



République Algérienne Démocratique et Populaire



Ministère de l'Enseignement Supérieure et de  
la Recherche Scientifique

Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique de  
Skikda

Département de technologie

Filière : Génie des procédés

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de professeure de  
l'enseignement secondaire

Thème :

**Elaboration et caractérisation de composites à  
matrice polymérique renforcés par des fibres  
de corne de pin.**

Présenté par :

Encadré par : Pr Laidi Babouri

- Khaoula ELGHERIBI

Date de soutenance : 29 juin 2025

Heure : 10h:15

Membre du jury:

Nom et prénom	Grade	Université	Qualité
Dr Ghania MIROUZI	Maitre de conférences classe A	ENSET Skikda	Présidente du jury
Pr Laidi BABOURI	Professeur	ENSET Skikda	Encadrant
Dr Ouided DEHAS	Maitre de conférences classe A	ENSET Skikda	Examinatrice

Année Universitaire : 2024-2025

## Dédicace

---

À ceux qui ont façonné mon cœur et illuminé mon chemin...

À mes chers parents, piliers de mon existence, dont l'amour inconditionnel et les sacrifices silencieux ont été ma plus grande force.

A celui qui a cru en moi dans chaque moment de doute et m'a dit que je pouvais. À celui dont je porte le nom et que j'espère honorer avec une immense fierté.

A mon père, mon pilier inébranlable, la source de ma force et de mon espoir.

Ton amour est mon refuge, ton soutien est mon élan, et ton existence est une bénédiction.

A celle qui m'a accompagnée par ses prières à chaque pas, À la grande qui seule se fatiguait pour ma fatigue et s attristait pour ma tristesse.

A Ma mère, tu es le cœur battant de ma réussite, la lumière qui ma guidée à chaque étape de mon parcours. Par ton amour, tes sacrifices et ton soutien, tu as fait de moi la personne que je suis aujourd'hui.

À mes grands-parents, ceux qui veillent sur moi d'ici et d'ailleurs, votre sagesse et votre tendresse sont gravées en moi à jamais.

À mes frères *Mohammed Imed Eddine, Salah Eddine, Sirage Eddine* et sœurs *Marwa, Fatima Zohra*, compagnons d'âme et de rires, vous êtes ma plus belle richesse.

À mes tantes et oncles, ces âmes bienveillantes qui m'ont entourée d'affection et de conseils précieux.

À mes amies *Imen, Salsoul, Amina, Marwa, Asma, Oumaima, Neram, Majda, Reem, Youssef, Fada* étoiles scintillantes sur mon chemin, merci pour votre soutien, votre joie et votre présence indéfectible.

À ceux qui ont laissé une empreinte douce dans les couloirs de ma vie étudiante...

Je tiens à remercier du fond du cœur Monsieur le Directeur de la résidence universitaire, *Mahfoud Sarrob*, pour sa bienveillance, sa disponibilité, et son respect envers les étudiants.

Merci pour l'écoute, pour les encouragements, et pour avoir su créer un environnement où il fait bon vivre, même loin de chez soi.

Un grand merci également à l'Organisation **ONEL-SKIKDA** Grâce à vous, j'ai vécu des moments inoubliables, appris des leçons de vie, découvert la force de l'engagement, et partagé des instants de rires et de solidarité dans cette belle aventure universitaire.

Et puis...

Merci à toute personne qui, de près ou de loin, m'a tendu la main, m'a offert un sourire, une parole douce, ou une simple dose de motivation dans les moments où je doutais, où mes nuits étaient longues et mes journées pleines de défis.

Merci à ceux qui ont allumé une étincelle dans mon cœur par leur gentillesse, leur humour ou leur sagesse.

Merci à ceux qui ont cru en moi, même quand moi je doutais de moi-même.

Chaque mot réconfortant, chaque regard bienveillant, chaque conseil donné à l'improviste m'a portée jusqu'ici. Ce travail, c'est un peu le vôtre aussi. Il est le fruit d'un rêve personnel, mais construit avec l'énergie collective de toutes ces belles âmes qui ont croisé mon chemin.

*Khaoula Elgheribi*

## Remerciement

---

Avant que ma plume ne trace le moindre mot, mon cœur s'incline avec humilité devant **Allah**, Le Sage, Le Bienveillant, qui, dans Son infinie sagesse, a semé sur mon chemin des âmes généreuses, des esprits brillants et des mains tendues.

À travers ces lignes, je souhaite rendre hommage à chaque enseignant qui a croisé mon chemin depuis les premiers balbutiements de ma scolarité jusqu'aux confins de ce parcours supérieur. Chacun d'eux a déposé, consciemment ou non, une étincelle de savoir dans mon esprit et une empreinte d'humanité dans mon âme.

