

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE 20 AOÛT 1955 SKIKDA

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DÉPARTEMENT DE GÉNIE DES PROCÉDÉS



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des Polymères

*DÉVELOPPEMENT DE NOUVEAUX COMPOSITES
HYBRIDES RENFORCÉS PAR DES FIBRES DE BOIS ET
DE SON DE BLÉ*

Soutenu le 03/07/2023

Réalisé par :

M^{lle}. AYACHI Wiam Djamila

M^{me}. NAKOUB Ismahane

M^r. BOUCHALA Yasser

Encadré par :

Dr. DAIRI Badrina

Dr. BELLILI Nadira

Année Universitaire 2022- 2023

Remerciements

En témoignage de nos reconnaissances, estime et de nos respects.

En ce solo du jour qui clôt le cycle de nos études.

Nous tenons à remercier Dieu le tout puissant de nous avoir aidé À mener ce travail et à le concrétiser.

Mes sincères remerciements vont particulièrement à notre Encadrante Dr. DAIRI Badrina, pour ses conseils valeureux, orientations et sa disponibilité le long de l'élaboration de ce travail, ainsi que pour les nombreuses discussions scientifiques que nous avons eues ensemble et qui ont permis d'avoir un travail organisé.

Je remercie également Dr. BELLILI Nadira pour son encouragement et son aide qui m'ont été très précieuses.

Nous tenons à remercier Dr. BELHAOUES Abderrahmane pour leur soutien et leur encouragement.

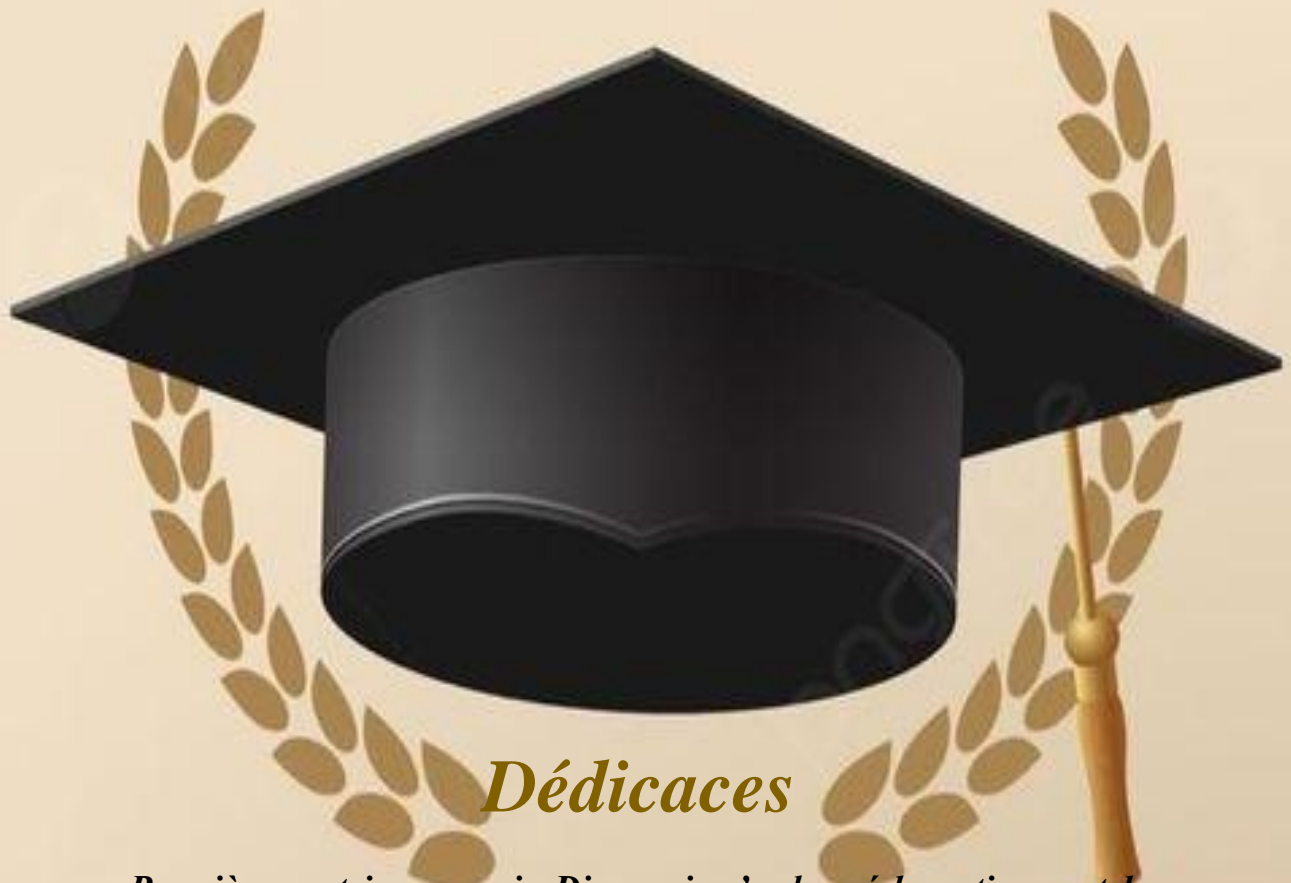
Et toute ma gratitude aux membres du jury d'avoir accepté d'évaluer notre travail.

Grand merci aux membres du laboratoire pour les efforts qu'il a fournis et son aide.

Nous remercions vivement tous les enseignants de Faculté de Technologie qui nous ont encadrés durant notre cycle de formation.

À tous ceux, qui ont contribué de près ou de loin pour leurs informations et conseils judicieux, de nous avoir accordé leurs précieux temps à l'élaboration du présent mémoire.

Enfin, nous remercions tout spécialement nos parents. Leur amour et Leur foi nous ont accompagnés tout au long de notre travail.



Dédicaces

Premièrement je remercie Dieu qui m'a donné la patience et le courage pour accomplir ce modeste travail.

Et les plus chères personnes dans ma vie :

A ma chère Mère FATIHA, la source de tendresse et d'amour qui était la personne essentielle qui a créé l'entourage approprié dans lequel j'ai pu réaliser ce travail.

Pour toi, cher père RACHID, le symbole de bonté et de persévérance pour ton soutien moral et physique, pour ta sagesse et tes longues années de combativité.

A mon cher oncle Aziz : Mon conseiller et ami fidèle qui m'a assisté dans les moments difficiles et m'a pris doucement par la main pour traverser ensemble des épreuves pénibles.

A mes chers frères : Housseem, Hani

A mes adorables sœurs : Imene, Rima

A mes nièces : Miral, Anfel et Jana

A mes chères cousines et cousins.

A mes ami(e)s : Youmna, Kenza, Ismahane, Sarah, Chourouk, Meriem, chaima, Amani, Soheïb, Seif, Chakib, Iheb, Tayeb.

Et Tous mes collègues. A ceux de la promotion Génie des Procédés avec qui j'ai passée des bons moments.

Tous ceux qui m'ont beaucoup aidé.

Si les jours nous séparent, les souvenirs nous rassemblent...

AYACHI Wiam



Dédicaces

Je tiens à remercier Allah le tout puissant d'avoir éclairé et facilité le chemin de toutes mes réussites.

Je dédie ce travail

A mes chers parents

Pour leur patience, leur amour, leur soutien et leur encouragement

A ma sœur «Samiha»

A mes frères «Badr Eddine et Saber»

A mon mari «Hani»

A mes meilleurs amies Amel, Houda, Hassna, Maissa, Samia, Khadidja, Roumayssa, Wiam, Meriem, Chaima, Manel, Taib, Aicha, Yasser.

A tous mes collègues et mes amis chacun par son nom.

A tous ceux que j'aime et tous ceux qui m'aiment,

NAKOUB Ismahane



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à ceux qui me sont chers :

A ma mère qui a éclairé mon chemin par son amour, sa générosité, ses sacrifices et ses peines pour que je réussisse. Elle a été une mère parfaite, je pense à elle souvent. Que Dieu la garde dans son vaste Paradis.

Mon père qui m'a toujours encouragée, par ses conseils avisés, pour aller le plus loin possible dans mes études. Que Dieu lui donne santé et longue vie.

Mes deux frères Seyfeddine et Marouane, je leur souhaite beaucoup de réussite, Houssam eddine Chelli mon ami que dieu accorde la paix a son âme.

A toute la famille BOUCHALA et LEMASSEL.

A Wiam et Ismahane mes collègues de ce travail que je les souhaite le bon courage, et une belle vie.

BOUCHALA Yasser

Abréviation et les symboles	Signification
GD	Grande Diffusion.
HP	Hautes Performances.
PVC	Poly Chlorure de Vinyle.
PP	Poly Propylène.
PS	Poly Styrène
PC	Poly Carbonate.
Tf(C°)	Température de fusion
(C°)	Degré celsius
ρ	Densité
<i>E</i>	Module d'Young (MPa).
<i>MPa</i>	Méga Pascal.
<i>TD</i>	Thermo Plastiques.
<i>PE – BD</i>	Polyéthylène Basse Densité.
<i>PE – BDL</i>	Polyéthylène à Basse Densité Linéaire.
<i>PE – HD</i>	Polyéthylène Haute Densité.
<i>PE – UHPM</i>	Polyéthylène à Masse Molaire élevée.
<i>PE – R</i>	Polyéthylène Réticulé.
<i>PE – RHD</i>	Polyéthylène Réticulé à Haute Densité.

PE-MD	Polyéthylène à Moyenne Densité.
PE-TBD	Polyéthylène à Très Basse Densité.
T_g(C°)	Température de transition vitreuse.
UV	Ultra-Violet
D	Distance initiale entre les mors.
L	distance entre les repères.
C₆H₁₂O₆	Glucose
PPMA	Polypropylène malaté
FPS	Fibres de palmier à sucre
MEB	Microscopie électronique à balayage
PCL	Polycaprolactone
NR	Caoutchouc naturel (Natural rubber)
ATG	Analyse thermogravimétrique
PLA	D'acide polylactique
OMF	La farine de mésocarpe de palmier à huile
RWF	Bois d'hévéa
PPR	Polypropylène recyclé
µm	Micromètre
(TMM)	Taux de matière minérale
(TMC)	Taux de matière cellulosique

(TH)	Taux d'humidité
MFI	Melt Flow Index
FB	Farine de Bois
SB	Son de Blé
MFA	Microscopie à Force Atomique

Chapitre I

Chapitre I

- Figure I.1** : Le marché mondial des composites par grandes régions du monde en 2019 (**Page 5**).
- Figure I.2** : Schéma simplifié d'un matériau composite (**Page 6**).
- Figure I.3** : Organigramme des différents composites renforcés (**Page 7**).
- Figure I.4** : Classification des matériaux composites (**Page 9**).
- Figure I.5** : Constituants d'un matériau composite (**Page 10**).
- Figure I.6** : Types de Matrices (**Page 11**).
- Figure I.7** : Types des résines thermoplastiques. (**Page 13**).
- Figure I.8** : Sphérolite (**Page 15**).
- Figure I.9** : Les différents types de renfort de base (**Page 19**).
- Figure I.10** : Classification des fibres naturelles (**Page 20**).
- Figure I.11** : Quelques plantes, origine des fibres utilisées comme renfort dans les matrices polymères (**Page 21**).
- Figure I.12** : Représentation schématique d'une fibre de bois (**Page 22**).
- Figure I.13** : Structure moléculaire de la cellulose (**Page 22**).
- Figure I.14** : Pont hydrogènes intramoléculaire et intermoléculaire entre deux macromolécules adjacentes de cellulose (**Page 23**).
- Figure I.15** : Structure chimique partielle de deux hémicelluloses : (A) O-acétyl-4-Ométhylglucuronoxylane de feuillus et (B) Arabino-4-O-méthylglucuronoxylane de résineux (**Page 23**).
- Figure I.16** : Motifs élémentaires de lignine (**Page 24**).
- Figure I.17** : Exemple générique de la macromoléculaire lignine (**Page 24**).
- Figure I.18** : Structure du bois (observations multi échelles) (**Page 25**).

Figure I.19 : Modèle de description de la structure d'une fibre végétale (**Page 25**).

Figure I.20 : Coupe transversale d'un tronc d'arbre (**Page 28**).

Figure I.21 : Croquis d'un plant de blé (**Page 30**).

Figure I.22 : Structure anatomique du son de blé (**Page 31**).

Chapitre III

Chapitre III

Figure III.1 : Photo représentatif du PEHD 5502 sous forme d'une poudre (**Page 58**).

Figure III.2 : Photo représentatif du Farine de bois (**Page 59**).

Figure III.3 : Photo représentatif du Son de blé (**Page 59**).

Figure III.4 : Tamiseuse d'analyse de type AS200 basic (**Page 60**).

Figure III.5 : Procédés de malaxage (**Page 61**).

Figure III.6 : Les films obtenus après le malaxage (**Page 62**).

Figure III.7 : Eminçage des feuilles (**Page 62**).

Figure III.8 : Presse hydraulique (**Page 63**).

Figure III.9 : Courbes typiques d'essais de traction pour différents matériaux (**Page 64**).

Figure III.10 : Vue d'ensemble de la machine de traction TesT GmbH (**Page 65**).

Figure III.11 : Appareillage de mesure de la dureté Shore D (**Page 66**).

Figure III.12 : Appareillage et Agencement expérimental pour le calcul de la résilience IZOD (**Page 66**).

Figure III.13 : Eprouvette avant le test (**Page 67**).

Figure III.14 : Eprouvette après le test (**Page 67**).

Figure III.15 : L'appareillage de microscope optique (**Page 69**).

Chapitre IV

Chapitre IV

Figure IV.1 : Evolution de l'Indice de fluidité de différents composites élaborés, PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé (**Page 72**).

Figure IV.2 : Evolution de la densité de différents composites élaborés PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois et PEHD/Son de blé/Farine de bois (**Page 73**).

Figure IV.3 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois et PEHD/Son de blé/Farine de bois en fonction du temps (**Page 74**).

Figure IV.4 : Evolution de la résilience de différents composites élaborés PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé (**Page 75**).

Figure IV.5 : Evolution de la dureté Shore D de différents composites élaborés PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé (**Page 76**).

Figure IV.6 : Evolution de la contrainte à la rupture de différentes formulations PEHD, PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé (**Page 77**).

Figure IV.7 : Evolution du module d'Young des différents composites PEHD, PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé (**Page 78**).

Figure IV.8 : Evolution de l'allongement à la rupture des différentes formulations PEHD, PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé (**Page 79**).

Figure IV.9 : Micrographie en microscopie optique de la surface PEHD Vierge (**Page 80**).

Figure IV.10 : Micrographie en microscopie optique des surfaces des composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé (**Page 81**).

Liste des tableaux

Chapitre I

Chapitre I

Tableau I.1 : Différents types de composites (**Page 8**).

Tableau I.2 : Les caractéristiques souhaitées de la matrice et ses facteurs de sélection (**Page 12**).

Tableau I.3 : Caractéristiques des résines thermodurcissables (**Page 13**).

Tableau I.4 : Principales différences entre matrices **TP** et **TD** (**Page 14**).

Tableau I.6 : Les principaux avantages et inconvénients (**Page 18**).

Tableau I.7 : Composition chimique de quelques fibres végétales (**Page 26**).

Tableau I.8 : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts de matériaux composites (**Page 27**).

Tableau 1.9 : Composition chimique des résineux et feuillus (**Page 29**).

Tableau I.10 : Composition chimique des sons de blé (**Page 32**).

Chapitre III

Chapitre III

Tableau III.1 : Principales caractéristiques du PEHD 5502 (**Page 58**).

Tableau III.2 : Les compositions massiques des différentes formulations (**Page 61**).

Chapitre IV

Chapitre IV

Tableau IV.1 : Caractéristiques physico-chimiques de la farine de bois (**Page 6**).

Introduction générale	1
Références bibliographiques	3

Chapitre I Matériaux composites

I. Introduction.....	4
I.1. Le marché des matériaux composites.....	4
I.2. Présentations des matériaux composites.....	6
I.2.1. Définition	6
I.2.2. Classification des matériaux composites	7
I.2.2.1. Classement suivant la nature des constituants	7
I.2.2.2. Classement suivant la forme des constituants	8
I.3. Composants des matériaux composites	10
I.3.1. La matrice	10
I.3.1.1. Le rôle de matrice	11
I.3.1.2. Propriétés de la matrice et comment la choisir	11
I.3.1.3. Les divers types de la résine	12
I.4. Le polyéthylène (PE).....	14
I.4.1. Polyéthylène à haut densité (PEHD).....	16
I.4.2. Histoire et développement	16
I.4.3. Propriétés de polyéthylène haut densité.....	17
I.4.4. Avantages et inconvénients du PEHD	18
I.4.5. Domaines d'application du PEHD	18
I.5. Le renfort	19
I.5.1. Présentation de fibres naturelles.....	20
I.5.2. Généralité sur les fibres lignocellulosiques	21

I.5.2.1. La composition chimique des fibres lignocellulosiques	21
I.5.2.2. Structure de la fibre végétale	24
I.5.2.3. Propriétés physico-chimiques et mécaniques de la fibre végétale	26
I.5.2.4. Intérêt de l'utilisation des fibres naturelles	26
I.6. Etat de l'art sur les fibres de l'étude	27
I.6.1. Généralités sur le matériau bois	27
I.6.1.1. Les principaux constituants du bois	29
I.6.2. Généralités sur le matériau son de blé	30
I.6.2.1. Structure macroscopique et microscopique des sons de blé	31
I.6.2.2. Composition chimique des sons de blé	32
I.7. Les facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites	33
I.7.1. La dispersion et l'orientation de la fibre	33
I.7.2. Influence de la nature et la quantité des constituants	33
I.7.3. L'effet de l'humidité	33
I.7.4. Influence de la morphologie des fibres	34
I.7.5. Adhésion des composites à base de fibre végétales et d'une matrice thermoplastique	34
I.7.5.1. Méthodes de modification physique	34
I.7.5.2. Méthodes de modification chimique	35
Références bibliographiques	36

Chapitre II Rappels bibliographiques

Rappels bibliographiques	43
Références bibliographiques.....	54

Chapitre III Matériaux utilisés et techniques expérimentales

III.1. Présentation des matériaux utilisés	58
III.1.1. Polyéthylène haute densité (PEHD)	58
III.1.2. Farine du bois	59
III.1.3. Son de blé	59
III.2. Techniques expérimentales	60
III.2.1. Préparation des charges de Farine de bois et Son de blé	60
III.2.2. Préparation des composites (PEHD/Farine de bois/Son de blé)	60
III.2.2.1. Le calandrage	61
III.2.2.2. Moulage par compression :	62
III.3. Techniques de caractérisation des matériaux élaborés	63
III.3.1. Essais mécaniques	63
III.3.1.1. Essai de traction	63
III.3.1.2. Dureté Shore D	65
III.3.1.3. Essai de choc Izod	66
III.3.2. Eude des propriétés rhéologiques	67
III.3.2.1. Mesure de l'indice de fluidité	67
III.3.3. Eude des propriétés physiques	67
III.3.3.1. Test d'absorption d'eau	67
III.3.3.2. Détermination de la densité	68
III.3.4. Caractérisation morphologique par microscopie optique	68
Références bibliographiques	70

Chapitre IV Résultats et Discussions

IV.1. Caractérisation de la farine de bois	71
IV.1.1. Caractérisation physico-chimique de la farine de bois	71
IV.2. Caractérisation des matériaux composites élaborés	71
IV.2.1. Caractérisation rhéologique.....	71
IV.2.1.1. Mesure de l'indice de fluidité (Melt Flow Index : MFI).....	71
IV.2.2. Caractérisations physiques	72
IV.2.2.1. La densité	72
IV.2.2.2. Test d'absorption d'eau	73
IV.2.3. Caractérisation mécanique	75
IV.2.3.1. Résistance au choc IZOD	75
IV.2.3.2. Test de la dureté Shore D	76
IV.2.3.3. Essai de traction	77
IV.2.4. Caractérisation de l'état de dispersion de farine de bois, farine de son de blé et farine de bois-son de blé dans la matrice polyéthylène haute densité	80
IV.2.4.1. Analyse de la morphologie par microscopie optique	80
Références bibliographiques	82
Conclusion générale	83



Introduction générale



De nos jours, les besoins grandissants en matériaux plus performants ont contraint l'homme à associer deux ou trois composants différents pour l'élaboration de nouveaux produits à propriétés améliorées. En effet, la combinaison des constituants aux caractéristiques complémentaires, engendrent des propriétés attrayantes et indispensables dans certaines applications. Les matériaux, obtenus de cette manière sont appelés « composites ». Ils constituent actuellement un domaine privilégié de la recherche scientifique [1,2].

Les avantages les plus importants des polymères sont la facilité de mise en œuvre, la productivité et la réduction des coûts. Pour de nombreuses applications, les propriétés des polymères sont modifiées en utilisant des renforts et des charges [3].

L'utilisation des ressources naturelles dans les matériaux composites devient de plus en plus fréquente, pour cela des études sont consacrées à la valorisation des matériaux lignocellulosique issue du bois et des fibres naturelles en tant que charge dans des matrices plastiques [4].

De ce fait, une attention considérable dans la communauté de chercheurs est portée sur l'utilisation des fibres naturelles comme renfort dans la conception des matériaux composites permettant d'associer un matériau résistant, léger, non abrasif, structuré et à faible coût. Cependant, malgré tous ces avantages les fibres naturelles soulèvent un désagrément majeur lorsqu'on les associe avec les matières plastiques en particulier les polyoléfinés (telle que : polypropylène, polyéthylène, polystyrène...). En effet, la matière ligneuse possède une forte affinité avec l'eau (caractère hydrophile fort) ce qui crée une incompatibilité d'interface entre les matériaux lignocellulosiques et les thermoplastiques à caractère fortement hydrophobe. Cette incompatibilité interfaciale affecte la synergie entre les différents constituants du composite tout en sachant que l'interface est le lieu privilégié du transfert des contraintes entre le renfort et la matrice. A la base de cet inconvénient que beaucoup de travaux de recherche ont été menés pour tenter d'abaisser la tension superficielle entre les fibres végétales et les thermoplastiques [5].

L'incorporation de matériaux celluloseux dans la matrice de polyéthylène haute densité affecte un grand nombre de propriétés. Cependant, il s'est avéré que la qualité de l'adhésion seule, ne prédomine pas les propriétés des composites mais d'autres facteurs rentrent également en jeu. Ces derniers sont aussi bien affectés par la fraction, la nature ou la taille de la charge incorporée [6].

C'est dans ce contexte que rentre ce présent travail qui consiste à étudier l'effet de l'ajout de la farine de bois et la farine de son de blé sur les propriétés, rhéologiques, mécaniques, physiques et morphologique des composites PEHD/Farine e bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé.

A ce titre, les étapes principales de ce travail et par ordre chronologique consistent à :

- La préparation des charges (Broyage, tamisage).
- La préparation des composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé.
- Caractérisation des composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé.
 - ✓ Caractérisation rhéologique (Indice de fluidité) ;
 - ✓ Caractérisation physique (Absorption de l'eau, densité) ;
 - ✓ Caractérisation mécanique (Choc, dureté et traction) ;
 - ✓ Caractérisation morphologique (microscopie optique).

Le premier chapitre qui concerne la partie bibliographique, abordera toutes les notions théoriques de base, en relation avec le travail réalisé.

Le deuxième chapitre résume quelques rappels bibliographiques sur les travaux relatifs aux composites polymère/charge lignocellulosique.

Le troisième chapitre constitue la partie expérimentale qui présente les matériaux utilisés, la préparation des formulations et les différentes techniques utilisées pour caractériser les composites.

Le quatrième chapitre est consacré à l'illustration de tous les résultats trouvés accompagnée des discussions appropriés.

Enfin, une conclusion générale permet de résumer les résultats des travaux présentés et d'ouvrir de nouvelles perspectives de développement.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] S. Nekkaa, M. Guessoum, N. Haddaoui, « Water Absorption Behavior and Impact Properties of Spartium Junceum Fiber Composites », *International Journal*, vol. 58, pp. 468-481, (2009).
- [2] Hyun Kim, Jagannath Biswas, Soonja Choe, « Effects of stearic acid coating on zeolite in LDPE, LLDPE, and HDPE composites », *South Korea Polymer*, vol. 47, pp. 3981- 3992, (2006).
- [3] Z. TOUATI, « étude d'un matériau composite à base de polypropylène renforcé par des fibres d'alfa ». Mémoire de magister. Boumerdes: université M'Hamed Bougara- Boumerdes, (2014).
- [4] JEBRANE, M. « Fonctionnalisation chimique du Bois par transesterification des ester d'enol ». Thèse de doctorat. BORDEAUX 1 : Ecole Doctorale des Sciences Chimique, (2009).
- [5] Salem Krim, « Etude et caractérisation des matériaux composites à base de polypropylène chargé avec la farine de grignon d'olive », Mémoire de Magister en Génie des Polymères, Université Abderrahmane Mira Béjaïa, (2009).
- [6] D. N. Saheb, J. P. Jog, « Natural fiber polymer composites : a review », *Advances in Polymer Technology*, 18, 351–363, (1999).



Chapitre I

Matériaux composites



I. Introduction

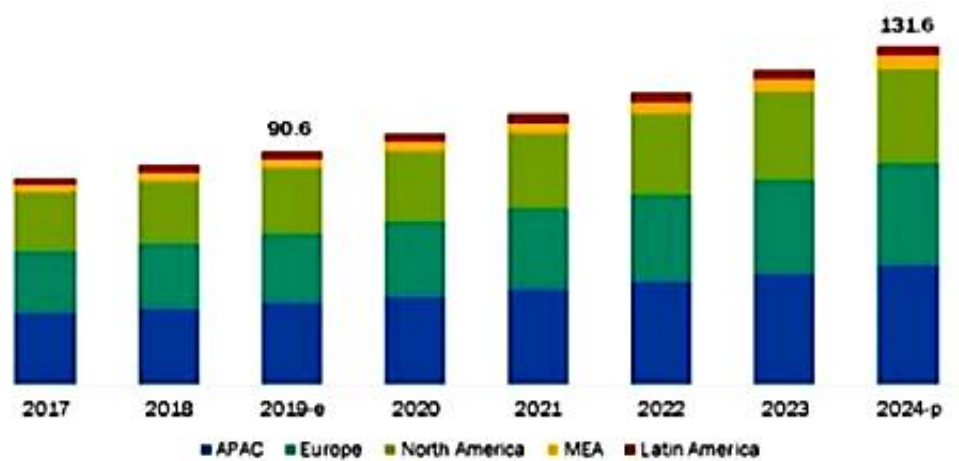
Les matériaux polymères renforcés par des fibres synthétiques, comme les fibres de verre sont très utilisés dans divers domaines d'application, comme ceux de l'automobile, de la construction, de l'aéronautique et des sports grâce à leur faible coût, leur facilité de production et leurs propriétés mécaniques spécifiques importantes. Cependant, le problème rencontré lors de l'utilisation de ces matériaux vient de leurs impacts négatifs pour l'homme et pour l'environnement. Pour cela l'utilisation des ressources renouvelables dans les matériaux composites devient de plus en plus fréquente de nos jours. Les marchés sont de plus en plus axés vers une demande en produits plus respectueux de l'environnement. L'utilisation de fibres végétales dans l'élaboration des composites présentes de nombreux atouts tels que les impacts environnementaux faibles et les bonnes propriétés mécaniques spécifiques.

