



République algérienne démocratique et populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la  
Recherche Scientifique  
Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement  
Technologique-Skikda



Département de Technologie

Filière : Génie civil

Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du Diplôme de professeur de  
l'enseignement secondaire technique

Thème :

**Recyclage des matériaux biosourcés pour la  
réhabilitation énergétique des ouvrages.**

Présenté par : DALLAA FELLA \_ ZOGLAMI AMIRA

Jury de Soutenance :

Nom et prénom	Grade	Université	Rôle
Moudjari Maroua	MCB	Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique-Skikda	Président
Kersenna Soumaya	MCB	Université Badji Mokhtar-Annaba	Encadrant
Biskri Yasmina	MCA	Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique-Skikda	Co- Encadrant
Dob Hannane	MCB	Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique-Skikda	Examineur

Année Universitaire : 2024/2025

## **Remerciements**

Tout d'abord, nous tenons à remercier Allah, le Clément et le Miséricordieux, de nous avoir donné la force et le courage de mener à bien ce modeste travail.

Nous souhaitons exprimer notre profonde gratitude à Dr. Kersenna Soumaya et Dr. Biskri Yasmina, qui ont encadré cette mémoire. Leur soutien constant, leur disponibilité, leurs conseils avisés et leur assistance précieuse ont été inestimables. Nous les remercions également pour les nombreuses heures consacrées à la lecture et aux corrections du manuscrit.

Nous tenons à exprimer toute notre gratitude aux membres du jury. En particulier, nous remercions Madame Dr. Moudjari Maroua, Maître de Conférences de classe B, pour avoir accepté de présider notre jury de soutenance, ainsi que Madame Dr. Dob Hannane, Maître de Conférences de classe B, pour avoir accepté d'examiner ce mémoire.

Nous remercions également Monsieur Dr. Rahmouni Salih, chef du département de technologie de l'ENSET SKIKDA, pour sa disponibilité.

Nos remerciements s'adressent aussi à tous les membres de l'Unité de Recherche en Mines et Métallurgie URMM/CRTI ANNABA, nous tenons profondément à remercier madame Dr. Achouri Sihem (maitre de recherche A) pour leur aide et soutien durant la phase de préparation des résultats au sein du même centre de recherche.

Sans oublier à remercier vivement les ingénieurs et les personnels administratifs de l'association SIDAR ; Annaba avec qui nous avons eu le plaisir de travailler.

Nous exprimons notre profonde reconnaissance à tous ceux et celles qui, de près ou de loin, nous ont apporté aide et encouragement. Qu'ils trouvent ici l'expression de notre sincère gratitude.

Enfin, nous dédions ce travail à nos parents et à toute notre famille, qui nous ont toujours soutenus et encouragés dans nos choix d'études et personnels.

## Résumé

Au cours des dernières années, les composites renforcés par des fibres naturelles ont suscité un intérêt croissant, principalement pour deux raisons majeures. D'une part, ils participent à la préservation de l'environnement en tant qu'alternatives écologiques aux matériaux conventionnels. D'autre part, ils permettent de valoriser des ressources renouvelables en remplacement des fibres synthétiques telles que celles d'aramide, de carbone ou de verre.

Ce mémoire a pour objectif d'étudier l'influence d'un traitement chimique appliqué à une fibre végétale locale, la fibre de Diss, sur les propriétés des bio-composites élaborés à partir d'une matrice thermodurcissable à base de résine polyester insaturée. Le choix de la fibre de Diss repose à la fois sur sa disponibilité abondante et sur la volonté de promouvoir son utilisation dans des applications à haute valeur ajoutée.

Un traitement alcalin, utilisant de l'hydroxyde de sodium (NaOH), a été mis en œuvre afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la fibre. Ce traitement vise notamment à modifier la morphologie des fibres, à réduire leur hydrophilie et à renforcer l'adhésion fibre/matrice. L'impact de ce traitement chimique a été analysé par observation morphologique, tandis que les composites ont été fabriqués par moulage au contact. Les plaques obtenues ont été durcies pendant 24 heures à température ambiante, puis post-curées à 40 °C pendant 16 heures supplémentaires.

L'évaluation mécanique des composites, menée à travers la mesure de la contrainte à la rupture, de la déformation à la rupture et de la résistance à l'impact, a révélé une amélioration notable des performances jusqu'à une teneur optimale de 10 pcr en poids de fibre traitée. Cette amélioration est attribuée à une meilleure compatibilité entre la fibre et la matrice après traitement. Toutefois, au-delà de cette concentration, les propriétés mécaniques tendent à diminuer, probablement en raison d'une dispersion non homogène des fibres et de la formation d'agglomérats, susceptibles de générer des points de rupture.

**Mots-clés** : Matériaux Composites ; Fibre de Diss ; Résine Polyester ; Traitement Alcalin ; Renfort Naturel.

## Abstract

In recent years, natural fibre-reinforced composites have attracted growing interest, primarily for two main reasons. Firstly, they contribute to environmental preservation as eco-friendly alternatives to conventional materials. Secondly, they enable the valorization of renewable resources, replacing synthetic fibres such as aramid, carbon, or glass fibres.

The aim of this thesis is to investigate the influence of a chemical treatment applied to a local plant-based fibre, Diss fibre, on the properties of bio-composites formulated with a thermosetting matrix based on unsaturated polyester resin. The choice of Diss fibre is motivated both by its abundant availability and by the objective of promoting its use in high-value-added applications.

An alkaline treatment using sodium hydroxide (NaOH) was carried out to enhance the mechanical properties of the fibre. This treatment aims specifically to modify the fibre's morphology, reduce its hydrophilicity, and improve the fibre-matrix adhesion. The effect of the chemical treatment was analyzed through morphological observation, while the composites were manufactured using the hand lay-up technique. The composite plates were cured at room temperature for 24 hours, followed by post-curing at 40 °C for an additional 16 hours.

Mechanical characterization of the composites based on measurements of tensile strength, elongation at break, and impact resistance showed a significant improvement in performance up to an optimal treated fibre content of 10 phr. This enhancement is attributed to better interfacial compatibility between the fibre and the matrix after treatment. However, beyond this concentration, the mechanical properties tend to decline, likely due to poor fibre dispersion and the formation of agglomerates that can act as crack initiation sites.

**Keywords:** Composite Materials; Diss Fibre; Polyester Resin; Alkaline Treatment; Natural Reinforcement.

## ملخص

في السنوات الأخيرة، حظيت المواد المركبة المدعمة بالألياف الطبيعية باهتمام متزايد، وذلك لسببين رئيسيين. أولاً، تُعد هذه المواد بديلاً صديقاً للبيئة عن المواد التقليدية، مما يُسهم في حماية البيئة. ثانياً، تتيح هذه المركبات إمكانية تجميع الموارد الطبيعية المتجددة، كبديل عن الألياف الاصطناعية مثل ألياف الأراميد والكربون والزجاج.

يهدف هذا البحث إلى دراسة تأثير المعالجة الكيميائية التي تُجرى على ألياف نباتية محلية، وهي ألياف الديس، على خصائص المواد البيولوجية المركبة المصنوعة من مصفوفة البولستر غير المشبعة. وقد تم اختيار ألياف الديس نظراً لتوفرها بكثرة، ولرغبة الباحثين في تعزيز استخدامها في تطبيقات ذات قيمة مضافة عالية.

تمت معالجة الألياف كيميائياً باستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) بهدف تحسين خصائصها الميكانيكية. وتهدف هذه المعالجة إلى تعديل الشكل البنوي للألياف، وتقليل خواصها المحبة للماء، وتعزيز الالتصاق بين الألياف والمصفوفة. تم تحليل تأثير المعالجة القلوية من خلال دراسة البنية المورفولوجية للألياف، في حين تم تصنيع المواد المركبة باستخدام تقنية التشكيل اليدوي بعد التصنيع، تم تصلب الصفائح المركبة في درجة حرارة الغرفة لمدة 24 ساعة، ثم خضعت لعملية ما بعد التصلب في فرن بدرجة حرارة 40 درجة مئوية لمدة 16 ساعة إضافية.

أظهرت نتائج الاختبارات الميكانيكية، والتي شملت قياس مقاومة الشد، والانفعال عند الكسر، ومقاومة الصدمة، تحسناً ملحوظاً في الخصائص حتى نسبة 10 pcr وزناً من الألياف المعالجة. ويُعزى هذا التحسن إلى التوافق الجيد بين الألياف والمصفوفة بعد المعالجة. ومع ذلك، فإن تجاوز هذه النسبة يؤدي إلى تراجع في الأداء الميكانيكي، ويُرجح أن يكون السبب في ذلك هو التوزيع غير المتجانس للألياف وتكوّن التكتلات التي تُعدّ نقاطاً لبداية التشقق.

**الكلمات المفتاحية:** المواد المركبة؛ ألياف الديس؛ مصفوفة البولستر؛ المعالجة القلوية؛ تدعيم طبيعي.

## Sommaire

Remerciements .....	i
Résumé .....	ii
Abstract .....	iii
ملخص .....	iv
Liste des Abréviations .....	vii
Listes des figures .....	viii
Listes des tableaux .....	x
Introduction générale.....	1
Chapitre I : Etude bibliographique .....	3
I.1. Introduction .....	4
I.2. Définition des matériaux composites .....	4
I.2.1. Les caractéristiques des matériaux composites .....	4
I.2.2. Exemples de matériaux composites .....	5
I.3. Classification des matériaux composites.....	6
I.3.1. Classification suivant la forme des constituants.....	6
I.3.2. Classification suivant la nature des constituants .....	7
I.3.3. Classification suivant les caractéristiques de la matrice.....	8
I.4. Composants .....	8
I.4.1. Renforts .....	8
I.4.2. Matrice .....	16
I.4.3. Les charges et additifs .....	18
I.5. Matériaux composites structuraux.....	20
I.5.1. Les monocouches .....	20
I.5.2. Les stratifiées .....	20
I.5.3. Les Sandwichs.....	21
I.6. Technologie de la mise en œuvre .....	22
I.6.1. Moulages sans pression.....	22
I.6.2. Injection thermodurcissable BMC.....	24
I.6.3. Compression thermodurcissable SMC .....	24
I.6.4. Pultrusion .....	25
I.7. Avantage et inconvénients des matériaux composites .....	25
I.7.1. Les Avantages .....	25
I.7.2. Les inconvénients.....	25
I.8. Applications des matériaux composites au génie civil.....	26
I.9. Etude des fibres naturelles végétales .....	26
I.9.1. Historique.....	26
I.9.2. Fibres naturelles .....	27
I.9.3. Paramètres influençant les propriétés des fibres végétales.....	33
I.9.4. Présentations des différentes fibres végétales .....	33
I.9.5. Méthodes d'extraction des fibres .....	38

I.9.6. Utilisation des fibres végétales : avantages et inconvénients .....	42
I.9.7. Conclusion .....	43
Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales.....	
II.1. Introduction .....	45
II.2. Matériaux utilisés .....	45
II.2.1. Résine polyester insaturé.....	45
II.2.2. Système catalytique catalyseur/accélérateur .....	45
II.2.3. Fibre de Diss .....	46
II.2.4. Produit chimique utilisés.....	46
II.3. Elaboration de composites à matrice UPR .....	47
II.3.1. Protocole de traitement des fibres .....	47
II.3.2. Composites UPR/fibres Diss traité et non traité.....	48
II.4. Techniques expérimentales.....	50
II.4.1. Préparation des échantillons et essais de caractérisation.....	50
II.4.2. Essais mécaniques.....	50
II.4.3. Essais physiques.....	56
II.5. Conclusion .....	56
Chapitre III : Résultats et discussion .....	
III.1. Introduction .....	58
III.2. Caractérisation mécanique.....	58
III.2.1. Essai de traction .....	58
III.2.2. Résultats de l'essai de choc .....	61
III.3. Caractérisation physique.....	67
III.3.1. Absorption d'eau.....	67
III.4. Conclusion .....	68
Conclusion générale et perspectives .....	70
Références bibliographiques .....	74

## Liste des Abréviations

**DSM** : Dutch State Mines.

**PLA** : Polylactic Acid.

**TP** :Thermoplastique.

**PET** : Polytéraphthalate éthylénique.

**PBT** : Polytéraphthalate butylénique.

**PC** : Polycarbonate.

**PPS** : Polysulfure de phényle.

**POM** : Polyoxyméthylène.

**PSU** : Polysulfures.

**PP** : Polypropylène.

**BMC** : Bulk Molding Compound.

**SMC** : Shut Molding Compound.

**UPR** : Unsaturated Polyester Resin.

**PMEC** : Péroxyde de Méthyle Ethyle Cétone.

**TM** : Témoin.

**NaOH** : Hydroxyde de Sodium.

**MPa** : Mégapascal.

## Listes des figures

Figure I. 1: Schéma représentatif des matériaux composites .....	5
Figure I. 2: Les différents types de renfort de base .....	9
Figure I. 3: Les différents types de renforts .....	10
Figure I. 4 : Fibres de verre sous deux formes (fil, feuille).....	11
Figure I. 5 : Fibre de carbone sous deux forme (tube, feuille).....	12
Figure I. 6: Exemples des fibres d'aramides. ....	12
Figure I. 7: Fibres naturelles .....	13
Figure I. 8 : Différentes fibres naturelles .....	14
Figure I. 9 : Les fibres Unidirectionnelle .....	15
Figure I. 10 : Les fibres Multidirectionnelles aléatoires. ....	15
Figure I. 11 : Les fibres Multidirectionnelles tissées .....	16
Figure I. 12 : Classification des matrices .....	16
Figure I. 13 : Composite Monocouches .....	20
Figure I. 14 : Constituants d'un stratifié .....	21
Figure I. 15 : Composite Sandwichs .....	21
Figure I. 16 : Principe du moulage au contact.....	22
Figure I. 17 : Principe de moulage par projection simultanée .....	23
Figure I. 18 : Injection thermodurcissable BMC.....	24
Figure I. 19 : Classification des fibres naturelles .....	27
Figure I. 20 : Classification des fibres végétales selon l'organe de la plante .....	29
Figure I. 21 : Structure d'une micro fibrille de cellulose .....	30
Figure I. 22 : Structure d'une fibre élémentaire végétale.....	31
Figure I. 23 : Herbe de diss Ampélodesmos nauritanicus.....	34
Figure I. 24 : Vue microscopiques de la section transversale d'une feuille de diss : (a) X50, (b) X200 traitée avec Acridine orange.....	35
Figure I. 25 : La plante d'Alfa .....	36
Figure I. 26 : Plante de Sisal .....	37
Figure I. 27 : Jute (plant).....	37
Figure I. 28 : fibres de jute .....	38
Figure I. 29 : Différentes techniques d'extraction des fibres végétales .....	39
Figure II. 1 : La résine utilisée. ....	45
Figure II. 2 : Fibre de diss. ....	46
Figure II. 3 : Organigramme de traitement des fibres de Diss. ....	47
Figure II. 4 : Découpage les fibres de Diss en longueur de 3mm. ....	48
Figure II. 5 : Moule en bois utilisé durant l'élaboration. ....	48
Figure II. 6 : Etapes de préparation des composites.....	49
Figure II. 7 : Traçage des éprouvettes sur les plaques. ....	50
Figure II. 8 : Dispositif d'essai de traction. ....	51
Figure II. 9 : Epreuves utilisées en traction. ....	51
Figure II. 10 : Epreuve a) avant et b) après le test de traction. ....	51

Figure II. 11 : Exemple de détermination des paramètres de Weibull ( mesure de la résistance en traction ).....	53
Figure II. 12 : Eprouvette sur deux appuis.....	54
Figure II. 13 : Dispositif d'essai de résilience. ....	54
Figure II. 14 : Eprouvette a) avant le test et b) après le test.....	55
Figure II. 15 : Mesure de l'absorption d'eau.....	56
Figure III. 1 : Variations de la contrainte à la rupture des biocomposites résine polyester (UPR) / fibre de Diss non traité en fonction du taux de fibre.....	60
Figure III. 2 : Variations de la déformation à la rupture des biocomposites résine polyester (UPR) / fibre de Diss non traité en fonction du taux de fibre.....	60
Figure III. 3 : Variations de la contrainte à la rupture des biocomposites résine polyester (UPR) / fibre de Diss en fonction du taux de fibre et du traitement de surface.....	61
Figure III. 4 : Variations de la déformation à la rupture des biocomposites résine polyester (UPR) / fibre de Diss en fonction du taux de fibre et du traitement de surface.....	62
Figure III.5 : Représente la probabilité de rupture en fonction de $K_{cv}$ .....	63
Figure III. 6 : Estimation du paramètre de Weibull de 5pcr. ....	63
Figure III. 7 : Estimation du paramètre de Weibull de 10pcr. ....	63
Figure III. 8 : Estimation du paramètre de Weibull de 15pcr. ....	63
Figure III. 9 : Estimation du paramètre de Weibull de 20pcr. ....	63
Figure III. 10 : Estimation du paramètre de Weibull de 25pcr. ....	64
Figure III. 11 : Estimation du paramètre de Weibull de TM.....	64
Figure III. 12 : Les résultats obtenus pour le module de Weibull et le $K_{cv}$ moyen en fonction des pourcentages de renforts.....	66
Figure III. 13 : Influence du taux de fibre et du traitement de surface sur l'absorption d'eau des biocomposites résines polyester Diss.....	67

## Listes des tableaux

Tableau I. 1 : Exemples de matériaux composites, pris au sens large. ....	6
Tableau I. 2 : Propriétés mécaniques des fibres naturelles comparées aux renforts de synthèse traditionnels. ....	32
Tableau I. 3 : Classification scientifique de la plante Diss. ....	34
Tableau I. 4 : Composition chimique de fibres végétales ....	34
Tableau I. 5 : Composition chimique d'Alfa. ....	36
Tableau I. 6 : Composition chimique de la fibre de jute a l'état naturel pourcentage en poids.....	38
Tableau II. 1 : Caractéristiques générales de la résine polyester insaturé.....	45
Tableau II. 2 : Les produits utilisés. ....	46
Tableau III. 1 : Résultats de l'énergie totale et de la ténacité pour composite en pourcentage 20pcr de renfort.....	61
Tableau III. 2 : Les résultats obtenus pour le coefficient de corrélation pour chaque pourcentage de renfort.. ....	65
Tableau III. 3 : Les résultats obtenus pour le module de Weibull. ....	66



# **INTRODUCTION GENERALE**

# Introduction générale

---

## Introduction générale

Un matériau composite est constitué de plusieurs éléments distincts, appelés renfort et matrice. Ces deux composants sont intimement liés dans le matériau final, empêchant ainsi tout glissement ou séparation entre eux. Les renforts, qu'ils soient sous forme de fibres continues ou discontinues, confèrent au composite sa résistance mécanique, tandis que la matrice joue le rôle de liant, assurant une répartition uniforme des contraintes mécaniques. L'agencement ainsi que l'orientation des fibres influencent fortement les propriétés mécaniques du matériau. Notre étude se concentre spécifiquement sur les matériaux composites à renfort de fibres courtes, notamment les fibres de Diss. Cependant, les matériaux composites renforcés par des fibres sont de plus en plus utilisés, notamment dans les domaines Génie Civil, le bâtiment en premier lieu à savoir dans l'habillage des façades en alucobond ; au niveau des toitures, en outre, ces matériaux peuvent être aussi utilisés dans le domaine des travaux publics, ferroviaires où ils offrent de nombreux avantages.

L'intégration de fibres végétales dans les matériaux composites en remplacement des fibres synthétiques suscite un intérêt considérable dans la recherche et les applications, principalement en raison de leur contribution neutre aux émissions de CO<sub>2</sub>. Cette tendance s'explique par la volonté de réduire la consommation d'énergie, un enjeu majeur pour faire face à la pénurie des ressources énergétiques fossiles et au problème du changement climatique dans le monde. En effet, lors de la combustion ou de la biodégradation de ces plantes, la quantité de CO<sub>2</sub> libérée dans l'atmosphère est équivalente à celle qu'elles ont absorbée pendant leur croissance. L'utilisation de ces matériaux bio-composites offre donc un avantage environnemental significatif en réduisant les émissions de gaz à effet de serre. De plus, ces matériaux renouvelables présentent également des avantages économiques, tels que des coûts de production réduits par rapport aux matériaux synthétiques et à une disponibilité accrue des ressources. Ainsi, l'utilisation des bio-composites favorise une approche plus durable, contribuant à la préservation de l'environnement et offrant des opportunités économiques intéressantes.

L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet des fibres courtes de Diss sur le comportement mécanique et physique des composites Polyester/Diss traités et non traités.

Ce travail est organisé en trois chapitres :

Le premier chapitre introduit les matériaux composites, leurs différents types, leurs utilisations et leurs principaux avantages tout en discutant des fibres végétales, leur classification, leur composition, leurs propriétés ainsi que leurs principaux avantages et inconvénients.

# **Introduction générale**

---

Le deuxième chapitre présente les matériaux utilisés et explique la technique expérimentale pour élaborer les composites, ainsi donne une idée sur les différents essais appliqués et les machines utilisées dans l'élaboration de ces derniers.

Enfin, le dernier chapitre se concentre sur les résultats des tests et leurs interprétations, concluant par une synthèse générale.



# **Chapitre I : Etude bibliographique**

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

## I.1. Introduction

Un matériau composite est très souvent constitué d'une protection appelée matrice, qui garantit la cohésion de la structure et la transmission des efforts vers le renfort, et d'une ossature appelée renfort, qui assure la tenue mécanique [1]. On distingue deux types de renforts : continus et discontinus. Les renforts continus présentent une résistance mécanique supérieure, mais leur fabrication est plus complexe que celle des renforts discontinus. La matrice peut être composée de divers matériaux, tels que les résines thermoplastiques, les résines thermodurcissables ou les polymères [2].

Ces matériaux composites atteignent des niveaux de performance inégalés dans la pratique car ils attirent de plus en plus l'attention dans de nombreux domaines (automobile, aviation, maritime et spatiale .... etc.) [3].

Le principal intérêt de l'utilisation des matériaux composites provient de ses excellentes caractéristiques. Ils disposent d'atouts importants par rapport aux matériaux traditionnels. Ils apportent de nombreux avantages fonctionnels tels que la légèreté, la résistance, la durabilité et la résistance à la corrosion [4].

L'utilisation de fibres naturelles, en particulier de fibres végétales, comme renfort pour les matériaux composites présente deux avantages principaux. Tout d'abord, ces fibres sont largement disponibles à faible coût. De plus, la valorisation des fibres végétales permet de réduire les impacts environnementaux par rapport aux composites conventionnels, car elles sont des matières premières renouvelables, biodégradables, neutres vis-à-vis des émissions de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) et nécessitent peu d'énergie pour leur production [5].

## I.2. Définition des matériaux composites

Un matériau composite est constitué de l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes. Leur association est complémentaire et permet d'aboutir à un matériau hétérogène dont les performances recherchées seront supérieures à celles des composants pris séparément [3]. L'objectif est de créer un matériau qui possède des caractéristiques spécifiques qui améliorent les performances de la matière obtenue [6].

Un matériau composite est formé par un renfort (squelette du matériau) qui assure la résistance mécanique et une matrice (revêtement ou couche du matériau) qui est souvent polymérique (résine thermoplastique ou thermodurcissable) ou métallique, qui assure la liaison de la structure et la transmission des efforts vers le renfort [6].

### I.2.1. Les caractéristiques des matériaux composites

En générale un matériau composite est caractérisé par une ou plusieurs phases discontinues distribuées de façon uniforme dans une phase continue. Dans la majorité des cas, on trouve la phase discontinue sous forme de particules ou de fibres appelées "renfort ou matériau renforçant" ayant des propriétés mécaniques plus élevées que celles de la phase continue,

# Chapitre I : Etude bibliographique

qu'on trouve sous forme de résine (polyester, époxyde, etc.), La phase continue est appelée matrice (Figure.I.1) [7].

La matrice, la quantité, la position et l'orientation du renfort sont des éléments clés pour la conception et le développement des produits. Ces paramètres doivent être bien choisis pour améliorer les performances du produit final [6].

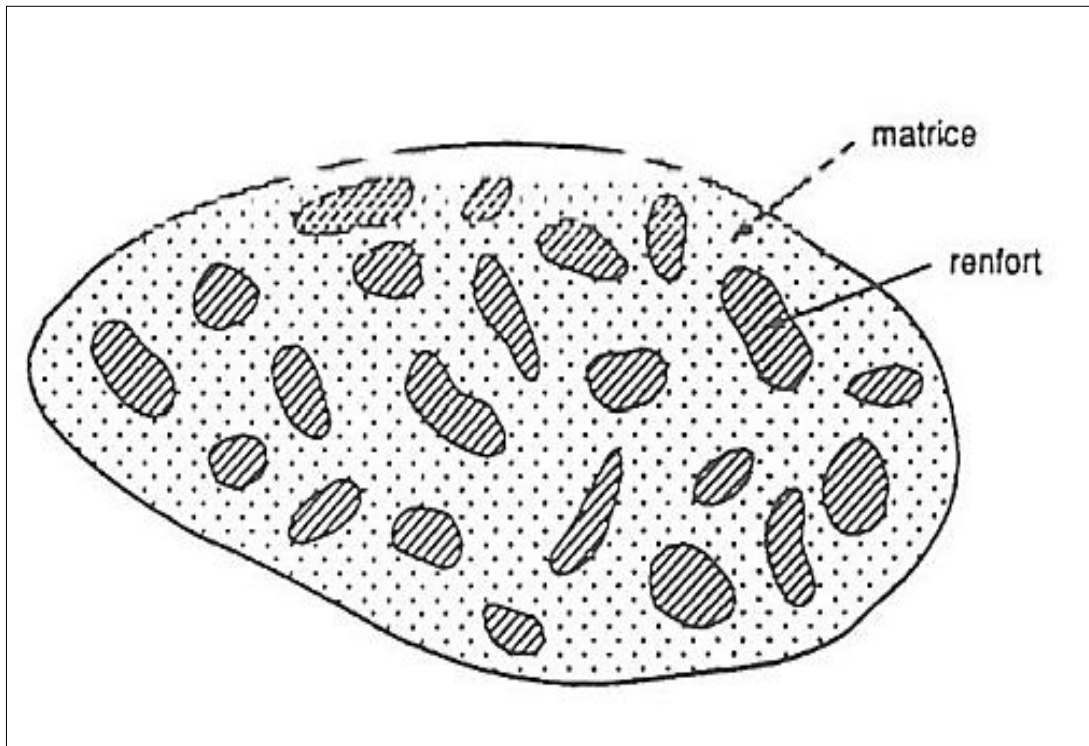


Figure I. 1: Schéma représentatif des matériaux composites [7].

Les propriétés des matériaux composites sont le résultat :

- Des propriétés des matériaux constituants.
- De leur distribution géométrique.
- De leurs interactions, etc...

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

- La nature des constituants et leurs propriétés.
- La géométrie du renfort et sa distribution.
- La nature de l'interface matrice-renfort [7].

## I.2.2. Exemples de matériaux composites

Voici quelques exemples de matériaux composites (Tableau.I.1) [3] :

# Chapitre I : Etude bibliographique

Tableau I. 1 : Exemples de matériaux composites, pris au sens large [3].

Type de composite	Constituants	Domaines d'application
1. Composites à matrice Organique(CMO) 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 verre, de carbone, etc. Résines/microsphères	Imprimerie, emballage, etc. Menuiserie Bâtiment Sports, bâtiment Toiture, terrasse, etc. Automobile Domaines multiple de
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.3. Classification des matériaux composites

### I.3.1. Classification suivant la forme des constituants

Suivant la forme des constituants, les composites sont classés en deux grandes catégories :

- ❖ Les matériaux composites à fibres.