Ma reconnaissance la plus profonde va à mon encadrant, **Professeur Laidi BABOURI**, un phare dans la tempête, dont l'expertise, la rigueur et l'humanité ont guidé mes pas avec une bienveillance rare. Malgré ses lourdes tâches administratives, il a accepté de présider ce travail et m'a toujours accueilli(e) dans son bureau. Je le remercie sincèrement pour sa foi en mon potentiel, pour ses conseils éclairés et pour cette patience qui élève l'apprentissage au rang d'art.

Nous tenons à remercier chaleureusement les membres du jury pour avoir accepté d'évaluer notre travail de recherche :

- **Madame le Docteur Ghania MIROUZI**, présidente du jury.
- **Madame le Docteur Ouided DEHAS**, examinatrice.

Je tiens à saluer avec gratitude l'ensemble du corps professoral de l'École Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique de Azzaba, et en particulier les enseignants du Département de Technologie, gardiens d'un savoir vivant et inspirant. Mes sincères remerciements au **Chef de département, Professeur Salih RAHMOUNI**, pour sa vision et son soutien précieux, ainsi qu'à tous les enseignants qui m'ont tendu la main ou ouvert une porte, même brièvement, en particulier :

- **Madame le Docteur Ouided DEHAS.**
- **Monsieur le Professeur Hacene BENDJEFFAL.**

Je n'oublierai jamais le soutien technique et humain des responsables du laboratoire de chimie de l'école :

- **Monsieur Mohammed MESSIKH.**
- **Monsieur Fares DJEBIHA.**

Ni l'accueil généreux du laboratoire **K-PLAST (Sétif)**, du **laboratoire de génie civil** du département de génie civil de l'Université 20 Août Skikda, où mes idées ont pris forme, matière et sens.

## Remerciement

---

À **Monsieur le Directeur de l'Incubateur de l'Université de Skikda, Monsieur Ryad BENDIB**, je dis merci pour la confiance placée en moi, pour avoir vu en mon projet une promesse, une étincelle à nourrir.

Je remercie également de tout cœur l'équipe du **CRE d'Annaba, Startud DZ et l'ONEL**, dont le soutien m'a permis de transcender ce mémoire en véritable projet d'entreprise émergente, dans le cadre noble de la loi 1275.

Et puis, il y a ces personnes de l'ombre. Celles qui ont soufflé une idée au bon moment, offert une information, partagé une expérience, ou simplement cru en moi. À tous ces visages, connus ou anonymes, je dis merci. À toute personne qui m'a appris une lettre, une notion, un rêve : vous avez construit, pierre après pierre, le socle de ce que je suis aujourd'hui.

Ce travail n'est pas le fruit d'un seul esprit, mais l'écho de toutes ces voix bienveillantes qui ont résonné sur mon chemin.

## Résumé

---

Ce travail vise à développer et à étudier un matériau composite à base de polyester renforcé par des fibres fines de corne de pin, dans le cadre de la valorisation des ressources naturelles renouvelables et des alternatives écologiques aux matériaux synthétiques. Les échantillons ont été préparés par moulage au contact manuel, avec un taux de fibres variant entre 0 % et 15 % en poids.

L'objectif principal était d'étudier l'influence du taux de fibres de renforcement sur les propriétés mécaniques (dureté, résistance au choc, résistance à la flexion), ainsi que sur les propriétés physiques (densité, absorption d'eau) des matériaux obtenus.

Les résultats ont montré que l'incorporation de fibres de corne de pin dans la matrice de polyester a conduit à une amélioration notable de la résistance à la flexion et à une augmentation de la dureté. En revanche, la densité a diminué progressivement avec l'augmentation du contenu en fibres, ce qui rend le matériau plus léger. En ce qui concerne l'absorption d'eau, les matériaux renforcés ont montré une capacité plus élevée à absorber l'humidité par rapport au polyester pur, indiquant la présence de porosités dues à la nature des fibres végétales. Ces caractéristiques rendent le matériau adapté à des applications spécifiques nécessitant un équilibre entre légèreté et résistance.

**Mots-clés :** Matériau composite, polyester, fibres naturelles, corne de pin, propriétés mécaniques, propriétés physiques, moulage au contact.

## Abstract

---

This work aims to develop and study a composite material based on polyester reinforced with fine pinecone fibers, within the framework of optimizing renewable natural resources and seeking ecological alternatives to synthetic materials. The samples were prepared using the hand lay-up molding technique, with fiber content ranging from 0% to 20% by weight.

The main objective was to study the effect of fiber content on the mechanical properties (hardness, impact resistance, flexural strength) and physical properties (density, water absorption) of the resulting materials.

The results showed that incorporating pinecone fibers into the polyester matrix significantly improved the flexural strength and increased the hardness. On the other hand, the density gradually decreased with increasing fiber content, making the material lighter. As for water absorption, the reinforced materials exhibited a higher moisture uptake compared to pure polyester, indicating the presence of porosity caused by the natural fiber structure. These characteristics make the material suitable for specific applications requiring a balance between lightness and strength.