I.1. Le marché des matériaux composites

Le marché mondial des matériaux composites [1] est très fragmenté. Il est segmenté par type de matière première (fibre de verre, fibre de carbone, fibre naturelle, autres), par type de résine (composites thermodurcissables, composites thermoplastiques) [2], par procédé de fabrication (stratification, moulage et injection notamment) et par domaine d'application.

Les principaux secteurs industriels utilisateurs sont l'aéronautique, l'automobile, l'éolien, le bâtiment, et le maritime. Tous ces secteurs connaissent, depuis quelques années, une forte croissance liée à de nouvelles applications, de nouvelles réglementations environnementales et de nouveaux procédés de fabrication. Légers, résistants, demandant peu de maintenance, de grande flexibilité d'utilisation et de moins en moins chers, l'utilisation des matériaux composites a pénétré l'ensemble des activités industrielles. Dans les développements qui suivent nous allons présenter les grandes tendances d'évolution de ce marché (1). Nous illustrerons en particulier les caractéristiques du marché de la fibre de carbone (2) et de celui de l'aéronautique (3). Nous concluons par une rapide revue des principaux projets aéronautiques à même de développer la demande en aéro-composites (4).

Estimé à 90,6 milliards de dollars en 2019, **figure I.1** le marché mondial devrait, avec un taux de croissance annuel moyen de 7,7 %, atteindre plus de 131,6 milliards en 2024 [3].



Note: e= estimated; p= projected.

Figure I.1 : Le marché mondial des composites par grandes régions du monde en 2019[3].

Selon l'étude du JEC World Observer [3], les traits suivants marquent le marché en 2019 [4,5] :

- Une production de 17,7 mégatonnes, tout type de matériau, estimée à plus de 90 milliards de dollars ;
- En termes de pays et de zones géographiques, le marché est relativement concentré. La Chine (28 %) et l'Amérique du Nord (26 %) représentent à eux deux 54 % de la production suivies de l'Europe (21 %) et du reste de l'Asie (19 %). À l'horizon de 2024, ces rangs semblent se maintenir ;
- Les résines thermodurcissables sont les plus utilisées (61 %) devant les résines thermoplastiques (38 %) ;
- Les fibres de verre sont de loin les renforcements les plus utilisés (88 %) devant les fibres naturelles (11 %) et les fibres de carbone (1 %).
- Les principales industries utilisatrices sont, en volume, les transports (28 %) devant la construction (20 %), l'électronique et l'électrique (16 %) et les canalisations et réservoirs (15 %) [4,5].

Les utilisations industrielles dépendent fortement de la nature des produits fabriqués. Ainsi les composites à base de fibres de verre, sont principalement utilisés dans les secteurs de l'éolien, des canalisations, des infrastructures, de l'électricité et de l'électronique, ainsi que dans le secteur des loisirs maritimes. Les composites thermodurcissables sont quant à eux

majoritairement employés dans les secteurs des transports, de l'aérospatiale et de la défense, de l'énergie éolienne, la fabrication de bateaux, l'électricité et l'électronique [6,7].

I.2. Présentations des matériaux composites

I.2.1. Définition

Les matériaux composites sont généralement des matériaux solides, constitués à l'échelle microscopique par l'association de deux ou plusieurs matériaux aux caractéristiques complémentaires. Cette association leur confère, à l'échelle macroscopique, un ensemble de propriétés physiques, que chacun des constituants pris isolément ne possède pas. Ces propriétés sont liées aux propriétés des matériaux qui les constituent, à leur distribution géométrique et à leurs interactions mutuelles [8].

Un matériau composite consiste, dans le cas le plus général, d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. Dans le cas de plusieurs phases discontinues de natures différents, le composite est dit **hybride**. La phase discontinue est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue. La phase continue est appelée la matrice. La phase discontinue est appelée **le renfort** ou **matériau renforçant** [9].

Le renfort qui peut être des charges renforçant, mais le plus souvent sous forme fibreuse ou filamentaire, assure l'essentiel des propriétés mécaniques. La matrice joue le rôle de liant afin de protéger le renfort des agressions environnementales, de le maintenir dans sa position initiale et d'assurer la transmission des efforts. Entre le renfort et la matrice, existe une zone de liaison appelée **interface**. Un matériau composite est la plupart du temps hétérogène et anisotrope (dont les propriétés mécaniques dépendent de la direction) [9].

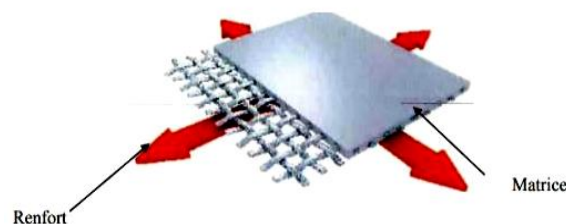


Figure I.2 : Schéma simplifié d'un matériau composite [9].

Les matériaux composites ne sont pas une nouveauté ; ils ont été utilisés dès l'antiquité par l'homme comme le bois et le béton sont alors des matériaux de la vie quotidienne [10].

On distingue deux classes de matériaux composites :

- **Composites de grande diffusion (GD)** : le taux volumique de la matrice est de l'ordre de 50 à 70%, peu onéreux, qui occupent une large part du marché.
- **Composites à hautes performances (HP)** : le taux volumique varie de 40 à 50%, généralement renforcés de fibres continues de carbone ou d'aramide, sont réservés à des secteurs de forte valeur ajoutée : aéronautique, médical, sports et loisirs [11].

I.2.2. Classification des matériaux composites

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites qu'on peut classer soit selon la forme des composants ou suivant la nature des composants [12].

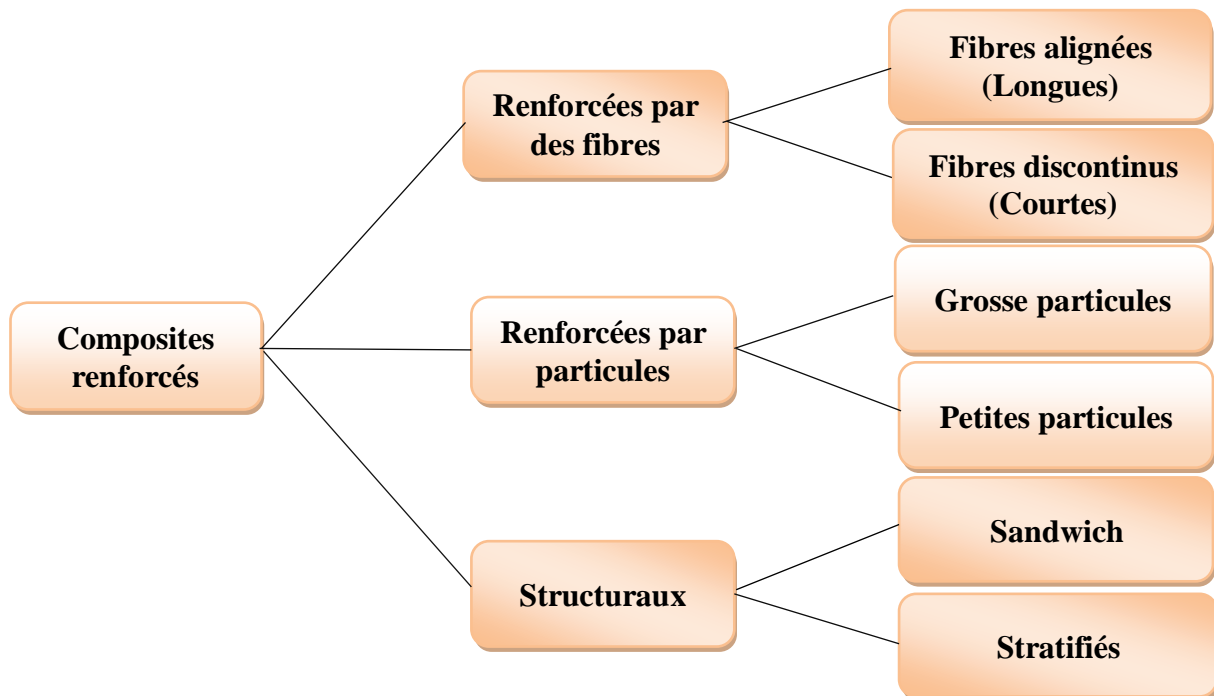


Figure I.3 : Organigramme des différents composites renforcés [12].

I.2.2.1. Classement suivant la nature des constituants

Il existe aujourd'hui un grand nombre de matériaux composites dont les principaux sont résumés dans le (Tableau I.1) suivant :

Tableau I.1 : Différents types de composites [13].

Type de composite	Constituants	Domaines d'application
1. Composites à matrice organique Papier, carton. Panneaux de particules Panneaux de fibres Toiles enduites Matériaux d'étanchéité Pneumatiques Stratifiés Plastiques renforcés	Résine/charges/fibres cellulosiques Résine/copeaux de bois Résine/fibres de bois Résines souples/tissus Elastomères/bitume/textiles Caoutchouc/toile/acier Résine/charges/fibres de verre, de carbone, etc. Résines/microsphères	Imprimerie, emballage, etc. Menuiserie Bâtiment Sports, bâtiment Toiture, terrasse, etc. Automobile Domaines multiples
2. Composites à matrice minérale Béton Composite carbone Carbone Composite céramique	Ciment/sable/granulats Carbone/fibres de carbone Céramique/fibres céramiques	Génie civil Aviation, espace, sports, biomédecine, etc. Pièces thermomécaniques
3. Composites à matrice métallique	Aluminium/fibres de bore Aluminium/fibres de carbone	Espace
4. Sandwiches Peaux Ames	Métaux, stratifiés, etc. Mousses, nids d'abeilles, balsa, plastiques renforcés, etc.	Domaines multiples

I.2.2.2. Classement suivant la forme des constituants

Une manière simple consiste à les classer par les formes des renforts (selon leurs morphologies) [14]. Les composites sont donc divisés en quatre catégories suivantes (**Figure I.4**) :

- **Composites à renforts de particules** : Le renfort est considéré comme une particule si toutes ses dimensions sont approximativement égales et petites devant les autres

dimensions du matériau. Les particules dures sont dispersées aléatoirement dans la matrice moins rigide.

- **Composites à renforts de paillettes** : Les paillettes ont une dimension très faible par rapport aux autres dimensions. La dispersion de ces « particules minces » est généralement aléatoire. Cependant, les paillettes peuvent être rangées parallèlement l'un à l'autre afin d'avoir des propriétés plus uniformes dans le plan.
- **Composites à renforts de fibres** : Une fibre a une longueur bien supérieure aux dimensions de la section transversale. Ce type de composites peut être divisé selon les renforts : en fibres discontinues (courtes) ou en fibres continues (longues).
- **Composites stratifiés** : Un stratifié se compose d'au moins deux couches minces de matériau. Les couches peuvent être constituées de différents matériaux monolithiques comme dans les métaux plaqués ou de même matériau composite empilé selon différentes orientations comme pour des stratifiés composites à renforts de fibres longues. Ce dernier devient une classe hybride du composite comportant à la fois le composite à renfort de fibres et la technique de stratification. Les matrices utilisées dans les matériaux composites se divisent en deux grandes familles : Les matrices organiques et les matrices inorganiques (minérales).

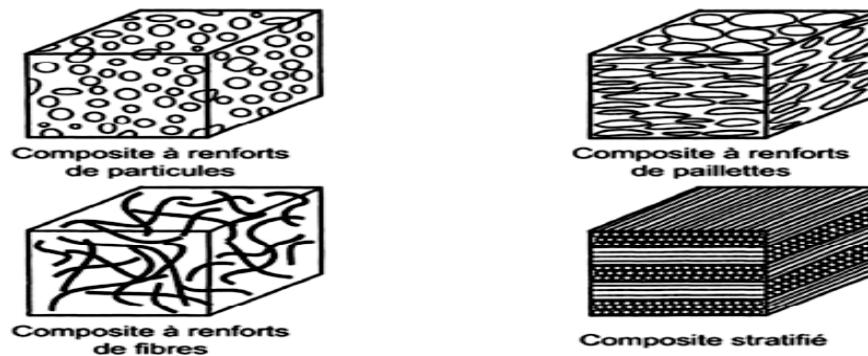


Figure I.4 : Classification des matériaux composites [14].

I.3. Composants des matériaux composites

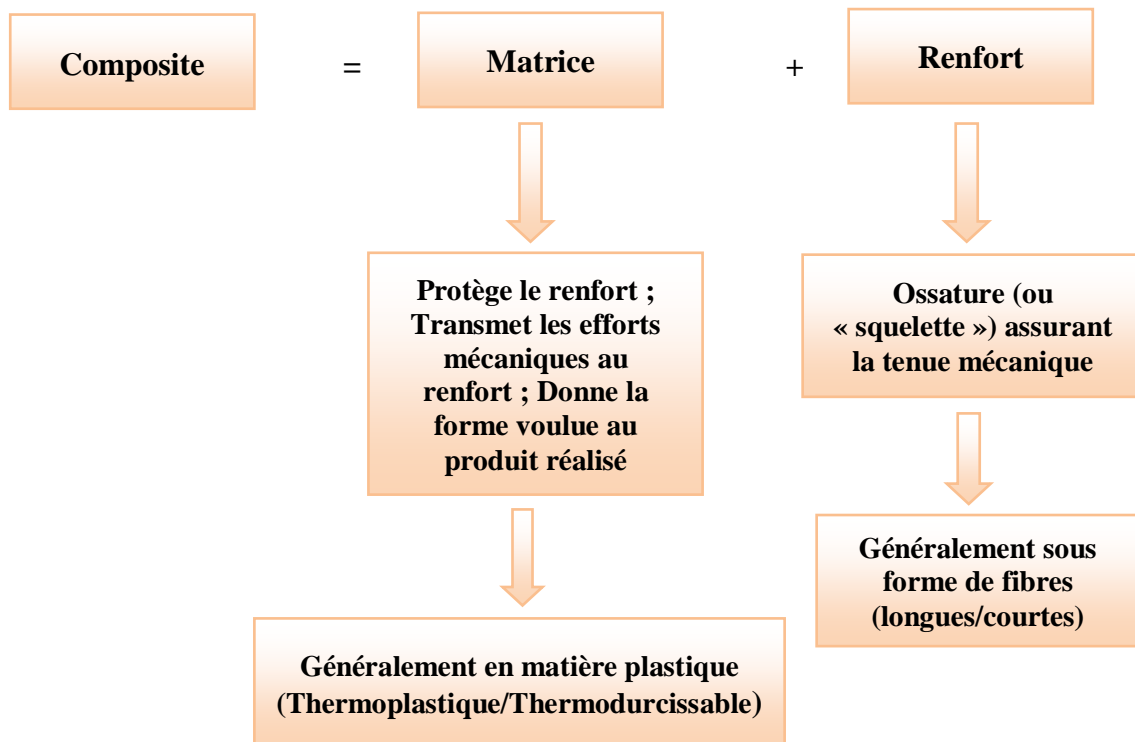


Figure I.5 : Constituants d'un matériau composite [15].

I.3.1. La matrice

La matrice est constituée de résine mélangée, pour améliorer ses caractéristiques, à une charge qui facilite aussi la mise en œuvre et diminue le coût de la production. Le mélange est considéré mécaniquement comme une phase homogène, et nous obtenons ainsi un matériau composite formé d'un renfort et d'une matrice. Le rôle de la matrice est d'assurer le lien entre les fibres et de transmettre les sollicitations. Elle assure la résistance du matériau dans le sens transverse du renfort, ainsi qu'une protection physico-chimique des fibres contre les agents nocifs de l'environnement. De plus elle conditionne directement la tenue thermique, et la résistance à la compression et au cisaillement inter-laminaire.

Les résines utilisées doivent être assez déformables et doivent présenter une bonne compatibilité avec les fibres. Elles doivent également avoir une masse volumique faible de manière à conserver au matériau composite des caractéristiques mécaniques spécifiques élevées. La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la (Figure I. 6) [15].

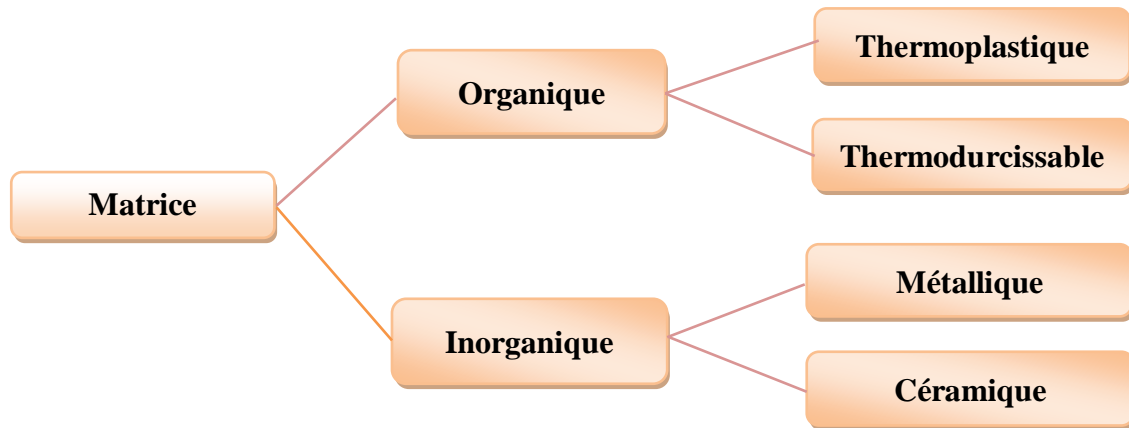


Figure I.6 : Types de Matrices [16].

I.3.1.1. Le rôle de matrice

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

La matrice combine les particules individuelles de renforcement, et les protège contre les agressions extérieures, améliore la résistance de la rupture d'un composant et donnent la forme du matériau, pour la matrice, est nécessite une bonne force de liaison avec le matériau de la phase de renforcement (c'est-à-dire une mouillabilité parfaite sans interaction chimique à l'interface de la matrice et du renforcement) [17].

I.3.1.2. Propriétés de la matrice et comment la choisir

Les besoins ou les propriétés souhaitées de la matrice sont importants pour une structure composite et sa sélectionner basé sur des plusieurs facteurs doivent être pris en compte. On peut illustrer ça dans le (Tableau I.2).

Tableau I.2 : Les caractéristiques souhaitées de la matrice et ses facteurs de sélection [18].

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

I.3.1.3. Les divers types de la résine

Deux grandes familles de résines polymères existent sont :

a) Les thermoplastiques :

Les résines thermoplastiques, dont la fabrication atteint de loin le plus gros tonnage du fait d'un faible coût, sont les polymères qui fondent en chauffant et retrouvent leur forme solide en refroidissant de façon réversible, cela les rend recyclables, solubles, et renouvelables un grand nombre de fois, Aussi bien non biodégradables et ont des propriétés mécaniques faibles. On peut citer quelques exemples de ces résines dans la **Figure (I.7)**.

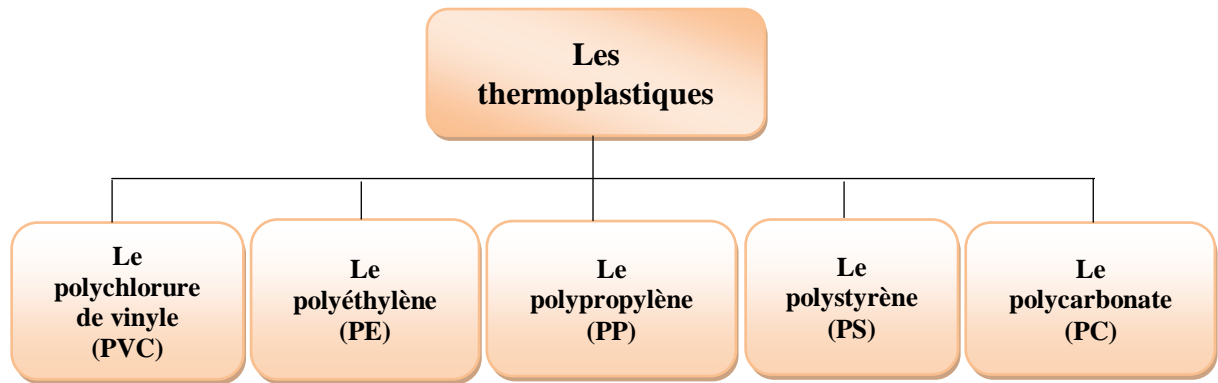


Figure I.7 : Types des résines thermoplastiques [19].

Les thermoplastiques ne conviennent généralement pas au renforcement des fibres en raison de leur viscosité élevée à l'état liquide, qui liée à l'état moléculaire. Cela les empêche de mouiller les fibres adéquatement (imprégnation), ainsi un bon composite ne peut pas être formé. En outre, la production de matériaux composites utilisant des thermoplastiques nécessite une pression et une température élevées [17].

b) Les thermodurcissables :

Ce sont les résines qui sont à l'état de base sous forme liquide de très faible viscosité contenant des monomères (molécules simples) qui se transforment en polymères (molécules complexes réticulées) lorsque la résine est durcie. Cette transformation est une réaction chimique unique, traitée à la température ambiante et conduit à un produit fini solide, rigide, infusible et ne fond pas en chauffant, mais finalement se désintégrer [20,21]. Ainsi les résines thermodurcissables possèdent des propriétés mécaniques et surtout thermomécaniques plus élevées que les résines thermoplastiques [21].

Les résines polyesters insaturées (polyesters condensés, dérivés allyliques, etc.), les résines de condensation (phénoliques, aminoplastes, uraniques, etc.) et les résines époxydes sont les principales résines thermodurcissables utilisées dans la mise en œuvre des matériaux composites [22]. Ces caractéristiques sont présentées dans le (Tableau I.3).

Tableau I.3 : Caractéristiques des résines thermodurcissables [19].

Résines	T_f (°C)	ρ (kg/cm ³)	ϵt (%)	δt (MPa)	δc (MPa)	E (GPa)
Polyesters	60 - 100	1140	2 - 5	50 - 85	90 - 200	2.8 - 3.6
Phénoliques	120	1200	2.5	40	250	3 - 5
Epoxydes	290	1100 1500	2 - 5	60 - 80	250	3 - 5

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

Une comparaison entre quelques caractéristiques des résines thermodurcissables TD et celles des résines thermoplastiques TP est présentée dans le (Tableau I.4) [22].

Tableau I.4 : Principales différences entre matrices TP et TD.

Matrice	TD	TP
Etat de base	Liquide visqueux a polymérise	Solide prêt à l'emploi
Stockage	Réduit	Limité
Mouillabilité des renforts	Aisée	Difficile
Moulage	Chauffage continue	Chauffage + refroidissement
Tenue au choc	Limitée	Assez bonne
Tenue thermique	Meilleure	Réduit (sauf nouveau TP)
Chutes des déchets	Perdus ou utilises en charge	Recyclages
Condition du travail	Emanation de solvant	Propriété
Cycle	Long (polymérisation)	Court

a) Résines en céramiques :

Les matériaux utilisés sont les carbures de silicium et de carbone. Ils sont utilisés pour la fabrication des pièces qui subissent des contraintes d'origine thermique et leur coût est très élevé [23].

b) Résines métalliques :

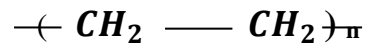
L'utilisation des matrices métalliques est encore actuellement en grande partie à un stade préindustriel. Plusieurs matériaux composites tels que ; l'Aluminium et ses alliages, Nickel, Titane, présentent une bonne conductibilité électrique et thermique, une bonne tenue à des températures élevées et de plus ils possèdent de bonnes caractéristiques mécaniques transverses. Leur fabrication conduit à des coûts très élevés [24].

I.4. Le polyéthylène (PE)

Le polyéthylène présente une importance majeure puisque sa production mondiale annuelle dépasse 10 millions de tonnes.

Le polyéthylène est un matériau thermoplastique de la famille de polyoléfines contenant uniquement des carbones hybridés de types sp^3 . Sa molécule se présente sous forme de chaînes contenant 1000 à 2000 monomères [25].

La formule chimique du polyéthylène est :



Polymère (Polyéthylène)

Partiellement cristallin, le polyéthylène contient deux phases :

- Une zone amorphe dans laquelle les chaînes sont disposées de manière désordonnée.
- Une zone cristalline dans laquelle les chaînes sont disposées de manière ordonnée ; formant ainsi des cristallites. Les chaînes dans les zones cristallines se regroupent sous forme de lamelles (fibrilles lamellaires) de quelques Angströms. Ces lamelles sont typiquement arrangées comme des sphérolites [26].

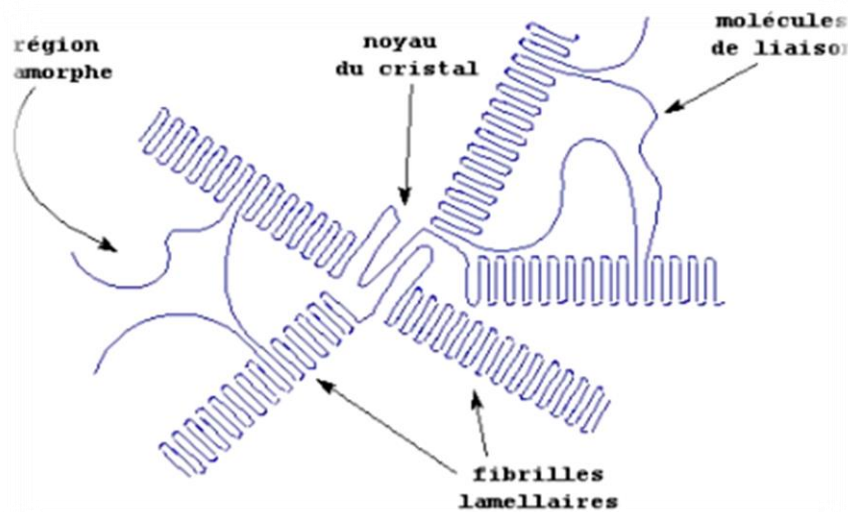


Figure I.8 : Sphérolite [26].

✓ Il existe différents types de polyéthylène :

Les polyéthylènes sont classés en fonction de leur densité qui dépend du nombre et de la longueur des ramifications présentes sur les chaînes moléculaires.

- **PE-BD** : polyéthylène basse densité.
- **PE-BDL** : polyéthylène à basse densité linéaire.

- **PE-HD** : polyéthylène haute densité.
- **PE-UHPM** : polyéthylène à masse molaire élevée.
- **PE-R** : polyéthylène réticulé.
- **PE-RHD** : polyéthylène réticulé à haute densité.
- **PE-MD** : polyéthylène à moyenne densité.
- **PE-TBD** : polyéthylène à très basse densité [27].

I.4.1. Polyéthylène à haut densité (PEHD)

Le Polyéthylène haute densité est un polymère thermoplastique de grande diffusion il se présente généralement sous forme de granulés cylindriques. A l'état pur ces granulés sont incolores. Sa structure chimique est : $-(\text{CH}_2 - \text{CH}_2)_n-$.

