_0$  : la masse avant l'immersion.

$m_t$  : la masse après l'immersion.



Figure II.21 : Test d'absorption d'eau pour les composites Epoxy/Fibres.

**II.3.4.2- Test de la résistance chimique :**

La résistance chimique fait référence à la capacité des matériaux à résister aux substances chimiques.

Cela implique la faculté d'un matériau à résister aux processus de destruction déclenchés sous l'effet des réactions entre l'environnement et sa surface. Généralement, une résistance chimique insuffisante se manifeste par un gonflement ou un ramollissement du matériau, ce qui peut entraîner une diminution de ses propriétés mécaniques et affecter son fonctionnement global.

Dans ce travail, les échantillons sont immergés dans six solvants de caractère différent et examinés quotidiennement pendant une semaine. Les tests sont appliqués aux échantillons avant et après l'immersion [6]. Des mesures de la perte de masse ont été réalisées, ainsi qu'une inspection visuelle pour détecter la présence de fractures et de fissures.

Après 07 jours d'exposition aux solvants, le taux de perte de masse est mesuré par la relation suivant :

$$\Delta m \% = \frac{m_i - m_f}{m_i} \times 100$$

$m_i$  : la masse initiale.

$m_f$  : la masse finale.



**Acide acétique**



**Acétone**



**Ethanol**



**Aniline**



**Ammonium hydroxyde**



**Chloroforme**

Figure II.22 : Test de la résistance chimique

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] T.H.Emaga et al 2011 «Ripening influences banana and plantain peels composition and energy content ». Tropical animal health and Production, 43(1), p171-177
- [2] G.Ramratan , A.Kumar , R.kumar 2022 « Functional application for the corn leaf fibre to make reinforced polymer composites sheet » 1 ere edition p104
- [3] A.Fettah 2019 « Etude phytochimique et évaluation de l'activité biologique (antioxydante- antibactérienne) des extraits de la plante Teucrium polium L. sous espèce Thymoides de la région Beni Souik, Biskra ». Thèse de doctorat spécialité chimie organique et phytochimie, Université Mohamed Khider Biskra.
- [4] A.Ouamane 2023 « Caractérisation - Valorisation - Application des Bio-polymères Issus des Biomasses » Mémoire de master spécialité chimie des matériaux Université Mohamed Khider Biskra.
- [5] C.Amrane 2018 « Etude des réactions de précipitation continue et des propriétés mécaniques des alliages à base d'aluminium » Thèse de doctorat spécialité physique des matériaux et applications Université Frères Mentouri-Constantine 1.

# **CHAPITRE III**

## ***RÉSULTATS ET DISCUSSIONS***

Dans ce dernier chapitre, nous traiterons tous les résultats obtenus à travers notre étude en suivant une logique de structuration basée sur les différentes méthodes et techniques réalisées dans ce travail. À partir de l'analyse des biomasses, jusqu'à l'élaboration des bio-composites et par la suite la caractérisation pour déterminer leur usage dans la préparation des tuiles.

### III.1-Tests de caractérisation physico-chimique des biomasses :

Les tests de caractérisation physico-chimique des biomasses sont importants pour comprendre leurs propriétés et déterminer leur potentiel dans différentes applications, telles que la production chimique ou la fabrication de matériaux. Voici les tests utilisés pour cette caractérisation :

#### III.1.1-Taux d'humidité (matière sèche) :

Le dosage de l'eau dans les drogues végétales permet de vérifier leur bonne conservation, une dessiccation insuffisante peut en effet entraîner le développement de moisissures ou de levures.

- L'échantillon avant le séchage : 2 g
- L'échantillon après le séchage (banane) : 1.74 g
- L'échantillon après le séchage (maïs) : 1.85 g

$$X\%_{\text{banane}} = \frac{2 - 1.74}{2} \times 100 = 13\%$$

$$X\%_{\text{maïs}} = \frac{2 - 1.85}{2} \times 100 = 7,5\%$$

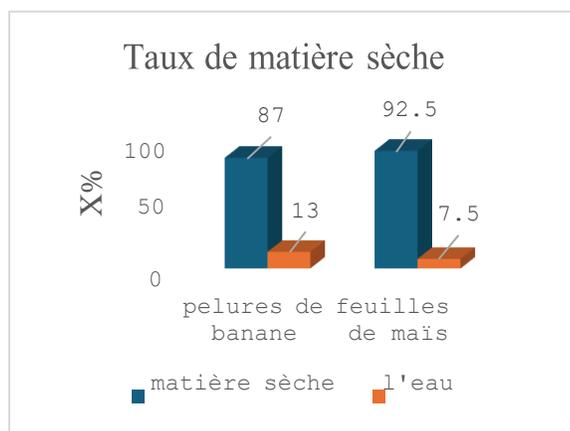


Figure III.1 : Résultats de taux en matière sèche.

Les résultats de ce paramètre montrent que le pourcentage de matière sèche dans la pelure de banane et les feuilles de maïs est de 87% et 92,5% respectivement. À partir de ces résultats, on constate que le taux d'humidité des feuilles de maïs est de 7.5% ne dépasse pas les normes requises [0- à 10 %], ce qui lui donne une meilleure conservation à long terme. Par contre, les pelures de bananes présentent un taux d'humidité de 13% un peu élevé est supérieur à 10 %. Cela signifie qu'elles ne sont pas en accord aux normes et qu'elles sont susceptibles de s'abîmer rapidement par des réactions enzymatiques.

### III.1.2-Taux de la cendre :

Après calcination à 600°C la masse résiduelle présente la fraction inorganique des échantillons testés.