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

- ❖ Les matériaux composites à particules.

## I.3.1.1. Composites à fibres

Un matériau composite est catégorisé comme un composite à fibres lorsque le renfort se présente sous forme de fibres [2]. Les fibres utilisées se présentent soit sous forme de fibres continues, soit sous forme de fibres discontinues : fibres coupées, fibres courtes, Etc. L'arrangement des fibres, leur orientation permettent de moduler à la carte les Propriétés mécaniques des matériaux composites, pour obtenir des matériaux allant de matériaux fortement anisotropes à des matériaux isotropes dans un plan [8].

Le concepteur possède donc là un type de matériau dont il peut modifier et Moduler à volonté les comportements mécanique et physique en jouant sur :

- ❖ La nature des constituants.
- ❖ La proportion des constituants.
- ❖ L'orientation des fibres.

Suivant le cahier des charges imposées [8].

## I.3.1.2. Composites à particules

Un matériau composite est classé comme un composite à particules lorsque le renfort se présente sous forme de particules [2]. Dans ce cas lorsque le renfort se Trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne Possède pas de dimension privilégiée.

Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, etc. Dans de nombreux cas, les particules sont simplement utilisées comme charges pour réduire le coût du matériau, sans en diminuer les caractéristiques. Le choix de l'association matrice-particules dépend des propriétés souhaitées [8].

## I.3.2. Classification suivant la nature des constituants

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés suivant des composites à matrice organique, à matrice métallique ou à matrice minérale. Divers renforts sont associés à ces matrices.

Seuls certains couples d'associations ont actuellement un usage industriel, d'autres faisant l'objet d'un développement dans les laboratoires de recherche. Parmi ces composites, nous pouvons citer [2-9] :

### A. Composites à matrice organique (résine, charges), comprenant :

- ❖ Des fibres minérales telles que le verre, le carbone, etc.
- ❖ Des fibres organiques comme le Kevlar, les polyamides, etc.
- ❖ Des fibres métalliques incluant le bore, l'aluminium, etc.

### B. Composites à matrice métallique (alliages légers et ultralégers d'aluminium, de magnésium, de titane), comprenant :

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

- ❖ Des fibres minérales telles que le carbone, le carbure de silicium (sic).
- ❖ Des fibres métalliques comme le bore.
- ❖ Des fibres métallo-minérales telles que les fibres de bore revêtues de carbure de Silicium (borsic).

## C. Composites à matrice minérale (céramique), comprenant :

- ❖ Des fibres métalliques telles que le bore.
- ❖ Des particules métalliques appelées cermets.
- ❖ Des particules minérales telles que les carbures, les nitrures, etc.

Les matériaux composites à matrice organique ne peuvent être utilisés que dans le domaine des températures ne dépassant pas 200 à 300 °C, alors que les matériaux composites à matrices métallique ou minérale sont utilisés au-delà : jusqu'à 600 °C pour une matrice métallique, jusqu'à 1000 °C pour une matrice céramique [9].

### I.3.3. Classification suivant les caractéristiques de la matrice

Les matériaux composites peuvent aussi être classés selon les caractéristiques de la matrice et des renforts en deux familles :

- ❖ Les composites grandes diffusions (GD).
- ❖ Les composites hautes performances (HP).

Pour faire beaucoup de choses à bas prix, les composites GD sont bien, mais ils ne sont pas très résistants. Ils forment la grande majorité des matériaux composites (95 %).

Les composites HP ont un coût unitaire élevé et des propriétés mécaniques spécifiques importantes. Ils sont principalement destinés à l'aéronautique et à l'espace [10].

## I.4. Composants

Les principaux constituants sont le renfort et la matrice. Le renfort a pour rôle d'apporter au matériau composite ses performances mécaniques élevées. La matrice qu'on appelle aussi liant, son rôle est de transmettre aux fibres les sollicitations mécaniques extérieures et de protéger les fibres vis-à-vis des agressions extérieures.

En ajoutant des additifs pour modifier certains des propriétés physiques ou chimiques. On les utilise même pour des raisons économiques et par fois pour faciliter la mise en œuvre [11].

### I.4.1. Renforts

C'est le principal porteur constitutif dans le composite (forme, volume). Il confère aux composites leurs caractéristiques mécaniques : rigidité, résistance à la rupture, dureté. Ces renforts permettent également d'améliorer certaines des propriétés physiques : comportement thermique, tenue en température, tenue au feu, résistance à l'abrasion, propriétés électriques, etc. Les caractéristiques recherchées pour les renforts sont des propriétés mécaniques élevées, une masse volumique faible, une bonne compatibilité avec les résines, une facilité de mise en œuvre, un faible coût [12].

# Chapitre I : Etude bibliographique

En fonction de leur utilisation, les renforts peuvent être d'origines diverses comme il est indiquée sur la (Figure.I.2)

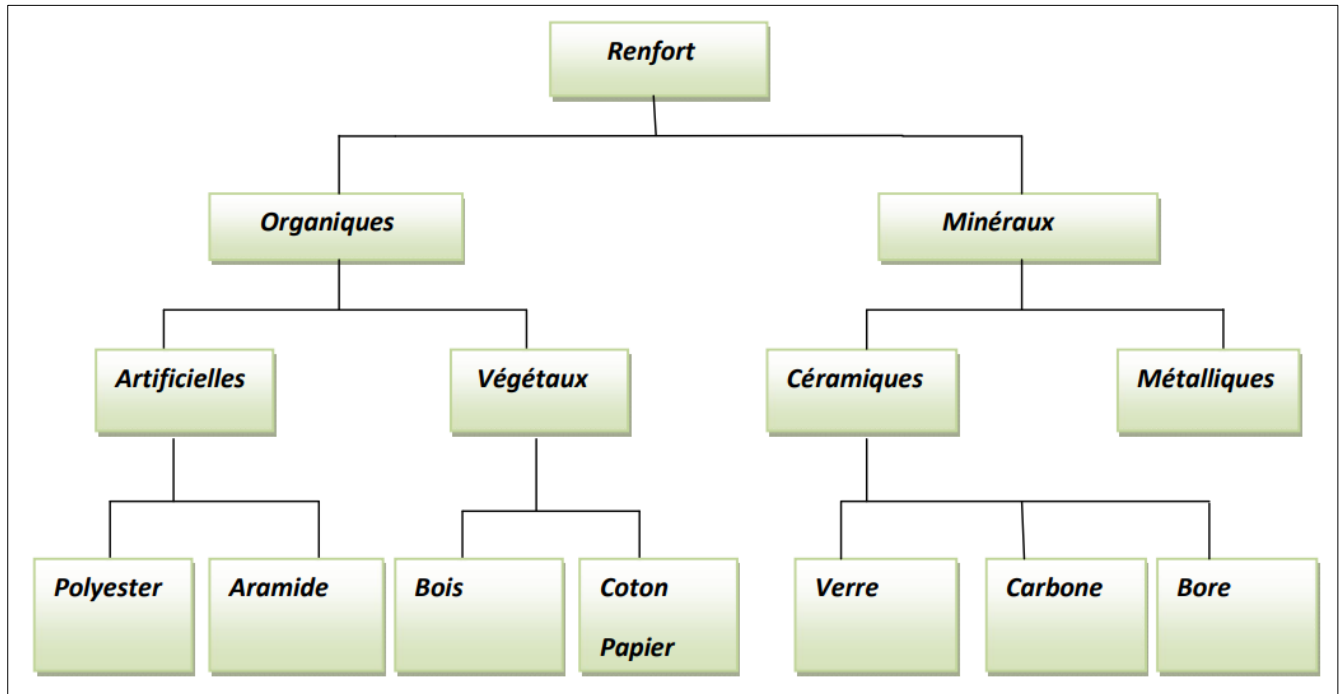


Figure I. 2: Les différents types de renfort de base [11].

Les propriétés physiques et mécaniques sont fortement influencées par la nature des fibres. La forme du renfort est fonction de l'application et du volume de pièces à réaliser, elle permet de distinguer deux grandes familles [11].

## I.4.1.1. Renfort en fibres discontinues

Les renforts en fibres discontinues se composent : de fibres courtes, de particules (charges sous forme de microbilles, de fibres broyées, d'écaillés ou de poudre) ou d'une combinaison des deux, permettent d'améliorer certaines propriétés de la matrice (résistance à l'usure, propriétés thermiques, poids). Celle-ci reste l'élément de base et on obtient alors « un polymère renforcé » [2-11].

## I.4.1.2. Renfort continu

Sous forme de fibres longues qui sont généralement utilisées pour des composites HP. Cette forme fibreuse offre une résistance à la rupture et souvent un module d'élasticité beaucoup plus élevée que ceux du même matériau massif. Ces renforts ont le rôle d'assurer la bonne tenue mécanique des composites et sont disposés au sein du matériau en fonction des propriétés recherchées. Pour créer une structure résistante adaptée aux contraintes mécaniques, il existe plusieurs architectures de renforts :

Unidirectionnelle (nappes ou roving), bidirectionnelle (tissus ou complexes 2D), tridimensionnelle (fibres orientées suivant trois directions) [11].

# Chapitre I : Etude bibliographique

## I.4.1.3. Les différents types de renfort

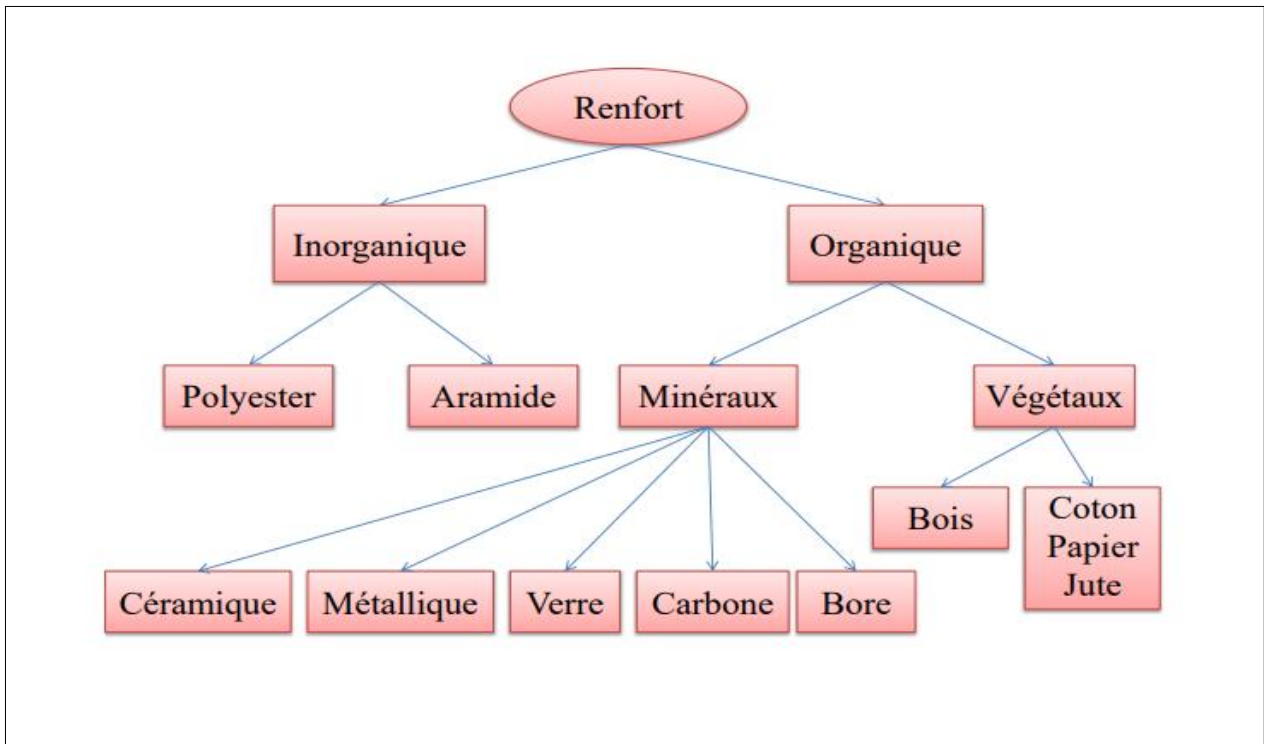


Figure I. 3: Les différents types de renforts [13].

### A. Les fibres de verre

Les fibres de verre sont produites à partir de silice et d'additifs. En fonction des applications spécifiques, ces fibres sont classées en trois catégories [2] :

- Fibres de type E pour les composites à grande diffusion (GD).
- Fibres de type D destinées aux applications dans la construction électrique, notamment pour les circuits imprimés.
- Fibres de type R spécialement conçues pour les composites à haute performance (HP).

Ils sont utilisés dans les bâtiments et infrastructures (notamment dans les piscines) (29%), les transports (30%), l'électricité (16%), les sports et loisirs (14%) et pour les équipements industriels (11%). Leur coût de production est peu élevé, ce qui en fait l'une des fibres les plus utilisées à l'heure actuelle. Elle permet par exemple un allègement des structures d'environ 30% par rapport à l'acier et une réduction de poids en améliorant les performances, pour un prix compétitif : on peut en faire une fabrication en séries. Parmi ses propriétés ; l'inertie chimique, la résistance au choc, l'isolation, etc [13].

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

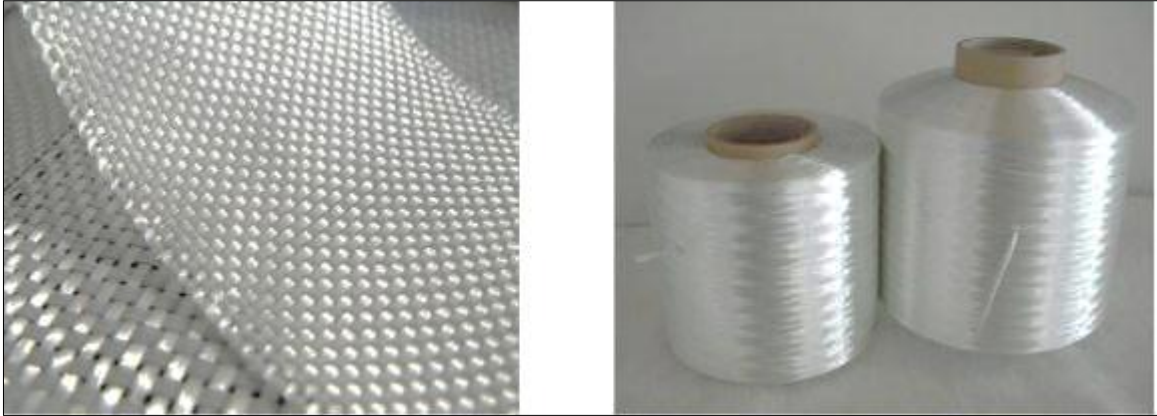


Figure I. 4 : Fibres de verre sous deux formes (fil, feuille) [13].

Les fibres de verre offrent des avantages significatifs, avec un coût raisonnable compris entre 1,5 et 7,5 €/kg [2] :

- Une bonne adhérence entre fibres et résines.
- Des propriétés mécaniques satisfaisantes, bien qu'inférieures à celles de la fibre de carbone.
- Des propriétés d'isolation électrique acceptables pour la plupart des applications.

L'utilisation des fibres de verre dans les composites est principalement restreinte en raison de :

- L'utilisation des fibres de verre dans les composites est principalement.
- Une rigidité qui peut être insuffisante pour certaines applications, notamment pour les pièces de structure primaire en aéronautique.
- Un vieillissement accéléré lors d'un contact prolongé avec l'eau et une exposition aux rayonnements UV.

Les principaux producteurs de fibres de verre comprennent Saint Gobain Vetrotex, Owens Corning, et PPG.

## **B. Les fibres de carbone**

La production actuelle de fibres de carbone destinées aux renforts de composites s'élève à 3 000 tonnes par an. Ces fibres sont principalement utilisées dans la fabrication de composites "hautes performances" pour l'aéronautique, la construction industrielle, ainsi que dans le domaine des sports et loisirs. En dehors des secteurs de l'aéronautique et des sports et loisirs, l'adoption généralisée des composites à fibres de carbone, notamment dans les composites de "grande diffusion", dépend largement d'une réduction significative des prix actuels des fibres les moins coûteuses (15 à 17 €/kg). Il serait souhaitable d'atteindre des prix compris entre 4,5 et 7,5 €/kg [2].

# Chapitre I : Etude bibliographique

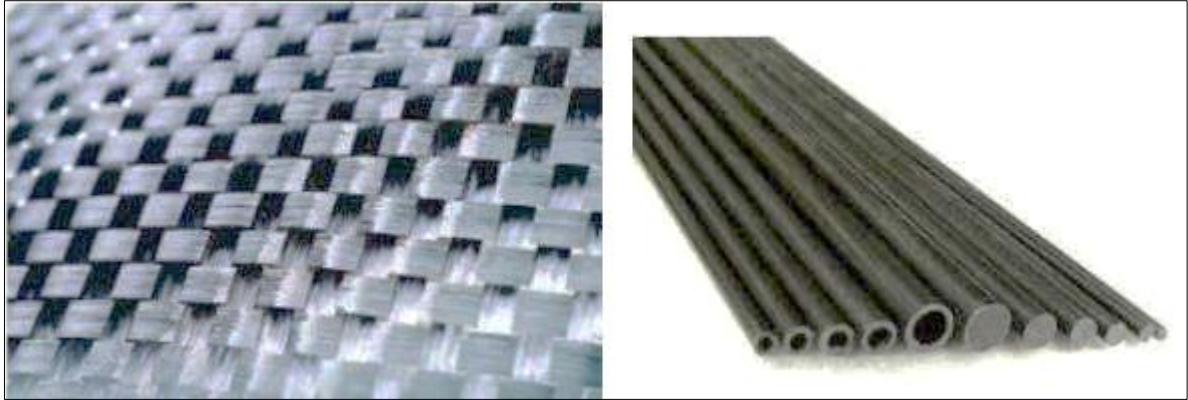


Figure I. 5 : Fibre de carbone sous deux forme (tube, feuille)[13].

## C. La fibre aramide

Le mot aramide vient de la contraction d'Aromatique-polyamide. Les fibres d'aramide sont constituées de filaments jaunes continus d'un diamètre de l'ordre de  $12\ \mu\text{m}$  assemblés en fils (figure I.6). Elles sont des fibres synthétiques qui résistent bien à la chaleur et ont de bonnes propriétés mécaniques. Elles sont utilisées dans les protections balistiques comme la confection de gilets pare-balles [13].



Figure I. 6: Exemples des fibres d'aramides [13].

Les fibres d'aramide présentent un bon équilibre de résistance et de module en traction et, en particulier, une excellente résistance spécifique à la rupture en traction. Les fibres d'aramide ont des caractéristiques médiocres en compression qui sont probablement une des conséquences de leur faible adhérence à la résine. Un des reproches que l'on fait aussi à la fibre aramide, est la difficulté rencontrée pour découper les renforts secs et pour poncer et percer les pièces composites [13].

## D. Les fibres de polyéthylène haut ténacité

Les fibres de polyéthylène présentent des avantages tels que la légèreté (densité de 0,95 comparée à celle de l'aramide de densité 1,44) et une capacité élevée à convertir l'énergie cinétique en énergie thermique. Les composites à fibres de polyéthylène sont principalement

# Chapitre I : Etude bibliographique

utilisés dans des applications balistiques et de blindage. Cependant, leur champ d'application est restreint en raison de leurs principales faiblesses :

- Faible résistance à la température (fluage dès 90°C, tandis que l'aramide ne se dégrade qu'à 400°C).
- Adhérence médiocre entre les fibres et la matrice.

La production mondiale de fibres de polyéthylène haute ténacité atteint 2 000 à 3 000 tonnes par an, dont moins de 200 tonnes sont utilisées dans la fabrication de composites. Les principales marques incluent Dyneema de DSM aux Pays-Bas et Spectra aux États-Unis [2].

## E. Les fibres naturelles

Les fibres naturelles sont des substances filamenteuses issues de végétaux et d'animaux ou minéral, 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 [13].



Figure I. 7: Fibres naturelles [13].

Les fibres naturelles offrent un potentiel prometteur en tant que substituts des fibres de verre dans les composites, principalement en raison de leur recyclabilité et de leur facilité de mise en œuvre. Néanmoins, plusieurs défis techniques doivent encore être surmontés avant qu'elles ne puissent être largement adoptées [11].

On peut subdiviser les fibres naturelles en trois grands groupes selon leur origine :

- ❖ Les fibres végétales qui comprennent :
  - Des fibres provenant des poils séminaux de graines (coton, kapok).
  - Les fibres libériennes extraites de tiges de plantes (lin, chanvre, jute, ortie).
  - Les fibres extraites de feuilles (sisal), de troncs (palmier), d'enveloppes de fruits (noix de coco).
- ❖ Les fibres animales qui proviennent des poils, telles que la toison animale, et des sécrétions telles que la soie.
- ❖ Les fibres minérales telles que l'amiante [13].

# Chapitre I : Etude bibliographique

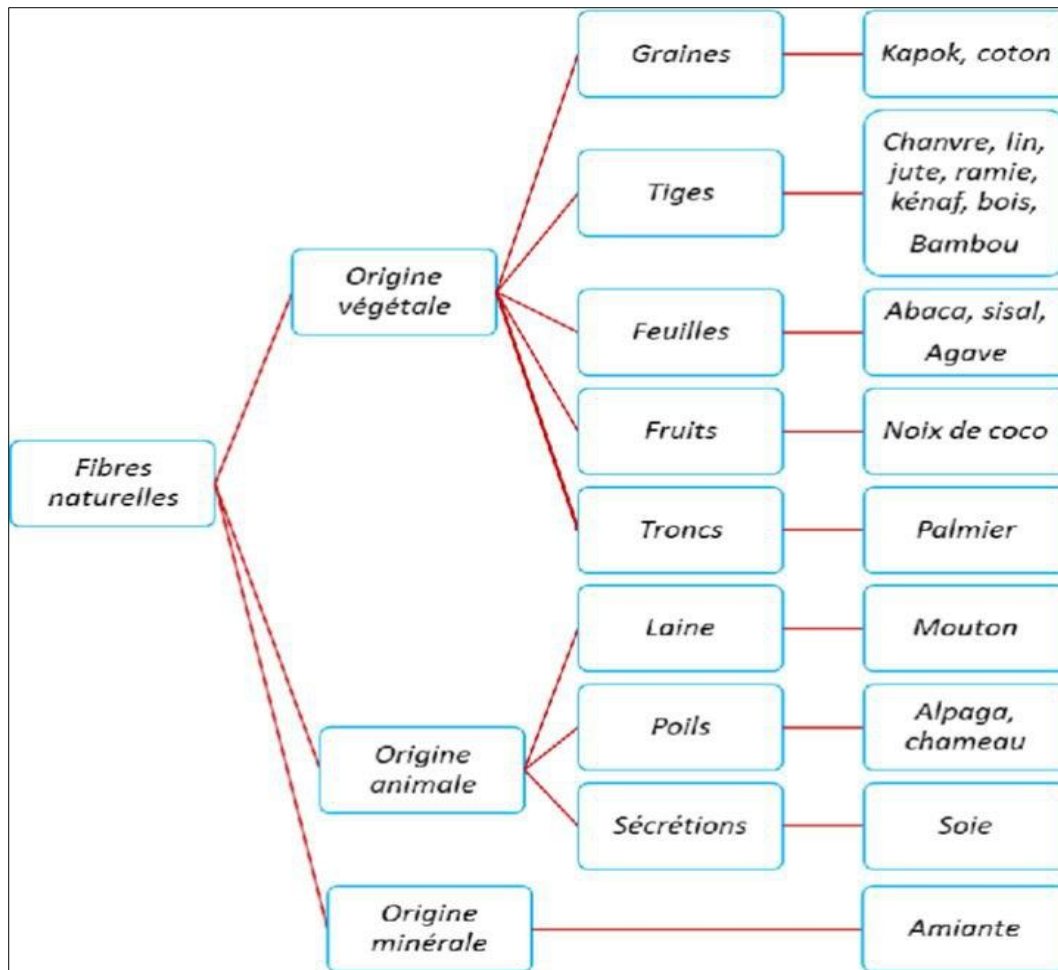


Figure I. 8 : Différentes fibres naturelles [14].

## F. Les polymères biodégradables à base d'acide polylactique (PLA)

Ces matériaux sont employés dans la fabrication de composites associant des fibres et une matrice PLA, notamment pour des applications médicales d'ostéosynthèse. Ils représentent ainsi de potentielles alternatives innovantes aux fibres actuellement disponibles [11].

### I.4.1.4. Architectures de renforcement

Les structures composites sont anisotropes. La plupart des renforts travaillent bien en traction, mais offrent de moins bonnes performances en compression et cisaillement. Il est donc impératif de jouer sur la texture et la géométrie des renforts pour créer une architecture adaptée. Il existe différentes géométries et textures de renforts [11] :

- **Unidirectionnelle** : les fibres sont alignées dans une seule direction, conférant ainsi au composite une résistance élevée dans cette direction spécifique, mais une résistance moindre dans les autres directions. Cette architecture est fréquemment employée pour les pièces soumises à des charges uniaxiales, telles que les poutres ou les plaques (Figure.I.9) [2].

# Chapitre I : Etude bibliographique

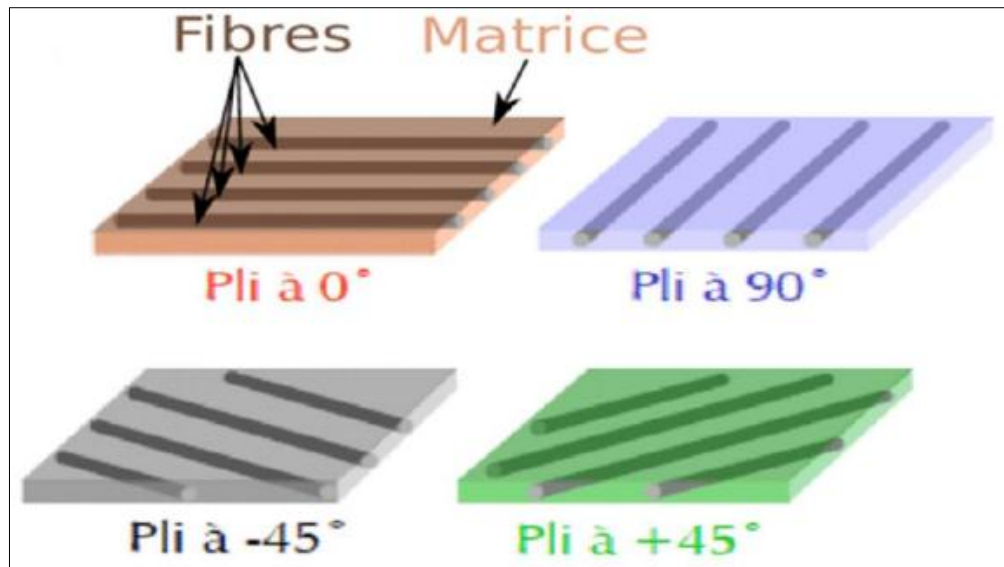


Figure I. 9 : Les fibres Unidirectionnelle [2].

- **Multidirectionnelle aléatoire** : les fibres sont positionnées dans diverses directions de manière aléatoire. Cette configuration confère au composite une résistance plus uniforme dans toutes les directions. Elle est couramment appliquée pour les pièces exposées à des charges multidirectionnelles, telles que les coques ou les réservoirs (Figure I.10) [2].