Il appartient à la famille des polyoléfines, ces derniers sont uniquement composés de carbone et d'hydrogène ; leur formule chimique est du type $(\text{CH}_2)_n$. Ces deux principales familles sont le **PEBD** (Polyéthylène à Basse Densité) et le **PEHD** (Polyéthylène à Haute Densité). La valeur de la masse volumique peut définir le type de polyéthylène :

- ✓ **PEBD** (LDPE en anglais) : $0,92 \text{ g/cm}^3 < < 0,94 \text{ g/cm}^3$.
- ✓ **PEHD** (HDPE en anglais) : $0,94 \text{ g/cm}^3 < < 0,97 \text{ g/cm}^3$.

I.4.2. Histoire et développement

Les essais réalisés sur le polyéthylène révélèrent d'excellentes propriétés diélectriques et de haute résistance. Concrètement, sa résistance à l'eau en fait un parfait isolant pour les câbles sous-marins. Pendant la deuxième guerre mondiale, la majeure partie du polyéthylène fut utilisée pour isoler les câbles dans les installations radar. Pendant les années 50, de nouvelles techniques ont été développées pour la production de polyéthylène avec différents catalyseurs, et conditions d'opération tel que des productions à basse pression, les systèmes développés furent :

- ❖ **Le procédé Standard** : Oïl (procédé Zletz), basé sur l'emploi d'un catalyseur à l'oxyde de molybdène.
- ❖ **Le procédé de Phillips** : utilise un catalyseur d'oxyde de chrome sur alumine de silice.
- ❖ **Le procédé Ziegler** : qui emploie un catalyseur de métal alkylo aluminium.

Le polyéthylène produit par les procédés précédemment cités, s'identifie comme polyéthylène linéaire ou polyéthylène à haute densité (**PEHD**). Comme son nom l'indique, le polyéthylène est essentiellement linéaire dans sa structure [28].

I.4.3. Propriétés de polyéthylène haut densité

➤ **Propriétés physiques :**

La différence entre le **PEHD** et le **PEBD** est le point de ramollissement, puisqu'il se situe au-dessus du point d'ébullition de l'eau pour l'un et au-dessous pour l'autre. Les articles fabriqués, avec le polyéthylène de haute densité, peuvent ainsi être stérilisés à la vapeur [29].

➤ **Propriétés chimiques :**

Le polyéthylène possède une très bonne stabilité chimique :

- Inattaquable par les acides (sauf les oxydants), par les solutions de sels ;
- Résistants aux solvants organiques au-dessus de 80°C ;
- Pratiquement insoluble, à des températures inférieures à 60 °C ;
- Sensible à la fissuration sous contrainte en présence de savon, alcools, détergents ;
- Il refroidi lentement et plus cristallin et moins perméable aux solvants [30].

➤ **Propriétés électriques :**

Le PE présente d'excellentes propriétés d'isolation électrique quelles que soient sa masse moléculaire et sa cristallinité. Sa faible permittivité relative et son faible facteur de dissipation diélectrique font de lui un matériau de choix en isolation électrique [29].

➤ **Propriétés thermiques :**

En l'absence de contrainte, le polyéthylène haut densité peut supporter une température de 110 à 120°C (stérilisation par exemple). Ce comportement est caractérisé par la température de ramollissement Vicat (1kg) ou par la température de fléchissement sous charge qui augmente avec le taux de cristallinité ou le niveau de réticulation [13].

➤ **Propriétés mécaniques :**

A 23°C, les matériaux semi-cristallins sont au-dessus de leur température de transition vitreuse (environ - 120°C) ; leur phase amorphe est caoutchouteuse, ce qui affecte leurs propriétés mécaniques [31].

I.4.4. Avantages et inconvénients du PEHD

Les principaux avantages et inconvénients du polyéthylène haut densité se présentent sur le tableau suivant :

Tableau I.5 : Les principaux avantages et inconvénients [32,33].

Les avantages	Les inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> - Mise en œuvre aisée - Excellentes propriétés d'isolation électrique - Résistance aux chocs - Grande inertie chimique - Qualité alimentaire - Perte de caractère perméable des PE que ce soit à l'eau, et aussi à l'air et aux hydrocarbures. 	<ul style="list-style-type: none"> - Sensibilité aux UV en présence d'oxygène - Sensibilité à la fissure sous contrainte - Mauvaise tenue à la chaleur - Collage important.

I.4.5. Domaines d'application du PEHD

Le **PEHD** doit répondre à plusieurs utilisations aux usages très variés on donne ici des exemples pour quelques applications [34] :

➤ **Films**

- La sacherie ;
- **L'industrie** : les emballages, films pour la construction ;
- **L'hygiène** : couches-bébés ;
- **L'agriculture** : serres, tunnels...

➤ **Objets moulés** : Dans le domaine des objets moulés, le polyéthylène haute densité s'est développé dans le secteur industriel : manutention, eaux, bouchonnage, et dans les applications techniques telles que le mobilier urbain.

➤ **Extrusion-soufflage** : Le domaine de l'extrusion-soufflage est réservé principalement au polyéthylène haute densité pour fabriquer des : bouteilles, flacons, bidon de lait, récipients pour lessive, détergents...

➤ **Tuyaux** : Dans l'application des tuyaux, le polyéthylène haut densité est employé pour la réalisation de tuyauteries de gaz, et pour les tuyaux sous pression, eau chaude, chauffage par le sol [31].

I.5. Le renfort

Les matériaux de renfort confèrent aux composites leurs caractéristiques mécaniques, rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc. Ces renforts permettent également d'améliorer certaines des propriétés physiques, comportement thermique, tenue en température, tenue de feu, résistance à l'abrasion, propriétés électriques, etc. les caractéristiques recherchées pour les renforts sont : des caractéristiques mécaniques élevées, une masse volumique faible, une bonne compatibilité avec les résines, une bonne facilitée de mise en œuvre, un faible coût, etc. La figure suivante représente différents types de renforts (**Figure I.9**).

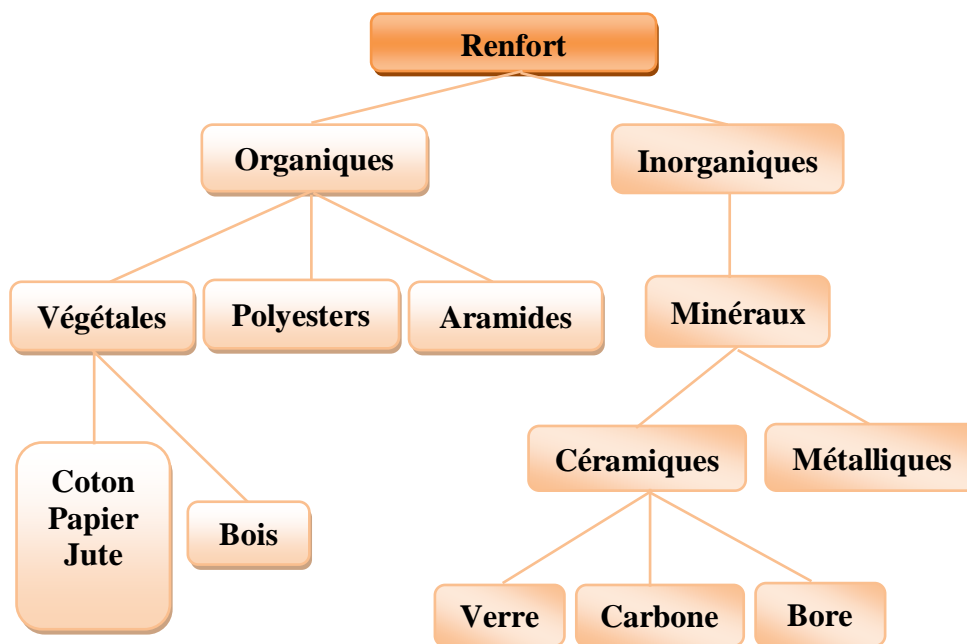


Figure I.9 : Les différents types de renfort de base [35].

➤ **Fibres de verre :**

Elles constituent le renfort essentiel des composites de grande diffusion. Elles sont obtenues à partir de sable (silice) et d'additifs (alumine, carbonate de chaux, magnésie, oxyde de bore) [36].

➤ **Fibres de bore :**

Elles peuvent être noyées sans difficulté dans des matrices métalliques et également organiques. Pourtant leur fabrication ne se fait pas facilement. Le bore est dur, fragile, rigide et ne peut pas être étiré. Par conséquent, la fabrication des fibres de bore se fait par dépôt en phase vapeur du bore sur un filament de tungstène. Les fibres de bore possèdent

des propriétés élevées en traction mais il faut également noter leurs bonnes propriétés en compression [24].

➤ **Fibres aramides :**

Les fibres aramides à caractéristiques mécaniques élevées sont généralement connues sous le nom de "KEVLAR", nom commerciale de la fibre. Les fibres aramides sont des fibres polyamides ou polyamides aromatiques [37].

➤ **Fibres céramiques :**

Les matériaux utilisés sont les carbures de silicium et de carbone. Ils sont utilisés pour la fabrication des pièces qui subissent des contraintes d'origine thermique et leur coût est très élevé [23].

I.5.1. Présentation de fibres naturelles :

Les fibres naturelles sont des substances filamenteuses issues de végétaux et d'animaux, susceptibles d'être filées pour fabriquer des fils et des cordes. Elles sont tissées, tricotées ou tressées pour confectionner des textiles indispensables à la société [38].

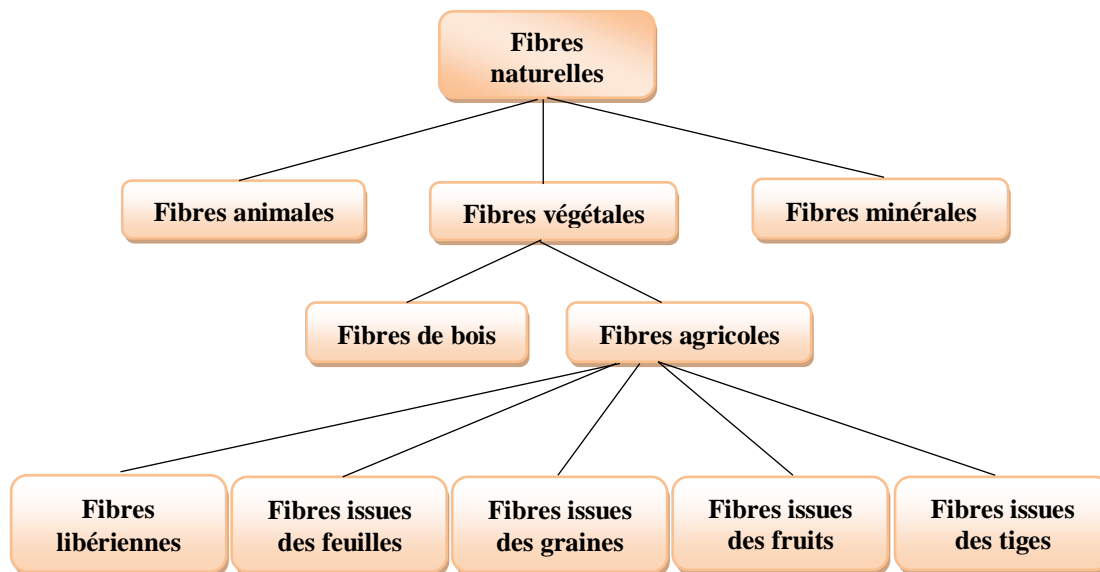


Figure I.10 : Classification des fibres naturelles [39,40].

Comme l'illustre-la (**Figure I.10**), les fibres naturelles peuvent être subdivisées en trois grands groupes selon leur origine :

- **Les fibres animales :** qui proviennent des poils (la toison animale) ou de sécrétions (la soie) ;
- **Les fibres minérales :** comme le basalte.

- **Fibres végétales :** Les fibres végétales proviennent de différentes sources ; elles sont issues de déchets de bois, de déchets de palmiers, de résidus agricoles et de différentes parties des plantes à fibre : de tiges (kana, jute, lin, ramie, etc.), de feuilles (sisal, abaca, paille de graminées, etc.), de fruits (noix de coco) et de graines (coton, kapok, etc.).

L'utilisation des fibres végétales comme renfort remonte à la période des briques renforcées par les pailles, Actuellement les fibres végétales sont en train de pénétrer le secteur industrielle pour fabriquer des composites plus performés et moins coûteux grâce aux avantages présentés par ces fibres naturelles par rapport aux fibres traditionnellement utilisées dans les composites, parmi ces avantages on trouve la faible densité, le faible coût, la capacité acoustique, la faible conductivité thermique, les bonnes propriétés mécaniques spécifiques et surtout la disponibilité et le renouvellement [41].

I.5.2. Généralité sur les fibres lignocellulosiques

Les fibres végétales dites encore fibres lignocellulosiques, sont des structures rigides micro fibrillaires [42,43]. Les fibres végétales sont réparties entre les fibres libériennes (extraites de tige, lin, jute, chanvre) les fibres de feuilles (alfa, sisal), de graines, de fruits, de bois, de la paille de céréales et d'autres fibres d'herbe (**Figure I.11**).

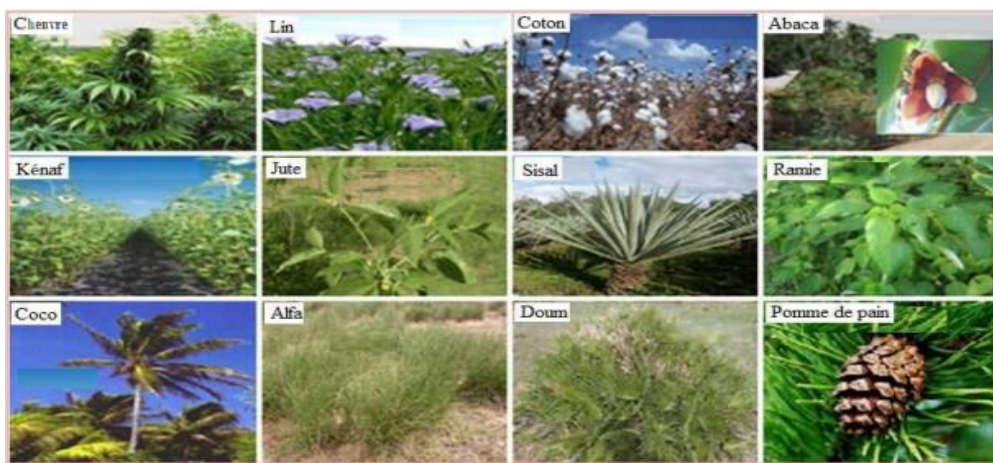


Figure I.11 : Quelques plantes, origine des fibres utilisées comme renfort dans les matrices polymères [44].

I.5.2.1. La composition chimique des fibres lignocellulosiques

La biomasse végétale est constituée de plusieurs macromolécules étroitement liées entre elles au sein de la paroi végétale.

Les composés les plus majoritaires des fibres végétales sont la cellulose, l'hémicellulose, les lignines et les pectines. Ces différents constituants sont agencés de manière très complexe.

Dans le bois, la cellulose est concentrée à l'intérieur de la fibre (**Figure I.12**). Les parois extérieures de la fibre sont composées principalement de lignines et d'hémicelluloses et les lamelles de jonction inter fibres sont composées presque uniquement de lignine. Un réseau supplémentaire de pectines (polymères de polysaccharides acides) augmente la complexité de la matrice. Le réseau polysaccharidique peut également être solidifié par un réseau secondaire de protéines HRGP (Hydroxyproline Rich Glyco Proteins).

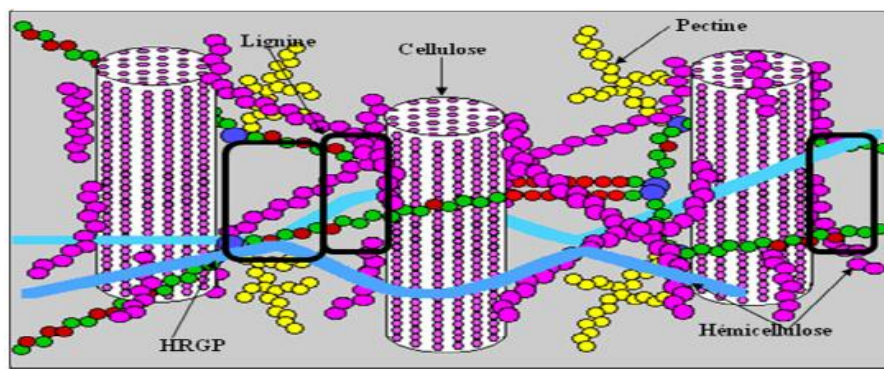


Figure I.12 : Représentation schématique d'une fibre de bois [45].

a) La cellulose :

La cellulose est un biopolymère linéaire de très haut degré de polymérisation supérieur à 1500, composé de millions de glucose $C_6H_{12}O_6$. Elle est constituée d'unités anhydroglucopyranose reliées par des liaisons β (1-4) glucosidiques. L'unité répétitive de la cellulose est le cellobiose (**Figure I.13**) [46,47].

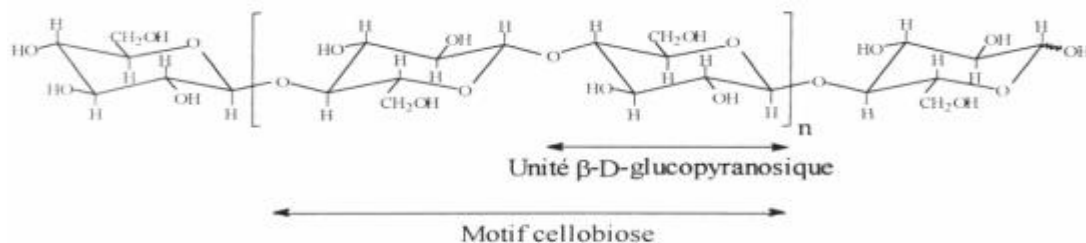


Figure I.13 : Structure moléculaire de la cellulose [48].

Bien que la structure chimique de la cellulose soit bien connue, sa structure à l'échelle tertiaire incluant sa structure cristalline et fibreuse, n'est pas complètement élucidée. Les macromolécules de la cellulose sont assemblées en microfibrilles dont l'enchevêtrement

constitue la fibre. La chaîne de cellulose n'est pas plane et elle offre des possibilités de liaisons d'une part, intra-chaînes entre maillons successifs et d'autre part, inter-chaînes tout au long du bio polymère. Elle se trouve dans les proportions de 40 à 42% chez les résineux et de 35 à 40% chez les feuillus [46].

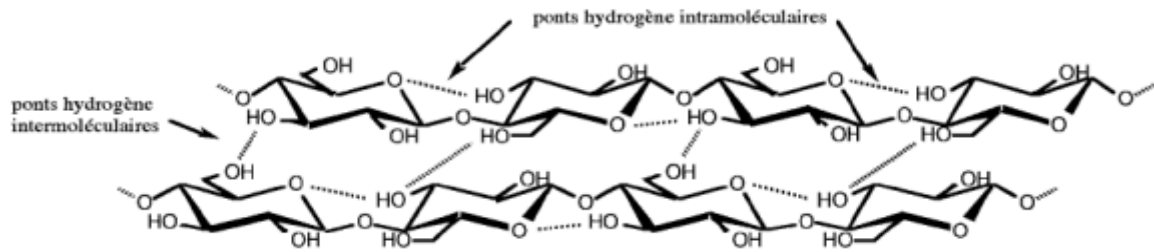


Figure I.14 : Pont hydrogène intramoléculaire et intermoléculaire entre deux macromolécules adjacentes de cellulose [49].

b) L'hémicellulose :

Les hémicelluloses sont des copolymères de pentoses hexoses, acides uroniques et désoxyes. Elles diffèrent de la cellulose par des chaînes moléculaires beaucoup plus courtes et des ramifications sur la chaîne principale composée d'un au plusieurs types d'unité [48].

Il existe une grande variété d'hémicelluloses comme les xylanes, les glucomannanes mais la classe la mieux étudiée correspond aux xyloglucanes. Ils sont constitués d'une chaîne de glucose β (1-4) et de courtes chaînes latérales de xylose, galactose et fructose, les hémicelluloses représentent 20 à 25% chez les résineux et 30 à 35% chez les feuillus [46].

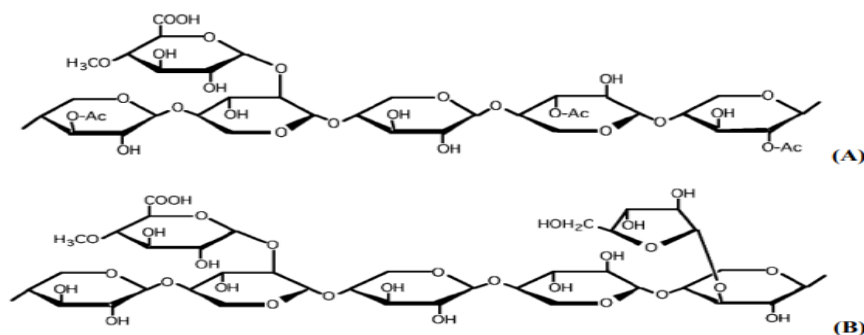


Figure I.15 : Structure chimique partielle de deux hémicelluloses : (A) O-acétyl-4-O-méthylglucuronoxylane de feuillus et (B) Arabino-4-O-méthylglucuronoxylane de résineux [49].

c) La lignine :

La lignine est un polymère tridimensionnel, aromatique, structuré à partir de 3 unités parahydroxyphényle, guaiacyle et syringyle (**Figure I.16**). C'est la fraction non saccharidique la plus abondante et la plus importante après la cellulose. Elle accroît les propriétés de résistance mécanique du bois. La lignine a originellement dans le bois une couleur blanche. Une fois extraite, sa couleur devient jaune pâle allant jusqu'au brun foncé. Elle constitue entre 26 à 32% de la masse sèche des bois résineux et entre 20 à 25% de la masse sèche des bois feuillus [46].

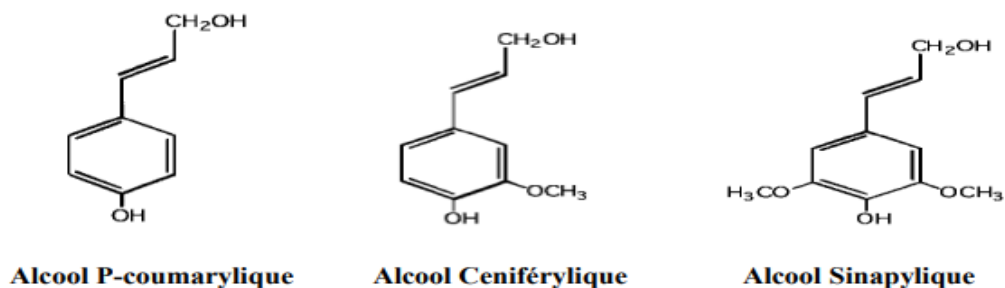


Figure I.16 : Motifs élémentaires de lignine [49].

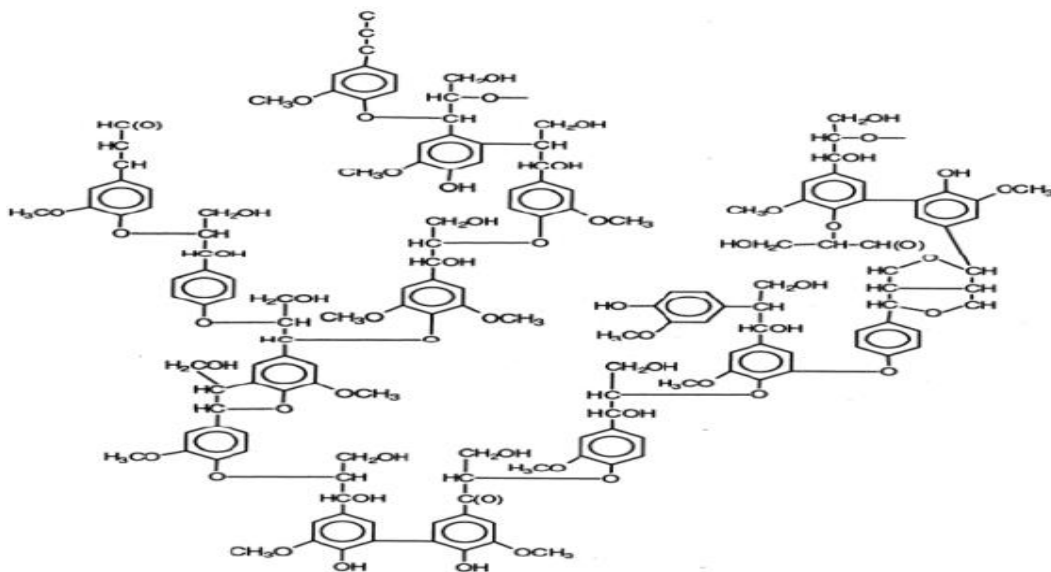


Figure I.17 : Exemple générique de la macromoléculaire lignine [50].

I.5.2.2. Structure de la fibre végétale

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de microfibrilles cellulosiques en partie cristalline. Ce dernier est enrobé d'une matrice polysaccharidique amorphe (hémicellulose et pectine) qui est associée par liaison hydrogène et covalentes à la lignine [51].

La fibre végétale est composée de plusieurs parois parallèles à l'axe de la fibre et disposée en couche superposée dans le sens radial. Ces différentes couches qui forment la lamelle mitoyenne, la paroi primaire et la paroi secondaire. Ces dernières bordent un lumen de diamètre variable suivant l'espèce. La paroi secondaire est composée de trois couches de microfibrilles (S1, S2, S3) (Figure I.18).

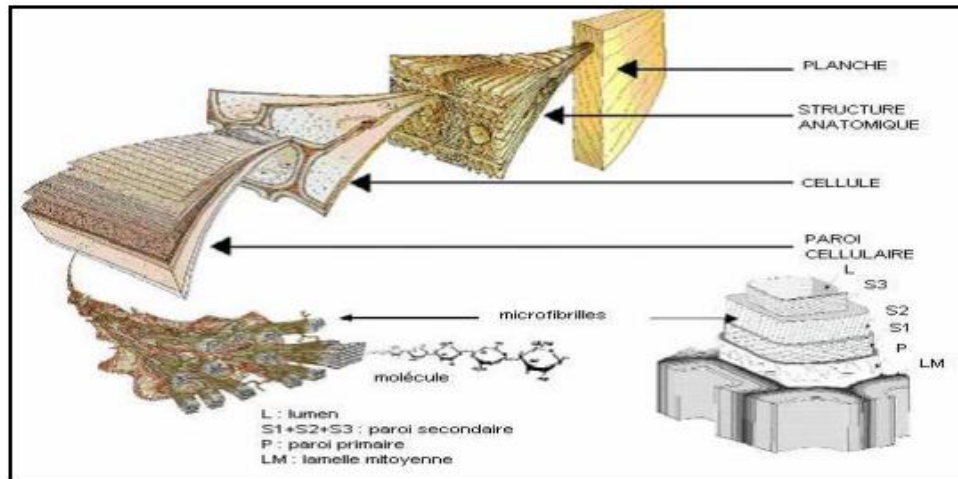


Figure I.18 : Structure du bois (observations multi échelles) [52].