#### ✧ Banane :

- L'échantillon + creuset : 41,24 g
- Creuset vide : 41.04 g

#### ✧ Maïs :

- L'échantillon + creuset : 41.72 g
- Creuset vide : 41.68 g

$$T\%_{\text{banane}} = \frac{41.24 - 41.04}{1.5} \times 100 = 13.3\%$$

$$T\%_{\text{maïs}} = \frac{41.72 - 41.68}{1.5} \times 100 = 2,6\%$$

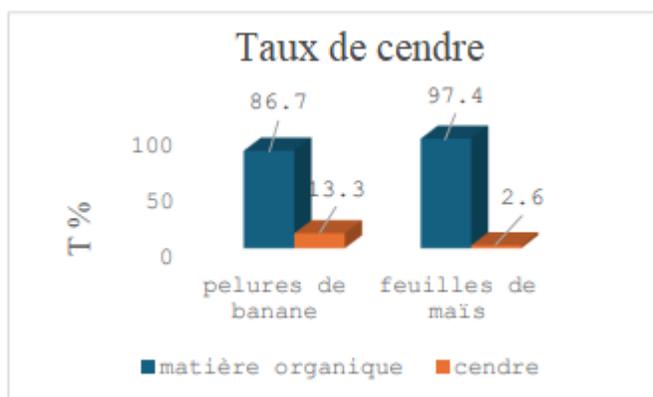


Figure III.2 : Résultats de taux en cendre.

Les résultats obtenus montrent que la teneur des substances inorganiques trouvées dans les peaux de bananes représentait 13,3 %, alors que celle de feuilles de maïs était de 2,6 % (la teneur totale maximale en cendres est de 14 %). Pour la matière organique les feuilles de maïs ont montré un taux de 97,4% alors que les peaux de bananes ont donné un taux de 86,7%. Les résultats obtenus sont en accord avec les données de la littérature et montrent également que ces deux échantillons possèdent une richesse en matière organique comme toutes les biomasses végétales.

### III.2-Caractéristiques des biopolymères obtenus :

#### III.2.1-Caractéristiques organoleptiques :

Les propriétés organoleptiques (aspect, couleur et odeur) des produits obtenus sont rassemblées dans le Tableau III.1

Tableau III.1 : Caractéristiques organoleptiques des biopolymères obtenus

Source	Aspect	Odeur	Couleur		Image
Pelures de Banane	Solide	Faible	Méthode 1	Marron clair	
			Méthode 2	Marron foncé	
Feuilles de Maïs			Méthode 1	Blanc	
			Méthode 2	Beige	

### III.2.2-Rendement des fibres obtenues :

Le rendement en fibre obtenues par les deux méthodes, est calculé par la relation suivante :

$$R\% = \frac{\text{la masse de produit obtenu}}{\text{la masse de départ}} \times 100$$

✧ **La méthode 01 :**

M (maïs) = 29.3 % ; M(banane) = 23.3 %

✧ **La méthode 02 :**

M (maïs) = 28.7 % ; M (banane)= 16.8 %

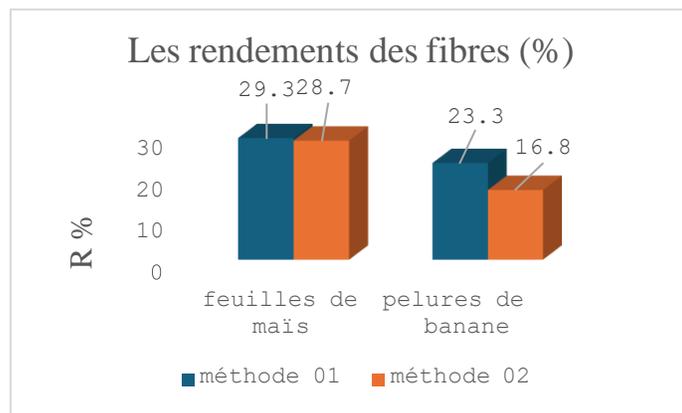


Figure III.3 : Résultats de rendement des fibres obtenus

- ✓ Les résultats illustrés dans la figure III.3, montrent que la teneur en fibres obtenues par la première méthode est plus élevée à celles obtenues par la deuxième méthode.
- ✓ On constate aussi que, les feuilles de Maïs exhibent un rendement plus important en fibres par rapport aux pelures de Banane.

### III.2.3-Test chimique :

Ce test est réalisé sur les quatre fibres préparées par les deux méthodes pour mettre en évidence la présence de la cellulose, on utilise un réactif chimique (réactif de Lugol). En présence de cellulose, l'eau iodée prend une couleur bleu-violet foncé par l'ajoute de quelques gouttes d'acide sulfurique.



Figure III.4 : Résultats de test chimique

- ✓ La figure III.4 présente le résultat de ce test qui montre que la cellulose imprégnée de Lugol gonfle et se colore en bleu vif en présence de l'acide sulfurique. Cette coloration est belle seulement quelques instants avant que la cellulose ne se désorganise.
- ✓ Ce test chimique montre que le résultat est positif, ce qui signifie que les fibres obtenues présentent la fraction cellulosique.

### III.2.4-Spectre FTIR des fibres cellulosiques :

Les spectres IR des biomasses non traitées et les biopolymères obtenus après traitement sont présentés dans la figure III.5 et la figure III.6.

#### ✧ Feuilles de maïs (M) :

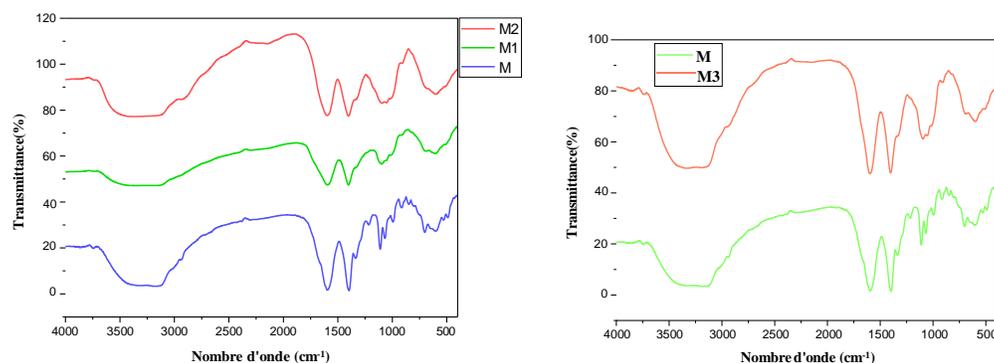


Figure III.5: Spectre IR des fibres de feuilles de maïs (méthode 1) / (méthode 2)

M : (avant), M1 : M après traitement alcalin, M2 : M après traitement (méthode 1),

M3 : M après traitement (méthode 2)

- 3200-3600  $\text{cm}^{-1}$  : une bande large indiquant la vibration d'élongation de groupes hydroxyles (O-H), typiques de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine.