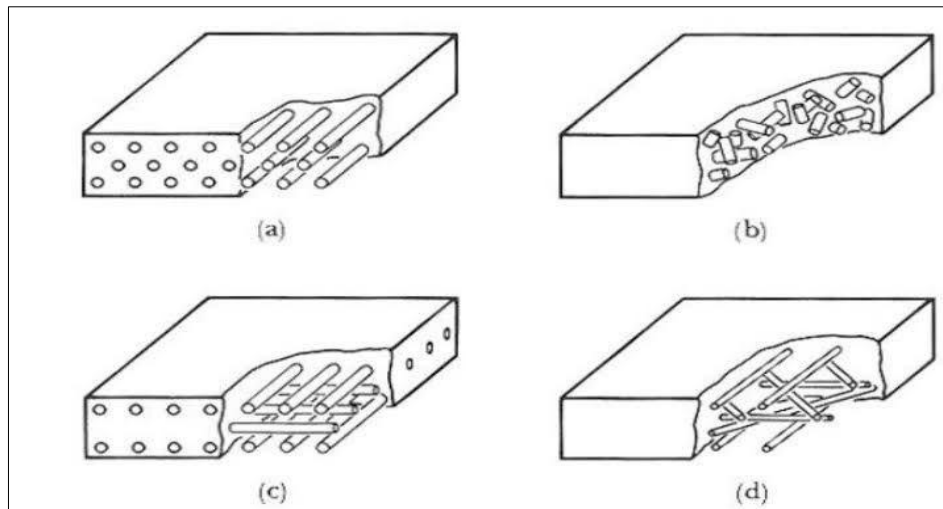


Figure I. 10 : Les fibres Multidirectionnelles aléatoires [1].

- **Multidirectionnelle tissée** : les fibres sont agencées dans un motif tissé, conférant ainsi au composite une résistance plus élevée que celle obtenue avec la disposition multidirectionnelle aléatoire. Cette configuration est fréquemment adoptée pour les pièces soumises à des charges importantes, comme celles utilisées dans les secteurs aérospace ou maritime (Figure I.11) [2].

# Chapitre I : Etude bibliographique

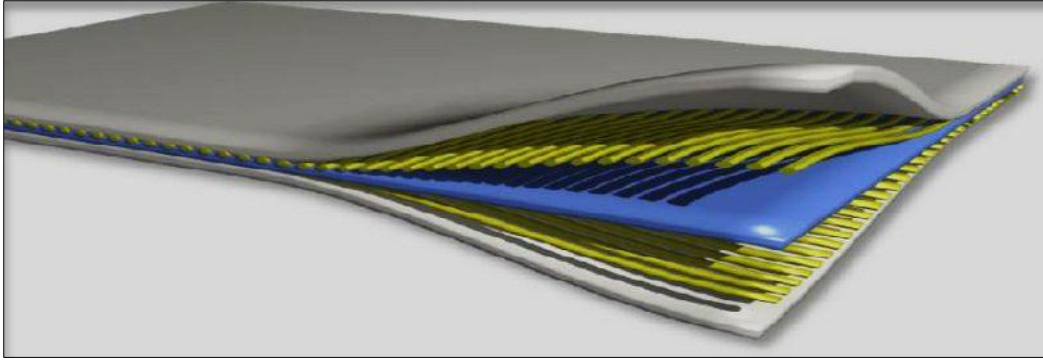


Figure I. 11 : Les fibres Multidirectionnelles tissées [2].

- **Tridimensionnelle** : les fibres sont positionnées dans les trois dimensions, conférant ainsi au composite une résistance encore plus élevée que les autres architectures. Cette configuration est fréquemment choisie pour les pièces soumises à des charges extrêmement élevées, comme les composants structuraux dans les domaines aérospatial ou naval.

Le choix de l'architecture de renforcement est dicté par les propriétés mécaniques recherchées pour la pièce composite. Par exemple, une architecture unidirectionnelle sera la plus appropriée pour une pièce exposée à des charges uniaxiales élevées, tandis qu'une architecture multidirectionnelle aléatoire ou tissée sera plus adaptée pour une pièce soumise à des charges multidirectionnelles [1].

## I.4.2. Matrice

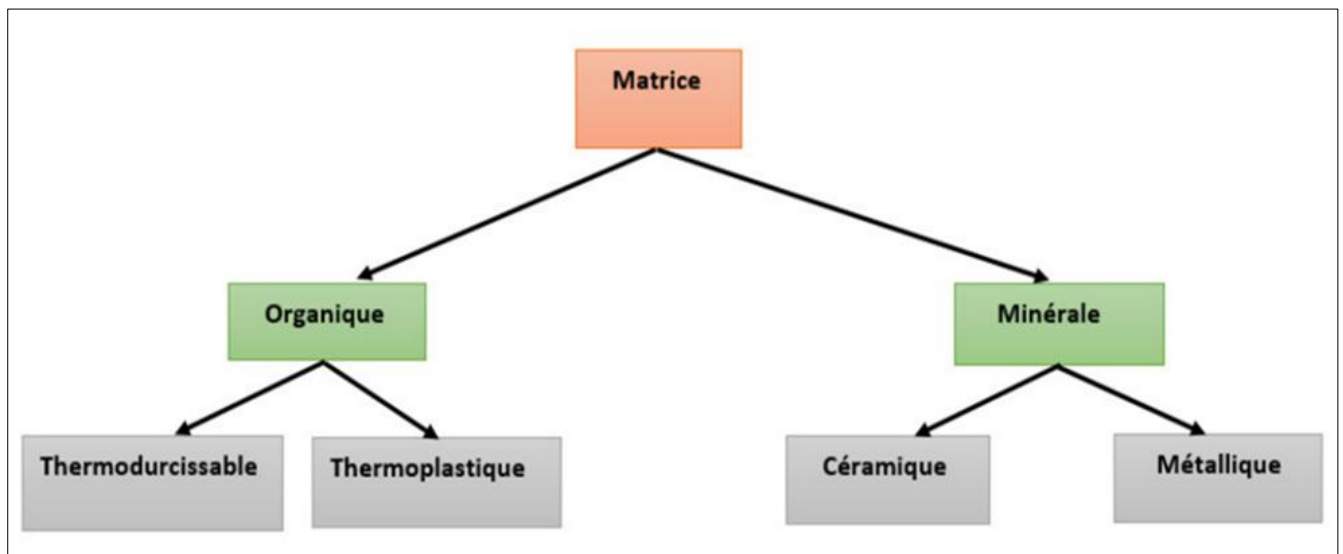


Figure I. 12 : Classification des matrices [3].

Dans un matériau composite, le terme "matrice" fait référence à la substance solide qui enveloppe les renforts, créant ainsi une masse compacte [15]. Le rôle de la matrice est principalement de lier les fibres, mais aussi, d'assurer une répartition spatiale est homogène

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

du renfort. D'un point de vue mécanique, la matrice transmet et répartie les efforts extérieurs vers le renfort. D'un autre côté, elle apporte à la structure une tenue chimique et donner la forme désirée au produit [3].

La classification des types de matrices fréquemment rencontrées est présentée dans la (figure I.12).

## I.4.2.1. Les matrices organiques

### A. Matrices thermodurcissables

Les matrices thermodurcissables ont une stabilité thermique beaucoup plus élevée en comparaison avec les matériaux thermoplastiques, un grand avantage pour des applications d'une demande très élevée. Des remplisseurs ou charges sont employés en polymères pour une variété de raisons, à savoir réduire le coût, améliorer le traitement, la densité de commande, conductivité thermique, dilatation thermique, propriétés électriques, propriétés magnétiques, retard de flamme, et pour améliorer les propriétés mécaniques. En général, les remplisseurs peuvent changer l'exécution des composés de polymère en changeant la couleur, viscosité, propriétés de barrière, les propriétés électriques et thermiques, la finition de surface, le rétrécissement, etc... [11].

Parmi les résines thermodurcissables les plus couramment utilisées actuellement, on retrouve :

- **Résines époxydes** : Constituent la résine de référence pour les composites [2].
- **Résines phénoliques** : Elles sont issues de la polycondensation du phénol et du formol et se caractérisent par une bonne tenue au feu, sans fumée. Elles restent fragiles, sensibles à l'humidité, difficiles à colorer et à mettre en œuvre [13].
- **Polyuréthanes** : Caractérisées par une faible viscosité qui facilitent le remplissage efficace du moule [16].
- **Polyesters insaturés** : Pour les applications grande diffusion qui présentent un bon compromis cout/performance [13].

D'autres familles sont également utilisées (mélamines, silicones...) mais encore en quantités faibles pour les applications composites [13].

### B. Matrice thermoplastique

Les résines thermoplastiques ont des propriétés mécaniques faibles. Ces résines sont dures et solides qui nécessitent une transformation à très haute température [3].

Ils comportent deux classes : les amorphes, sans ordre moléculaire, et les cristallins. Les principales matrices TP utilisées (possédant tous une tenue en température supérieure à 100°C) sont les suivantes [13] :

- **Polyamide (PA)** : tenue au choc, bonne résistance à la fatigue et aux hydrocarbures.

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

- **Poly téréphthalate éthylénique et butylénique (PET, PBT)** : bonne rigidité, bonne ténacité.
- **Polycarbonate (PC)** : Se distingue par sa résistance aux chocs.
- **Polysulfure de phényle (PPS)** : résistance à l'hydrolyse.
- **Polyoxyméthylène (POM)** : bonne tenue à la fatigue.
- **Polysulfures (PSU et PPS)** : bonne stabilité chimique et à l'hydrolyse, peu de fluage, tenue au chaud.
- **Polypropylène (PP)** : peu onéreux et assez stable en température, mais combustible.

De plus en plus, on utilise des thermoplastiques thermostables (tenue thermomécanique est de l'ordre de 140°C), en particulier les suivants [13] :

- Polyamide-imide (PAI).
- Polyéther-imide (PEI).
- Polyéther-sulfone (PES).
- Polyéther-éther-cétone (PEEK).

## I.4.2.2. Les matrices minérales

### A. Les matrices métalliques

Les composites à matrice métallique ont été développés pour améliorer certaines caractéristiques des métaux ainsi que pour pallier certains inconvénients des composites à matrice organique (température d'utilisation limitée, vieillissement). Le renforcement des métaux et de leurs alliages par des fibres permet une amélioration de la rigidité, de la résistance mécanique et de la tenue à la fatigue à température ambiante (pour les métaux mous comme le plomb) mais également à température élevée (aluminium, titane). Les composites à matrice métallique actuellement étudiés ou utilisés en très faible quantité sont ceux à base d'aluminium, de magnésium ou de titane, renforcés par des fibres longues de carbone, de carbure de silicium, d'alumine ou de bore, par des fibres coupées ou des whiskers de carbure de silicium. Ces matériaux présentent des caractéristiques mécaniques élevées et les conservent jusqu'à des températures importantes (400 °C pour l'aluminium). Ils ont une excellente tenue à l'environnement, sont insensibles aux rayons ultraviolets, présentent une bonne stabilité dimensionnelle, une bonne conductivité électrique et thermique [17].

### B. Les matrices céramiques

Les propriétés intrinsèques des céramiques (réfractaire, rigidité, résistance et bonne stabilité chimique), leur permet potentiellement de jouer le rôle de matrice dans des matériaux composites, dans ce cas le but des fibres de renfort est d'améliorer la ténacité de telles matrices, ainsi que leur résistance aux chocs thermiques [18].

## I.4.3. Les charges et additifs

Différents produits peuvent être incorporés à la résine pour lui conférer des caractéristiques particulières ou en réduire le coût. La quantité des produits ajoutés peut varier de quelques

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

dizaines de pourcentage dans le cas de charges, à quelques pourcentages et moins dans le cas d'additifs.

L'addition de ces produits a pour fonction soit d'améliorer les caractéristiques mécaniques et physiques du produit fini, soit d'en faciliter la mise en œuvre [8].

## I.4.3.1. Les charges

### A. Charges renforçantes

L'objet de l'incorporation de charges renforçantes est d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine. Ces charges peuvent être classées suivant leur forme géométrique en :

- **Charges sphériques** : Sphères de faible diamètre, de 10 à 150  $\mu\text{m}$  généralement, appelées aussi microbilles. La forme sphérique évite les concentrations de contraintes dans la matrice et diminue par conséquent sa sensibilité à la fissuration. Les microbilles de verre creuses représentent 99 % des charges sphériques utilisées [19].
- **Charges non sphériques** : Parmi les charges renforçantes non sphériques, le mica est le matériau le plus utilisé. Il est alors incorporé sous forme d'écailles de dimensions de 100 à 500  $\mu\text{m}$ , et d'épaisseur de 1 à 20  $\mu\text{m}$ . Le mica est ajouté à des résines thermoplastiques ou thermodurcissables, pour des applications électriques ou électroniques [8].

### B. Charges non renforçantes

Les charges non renforçantes ont pour rôle soit de diminuer le coût des résines en conservant les performances des résines, soit d'améliorer certaines propriétés des résines. Parmi ces catégories, on distingue :

- **Charges de faible coût** : extraites de roches ou de minerais (carbonates, silicates, silices, etc.), leur incorporation augmente le module d'élasticité, la dureté, la viscosité et la stabilité dimensionnelle mais diminue la résistance à la traction et à la flexion.
- **Charges ignifugeantes** : ont pour rôle de réduire ou d'empêcher la combustion de la résine.
- **Charges conductrices et antistatiques** : ces charges sont utilisées pour rendre la matrice conductrice de chaleur et d'électricité dans certaines applications [19].

## I.4.3.2. Additifs

Les additifs sont des substances ajoutées en faible quantité aux résines pour en modifier les propriétés. Ils peuvent être classés en quatre catégories [2].

- **Les lubrifiants et agents de démoulage** : ils sont utilisés pour faciliter le façonnage de la résine et réduire sa tendance à adhérer aux moules et mandrins.
- **Les pigments et colorants** : en fonction de la nature de la résine et de l'utilisation du matériau composite, ce dernier est coloré soit par des pigments (particules insolubles

# Chapitre I : Etude bibliographique

d'oxydes ou de sels métalliques) dispersés dans une pâte, soit par des colorants (composés organiques solubles dans l'eau ou dans un solvant).

- **Les agents anti-retraits** : le retrait de la résine après polymérisation peut aboutir à un mauvais état de surface, à un gauchissement ou à des microfissurations des pièces moulées. L'ajout de produits spécifiques anti-retrait, à base de thermoplastiques ou d'élastomères, permet de diminuer ou même d'annuler le phénomène.
- **Les agents anti-ultraviolets** : ils ont pour rôle de protéger la résine des rayons ultraviolets contenus dans le rayonnement solaire. En les absorbant, ils évitent une dégradation prématurée de la résine par rupture de liaisons atomiques ou par photo-oxydation [19].

## I.5. Matériaux composites structuraux

Les structures des matériaux composites peuvent être classées en trois types :

- Les monocouches.
- Les stratifiées.
- Les sandwiches.

### I.5.1. Les monocouches

Représentent l'élément de base de la structure composite. Les différents types de monocouches sont caractérisés par la forme du renfort : à fibres longues (unidirectionnelles UD, réparties aléatoirement), à fibres tissées, à fibres courtes [3].

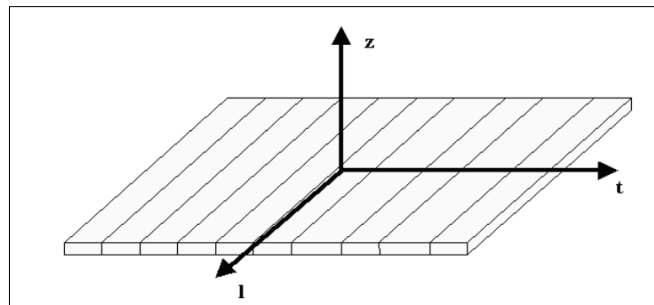


Figure I. 13 : Composite Monocouches [3].

### I.5.2. Les stratifiées

Un stratifié est constitué d'un empilement de monocouches ayant chacune une orientation propre par rapport à un référentiel commun aux couches, et désigné comme le référentiel du stratifié (Figure I.14). Le choix de l'empilement et plus particulièrement des orientations permettra d'avoir des propriétés mécaniques spécifiques [8].

On pourra avoir des stratifiés du type :

- **Equilibré** : stratifié comportant autant de couches orientées suivant la direction  $+\theta$  que de couches orientées suivant la direction  $-\theta$ .

# Chapitre I : Etude bibliographique

- **Symétrique** : stratifié comportant des couches disposées symétriquement par rapport à un plan moyen.
- **Antisymétrique** : stratifié comportant des couches disposées non symétriquement par rapport à un plan moyen.
- **Croisé** : stratifié comportant autant de couches à  $0^\circ$  que de couches à  $90^\circ$ .
- **Hybride** : les couches successives comportent des fibres de natures différentes, il s'agit d'un stratifié hybride [8].

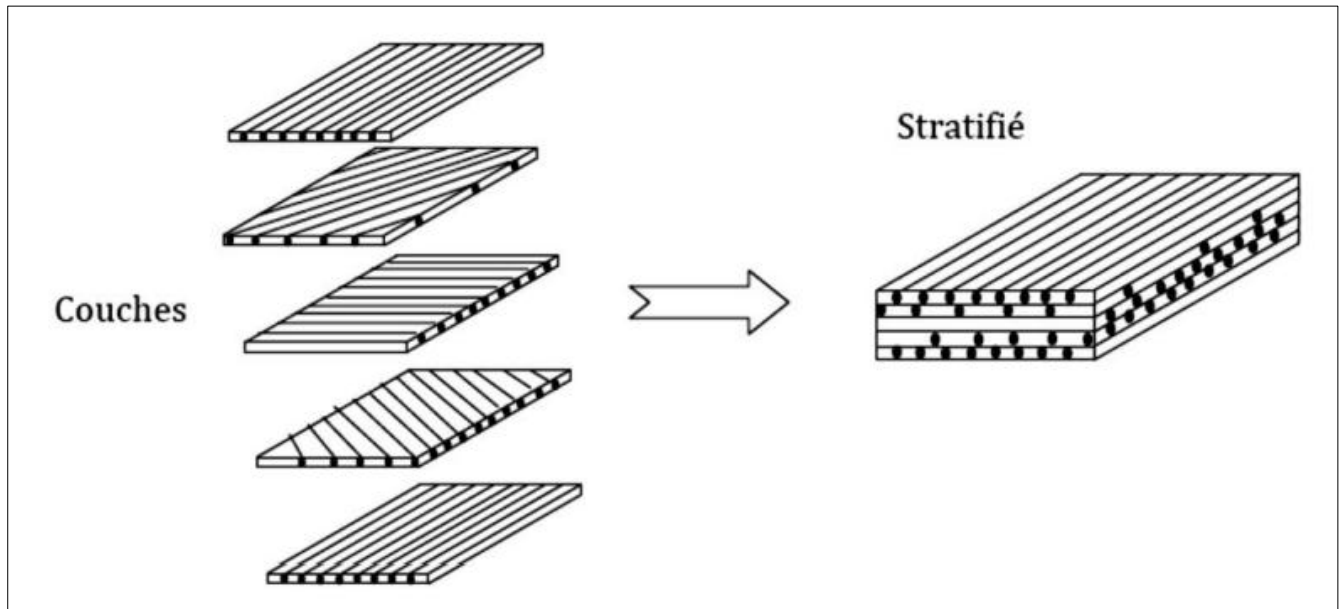


Figure I. 14 : Constituants d'un stratifié [8].

## I.5.3. Les Sandwichs

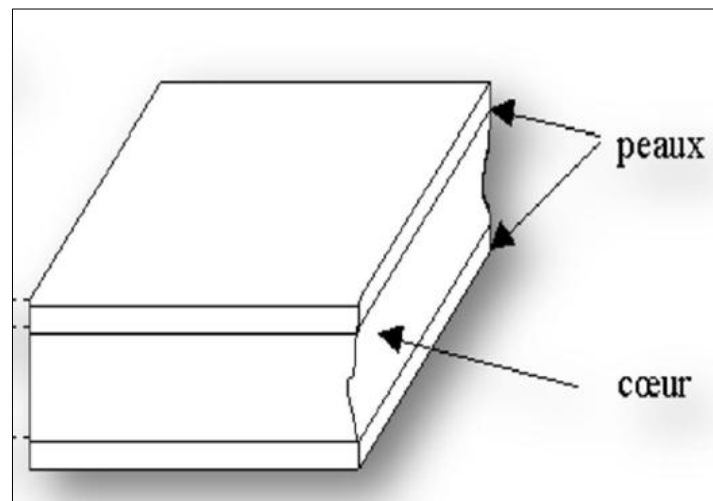


Figure I. 15 : Composite Sandwichs [11].

# Chapitre I : Etude bibliographique

Les matériaux sandwichs résultent généralement de l'association de deux semelles ou peaux de faible épaisseur, constituées de deux matériaux à haute résistance et haut module et d'une âme beaucoup plus épaisse et de faible densité (figure I. 15).

Ils ont pour avantages : une grande rigidité, une résistance à la rupture élevée associées à un faible poids par unité de surface.

Malgré une activité de recherche et de développement sur ces matériaux, le comportement au cours de l'endommagement reste peu connu.

Le matériau sandwich possède une grande légèreté en flexion et c'est un excellent isolant thermique [8].

## I.6. Technologie de la mise en œuvre

La technologie de la mise en œuvre des matériaux composites englobe les méthodes de fabrication et de mise en forme de ces matériaux. Bien qu'il existe diverses techniques, le moulage demeure la méthode la plus couramment employée [2].

Parmi les procédés les plus significatifs, on trouve :

### I.6.1. Moulages sans pression

Les méthodes de moulage à froid et sans intervention d'une presse sont les méthodes les plus simples à mettre en œuvre. Elles nécessitent un minimum d'équipement et par conséquent d'amortissement. Cette facilité a été à l'origine du succès des matériaux composites à fibres de verre, dans l'industrie et l'artisanat. Ces méthodes permettent la réalisation de pièces en petites et moyennes séries, sans restriction de formes et dimensions. Bien que la proportion de fibres puisse varier, elle reste toutefois limitée. Les pièces comportent une seule face lisse, reproduisant l'aspect du moule.

Enfin, la qualité de la pièce moulée dépend dans une large mesure du savoir-faire du mouleur [13].

#### I.6.1.1. Moulage au contact

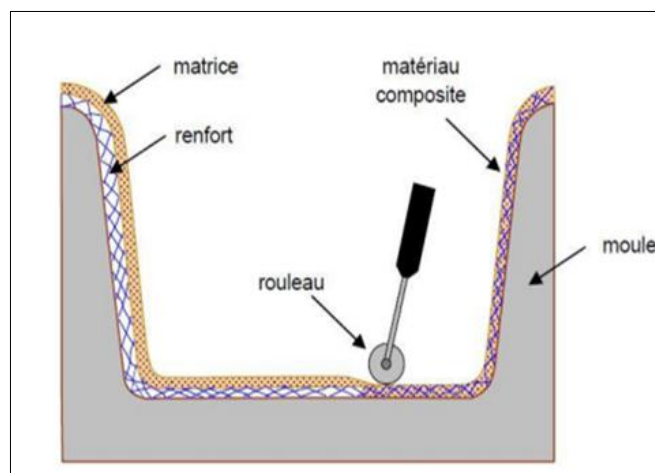


Figure I. 16 : Principe du moulage au contact [20].

# Chapitre I : Etude bibliographique

Procédé manuel pour la réalisation de pièces à partir de résines thermodurcissables, à température ambiante et sans pression. Les renforts sont déposés sur le moule et imprégnés de résine liquide, accélérée et catalysée. Après durcissement de la résine, la pièce est démoulée et détournée (Figure I.16) [20]. Bien que cette technique soit économique et adaptée à la réalisation de pièces aux formes complexes, sa cadence de production est limitée en raison du caractère entièrement manuel du processus [2].

Ce type de moulage représente des avantages tel que :

- Très larges possibilités de formes.
- Pas de limite dimensionnelle.
- Propriété mécanique moyennes à bonnes.
- Investissements spécifiques très faibles.
- Moule simples, peu onéreux, rapide à réaliser en interne [3].

Mais aussi il se limite à :

- Une seule face lisse.
- Nécessité de finition (détourage, perçage, etc.).
- Qualité tributaire de la main d'œuvre.
- Faible cadence de production par moule.
- Espace de travail important.
- Conditions de travail médiocres [3].

## I.6.1.2. Moulage par projection simultanée

Le moulage est effectué par projection simultanée de fibres coupées et résine catalysée sur un moule. L'équipement à projeter est constitué d'une machine à couper le stratifil et d'un pistolet projetant la résine et les fibres coupées, l'ensemble fonctionnant par air comprimé. La couche de fibres imprégnées de résine est ensuite compactée et débarrassée des bulles au rouleau cannelé (Figure I.17) [13].

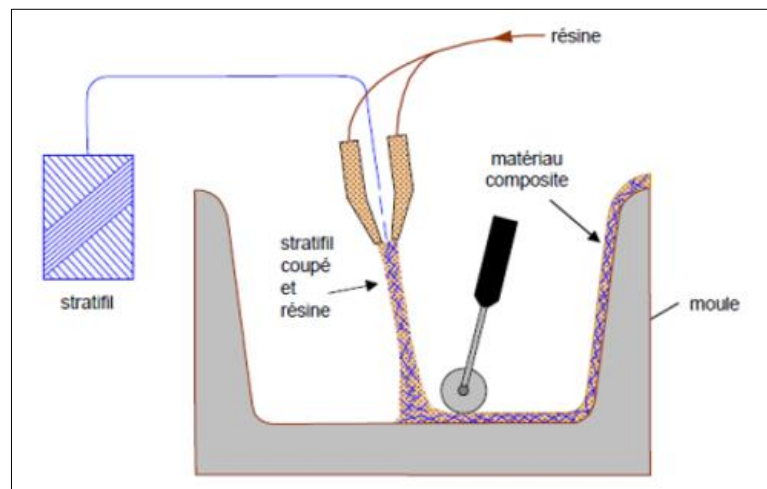


Figure I. 17 : Principe de moulage par projection simultanée [13].

# Chapitre I : Etude bibliographique

Le moulage par projection permet d'obtenir de grandes séries de pièces, avec un bas prix de revient. Le renfort est toutefois limité à des fibres coupées, et les caractéristiques mécaniques du matériau restent moyennes. Il est possible d'obtenir deux faces lisses en utilisant un moule et contre-moule, chargés séparément, puis accolés. Ce procédé réserve également la possibilité d'interposer une couche de tissu entre les deux, et permet alors d'obtenir des pièces ayant de meilleures caractéristiques mécaniques [13].

## I.6.2. Injection thermodurcissable BMC

(Bulk Molding Compound ou préimprégné en vrac). Procédé discontinu haute pression (100 bars). Permettant la production en grande série de pièces composites (Figure I.18) [2].

Les avantages du procédé BMC sont les suivants [2] :

- **Production en grande série** : Ce procédé est automatisable, adapté à la réalisation de pièces en grandes quantités.
- **Coût matière réduit** : Le Compound est un matériau économique.
- **Finition minimale** : Les pièces moulées ont généralement une surface lisse, nécessitant peu d'opérations de finition.
- **Temps de cycle court** : Le temps de cycle étant relativement court, la productivité peut être accrue.

Les inconvénients du procédé BMC sont les suivantes [2] :

Les propriétés mécaniques du composite final sont généralement moindres que celles des composites fabriqués par d'autres méthodes.