Les microfibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle microfibrillaire (MAF) dont la valeur varie d'une espèce à l'autre. L'orientation des microfibrilles par rapport à l'axe de la cellule joue un grand rôle dans les propriétés mécaniques des parois des fibres, plus que l'angle des microfibrilles augmente, le module d'Young (une mesure de la rigidité) décroît, tandis que l'extensibilité des parois augmente [53].

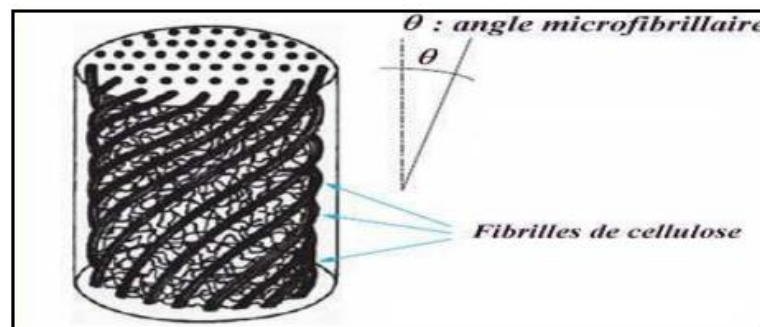


Figure I.19 : Modèle de description de la structure d'une fibre végétale [51].

I.5.2.3. Propriétés physico-chimiques et mécaniques de la fibre végétale

- **Propriétés physiques des fibres végétales :** Généralement une fibre végétale est caractérisée par [54] :
 - ✓ Son diamètre ;
 - ✓ Sa densité ;
 - ✓ Son teneur en eau ;
 - ✓ Son pourcentage d'absorption d'eau.

- **Propriétés mécaniques des fibres végétales :** Elle est caractérisée mécaniquement par [54] :
 - ✓ Sa résistance à la traction ;
 - ✓ Son élongation à la rupture ;
 - ✓ Son module d'élasticité.

- **Propriétés chimiques des fibres végétales :** Les fibres végétales sont caractérisées par leur composition chimique (**Tableau 1.6**) qui influe énormément sur leur durabilité et spécialement dans le milieu alcalin [54].

Tableau I.6 : Composition chimique de quelques fibres végétales [55].

Fibre	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicellulose (%)
Blé	29-35	16-21	26-32
Coton	94	-	-
Alfa	41.9-47.6	24.2-38.5	11.8-24.3
Sisal	47-78	7-11	70-24
Noix de Coco	36-46	31-45	10
Lin	71	2.2	18.6-20.6
Jute	41-48	21-24	18-22
Kéna	37-49	15-21	18-24

I.5.2.4. Intérêt de l'utilisation des fibres naturelles

D'une manière générale, l'utilisation des fibres naturelles comme renfort de matériaux composites se justifie pour :

- Valoriser une ressource locale dans des pays peu industrialisés, les composites à fibres naturelles ouvrant de nouveaux débouchés aux produits agricoles ;

- Développer des matériaux et des technologies prenant en compte les impacts sur l'environnement.

Les fibres naturelles sont des matériaux de qualité qui se fabriquent et se recyclent naturellement sur terre depuis des millions d'années (matériaux biodégradables et renouvelables par culture).

Les principaux avantages des fibres naturelles (**Tableau I.7**) sont : leur légèreté, leur disponibilité et leurs propriétés mécaniques spécifiques élevées. Grâce à un compromis idéal rigidité/résistance/légèreté, les composites renforcés par des fibres végétales concurrencent efficacement les matériaux traditionnels contenant des charges ou fibres minérales [56].

Tableau I.7 : Principaux avantages et inconvénients des fibres végétales comme renforts de matériaux composites.

Avantages	Inconvénients
Faible coût	Absorption d'eau
Propriétés mécaniques spécifiques importantes (Résistance et rigidité)	Faible stabilité dimensionnelle
Biodégradabilité	Biodégradabilité
Non abrasif pour les outillages	Faible tenue thermique (200°C à 300°C max)
Neutre pour l'émission de CO ₂	Faible anisotropes
Demande peu d'énergie pour être produite	Variation de qualité en fonction de lieu de croissance, de météo...
Pas de résidu après incinération	Pour des applications industrielles, Demande de la gestion
Pas d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres	Renfort discontinu
Bonne isolation thermique et acoustique	
Ressource renouvelable	

I.6. Etat de l'art sur les fibres de l'étude

I.6.1. Généralités sur le matériau bois

Le bois est le matériau constituant l'essentiel du tronc, des branches et des racines de l'arbre. Le tronc est constitué de bois et d'écorce. La qualité du bois est liée à sa structure macroscopique et microscopique, mais aussi à la structure des parois cellulaires déterminée

par ses constituants chimiques. Cette qualité peut être mesurée dans l'aubier et dans le duramen. Une coupe transversale à la (Figure I.20) permet de distinguer l'aubier et le duramen. Dans cette figure, la partie adjacente à l'écorce (aubier) a une couleur plus claire que la partie interne (duramen). Pour de nombreuses espèces de bois, cette distinction de couleur entre l'aubier et le duramen n'existe pas. Le bois exerce donc trois grandes fonctions dans l'arbre : la conduction de la sève brute des racines vers les branches, le soutien mécanique et la réserve des substances nutritives. Le bois d'aubier est le lieu de réserve en eau et en substances nutritives. C'est la partie physiologiquement active du xylème qui permet le transport de la sève brute des racines vers la cime [57].

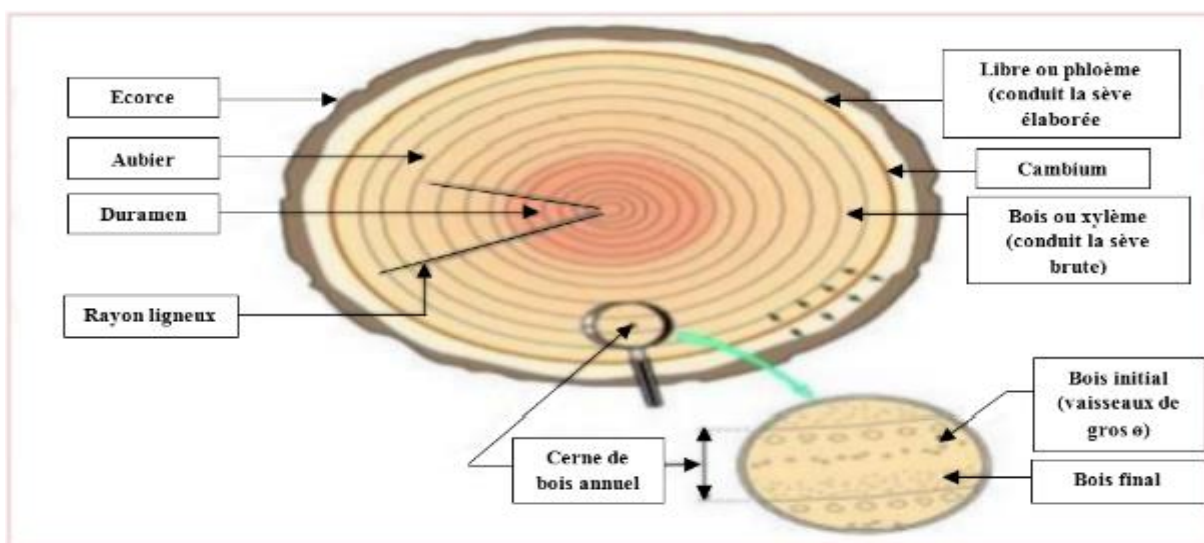


Figure I.20 : Coupe transversale d'un tronc d'arbre [57].

Toujours selon, la proportion du duramen dans un arbre varie selon les espèces et selon les individus. Les différences en termes de génétique et de comportement écologique expliquent principalement les variations interspécifiques du duramen. Il est bon de noter que la duraminisation est le processus de formation du bois de cœur ou duramen. La conversion de l'aubier en duramen est provoquée par la mort des cellules de parenchyme. En s'approchant, le matériel de réserve contenu dans les cellules vivantes de parenchyme est progressivement dégradé et transformé en composés phénoliques ou extractibles. Lorsque les cellules de parenchyme meurent, les composés phénoliques accumulés dans le cytoplasme sont libérés. Ils imprègnent les parois de lumens des cellules avoisinantes pour former le duramen. Le duramen est donc la partie formant un cône irrégulier au centre de la tige. Une fois sa formation initiée, le diamètre et la hauteur de ce cône continuent de croître pendant la vie de l'arbre.

Le bois est un matériau biodégradable principalement composé de carbone, d'hydrogène et d'oxygène. Ses propriétés dépendent non seulement de son anatomie, mais aussi de sa composition chimique à travers la nature des trois bio-polymères qui le constituent (cellulose, lignine et hémicelluloses) ainsi que de la présence des extractibles en plus ou en moins grande quantité selon les essences considérées. Les études sur le matériau bois nécessitent donc des différents niveaux d'observation en fonction du type de recherche envisagée. On trouve ainsi des recherches menées à l'échelle macroscopique, microscopique et au niveau moléculaire [58].

I.6.1.1. Les principaux constituants du bois

Le bois est formé en majorité de trois différents composés macromoléculaires : la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. À ces polymères se rajoutent les extractibles et les substances minérales. Les pourcentages de ces différents constituants peuvent varier selon l'espèce, les conditions climatiques, l'âge de l'arbre et les sites de croissance et même la partie de l'arbre étudiée. La nature et l'agencement des différents constituants du bois sont à l'origine de ses différentes propriétés. La séparation et la caractérisation des différents constituants chimiques du bois sont difficiles, du fait de leur étroite association au sein des parois cellulaires. Bien que relativement proche, la composition chimique du bois de conifère et de bois de feuillus est légèrement différente [58].

Tableau 1.8 : Composition chimique des résineux et feuillus.

Constituants	Résineux	Feuillus
Cellulose	42 (\pm 2)	45 (\pm 2)
Hémicelluloses	27 (\pm 2)	30 (\pm 2)
Lignine	28 (\pm 2)	20 (\pm 2)
Extractibles	3 (\pm 2)	5 (\pm 2)

La fibre de bois présente des caractéristiques intéressantes, principalement, un facteur de forme élevé, une haute résistance axiale, un module d'élasticité élevé et une structure favorable pour la formation des réseaux fibreux. L'industrie des produits du bois fournit de nombreux types de fibres de bois pour différentes applications [59].

I.6.2. Généralités sur le matériau son de blé

Le « blé » est un terme générique qui désigne plusieurs céréales appartenant au genre *Triticum*. Ce sont des plantes annuelles, monocotylédones appartenant à l'ordre des Poales et de la famille des graminées, cultivées dans de très nombreux pays. Dans le langage courant, le terme « blé » désigne également le grain produit par ces plantes. Le blé appartient, avec l'orge, l'avoine, le seigle et le riz à la catégorie des céréales à pailles. Elles sont caractérisées par la présence d'une tige, surmontée par des grains indéhiscents riches en hydrates de carbone voir la (Figure I.21) [60].

La culture du blé a été un élément fondateur des premières civilisations humaines en plus de son intérêt comme une des principales céréales apportant l'énergie dans l'alimentation, le blé est aussi "la première source de protéines dans les pays en voie de développement". Les réserves mondiales de blé sont en nette diminution. Par conséquent, il est important d'améliorer la rusticité et la qualité nutritionnelle du blé et cela dans une perspective d'agriculture durable, plus économe en intrant et plus respectueuse de l'environnement [61].

Le son de blé est défini par **Thomaset Grahn** (1978) Comme un ensemble de fragments issus de différentes parties du grain dont d'une part, le péricarpe, la couche d'aleurone et le germe. Le son de blé est constitué des fibres cellulosiques insolubles, Et nous les obtenons après le processus de séparation et de purification du son du grain de blé [62].



Figure I.21 : Croquis d'un plant de blé [61].

I.6.2.1. Structure macroscopique et microscopique des sons de blé

Pour comprendre la structure du son, il faut tout d'abord aborder plus en détail la structure des tissus maternels qui constituent le tégument, enveloppe du grain de blé. Ces tissus maternels sont constitués, de l'intérieur vers l'extérieur d'une assise aleurone, du tégument séminal, du péricarpe et d'une coque externe (cuticule) [60].

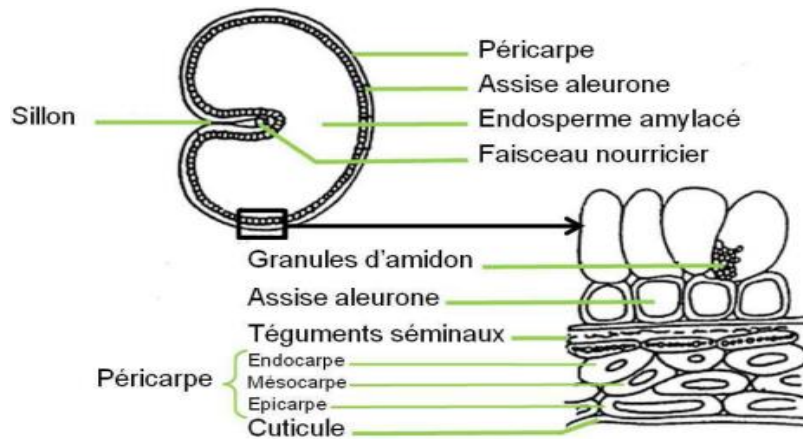


Figure I.22 : Structure anatomique du son de blé [60].

La couche nucellaire (assise aleurone) recouvre directement le grain et constitue le plan de clivage lors du broyage du grain de blé. Lorsque le grain est à maturité, cette couche d'une épaisseur de 7 μm environ, est composée de cellules à parois fines et non lignifiées qui adhèrent fortement aux couches voisines. Le tégument séminal est épais d'environ 5 à 8 μm et est lui-même formé de plusieurs couches lui conférant une bonne perméabilité à l'eau (une cuticule interne, une couche contenant les pigments et une cuticule externe épaisse). Le péricarpe est lui aussi organisé en plusieurs couches :

- Le péricarpe interne qui comporte une couche de cellules tubulaires à parois lignifiées et d'une couche de cellules transversales étroitement liées présentant des parois lignifiées alvéolées ;
- Le péricarpe externe est formé d'une agglomération de cellules du parenchyme aplaties, recouvertes par l'hypoderme et l'épiderme. L'épiderme présente une cuticule relativement épaisse et subit une modification au niveau de l'apex du grain où les cellules deviennent excessivement épaisses pour former des cheveux qui constituent la brosse.

Enfin, la coqueuse compose de couches cellulaires provenant des tissus de la feuille, généralement éliminée lors du battage des céréales [60].

I.6.2.2. Composition chimique des sons de blé

Du fait des variétés, des origines et des maturités différentes des grains de blé, ainsi que des techniques de mouture et de conservation variées qui sont employées, les sons de blé peuvent présenter des compositions très variables. De plus, les méthodes de dosage mises en œuvre vont aussi influencer sur la précision des mesures. Aussi, les travaux recensant la composition chimique des sons de blé présentent une hétérogénéité forte.

Tableau I.9 : Composition chimique des sons de blé [62].

	(Raynal-Ioualalen,1996) [63]		(Bataillon et al., 1998) [64]		(Maréchal,2001) [65]
	Son brut	Son désamidonné	Son brut	Son désamidonné	Son désamidonné
Cellulose*	9,2	15,5	11,0	25,0	18,7
Hémicelluloses*	37,0	60,0	19,0	45,0	62,3
Lignine*	6,7	8,0	6,0	3,0	3,8
Amidon*	20,0	-	29,0	1,0	-
Protéines*	14,8	15,2	14,0	9,0	15,6
Lipides*	-	-	6,0	6,0	-
Matières minérales*	5,3	1,0	4,0	1,0	1,5

* Les résultats sont exprimés en % de la matière sèche.

Les hémicelluloses sont après l'amidon, les constituants majoritaires des sons de blé. Elles sont principalement constituées d'arabinoxylanes, comme en témoigne la composition en sucres simples. Une caractéristique de ces fibres de son est que la fraction en hémicelluloses est particulièrement importante (60 à 70 % de la somme des trois constituants de la fraction fibre) et que la fraction de lignine est peu représentée (généralement inférieure à 10 %) alors que la fraction cellulose est minoritaire. Une désamidonnage du son permet d'augmenter la proportion relative des hémicelluloses qui représentent alors la fraction majoritaire des constituants du son [62].

I.7. Les facteurs influant sur les propriétés des matériaux composites

Le renforcement des matériaux thermoplastiques par des fibres végétales est gouverné par les paramètres suivants : dispersion de la fibre, adhésion fibre/matrice et l'effet de l'humidité.

I.7.1. La dispersion et l'orientation de la fibre

Il est évident que la dispersion du renfort qui conduit à un mélange plus ou moins intime des composants est un paramètre qui influence les propriétés physico-mécaniques du matériau composite. La dispersion du renfort conduit à un mélange plus ou moins homogène des composants, ce paramètre influence les propriétés. L'orientation des fibres génère une anisotropie, qui détermine des « Axes forts » pour le polymère, selon lesquelles les fibres seront sollicitées longitudinalement (direction la plus résistante de la fibre) [66].

L'orientation des fibres a un effet significatif sur les propriétés mécaniques des matériaux composites. En effet, il est rapporté que le module d'Young, le coefficient de Poisson et la résistance à la traction des matériaux diminuent en fonction du degré d'orientation des fibres [67]. Les fibres de cellulose possèdent une importante résistance dans le sens de la longueur. Celle-ci est nettement plus faible dans les autres directions, d'où la nécessité d'aligner au maximum les fibres dans le sens de la longueur lors de la formulation des composites.

I.7.2. Influence de la nature et la quantité des constituants

L'augmentation du pourcentage de renforts améliore quasi systématiquement la rigidité d'un composite. Cependant, une trop grande quantité de renforts implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performances dans certains cas. Plusieurs études ont montré qu'à partir d'un taux de 50% en fibres, le matériau devient rugueux et la surface présente des ruptures. L'augmentation de la proportion de fibres lignocellulosiques a aussi pour conséquence directe, la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygroscopique et putrescible [33].

I.7.3. L'effet de l'humidité

Les propriétés mécaniques des composites renforcés par des fibres naturelles peuvent être réduites en grande partie dans des conditions humides. C'est une préoccupation profonde car il y a des potentielles d'applications extérieures, où l'absorption d'humidité peut avoir une influence significative sur ces matériaux. Les liaisons entre les fibres naturelles (qui contiennent l'hydroxyle et d'autres groupes polaires) et les matrices relativement hydrophobes

de polymère seraient affaiblies avec la prise d'eau élevée. L'interface affaiblie va causer la réduction des propriétés mécaniques des composites.

Par conséquent, l'effet de l'humidité sur les propriétés mécaniques est essentiel pour les applications des composites renforcés par des fibres naturelles [68].

I.7.4. Influence de la morphologie des fibres

La morphologie des fibres inclut aussi d'autres paramètres que la longueur des fibres, comme leur diamètre, l'épaisseur des cellules et le diamètre des lumens. Ces paramètres varient tous à divers niveaux, en fonction de la nature des fibres. Les fibres de bois sont caractérisées par un rapport L/D élevé, mais sont souvent réduites en farine pour en faire des composites bois/polymère. Les traitements de surface des fibres réduisent considérablement le rapport (L/D), mais augmentent considérablement l'adhésion et les propriétés mécaniques [69].

I.7.5. Adhésion des composites à base de fibre végétales et d'une matrice thermoplastique

Dans les matériaux composites de type bois-polymère, l'adhésion et la compatibilité, entre les fibres de bois et la matrice polymérique ont été largement étudiées [70].

Les constituants de ces composites, ont des propriétés très différentes et qui sont séparées par une interface, cette interface joue un rôle primordial dans les propriétés mécaniques et physiques du matériau [71]. Le problème majeur dans le renforcement de ce dernier par des fibres naturelles est la mauvaise compatibilité entre les fibres hydrophiles et les matrices polymères caractérisées par une nature hydrophobe [72]. L'énergie nécessaire, pour réaliser la séparation lorsque le contact entre les deux matériaux est établi, s'appelle énergie d'adhésion [73].

Le problème peut être résolu par le traitement des fibres, en utilisant diverses méthodes telles que les traitements physiques ou par l'utilisation des traitements chimiques [73].

I.7.5.1. Méthodes de modification physique

Les différentes techniques de modifications physiques de la surface des fibres naturelles, sont celles qui résident dans les techniques d'extraction, telle que le rouissage à l'eau, enzymatiques ... et l'extraction mécanique ainsi dans d'autres techniques comme : la décharge de plasma, la technologie diélectrique de barrière, le traitement de laser, le traitement corona, et le traitement ultra-violet [73].

Le rôle du traitement corona est de modifier l'énergie de la surface des fibres végétales. C'est l'une des techniques les plus importantes pour l'oxydation et l'activation de la surface des fibres. En revanche, le traitement plasma a comme rôle de modifier la surface des fibres par altération ou éliminations des couches de surface faiblement attachée tout en formant de nouveaux groupes fonctionnels [56,74].

Le principal objectif du traitement physique consiste à provoquer un changement physique sur la surface de la fibre, sans modifier leur composition chimique [73].

I.7.5.2. Méthodes de modification chimique

La modification chimique du bois a été largement utilisée dans la fabrication des composites bois-polymère. Afin de rendre les fibres en bois à caractère polaires plus compatibles avec les polymères thermoplastiques non-polaires, donc le rôle du traitement chimique des fibres végétales et l'élimination de certains composés comme l'hémicellulose, la lignine, la pectine et d'autres impuretés de la surface des fibres afin de réduire leur caractère hydrophile et d'améliorer l'adhésion interfaciale fibre/matrice. Plusieurs techniques chimiques des fibres naturelles sont rapportées dans la littérature telles que : la technique de soude, du silane, de l'acide acétique ...etc. [74].

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Cousins, Dylan.S, et al, « Recycling glass fiber thermoplastic composites from wind turbine blades », Journal of cleaner production 209, (2019).
- [2] Khan, Ajmir, Naveed Ahmed, and Muhammad Rabnawaz, « Covalent Adaptable Network and Self-Healing Materials: Current Trends and Future Prospects in Sustainability », Polymers 12.9, (2020).
- [3] Lee, Min Wook, "Prospects and future directions of self-healing fiber-reinforced composite materials », Polymers 12.2, (2020).
- [4] « Overview of the Global Composites Market in 2019-2024 », Cette étude aurait dû être présentée au JEC World, salon dédié aux matériaux composites, (2020).
- [5] Seyni Abdoulaye, « Propriétés physico-chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par cobroyage », thèse de doctorat, Université de Toulouse, (2008).
- [6] Barthias Claude, « Un moyeu de rotor d'hélicoptère en fibre de verre coûte deux fois moins cher que la même pièce construite en acier », Les Matériaux composites, Dunod, (2020).
- [7] Pontoreau, Ma.L, L. Diss, « Fabrication de matériaux composites innovants base argent renforcés par des nanotubes de carbone par différents procédés de mise en forme », Université de Bordeaux, (2020).
- [8] Shen, Zhengyan, Diss, « Élaboration, caractérisation et nouvelle architecture de matériaux composites Al/plaquettes de carbone pour des applications thermiques », Université de Bordeaux, (2020).
- [9] Ringuette, Benoit, « Matériaux composites à base de fibres de chanvre », (2011).
- [10] Daniel Gay, « Matériaux composites », 5eme édition, Lavoisier, (2005).

- [11] Ersan Putun, Basak Burcu Uzun, Ayse Eren Putun, « Composition of products obtained via fast pyrolysis of olive-oil residue. Effect of pyrolysis temperature », *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 79, 147-153, (2007).
- [12] Daniel Gay, « Matériaux composites », 3^{ème} édition, Paris, Hermès, (1991).
- [13] Mekedich Salih, « Valorisation Des Déchets Comme Constituants Des Bio Composites », Mémoire de Master, Université De M'sila, (2018).
- [14] Prombut. P, « Caractérisation de la propagation de délaminage des stratifiés composites multidirectionnels », Thèse de Doctorat, Université de Toulouse, (2007).
- [15] Mokhtari Ahcene, « Modélisation du comportement et de l'endommagement des composites à matrice thermoplastique », Thèse de doctorat, Université de Tizi-Ouzou, (2016).
- [16] Daniel Gay, « Matériaux Composites 4^{ème} Edition », Hermès, (2009).
- [17] Lionel Gendre, « Matériaux composites et structures composites », (2011).
- [18] Klavora. M, « Composite materials », VSB, (2015).
- [19] Berthelot. J.M, « Matériaux composites », Édition TEC et DOC, Paris, (1999).
- [20] Dutt .M. K, « Investigations on dynamic properties of polymer based composites », (2012).
- [21] Peters. S.T, « Handbook of composites: Springer Science & Business Media », (2013).
- [22] Paris.C, « Étude et modélisation et la polymérisation dynamique de composite à matrice thermodurcissable », INPT, (2011).
- [23] M. Troadec, « caractérisation des interactions physico-chimique dans un matériau composite à base phyllo silicates, de chaux et de fibres cellulosiques », thèse doctorat école science et technologies, université de Limoges, (2009).
- [24] M. Laarej, « Etude par spectroscopie RAMN et modélisation d'un Résine composite RTM », thèse de doctorat, Université de Tlemcen, (2010).

- [25] Bouterfa Meriem, « Étude De La Détermination Du Paramètre D'interaction Entre Deux Polymères Par Voie Mécanique "Effet Du Comptabilisant Sur Ce Paramètre », Mémoire de Master, Université Ferhat Abbas Sétif, (2011).
- [26] Methia Akli, Mr. Rezzoug Mohamed Amine, « Étude De La Diffusion De L'irganox 1076 Dans un Polymère Recyclé à Base De PEHD », Mémoire de Master, Université de Bejaia, (2017).
- [27] S. Sadoun, « Contribution à L'étude Expérimentale D'un Polyéthylène à Haute Densité (PEHD)- Effet De La Température et De La Vitesse De Déformation », Mémoire de Master, Université d'Annaba, (2007).
- [28] Sabu Thomas, Maya Jacob, Bejoy Francis, K.T. Varughese «Effect of chemical modification on properties of hybrid fiber biocomposite », Composites part A : Applied science and manufacturing, 39,352-363, (2008).
- [29] M. Fontanille, P. Vairon, « Polymérisation. Ed. Techniques De L'ingénieur, Traité Plastiques et Composites », (a3 040), (2008).
- [30] J-P. Trtignon, J. VERDU, A. DOBRACZYNSKI, M. PIPERAUD, « Livre De Matières Plastiques », ensam, Paris, (1997).
- [31] M. Carrega, Coll, « Matériaux Polymères, 2eme édition. Dunod », Paris, (2007).
- [32] Benakli Imene. Hamani Faiza, « Etude des biocomposites à base de polymère biosourcé PHBV et fibres Alfa », Mémoire de Master, Université de Bejaia, (2016).
- [33] Kouahlia Ilyes, « Conception, Élaboration et Caractérisation d'un nouveau Bio composite à Renfort Végétal », Université de Skikda, (2018).
- [34] U.H.Nilsson, R.C. Dammert, A. Campus, A. Sneck, H. J. Jansson, « Morphology of Polyethylene for Power Cable Insulation: Effects of Antioxidant and Crosslinking, Ie, International Conference on Conduction and Breakdown in Solid Dielectrics », Pp. 365-367, Vasteras Sweden, (1998).
- [35] A. AL-Maghrbi, « Comportement des matériaux composites à fibres courtes : applications à l'impact basse vitesse », Thèse de Doctorat, L'université Paul Sabatier, (2008).