- 2800-3000  $\text{cm}^{-1}$  : Bande due à la vibration d'élongation de liaison C-H aliphatiques, associées aux composants organiques des feuilles de maïs.
  - 1600-1500  $\text{cm}^{-1}$  : Bande due à la vibration d'élongation des liaisons aromatiques C=C dans la lignine
  - Une bande autour de 1700  $\text{cm}^{-1}$  indique la vibration d'élongation des groupes carbonyles (C=O), probablement liés à la lignine et aux hémicelluloses.
  - La région de 1000-1300  $\text{cm}^{-1}$  montre de bande forte pour les groupes éthers (C-O-C) présents dans les polysaccharides.
- ✓ Les spectres IR des fibres de feuilles de maïs après le traitement par les méthodes 1 et 2 montrent des similitudes avec les feuilles brutes, avec des pics dans les régions de 3200-3600  $\text{cm}^{-1}$  (O-H), 2800-3000  $\text{cm}^{-1}$  (C-H), et 1000-1300  $\text{cm}^{-1}$  (C-O-C). (Voir le spectre dans l'annexe 2)
- ✓ Cependant, les traitements ont légèrement modifié l'intensité des pics, en particulier dans la région de 1700  $\text{cm}^{-1}$ , indiquant une réduction des groupes carbonyles due à l'élimination partielle des lignines et hémicelluloses pendant les traitements alcalins et acides.
- ✓ La méthode 2 semble plus efficace pour réduire les impuretés grâce à l'étape de dégraissage et l'élimination des extractibles avec l'alcool éthylique et l'éther diéthylique.

✧ **Pelures de banane (B) :**

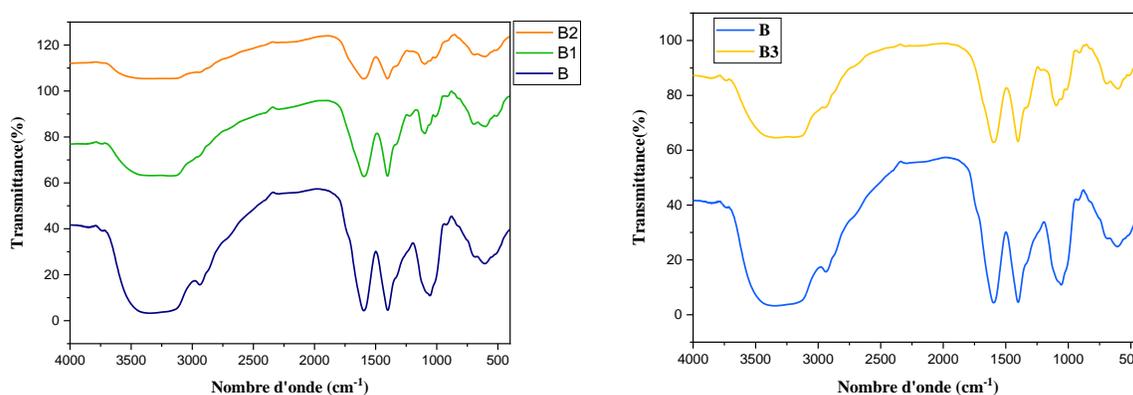


Figure III.6: spectre IR de pelures de banane (méthode 1) / (méthode 2)

B : (avant), B1 : B après traitement alcalin, B2 : B après traitement (méthode 1),

B3 : B après traitement (méthode 2)

- 3200-3600  $\text{cm}^{-1}$  : une Bande large correspond à la vibration d'élongation de groupes hydroxyles (O-H), typiques de la cellulose, de l'hémicellulose et de la lignine.
  - 2800-3000  $\text{cm}^{-1}$  : une bande correspond à la vibration d'élongation de C-H aliphatiques, associées aux composants organiques des pelures de banane.
  - Une bande autour de 1700  $\text{cm}^{-1}$  indique des groupes carbonyles (C=O), probablement liés à la lignine et la pectine.
  - 1600-1500  $\text{cm}^{-1}$  : Bande correspond à la vibration d'élongation des liaisons aromatiques C=C dans la lignine.
  - La région de 1000-1300  $\text{cm}^{-1}$  montre des bandes fortes pour les groupes éthers (C-O-C) présents dans les polysaccharides.
- ✓ Les spectres IR des fibres de pelures de banane après traitement par les méthodes 1 et 2 montrent des pics similaires à ceux des pelures brutes, mais avec des modifications notables (Voir le spectre dans l'annexe 2). Les pics dans les régions de 3200-3600  $\text{cm}^{-1}$  (O-H), 2800-3000  $\text{cm}^{-1}$  (C-H), et 1000-1300  $\text{cm}^{-1}$  (C-O-C) sont présents.
- ✓ Les pics dans la région de 1700-1750  $\text{cm}^{-1}$  sont plus prononcés avant le traitement, Ces pics indiquent que les pelures de banane sont particulièrement riches en composés poly-phénoliques et pectiques, tandis que les pics sont atténués, indiquant une diminution de la pectine et des lignines après les traitements. Les deux méthodes ont permis de purifier les fibres avec une efficacité, légèrement supérieure pour la méthode 2 en termes de réduction des impuretés lipidiques et cires.