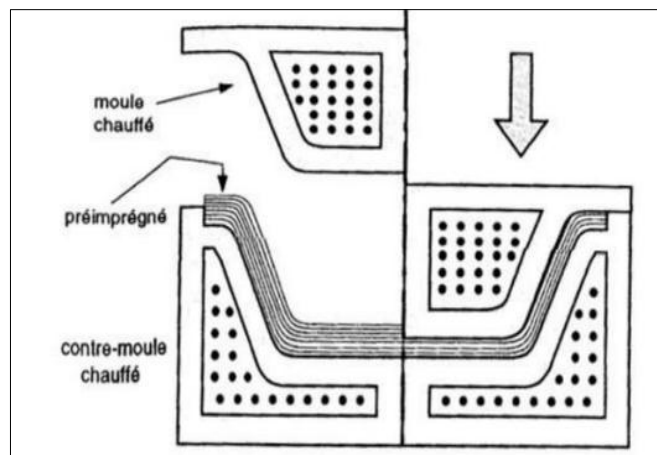


Figure I. 18 : Injection thermodurcissable BMC [21].

## I.6.3. Compression thermodurcissable SMC

Sheet Molding Compound ou préimprégnés en feuilles. Le principe consiste à déposer des feuilles de préimprégnés dans un contre moule chauffé, de comprimer le matériau avec un moule chauffé, polymérisation puis éjection de la pièce [11].

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

## Les Avantages :

- Le matériau SMC présente une économie de coûts relative.
- Les SMC offrent des propriétés mécaniques et thermiques de qualité.

## Les inconvénients :

- Les surfaces des pièces moulées par SMC peuvent présenter des aspérités et nécessiter une opération de finition.
- Les pièces moulées par SMC exigent une étape de finition, pouvant entraîner une augmentation des coûts de production [2].

### I.6.4. Pultrusion

Utilisation pour les composites hautes performances industrielles. Le principe est : tirage, mise en forme et polymérisation de fibres continues imprégnées [11].

## Les Avantages :

- **Production continue** : La pultrusion offre une production continue, augmentant ainsi la productivité.
- **Réalisation de sections complexes** : Ce procédé permet la fabrication de pièces de formes complexes pour répondre à des besoins spécifiques.
- **Taux de renfort élevé** : La pultrusion permet d'atteindre un taux de renfort élevé, améliorant ainsi les propriétés mécaniques des pièces.

## Les Inconvénients :

- La pultrusion est un processus relativement lent, ce qui peut limiter sa productivité.
- La pultrusion est limitée à la fabrication de profilés droits à section constante [2].

### I.7. Avantage et inconvénients des matériaux composites

#### I.7.1. Les Avantages

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

- Leur légèreté.
- Leur résistance à la corrosion et aussi à la fatigue.
- Leur insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants.
- Leur possibilité de prendre plusieurs formes, d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit [11].

#### I.7.2. Les inconvénients

- Les coûts des matières premières et des procédés de fabrication.
- La gestion des déchets engendrés et la réglementation de plus en plus stricte.

L'industrie des matériaux composites doit donc aujourd'hui relever certains défis tels que :

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

- La maîtrise des émanations de produits organiques volatiles, par exemple le styrène.
- La maîtrise des procédés de transformations et des performances des matériaux qui sous-entend une très bonne connaissance des constituants mis en place.
- La mise en place de technologies et des filières pour la gestion des déchets en fin de vie qui est la partie la plus difficile à satisfaire en raison du caractère thermostable de la plupart des composites.

De plus, dans ce dernier point, le recyclage est actuellement très limité parce que le broyage ou les autres procédés sont très coûteux et fournissent une matière de faible qualité. Ces quelques inconvénients et défis à relever, ont poussé les chercheurs et les pouvoirs publics à investir et orienter les recherches vers les ressources renouvelables et biodégradables [11].

## I.8. Applications des matériaux composites au génie civil

En raison de leurs hautes propriétés mécaniques et de tous les avantages déjà exposés précédemment par rapport aux matériaux traditionnels, les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans le génie civil. Ces nouveaux matériaux de hautes performances, font aussi bien leur apparition dans la réhabilitation que dans la conception et la réalisation de nouvelles structures. Parmi les multiples applications des matériaux composites dans l'ingénierie civile, nous pouvons citer :

- Construction d'édifices et d'ouvrage d'art léger.
- Renforcement structurel d'édifices existants, afin de respecter de nouvelle norme ou en prévision d'utilisation nouvelle d'un bâtiment (ajout d'étage, changement du type d'exploitation). Utilisation principalement dans ce cas de la fibre de carbone pour le renforcement de poutres, poteaux et dalles sous flexion et cisaillement.
- Réalisation de formes complexes de grande portée.
- Utilisation de produits dérivés du béton avec ajouts de fibre, béton armé avec renfort en fibre de verre ou de carbone.
- Elaboration de matériaux hybrides avec des matériaux traditionnels.
- Transmission et distribution d'électricité temporaire et durable, pylônes électriques modulables et déplaçables.
- Structures destinées aux réservations d'eau.
- Panneaux pour murs et planchers [21].
- Produits dérivés du bois : bois aggloméré, lamellé collé, panneaux OSB, etc.

## I.9. Etude des fibres naturelles végétales

### I.9.1. Historique

L'utilisation des fibres naturelles dans le domaine du génie civil remonte à l'Antiquité, où les Égyptiens, les Romains et d'autres civilisations anciennes utilisaient des fibres de paille, de jute et de chanvre pour renforcer les matériaux de construction tels que le mortier et le béton.

# Chapitre I : Etude bibliographique

La première utilisation officiellement documentée de fibres naturelles dans le génie civil remonte à 2500 avant JC, lorsque les Égyptiens employaient des fibres de paille pour renforcer le mortier utilisé dans la construction des pyramides. Les Romains ont également eu recours aux fibres naturelles pour renforcer leurs structures, y compris le Colisée et le Pont du Gard.

Au Moyen Âge, l'usage des fibres naturelles dans le génie civil s'est généralisé. Les fibres de chanvre étaient particulièrement prisées en raison de leur robustesse et de leur durabilité, servant à renforcer les murs, les ponts et autres ouvrages.

Avec le début de l'ère industrielle, les fibres naturelles ont été progressivement remplacées par les fibres synthétiques, jugées plus faciles à produire et moins coûteuses. Cependant, ces dernières années, l'intérêt pour les fibres naturelles a ressurgi, principalement en raison de leur durabilité, de leur coût modéré et de leur moindre impact environnemental [2].

## I.9.2. Fibres naturelles

On peut subdiviser les fibres naturelles en trois grands groupes selon leur origine (Figure I.19) :

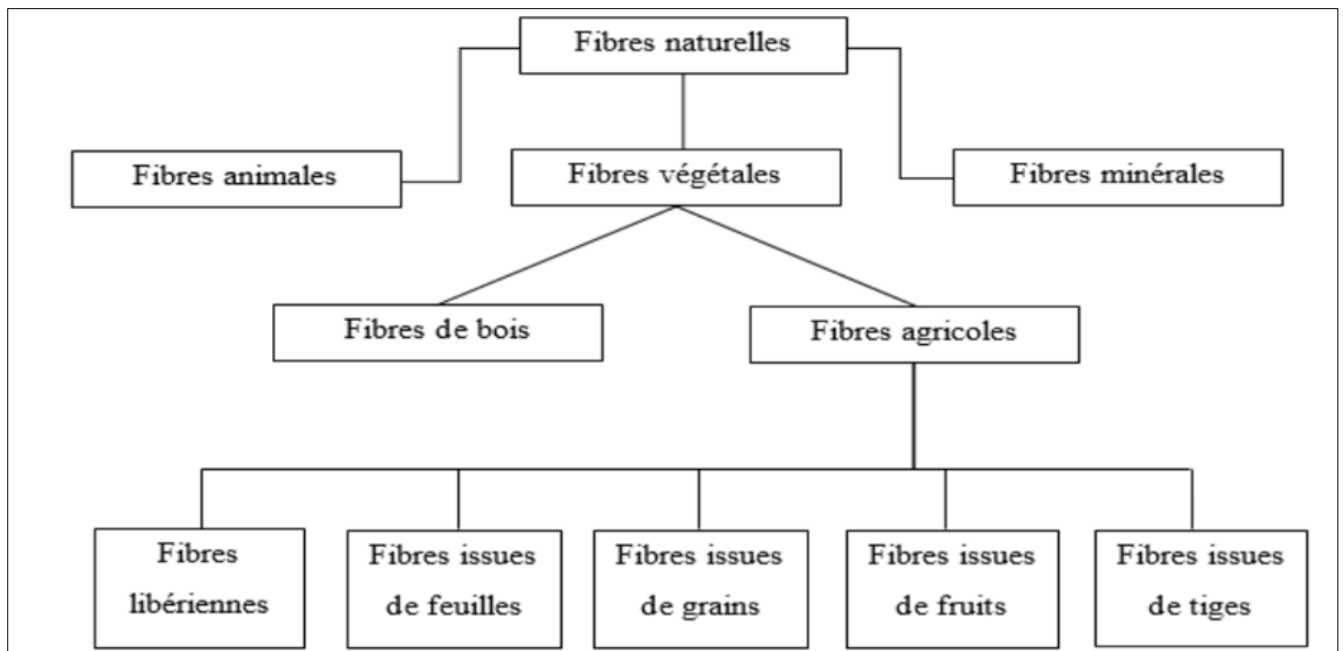


Figure I. 19 : Classification des fibres naturelles [2].

- Les fibres végétales, dérivées de plantes, qui comprennent :
  - Les fibres provenant des poils séminaux de gaines (coton kapok).
  - Les fibres libériennes extraites de tiges de plantes (lin, chanvre, jute, ramie).
  - Les fibres dures extraites de feuilles (sisal), de troncs (chanvre de manille), d'enveloppes de fruits (noix de coco) [11].

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

- Les fibres animales sont issues d'animaux et sont principalement composées de kératine, une protéine naturelle. Parmi les types de fibres animales les plus répandus, on compte la laine, la soie et la fourrure. Leur utilisation est répandue dans divers secteurs, notamment l'industrie textile, l'isolation et la filtration [2].
- Les fibres minérales sont dérivées de minéraux et sont composées principalement de silice, d'alumine ou d'autres minéraux. Parmi les fibres minérales les plus courantes, on trouve la fibre de verre et la fibre de carbone. Elles sont largement utilisées dans divers domaines tels que la construction, l'automobile et l'aérospatiale [2].

## I.9.2.1. Définition de la fibre végétale

Les fibres végétales sont des structures biologiques fibrillaires composées de cellulose, hémicelluloses et de lignine. En proportion relativement faible d'extractibles non azoté, de matière protéique brute, de lipide et de matières minérales. Les proportions de ces constituants dépendent énormément de l'espèce, de l'âge et des organes de la plante [22].

## I.9.2.2. Classification des fibres végétales

Il existe plusieurs critères de différenciation des fibres :

- A. Organe de la plante :** suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (Kénaf, jute, lin, ramie), des feuilles (Sisal, abaca, paille de graminée), ou des graines (coton, lin) (Figure I.20) [11].
- B. Composition chimique :** les fibres végétales sont composées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. La proportion de ces trois composants varie selon l'origine de la fibre [2] :
  - Fibres ligneuses : dures et rigide provenant de matériels ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois [11].
  - Fibres non ligneuses : douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que le kénaf, le chanvre, le sisal, le jute et le lin [11].
- C. Longueur :** suivant leur longueur, les fibres végétales peuvent être groupées en deux catégories :
  - Fibres longues : dites libérienne, provenant des tiges et d'écorce de tiges de plantes annuelles, ayant une longueur supérieure à 10 mm.
  - Fibres courtes : issues de feuilles ou de troncs d'arbre sont plus dures et plus rigides à cause de leur richesse en lignine, ayant une longueur inférieure à 10 mm [2-23].

# Chapitre I : Etude bibliographique

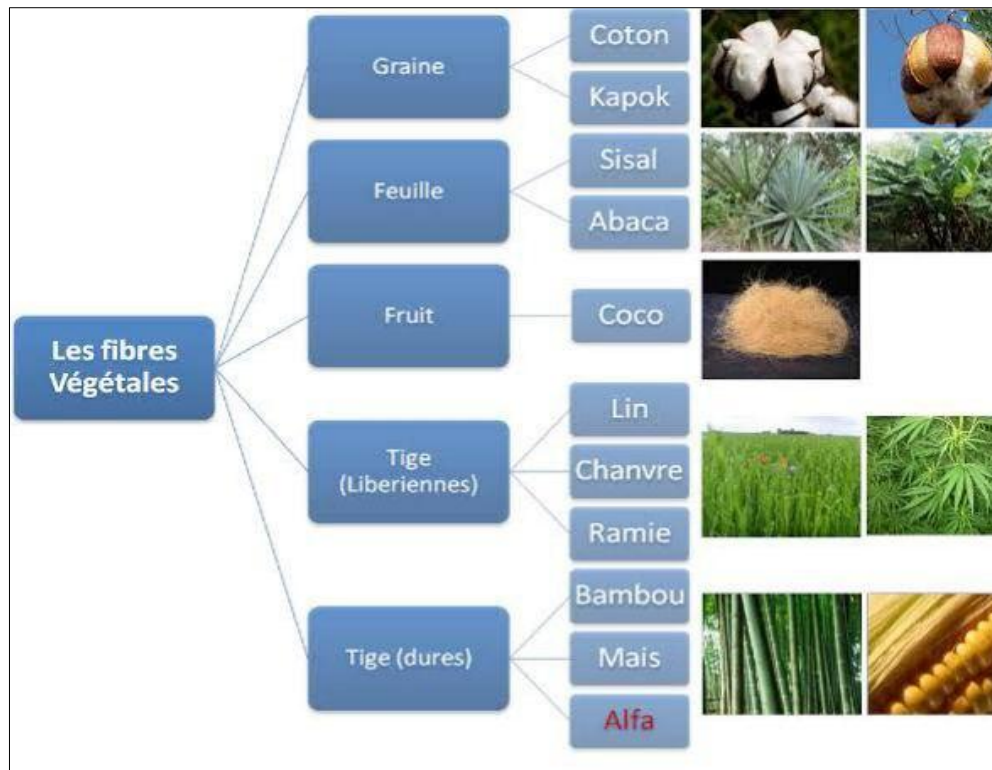


Figure I. 20 : Classification des fibres végétales selon l'organe de la plante [23].

## I.9.2.3. Structure et morphologie des fibres naturelles

La fibre végétale est un composite en elle-même. Le renfort est constitué par les couches de micro fibrille celluloses 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. 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 micro fibrilles. Les micro fibrilles décrivent par rapport à l'axe de la fibre, un angle micro-fibrillaire dont la valeur varie d'une espèce à l'autre [23].

Au niveau nanoscopique, on peut voir que les fibres végétales ont une structure composite qui est un faisceau de fibres plus petites appelées fibres simples. Les fibres simples sont principalement composées de cellulose sous forme de fibres qui jouent un rôle de renfort, entourées d'une matrice de lignine et d'hémicellulose et ont une structure très rigide [24]. Elles mesurent généralement de 1 à 50 mm de long et environ 10 à 50  $\mu\text{m}$  de diamètre [2].

Ses constituants sont les suivants :

- **Cellulose** : Contrairement aux autres composants fibreux qui ont une structure amorphe, la cellulose a une structure en grande partie cristalline. La cellulose cristalline est l'un des polymères ayant le module d'élasticité est le plus élevé, soit

# Chapitre I : Etude bibliographique

environ 136 GPa contre 75 GPa pour les fibres de verre. Cette dureté provient de la structure cristalline, qui suit un arrangement moléculaire hélicoïdal. Cette structure moléculaire conduit lors de l'allongement des fibres à un couplage torsion/traction qui peut avoir des conséquences sur les mécanismes d'interface, de déformation ou de fissuration du composite [23].

- **Hémicellulose** : Les molécules d'hémicellulose dans une paroi cellulaire sont liées par d'hydrogène à la cellulose et agissent comme une matrice de cimentation entre les micros fibrilles de cellulose. Cela forme un réseau cellulose/hémicellulose qui est considéré le principal composant structurel des fibroblastes [23].
- **Lignine** : La lignine hydrophobe agit comme un ciment et augmente la dureté du composite cellulose/hémicellulose [23].

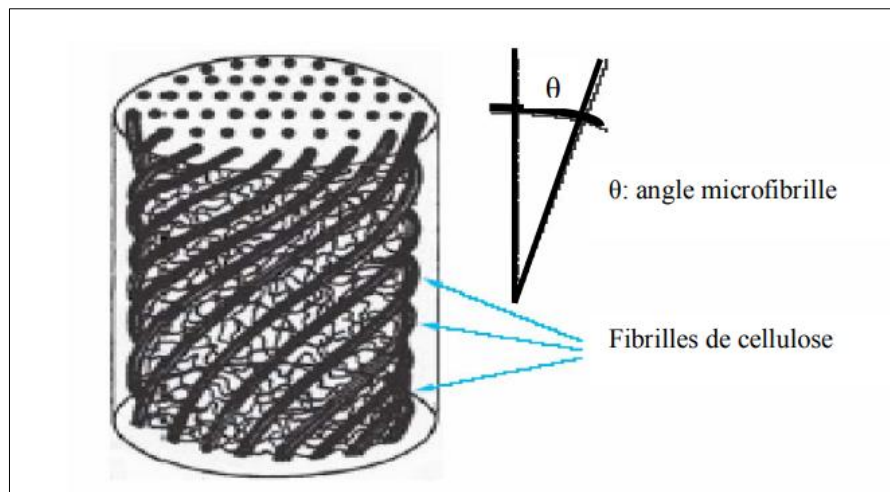


Figure I. 21 : Structure d'une microfibrille de cellulose [11].

Les chaînes de cellulose sont regroupées en structures de base appelées microfibrilles, constituées de 30 à 100 molécules de cellulose entre 10 et 30 nanomètres de diamètre. Chaque microfibre peut être considérée comme des chaînes de cristaux de cellulose liés par des domaines amorphes [23].

Les microfibrilles sont organisées en hélice le long de l'axe de la fibre, formant éventuellement des couches annulaires en coupe transversale [2].

La disposition et l'orientation des microfibrilles de cellulose par rapport à l'axe cellulaire permettent l'identification de trois couches étroitement liées [25].

À un niveau macroscopique, cela se traduit par une paroi cellulaire constituée de plusieurs couches, à savoir [26] :

1. La lamelle moyenne ou plaque séparatrice : d'une épaisseur comprise entre (0,5 et 2 micromètres) et constituée de matériaux bactériens auxquels on peut ajouter de la lignine, ce qui permet de lier les cellules entre elles.

## Chapitre I : Etude bibliographique

2. Paroi primaire : très fine (0,03 - 0,1)  $\mu\text{m}$ , souvent confondue avec la couche intercellulaire. Il contient une grande quantité de lignine. Ses fines fibres entrelacées de lignine et de demi-cellulose forment un réseau poreux.
3. Paroi secondaire : elle est constituée de trois couches de microfibrilles (S1, S2, S3) :
  - ✓ S1 : une couche externe de 0,5  $\mu\text{m}$  à 2  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Il est constitué de microfibrilles réticulées, faisant un angle compris entre  $60^\circ$  et  $80^\circ$  par rapport à l'axe de la cellule.
  - ✓ S2 : couche intermédiaire d'une épaisseur de 5  $\mu\text{m}$  à 10  $\mu\text{m}$ . La paroi secondaire représente environ 80 % de la section et influe sur le comportement mécanique. Il forme un angle de  $5^\circ$  à  $50^\circ$  par rapport à l'axe de la cellule.
  - ✓ S3 : couche interne de 0,5  $\mu\text{m}$  à 1  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Il est constitué de minuscules fibres dont l'orientation varie entre  $60^\circ$  et  $90^\circ$  par rapport à l'axe de la cellule.

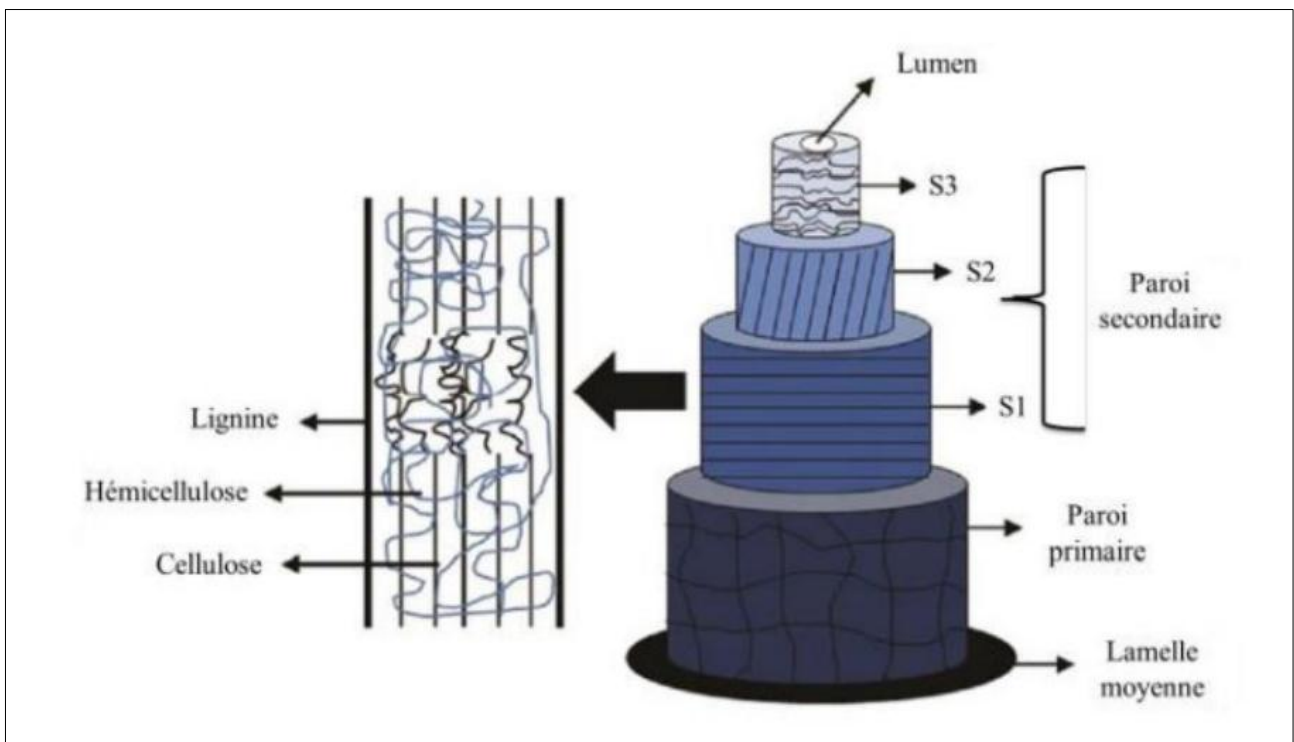


Figure I. 22 : Structure d'une fibre élémentaire végétale [23].

Les propriétés mécaniques des fibres dépendent de la teneur en cellulose, de l'angle des microfibrilles et du degré de polymérisation. La microfibrille forme un angle avec l'axe de la fibre appelé angle de la microfibrille, qui détermine la rigidité de la fibre, qui varie selon le type de fibre végétale. Le degré de polymérisation dépend également de la partie de la plante à partir de laquelle la fibre est obtenue [23].

# Chapitre I : Etude bibliographique

## I.9.2.4. Propriétés mécaniques des fibres naturelles

Tableau I. 2 : Propriétés mécaniques des fibres naturelles comparées aux renforts de synthèse traditionnels [23].

Fibres	Caractéristique			
	Masse Volimique (g/cm <sup>3</sup> )	Allongement (%)	Resistance (MPa)	Module de Yong (GPa)
Coton	1,5-1,6	7,0-8,0	287-597	5,5-12,6
Jute	1,3	1,5-1,8	393-773	26,5
Lin	1,5	2,7-3,2	345-1035	50-70
Chanvre	-	1,6	690	-
Ramie	-	3,6-3,8	400-938	61,4-128
Sisal	1,5	2,0-2,5	511-635	9,4-22
Coco	1,2	30,0	175	4-6

Les fibres naturelles sont d'une manière générale de bons renforts pour les plastiques (thermoplastiques ou thermodurcissables) à cause de leur résistance relativement grande et leur faible densité [23].

La résistance à la traction, exprimée en mégapascals (MPa), mesure la capacité d'une fibre à résister à une force avant de se rompre. Les fibres naturelles présentent une résistance à la traction comparable à celle des fibres de verre, qui sont les renforts les plus couramment utilisés pour les plastiques. Par exemple, les fibres de lin ont une résistance à la traction d'environ 300 MPa, tandis que les fibres de verre E ont une résistance à la traction d'environ 350 MPa [2].

La densité, qui représente la masse par unité de volume, est un autre facteur important. Les fibres naturelles ont une densité plus faible que les fibres synthétiques comme les fibres de verre. Par exemple, les fibres de lin ont une densité d'environ 1,5 g/cm<sup>3</sup>, tandis que les fibres de verre E ont une densité d'environ 2,5 g/cm<sup>3</sup> [2].

Le module d'Young des fibres de bois à l'état massif est de l'ordre de 10 GPa par exemple. Les fibres cellulosiques ayant un module d'Young de 40 GPa peuvent être extraites du bois à partir des procédés chimiques de mise en pâte. Elles peuvent ensuite être transformées par hydrolyse suivie d'une désintégration mécanique en microfibrilles de module 70 GPa. Théoriquement, le module d'Young de la cellulose est de 134 GPa, mais il n'existe pas encore de technologie permettant de séparer celle-ci des microfibrilles. Les fibres les plus utilisées (dans la papeterie) sont celles ayant un module de l'ordre de 40 GPa [27].

La masse volumique des fibres végétales (1.2 à 1.5 g/cm<sup>3</sup>) est une faible masse confère à ces matériaux des propriétés mécaniques spécifiques intéressantes [23].

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

Les fibres naturelles peuvent être traitées par diverses méthodes pour obtenir des éléments de renforts aux caractéristiques améliorées [23]. Par exemple en les transformant en microfibrilles. Ces dernières, des fibres de cellulose très fines, présentent un module d'élasticité plus élevé que les fibres cellulose ordinaires [2].

En outre, les propriétés des fibres et leur structure dépendent de plusieurs facteurs tels que le milieu de leur croissance, le climat et l'âge des plantes. Le lavage mécanique de la fibre est un autre facteur important qui détermine la structure et les caractéristiques de celles-ci [23].

## I.9.3. Paramètres influençant les propriétés des fibres végétales

Les propriétés des fibres végétales dépendent de deux facteurs ; les facteurs intrinsèques et les facteurs extrinsèques [28] :

- **Facteurs intrinsèques :** Parmi ces facteurs intrinsèques, on note l'influence des conditions :
  - ✓ Culturelles de la plante pendant sa croissance (variété de semis, terrain, traitements phytosanitaires, engrais, maturité).
  - ✓ Climatiques (saison, température, pluviométrie) et les étapes de l'extraction des fibres (séchage, rouissage, teillage, filature, traitements).

Par ailleurs, la géométrie des fibres testées a une influence sur les propriétés. En effet, il apparaît que le module d'Young a tendance à diminuer avec le diamètre moyen et la longueur de la fibre.

- **Facteurs extrinsèques :**

Les paramètres extrinsèques, tels que les techniques d'extraction des fibres, les traitements chimiques, mécaniques ou biologiques ainsi que les réglages des paramètres des procédés, les conditions d'essai (humidité, température, vitesse de sollicitation), ou encore les méthodes d'analyses (déformation, section), sont autant de facteurs pouvant avoir une influence importante sur les résultats [28].