- [36] Christophe Paris, « étude et modalisation de la polymérisation dynamique de composites à matrice thermodurcissable », thèse de doctorat de l'université de Toulouse, (2011).
- [37] F. Gounve, S. Marais, M. Metayer, « Composites polyester insaturé renforcés par des fibres de lin, composites et matériaux avancés », Vol.16, pp.117.128, (2006).
- [38] Omirriimrn Yamina, « l'effet du traitement des fibres naturelles sur l'endommagement d'un béton polymère », mémoire de master, université du m'silla, (2014/2015).
- [39] K. Wang et al, « Dynamic behavior and flame retardancy of HDPE/HEMP short fiber composites: Effect of coupling agent and fiber loading », Composite Structures, 113, 74-82, (2014).
- [40] B. Kaouache, F. Addiego, J. M. Hiver, O. Ferry, V. Toniazoo, D. Ruch, « In situ mechanical characterization of short vegetal fiber-reinforced high-density polyethylene using X-ray tomography », Macromolecular Materials and Engineering, 298, 1269-1274, (2013).
- [41] K. Bourai, « Étude du comportement thermique d'un composite bois-polymère pour une application en rotomoulage », Maîtres sciences, Université Laval, Québec, p128, (2010).
- [42] Brudiux.V, Exrtaxion, « Modification enzymatique et caractérisation chimique de nouvelles structures pectique. Application de relation structure/activité à la dermocosmétique », Thèse de Doctorat, Université de Limoge, (2007).
- [43] Nadine Bourgeois, « Caractérisation et modélisation micromécanique du comportement et de l'endommagement d'un composite à matrice métallique : Al/SiCp », Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Paris, (1993).
- [44] Mustapha Malha, « Mise en œuvre, caractérisation et modélisation de matériaux composites : polymère thermoplastique renforcé par des fibres de doum », Thèse de Doctorat, Université Mohammed V_AGDAL, (2013).
- [45] C .Couhert, « Pyrolyse flash à haute température de la biomasse lignocellulosique et de ses composés - production de gaz de synthèse », Thèse de Doctorat, l'Ecole des Mines de Paris Energétique, (2007).

- [46] Talal. B, «Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites Bois/Plastiques WPC », Thèse de doctorat, l'université de Pau et des pays de l'Adour, (2011).
- [47] Ragoubi. M, « Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne », Thèse de doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, (2010).
- [48] Tingaut. PH, «Modification de la structure chimique du Bois par des Alcoxysilanes diversement substitués», Thèse de doctorat, Université BORDEAUX 1, (2006).
- [49] Jebrane. M, « Fonctionnalisation chimique du Bois par transesterification des ester d'enol », Thèse de doctorat : Ecole Doctorale des Sciences Chimique, BORDEAUX 1, (2009).
- [50] Sbiai. A, « Matériaux composites à matrice Epoxyde chargée par des fibres de palmier dattier effet de l'oxydation au tempo sur les fibres », Thèse de doctorat. Paris. L'institut National des Sciences Appliquées de Lyon, (2011).
- [51] A.K. Bledzki, J. Gassan, « Composites reinforced with cellulose based fibres », Prog. Polym. Sci. 24 221–274, (1999).
- [52] F.Michaud, « Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude post formage », thèse de doctorat université Laval, (2003).
- [53] F. Laurans, A. Dejardin, J. Pilate, «'Physiologie de la formation des parois de fibres de bois, composites et matériaux avancés », Vol.16, pp.27-39, (2006).
- [54] A. Mokarti, « influence des ajouts de fins minérales sur les performances mécaniques des bétons renforcé de fibre végétales de palmier dattier », université de Ouargla, (2006).
- [55] S. Bouzouita, « optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel », thèse doctorat, école centrale de Lyon, France, (2013).
- [56] C. Belkacem, « Etude expérimentale du comportement mécanique des stratifiées à renfort en matières végétale », mémoire de magister, université de Boumerdès, (2006).

[57] A. Govin, « Aspect physico-chimique de l'interaction bois-ciment, modification de l'hydrations du ciment par le bois », Thèse Doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines des Saint Etienne, (2004).

[58] Jean Luc Toupe, « Optimisation des propriétés mécanique de composites à base de fibres naturelles : Application à un composite de fibre de lin avec un mélange de polyéthylène /polypropylène d'origine post-consommation », Thèse de Doctorat en Génie Chimique, Québec, Canada, (2015).

[59] Rpwel.R.M, « Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites », Second Edition, 18-402, CRC Press, United State of America, (2010).

[60] J. Leslie, « Production d'hémicelluloses de pailles et de sons de blé à une échelle pilote Etude des performances techniques et évaluation environnementale d'un agro-procédé », Thèse de doctorat, université de Toulouse, (2012).

[61] Y. Louali, « production de génotypes mutons chez le blé dur (*triticum durum*) une source de variabilité génétique pour la tolérance à la sécheresse », thèse de doctorat, Université des Frères Mentouri Constantine, (2016).

[62] Zeitoun, « Procédés de fractionnement de la matière végétale-application à la production des polysaccharides du son et de paille de blé » ; Thèse de doctorat, université de Toulouse. (2011).

[63] R.Rayanal, « Procédé de fractionnement des sons de blé – Extraction et étude des propriétés fonctionnelles des arabinoxylanes», Thèse de doctorat, INP Toulouse, (1996).

[64] M.Bataillon, P.Mathaley, A.P.Numes Cardinali, F.Duchiron, « Extraction and purification of arabinoxylan from destarched wheat bran in a pilot scale», Industrial Crops Products, 8, P37-43. (1998).

[65] P.Marechal, « Analyse des principaux facteurs impliqués dans le fractionnement combiné de pailles et de sons de blé en extrudeur bi-vis – Obtention d'agro-matériaux », Thèse de doctorat, INP Toulouse, (2001).

- [66] M. Ragoubi, « Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne », Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, France, (2010).
- [67] C.Klason, J.Kubata, H.E. Stromvall, « The Efficiency of Cellulosic Fillers in Common Thermoplastics. Part I. Filling Without Processing Aids or Coupling Agents ». International Journal of Polymeric Materials, 10, 159-187, (1984).
- [68] C.P.L Chow, X.S.Xing, Li. R.K.Y, « Moisture absorption studies of sisal fibre reinforced polypropylene composites », Composites Science and Technology, 67, 306-313, (2007).
- [69] J. Soucy, « Potentiel d'utilisation des fibres de papier dans la conception de composites bois polymères par une technologie d'extrusion », Thèse de Maîtrise en Ingénierie, Université du Québec, Canada, (2007).
- [70] M.Benali, « effet du traitement thermique des fibres sur les propriétés des composites bois-polymère », Mémoire présenté comme exigence partielle de la maîtrise en ingénierie. Université de du Québec en Abitibi-Témiscaminque. 121P, (2016).
- [71] P.E.Bourban, L.Carlson, J.P.Mercier, J.A.Manson, « Matériaux composites à matrice organique : constituants, procédés, propriétés », Pour presses polytechniques. Vol.15.234P, (2004).
- [72] Z.Beloudah, « contribution à l'étude d'endommagement et du comportement mécanique des matériaux composites renforcés par des fibres végétales existantes dans la région du Hodna », Thèse de doctorat. Université Mouloud Mammeri, P18-44, (2017).
- [73] T.Ben'Mbarek, « Utilisation d'une méthode optique sans contact pour décrire le comportement mécanique de composites bois/plastique 'WPC' », Thèse de doctorat de l'université de Pau et des pays de l'Adour. Ecole doctorale des sciences exactes et de leurs applications éd 211.167P, (2011).
- [74] R .Ntenga, « Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites », Thèse de doctorat, Université blaise Pascal-Clermont-Ferrand II, Université de Yaoundé, (2007).



CHAPITRE II

*Synthèses
bibliographiques*

Ce chapitre résume quelques rappels bibliographiques sur les travaux relatifs aux composites polymère/charge cellulosique.

Les composites hybrides sont un cas particulier des matériaux composites dont la phase dispersée est une combinaison d'au moins deux ou plusieurs fibres ou charges différentes. Ce terme est également appliqué aux composites dont la phase continue est un assemblage de plusieurs matrices [1]. Dans ce qui va suivre, nous nous intéresserons au premier type des matériaux hybrides, dont la matrice est un polymère et le renfort est un assemblage de deux fibres ou charges ou encore d'une charge et de fibre.

Beaucoup de travaux ont été mené dans ce contexte. L'aspect important de cette étude est la connaissance du comportement de ces matériaux vis-à-vis de l'utilisation de l'hybridation et de voir ce qui on ressort des différents travaux effectués.

Nourbakhsh et Kouhpayehzadeh [2]. Ont étudié les propriétés de traction, de flexion, d'impact Izod entaillé et d'absorption d'eau des composites en polypropylène (PP) renforcé de bagasse et de hêtre en fonction de la teneur en fibres. La surface des fibres a été modifiée grâce à l'utilisation d'un agent de couplage en polypropylène maléaté (PPMA). Cette étude a permis de constater que les propriétés mécaniques augmentent avec l'augmentation de la charge des fibres dans les deux cas. Cependant, l'ajout de fibres de bois a entraîné une diminution de la résistance aux chocs des composites. La propriété d'absorption de l'eau à des charges de fibres variables a été évaluée et a atteint son maximum pour les composites bagasse/PP. Les gains de poids pour tous les spécimens étaient inférieurs à 7%. En général, les résultats ont montré l'utilité de la fibre de bagasse comme une bonne alternative et un agent de renforcement pour le composite.

Jumaidin et al [3]. Et Edhirej et al [4]. Ont développé des composites hybrides en utilisant l'amidon comme matrice et en le renforçant avec des algues et des fibres de palmier à sucre (FPS), du manioc et des FPS, respectivement. Dans le cas des travaux de **Jumaidin et al [3]**. Les résultats ont montré que les hybrides présentaient une résistance à la traction et à la flexion plus élevée que les composites individuels. Une augmentation de 25 à 50% de la teneur en SPF a permis d'améliorer les résistances à la traction et à la flexion. La résistance à la traction (17,74 MPa) et à la flexion (31,24 MPa) la plus élevée a été obtenue pour le composite hybride avec un rapport algues/SPF de 50 :50 en raison de la bonne compatibilité entre les algues, le SPF et la matrice. En revanche, la résistance à l'impact a diminué avec l'augmentation de la teneur en SPF de 1,2, 8,4 et 7,3 %, respectivement pour les rapports 75

:25, 50 :50 et 25 :75 d'algues/SPF. Ceci a été attribué à une augmentation de la rigidité du matériau suite à l'incorporation du SPF. Une bonne liaison fibre-matrice était évidente dans la microscopie électronique à balayage (MEB) de la rupture en traction des composites hybrides. En outre, l'hybridation des algues et des SPF a entraîné un ralentissement de l'activité de biodégradation.

Sarasini et al [5]. Ont développé un composite hybride biodégradable à base de polycaprolactone (PCL) renforcé par des fibres de ramie et de borasse (rônier). L'inclusion de fibres de ramie dans la matrice du PCL a permis d'augmenter la résistance à la traction et le module. D'autres augmentations de la résistance à la traction et du module ont été observées lorsque la teneur en fibres de ramie a été augmentée. Le comportement à la traction de la matrice pure a été considérablement amélioré par l'introduction des deux fibres. En outre, la ductilité et la résistance différentes des fibres de borasse et de ramie ont été exploitées dans des formulations hybrides, confirmant la possibilité d'adapter les propriétés des composites qui en résultent à une application spécifique.

Surendra et al [6]. Ont étudié les propriétés mécaniques du composite polymère renforcé de fibres sisal et du composite hybride polymère renforcé de fibres naturelles (jute, sisal et d'okra). Les fibres ont été préparées à partir de 35 % de sisal, 35 % de jute et 30 % d'okra, qui est conservés dans des proportions de poids variables de 0,4 à 2 grammes. Le composite a été moulé et l'échantillon d'essai a été retiré. Les résultats ont montré que la résistance à la traction du composite hybrides renforcé par des fibres (sisal + jute + okra) est supérieure de 9,8 % à celle du composite polymère renforcé par des fibres de sisal, et que le module de traction du composite hybride est supérieur de 8,7 % à celui du composite polymère renforcé par des fibres de sisal. La résistance maximale à la flexion du composite hybride est supérieure de 4,7 % à celle du composite polymère renforcé de fibres de sisal. L'énergie d'impact maximale du composite hybride est 33,6 % plus élevée que celle du composite polymère renforcé de fibres de sisal.

Vasanta V et al [7]. A proposé un renforcement hybride de la fibre de coco et de la balle de riz. Lorsqu'ont ajouté du coco à l'ester vinylique, la résistance à la traction augmente de 27,80 % pour une charge de fibres de 15 % et diminue de 20,85 % pour une charge de 20 % en poids de coco. Dans le composite hybride, la balle de riz est ajoutée au point optimal, ce qui augmente la résistance à la traction de 7,64 % supplémentaires. La résistance à la flexion du composite de fibre de coco augmente de 39,40% à une charge de fibre de coco de 15% et

de 43,84% à une charge de fibre de coco de 20%. La résistance à la flexion augmente encore de 9,78 % à 1 % de balle de riz, de 10,74 % à 3 % de balle de riz et de 6,02 % à 5 % de balle de riz. L'ajout de balle de riz entraîne une diminution de la résistance à la flexion et, par conséquent, l'hybridation de plus de 3 % en poids de fibres réduit la propriété de flexion.

Thiruchitrambalam et al [8]. Ont étudié le mat tissé et les composites hybrides à base de polyester et de fibres de banane/kénaf orientées de manière aléatoire avec des fibres traitées au lauryl sulfate de sodium et alcalin à 10%. Les propriétés mécaniques ont été étudiées sur la base des normes ASTM. La résistance maximale à la traction et à la flexion a été trouvée à une fraction volumique de 40 % des composites à fibres hybrides tissées. Le traitement au sodium lauryl sulfate améliore les propriétés mécaniques des composites hybrides en mélange aléatoire et en mélange tissé. L'image électronique à balayage de la zone de fracture des composites a montré un arrachement des fibres inférieur à celui des composites à fibres non traitées. Ils ont constaté que le laurylsulfate de sodium donne une valeur de propriété plus élevée que le traitement alcalin.

Maya Jakob et al [9]. Ont étudié composites hybrides de caoutchouc naturel renforcé par les fibres du sisal non traité et des fibres de palmier à huile coupées à différentes longueurs de fibres. Lorsque les fibres de sisal et de palmier à huile ont été ajoutés, ils ont constaté une augmentation de la résistance à la traction et du module de traction des composites et les propriétés ont également augmenté lorsqu'ils étaient traités à l'alcali. La résistance mécanique s'est accrue lorsque les fibres étaient disposées dans le sens longitudinal plutôt que dans le sens transversal. La valeur de l'allongement à la rupture diminue avec l'augmentation de la charge des fibres. En raison de l'augmentation de la charge sur les fibres, celles-ci deviennent fortes et rigides et réduisent leur résilience et leur ténacité, ce qui entraîne une diminution de l'allongement à la rupture.

Venkata Reddy al [10]. Ont étudié les propriétés de compression des composites polyester renforcés de Kapok / sisal. Les fibres ont été traitées à 2% d'alcali. L'ajout d'environ 25 % en poids de fibres de sisal au composite renforcé au kapok augmente sa résistance à la compression de 14,8 % et l'ajout de fibres de sisal à 75 % en poids augmente la résistance à la compression à 72,5 %. Le composite de tissu de kapok non traité aux alcalis est réduit de 111,7 et 96,5% pour un contenu total de tissu de 5% en volume de la matrice non renforcée. Ceci est dû à la faible adhérence interfaciale entre la fibre et la matrice. Un effet hybride

positif a été constaté aux rapports de volume 1 :1 (50 :50) et 1 :3 (25 :75) du kapok et du sisal en raison de la bonne adhérence entre les tissus et la matrice.

Zainudin et al [11]. Ont étudié l'effet de l'hybridation de fibres de coco et de palmier à huile sur les propriétés mécaniques des composites à matrice polypropylène. La microscopie électronique à balayage (MEB) a été utilisée pour étudier la morphologie de la surface de rupture en traction des composites hybrides. Il a été constaté que les propriétés de flexion et de traction des composites de palmier à huile/PP ont été améliorées avec l'hybridation de fibres de coco dans un rapport de (25 :75). Tandis que les propriétés d'impact les plus élevées ont été obtenues avec des fibres de coco et de palmier à huile dans un rapport de 50 :50. Ainsi, les composites hybrides d'une concentration massique en pourcentage 50 :50 ont présenté des propriétés mécaniques optimales. Il ressort clairement de la micrographie au MEB que les composites hybrides coco/palmier à huile (50 :50) présentent de meilleures propriétés de traction grâce à une forte liaison fibre/matrice par rapport à d'autres formulations qui conduisent à une répartition uniforme et efficace des contraintes entre les fibres.

Maya et al [12]. Ont étudié l'effet de concentration et la modification de la surface des fibres du composite hybride de sisal et de palmier à huile renforcés dans une matrice de caoutchouc naturel. Les auteurs ont trouvé que l'interface caoutchouc/fibres a été améliorée par l'ajout d'un système de collage de résorcinol-hexaméthylène trétramine. Une étude de l'optimisation des longueurs de fibres de sisal et de palmier à huile a été effectuée. Les auteurs rapportent que la force de traction augmente jusqu'à 30% puis diminue. L'augmentation des fibres dans la matrice entraîne l'augmentation de la rigidité, de la dureté et la diminution de la résilience ainsi que l'endurance du composite. Cela entraîne un faible allongement à la rupture. Pour l'analyse de la longueur des fibres, les chercheurs trouvent que le contrôle de la longueur des fibres et du chargement en fibres dans la matrice de caoutchouc naturel (NR) est difficile à déchiffrer en raison de la rupture des fibres lors du processus.

Arrakhiz et al [13]. Les propriétés mécaniques des composites de polypropylène (PP) renforcés de fibres d'alfa, de fibre de coco et de bagasse ont été étudiées. Afin d'améliorer les propriétés mécaniques du composite, les fibres ont été traitées aux alcalis avant d'être mélangées pour éliminer les cires naturelles et autres composés non cellulodiques. Les propriétés mécaniques des composites obtenus avec ces trois fibres se sont avérées supérieures à celles du polymère pur. L'addition de diverses quantités de fibres de

renforcement a entraîné une augmentation notable du module de traction et de flexion ainsi que du paramètre de torsion. Une augmentation de 56 à 75% du module de traction a été observée grâce à l'utilisation d'alfa, de fibre de coco et de bagasse, tandis que le module de flexion a augmenté de 30 à 47% par rapport au PP pur. Une augmentation du module de torsion est également observée lorsque la teneur en fibres dépasse un seuil.

Essabir et al [14]. Des composites hybrides de polypropylène ont été produits en utilisant des fibres de coco et des particules de coquille de coco à une teneur pondérale totale de 20%. L'effet de l'hybridation et de l'agent de couplage sur les propriétés morphologiques, structurales, thermiques et mécaniques ont été étudiés. Les résultats morphologiques et structurels montrent que l'agent de couplage a augmenté l'adhérence interfaciale charge / matrice. L'analyse thermogravimétrique (ATG) indique que la dégradation thermique des particules de coquille (285/465 ° C) est inférieure à celle des fibres de coco (331/474 ° C). Ils ont conclu que les particules de coquille de coco les fibres de coco pourraient augmenter considérablement les propriétés du PP. La matrice de remplissage de l'interface a été améliorée par l'utilisation d'un agent de couplage. La combinaison de fibres de coco et de particules à un effet positif sur le module d'Young avec des composites hybrides montrant des valeurs intermédiaires entre les composites non hybrides (amélioration entre 35 et 50%).

Paiva et al [15]. Des tissus hybrides ramies /coton à armure toile ont été utilisés comme renfort dans les composites à matrice polyester. La résistance à la traction des composites a été déterminée en fonction de la fraction volumique et de l'orientation des fibres de ramie. Les composites ont été testés en traction avec des fibres de ramie orientées parallèlement (0) à l'axe de traction et avec différentes configurations de séquence d'empilement (0/90). Les résultats obtenus ont montré que le paramètre principal gouvernant les propriétés de traction des composites était la fraction volumique ramie parallèle à la direction de l'axe de traction. La contribution des fibres de coton s'est avérée minime. En effet, les résultats obtenus pour la résistance à la traction des composites se sont révélés suivre une règle commune de loi des mélanges, sans tenir compte de l'apport des fibres de coton. Des valeurs de résistance à la traction jusqu'à 338% supérieures à celle de la matrice ont été obtenues. Ce qui montre le potentiel de la fibre de ramie comme renforcement dans les composites à fibres lignocellulosiques.

Athijayamani et al [16]. Ont étudié la variation des propriétés mécaniques telles que la résistance à la traction, à la flexion et à l'impact (chocs) des composites hybrides à base de

polyester, et de fibres de roselle et de sisal dans des conditions sèches et humides et ont été préparés avec différents pourcentages % en poids de fibres. Des fibres de roselle et de sisal dans un rapport de 1 : 1 avaient été incorporées dans une résine de polyester à différentes longueurs de fibres. Lorsque la teneur en fibres et la longueur des fibres de roselle et de sisal ont été augmentées, la résistance à la traction et à la flexion du composite a augmenté. Lorsque les échantillons ont été soumis à un environnement humide, une diminution de la résistance à la traction et à la flexion a été observée. Le pourcentage maximal de réduction de résistance à la traction et à la flexion a été observé pour les composites ayant une longueur de fibre de 150 mm et 30% en poids de fibre. Pour la résistance aux chocs, c'était avec les composites de 20% en poids et 150 mm dans des conditions sèches et humides. Le pourcentage de réduction de résistance augmente avec la teneur en fibres et la longueur dans des conditions humides. Une dispersion des valeurs de résistance aux chocs a été identifiée dans les deux conditions. Les caractéristiques d'absorption d'humidité des fibres naturelles sont très importantes pour produire les matériaux composites hybrides de fibres naturelles avec l'effet hybride positif. Les résultats expérimentaux sont comparés aux résultats théoriques et empiriques ou statistiques et se sont avérés être en bon accord.

Perez-Fonseca et al [17]. Ont étudié les composites hybrides de polyéthylène haute densité / agave - coco avec deux teneurs en fibres (20 et 30 % en poids) et différents rapports de fibres coco-agave (1-0, 0,8-0,2, 0,6-0,4, 0,4-0,6, 0,2-0,8 et 0-1) ont été produits dans un processus en deux étapes utilisant l'extrusion à deux vis suivie d'un moulage par injection. L'effet du mélange de deux fibres naturelles différentes et de l'ajout d'un agent de couplage polyéthylène maléaté (PE-g-MA) sur l'absorption d'eau, les propriétés mécaniques et la morphologie ont été rapportés. Les résultats obtenus ont montré que la combinaison de différentes fibres produit des composites aux caractéristiques uniques. Qu'en utilisant uniquement des fibres d'agave, la résistance à la traction diminue avec l'augmentation de la teneur en fibres. Ceci est lié à une mauvaise adhérence interfaciale entre les fibres d'agave (hautement hydrophiles) et la matrice polymère. Les composites hybrides préparés avec des fibres d'agave et de coco sans PE-g-MA ont montré que pour une teneur en fibres de 20%, la résistance à la traction maximale était atteinte avec des teneurs en agave plus élevées (22 MPa), mais dans le cas d'une teneur en fibres de 30%, la résistance à la traction était plus élevée avec des teneurs en coco plus élevées parce que le maximum était atteint pour les composites utilisant uniquement des fibres de coco (23 MPa), et la résistance à la traction était inférieure à celle du PEHD pur (28 MPa). De plus, il a été constaté que l'ajout de PE-g-MA

augmentait la résistance à la traction : 16% (26 MPa) et 19% (25 MPa) pour les composites utilisant des fibres de coco ou d'agave, respectivement. Les résultats du module de traction étaient très similaires pour tous les composites hybrides préparés avec et sans PE-g-MA (environ 400 et 500 MPa pour 20 et 30% de fibres) avant l'absorption d'eau. Mais après l'absorption d'eau, les composites contenant de PE-g-MA ont conservé leurs valeurs de module, tandis que des diminutions ont été observées sans PE-g-MA. La résistance à la flexion sans PE-g-MA était très similaire pour les composites hybrides : environ 24 et 29 MPa pour une teneur en fibres de 20 % et 30 % respectivement (plus de 22 MPa pour le PEHD pur). Les composites hybrides préparés avec un agent de couplage ont montré que l'ajout de PE-g-MA augmentait la résistance à la flexion (6-12%), le maximum étant atteint pour les composites PEHD - coco à 30% (32 MPa), les fibres d'agave et de coco ont des dimensions et une composition chimique différentes, ce qui explique pourquoi les propriétés du coco ont été davantage améliorées par l'ajout de PE-g-MA. Les composites à base d'agave sont plus susceptibles d'absorber de l'eau. L'ajout de coco aux composites à base d'agave a contribué à prévenir cette perte de propriété après l'absorption d'eau. Dans tous les cas, la réduction de la résistance à la flexion (environ 5 %) des composites à base d'agave a été la même pour toutes les combinaisons hybrides. Les valeurs de module de flexion sont très similaires pour toutes les combinaisons hybrides, mais varient en fonction de la teneur en fibres (566 MPa pour le PEHD pur, 900 MPa à 20 % et 1100 MPa à 30 %). On peut observer que la teneur en fibres est un paramètre important lié à l'absorption d'eau. L'ajout de PE-g-MA a eu un effet positif sur le module de flexion en réduisant l'effet de l'absorption d'eau. Les résultats de la résistance aux chocs montrent l'hybridation de composites de coco avec des fibres d'agave produisait des composites ayant une meilleure résistance à l'impact. Par exemple, une combinaison 40 à 60 % (fibres d'agave et de coco) a augmenté cette propriété (par rapport au coco seul) jusqu'à 18 % (de 37 à 44 J/m) sans PE-g-MA et jusqu'à 10 % (de 45 à 49 J/m) avec PE-g-MA. De plus, après absorption d'eau, la résistance à l'impact des composites hybrides a considérablement augmenté, le maximum obtenu étant pour les composites à 30 % de fibre d'agave seule et PE-g-MA après immersion dans l'eau (73 J/m). Enfin il a conclu qu'une combinaison de fibres de coco et d'agave dans le PEHD est une bonne option pour produire des composites hybrides ayant de meilleures propriétés que ceux utilisant uniquement des fibres de coco ou d'agave. Alors que les fibres d'agave améliorent la résistance aux chocs, les fibres de coco améliorent la résistance à la flexion et à la traction et réduisent l'absorption d'eau. Les propriétés des composites avec les deux fibres ont également été améliorées par l'ajout d'un agent de couplage (PE-g-MA), ce qui permet d'obtenir des matériaux ayant une plus grande résistance

à l'impact, à la traction et à la flexion. En général, les propriétés de traction et de flexion des composites ont diminué après l'absorption d'humidité en raison de l'effet des molécules d'eau qui modifient la structure et les propriétés des fibres, de la matrice et surtout de leur interface. L'ajout de PE-g-MA a également contribué à diminuer l'absorption d'eau, limitant ainsi la dégradation des composites lorsqu'ils sont exposés à l'eau. D'autre part, la résistance aux chocs a été augmentée après l'absorption d'eau pour tous les composites hybrides car le gonflement des fibres a rendu plus difficile leur extraction de la matrice.