### III.3- Caractéristiques des composites élaborés :

Étant donné que les feuilles de maïs et les pelures de banane sont classées comme des biomasses riches en fibres et jouissent d'une certaine stabilité aux diverses conditions (climatiques), il était logique de les utiliser sous forme de poudre fine après séchage et broyage, comme additif à la résine époxy, la figure III.7 présente l'aspect final des plaques obtenues après démoulage. Une série d'analyse a été menée, entre autres, l'analyse spectroscopique, les propriétés mécaniques, l'absorption d'eau et la résistance chimique.

Après avoir été retirés du moule, nous avons obtenu les plaques des bio-composites suivantes :

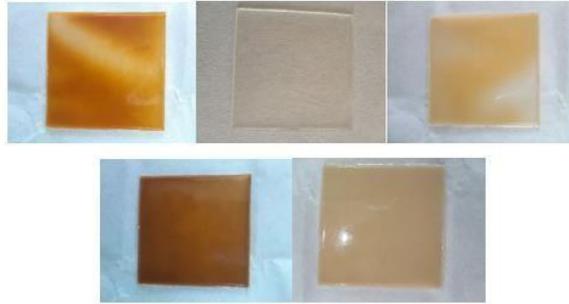


Figure III.7 : Bio-composites élaborés

### III.3.1-Spectroscopie infrarouge FTIR des composites :

Dans un contexte de confirmation de la structure des constituants du composite, une étude structurale par infrarouge a été faite. Cette étude a montré que les fréquences d'absorption des fibres de feuilles de maïs et des pelures de bananes (préparées selon deux méthodes différentes) sont contenues dans le spectre de composite EP/Fibre 10 % (figure III.8 et figure III.9).

Les spectres IR des composites EP/Fibre après traitement avec les méthodes 1 et 2 montrent des similitudes avec le spectre de l'époxy pur, mais avec des modifications notables dues à l'intégration des fibres. Ce qui confirme l'incorporation des fibres dans la matrice du polymère.

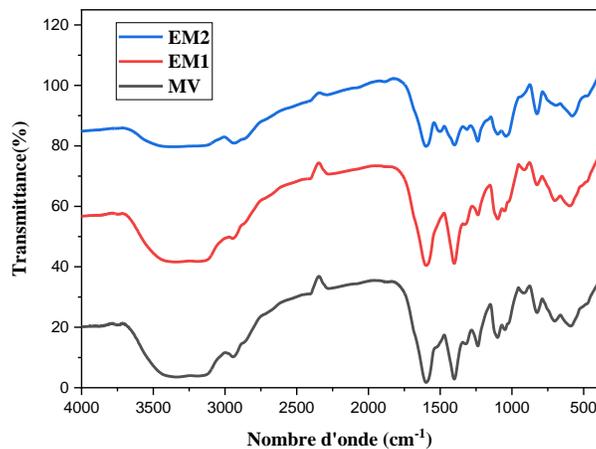


Figure III.8: spectre IR des composites de feuilles de maïs

MV : matrice vierge, EM1 : matrice fibre maïs (méthode 1), EM2 : matrice fibre maïs (méthode 2)

- ✓ On observe les fréquences d'absorption caractéristiques des différents groupements fonctionnels tels qu'OH hydroxyle, C-O, C=C alcène et un composé aromatique.

**Bandes caractéristiques :**

- 3300-3500  $\text{cm}^{-1}$  : une Bande large correspond à la vibration d'élongation des groupes O-H (hydroxyles) présents dans la résine époxy et les fibres de maïs.
- 2900-2850  $\text{cm}^{-1}$  : Bandes dues aux vibrations d'élongation des liaisons C-H dans les chaînes alkyles de deux composants.
- 1600-1500  $\text{cm}^{-1}$  : Bandes associées aux vibrations d'élongation des liaisons aromatiques C=C dans la lignine et des structures aromatiques de la résine époxy.
- 1370-1310  $\text{cm}^{-1}$  : Bande due à la vibration de déformation des liaisons C-H dans la cellulose et l'hémicellulose.
- 1160-1100  $\text{cm}^{-1}$  : Bande caractéristique de vibrations d'élongation des liaisons C-O-C des groupes éther dans la cellulose et la résine époxy.
- 1050-1030  $\text{cm}^{-1}$  : Bande large due aux vibrations d'élongation des liaisons C-O dans la cellulose et la résine époxy
- 910-830  $\text{cm}^{-1}$  : Bande spécifique aux vibrations d'élongation des liaisons C-O dans les groupes époxy (anneau oxirane).

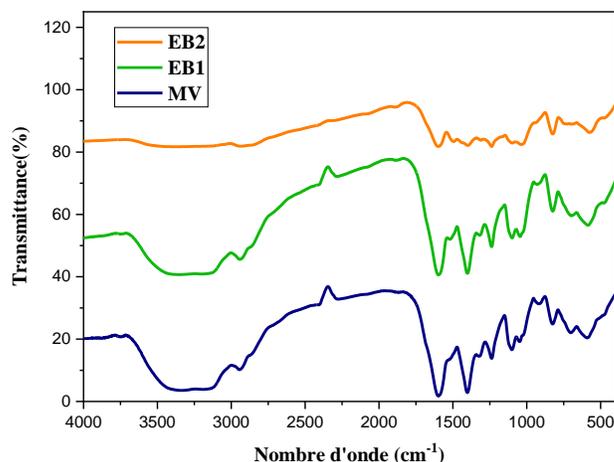


Figure III.9 : spectre IR des composites de pelures de banane

MV : matrice vierge, EB1 : matrice fibre banane (méthode 1), EB2 : matrice fibre banane (méthode 2)

- ✓ Les fréquences d'absorption caractéristiques de divers groupes fonctionnels, tels que OH hydroxyle, C-O, C=C alcène et composé aromatique.