Il est essentiel de prendre en compte ces facteurs afin d'assurer la qualité et la constance des fibres végétales, ainsi que pour adapter les procédés de transformation à leurs propriétés spécifiques [2].

## I.9.4. Présentations des différentes fibres végétales

### I.9.4.1. Diss

La fibre Diss (*Ampelodesmos mauritanicus*), est une herbe vivace. Il existe en abondance à l'état sauvage sur le pourtour du bassin méditerranéen et l'Asie occidentale et au sud-ouest de l'Amérique du Nord. Il est utilisé auparavant dans la réalisation des habitations anciennes en raison de ses qualités mécaniques et hydriques et en tant que fibre pour la fabrication de tapis [22].

# Chapitre I : Etude bibliographique



Figure I. 23 : Herbe de diss *Ampelodesmos mauritanicus* [22].

## ❖ Description de Diss (*ampelodesmos mauritanicus*)

Graminée vigoureuse aux longues feuilles linéaires persistantes, vert foncé, sont décoratives toute l'année. Les inflorescences très hautes au-dessus de la touffe sont d'abord vert-jaune en mai, puis dorées en automne. Cette graminée se plaît au soleil et pousse mieux dans des sols sableux, caillouteux ou argileux qui sont modérément humides. Sa hauteur peut atteindre 3 mètres environ (Figure I. 23). L'utilisation de cette herbe dans les composites permet de préserver les ressources non renouvelables et d'ouvrir de nouveaux marchés [22].

## ❖ Nomenclature

Le tableau I.3 regroupe la classification scientifique de la plante :

Tableau I. 3 : Classification scientifique de la plante Diss [22].

Genre	Espèce	Sous-famille	Famille	Ordre
Ampelodesmos	Mauritanicus	Stipoideae	Poaceae	Poales

## ❖ Composition chimique des fibres de Diss

Tableau I. 4 : Composition chimique de fibres végétales [22].

Constituant de la fibre de Diss	%	
Matières sèches	91.8	
Matières minérales	11.4	
Matières organiques	80.3	
Composition de la matière organique	Constituants extractibles	12.10
	(Cire, graisse)	
	Pectine	11.85
	Lignine	16.80
	Hémicellulose	15.15
Cellulose	44.10	

# Chapitre I : Etude bibliographique

Le Tableau I. 4 donne la composition chimique et les proportions en pourcentage de chaque substance (cellulose, lignine, hémicelluloses, pectine et cire) des fibres végétales [22].

Le Diss utilisé dans notre recherche a été cueilli de la région de Souk El Khemis wilaya de Bouira. C'est une plante sauvage qui est très répandue sur toute la cote algérienne, et jusqu'à plus de 100 km à l'intérieur du pays [29].

## ❖ Morphologie des feuilles de Diss

Les feuilles de la plante de Diss sont longues et se replient sur elles-mêmes juste après la récolte. Une coupe transversale de cette feuille montre qu'elle possède une surface extérieure lisse et une surface intérieure épineuse très ondulée comme l'illustre la figure I.24 chose que tant d'autres feuilles ne possèdent pas. Leur épaisseur est de quelques centaines de micromètres et est composée d'une couche épaisse d'épiderme extérieur, suivie de faisceaux vasculaires entourés par des cellules de parenchyme chlorophyllien et d'une couche intérieure d'épiderme contenant des épines. Entre ces couches, la feuille est pleine de cellules dites sclérenchymes plus connues sous le nom de fibres élémentaires [30].

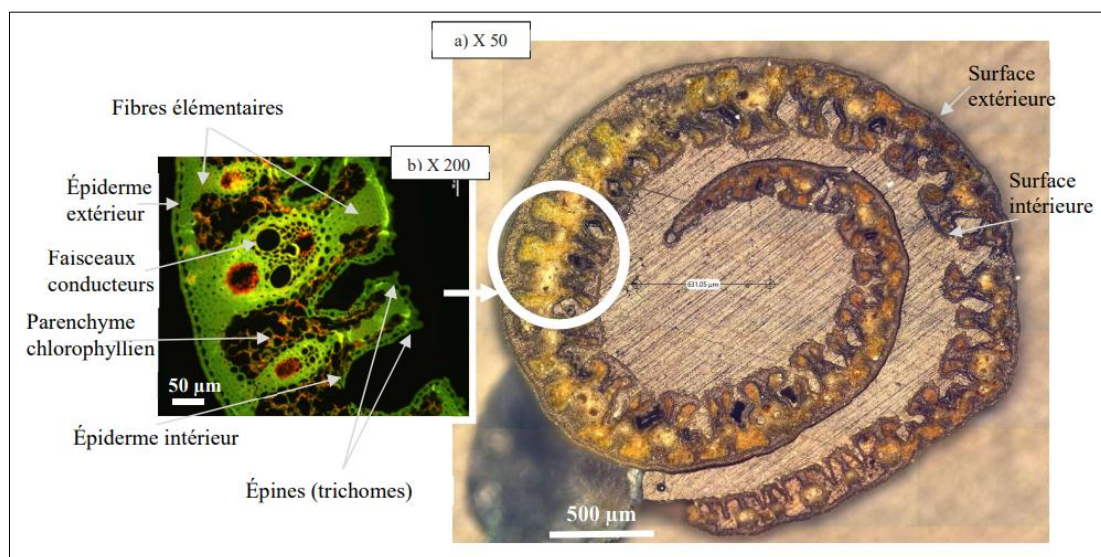


Figure I. 24 : Vue microscopiques de la section transversale d'une feuille de diss : (a) X50, (b) X200 traitée avec Acridine orange [30].

### I.9.4.2. Alfa

Alfa, *stepe tenacissima* L, est l'une des vivaces prédominantes typiques des prairies, une espèce très forte, rapide, sèche et très persistante. Il pousse spontanément, surtout dans les milieux secs et semi-arides (figure I.25), séparant le désert où se termine l'alfa et où commence le désert. L'alfa est une ressource important économique [31].

Les fibres d'alfa se distinguent par leur longueur, leur finesse et leur résistance. Elles sont constituées d'environ 70 % de cellulose, 20 % de lignine et 10 % d'hémicellulose. La cellulose confère aux fibres leur résistance mécanique, tandis que la lignine leur confère leur rigidité [2].

# Chapitre I : Etude bibliographique



Figure I. 25 : La plante d'Alfa [31].

Les fibres d'alfa sont une ressource renouvelable et durable, offrant plusieurs avantages par rapport aux fibres synthétiques. Elles sont réputées pour leur résistance, leur durabilité et leur respirabilité, en plus d'être biodégradables et recyclables [2].

Tableau I. 5 : Composition chimique d'Alfa [2].

Composants	[9]%	[11]%	[10]%	[19]%
Cellulose	43,81	45	45	47,63
Lignine	18,76	23	24	17,71
Cendres	4,66	2	2	5,12
Silica	1,76			
Hémicellulose /pectines	28,4	25	24	22,15
Cires		5	5	
Autres	2,61			7,39

### I.9.4.3. Sisal

Le sisal provient de la plante *Agave sisalana*, de la péninsule du Yucatan au Mexique (Fig. I. 26). Le genre *AGAVE* comprend plus de 300 espèces végétales appartenant principalement aux régions tropicales et subtropicales, et sa culture est répandue en Amérique du Nord et du Sud, en Afrique et en Asie. Le sisal se classe sixième en termes de production mondiale de fibres végétales et représente environ 2% de la production totale de fibres végétales dans le monde (les fibres végétales représentent 65% des fibres mondiales) [23].

Le sisal est de plus en plus utilisé dans le matériau bio composite pour l'industrie d'ameublement et de construction. On le retrouve également dans les plastiques et dans les produits de papier. Cette plante résistante pousse toute l'année dans des climats chauds et arides souvent impropres aux autres cultures. Elle s'accommode à la plupart type de sols sauf les sols argileux, très salins et humides. Sa culture est relativement simple car elle résiste bien aux maladies et nécessite comparativement peu d'intrants. Le sisal peut être récolté deux ans après avoir été planté et sa vie productive peut atteindre 12 ans. Chaque plante

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

produit 180 à 240 feuilles chaque feuille contient 1000 à 1200 paquets de fibres, la longueur moyenne de ces fibres est de 3 mm selon les conditions géographiques, météo logique [23].

Les feuilles de la plante sont constituées de 3% de fibres. Ce dernier a une structure en cellulose et n'a pas un filament seul comme le carbone ou le verre, mais un paquet de total cellulaire qui consiste de plus que 100 cavités hexagonales irrégulières [23].

Sa longueur est variée entre 1.0 et 1.5m et son diamètre est approximativement égal de 100-300  $\mu\text{m}$  [23].

En général, la composition chimique des fibres de sisal est approximativement comme suit : environ 70 % de cellulose, 12 % d'hémicellulose, 10 % de lignine, ainsi qu'une petite quantité de pectine, de cires et de graisse, représentant environ 2 % [32].



Figure I. 26 : Plante de Sisal [2].

## I.9.4.4. Jute

Le jute est une plante des zones tropicales (genre *Corchorus*) appartenant à la famille liliacées. La tige atteint une hauteur de 4 à 6 m avec un diamètre d'environ 3 cm (Figure I. 27). Le jute pousse essentiellement au Bangladesh qui détient un quasi-monopole de son commerce en existe deux (une blanche et une rouge), ce qui exige un triage préalable avant l'utilisation [31].



Figure I. 27 : Jute (plant) [32].

# Chapitre I : Etude bibliographique

Les fibres de jute se distinguent par leur longueur, leur finesse et leur résistance. Elles sont largement utilisées dans la fabrication de divers produits tels que des sacs, des cordes, des tapis et des géotextiles. De plus, elles représentent une ressource renouvelable et durable. Leur coût est relativement bas et elles sont faciles à travailler, ce qui en fait un choix prisé dans de nombreuses applications (Figure I. 28) [33].



Figure I. 28 : fibres de jute [2].

## ❖ Composition chimiques de la fibre de jute

Tableau I. 6 : Composition chimique de la fibre de jute a l'état naturel pourcentage en poids [34].

Cellulose	Hémicellulose	Lignine	Pectine	Cires	Eau
59 – 71,5	13,6 – 20,4	11,8 - 13	0,2 – 0,4	0,5	12,5 - 13,7

### I.9.5. Méthodes d'extraction des fibres

Habituellement, pour un usage de renfort de matériau composite, les fibres végétales sont prélevées dans la chaîne de transformation de l'industrie textile. Cette filière a développé, depuis de très nombreuses années, des techniques pour séparer les fibres du reste de la plante. Les techniques utilisées pour séparer et présenter les fibres sont l'extraction mécanique, chimique et biologique. Ces procédés de séparation des fibres généralement utilisés de nos jours sont schématisés dans la Figure I. 29 [35] :

# Chapitre I : Etude bibliographique

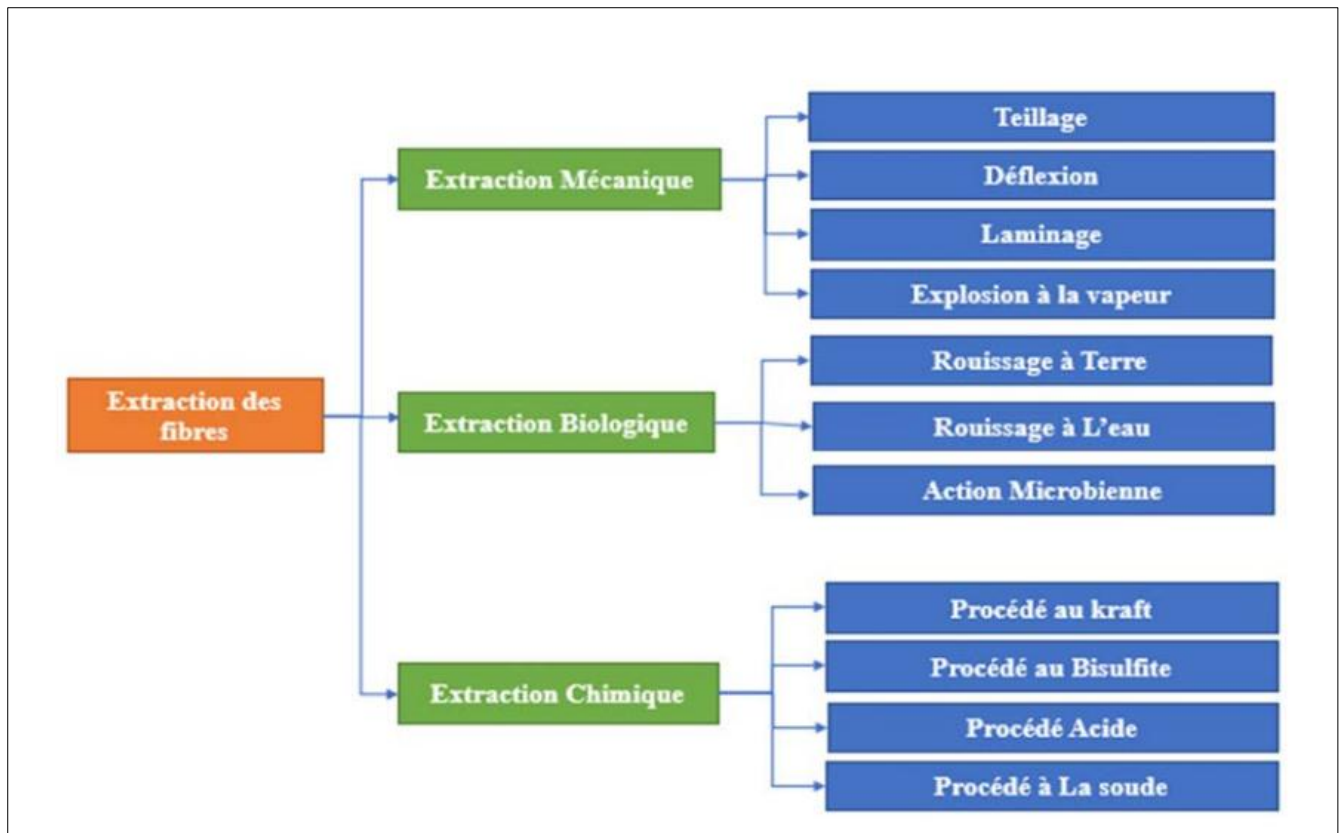


Figure I. 29 : Différentes techniques d'extraction des fibres végétales [35].

## I.9.5.1. L'extraction mécanique

- ❖ **Teillage** : Cette méthode consiste à séparer le bois (le casser) des tiges par action mécanique : broyage et battage. Cette technique est plutôt utilisée pour extraire les fibres de lin ou de chanvre, les tiges sont prises par leurs extrémités et insérées dans le tilleul ou l'écang (instrument manuel à levier) si l'opération est manuelle. Les tiges sont battues pour enlever le bois, et cette opération est répétée jusqu'à ce que les fibres soient le plus souples possible. Les morceaux de bois récupérés sont appelés les «anas». Cette méthode ancestrale a été toujours effectuée manuellement, avant de laisser la place aux machines, nous retrouvons aujourd'hui des systèmes complètement automatisés qui engagent, maintiennent et dégagent automatiquement les tiges sans aucune intervention humaine grâce à des systèmes de roues cannelées à grosses dentures au début puis à plus fines denture. Par la suite, elles passent sous la cannelure des rouleaux avec un angle proche de 90° pour rendre le broyage plus efficace. L'opération est effectuée successivement côté pied et côté tête. Les fibres courtes appelées aussi étoupes, moins résistantes, et les anas sont récupérées par aspiration et séparées. Cette technique est améliorée si les tiges au départ sont dures et sèches, d'où la nécessité d'une étape préliminaire qui consiste à chauffer les tiges dans un four ou par un fumage. Enfin, pour donner aux fibres obtenues un meilleur aspect,

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

les faisceaux de fibres sont divisés et parallélisés par une opération de peignage et séparées selon leur longueur [36].

- ❖ **Déflexion** : L'extraction des fibres se fait par action combinée de grattage et de battage, les machines appelées « raspadors » (grattoir en langue espagnole) râpent les feuilles de la plante et libèrent les fibres. Ces machines principalement constituées par un axe rotatif entraîné par un moteur, sur lequel des supports maintiennent des batteurs en acier ont été fixés. Les tiges insérées en amont de la machines, sont prises entre ces batteurs et une table à ciseaux, râpées et guidées vers le côté opposé. La poudre et le bois passent à travers des cribles. La distance qui sépare les lames est réglable en fonction du lot [36].
- ❖ **Laminage** : Les tiges sont découpées en morceaux qui sont ensuite écrasés sous presse ou par laminage ou encore par combinaison des deux traitements. Ceci est effectué plusieurs fois de suite jusqu'à ce que les fibres soient le plus possible séparées [36].
- ❖ **Explosion à la vapeur** : L'explosion à la vapeur connue également sous l'appellation anglaise « Steam explosion » parue en 1924 est un procédé thermo mécano chimique qui permet la déstructuration de la matière ligno cellulosique par l'action combinée de la chaleur issue de la vapeur, des hydrolyses induites par la formation d'acides organiques et du cisaillement résultant de la chute brutale de pression [37].

Tous ces procédés d'extraction mécanique souffrent de deux problèmes majeurs. Le premier réside au niveau du risque élevé de chute de propriétés mécaniques des fibres suite aux sollicitations mécaniques qui peuvent être agressives et altérer les caractéristiques intrinsèques de fibre et ceci quel que soit le mode de séparation suivi. Le deuxième étant le prix élevé des lignes d'extraction et leur encombrement, ce qui n'est pas toujours rentable quand il s'agit de petites productions. Selon une étude faite par ATB (Agrartechnik Bornim – Allemagne), le seuil de rendement est estimé à 3 tonnes/heure [37].

## I.9.5.2. L'extraction chimique

Plusieurs méthodes basées sur la séparation chimique de la cellulose des autres Composants non celluloses existent dans la bibliographie. Elles permettent d'éviter les inconvénients de l'extraction mécanique, et surtout un gain de temps et d'énergie Considérable. Dans cette section, nous présentons les principales méthodes d'extraction chimique des fibres végétales [37].

- ❖ **Procédé Kraft** : Ce procédé alcalin visant à éliminer la lignine, les pectines et les hémicelluloses sous l'action d'une solution d'Hydroxyde de Sodium (NaOH) et de Sulfure de Sodium (Na<sub>2</sub>S), ce dernier est un réducteur, il protège la cellulose et évite son oxydation. La température de cuisson est comprise entre 170° et 175°C pour une durée de 2 à 4 heures. Lors de la cuisson, le sulfure de sodium est hydrolysé en soude, en NaHS et en H<sub>2</sub>S. Les différents composés soufrés présents réagissent avec la lignine pour donner des thiolignines plus facilement solubles. La soude joue aussi un

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

rôle de délignification qui s'associe à celui du sulfure et de ses dérivés. La liqueur appliquée au matériau est appelée liqueur blanche. La liqueur extraite du réacteur contenant les composés éliminés de la paroi est appelée liqueur noire [37].

- ❖ **Procédé au bisulfite** : Le procédé au bisulfite permet de séparer la lignine des fibres de cellulose en utilisant divers sels de l'acide sulfureux. Les sels utilisés dans le processus de réduction sont en fonction du pH : des sulfites ( $\text{SO}_3^{2-}$ ) ou bisulfites ( $\text{HSO}_3^-$ ). Il est basé sur la réaction sur la lignine de l'hydrogénosulfite de calcium, sodium, ammonium ou magnésium contenant de l'anhydride sulfureux libre. L'anhydride sulfureux est préparé par combustion à partir du soufre dans un excès d'air. Le bisulfite est directement obtenu par réaction de l'anhydride sulfureux. Le pH est situé entre 1.5 et 5 (sulfites ou bisulfites), la durée est entre 4 et 14 heures et la température de 130° jusqu'à 160°C qui sont aussi en fonction de la base utilisée [36].
- ❖ **Procédé acide** : Les composants non cellulosiques sont éliminés par l'action d'un acide de préférence fort tel que l'acide sulfurique qui transforme la lignine en acide lignosulfonique soluble, ou l'acide chlorhydrique qui, grâce à ses ions chlorates, forme des chlorolignines solubles dans l'hydroxyde de sodium [37].
- ❖ **Procédé à la soude** : Ce procédé n'utilise que la soude NaOH pour dissoudre les substances non cellulosiques telles que la lignine, la pectine et l'hémicellulose, ainsi que les différents constituants formant la réserve et la paroi extérieure de la tige de plante. La température, la pression, la concentration et la durée du traitement sont à définir en fonction du lot, l'âge et le type de la plante de telle façon à ne pas dégrader les fibres cellulosiques. Il est conseillé de contrôler le pH de la solution et l'ajuster autour de 7. Des réducteurs peuvent être rajoutés pour empêcher l'oxydation de la cellulose [37].

### I.9.5.3. L'extraction biologique

- ❖ **Le rouissage à terre** : Le rouissage est un processus naturel visant à faciliter l'extraction des fibres. Il implique de disposer les tiges (telles que celles de lin) dans un champ après la récolte, permettant ainsi l'action combinée du soleil et de la pluie pour favoriser le développement de micro-organismes capables de séparer les éléments non cellulosiques de la partie fibreuse de la plante. Cette opération peut durer de 6 à 8 semaines selon les conditions météorologiques. Bien que cette méthode soit efficace, elle dépend entièrement des conditions climatiques, telles que l'humidité excessive ou les vents forts, ce qui la rend assez aléatoire [38].
- ❖ **Le rouissage à l'eau** : Ce type de rouissage repose sur le même principe de développement de micro-organismes que le rouissage à l'air, la différence est que les tiges (de chanvre par exemple) sont plongées dans l'eau pendant plusieurs jours. Les bottes de 5 à 7 Kg sont soumises à l'action de bactéries anaérobies. Dès que les fibres se détachent sur toute la longueur, la plante est sortie de l'eau pour être séchée. Cette technique donne des résultats moins aléatoires que la première mais elle présente un handicap majeur : la pollution de l'eau. En effet, le rouissage du lin et du chanvre très

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

répandu au nord de l'Europe (France, Belgique, Pays Bas) s'effectuait traditionnellement en rivière avant qu'il soit interdit au début du 20ème siècle pour des raisons environnementales, à cause de la décomposition bactérienne des bottes trempées au fond des rivières. L'eau devenait d'une couleur rousse et des nuisances olfactives gênaient les riverains, la Lys par exemple était très réputée. Le rouissage à l'eau est effectué ensuite en cuve, dans de l'eau tempérée (37°C) jusqu'à ce que les fibres soient délignifiées et non adhérentes. Cette technique est en régression continue, au profit du rouissage à terre [37].

- ❖ **Par action microbienne** : Trois groupes d'agents microbiens sont capables de dégrader les composants non cellulotiques présents dans les tiges ou les feuilles des plantes : les bactéries, les protozoaires et les champignons. Les bactéries ont différentes activités, notamment la dépolymérisation et l'hydrolyse des hémicelluloses. Les protozoaires peuvent dépolymériser les hémicelluloses et les substances pectiques, mais ont une capacité limitée à utiliser les produits d'hydrolyse comme source d'énergie. Les champignons peuvent dépolymériser les hémicelluloses, utiliser les oligosaccharides et les oses libérés, mais ne peuvent pas dépolymériser les pectines [39].

## I.9.6. Utilisation des fibres végétales : avantages et inconvénients

Les fibres végétales constituent une alternative intéressante aux fibres de verre en raison de leur recyclabilité. Ces fibres présentent de nombreux avantages comme renfort de matériaux composites. En revanche, certains inconvénients peuvent être un frein au niveau du développement industriel [40].

### I.9.6.1. Avantages

- Leur biodégradabilité.
- Leur faible densité (allégement).
- Leur renouvelabilité.
- Leurs bonnes propriétés mécaniques spécifiques (rapportées à leur densité et à leur section).
- Leurs bonnes propriétés d'isolation acoustique et d'inertie thermique.
- L'absence de résidus après incinération.
- Un bilan carbone faible.
- Une hydrophilie (propriétés d'absorption/désorption d'eau).
- Un faible comportement abrasif [37].

### I.9.6.2. Inconvénients

- Une faible stabilité dimensionnelle.
- Une faible tenue thermique (dégradation à 200° - 230°C).

# Chapitre I : Etude bibliographique

---

- Une variabilité de propriétés assez importante selon l'âge, le lieu de croissance, le climat, la direction (anisotropie) et même d'une fibre à une autre appartenant au même lot.
- Pour certaines applications, l'hydrophilie et la biodégradabilité peuvent être des freins.
- Une dépendance de la récolte (point de vue qualitatif et quantitatif) [37].

## I.9.7. Conclusion

Ce premier chapitre traite des matériaux composites en soulignant l'importance de l'interaction entre la matrice et le renfort. Cette interaction joue un rôle fondamental dans la robustesse et la durabilité remarquables de ces matériaux. Grâce à leurs propriétés innovantes, les matériaux composites offrent des solutions efficaces à de nombreux défis complexes dans les domaines de la construction et du génie civil.

En parallèle, nous avons approfondi notre compréhension des fibres naturelles, notamment celles de Diss, en examinant leur structure, leur composition chimique ainsi que leurs propriétés mécaniques. Nous avons souligné l'importance des méthodes d'extraction des fibres, en discutant de leurs avantages et inconvénients.



# **Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales**

# Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

## II.1. Introduction

Ce chapitre a pour objectif principale de présenter les matériaux utilisés ainsi que la méthode expérimentale adopté pour l'élaboration des composites à base de résine polyester insaturée (UPR) renforcés par des fibres de Diss qu'elles soient traitées ou non traitées. Les composites ont été réalisés à des taux variables de fibres de Diss : 5, 10, 15, 20 et 25pcr (Partie pour Cent Partie de la Résine) présentant une longueur moyenne de 3mm.

## II.2. Matériaux utilisés

### II.2.1. Résine polyester insaturé

La résine polyester insaturée utilisée dans cette étude est de type isophtalique (Figure II.1). Elle est fournie par la société Exxon Mobil Chemical sous forme d'un mélange peu visqueux, avec une viscosité d'environ 373 mPa.s à 25°C. Cette résine est livrée sous forme de prépolymère accéléré, ce qui signifie qu'elle est présentée sous forme liquide et contient entre 30 et 50 % en poids de monomère insaturé, principalement du styrène, ainsi que 0,25 % en volume d'accélérateur. Les propriétés de la résine polyester insaturée sont résumées dans le tableau II.1.



Figure II. 1 : La résine utilisée.

Tableau II. 1 : Caractéristiques générales de la résine polyester insaturé.

Propriétés	Unité	Valeur
Densité	g/ml	1,11
Viscosité Brookfield à 25 °C	mPa.S	373
Teneur en styrène	%	39,5
Valeur acide	mg KOH/g	15,8

### II.2.2. Système catalytique catalyseur/accélérateur

Le PMEC est utilisé comme initiateur de la réaction de copolymérisation. La proportion d'initiateur ajoutée dépend de la température de travail et est ajustée selon les recommandations des fiches techniques des fournisseurs, généralement comprise entre 1 et 1,5 %. L'octoate de cobalt est l'accélérateur employé pour faciliter le processus de durcissement de la résine.

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

### II.2.3. Fibre de Diss

La fibre végétale Diss a été introduite dans le premier chapitre. Elle se présente généralement sous forme de longues feuilles rigides, de section plate et linéaire, souvent disposées en touffes denses à la base de la plante.