Rosni Binti et al [18]. Ont étudié les propriétés de traction et de flexion des composites hybrides verts en utilisant des fibres de kénaf, de bambou et de coco pour renforcer la matrice polymère d'acide polylactique (PLA). Les résultats obtenus ont montré que les composites Kénaf bambou-coco /PLA atteignaient une résistance à la traction de 187 MPa, ce qui est supérieur de 20 % et 78 % à ceux du bambou-coco/PLA et du kénaf-coco/PLA, respectivement. Les fibres de bambou et de kénaf présentent des modules d'Young plus élevés et contribuent à des charges de résistance plus élevées au niveau des couches extérieures avec une rigidité élevée, tandis que les fibres de coco présentent des propriétés ductiles. Lorsque la teneur en fibres de coco était élevée (plus de 25 %) dans d'autres composites, une faible teneur en coco se traduisait par une faible ténacité qui présentait un module d'élasticité élevé, utilisés pour des applications structurelles. Une résistance élevée à la flexion a été démontrée par les composites kénaf-bambou-coco/PLA (199 MPa) et bambou-coco/PLA (206 MPa) qui sont 16 % et 20 % plus élevés que ceux du kénaf-coco/PLA. Mais ce sont les composites kénaf/coco/PLA qui ont le module de flexion le plus élevé, soit 70 % de plus que les autres composites.

Jacek et al [19]. Ont faits des études comparatives de l'utilisation d'un système de remplissage hybride sur les propriétés du polypropylène et des composites poly (acide lactique) PE/liège/bois et PLA- liège/bois. La farine de bois a été ajoutée pour améliorer les performances initialement médiocres des matériaux composites à base de liège. Le système hybride liège/charge de bois utilisé au cours de cette étude a été introduit dans le système polymère par un procédé de moulage par extrusion/injection en deux étapes et de 10, 20 et 30 % en poids. Les échantillons ont été soumis à une analyse thermomécanique et structurelle détaillée. La méthode d'hybridation étudiée a été mise en œuvre avec succès, ce qui a permis d'améliorer les caractéristiques mécaniques par rapport aux composites de PE-liège. L'analyse de la densité, combinée aux observations structurelles, a confirmé des changements

significatifs dans la morphologie du liège, y compris la perte de la structure cellulaire, due au cisaillement élevé du processus de moulage par injection. Les résultats favorables des tests d'absorption d'eau indiquent l'utilisation potentielle du liège pour améliorer la stabilité dimensionnelle des composites.

Ratanawilai et al [20]. Ont étudié les effets de deux types de farine de bois, la farine de mésocarpe de palmier à huile (OMF) et la farine de bois d'hévéa (RWF), ainsi que la taille de leurs particules sur les propriétés mécaniques, physiques et thermiques des composites de polypropylène recyclé (PPR) renforcés de farine de bois. Les matériaux composites ont été transformés en panneaux à l'aide d'une extrudeuse à deux vis. Les composites à base de RWF ont montré des propriétés de flexion, de traction et de compression (résistance et module) ainsi qu'une dureté et une stabilité thermique plus élevées que les composites à base d'OMF pour les mêmes tailles de particules. Cependant, la distribution de la RWF dans la matrice de la PPR était moins homogène que celle des composites à base de RPP/OMF. De plus, une diminution de la taille des particules de charge pour les composites à base de PPR/OMF ou de RWF a augmenté les propriétés de flexion, de traction, de compression et de dureté. De même, la stabilité thermique des composites OMF et RWF n'a pas été affectée de manière significative par la taille des particules.

Rodriguez et al [21]. Ont étudié l'effet de la taille et du contenu des fibres d'érable sur l'autohybridation des composites de polyéthylène basse densité linéaire (PEBDL). Les échantillons ont été mélangés par une extrudeuse à deux vis et moulés par moulage par compression. Différentes charges de fibres (5 à 20% en poids), tailles de fibres (0-425 microns) et rapports de tailles (30/70, 50/50, 70/30 de fibres courtes, moyennes et longues) ont été utilisées pour préparer l'auto-composites hybrides avec 3% d'agent de couplage (polyéthylène maléaté). Tout d'abord, les micrographies MEB et les résultats de résistance aux chocs ont montré que le contenu et le rapport des fibres ont un effet direct sur la morphologie générale des composites et des composites auto-hybrides, et que la rupture dans les composites auto-hybrides dépend principalement des fibres plus longues. Il a également été démontré que la taille et le rapport des fibres affectaient les propriétés thermiques (températures de fusion et de cristallisation) des composites auto-hybrides. Pour les composites PEBDL/érable, les fibres longues (355-425 μm) ont amélioré le module de traction de 27% et la résistance aux chocs de 39%. Pour le mélange de différentes tailles de fibres (auto-hybridation). À 10% en poids, le rapport optimal était de 30/70 de fibres courtes

/longues, ce qui améliorerait la résistance à la traction (20%), le module de traction (20%) et la résistance aux chocs (13%) par rapport aux composites avec une seule taille de fibre.

Herrera-Franco et Valdez-Gonzalez [22]. Ont mené une étude de l'effet de la nature de l'agent de modification sur les propriétés mécaniques des composites polyéthylènes haute densité (PEHD) fibres d'henequen. Les fibres ont été modifiées par une solution alcaline de 2% de NaOH pendant 1 heure à une température de 25 °C, et par l'utilisation d'un agent de couplage vinyltris (2 méthoxy-ethoxy) silane (Silane A-172) à une concentration de 1%. Les composites PEHD/fibres ont été préparés à un taux de 20% de fibres. Les résultats ont montré que les propriétés mécaniques sont en fonction de type de modification et de l'orientation des fibres. Ils ont observé une augmentation de 20 et 30% pour la résistance et l'allongement à la rupture respectivement.

A. Boukerrou et N. Hamour. [23]. Ont étudié l'effet de la variation de la fraction massique et de la longueur des fibres courtes d'alfa sur le comportement d'un composite PVC /Alfa. Les résultats ont montré que ; en augmentant le pourcentage des fibres, le module d'Young augmente, mais la contrainte et l'allongement à la rupture diminuent. En outre, ils ont prouvé que la présence de fibre de petite taille (160µm) améliore l'adhérence avec le polymère et diminue ainsi l'absorption en eau du composite.

Mohanty et al. [24]. Se sont intéressés à l'influence de la modification chimique de la surface des fibres de jute sur les propriétés des composites polyester/fibres de jute. Les composites à fibres modifiées ont montré de bonnes propriétés comparativement aux composites à fibres non traitées, et plus de 40% d'amélioration de la résistance à la traction pour les composites à fibres traitées. Le taux de fibres a une influence sur les propriétés du composite. Un taux de fibres de (30% en poids) présente des propriétés mécaniques.

F.Z. Arrakhiz et M. Elachaby [25]. Ont étudié l'effet de trois fibres : la fibre d'Alfa, la fibre de Coco et la fibre de Bagasse, sur une matrice en polypropylène. Le meilleur résultat pour le module d'Young, une augmentation de 75% par rapport au PP pur, a été trouvé avec un renforcement de 30% de fibre d'Alfa.

EM. Maafi et L. Tighzert. [26]. Ont varié la fraction massique des fibres courtes dans un composite à matrice en polyuréthane à base de l'huile de ricin. Leurs résultats ont montré que les propriétés thermiques et mécaniques du composite étaient améliorées par la présence des fibres d'Alfa. En outre, cette amélioration augmente d'une façon linéaire avec le

pourcentage des fibres incorporées jusqu'à 20%. Au-delà de cette valeur, les propriétés mécaniques du composite diminuent.

S. Ben Brahim et al. [27]. Ont étudié la variation de la fraction du volume et l'orientation des longues fibres d'alfa sur le comportement d'un composite à matrice en polyester. Leurs études ont révélé que le module d'Young et la contrainte à la rupture augmente en fonction de la fraction de volume des fibres ; alors que, les propriétés mécaniques diminuent lorsque l'angle entre l'orientation des fibres et la sollicitation augmente.

En revanche, plusieurs facteurs peuvent influencer les caractéristiques des fibres végétales **J. Gassan et Bledski. [28], Fink et al. [29].** En effet, on constate pour la même fibre une dispersion de forme, de propriétés mécaniques physiques et thermiques. Cette variation est due à l'origine de la plante, sa variété, les conditions de sa croissance et la saison de sa récolte. En outre, l'endroit de prélèvement des fibres dans la tige peut aussi influencer les résultats **Charlet et al. [30], Charlet et al. [31], Duval et al. [32].** Toutes ces contraintes entravent actuellement l'industrialisation de ces fibres à grand échelle.

Al Maadeed et al. [33]. Ont étudié l'effet du taux de charge (farine de palmier) sur les propriétés des composites à base de polyéthylène basse densité renforcé par la farine de palmier à différents taux variant de 10 à 70 (% en poids). Les résultats trouvés ont montré que le module d'Young et la résistance en flexion ont augmenté avec l'augmentation du taux de charge. Les composites à un taux de farine de 70% ont la valeur du module d'Young et la résistance en flexion les plus élevées ; le module d'Young a augmenté de plus de 13 fois que celui le PEBD vierge. Les résultats de ce travail ont montré aussi que le taux d'absorption d'eau a augmenté avec l'augmentation du taux de farine. Ces résultats expliquent l'importance de la quantité des constituants comme paramètres influençant les propriétés des composites polymère/fibres végétales.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Pothan, A.Laly et al, « Dynamic mechanical and dielectric behavior of bananaglass hybrid fiber reinforced polyester composites », *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 29.8 (2010).
- [2] Amir Nourbakhch, Mojgan KouhpaYehzaDdeh, « Mechanical properties and water absorption of fiber-reinforced polypropylene composites prepared by bagasse and beech fiber », *Journal of Applied Polymer Science*, 114, 653-657, (2009).
- [3] R.Jumaidin, SM .Sapuan, M. Jawaid, MR. Ishak, J.Sahari, « Thermal, mechanical and physical properties of seaweed/sugar palm fiber reinforced thermoplastic sugar palm starch/agar hybrid composites », *International Journal of Biological Macromolecules*, 97, 606–615, (2017).
- [4] A.Edhirej, SM.Sapuan, M. Jawaid, NI. Zahari, « Cassava/sugar palm fiber reinforced cassava starch hybrid composites: Physical, thermal and structural properties », *International Journal of Biological Macromolecules*, 101, 75–83, (2017).
- [5] F.Sarsini, J.Tirillo, D.Puglia, F.Dominici, C.Santulli, K.Boimau, T.Valante, L.Torre, « Biodegradable poly – caprolactone based composites reinforced with ramie and borassus fibers », *Composite Structures*, 167, 20–29, (2017).
- [6] Surendra, K.Venkateswara, Rao.KV, PP.Chandu, « Fabrication and Investigation of Mechanical Properties of Sisal, Jute & Okra Natural Fiber Reinforced Hybrid Polymer Composites », *International Journal of Engineering Trends and Technology*, 19, 2231-5381, (2015).
- [7] Vasanta, Cholachaguddal, PA.Udayakumar, Ramalingaiah, « Mechanical Characterization of Coir and Rice Husk Reinforced Hybrid Polymer Composite », *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology (IJIRSET)*, 2319- 8753, (2013).
- [8] M.Thiruchitraambalam, A.alavudeen, A.athijayamani, N.Venkateshwaran, A.Elaya Perumal, « Improving Mechanical Properties of Banana/Kenaf Polyester Hybrid Composites

Using Sodium Lauryl Sulfate Treatment », *Journal of Materials Physics and Mechanics*, 8, 165- 173, (2009).

[9] Maya Jacob, Sabu Thomas, KT. Varughese, « Mechanical properties of sisal/oil palm hybrid fiber reinforced natural rubber composites », *Composites Science and Technology*, 64, 955–965, (2004).

[10] G. Venkata Reddy, S. Venkata Naidu Annapur, T. Shobha Rani, M. C. S. Subha, « Compressive, Chemical Resistance and Thermal Studies on Kapok/Sisal Fabrics Polyester Composites ». *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 28, 1485-1494, (2009).

[11] Es. Zainudin, L H. Yan, Wh .Haniffah, et al, « Effect of coir fiber loading on mechanical and morphological properties of oil palm fibers reinforced polypropylene composites », *Journal of Polymers and Polymer Composites*, 35, 1418-1425, (2014).

[12] Maya Jacob John, D .Rajesh, Anandjiwala, « Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites », *Journal of Polymers and Polymer Composites*, 29, 187-207, (2008).

[13] FZ.Arrakhiz, M.Malha, R.Bouhfid, K.Benmoussa, A.Qaiss, « Tensile, flexural and torsional properties of chemically treated alfa, coir and bagasse reinforced polypropylene », *Composite Engineering Part B*, 47, 35–41, (2013).

[14] H.Essabir, MO.Bensalah, D.Rodrigue, R.Bouhfid, A.Qaiss, « Structural, mechanical and thermal properties of bio-based hybrid composites from waste coir residues : Fibers and shell particles », *Mechanics of Materials*, 93, 134–144, (2016).

[15] C.Piavajunior, L.Decarvalho, V.Fonesca, S.Montiero, JR.D’Almeida, « Analysis of the tensile strength of polyester/hybrid ramie–cotton fabric composites », *Polymer Testing*, 23, 131–135, (2004).

[16] A.AThujayamani, M.Thiruchitrambalam, U.Natarajan, B. Pazhanivel, « Effect of moisture absorption on the mechanical properties of randomly oriented natural fibers/polyester hybrid composite », *Materials Science and Engineering : A*, 517, 344–353, (2009).

- [17] AA.Perez-Fonesca, M.Areliano, D.Rodrigue, R.Gonzalez-Nunez, Robeldo-Ortiz JR, « Effect of coupling agent content and water absorption on the mechanical properties of coir-agave fibers reinforced polyethylene hybrid composites », *Materials and Design* 64, 35–43, (2014).
- [18] Rosni Binti Yusoffa, Hitoshi Takagib, Antonio Norio Nakagaito, « Tensile and flexural properties of polylactic acid-based hybrid green composites reinforced by kenaf, bamboo and coir fibers », *Industrial Crops and Products*, 94, 562–573, (2016).
- [19] Jacek Andrzejewski, Marek Szostak, Mateusz Barczewski, Patrycja Łuczak, « Cork-wood hybrid filler system for polypropylene and poly (lactic acid) based injection molded composites. Structure evaluation and mechanical performance », *Composites Engineering*, 163, 655-668, (2019).
- [20] T.Ratanawilai, K.Nakawiro, A.Deachsrijan, C.Homkhiew, « Influence of wood species and particle size on mechanical and thermal properties of wood polypropylene composites », *Fibers and Polymer*, 15, 2160–2168, (2014).
- [21] W. Rodriguez Castellanos, D.Rodrigue, « Auto-hybridization of polyethylene/maple composites : The effect of fiber size and concentration », *Journal of Polymers and Polymer Composites*, 25, 471-482, (2016).
- [22] P. J. Herreara-Franco, A. Valdez-Gonzalez, « A study of mechanical properties of short natural fiber reinforced composites », *Composites Part B : Engineering* 36(8), 597-608, (2005).
- [23] A. Boukerrou, N. Hamour, H. Djidjelli, D. Hammiche, «Effect of the Differen Sizes of the Alfa on the Physical, Morphological and Mechanical Properties of PVC/Alfa Composites, *Macromolecular Symposia*, », Vol 321-322, issue 1, Pages 191-196, (2012).
- [24] A.K. Mohanty, M.A. Khan, G. Hinrichsen, « *Compos. Sci. Technol* », vol. 60, 1115, (2000).
- [25] F.Z. Arrakhiz, M. Elachaby, « Mechanical and thermal properties of polypropylene reinforced with Alfa fiber under different chemical treatment », *Materials and Design* 35 318–322, (2012).

- [26] EM. Maafi, L.Tighzert, « Elaboration and Characterization of Composites of Castor OilBased Polyurethane and Fibers from Alfa Stems», Published online **26 May 2010**.
- [27] S. Ben Brahim, R. Ben Cheikh, « Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfapolyester composite », *Composites Science and Technology*, 67 140–147, (2007).
- [28] J.Gassan, A.K. Bledski, « Modification methods on nature fibres and their influence on the properties of the composites *Plastics* », 54 (2) pp. 2552–2557, (1996).
- [29] HP.Fink, J.Ganster, J.Fraatz, M.Nywt, « Relations between structure and mechanical properties of cellulosic man-made fibres. In : Akzo-Nobel Viscose Chemistry Seminar “Challenge in Cellulosic Man-Made Fibres », Stockholm, (1994).
- [30] K.Charlet, C.Baley, C.Morvan, J.P.Jernot, M.Gomina, J.Breard, « Characteristics of Hermès flax fibres as a function of their location in the stem and properties of the derived unidirectional composites », *Composites part A*, 38,8 pp. 1912- 1921. (2007).
- [31] K.Charlet, J.P.Jernot, M.Gomina, J.Breard, C.Morvan, C.Baley, « Influence of an Agatha flax fibre location in a stem on its mechanical, chemical and morphological properties », *Composite Science & Technology*, 69, 9, pp.1399-1403, (2009).
- [32] A.Duval, A.Bourmaud, L.Aaugier, C.Baley, « Influence of the sampling area on the stem on the mechanical properties of hemp fibers », *Materials Letters*, Disponible en ligne depuis le **26 novembre 2010**.
- [33] M.A. Almaadeed, Z.Nogellova, M.Micusik, I.Novak, I.Krupa, « Mechanical, sorption and adhesive properties of composites based on low density polyethylene filled with date palm wood powder », *Materials and Design*, Vol. 53, pp. 29– 37, (2014).



CHAPITRE III

*Matériaux utilisés et
techniques
expérimentales*



Ce chapitre sera consacré à la présentation des différents matériaux utilisés pour l'élaboration des composites à savoir les charges, la matrice utilisée ainsi que les caractéristiques de chacune d'elles, les procédés utilisés pour la préparation des échantillons (formulations) et les différentes techniques de caractérisation seront également présentées.

III.1. Présentation des matériaux utilisés

III.1.1. Polyéthylène haute densité (PEHD)

Dans notre travail nous nous sommes intéressés à l'étude des composites à base d'une matrice en PEHD. Le choix de cette matrice est justifié par le fait que le PEHD est un polymère thermoplastique connu pour sa résistance à l'abrasion, à la corrosion et à la fatigue. Il est largement utilisé dans de nombreux domaines, notamment l'emballage, l'ingénierie des pipelines, etc[1].

Le polymère utilisé est le polyéthylène haute densité de type PEHD 5502. Produit par le complexe CP2K (Skikda), commercialisé sous forme de poudre d'une couleur blanche, comme l'indique la **Figure III.1**.



Figure III.1 : Photo représentatif du PEHD 5502 sous forme d'une poudre.

Tableau III.1 : Principales caractéristiques du PEHD 5502[1].

Caractéristiques	Méthodes	Valeur
Indice de fluidité (2.16 kg/190°C)	ASTM D1238	0,27-0,43 g/10 min
Densité (23°C)	ASTM D1505	0,9540-0,9580 g/cm ³
Dureté, Shore D	ASTM D2240	41
Résistance à la traction à la rupture (50mm/min)	ASTM D 638 (Type IV)	28 MPa
Elongation à la rupture (50mm/min)	ASTM D 638 (Type IV)	> 600 %
Module de flexion	ASTM D 790	1200 MPa
Résistance à la fissuration sous contrainte (ESCR), F50	ASTM D 1693	20 h

III.1.2. Farine du bois

Dans cette étude, la farine de bois utilisée comme charge naturelle est issue de l'arbre de Pin d'Alep, originaire de la wilaya de Djelfa. La farine du bois est récupérée d'une chaîne de transformation de bois, au niveau de l'entreprise nationale de transformation de bois «Transbois », située à l'arrière port de Béjaia. Les troncs d'arbres utilisés ont été dénudés de la couche morte extérieure, ensuite broyés par deux broyeurs de types « BROUKS » et «PALMAN ». A la sortie de ces broyeurs, une farine très fine est récupérée [2].

La poudre de la farine de bois est préparée pour obtenir une charge fine avec une granulométrie homogène ayant un diamètre inférieur à $63\ \mu\text{m}$ ($< 63\ \mu\text{m}$).



Figure III.2 : Photo représentatif du Farine de bois.

III.1.3. Son de blé

Le Son de blé est la deuxième charge utilisée dans la préparation des composites, elle est récupérée après le broyage du blé. Ensuite, tous les grains sont enlevés pour garder le son seul.

La poudre de son de blé est préparée pour obtenir une charge fine avec une granulométrie homogène ayant un diamètre inférieur à $63\ \mu\text{m}$ ($< 63\ \mu\text{m}$).



Figure III.3 : Photo représentatif du Son de blé.

III.2. Techniques expérimentales

III.2.1. Préparation des charges de Farine de bois et Son de blé

➤ **Broyage**

Le son de blé a subi un broyage mécanique au niveau de la minoterie de Kerkra (Skikda).

➤ **Tamisage**

Pour avoir les mêmes dimensions, les charges broyées ont subi une analyse granulométrique au niveau du laboratoire de Génie Civil (université Skikda), en utilisant un tamis selon la norme ISO 3310. La marque de la tamiseuse est Retsch, modèle AS200 basic.



Figure III.4 : Tamiseuse d'analyse de type AS200 basic.

III.2.2. Préparation des composites (PEHD/Farine de bois/Son de blé)

Les différentes formulations choisies pour la préparation de nos échantillons sont données dans le tableau suivant :

Tableau III.2 : Les compositions massiques des différentes formulations.

Compositions	PEHD (% massique)	Farine de bois (% massique)	Son de blé (% massique)
PEHD	100	0	0
PEHD/Farine de bois	80	20	0
PEHD/Son de blé	80	0	20
PEHD/Farine de bois/Son de blé	80	10	10

La mise en œuvre des matériaux composites à matrice thermoplastique, chargée par les charges végétales, passe par deux étapes principales : le malaxage qui permet de mélanger les différents composants à l'état fondu, découpé en petits morceaux et suivi d'une thermocompression pour préparer les plaques pour les différents tests. Les conditions de mise en œuvre sont choisies de façon à homogénéiser la dispersion de la charge dans la matrice polymère sans dégrader ni la matrice ni la charge.

III.2.2.1. Le calandrage

Les pré-mélanges PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé sont réalisés dans un mélangeur à double cylindre (Calandre) de marque IQAP LAP (**Figure III.5**) à l'unité « CP2K, Skikda ». La vitesse de rotation des deux cylindres est de l'ordre de 32 tr/mn et leur température a été fixée à 170°C. Après 8min, on récupère les films des composites de 1mm d'épaisseur (**Figure III.6**) qui vont servir à la préparation des différents échantillons par le procédé de moulage par compression.

**Figure III.5** : Procédés de malaxage.

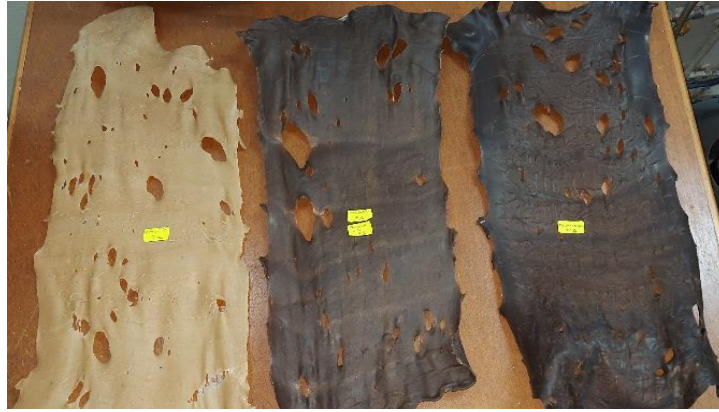


Figure III.6 : Les films obtenus après le malaxage.

Après le processus de malaxage nous avons obtenu un mélange de PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé, que nous éminçons en petits morceaux (2 à 3 cm), à l'aide d'une coupeuse manuelle pour être placés dans des moules pour la fabrication d'échantillons sous forme d'haltères et carrés pour être utilisés ensuite dans les différents tests de caractérisation.



Figure III.7 : Eminçage des feuilles.

III.2.2.2. Moulage par compression

Les éprouvettes destinées aux essais mécaniques (choc, traction et dureté), physique (absorption d'eau et densité), rhéologique (indice de fluidité) et morphologique (microscopie optique) ont été réalisées au niveau de laboratoire de Génie des Procédés de l'université de 20 août 1955-Skikda, par moulage par compression dans une presse hydraulique thermo-compression de marque CARVER (**Figure III.8**).

Les films obtenus par calandrage sont découpés en petits morceaux puis introduits entre les deux feuilles de téflon isolant intercalées entre les deux plaques métalliques de la

presse hydraulique, chauffés à une température de 190°C, pendant un temps de séjour de 15 minutes dont 7 minutes pour le préchauffage et 8 minutes pour la compression et le dégazage.

A leur sortie de la presse, les échantillons ont été refroidis à l'air libre puis extraits délicatement du moule.

Différentes formes d'échantillons d'épaisseur de 3 mm sont obtenues qui feront l'objet de différentes caractérisations.



Figure III.8 : Presse hydraulique.

III.3. Techniques de caractérisation des matériaux élaborés

Cette partie décrit les différentes techniques utilisées pour la caractérisation mécanique, rhéologique, physique et morphologique des matériaux composites élaborés.

III.3.1. Essais mécaniques

III.3.1.1. Essai de traction

Les propriétés mécaniques d'un matériau sont généralement déterminées à partir de forces extérieures qu'on applique sur le matériau. Ces propriétés dépendent de la température d'utilisation, de l'état de surface, des conditions d'applications et de la vitesse de déformation. Elles sont déterminées, avec un intervalle de précision, au moyen d'essais normalisés.

L'essai en traction simple est un essai très répandu pour la caractérisation des matériaux. Il consiste en un allongement forcé d'une éprouvette en mesurant en même temps la force nécessaire à chaque instant. Le résultat d'un tel essai est la contrainte nominale σ , en fonction de la déformation nominale ε , ce qui est résumé dans une courbe de traction[2](Figure III.9).

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

$$\varepsilon(\%) = \frac{L - L_0}{L_0} \times 100$$

Où :

F : Force

A : Surface

L : Longueur de l'échantillon

L₀ : Longueur initiale de l'échantillon

σ : Contrainte

ε : Allongement

Les courbes typiques $\sigma = f(\varepsilon)$ obtenues pour les différents matériaux sont représentés sur la Figure III.9.

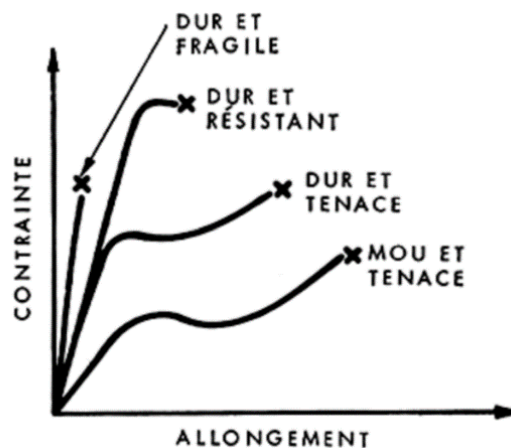


Figure III.9 : Courbes typiques d'essais de traction pour différents matériaux.