**Bandes caractéristiques :**

- 3300-3500  $\text{cm}^{-1}$  : Une bande large correspond à la vibration d'élongation des groupes O-H (hydroxyles) présents dans la résine époxy et les fibres de banane.
- 2900-2850  $\text{cm}^{-1}$  : Bande due à la vibration d'élongation des liaisons C-H dans les chaînes alkyles des deux composants
- 1600-1500  $\text{cm}^{-1}$  : Bandes associées aux vibrations d'élongation des liaisons aromatiques C=C dans de la résine époxy.
- 1370-1310  $\text{cm}^{-1}$  : Bande due à la vibration de déformation des liaisons C-H dans la cellulose et l'hémicellulose.
- 1250-1150  $\text{cm}^{-1}$  : Bandes caractéristiques des vibrations d'étirement des liaisons C-O-C des groupes éther dans la cellulose et époxy
- 1050-1030  $\text{cm}^{-1}$  : Bande large due aux vibrations d'élongation des liaisons C-O dans la cellulose et la résine époxy.
- 910-830  $\text{cm}^{-1}$  : Groupes époxy (anneau oxirane) de la résine époxy.

**III.3.2-Test mécanique (Essai de dureté Vickers) :**

L'application d'un essai de dureté permet d'évaluer les propriétés d'un matériau telles que sa résistance, sa ductilité, sa résistance à l'usure et contribue ainsi à déterminer si le matériau ou le traitement de ce matériau convient à l'usage souhaité.

La dureté est une mesure de la résistance à la déformation d'un matériau. La valeur exprimée par un nombre sans dimension est reliée directement ou indirectement dans les essais les plus fréquents à la plus ou moins grande facilité d'enfoncer un pénétrateur à la surface du corps étudié.

Le tableau de l'annexe 3 présente les résultats de ce test, illustré par la figure III.10.

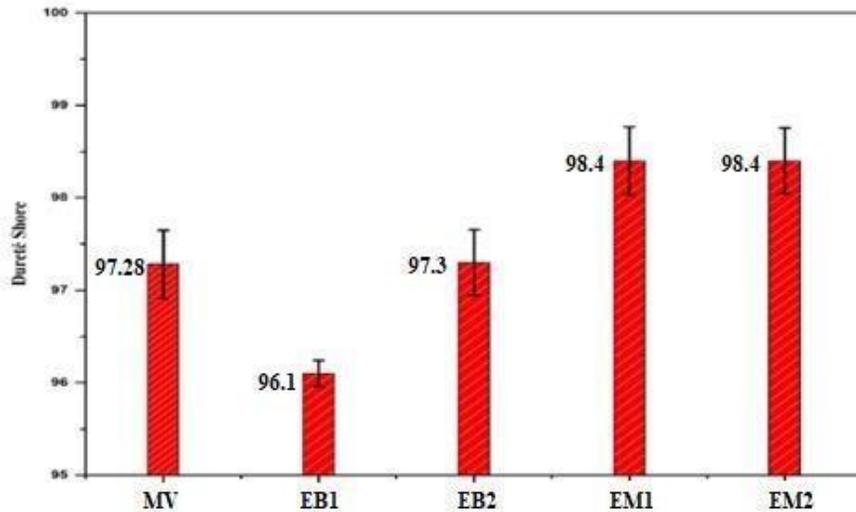


Figure III.10 : Résultat de l'essai de dureté Vickers

D'après cette figure, on remarque qu'il ya une variation significative de la dureté à l'égard des composites élaborés :

- ✓ Le composite renforcé par les fibres de banane, préparés par la méthode 2 présente une dureté quasi identique à celle de la matrice vierge. Par contre, les fibres de banane préparées par la méthode 1 provoquent une diminution de la dureté de matériau. Ce résultat indique la diminution de la rigidité et l'augmentation de la flexibilité. Cette diminution peut être due à l'adhérence insuffisante entre les fibres et la matrice, La méthode de moulage et la distribution uniforme des charges et des renforts dans la matrice époxy est essentielle pour obtenir des propriétés mécaniques optimales. Certains processus de moulage peuvent entraîner une distribution non uniforme des charges, ce qui peut entraîner une diminution de la dureté.
- ✓ Les composites renforcés par les fibres de Maïs, préparés par les deux méthodes présentent une dureté identique et plus importante à celle de la matrice vierge conduisant à une bonne distribution et une meilleure adhérence entre la fibre et la matrice dans ces composites.

La dureté dépend de plusieurs facteurs, tels que la nature des fibres utilisées, leur volume de chargement, la distribution des fibres dans la matrice époxyde, ainsi que le type et la quantité d'additifs utilisés [1].

**III.3.3-Caractérisation physico-chimique :**

**III.3.3.1-Test d'absorption d'eau :**

Afin d'évaluer le caractère absorbant des fibres, une étude de l'absorption d'eau distillée a été réalisée de l'immersion de nos composites en fonction du temps. Les résultats de l'absorption d'eau de l'époxy vierge et des composites associés sont exposés dans la figure III.11 et la figure III.12.