Dans notre étude, la fibre de Diss utilisée est originaire de Souk el Khemis, située dans la région de Bouira (Figure.II.2).




Figure II. 2 : Fibre de diss.

### II.2.4. Produit chimique utilisés

Tableau II. 2 : Le produit utilisé.

L'hydroxyde de sodium	
Formule chimique	NaOH
Masse molaire	$M = 40 \text{ g.mol}^{-1}$
Etat et couleur	Solide de formes variables, blanc



# Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

## II.3. Elaboration de composites à matrice UPR

### II.3.1. Protocole de traitement des fibres

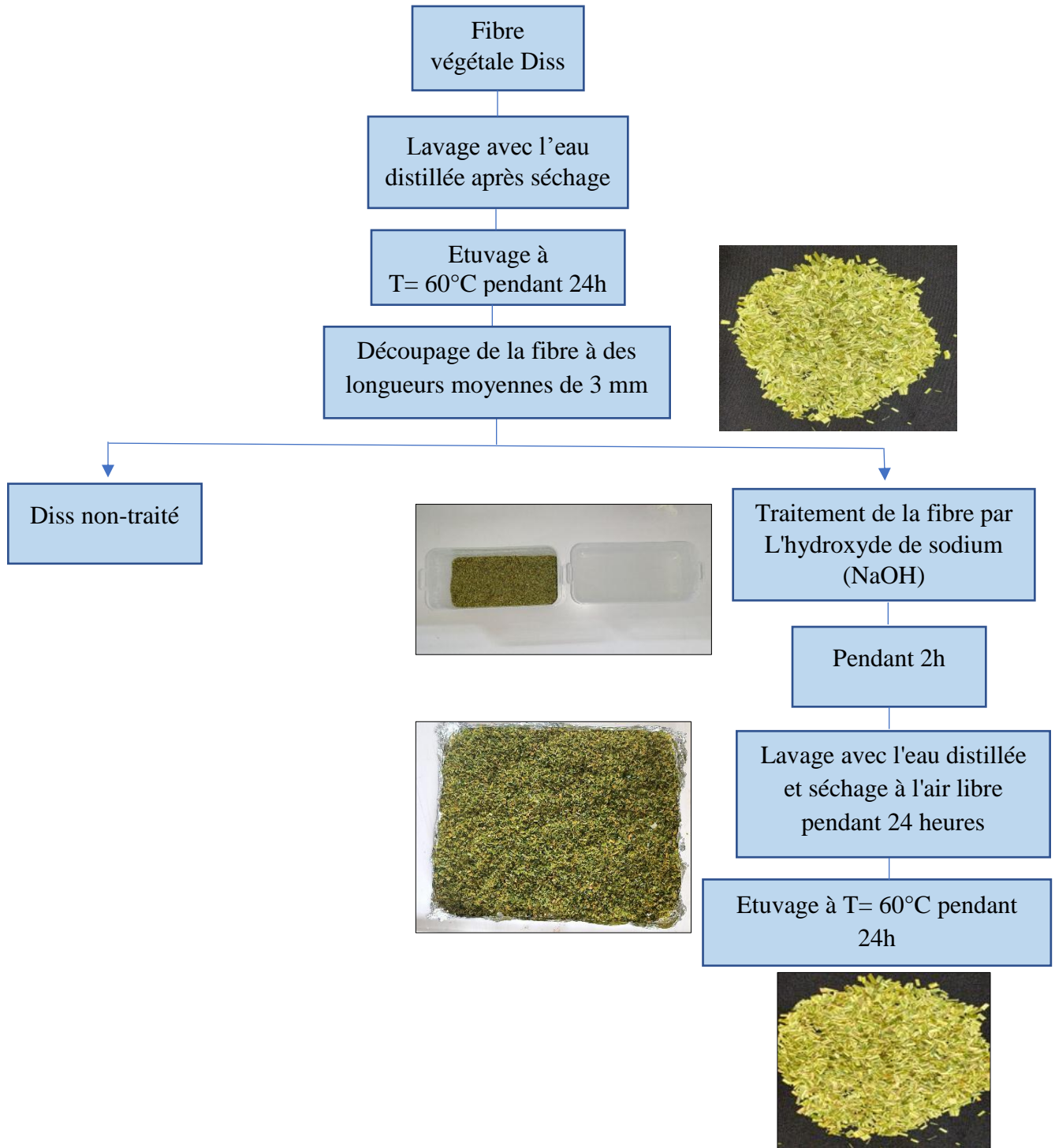


Figure II. 3 : Organigramme de traitement des fibres de Diss.

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

### II.3.2. Composites UPR/fibres Diss traité et non traité

#### II.3.2.1. Découpage les fibres de Diss

Après le séchage des échantillons de Diss, nous les avons coupés à une longueur de 3 mm (Figure II.4).



Figure II. 4 : Découpage les fibres de Diss en longueur de 3mm.

#### II.3.2.2. Préparation des moules

Dans cette étape, des moules en bois ont été fabriqués conformément aux indications présentées dans la figure II.5. Chaque moule possède des dimensions standards de 155 mm sur 250 mm.



Figure II. 5 : Moule en bois utilisé durant l'élaboration.

#### II.3.2.3. Préparation des composites

Dans le cadre de cette étude, la méthode de moulage au contact a été utilisée pour l'élaboration des matériaux composites. Cette technique, appréciée pour sa simplicité de mise en œuvre et son efficacité à température ambiante. Au cours de ce processus, une

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

quantité précise de résine accélérée est mesurée pour créer des plaques composites de 5 mm d'épaisseur, à l'aide des moules en bois de dimensions (155 x 250) mm<sup>2</sup>.

La résine polyester insaturée accélérée est mélangée doucement dans un récipient métallique avant d'ajouter la fibre en proportions de 5, 10, 15, 20 et 25pcr en poids de résine, distribuées de manière aléatoire. Pour compléter la matrice composite, 1,5 % en poids de résine de PMEC est ajouté en tant qu'agent de réticulation.

La mixture est ensuite coulée dans un moule en bois recouvert d'une feuille de téflon. La bonne répartition de la formulation liquide sur toute la surface du moule est assurée au moyen d'un ébulleur qui permet à la fois de dégager les inclusions de bulles d'air pouvant être induites lors de l'opération de mélangeage, et d'améliorer l'état de surface de la plaque.

Les plaques de résine pure et celles renforcées avec des fibres Diss traitées et non traitées sont laissées à durcir pendant 24 heures à température ambiante, puis soumises à une post-cuisson de 16 heures à 40°C (Figure II.6).

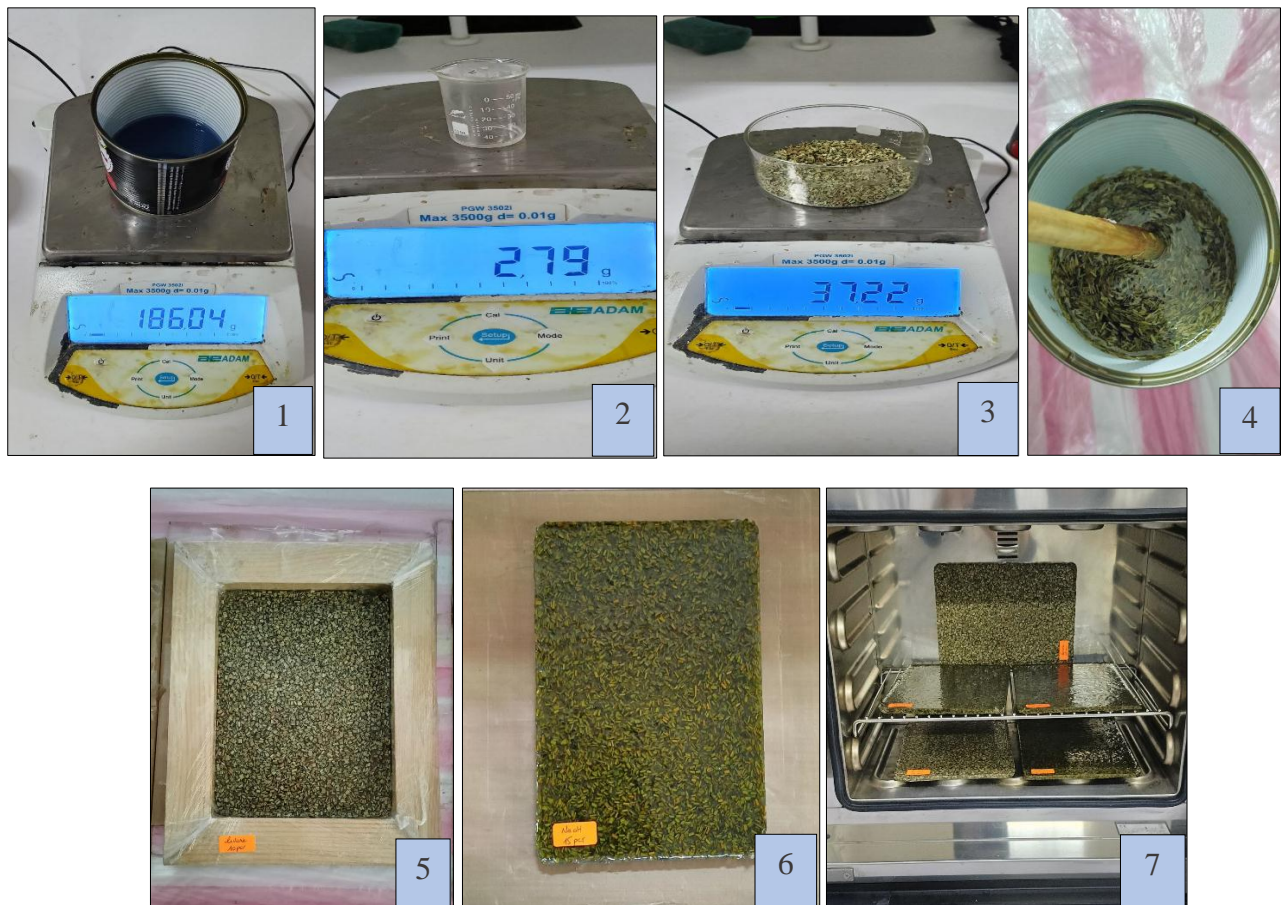


Figure II. 6 : Etapes de préparation des composites.

# Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

## II.4. Techniques expérimentales

### II.4.1. Préparation des échantillons et essais de caractérisation

A partir des plaques obtenues à partir de la résine pure et des composites UPR/fibres de Diss traité et non traité, des éprouvettes rectangulaires destinées aux essais mécaniques sont usinées aux dimensions requises à l'aide d'une coupeuse diamantée. Afin de limiter l'échauffement généré par l'usinage des vitesses d'avance et des profondeurs de passe modérées sont adoptées. Ce protocole permet d'obtenir des éprouvettes avec une surface de très bonne qualité, un paramètre essentiel pour réaliser des essais mécaniques précis (Figure II.7).

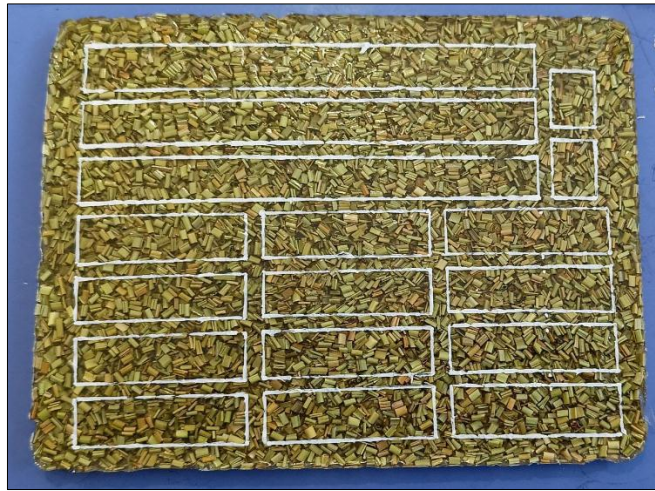


Figure II. 7 : Traçage des éprouvettes sur les plaques.

### II.4.2. Essais mécaniques

#### II.4.2.1. Essai de traction

L'essai de traction est effectué sur une machine de flexion universelle MTS 43, doté d'un capteur de force et pilotée par ordinateur (Figure II. 8), la vitesse de sollicitation est de 5 mm/min et un maximum de la charge de 50 KN. La cellule de charge (dynamomètre) est reliée à une chaîne d'acquisition qui permet l'enregistrement simultané du temps du déplacement, de la charge, et la déformation. Les informations sont stockées et traitées par ordinateur à l'aide du logiciel Test Suit. Les éprouvettes de forme rectangulaire découpées de plaquettes de Diss/Polyester et Diss traité/polyester, leurs dimensions sont recommandées par les normes ASTM D5083 [41], ASTM D3039 [42]. L'essai de traction permet de déterminer la loi de comportement contrainte – déformation dans une direction donnée.

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

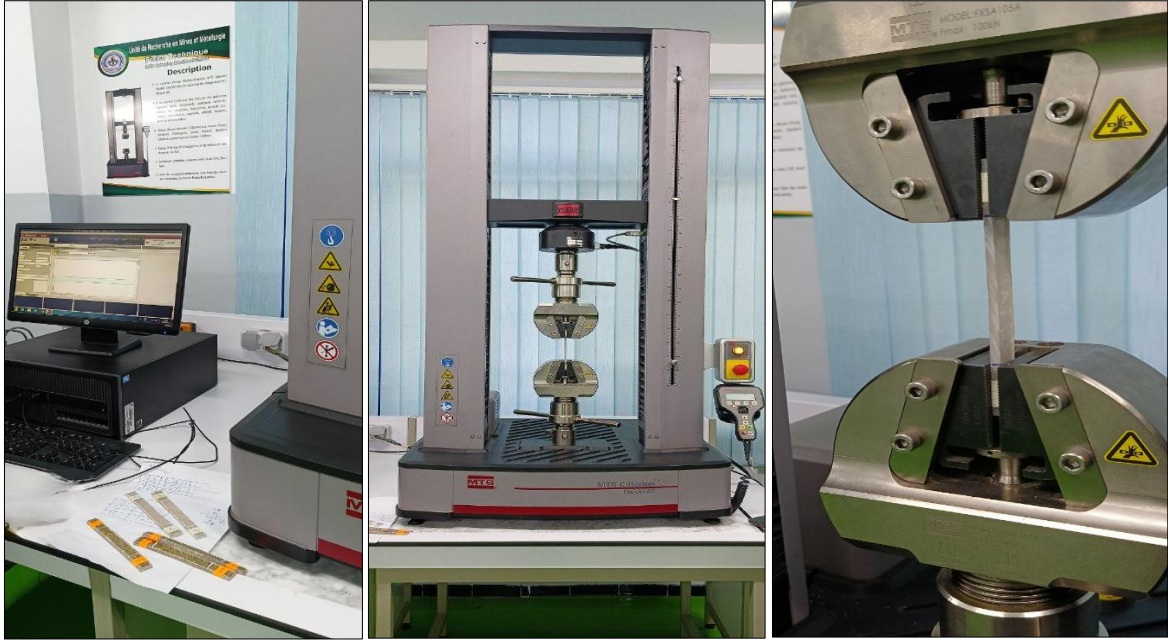


Figure II. 8 : Dispositif d'essai de traction.

La figure II. 9 montre la géométrie des éprouvettes utilisées en traction.

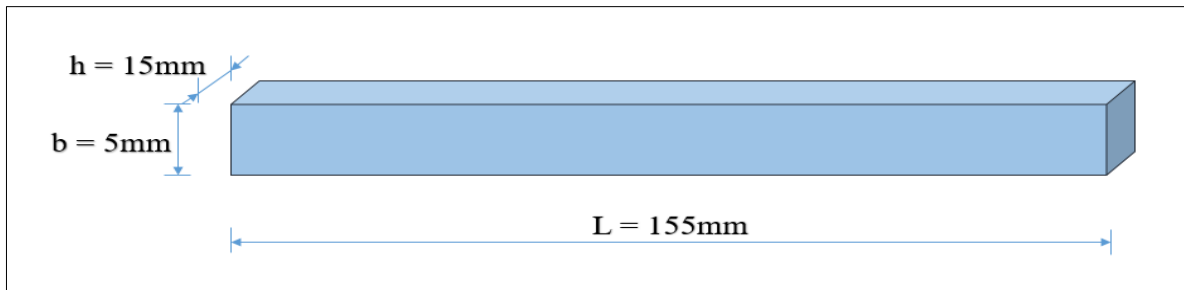


Figure II. 9 : Eprouvette utilisée en traction.

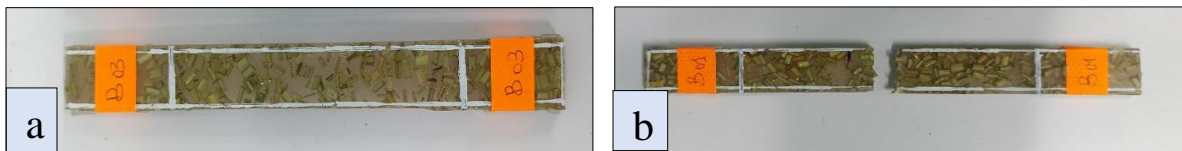


Figure II. 10 : Eprouvette a) avant et b) après le test de traction.

La contrainte à la rupture en traction est donnée par la formule suivante :

$$\sigma_r = \frac{P}{S} \text{ (MPa)}$$

P : la force appliquée à l'éprouvette au moment de rupture.

S : la section de l'éprouvette,  $S = b.h$ .

Le module d'Young est donné par la loi de Hooke :

$$E = \frac{\sigma}{\epsilon} \text{ (MPa)}$$

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

$\sigma$  : la contrainte de traction.

$\varepsilon$  : la déformation qui correspond la contrainte de traction.

### II.4.2.2. Modèle statistique probabiliste de weibull

À la suite des travaux fondamentaux de Griffith et Orowan sur la rupture des matériaux, Weibull a proposé un modèle probabiliste du comportement à la rupture, basé sur la « théorie du maillon le plus faible » (Weakest Link Theory, W.L.T). Selon ce concept, la résistance d'un ensemble est gouvernée par son élément le plus faible. Par analogie, dans un matériau hétérogène tel qu'un composite, chaque microvolume peut être assimilé à un maillon, et la rupture survient dès qu'un de ces maillons cède [43,44].

Le modèle de Weibull est un modèle empirique, largement utilisé pour représenter statistiquement la variabilité de la résistance mécanique des matériaux fragiles ou hétérogènes. Appliqué aux composites à renforts en tissu de verre, il permet de quantifier l'effet des défauts microscopiques (fissures, porosités, inclusions) répartis dans le volume du matériau. Les éléments contenant les défauts les plus critiques correspondent aux maillons les plus faibles.

#### A. Formulation de la probabilité de rupture

Selon la théorie de Weibull, la probabilité de rupture  $P$  d'un matériau de volume  $V$ , soumis à une distribution de contraintes  $\sigma$ , est donnée par [45,46] :

$$P_f = 1 - \exp \left[ - \int_V \left( \frac{\sigma(x)}{\sigma_0} \right)^m dV \right]$$

Où :

- $\sigma$  : contrainte locale appliquée,
- $\sigma_0$ : contrainte de normalisation (sans signification physique directe), définie pour  $P_f=63.2\%$ ,
- $m$  : module de Weibull, caractérisant l'inhomogénéité du matériau,
- $V$  : volume total du matériau sollicité.

Lorsque la contrainte est uniformément répartie dans le volume (cas de traction), cette équation se simplifie en :

$$P_f = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma_t}{\sigma_0} \right)^m \cdot \frac{V_t}{V_0} \right]$$

Où :

- L'indice t se rapporte à la traction.
- $V_t$  : volume de l'éprouvette en traction.
- $V_0$  : volume de référence.

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

### B. Estimation expérimentale de la probabilité de rupture

La probabilité de rupture expérimentale  $P_f$  est généralement estimée à partir du rang médian:

$$P_f = i / (n + 1)$$

Où :

- $i$  : rang de l'échantillon classé par ordre croissant de rupture,
- $n$  : nombre total d'échantillons testés.

### C. Linéarisation de la loi de Weibull

Pour déterminer le paramètre  $m$ , on utilise une linéarisation de l'équation de Weibull :

$$\ln [-\ln(1 - P_f)] = m \cdot \ln(\sigma) - m \cdot \ln(\sigma_0)$$

Cette relation permet de tracer une droite dans un plan

$$\ln(\sigma) - \ln[-\ln(1 - P_f)]$$

La pente de cette droite correspond au module de Weibull  $m$ , et l'ordonnée à l'origine permet d'estimer  $\sigma_0$ . Le lecteur intéressé trouvera tous les détails de cette méthode dans les références [47-48-49].

Ainsi une analyse statistique par la théorie de Weibull appliquée à la rupture des matériaux composites devient intéressante afin de mieux comprendre leur comportement à la rupture ainsi que l'aspect probabiliste de cette dernière (figure II.11).

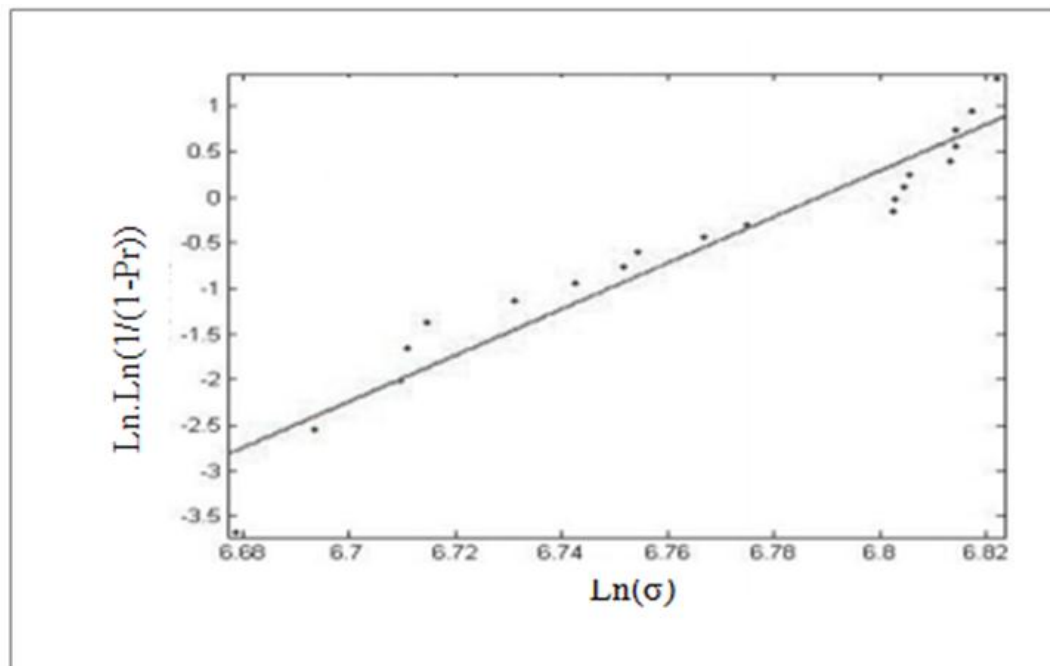


Figure II. 11 : Exemple de détermination des paramètres de Weibull ( mesure de la résistance en traction ) [50].

# Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

## II.4.2.3. Essai de Choc

### A. Résistance au Choc ou résilience

La résistance au choc Charpy consiste à déterminer la résilience. Celle-ci caractérise la capacité d'un matériau à absorber les chocs sans se rompre. Elle est mesurée sur des machines du type Charpy (Figure II. 12).

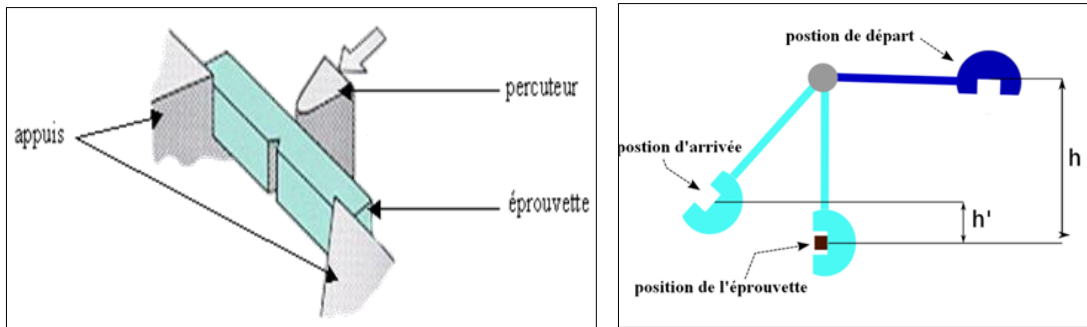


Figure II. 12 : Eprouvette sur deux appuis [53].

Les essais de choc ont été réalisés sur un mouton pendule FRANK 53580 (Figure II.13) correspondant à la norme DIN 51222. Les éprouvettes de résilience sont prélevées d'une virole d'un tube dans le sens transversal et préparées selon la norme ISO 6892-1 :2016 avec une entaille en V. L'essai s'est déroulé sous une température ambiante de 25°C.

L'essai de résilience sert à évaluer la capacité d'un matériau à résister à un impact soudain, ce qui donne une indication de sa ductilité. On utilise pour cela un équipement nommé "mouton pendule". En chutant d'une hauteur définie, le pendule frappe l'échantillon pour le briser, puis continue sa trajectoire jusqu'à une hauteur moindre que celle de départ.



Figure II. 13 : Dispositif d'essai de résilience.

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

### B. Paramètres influant sur la résistance au Choc

- **Influence de la température :** on peut définir, pour certains polymères des températures de transition ductile-fragile.
- **Influence de la géométrie :** la géométrie de l'échantillon (épaisseur) mais plus encore la forme et la dimension de l'entaille influencent les résultats de l'essai de choc, rendant les corrélations entre essais. Le mode d'usinage de l'entaille, notamment, son rayon à fond, peuvent justifier de grandes variations.

### C. Application aux composites

Le comportement en choc des matériaux composites est un domaine qui reste peu exploré par l'expérimentation [53] Quelques composites à fibres naturelles ont fait l'objet d'investigations. C. Amanda et L.A.H. Torrones [54] montrent que l'incorporation du tissu de jute dans la résine de polyéthylène augmente la résistance à l'impact et les caractéristiques à la rupture de ces matériaux composites. A.K. Rana et all [55] montrent que l'énergie de choc d'un matériau composite à matrice polypropylène renforcée de fibres de jute courtes augmente avec l'augmentation du pourcentage des fibres de jute jusqu'à un taux de 50. Examinant et comparant les propriétés mécaniques de différents matériaux composites à matrice polypropylène renforcée par des fibres naturelles comme le sisal, le kénaf, le chanvre, le jute et les fibres de coco, %P. Wambua et all [56] montrent que ces types de composites à fibres naturelles examinés affichent une faible résistance aux chocs contrairement aux composites à fibres de chanvre et de sisal qui affichent une résistance comparable à celle des matériaux composites renforcés de fibres de verre. Ainsi les propriétés spécifiques des matériaux composites à fibres naturelles sont parfois meilleures que celles des matériaux composites à fibres de verre synthétiques.

### D. Eprouvette d'essai de choc Charpy normalisé

Les essais de choc ont été effectués sur des éprouvettes prismatique, de dimension (55×10×4) mm découpés à partir de plaques du composite, la distance entre appui est prise égale à 40 mm imposée par le dispositif de la machine selon la norme ASTM370.

Les figures II. 14-a et II. 14-b présentent les échantillons avant et après l'essai. Afin d'assurer la fiabilité des mesures, trois tests sont effectués sur chaque échantillon et c'est la moyenne des résultats qui est considérée.