La mesure des propriétés mécaniques à la rupture des échantillons est réalisée avec une machine de traction de marque TestGmbH (Figure III.10) à la température ambiante sur des échantillons découpés sous forme d'haltères de type « H » ayant les dimensions (92 x 13 x 3) mm³, selon la norme ASTM D638. La vitesse de déformation est fixée à 20 mm/min.



Figure III.10 : Vue d'ensemble de la machine de traction Test GmbH.

III.3.1.2. Dureté Shore D

C'est une propriété complexe à mesurer qui exprime la résistance à la déformation. Elle est normalement déterminée selon des méthodes légèrement modifiées initialement employées dans les essais des métaux, les normes applicables étant les normes ASTM D 785-51 et ASTM D-2240.

Le principe de ces essais est la mesure de l'entaille provoquée par l'application d'une bille en acier ou d'un cône en diamant sous une charge standard. Des dispositifs de pénétration de tailles différentes sont employés pour les différentes gammes de dureté[3].

➤ Protocole expérimental

Selon la norme ASTM D-2240 les échantillons en plaque de 6 mm d'épaisseur sont préparés à l'aide de la presse, ils sont placés ensuite sous l'aiguille. En agissant sur le bras du levier jusqu'à la pénétration de l'aiguille on peut lire la valeur indiquée par celle-ci (**Figure III.11**). Trois essais sont réalisés en différents points, puis la moyenne est calculée [3].



Figure III. 11: Appareillage de mesure de la dureté Shore D.

III.3.1.3. Essai de choc IZOD

La méthode la plus courante est connue sous la référence IZOD (ISO 180). Elle est très utilisée aux Etats-Unis (ASTM D-256), mais limitée en France à la caractérisation des polystyréniques (T51-911 identique à la norme ISO 180 et voisine de la norme ASTM D-256).

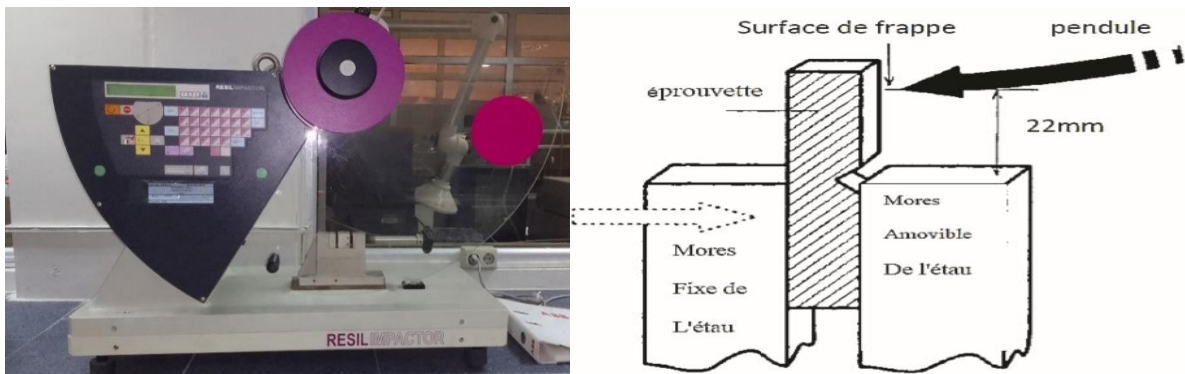


Figure III.12 : Appareillage et Agencement expérimental pour le calcul de la résilience IZOD.

A partir d'une plaque de 3.17 mm d'épaisseur on confectionne des échantillons de dimensions : $L = 100$ mm et $l = 12,7$ mm à partir de découpeuse **Figure III.12** sur les quels une entaille centrale (en V) de 2,5 mm de profondeur est réalisée. Les **Figures III.13** et **III.14** montrent les éprouvettes avant et après le test. Pour un souci de reproductibilité des résultats, trois essais sont réalisés et la valeur moyenne est retenue[3].

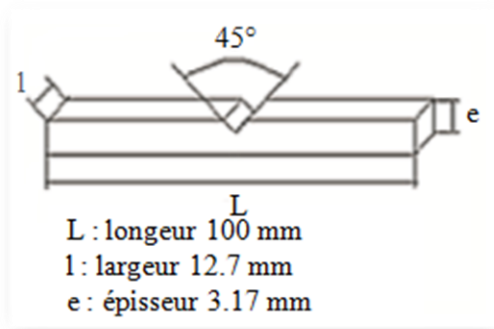


Figure III.13 : Eprouvette avant le test.

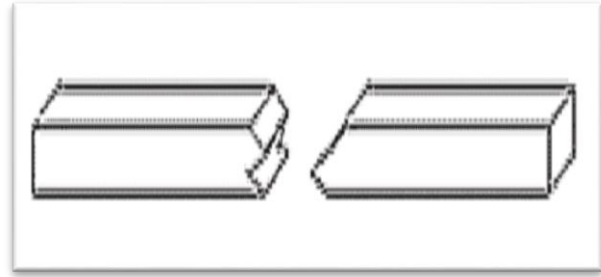


Figure III.14 : Eprouvette après le test.

III.3.2. Etude des propriétés rhéologiques

III.3.2.1. Mesure de l'indice de fluidité

Le principe de cet essai consiste à mesurer la masse de la matière thermoplastique fondue traversant une filière pendant un certain temps sous l'action d'une charge définie appliquée sur le piston. L'indice de fluidité exprimé en g/10min donne un renseignement sur la viscosité du polymère et donc sur sa masse moléculaire[4].

L'indice de fluidité a été déterminé au moyen d'un plastomètre d'extrusion (fluidimètre) équipée d'un fourreau chauffé à 230°C. On introduit 03 à 04 g de matière à analyser à l'intérieur du fourreau, ce dernière est poussée vers la filière à l'aide d'un piston chargé d'un poids de 2.16 Kg selon la norme : ISO 1133[5].

L'indice de fluidité s'exprime par :

$$IF = 600 * \frac{\text{masse de l'extrudat}}{\text{temps d'écoulement}} (g/10min)$$

III.3.3. Etude des propriétés physiques

III.3.3.1. Test d'absorption d'eau

Le test d'absorption d'eau consiste à sécher des échantillons dans une étuve à 80 °C pendant 24h. Après séchage, on pèse les échantillons dans une balance analytique de précision 0.0001g. Par la suite les échantillons sont immergés dans l'eau distillée à une température de laboratoire de 27°C, Le pourcentage d'augmentation de leur poids a été mesuré toutes les 24 heures, ce qui représente leur pourcentage d'absorption d'eau pendant cette durée. Toutes les 24 heures, les échantillons étaient retirés de l'eau et rapidement séchés de l'excès d'eau de surface, leur poids était pris dans les 10 à 15 secondes pour éviter une trop grande erreur due à l'évaporation. La différence entre la masse après chaque immersion de 24

h et la masse initiale séchée l'étuve, par rapport à la masse initiale séchée l'étuve a permis de déterminer l'absorption d'eau du composite pour jour-là. Cette valeur a été prise pendant 30 jours pour voir la tendance de l'absorption d'eau dans les composites[5].

Les échantillons prélevés sont pesés et la variation de masse est donnée par la formule suivante :

$$\Delta m(\%) = \frac{m - m_0}{m_0} * 100$$

Avec : **m₀** : La masse des échantillons avant immersion ;

m : La masse des échantillons après immersion.

III.3.3.2. Détermination de la densité

La densité apparente est mesurée par la méthode pycnométrique, selon la norme NFT51-063. L'eau distillée est le solvant de déplacement utilisé qui assure une bonne mouillabilité de l'échantillon[2], exprimée par :

$$d = \frac{\rho(M_2 - M_1)}{(M_4 - M_1) - (M_3 - M_2)}$$

Avec :

ρ : Densité de l'eau ;

M₁ : Poids du pycnomètre à vide;

M₂ : Poids du pycnomètre contenant la prise d'essai;

M₃ : Poids du pycnomètre contenant la prise d'essai et l'eau;

M₄ : Poids du pycnomètre contenant l'eau de déplacement.

III.3.4. Caractérisation morphologique par microscopie optique

Afin d'étudier la morphologie des matériaux et vérifier la dispersion des fibres dans les matériaux composites, la microscopie optique est utilisée pour prendre des photos de surface des films obtenus. L'appareillage utilisé est un microscope optique de marque OPTIKA Microscopes ITALY.



Figure III.15 : L'appareillage de microscope optique.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] FICHES TECHNIQUES, CP2K (L'UNITE PEHD DE SKIKDA), page « 5 »
- [2] Dairi Badrina, «Effet de la taille des fibres lignocellulosiques sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites polychlorure de vinyle/Farine de bois», Mémoire de Magister en Génie des Polymères, Université Abderrahmane Mira Béjaïa, (2010).
- [3] Chettoum Hacene, «Synthèse et caractérisation des composites PEHD/CaCO₃», Mémoire de Master, Université de 20 Aout 1955 SKIKDA, (2016).
- [4] Souakir Meriem, «Élaboration et caractérisations des composites hybrides PEHD/fibres PET recyclés/montmorillonite organophile : Étude des effets de la composition et du traitement de surface de la fibre PET», Mémoire de Magister, Université Setif 1, (2014).
- [5] Krim Salem, «étude et caractérisation des matériaux composites à base de polypropylène chargé avec la farine de grignon d'olive», Mémoire de Magister, Université Abderrahmane Mira Béjaïa, (2009).



CHAPITRE IV

Résultats et discussion



Les résultats obtenus des différents tests effectués sur les différents échantillons sont présentés et discutés dans ce chapitre. Les propriétés rhéologiques, physiques, morphologique et mécaniques ont été étudiées pour les matériaux composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de Bois/Son de Blé.

IV.1. Caractérisation de la farine de bois

IV.1.1. Caractérisation physico-chimique de la farine de bois

Les principales caractéristiques physico-chimiques de la farine de bois, telles que la densité, le taux d'humidité, le taux de matière cellulosique et le taux de matière minérale (taux de cendres) sont obtenues expérimentalement par *Dr. Badrina DAIRI* au niveau du laboratoire des Matériaux Polymères Avancés (LMPA), Université de Bejaia.

Les valeurs des différentes caractéristiques de la farine de bois sont rapportées en **Tableau IV.1**.

Tableau IV.1 : Caractéristiques physico-chimiques de la farine de bois [1].

Caractéristiques	Farine de bois
Taux de matière minérale (TMM)	12,48%
Taux de matière cellulosique (TMC)	38,70 %
Taux d'humidité (TH)	4,04 %
Densité	0,8091

IV.2. Caractérisation des matériaux composites élaborés

Les propriétés rhéologiques, mécaniques, physiques et morphologique des différentes formulations des composites élaborées ont été étudiées.

IV.2.1. Caractérisation rhéologique

IV.2.1.1. Mesure de l'indice de fluidité (Melt Flow Index : MFI)

L'indice de fluidité (IF ou MFI) est le test le plus couramment utilisé dans l'industrie des polymères et parfois la seule information rhéologique utilisée. Il est indicatif des caractéristiques d'écoulement et donc la transformabilité du polymère à l'état fondu [2].

La variation de l'indice de fluidité de différents composites élaborés PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé est représentée sur la **Figure IV.1**.

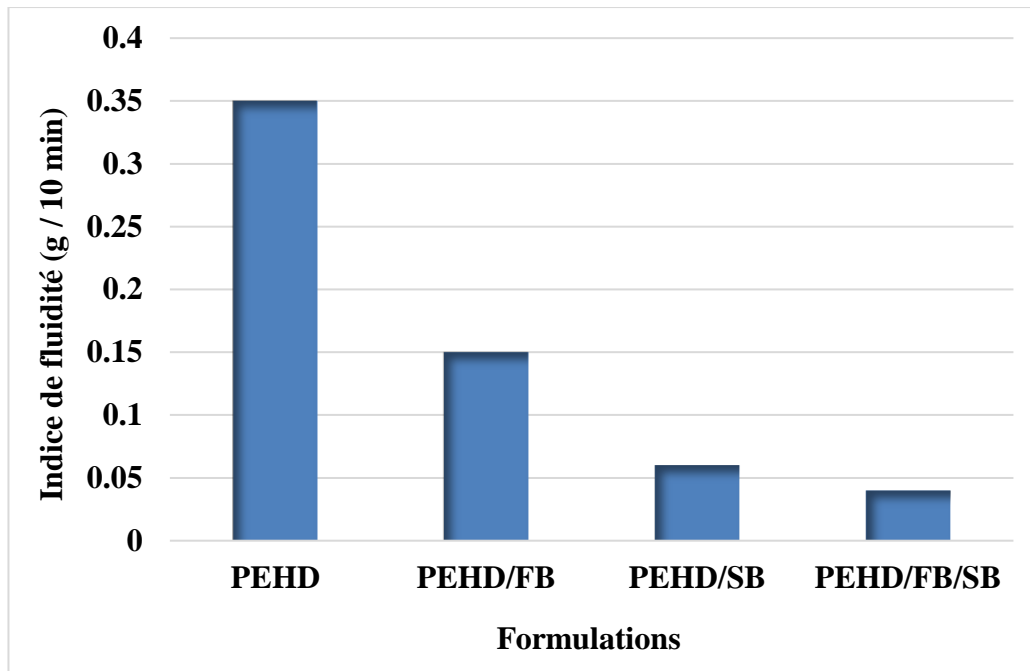


Figure IV.1 : Evolution de l'Indice de fluidité de différents composites élaborés, PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé.

La **Figure IV.1** illustre la variation de l'indice de fluidité de différents composites élaborés PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé. On constate que l'indice de fluidité pour les composites PEHD/FB, PEHD/SB et PEHD/FB/SB est inférieur à ceux de PEHD vierge. Ceci est dû à l'agglomération de deux charges (FB/SB) qui constitue des obstacles aux mouvements libres des chaînes polymériques et empêchent l'écoulement du matériau. Ces résultats concordent avec ceux trouvés par **Ikhlef et al [3]**.

IV.2.2. Caractérisations physiques

IV.2.2.1. La densité

La faible densité du matériau lignocellulosique est l'un des avantages majeurs de son utilisation comme charge dans les composites à base de thermoplastique. La connaissance de la valeur de la densité de la farine de son de blé et la farine de bois permet de prévoir la masse d'une construction à base de ces matériaux [1].

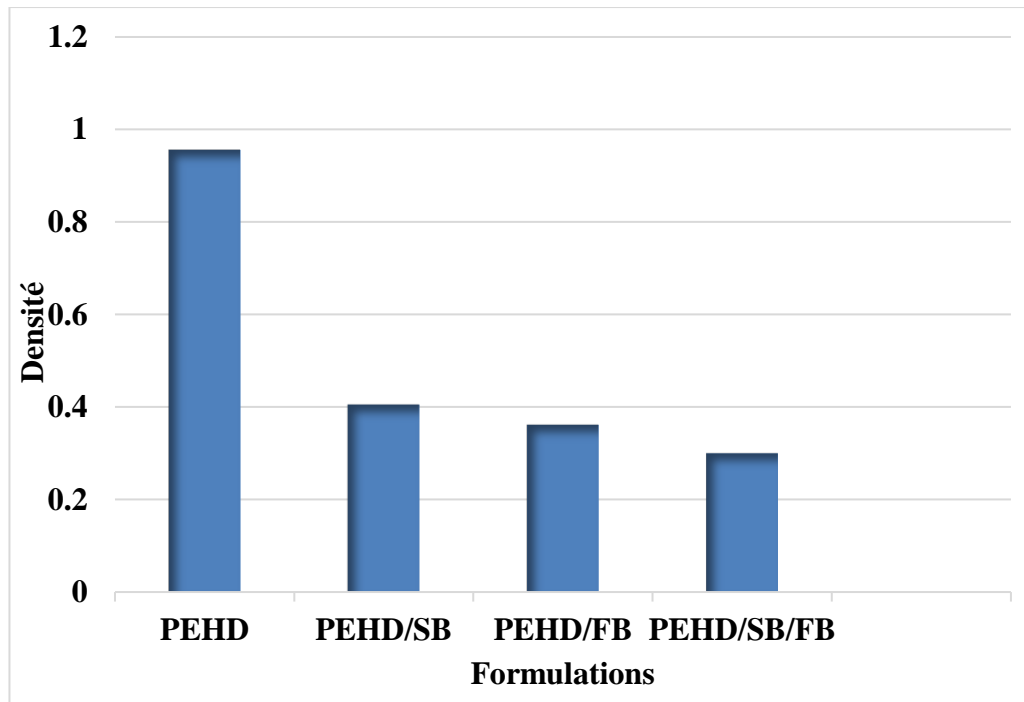


Figure IV.2 : Evolution de la densité de différents composites élaborés PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois et PEHD/Son de blé/Farine de bois.

Les résultats du test de densité des composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé présentés dans la **Figure IV.2**, montrent qu'il y a une diminution de la densité avec les différentes charges (farine de bois et son de blé) incorporée dans la matrice PEHD.

La mesure révèle que la densité de la farine de bois et de la farine de son de blé est de l'ordre de 0,8091, 0,6543 respectivement. A cet égard, l'incorporation des deux charges dans le polyéthylène haute densité conduit à l'obtention des composites PEHD/FB, PEHD/SB et PEHD/FB/SB à faible densité. Les résultats trouvés concordent parfaitement avec ceux de **B.DAIRI [1]**.

IV.2.2.2. Test d'absorption d'eau

L'humidité est un paramètre important pour les fibres végétales utilisées comme renforts dans les composites. Ces fibres présentent un caractère hydrophile et subissent ainsi des déformations importantes lorsqu'elles se trouvent dans une atmosphère humide. Ceci a plusieurs effets sur l'adhésion ainsi que sur les caractéristiques mécaniques du produit. L'eau absorbée conduit à un gonflement des charges et la structure de la matrice

peut aussi être affectée par l'absorption d'eau telle qu'une réorientation de la chaîne et son rétrécissement [5].

L'évolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé en fonction du temps, après un mois d'immersion dans l'eau distillé sont illustrées sur la **Figure IV.3**.

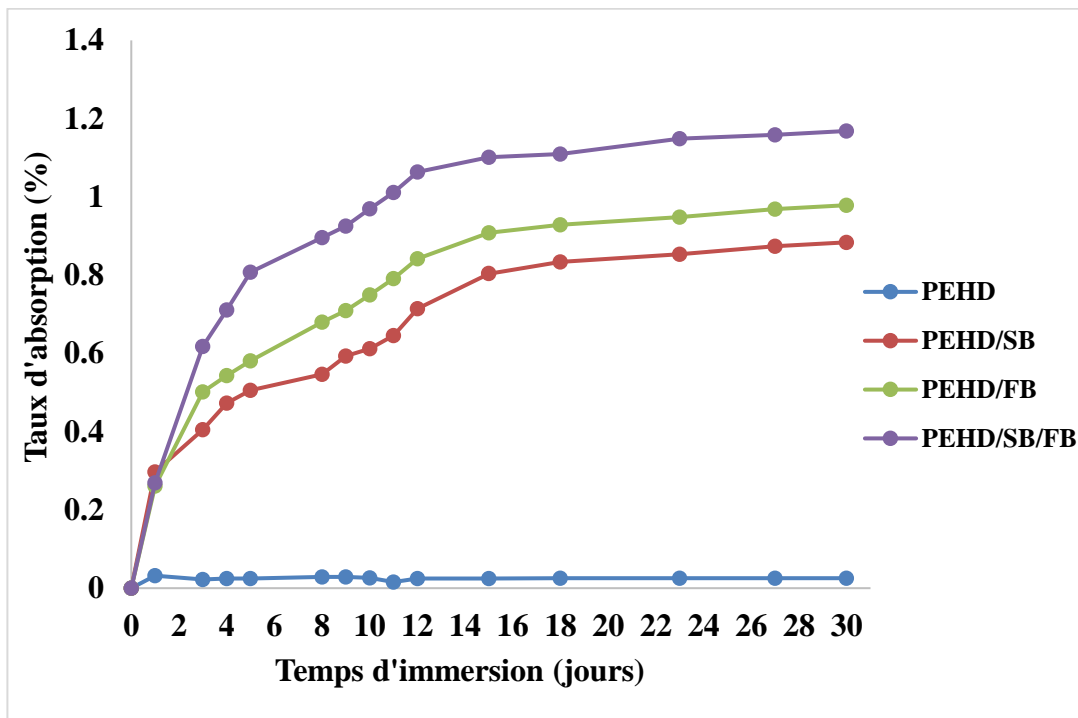


Figure IV.3 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé en fonction du temps.

Ce test nous a permis de confirmer le caractère hydrophobe de la matrice utilisée. En effet, la **Figure IV.3**, nous montre clairement que le taux d'absorption d'eau du PEHD ne dépasse pas 0,02% quel que soit le temps d'immersion.

Nous pouvons constater que l'échantillon PEHD/Son de blé/Farine de bois engendre un accroissement du taux d'absorption d'eau. Cette augmentation est assignée à l'augmentation de la concentration des groupements hydroxyles qui ont une forte affinité avec l'eau. Nous pouvons également attribuer ce phénomène à la mauvaise adhésion interfaciale charge-matrice se traduisant par l'augmentation de microvides. Pour les composites : PEHD/Farine de bois et PEHD/Son de blé ont atteint leurs saturations en eau de 0,97% et 0,88 % respectivement au bout de 30 jours d'immersion. En revanche, le

composite hybride PEHD/Son de blé/Farine de bois a atteint un maximum d'absorption de 1,16 % au bout de 30 jours d'immersion.

D'après ces résultats, on peut dire que le taux d'absorption d'eau dépend du temps et de la nature de la charge incorporée dans la matrice PEHD. Les résultats obtenus sont en accord avec des travaux effectués par **N. DJILALI** [2].

IV.2.3. Caractérisation mécanique

L'intérêt de l'incorporation de charge ou de fibres cellulosiques dans les matériaux composites est d'améliorer les propriétés mécaniques de ce dernier. La majorité des auteurs se rejoignent sur la dépendance de celles-ci à la fois, de la nature de la charge, de sa taille et de sa fraction mais également de l'état de dispersion dans la matrice utilisée [1].

IV.2.3.1. Résistance au choc IZOD

L'essai de la résistance au choc a pour but de mesurer l'énergie nécessaire pour rompre en une seule fois une éprouvette entaillé [1].

Les résultats de la résistance au choc IZOD avec entaille de différents composites élaborés PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé sont représentés sur **la Figure IV.4**.

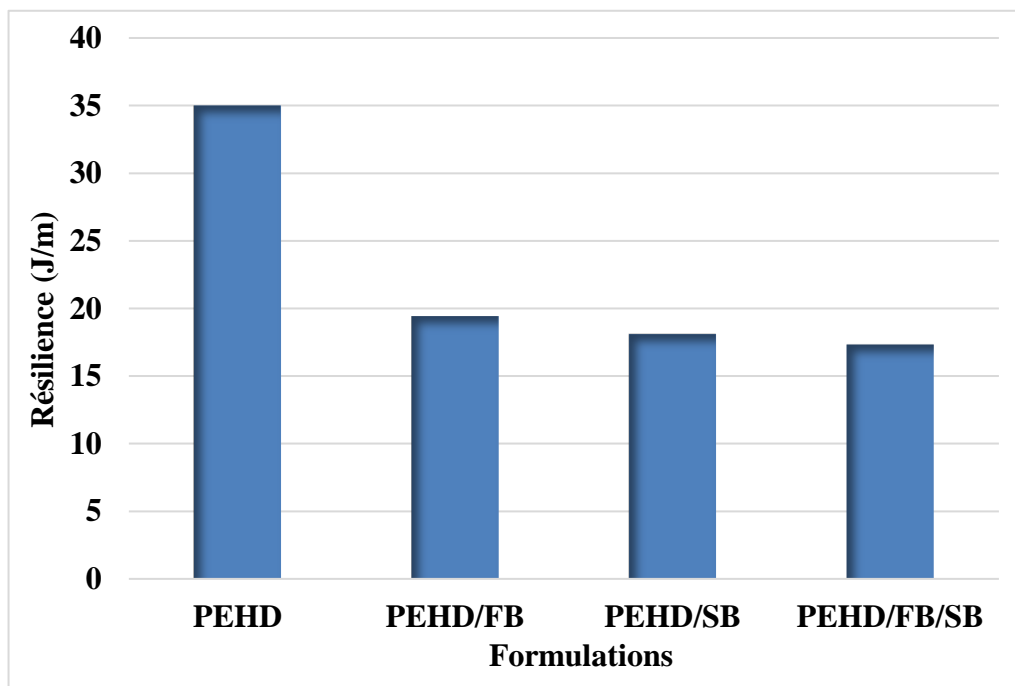


Figure IV.4 : Evolution de la résilience de différents composites élaborés PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé.

D'après la **Figure IV.4**, qui donne les variations de la résilience des composites PEHD/FB, PEHD/SB et PEHD/FB/SB, montrent clairement une diminution de la résistance au choc après l'incorporation de la Farine de bois et Son de blé dans la matrice PEHD, cette diminution est due à l'augmentation de la rigidité et les phénomènes à l'interface.

Les composites PEHD/FB, PEHD/SB ont des valeurs de la résistance au choc plus faible en comparant à celle du PEHD vierge. Donc la farine de bois et le son de blé à une rigidité supérieure à celle du polyéthylène haute densité, celle-ci augmente considérablement la rigidité du matériau composite, ce qui provoque également une diminution de la résistance au choc. Cette décroissance de la résilience à l'impact est également expliquée par les faibles interactions (interaction d'ordre physique) entre la matrice et la charge, donc une mauvaise adhésion interfaciale. Ceci a été déjà confirmé par les travaux de **Andrzej K. Bledzki et al**, **Ajay Karmarkar et al** [7, 8].

IV.2.3.2. Test de la dureté Shore D

La dureté est une indication sur la résistance du matériau à la pénétration de l'aiguille du duromètre. Pour les matériaux composites, la dureté dépend de la distribution du renfort dans la matrice [4].

L'évolution de la dureté de différents composites élaborés PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé sont illustrées sur la **Figure IV.5**.