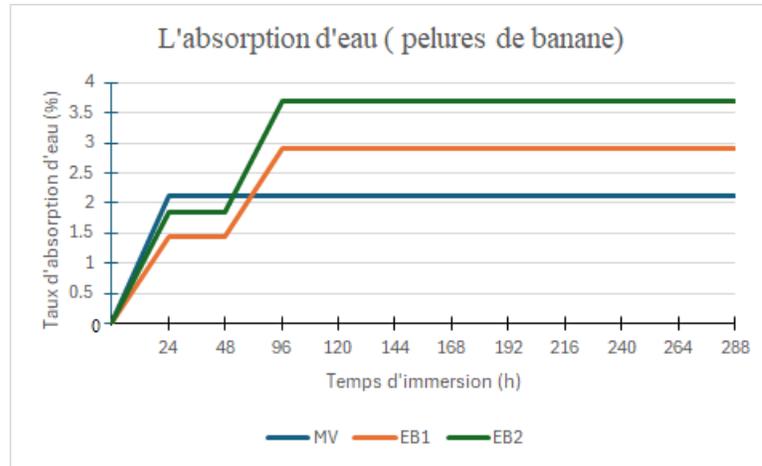


Figure III.11 : l'absorption d'eau des composites de pelures de banane

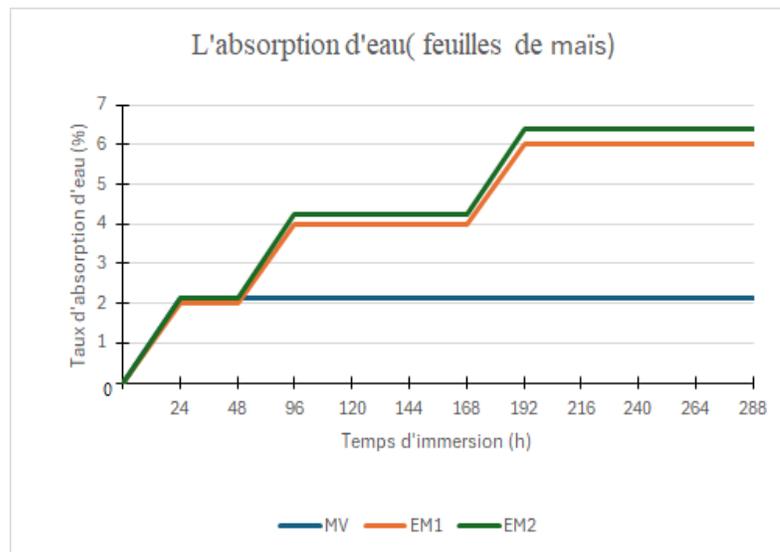


Figure III.12 : l'absorption d'eau des composites de feuilles de maïs

D'après les résultats obtenus après 15 jours d'immersion, le taux d'absorption augmente progressivement puis stabilise jusqu'à la fin du test, ce qui indique le stade de la saturation.

On observe sur les courbes de l'absorption d'eau pour les composites EB1, EB2 et EM1, EM2 que le caractère hydrophile des fibres naturelles apparaît clairement, ainsi qu'une nette absorption d'eau en fonction du temps est élevée pour le composite chargés (10%).

On peut remarquer aussi que l'absorption d'eau du composite change avec le changement des types de fibres. Il convient de noter que l'absorption d'eau de la fibre de feuilles de maïs était plus élevée à celle de la fibre de pelures de banane. On constate également une absorption identique remarquable pour le composite renforcé par les fibres de feuilles de maïs, alors que les pelures de banane montrent une absorption distincte.

En conséquence, la fibre acquiert une augmentation du caractère hydrophylique et ceci contribue à l'augmentation de la sensibilité du composite. L'absorption d'eau est due à la présence des groupements hydroxyles qui sont hydrophiles. En outre, les fibres favorisent certaines associations intermoléculaires avec l'eau par formation des ponts d'hydrogène, ce qui rend le composite sensible vis-à-vis de l'eau, ces résultats sont en accord avec ceux trouvés dans les travaux antérieurs.

### **III.3.3.2- Résistance chimiques des biomatériaux préparés :**

La résistance chimique décrit normalement la mesure dans laquelle un matériau peut maintenir sa résistance aux produits chimiques afin de déterminer leurs applications dans les processus industriels. Un matériau à haute résistance chimique est moins susceptible de se corroder. Ces matériaux sont généralement considérés comme des matériaux résistants à la corrosion en raison de leur inertie aux attaques chimiques.

Pour cette étude et pour évaluer la résistance chimique de matériaux composites préparés ; Notre gamme proposée est constituée des solvants spécifiques décrite dans des normes citées à la littérature [2] : milieu acides, milieu alcalin, milieu alcoolique, milieu cétonique...etc.

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau III.2. Le niveau de tenue est classé sur une échelle de 4 degrés : Excellente (++) / Bonne (+) / Faible (+/-) / Nulle (-)

Tableau III.2 : Résultats de la solubilité dans les solvants

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

Solvants	Image scanné	Remarques	Résistance
Acétone	<p>Avant</p>  <p>Après</p> 	Une légère modification	(+)
Hydroxyde ammonium	<p>Avant</p>  <p>Après</p> 	Une faible modification	(+)
Aniline	<p>Avant</p>  <p>Après</p> 	Une modification remarquable	(+/-)
Chloroforme	<p>Avant</p>  <p>Après</p> 	Une transformation importante	(-)
Acide acétique	<p>Avant</p>  <p>Après</p> 	Une modification remarquable	(-)
Éthanol	<p>Avant</p>  <p>Après</p> 	Aucun changement	(++)

D'après les résultats obtenus, on constate que :

- ✓ Une faible transformation sur la couche extérieur (surface) de la plaque après immersion dans l'acétone ce qui donne aux composites une résistance acceptable.
- ✓ De même pour l'effet de l'hydroxyde ammonium, on a remarqué une faible variation sur la surface des plaques après immersion.
- ✓ Une transformation remarquable sur surface et les parois avec gonflement ainsi que la couleur des plaques après immersion dans l'aniline, ceci s'avère aux composites une très faible résistance. On perçoit aussi que les composites chargés montrent une certaine résistance par rapport à la matrice vierge.
- ✓ Une grande modification appliquée sur tous les composites testés sur surface et les parois ainsi que la couleur des plaques après immersion dans le chloroforme, ceci prouve que ces composites n'ont aucune résistance chimique pour ce solvant.
- ✓ Tous les composites testés sont subis à un changement total après immersion dans l'acide acétique, provoquant une dissociation complète de la plupart des morceaux ce qui explique que ces composites n'ont aucune résistance chimique dans le milieu acide
- ✓ Tous les composites testés sont subis à une attaque par l'éthanol après immersion, on a remarqué aucune altération apparait sur les plaques, ce qui explique que ces composites présentent une excellente résistance chimique dans le milieu alcoolé.