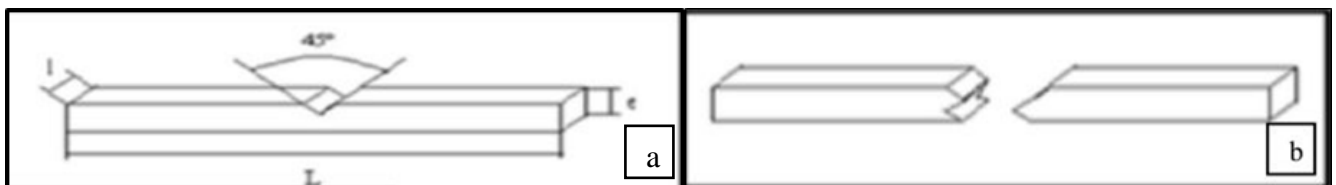


Figure II. 14 : Eprouvette a) avant le test et b) après le test [2].

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

### II.4.3. Essais physiques

#### II.4.3.1. Test d'absorption d'eau

Le problème d'affinité des fibres naturelles avec l'eau intervient négativement sur les propriétés des composites polymères/ fibres naturelles (Figure II.15).

- Pour éliminer la quantité d'eau retenue, il y a lieu de sécher des éprouvettes carrées, dans une étuve pendant 2 h à 80 °C, pour se débarrasser de l'humidité. on les laisse refroidir jusqu'à la température ambiante et on les pèse ( $m_0$ ) avec une balance analytique de précision 0,0001 g.
- Ensuite on immerge les éprouvettes dans un récipient d'eau distillée à une température ambiante. Chaque 24h, on fait un prélèvement, on enlève toute l'eau superficielle avec du papier absorbant.
- On pèse de nouveau les éprouvettes ( $m$ ).

Pour chaque éprouvette, on a calculé le taux d'absorption d'eau en pourcentage à l'aide de la formule appropriée suivante :

Taux d'absorption d'eau (%) :

$$\Delta m (\%) = [(m - m_0) / m_0] \cdot 100$$



Figure II. 15 : Mesure de l'absorption d'eau.

### II.5. Conclusion

Au cours de ce chapitre, nous avons présenté les matériaux employés dans cette étude en précisant les propriétés, les proportions et les quantités de chacun d'entre eux au sein du matériau composite. De plus, nous avons exposé le traitement appliqué aux fibres de Diss, la méthodologie de préparation des échantillons ainsi que les diverses expériences et tests effectués sur ces derniers.



# **Chapitre III :**

## **Résultats et discussion**

# Chapitre III : Résultats et discussion

---

## III.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous allons analyser les éprouvettes préparées et utilisées pour réaliser les essais physiques et mécaniques. Ensuite, nous interpréterons les caractéristiques mécaniques résultant de ces essais, notamment la résistance à la traction, la résistance aux chocs et l'absorption d'eau.

## III.2. Caractérisation mécanique

### III.2.1. Essai de traction

Les figures III.1 et III.2 présentent respectivement les variations des caractéristiques mécaniques en traction, telles que la contrainte à la rupture et la déformation à la rupture, en fonction du taux de fibres de Diss, à la fois traitées et non traitées.

#### A. Effet du taux de fibres

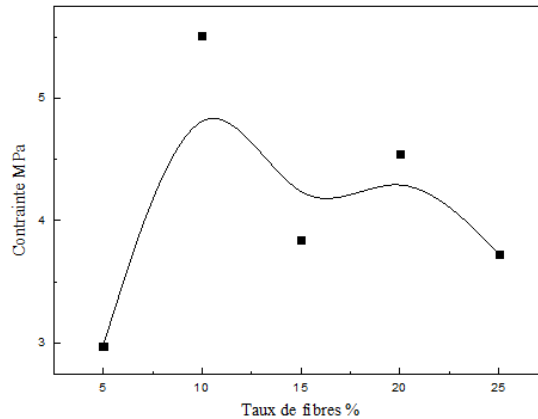
Les propriétés mécaniques des composites dépendent de plusieurs facteurs, notamment la dispersion des fibres, la quantité d'air emprisonnée dans le matériau lors du mélange, ainsi que l'absorption d'eau.

Toutefois, selon S. Th. Georgopoulos et al, il convient de souligner que l'interface fibre/matrice joue un rôle déterminant dans la contribution de chaque composant aux performances globales du composite. Plus précisément, la résistance mécanique des composites à fibres courtes est fortement influencée par l'adhésion interfaciale, tandis que le module d'élasticité dépend principalement de l'orientation des fibres. Un autre paramètre clé influençant les propriétés de rupture, telles que la résistance et l'allongement à la rupture ; est le facteur de forme [57-58].

D'après la figure III.1, qui montre l'évolution de la contrainte à la rupture en fonction du taux de fibres de Diss non traitées, on observe une augmentation significative de la contrainte à la rupture pour les composites contenant 10 et 20 pcr en poids (pcr) de fibres, suivie d'une diminution pour des teneurs plus élevées, notamment à 25 pcr. À faibles concentrations, les fibres sont généralement bien dispersées dans la matrice de polyester insaturé (UPR), ce qui maximise la surface de contact fibre/matrice et favorise ainsi des interactions interfaciales efficaces. Il en résulte un meilleur transfert de contraintes entre les deux phases du composite [59-60].

En revanche, à des taux de fibres plus élevés, les fibres de Diss ont tendance à s'agglomérer, en raison d'interactions fibre/fibre prédominantes. Ce phénomène, combiné à la faible mouillabilité des fibres par la matrice UPR, conduit à la formation de défauts internes, tels que des vides ou des zones de mauvaise adhésion. Ces défauts nuisent au transfert de contrainte et engendrent un comportement fragile du matériau lors de la rupture.

## Chapitre III : Résultats et discussion

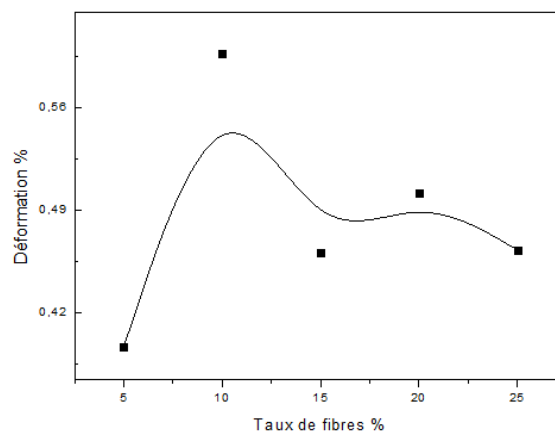


**Figure III. 1 :** Variations de la contrainte à la rupture des biocomposites résine polyester (UPR) / fibre de Diss non traité en fonction du taux de fibre.

D'après la figure III.2, on observe une augmentation significative de la déformation à la rupture, passant de 0,28 % pour la résine UPR non chargée à 0,6 % pour les composites renforcés avec 10 pcr de fibres de Diss. Cette amélioration indique une certaine ductilité accrue du matériau composite à ce taux de renfort.

Cependant, au-delà de cette concentration optimale, une diminution de la déformation à la rupture est enregistrée pour les composites contenant 15 pcr et 25 pcr de fibres de Diss. Cette tendance peut être attribuée à une dispersion moins homogène des fibres à des teneurs élevées, favorisant les agglomérats et les défauts d'interface, ce qui limite la capacité du matériau à se déformer avant rupture.

Il convient toutefois de souligner que, malgré cette baisse relative, les composites contenant 15 pcr et 25 pcr de fibres présentent des valeurs de déformation à la rupture supérieure à celle de la matrice UPR non chargée. Cela met en évidence la contribution positive des fibres, même en présence de phénomènes d'agglomération, et souligne l'importance des interactions interfaciales dans l'amélioration des propriétés mécaniques des composites UPR/fibres de Diss [58].



**Figure III. 2 :** Variations de la déformation à la rupture des biocomposites résine polyester (UPR) / fibre de Diss non traité en fonction du taux de fibre.

## Chapitre III : Résultats et discussion

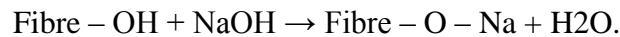
### B. Effet du traitement chimique

Les modifications chimiques apportées à la fibre végétale de Diss ont pour objectif d'améliorer l'adhésion interfaciale avec les matrices polymériques. Dans le cadre de cette étude, les fibres ont été traitées à l'aide d'une solution composée de 10 % d'hydroxyde de sodium (NaOH).

D'après la figure III.3, qui illustre la variation de la contrainte à la rupture des biocomposites polyester insaturé (UPR)/fibres de Diss traitées en fonction du taux de renfort, on observe une augmentation notable de la contrainte à la rupture par rapport aux composites contenant des fibres non traitées. Cette amélioration peut être attribuée aux effets suivants du traitement chimique :

- Rupture des liaisons hydrogène dans la structure réseau des fibres, ce qui modifie leur structure interne ;
- Augmentation de la rugosité de surface, améliorant l'ancrage mécanique avec la matrice ;
- Élimination partielle de composants indésirables tels que la lignine, la cire et les huiles recouvrant la paroi cellulaire des fibres de Diss.

L'ajout de NaOH entraîne une ionisation des groupes hydroxyles présents à la surface des fibres, conformément à la réaction suivante :



Ce traitement alcalin favorise l'activation chimique de la surface fibreuse, tout en améliorant la compatibilité chimique avec la matrice polymère.

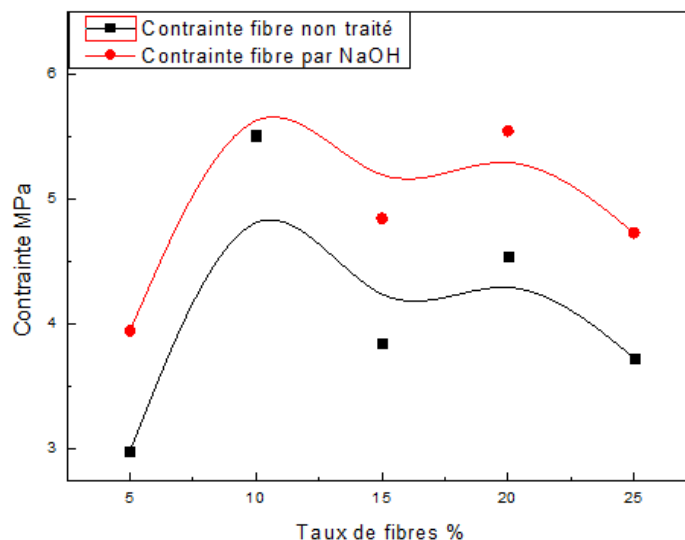


Figure III. 3 : Variations de la contrainte à la rupture des biocomposites résine polyester (UPR) / fibre de Diss en fonction du taux de fibre et du traitement de surface.

## Chapitre III : Résultats et discussion

La figure III.4 illustre la variation de la déformation à la rupture des biocomposites à base de résine polyester insaturé (UPR) renforcés par des fibres de Diss traitées, en fonction du taux de fibres incorporé.

Selon les données présentées, une augmentation significative de la déformation à la rupture est observée. En effet, celle-ci passe de 0,59 % pour les composites contenant 10 pcr de fibres non traitées, à 0,61 % pour ceux renforcés par 10 pcr de fibres de Diss traitées par NaOH.

Cette amélioration de la ductilité semble indiquer que le traitement chimique à la NaOH optimise l'adhésion interfaciale entre la fibre et la matrice. En modifiant la topographie de surface des fibres, ce traitement permettrait une meilleure imprégnation de la résine au sein des fibres, ainsi qu'un transfert de contraintes plus homogène lors de la sollicitation mécanique, retardant ainsi l'initiation et la propagation des fissures.

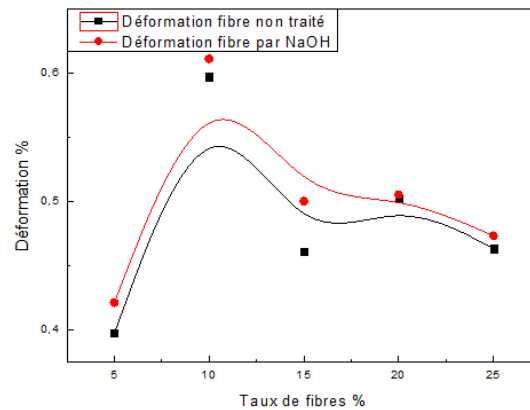


Figure III. 4 : Variations de la déformation à la rupture des biocomposites résine polyester (UPR) / fibre de Diss en fonction du taux de fibre et du traitement de surface.

### III.2.2. Résultats de l'essai de choc

Les résultats de mesure de l'énergie (kcv) en fonction de BW pour l'ensemble des éprouvettes testées pour les différents pourcentages utilisés dans le cas du matériau composite sont rassemblés respectivement dans le tableau (III.1).

Tableau III. 1 : Résultats de l'énergie totale et de la ténacité pour composite en pourcentage 20pcr de renfort.

Ep	Lar	V		EN	kcv
6,38	17,67	112,7346	1,127346	0,5	0,44351956
6,35	14,51	92,1385	0,921385	0,9	0,97679038
6,44	17,6	113,344	1,13344	1	0,8822699
6,06	16,46	99,7476	0,997476	0,2	0,20050608
6,18	17,03	105,2454	1,052454	0,5	0,47508015
6,16	17,46	107,5536	1,075536	0,9	0,83679207
6,46	16,19	104,5874	1,045874	0,3	0,28684144

# Chapitre III : Résultats et discussion

## III.2.2.1. Application de Modèle Probabiliste de Weibull

### A. Probabilités de rupture pour chaque niveau de Kcv

La figure III.5 illustre la variation de la probabilité de rupture en fonction de la ténacité à la rupture Kcv, et ce, pour l'ensemble des pourcentages de renfort étudiés. Il ressort clairement de ces représentations graphiques que la forme générale des courbes de distribution est maintenue quelle que soit la teneur en renfort. Ces courbes suivent une évolution typiquement sigmoïdale, ce qui est caractéristique des lois statistiques de distribution utilisées dans le cadre de l'analyse de la fiabilité des matériaux. Cette tendance sigmoïde reflète le comportement probabiliste de la rupture : pour de faibles valeurs de Kcv, la probabilité de rupture est élevée, tandis qu'elle tend à diminuer progressivement avant de se stabiliser à un niveau faible lorsque Kcv devient plus important. La similitude des courbes, malgré les variations de renfort, indique que l'effet du renfort influe principalement sur la position et l'étendue de la distribution sans altérer fondamentalement sa nature statistique.

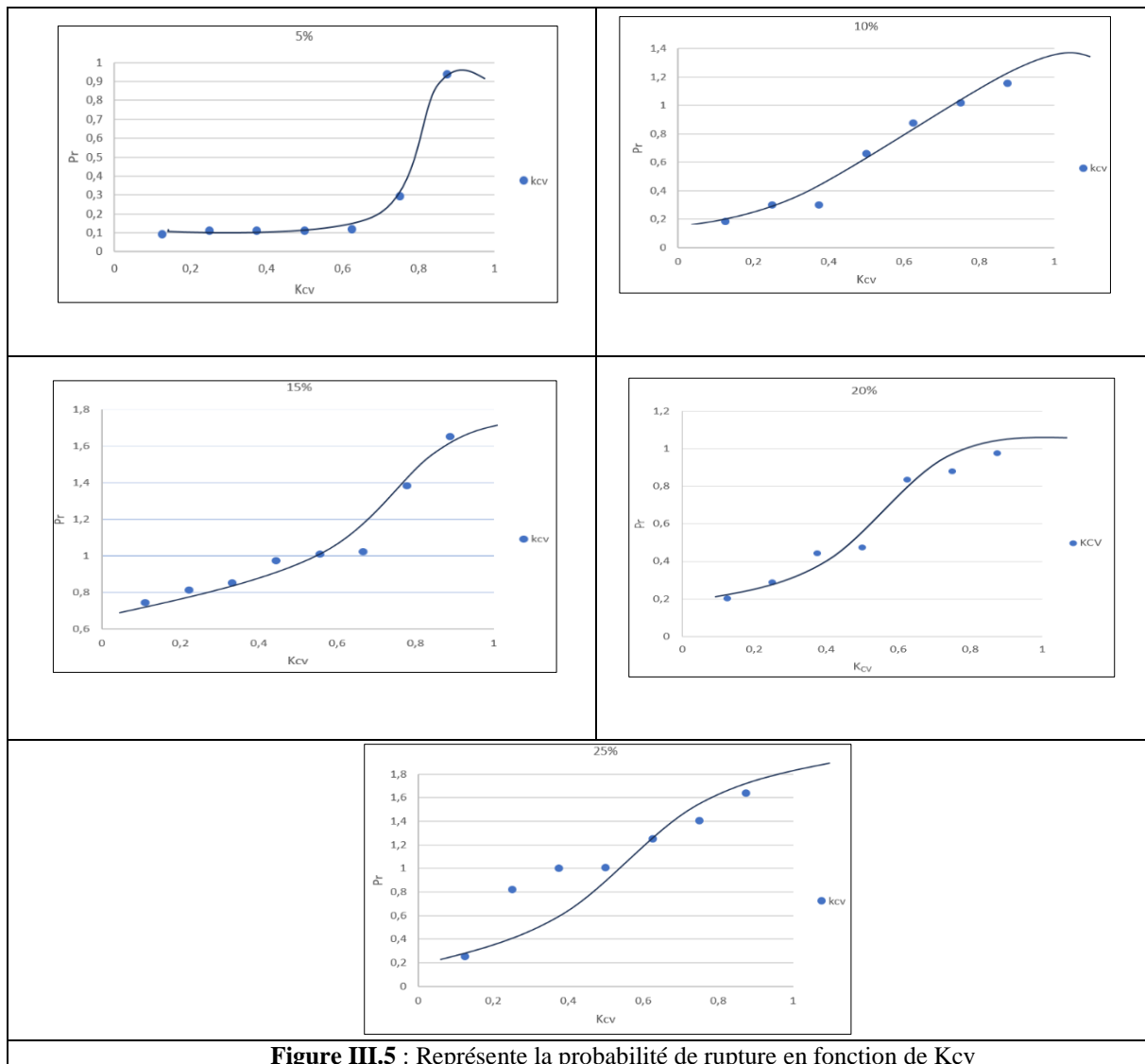


Figure III.5 : Représente la probabilité de rupture en fonction de Kcv

# Chapitre III : Résultats et discussion

## B. Estimation des paramètres de Weibull

Les figures de III.6 au III.11 présentent les graphes de la variation de  $\ln[\ln(1/(1 - Pr))]$  en fonction de  $\ln(Kcv)$ , permettant d'analyser la distribution des données expérimentales selon le modèle de Weibull. Une dispersion des points autour des droites de régression linéaire est observée, traduisant une certaine variabilité des résultats expérimentaux. Les ajustements linéaires réalisés ont permis d'estimer le module de Weibull, également appelé facteur d'inhomogénéité, pour chaque pourcentage étudié. Ce paramètre est directement déterminé à partir des pentes des droites de régression associées à chaque cas.

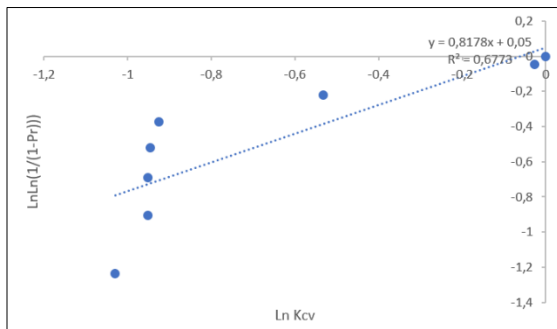


Figure III. 6: Estimation du paramètre de Weibull de 5pcr.

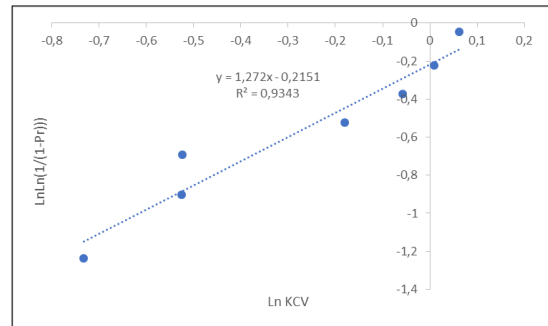


Figure III. 7 : Estimation du paramètre de Weibull de 10pcr.

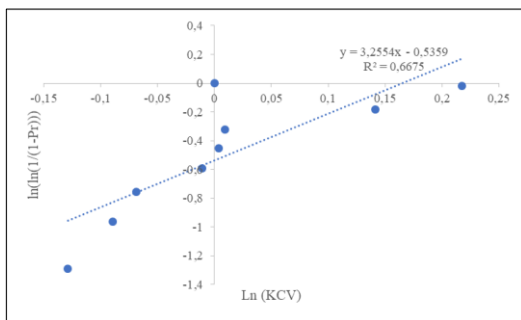


Figure III. 8 : Estimation du paramètre de Weibull de 15pcr.

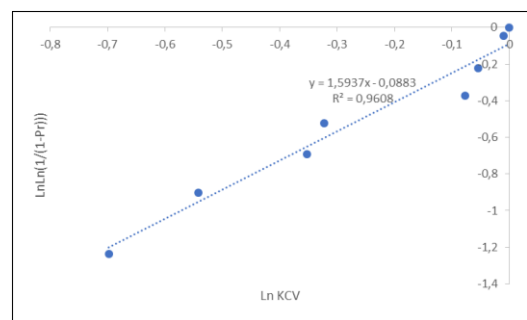


Figure III. 9 : Estimation du paramètre de Weibull de 20pcr.

## Chapitre III : Résultats et discussion

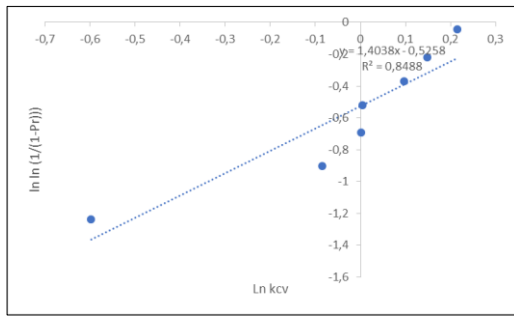


Figure III. 10 : Estimation du paramètre de Weibull de 25pcr.

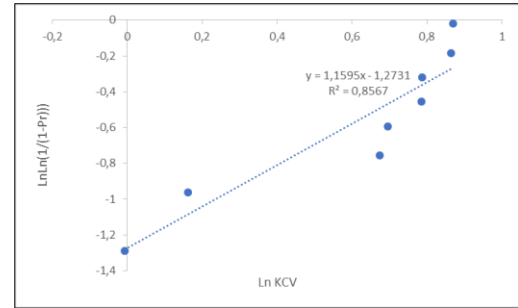


Figure III. 11 : Estimation du paramètre de Weibull de TM.

Comme il est illustré par ces figures, il existe une légère dispersion des points expérimentaux autour des droites de régressions linéaires pour tous les cas. L'existence de divers types de défauts conduisant probablement à plusieurs distributions qui déterminent le comportement de ces matériaux est l'une des causes des écarts des positions des points par rapport à la droite. Il est alors probable que la distribution des défauts qui contrôlent la rupture n'est pas uni modale. Il existe plusieurs types de défauts comme l'ont révélé les observations visuelles et donc plusieurs distributions qui déterminent le comportement du matériau. En plus de la taille des défauts qui affecte la résistance de ces matériaux, d'autres variables comme la croissance lente des fissures, la présence de l'eau dans le composite qui augmente en fonction de pourcentage de renfort ....etc, qui apparaissent et qui se développent durant le processus de rupture accentuant les phénomènes de dispersion autour des droites de régressions linéaires. Ceci laisse penser alors à l'existence de plusieurs distributions qui déterminent le comportement de ces matériaux.

### III.2.2.2. Interprétation des paramètres du modèle de Weibull appliqué à la ténacité en choc

L'analyse statistique des données de ténacité en choc ( $K_{cv}$ ) des composites étudiés a été réalisée à l'aide du modèle probabiliste de Weibull, selon la forme linéarisée suivante :

$$\ln \left[ \frac{\ln 1}{(1-P_r)} \right] = m \cdot \ln(K_{cv}) + C$$

Où :

- $P_r$  : est la probabilité de rupture,
- $m$  : est le module de Weibull (pente de la droite),
- $C$  : est une constante liée à la ténacité caractéristique,

Les résultats obtenus sont synthétisés dans le tableau suivant :

## Chapitre III : Résultats et discussion

Tableau III. 2: Les résultats obtenus pour le coefficient de corrélation pour chaque pourcentage de renfort.

Concentration de renfort (pcr)	m (pente)	C (intercepté)	R <sup>2</sup>
0	1,1595	1,2731	0,8567
5	0,8178	0,05	0,6773
10	1,272	0,2151	0,9343
15	3,2554	0,5359	0,6675
20	1,5937	0,0883	0,9608
25	1,4038	0,5258	0,8488

L'analyse de ces résultats met en évidence plusieurs tendances importantes :

- Pour la résine pure (0pcr), le module de Weibull est modéré ( $m=1,16$ ) avec un bon coefficient de corrélation ( $R^2=0,86$ ), indiquant une distribution relativement homogène des valeurs de ténacité.
- À 5% de renfort, on observe une nette baisse du module de Weibull ( $m=0,81$ ) et un faible ( $R^2=0,67$ ), traduisant une forte dispersion des données. Cela peut être attribué à une mauvaise compatibilité matrice/renfort ou une répartition hétérogène du renfort à faible taux.
- La concentration de 10pcr présente un comportement statistique optimal, avec un module proche de celui de la résine pure ( $m=1,27$ ) mais avec un excellent ajustement linéaire ( $R^2=0,93$ ), indiquant une distribution très fiable de la ténacité.
- À 15pcr, bien que le module de Weibull atteigne une valeur très élevée ( $m=3,26$ ), ce qui reflète une très faible dispersion, le coefficient  $R^2$  est relativement faible (0,66), suggérant que l'ajustement du modèle pourrait être influencé par des points extrêmes ou des valeurs atypiques.
- Pour 20pcr de renfort, les résultats révèlent une excellente homogénéité ( $m=1,59$ ) et un ajustement quasi parfait ( $R^2=0,96$ ), ce qui en fait la formulation la plus statistiquement stable et homogène.
- Enfin, à 25pcr, bien que le module reste élevé ( $m=1,40$ ), le léger recul du  $R^2=0,85$  pourrait s'expliquer par une saturation du renfort ou une agglomération des particules, altérant la distribution des valeurs.

## Chapitre III : Résultats et discussion

### A. Analyse croisée m / Kcv

- Il existe une **corrélation qualitative entre m et Kcv** : des pics de module de Weibull (comme à 15pcr) coïncident avec des valeurs plus élevées de Kcv.
- Cependant, à 20pcr, bien que le module soit supérieur à celui de 10pcr, la ténacité est plus faible → Cela montre que **l'homogénéité (m) ne garantit pas nécessairement une haute ténacité**, surtout si des **défauts interfaciaux** sont présents.

Tableau III. 3: Les résultats obtenus pour le module de Weibull.