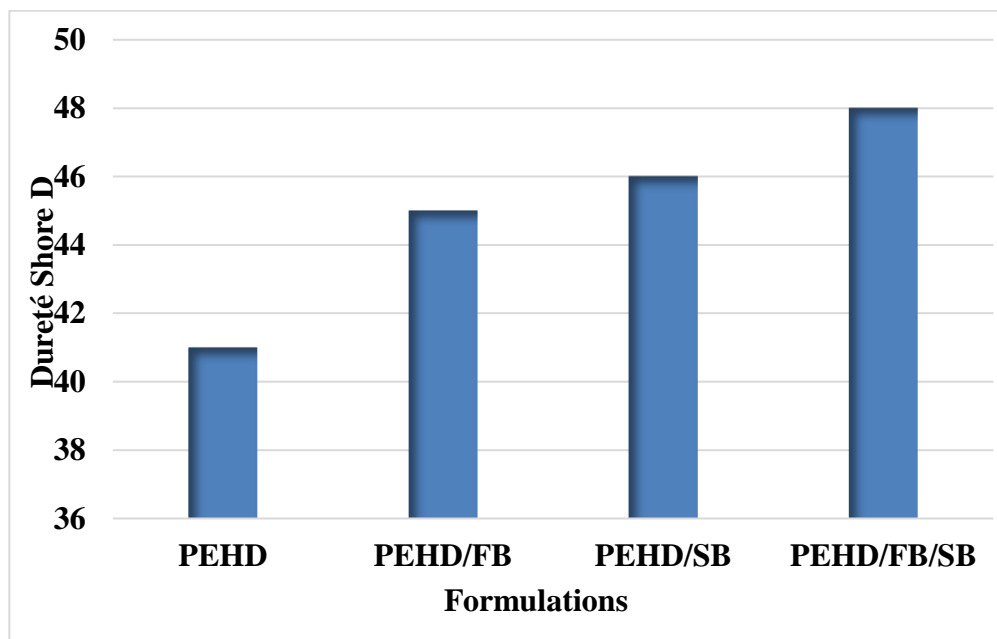


Figure IV.5 : Evolution de la dureté Shore D de différents composites élaborés PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé.

D'après la **Figure IV.5**, On constate une augmentation de la dureté avec l'incorporation de deux types de charges (Farine de bois et Son de blé) dans la matrice PEHD. Cette augmentation est d'autant plus importante pour le composite hybride (PEHD/Farine de bois/Son de blé).

Ces résultats sont prévisibles dans la mesure où les charges sont constitués de microfibrilles de cellulose qui est classée parmi les fibres dures ce qui se traduit par la difficulté de la pénétration de l'aiguille du duromètre dans le matériau composite. Ce résultat a été confirmé par **Md. Rezaur Rabman et al, S. Th. Georgopoulos et al [9 ,10]**.

IV.2.3.3. Essai de traction

- **Evolution de la contrainte à la rupture :**

L'évolution de la contrainte à la rupture des composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé est illustrée sur la **Figure IV.6**.

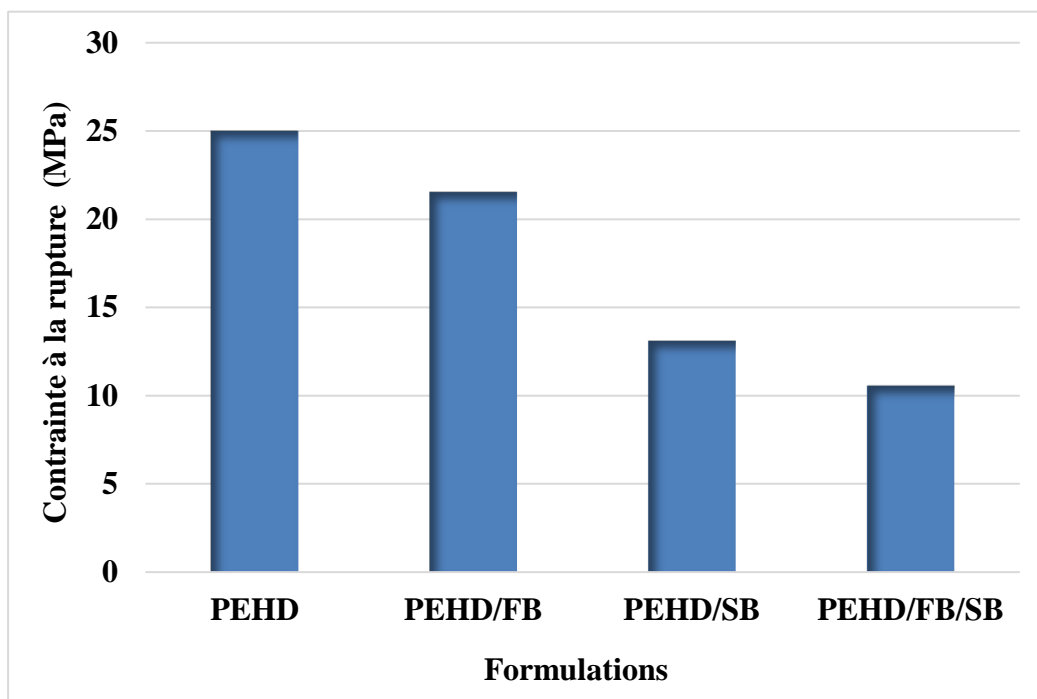


Figure IV.6 : Evolution de la contrainte à la rupture de différentes formulations PEHD, PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé.

On constate une diminution de la contrainte à la rupture pour les différents composites chargés avec la farine de bois, la farine de son de blé et la farine de bois-son de blé comparé au PEHD non chargé. Ces résultats sont prévisibles et sont en accord avec beaucoup de travaux de **NM .Stark, R. E. Rowlands [11], B. Sanschagrin [12] et J. Simonsen [13]**. Ils

ont attribué cette baisse à la diminution de la force de liaison entre les charges et la matrice qui obstrue la propagation d'effort et par la tendance à se regrouper en formant des agglomérats qui induisent des hétérogénéités et un transfert de contrainte non uniforme au sein de la matrice, par conséquent il se produit une fragilisation du matériau composite. Il s'ajoute à cela une faible adhésion interfacial PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé à cause du caractère antagoniste (matrice PEHD hydrophobe, les charges FB et SB hydrophile). Ces résultats s'accordent avec ceux présentés par K. Oksman, C. Clemons [14].

- **Evolution du module d'Young**

La Figure IV.7 met en évidence l'évolution du module d'Young des différents composites élaborés.

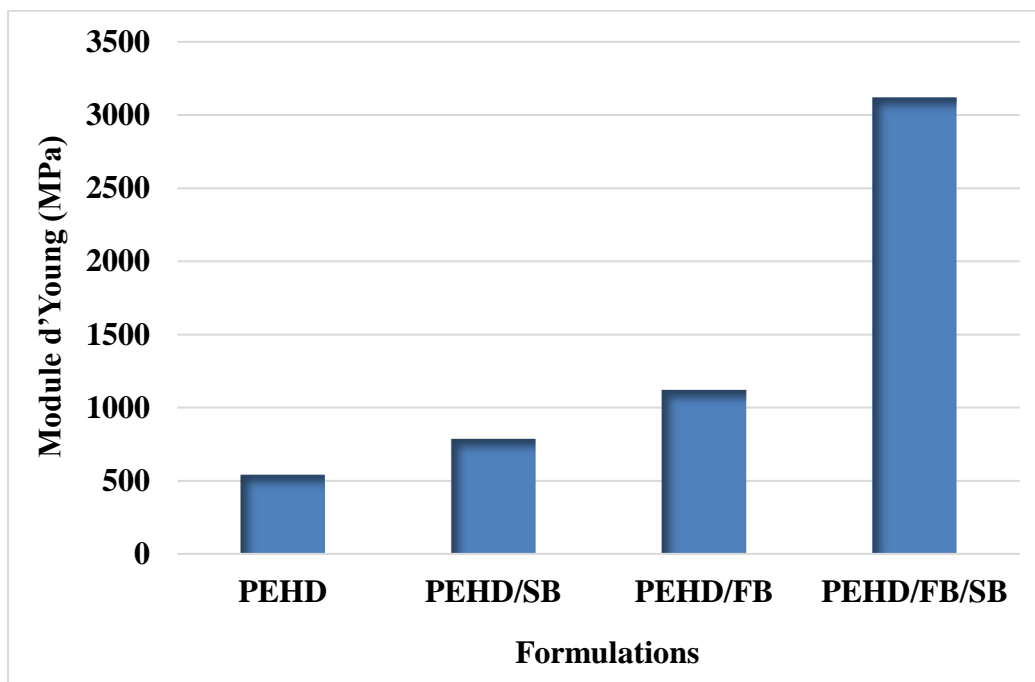


Figure IV.7 : Evolution du module d'Young des différentes formulations PEHD, PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé.

L'introduction de la farine de bois, la farine de son de blé et la farine de bois-son de blé dans la matrice PEHD augmente la rigidité du matériau, et réduit leur élasticité. Autrement dit le module d'Young augmente et cette augmentation est d'autant plus importante pour le composite hybride PEHD/Farine de bois/Son de blé. Cela s'explique par le fait que les particules de farine de bois et de son de blé de caractère rigide ont tendance à

former une armature à l'intérieur des composites conduisant à une grande résistance. C'est ce qu'ont remarqué **NM. Stark, R. E. Rowlands [11]**.

- **Evolution de l'allongement à la rupture**

La variation de l'allongement à la rupture des composites PEHD, PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé est illustrée sur la **Figure IV.8**.

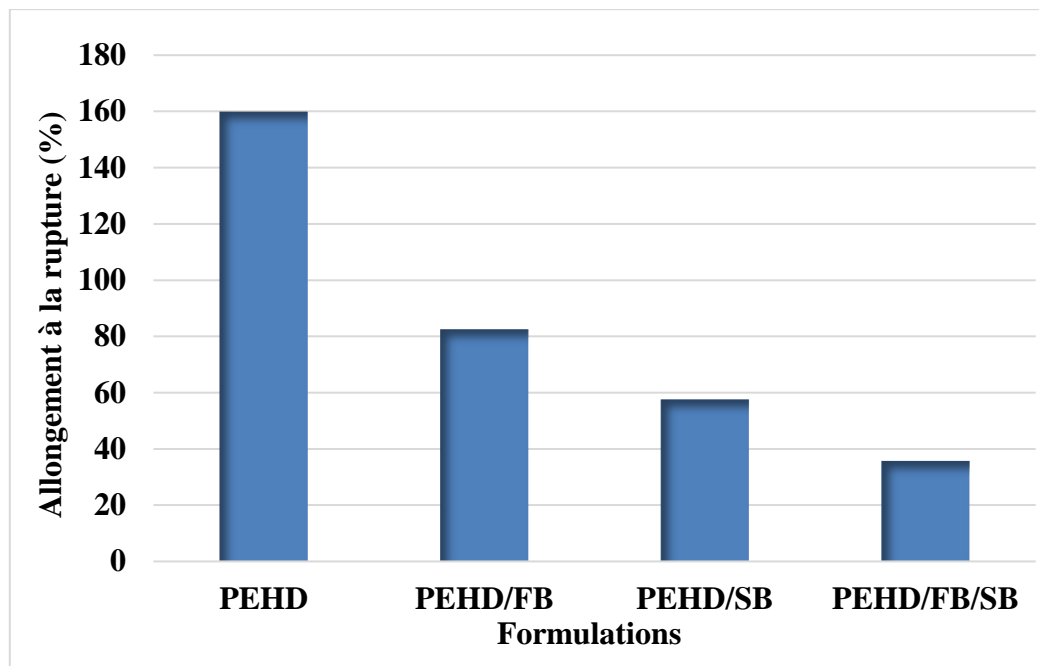


Figure IV.8 : Evolution de l'allongement à la rupture des différentes formulations PEHD, PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé.

On observe une diminution de l'allongement à la rupture pour les composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé en comparant à ceux de PEHD vierge, cette diminution est plus importante pour le composite hybride PEHD/Farine de bois/Son de blé. Ce constat est en parfait accord avec beaucoup d'auteurs, tel que celui **B. A. Acha et al [15]**, **T. T. L. Doan et al [16]**, **S. J. Kim et al [17]**. La détérioration de cette propriété est principalement due à l'incorporation de la farine de bois et la farine son de blé de caractère rigide dans la matrice PEHD, ce qui réduit la mobilité des chaînes polymériques, ce qui accélère la rupture des éprouvettes à de faibles contraintes.

IV.2.4. Caractérisation de l'état de dispersion de farine de bois, farine de son de blé et farine de bois-son de blé dans la matrice polyéthylène haute densité

Parmi les techniques de caractérisation utilisées habituellement dans l'étude de la qualité de l'interface charge/matrice, en particulier les charges cellulosiques connues pour leur hydrophilie importante, et la matrice thermoplastique (Polyéthylène haute densité) hydrophobe, on retrouve les méthodes microscopiques comme la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage MEB, et récemment des méthodes plus sensibles dont la microscopie à force atomique MFA. D'autres méthodes sont également appliquées et qui s'appuient sur les conséquences engendrées par une meilleure adhésion et une bonne dispersion. Dans notre étude, nous avons utilisé la microscopie optique pour une caractérisation de la morphologie des surfaces des composites [1].

IV.2.4.1. Analyse de la morphologie par microscopie optique

Les changements induits par l'incorporation de la farine de bois, la farine de son de blé et la farine de bois-son de blé dans la matrice vierge du polyéthylène haute densité, sont observés par la microscopie optique. Les images obtenues pour les différentes formulations PEHD vierge, PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé sont représentées sur les **Figures IV.9 et IV.10** respectivement.

La **Figure IV.9** représentant la micrographie de la surface du PEHD vierge, montre un état de surface homogène.

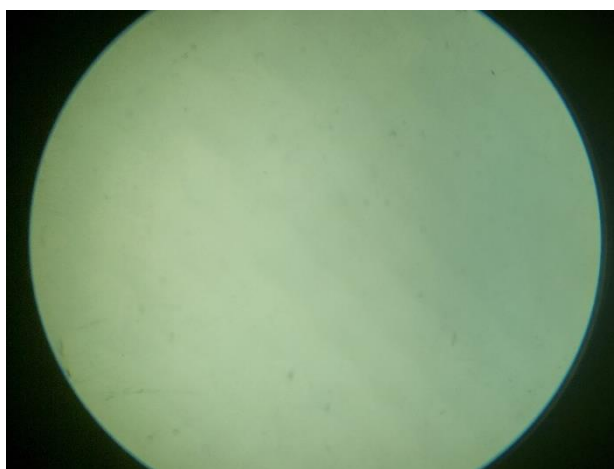


Figure IV.9 : Micrographie en microscopie optique de la surface PEHD Vierge.

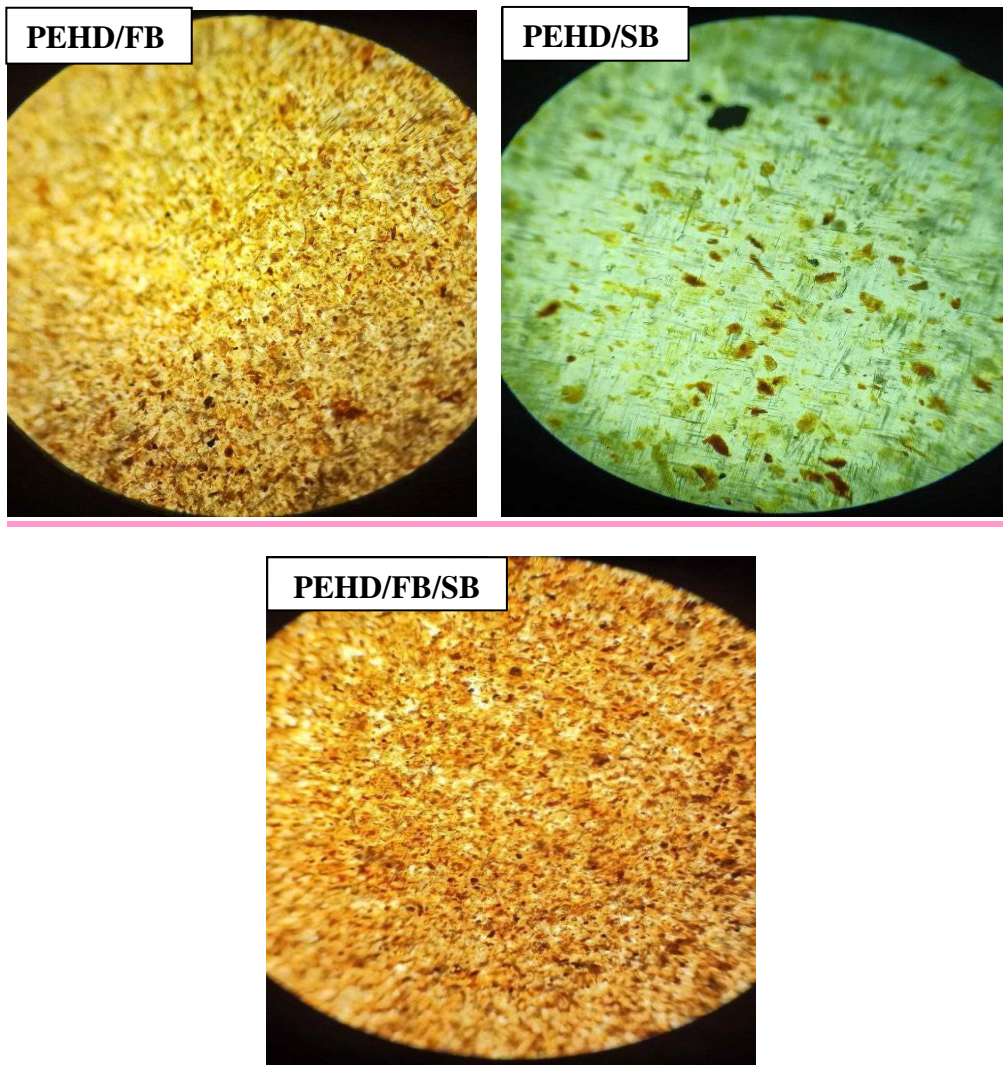


Figure IV.10 : Micrographie en microscopie optique des surfaces des composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé.

Les micrographes des composites de la **Figure IV.10** relatifs à l'incorporation de la farine de bois, de la farine de son de blé et la farine de bois-son de blé dans la matrice PEHD, décrivent nettement une surface hétérogène, irrégulière et la présence d'agrégats totalement séparés de la matrice de polyéthylène haute densité.

Ces agrégats augmentent en nombre dans le composite hybride PEHD/Farine de bois/Son de blé. Ceci est dû à l'incompatibilité des deux phases en raison de la faible adhésion interfaciale entre la farine de bois et la farine de son de blé à caractère hydrophile et le PEHD à caractère hydrophobe.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Badrina Dairi, « Effet de la taille des fibres lignocellulosiques sur les propriétés thermiques et mécaniques des composites polychlorure de vinyle/Farine de bois », Mémoire de Magister en Génie des Polymères, Université Abderrahmane Mira Béjaïa, (2010).
- [2] Nouara Djilali, « Etude et valorisation du grignon d'olive dans le domaine des composites », Mémoire de Magister en Génie des Polymères, Université Abderrahmane Mira Béjaïa, (2008).
- [3] S. Ikhlef, « Etude du comportement de composites PEBD/farine de Genêt d'Espagne avant et après traitement », Mémoire De Magister, Département de Génie des Procédés, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, (2011).
- [4] S. Shinoj, R. Visvanathan, S. Panigrahi, « Towards industrial utilization of oil palm fibre : Physical and dielectric characterization of linear low density polyethylene composites and comparison with other fibre sources », Biosystems Engineering, 106, 378-388, (2010).
- [5] Salem Krim, « Etude et caractérisation des matériaux composites à base de polypropylène chargé avec la farine de grignon d'olive », Mémoire de Magister en Génie des Polymères, Université Abderrahmane Mira Béjaïa, (2009).
- [7] K.Andrzej, Bledzki, Omar Faruk, « Creep and impact properties of wood fibre/polypropylene composites : influence of température and moisture content », Composites Science and Technology, 64, 693-700, (2004).
- [8] Ajay Karmarkar, S.Chauhan, Jayant, M. Modak, Manas Chanda, « Mechanical properties of wood -fiber reinforced polypropylene composites : Effect of a novel compatibilizer with isocyanate functional group », Composites Part A, 38, 227-233, (2007).
- [9] MD. Rezaur Rahman, MD. Monimul Huque, MD. Nazrul Islam, Mahbub Hasan, « Mechanical properties of polypropylene composites reinforced with chemically treated abaca », Composites Part A, 40, 511-517, (2009).
- [10] S.TH.Georgopoulos, P.A.Tarantili, E.avgerinos, A.G. Andreopoulos, E.G. Koukios, «

Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues », *Polymer Degradation and Stability*, 90, 303-312, (2005).

[11] NM.Stark, R.E.Rowlands, « Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites », *Wood and fiber science*, 35, 167- 174, (2003).

[12] B. Sanschagrín, S. T. Sean, B. V. Kokta, « Mechanical properties of cellulose fibers reinforced thermoplastics », *Proceedings of the 43rd annual conference, composite institute. Cincinnati, OH, États-Unis, 1-5 février*, (1988).

[13] J. Simonsen, « Efficiency of reinforcing materials in filled polymer composites », *Forest Products Society*, 47, 74-81, (1997).

[14] K.Oksman, C.Clemons, « Mechanical properties and morphology of impact modified polypropylene-wood flour composites », *J. App. Polym. Sci*, 67, 1503- 1513, (1998).

[15] B. A. Acha, M. M. Reboredo, N. E. Marcovich, « Effect of coupling agents on the thermal and mechanical properties of polypropylene–jute fabric composites », *Polym. Inter*, 55, 1104–1113, (2006).

[16] T. T. L. Doan et al, « Jute /PP composites, Effect of matrix modification », *Compos. Sci. Tech*, 66, 952-963, (2006).

[17] S.J.Kim, J.B.Moon, G.H.Kim, C.S.Ha, « Mechanical properties of polypropylene/natural fiber composites, comparison of wood fiber and cotton fiber », *Polym. Testing*, 27, 801-806, (2008).



Conclusion générale



L'étude réalisée dans ce travail avait pour objectif d'élaborer des composites (charge/matrice), produits par des procédés de transformation (malaxeur à deux cylindres suivi d'un moulage par compression).

Les composites correspondants ont été préparés à partir d'une matrice thermoplastique (Polyéthylène haute densité)/Farine de bois et son de blé. Les composites obtenus sont ensuite caractérisés par la détermination des propriétés physiques, mécaniques, rhéologiques et morphologique.

L'analyse des résultats expérimentaux nous ont permis de tirer les principales conclusions suivantes :

- ✚ La caractérisation physique par la mesure de la densité et l'absorption d'eau a permis de déduire que :
 - La densité des composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé est nettement inférieure à celle de PEHD vierge. On peut dire que les charges utilisées confère aux composites élaborés une légèreté.
 - Le taux d'absorption d'eau des composites élaborés PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé dépend du temps d'immersion et la nature des charges incorporées dans la matrice polymère.
- ✚ La caractérisation mécanique des composites élaborés a permis de déduire que :
 - La dureté des composites élaborés PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé est supérieure à celle de PEHD vierge.
 - La résilience des différents composites élaborés PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé a diminué par rapport à celle de PEHD vierge.
 - Le comportement mécanique des composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé montre que la contrainte et l'allongement à la rupture diminuent, alors que le module d'élasticité augmente progressivement.
- ✚ La caractérisation rhéologique par la mesure de l'indice de fluidité a permis de déduire :
 - Une diminution de l'indice de fluidité des composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé par rapport à la valeur de PEHD vierge.

- ✚ La caractérisation morphologique par la microscopie optique de la matrice PEHD montre une surface homogène et régulière, contrairement aux composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé décrivent nettement une surface hétérogène, irrégulière et la présence d'agrégat.

En guise de perspective :

A partir des conclusions dégagées du présent mémoire et pour une poursuite potentielle de ce travail, nous avons formulé les perspectives suivantes :

- ✓ Améliorer l'adhésion interfaciale des composites PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé et PEHD/Farine de bois/Son de blé par l'introduction d'un agent de couplage ou un agent comptabilisant.
- ✓ Etude des propriétés thermiques par analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) et analyse thermogravimétrique (ATG).
- ✓ Elaborer des matériaux composites hybride préparés à base de déchet de PEHD (ou recyclé), Son de blé et la Farine de bois, en présence d'un agent comptabilisant.
- ✓ Elaborer des matériaux composites hybride à base de PEHD/Farine de bois/Son de blé par les procédés d'extrusion et d'injection.
- ✓ Etudier le vieillissement des composites à différentes formulations élaborées.

Résumé:

Les fibres naturelles ont récemment attiré l'attention des scientifiques en raison de leurs propriétés de faible coût, faible densité, renouvelables, biodégradables et non abrasif. L'utilisation croissante des matériaux composites engendre des problèmes de gestion des déchets qui en résultent. On s'oriente alors de plus en plus vers la mise en œuvre de produits biodégradables, soit en ayant recours à des polymères biodégradables, soit en incorporant des fibres biodégradables dans des matériaux polymériques.

Dans ce contexte, différentes formulations à base de polyéthylène haute densité ont été préparées (PEHD/Farine de bois, PEHD/Son de blé, PEHD/Farine de bois/Son de blé). Les différents composites élaborés sont initialement malaxés dans une calandre avant de préparer les différents échantillons d'une épaisseur moyenne de 2 et 3 mm par compression à 190°C. Ces derniers ont été caractérisés par diverses techniques : tests rhéologiques, mécaniques, physiques et morphologique.

Mots clés : Farine de bois, Son de blé, Matériaux composites, Polyéthylène haute densité, Propriétés physiques.

Abstract:

Natural fibers have recently attracted the attention of scientists because of their low-cost, low-density, renewable, biodegradable and non-abrasive properties. The growing use of composite materials is giving rise to problems of waste management. As a result, there is a growing trend towards the use of biodegradable products, either by using biodegradable polymers, or by incorporating biodegradable fibers into polymeric materials.

In this context, various high-density polyethylene-based formulations have been prepared (HDPE/Wood Flour, HDPE/Wheat Bran, and HDPE/Wood Flour/Wheat Bran).

The various composites were initially blended in a calender before the various samples, with average thicknesses of 2 and 3 mm, were prepared by compression at 190°C. The latter were characterized by various techniques: rheological, mechanical, physical and morphological tests.

Key words: Wood flour, Wheat bran, Composite materials, High-density polyethylene, Physical properties.

ملخص:

جذبت الألياف الطبيعية انتباه العلماء مؤخرًا نظرًا لخصائصها منخفضة التكلفة وقليلة الكثافة والمتجددة والقابلة للتحلل الحيوي وغير الكاشطة. يؤدي الاستخدام المتزايد للمواد المركبة إلى مشاكل ناتجة عن إدارة النفايات. لذلك نحن نتحرك أكثر فأكثر نحو تنفيذ المنتجات القابلة للتحلل البيولوجي، إما عن طريق استخدام البوليمرات القابلة للتحلل الحيوي، أو من خلال دمج الألياف القابلة للتحلل في المواد البوليميرية.

في هذا السياق، تم تحضير تركيبات مختلفة تعتمد على (البولي إيثيلين عالي الكثافة / دقيق الخشب، البولي إيثيلين عالي الكثافة / نخالة القمح، البولي إيثيلين عالي الكثافة / نخالة القمح، البولي إيثيلين عالي الكثافة / دقيق الخشب / نخالة القمح). يتم خلط المركبات المختلفة المطورة مبدئيًا في التقويم قبل تحضير العينات المختلفة بمتوسط سمك 2 و 3 مم عن طريق الضغط عند 190 درجة مئوية. وقد تميزت بتقنيات مختلفة: اختبارات ريولوجية، ميكانيكية، فيزيائية وصرفية.

الكلمات المفتاحية: دقيق الخشب، نخالة القمح، المواد المركبة، البولي إيثيلين عالي الكثافة، الخواص الفيزيائية.