✧ **Perte de masse :**

Nous avons mesuré le taux de perte de masse

Tableau III.3 : Résultats de la solubilité dans les solvants

	Acétone	Ammonium	Aniline	Chloroforme	Acide acétique	Ethanol
MV	5.6	-7.4	-17.3	30	31.4	-4.8
EM1	1.8	-3.6	22.2	50	100	-6.1
EM2	0	-4.2	-2	0	14.2	-6.5
EB1	0	-3.2	14.7	52.4	87.7	-5.5
EB2	8.7	-3.8	17.2	65.4	100	-5.5

D'après les résultats de tableau III.3, on conclure :

- ✓ Une faible perte de masse pour les composites immergeant dans l'acétone, lui confère une bonne résistance. On constate aussi que les fibres influent sur l'augmentation de cette résistance ce qui lui confère une stabilité aux composites.
- ✓ De même pour les composites immergeant dans ammonium, les fibres agissant sur matrice ce qui lui donne une bonne résistance. On a remarqué aussi que la perte de la masse  $< 0$ , ceci s'explique par l'absorption du solvant par notre échantillons.
- ✓ Pour les composites immergés dans l'aniline, On a remarqué une variation significative dans la perte de la masse par les composites testés, cette variation induit par une faible dissociation ou légère absorption, traduisant une résistance acceptable.
- ✓ Un effet apparait clairement sur les composites introduisant dans le chloroforme et l'acide acétique, par une perte importante sur la majorité des plaques avec une transformation et une dissociation remarquable à travers les composites testés.
- ✓ Par contre une excellente résistance est attribuée aux composites sous l'effet de l'éthanol avec une légère absorption, cette dernière est probablement due à l'association des liens d'hydrogène entre la matrice et les hydroxyles de l'éthanol.

Une attaque chimique se produit lorsque le matériau et un produit chimique ne sont pas compatibles. Ce produit chimique provoque l'affaiblissement ou la dégradation de la structure du polymère, ce qui entraîne une perte des propriétés de performance qui peut à son tour provoquer la défaillance de la plaque. Une attaque chimique peut également entraîner la fissuration sous contrainte environnementale, qui peut sérieusement affecter les performances d'une pièce.

Les facteurs importants lors du test d'un matériau pour la résistance chimique peuvent être énumérés comme suit :

- Température
- Concentration de produits chimiques
- Temps d'exposition
- Charge mécanique

Dans la plupart des cas, une résistance chimique insuffisante se traduit par le gonflement ou le ramollissement du matériau. Cela peut conduire à une perte de propriétés physico-chimiques, mécaniques et plus globalement altérer son bon fonctionnement, perdant ainsi sa facilité d'utilisation.

Le biomatériau est particulièrement approprié pour les applications qui nécessitent une très bonne résistance chimique, un degré de pureté élevé et des propriétés mécaniques supérieures. Il est souvent utilisé comme un revêtement ou comme manteau de protection dans les applications industrielles.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] M.Deroine 2014 « Etude du vieillissement de biopolymères en milieu marin »  
Thèse de doctorat spécialité sciences pour l'ingénieur Université de Bretagne Sud.
- [2] 2021 « Standard Practices for Evaluating the Resistance of Plastics to Chemical Reagents » A Summary of Changes section appears at the end of this standard  
Copyright ASTM International. University of Toronto.



***CONCLUSION GÉNÉRALE***

## CONCLUSION GÉNÉRALE

Les déchets symbolisent un grand danger pour l'environnement, qui provient de nombreuses sources qui prennent des formes différentes qu'elle soit liquide, solide, gazeuse, car il s'agit d'une pollution continue et permanente dans tous les systèmes environnementaux.

L'étude réalisée dans ce travail vise à l'exploitation de déchets naturels plus durables et respectueux de l'environnement, avait pour objectif d'élaborer des composites à base de époxy renforcé par des fibres naturelles avec un taux de charge de 10 % en masse. Notre choix porté sur les feuilles de maïs et les peaux de banane à cause de leur disponibilité abondante, de leur non-toxicité, Nous nous sommes intéressés particulièrement au problème d'adhésion à l'interface à fin d'améliorer et renforcer ce polymère pour obtenir une bonne affinité de la résine aux fibres, ce qui lui donne une tendance pour la préparation des tuiles.

L'étude préliminaire montre un taux d'humidité ne dépassant pas 10% pour les feuilles de maïs, ce qui donne à notre échantillon une meilleure conservation à long terme. Par contre les pelures de banane donnent un taux un peu élevé et cela nécessite un autre séchage pour cette biomasse. De plus, la calcination à 600°C montre un taux élevé exhibant nos échantillons une richesse en matière organique comme toutes biomasses végétales.

La teneur en fibres obtenues par les deux méthodes, montre que nos échantillons possèdent une quantité considérable. On constate aussi que, les feuilles de maïs exhibent un rendement plus important en fibres par rapport aux pelures de Banane.

Les spectres IR des composites époxy/fibres de feuilles de maïs et des composites époxy/fibres de pelures de banane montrent une bonne interaction entre les fibres naturelles et la matrice époxy, avec des différences selon la méthode de traitement utilisée. La 2<sup>ème</sup> méthode semble offrir une meilleure intégration des fibres, améliorant ainsi les propriétés mécaniques des composites. Ces résultats sont prometteurs pour le développement de matériaux bio-composites durables et performants.

Le test Vickers permet de conclure que les composites renforcés par des fibres de maïs sont plus rigides que les autres, ce qui signifie qu'ils présentent une bonne répartition et une meilleure adhérence entre les fibres et la matrice.

Le taux d'absorption d'eau dépend du temps d'immersion et le type de fibre qui confère un caractère hydrophobe aux matériaux, qui se traduit par une augmentation du taux d'absorption d'eau.

Les composites E/M et E/B montrent une résistance chimique variable en fonction du solvant et du traitement appliqué aux fibres. En général, le composite E/M traité par la méthode 2 et le composite E/B traité par la méthode 1 présentent une meilleure résistance chimique par rapport aux autres. Ces résultats sont importants pour déterminer les applications potentielles des composites dans des environnements où ils pourraient être exposés à divers solvants chimiques.

Enfin et pour plus d'efficacité, d'autres dimensions de notre thème non étudiées dans le présent travail peuvent être réalisées par d'autres chercheurs, tel que l'étude morphologique, la diffraction des rayons X (DRX), l'analyse calorimétrique différentielle (DSC), l'analyse thermogravimétrie ATG/ATD pour les fibres et les composites et une éventuelle recherche.