Concentration de renfort (pcr)	m module de Weibull	K <sub>cv</sub> moy (N/cm <sup>2</sup> )
0	1,15	4,88
5	0,81	0,25
10	1,27	0,64
15	3,25	1,05
20	1,59	0,58
25	1,40	1,05

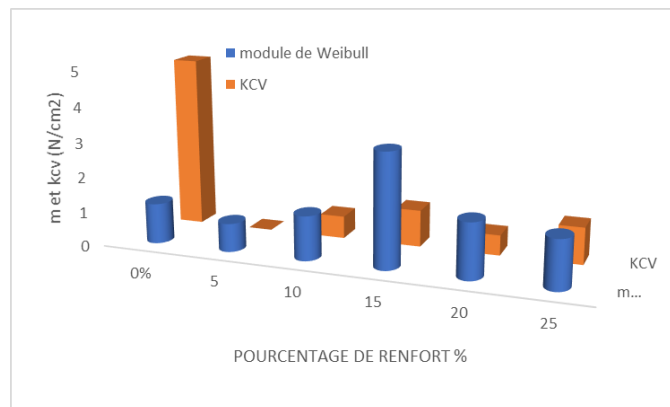


Figure III. 12: Les résultats obtenus pour le module de Weibull et le K<sub>cv</sub> moyen en fonction des pourcentages de renforts.

### B. Etude comparative

- La ténacité maximale (4,88) est obtenue sans renfort, mais avec une homogénéité faible (m = 1,15).
- Le meilleur compromis renfort-homogénéité-ténacité est atteint à 15pcr de renfort : m = 3,25 et K<sub>cv</sub> = 1,05 N/cm<sup>2</sup>.
- Une faible performance à 5pcr montre l'importance de l'état du renfort (humidité, dispersion) sur les propriétés mécaniques.
- Des effets de saturation ou d'agglomération apparaissent au-delà de 15pcr, diminuant les bénéfices du renfort.

# Chapitre III : Résultats et discussion

## III.3. Caractérisation physique

### III.3.1. Absorption d'eau

La fibre de Diss, en raison de sa forte teneur en groupements hydroxyles, présente une affinité élevée avec l'eau, favorisant la formation de liaisons hydrogène avec les molécules d'eau [61]. Cette caractéristique hygroscopique influe directement sur les propriétés mécaniques et dimensionnelles des composites dans des environnements humides.

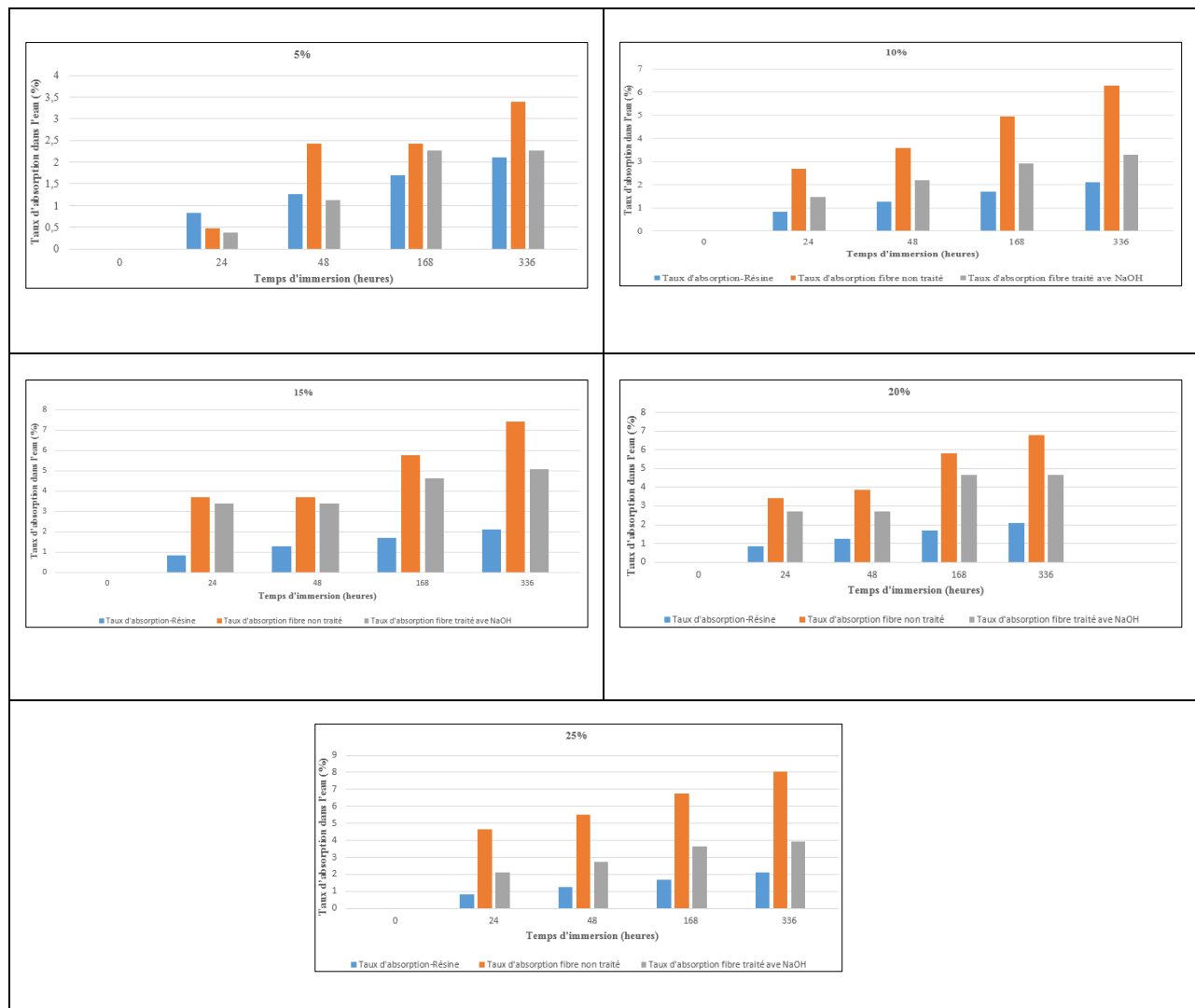


Figure III. 13 : Influence du taux de fibre et du traitement de surface sur l'absorption d'eau des biocomposites résines polyester Diss.

D'après la figure III.13, le taux d'absorption d'eau des composites augmente de manière quasi linéaire avec l'ajout de fibres de Diss, en comparaison avec la matrice polyester seule, qui présente un taux d'absorption très faible, estimé à 1,27% après 2 jours. Cette faible absorption est attribuée à la nature apolaire du polyester insaturé (UPR), un polymère intrinsèquement hydrophobe, comme le confirment les travaux de S. Boufi et al. [62] et Alain Dufresne et al. [63].

## Chapitre III : Résultats et discussion

---

En revanche, pour les composites UPR renforcés par 15 pcr de fibres de Diss non traitées, le taux d'absorption atteint 7,41 % après 14 jours. Ce comportement s'explique par la forte hydrophilie de la fibre de Diss, riche en groupements hydroxyles, qui établissent des liaisons hydrogène avec les molécules d'eau environnantes. Ainsi, l'augmentation du taux et de la taille des fibres entraîne une élévation de la concentration en groupes hydroxyles, favorisant une absorption d'eau accrue.

Toutefois, on observe une réduction significative de l'absorption d'eau après traitement chimique des fibres (NaOH). Cette baisse est attribuée à deux facteurs principaux :

- Une meilleure adhésion interfaciale entre la fibre et la matrice, qui limite la pénétration de l'eau le long des interfaces fibre/matrice.
- Une modification chimique des fibres, rendant leur surface plus hydrophobe. En effet, le traitement entraîne la réduction du nombre de groupes polaires, notamment par la substitution partielle des groupes hydroxyles, ce qui diminue l'affinité des fibres pour l'eau.

Ce phénomène est comparable aux observations faites pour d'autres fibres végétales, telles que les fibres d'Alfa, où des traitements similaires ont également permis de réduire la sensibilité à l'humidité des composites.

### III.4. Conclusion

Un volume conséquent de données expérimentales a été recueilli à l'issue d'une série d'essais rigoureux menés sur un large éventail d'éprouvettes aux configurations variées. Ces essais englobent à la fois des tests physiques, tels que l'absorption d'eau, et des tests mécaniques, notamment les essais de traction et de résistance aux chocs. Cette démarche expérimentale, méthodique et diversifiée, a permis d'explorer de manière approfondie le comportement global des matériaux étudiés.

De manière générale, les résultats obtenus se sont révélés à la fois pertinents et encourageants. Ils témoignent d'une bonne reproductibilité et d'une cohérence avec les objectifs visés. L'ensemble des données collectées permet ainsi de valider, avec un degré de confiance satisfaisant, l'efficacité du traitement appliqué et la performance des composites développés.



# **Conclusion générale**

## Conclusion générale et perspectives

---

### Conclusion générale et perspectives

Les matériaux composites occupent aujourd'hui une place prépondérante dans de nombreux secteurs industriels en raison de leurs multiples avantages. Leur adoption ne cesse de croître, en particulier pour les composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable, tels que ceux à base de résine polyester. Ce type de matrice se distingue par sa recyclabilité, contribuant ainsi aux exigences environnementales actuelles, tout en présentant un rapport coût-performance favorable, ce qui en fait un choix économiquement pertinent.

Par ailleurs, l'intégration de fibres végétales, comme les fibres de Diss, dans la formulation de ces composites constitue une démarche à la fois écologique et technique. Ces fibres, renouvelables, biodégradables et disponibles localement, permettent d'améliorer certaines propriétés fonctionnelles du matériau, tout en réduisant son empreinte carbone.

Dans le cadre de cette étude, nous avons procédé à une évaluation détaillée des propriétés physico-mécaniques d'un composite à base de résine polyester renforcé par des fibres de Diss, traitées ou non chimiquement, à différentes proportions (10, 15, 20 et 25 pcr en poids par rapport à la résine).

Les résultats issus des différents essais permettent de formuler les observations suivantes :

- ✓ Résistance à la traction : Les composites renforcés avec des fibres traitées chimiquement (par NaOH) ont affiché des performances mécaniques supérieures à celles renforcées avec des fibres non traitées. Les meilleures performances en traction ont été observées pour des taux d'incorporation compris entre 10 pcr et 20 pcr en poids, traduisant un bon équilibre entre rigidité et cohésion interfaciale.
- ✓ Résistance aux chocs : L'analyse statistique basée sur la loi de Weibull a permis d'évaluer la fiabilité des performances en impact pour différents teneurs en fibres. Les composites contenant 10 pcr et 20 pcr de fibres ont montré une meilleure homogénéité et une distribution plus prévisible de la ténacité, suggérant une dispersion adéquate des fibres et une bonne synergie entre le renfort et la matrice. Cela indique que ces proportions permettent une configuration structurale stable et mécaniquement fiable.
- ✓ Anomalies observées à certaines teneurs : Les résultats obtenus pour des taux de renfort de 5 pcr et 25 pcr montrent une baisse de performance et une dispersion accrue des données. Cette instabilité est vraisemblablement liée à une mauvaise répartition des fibres, mais également à la présence d'humidité résiduelle non évacuée avant l'incorporation dans la matrice. Ce défaut de séchage peut entraîner la formation de microcavités ou de zones de faiblesse, affectant négativement l'adhésion entre les fibres et la résine, et réduisant ainsi la ténacité du composite. Ces défauts à l'échelle microscopique sont bien connus pour compromettre l'intégrité structurelle du matériau.

## Conclusion générale et perspectives

---

- ✓ Recommandation technique : Afin de garantir une meilleure stabilité mécanique et une performance optimale, il est recommandé d'introduire une étape de séchage rigoureuse des fibres avant leur incorporation dans la résine. Cette précaution permettrait de limiter l'absorption d'eau résiduelle et de prévenir les défaillances localisées.
- ✓ Comportement à l'absorption d'eau : Les essais d'absorption d'eau sur une période de 250 heures ont révélé que les composites contenant des fibres traitées absorbent significativement moins d'eau que ceux fabriqués avec des fibres non traitées. Cette diminution est attribuée à la réduction de l'hydrophilie des fibres suite au traitement alcalin, renforçant ainsi la durabilité du matériau en milieu humide.

### Perspectives

Compte tenu de l'ampleur et de la portée de ce projet, il serait réducteur de le circonscrire dans des limites strictes de temps ou de nombre d'essais réalisés. En réalité, ce travail constitue une première étape dans une démarche de recherche plus vaste, qui mérite d'être poursuivie et approfondie.

Une suite logique à cette étude consisterait à élargir le champ d'investigation en explorant une plus grande diversité de matrices polymériques. Cela inclurait non seulement des matrices thermoplastiques telles que le polyéthylène, le polypropylène ou encore les polyamides, mais également des matrices thermodurcissables à haute performance comme les résines époxy, vinylester ou mélamine. Chacune de ces matrices offre des caractéristiques spécifiques qui pourraient interagir de manière différente avec les fibres naturelles, influençant significativement les propriétés finales du composite.

Parallèlement, l'étude pourrait être enrichie par l'utilisation d'autres types de fibres végétales issues de différentes ressources locales ou régionales, telles que les fibres d'agave, de palmier dattier, de chanvre ou encore de jute. Cette diversification permettrait d'évaluer l'adéquation de chaque type de fibre avec différentes matrices, en vue d'optimiser les performances mécaniques, thermiques et environnementales des biocomposites.

De plus, pour une évaluation plus exhaustive des matériaux développés, il serait pertinent d'étendre la gamme d'essais mécaniques réalisés. Outre les essais classiques de traction et d'impact, des tests avancés comme les essais de fatigue, les essais de fluage, ainsi que les essais de mécanique de la rupture (énergie de rupture, ténacité, facteur d'intensité de contrainte, etc.) permettraient d'accéder à une compréhension plus fine du comportement à long terme des biocomposites sous différentes sollicitations.

Les données expérimentales ainsi collectées contribueraient à la constitution d'une base de données locale structurée, dédiée aux matériaux biocomposites. Une telle base de connaissances représenterait un atout majeur pour le développement de solutions sur mesure, adaptées à des besoins industriels ou environnementaux spécifiques. Elle faciliterait

## **Conclusion générale et perspectives**

---

également les démarches de certification, de normalisation, et ouvrirait la voie à la protection intellectuelle et au brevetage des nouveaux matériaux développés.

Nous exprimons ainsi le souhait de poursuivre cette recherche dans un avenir proche, afin de renforcer les acquis actuels et de contribuer activement à l'essor de matériaux composites plus durables, innovants et localement valorisables.



# **Références bibliographiques**

## Références bibliographiques

---

### Références bibliographiques

- [1] Ghebrid, N ; (2018), Etude des problèmes de conduction thermique dans un matériau composite à matrice polymère pigmenté de dioxyde de Titane, Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas-Setif 1, 165 p.
- [2] Achichi, Z ; et al ; (2024), Effet des fibres courtes d'Alfa sur le comportement Physico-mécanique des composites polyesters/ Alfa traitée et non traitée, Mémoire de fin de cycle, Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique-Skikda,78 p.
- [3] Toumi, W ; (2019), Optimisation de la configuration des tubes en matériaux composites sous pression, Mémoire de Master, Université Mohamed Khider de Biskra,80 p.
- [4] Djebbloun,Y; (2004), Etude de la rupture en mode I d'ouverture des matériaux composites , Mémoire de Magister, Université Mohamed Khider-Biskra.
- [5] Addour , Y ; (2023), Caractérisation expérimentale et numérique du comportement mécanique d'un composite à base d'une matrice thermdurcissable renforcés par des fibres végétales de la région de M'sila, Thèse de doctorat, Université Mohamed Boudif-M'sila, 108 p.
- [6] Bourai,K ; (2010), Étude du comportement thermique d'un composite bois-polymère pour une application en rotomoulage, Mémoire de Master, Université Laval, Québec, 118 p.
- [7] Kharoubi, M ; (2002), Contribution a l'étude expérimentale et numérique de stratifiés croisés a renfort unidirectionnel, Mémoire de Magister, Université 8 mai 1945 Guelma, 127 p.
- [8] Alenda, Ch ; (2018), Analyse des vibrations libres et forcées des plaques sandwichs sous l'effet de la temperature, Mémoire de Master, Université Badji Mokhtar Annaba, 68 p.
- [9] Merabti, F ; (2021), Contribution d'élaboration d'un matériau léger à partir des déchets des palmiers dattiers (pétiole), Mémoire de Master, Université Mohamed Khider de Biskra, 58 p.
- [10] Daghboudj, S ; (2015), Etude comparative des approches Hyper et Hypo élastiques utilisées dans l'étude du comportement mécanique des renforts tissés, Thèse de doctorat, Université 8 mai 1945 Guelma, 149 p.
- [11] Rouam, K ; (2014), Elaboration, caractérisation mécanique et hygrothermique d'un stratifié renforcé par des fibres naturelles, Mémoire de Magister, Université M'hamed Bougara - Boumerdes, 80 p.
- [12] Aribi, Ch ; (2014), Etude comparative du comportement des différents matériaux composites (différentes matrices), Mémoire de Magister, Université M'hamed Bougara-Boumerdes.
- [13] Ghabi, A ; (2019), Analyse statique des plaques stratifiées en matériaux composites, Mémoire de Master, Université de Tissemsilt, 126 p.
- [14] Izemmour, A ;Korichi, A ; (2021), Effet de fibres sur les propriétés des mortiers, Mémoire de Master, Université Akli Mohand Oulhadj Bouira, 86 p.

## Références bibliographiques

---

- [15] Jérémie, A; (2009), Etude comparative du comportement composite à matrice thermoplastique ou thermodurcissable, Thèse de doctorat, l'Institut National des Sciences Appliquées de Rouen, France, 220 p.
- [16] Amaouche, T ; Ameer, C ; (2020), Elaboration et caractérisation d'un composite à base de polyéthylène chargé d'une fibre végétale, Mémoire de Master, Université A. MIRA-Bejaia, 57 p.
- [17] Moumene, T ; Les composites, Polycopie de cours, Université Ibn Khaldoun-Tiaret, 22 p.
- [18] Abahri, S ; Aimeur, M ; (2022), L'influence de l'ajout du PVC recyclé sur le comportement mécanique d'un stratifié, Mémoire de Master, Université Mouloud Mammeri-Tizi-Ouzou, 110 p.
- [19] Soualah, S ; (2018), Amélioration des performances d'un matériau composite stratifié biomécanique chargé de granulés de noyaux de dattes, Mémoire de Master, Université Badji Mokhtar- Annaba, 65 p.
- [20] Rouab , M ; Ouhdadou , M ; (2020), Caractérisation des matériaux composites par les méthodes non destructives, Mémoire de Master, Université Saad Dahlab-Blida 1, 61 p.
- [21] Yamani , H ; Sadik , A ; (2021), Analyse thermomécanique d'une plaque FGM imparfaite basée sur la théorie d'ordre élevée, Mémoire de Master, Université Ibn Khaldoun-Tiaret, 107 p.
- [22] Sellami , Gh ; (2023), Comportement des mortiers renforcés par fibres de Diss, étude expérimentale, analyse statistique, mathématique et optimisation, Mémoire de Master, Université 8 mai 1945 Guelma, 126 p.
- [23] Safi , A ; et all ; (2023), Comportement physico- mécanique d'un mortier à base d'une charge végétale, Mémoire de Fin de cycle, Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique-Skikda, 108 p.
- [24] Bedreddine , M ; (2020), Etude et caractérisation de nouveaux bio-composites farine de Genêt d'Espagne – Polymère biodégradables, Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas-Sétif-1, 137 p.
- [25] Colonna, P ; (2006), La chimie verte, 530 p.
- [26] Zaidi , L ; et all ; (2020), Etude des Biocomposites à base de biopolymères/fibre végétales : Fibre de diss, Mémoire de Master, Université A. Mira, Bejaia, 87 p.
- [27] Ntenga , R ; (2007), Modélisation multi-échelles et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites, Thèse de doctorat, école doctorale sciences pour l'ingénieur de Clermont-Ferrand et université de Yaoundé école nationale supérieure polytechnique (ensp), 185 p.
- [28] <https://polyvalents.fr/fibres-vegetales-proprietes-physiques-et-mecaniques/>
- [29] Harrache , R ; (2015), Elaboration et caractérisations des composites à matrice polymère et à renforts végétal et manométrique lamellaire, Mémoire de Magister, Université Ferhat Abbas-Sétif-1, 155 p.
- [30] Yahmi , A ; (2021), Optimisation et caractérisation d'un biocomposite Polypropylène - fibres de Diss confectionné par extrusion, Mémoire de, Ecole Nationale Polytechnique , 72 p.

## Références bibliographiques

---

- [31] Mouissa , F ; (2021), Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique thermique et acoustique de matériaux composites à base de déchets, Thèse de doctorat, Université Mohamed Boudif-M'sila, 125 p.
- [32] [https://stock.adobe.com/be\\_fr/search?k=jute+plant](https://stock.adobe.com/be_fr/search?k=jute+plant)
- [33] Mwaikambo, E.W ; (2011) ; Alfa Fibres: Chemistry, Structure, Properties, and Applications.
- [34] El-Abbassi , F; et all ; (2014), Elaboration, analyse et modélisation mécanique numérique d'agrocomposites à base de fibres courtes d'alfa, MATEC Web of Conferences, 6 p.
- [35] Goudjil , T ; (2020), Comportement d'un composite PP/ Fibres de palmier dattier à l'essai de traction, Mémoire de Master, Université Mohamed Khider de Biskra, 60 p.
- [36] Djilali , H ; (2017), Elaboration et caractérisation d'un composite à base de polyester biodégradable renforcé par la fibre d'Alfa, Mémoire de Master, Université Abou-Bekr Belkaid- Tlemcen, 68 p.
- [37] Dallel , M ; (2012), Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil, Thèse de doctorat, Université de Haute Alsace, 154 p.
- [38] Gallot-lavallee, O ; (2006) ; Etude de la charge d'espace et des phénomènes luminescents comme précurseurs du vieillissement électrique d'une résine époxy utilisée dans l'isolation haute tension , Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 195 p.
- [39] Bakhouché, H.E ; (2020), Elaboration et Caractérisation Numérique de Biocomposite à Matrice epoxyde et renfort fibres de Sisal, Mémoire de Master, Université Larbi Tébessi-Tébessa, 98 p.
- [40] C.A.R.M.A. ; (2006), Glossaire des matériaux composites renforcés de fibres d'origine renouvelable, Centre d'Animation Régional en Matériaux Avancés.
- [41] ASTM D 5083-10e1; (2010), Standard Test Method for Tensile Properties of Reinforced Thermosetting Plastics Using Straight-Sided Specimens, ASTM International, West Conshohocken, PA.
- [42] ASTM D3039 / D3039M-14; (2014), Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA.
- [43] MORRISON, Craig N. Lattice-Modelling of Nuclear Graphite for Improved Understanding of Fracture Processes. The University of Manchester (United Kingdom), 2016.
- [44] SADEGHI, Behzad et CAVALIERE, Pasquale Daniele. Reviewing the integrated design approach for augmenting strength and toughness at macro-and micro-scale in high-performance advanced composites. *Materials*, 2023, vol. 16, no 17, p. 5745.
- [45] IARVE, E. V., MOLLENHAUER, D., WHITNEY, T. J., et al. Strength prediction in composites with stress concentrations: classical Weibull and critical failure volume methods with micromechanical considerations. *Journal of materials science*, 2006, vol. 41, p. 6610-6621.

## Références bibliographiques

---

- [46] TIRYAKIOĞLU, Murat et CAMPBELL, John. Weibull analysis of mechanical data for castings: A guide to the interpretation of probability plots. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2010, vol. 41, p. 3121-3129.
- [47] BEN SALEM, N., BRESSON, G., JUMEL, J., et al. Weibull analysis of stiffness and strength in bulk epoxy adhesives reinforced with particles. *Journal of adhesion science and technology*, 2013, vol. 27, no 21, p. 2278-2295.
- [48] ZHANG, Hongzhi, ŠAVIJA, Branko, et SCHLANGEN, Erik. Towards understanding stochastic fracture performance of cement paste at micro length scale based on numerical simulation. *Construction and Building Materials*, 2018, vol. 183, p. 189-201.
- [49] AMROUNE, Salah, BELAADI, Ahmed, BOURCHAK, Mostefa, et al. Statistical and experimental analysis of the mechanical properties of flax fibers. *Journal of Natural Fibers*, 2022, vol. 19, no 4, p. 1387-1401.
- [50] ACHOURI, Sihem, REDJEL, Bachir, et BOUREBIA, Mounira. Effect of size and volume on the breaking properties of fragile materials: The case of laminate for orthopedic acrylic glass-perlon use. *Revue des Composites et des Matériaux Avancés*, 2022, vol. 32, no 2, p. 61.
- [51] ACHOURI, S., BOUREBIA, M., MEDDAH, S., et al. Study of the Toughness of a Composite Material as a Function of Variation in Notch Geometry, Architecture, and Molding Flow. *Mechanics of Composite Materials*, 2025, p. 1-12.
- [52] Djeghader D., «Comportement au choc : étude de la ténacité des matériaux composites jute polyester et verre polyester » Mémoire de Magister, Département de Génie Civil, Université de Annaba, Novembre (2008).
- [53] Athijayamania.A, Thiruchitrambilamb.M, Natarajana.U & Pazhanivel.B «Effect of moisture absorption on the mechanical properties of randomly oriented natural fibers/polyester hybrid composite» *J. of Materials science and Engineerin A*, 517, pp. 344-353, (2009).
- [54] Amanda.C ,Torrões. L.A.H « Impact rupture characteristics of polyethylene composites reinforced with jute fabric » *Acta Microscopica*, 16, N°1-2, (2007).
- [55] Rana.A.K, Mandal.A, Mitra.L.B.C, Jacobson.R& Rowell.R «Short jute fiber-reinforced polypropylene composites: effect of compatibilizer » *Journal of Applied Polymer Science*, 69, pp. 329-338, (1998).
- [56] Wambua.P, Iven .J ,Verpoest. I « Natural fibres: can they replace glass in fibre reinforced plastics », *Composite Science and Technology*, 63, Issue 9, pp. 1259-1264,(2003).
- [57] Beldzki, A.K; Letman,A; Viksne, A. Rence, L; (2005), A comparison of compounding processes and wood type for wood fibre-PP composites, *Composites Part A Applied Science and Manufacturing*, pp.789-797.
- [58] Georgopoulos,S; Tarantili,P.A; Avgerinos,E; Andreopoulos,A.G; Koukios,E.G; (2005), Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues, *Polymer Degradation and Stability*, pp.303-312.

## Références bibliographiques

---

- [59] Guessoum,M; Nekkaa,S; Fenouillot-Rimlinger,F; Haddaoui,N; (2012), Effects of kaolin surface treatments on the thermomechanical properties and on the degradation of polypropylene, International Journal of Polymer Science, 10 p.
- [60] Chirayil,C; Mathewa,L; Hassanb,P; Mozeticc,M; Thomas,S; (2014), Rheological behaviour of nanocellulose reinforced unsaturated polyester nanocomposites .International Journal of Biological Macromolecules, International Journal of Biological Macromolecules, pp.274-281.
- [61] Nakatani,H; Suzuki,S; Tanaka,T; Terano,M; (2005), New kinetic aspect on the mechanism of thermal oxidative degradation of PP with various tacticities, Polymer, pp.12366-12371.
- [62] Boufi,S; Abdelmouleh,M; Belgacem,M.N; Dufresne,A; (2007), Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading, Composite Science and Technology, Vol 67,pp.1627-1639.
- [63] Dufersne,A; Pasquini,D; Eliangela de Morais,T ; Aprigio da Silva Curvelo,A ; Naceur,M ; (2008), Matériaux composites a base de déchets Végétaux : Élaboration, caractérisation et propriétés thermiques,Composite Science and Technology, Vol 68,pp.193-201.