***ANNEXE***

## Annexe 1-La méthode de calcul :

Le moule (12 ;12 ;0.2) cm

$$V = 12 \times 12 \times 0.2 = \mathbf{28.8 \text{ cm}^3}$$

$$\rho = \frac{m}{V} \rightarrow m_T = \rho \times V \rightarrow m_T = 1.1 \times 28.8 = \mathbf{31.68g}$$

✧ **La matrice vierge :**

$$31.68 \rightarrow 100\%$$

$$A \rightarrow 66\%$$

$$\mathbf{A = 20.91g}$$

$$31.68 \rightarrow 100\%$$

$$B \rightarrow 34\%$$

$$\mathbf{B = 10.77g}$$

✧ **90 % d'époxy et 10 % des fibres :**

$$31.68 \rightarrow 100\%$$

$$m \rightarrow 90\%$$

$$\mathbf{m = 28.51g}$$

$$28.51 \rightarrow 100\%$$

$$A \rightarrow 66\%$$

$$\mathbf{A = 18.82 g}$$

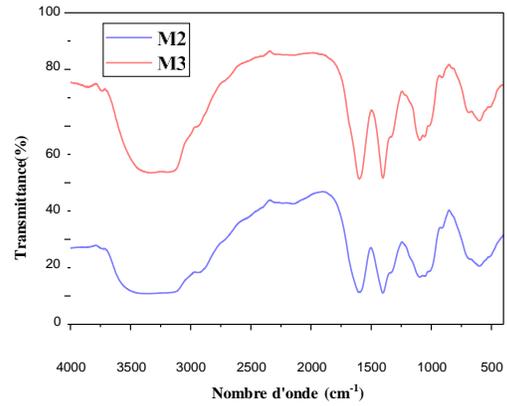
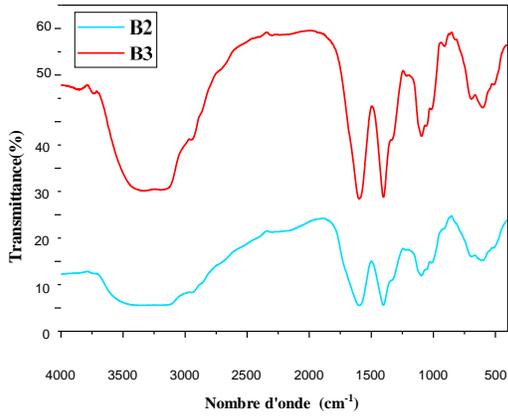
$$28.51 \rightarrow 100\%$$

$$B \rightarrow 34\%$$

$$\mathbf{B = 9.69g}$$

$$m(\text{fibre}) = m_T - m_{E,F} = 31.68 - 28.51 = 3.17 \text{ g}$$

### Annexe 2-Comparaison entre les deux méthodes :



### Annexe 3-Test dureté (5 points) :

Composite	P1	P2	P3	P4	P5
MV	97.2	96.9	97.8	97	97.5
EB1	96	95.8	95.9	96.4	96.2
EB2	97.9	97	97.1	97.2	97.3
EM1	98.9	98	98.1	98.4	98.6
EM2	98.3	98.9	98.6	98	98.2

#### Annexe 4-Les résultats de perte de masse (résistance chimique) :

Solvant		Acétone	Ammonium	Aniline	Chloroforme	Acide acétique	Éthanol
MV	$m_i$	0.71	0.67	0.52	0.5	0.7	0.62
	$m_f$	0.67	0.72	0.61	0.35	0.48	0.65
	$\Delta m\%$	5.6	-7.4	-17.3	30	31.4	-4.8
EM1	$m_i$	0.53	0.55	0.54	0.54	0.46	0.49
	$m_f$	0.52	0.57	0.42	0.27	0	0.52
	$\Delta m\%$	1.8	-3.6	22.2	50	100	-6.1
EM2	$m_i$	0.49	0.47	0.48	0.48	0.49	0.46
	$m_f$	0.49	0.49	0.49	0.48	0.42	0.49
	$\Delta m\%$	0	-4.2	-2	0	14.2	-6.5
EB1	$m_i$	0.56	0.62	0.61	0.61	0.65	0.54
	$m_f$	0.56	0.64	0.52	0.29	0.08	0.57
	$\Delta m\%$	0	-3.2	14.7	52.4	87.7	-5.5
EB2	$m_i$	0.46	0.52	0.58	0.55	0.5	0.54
	$m_f$	0.42	0.54	0.48	0.19	0	0.57
	$\Delta m\%$	8.7	-3.8	17.2	65.4	100	-5.5



## تصريح شرفي

### خاص بالالتزام بقواعد النزاهة العلمية لإنجاز بحث

(ملحق القرار 1082 المؤرخ في 2021/12/27)

أنا الممضي أسفله،

السيدة(ة): .....  
.....

الصفة: طالب سنة ثانية ماستر كيمياء  
تخصص: كيمياء الجزيئية

الحامل(ة) لبطاقة التعريف الوطنية رقم: 208070601  
الصادرة بتاريخ: 2022/06/28

المسجل بكلية: العلوم الدقيقة و علوم الطبيعة و قسم: علوم المادة  
المكلف بإنجاز أعمال بحث: مذكرة ماستر في الكيمياء

عنوانها: Elaboration des tuides à base des biomatériaux cellulésiques

أصرح بشرفي أنني ألتزم بمراعاة المعايير العلمية والمنهجية ومعايير الأخلاقيات المهنية والنزاهة الأكاديمية المطلوبة في إنجاز البحث المذكور أعلاه وفق ما ينص عليه القرار رقم 1082 المؤرخ في 2021/12/27 المحدد للقواعد المتعلقة بالوقاية من السرقة العلمية ومكافحتها.

التاريخ: 2024/05/30

إمضاء المعني بالأمر