**Keywords:** Composite material, polyester, natural fibers, pinecone, mechanical properties, physical properties, hand lay-up.

يهدف هذا العمل إلى تطوير ودراسة مادة مركبة مكونة من بوليستر مقوى بألياف قرون الصنوبر الدقيقة، وذلك في إطار الاستغلال الأمثل للموارد الطبيعية المتجددة والبدائل البيئية للمواد الاصطناعية. تم تحضير العينات باستخدام تقنية صب التلامس اليدوي، بنسبة ألياف تتراوح بين 0% و20% وزناً.

كان الهدف الأساسي هو دراسة تأثير نسبة الألياف المدعمة على الخواص الميكانيكية (الصلادة، مقاومة الصدمة، مقاومة الانحناء)، وكذلك الخواص الفيزيائية (الكثافة، الامتصاص المائي) للمواد الناتجة.

أظهرت النتائج أن دمج ألياف قرن الصنوبر مع راتنج البوليستر أدى إلى تحسن ملحوظ في مقاومة الانحناء وزيادة في الصلادة، في حين انخفضت الكثافة تدريجياً مع زيادة محتوى الألياف، مما يجعل المادة أكثر خفة. أما بالنسبة لمقاومة الماء، فقد سجلت المواد المدعمة قابلية أعلى لامتصاص الرطوبة مقارنة بالراتنج الخالص، وهو ما يدل على وجود مسامية ناتجة عن تركيب الألياف الطبيعية. هذه الخصائص تجعل المادة مناسبة لاستعمالات محددة تتطلب توازناً بين الخفة والمتانة.

**الكلمات المفتاحية:** مادة مركبة، بوليستر، ألياف طبيعية، قرن الصنوبر، الخصائص الميكانيكية، الخصائص الفيزيائية، صب التلامس.

# Tables des matières

Désignation	Page
Dédicace .....	A
Remerciements .....	B
Résumé .....	D
Liste des figures .....	F
Liste des tableaux.....	H
Liste des symboles et abréviations .....	I
Introduction générale .....	1

## Chapitre 1 : Revue Bibliographique

### I. Matériaux composites

1.Introduction.....	2
2. Définition.....	2
3. Caractéristiques.....	3
4. Constituants.....	3
4.1. La matrice.....	3
4.1.1. Les matrices organiques.....	4
4.1.1.1. Les thermoplastiques.....	4
4.1.1.2. Les thermodurcissables.....	5
4.1.2. Les matrices minérales.....	7
4.1.2.1. Les matrices métalliques.....	7
4.1.2.2. Les matrices céramiques.....	7
4.2. Le renfort.....	9
4.2.1. Classification.....	10
4.2.1.1. Organique.....	10
4.2.1.2. Minéraux .....	10
4.2.1.2.1. Céramique.....	10
4.2.1.2.2. Métallique.....	10
4.2.2. Architecture des renforts.....	10
4.2.2.1 Discontinue.....	10
4.2.2.2. Continue.....	11
4.2.2.2.1 Forme linéique.....	11
4.2.2.2.2. Forme surfacique.....	11
4.2.2.2.2.1. Mats.....	12
4.2.2.2.2.2. Tissue et rubans....	12

## Tables des matières

---

4.2.2.2.2.1. Renforts bidirectionnels.....	13
4.2.2.2.2.2. Renfort multidirectionnels.....	14
4.2.3. Enimage .....	15
4.2.4. Interface renfort-matrice.....	16
5. Classification.....	17
5.1. Selon le renfort .....	17
5.1.1. Composites à particules.....	17
5.1.2. Composites à fibres.....	17
5.2. Selon la matrice.....	18
5.2.1. Composites à matrice métallique.....	18
5.2.2. Composites à matrice céramique.....	18
5.2.3. Composites à matrice organique.....	19
6. Architecture.....	19
6.1. Monocouche.....	19
6.2. Stratifiée.....	20
6.3. Sandwich.....	20
7. Procède de fabrication.....	21
7.1. Moulage au contact.....	21
7.2. Moulage par projection simultané.....	22
7.3. Moulage sous vide.....	24
7.4. Moulage par injection basse pression de résine RTM.....	25
7.5. Moulage par injection de compound BMC.....	26
7.6. Moulage par compression de mat pré imprégné SMC.....	26
7.7. Moulage par enroulement filamentaire.....	27
7.8. Moulage par centrifugation.....	28
8. Domaine d'application.....	29
<b>II. Résine Polyester</b>	
1. Définition.....	30
2. Synthèses des résines polyester.....	30
3. Mécanismes de décrosslinking.....	31
4. Propriété physique et mécanique.....	32
5. Avantages et inconvénients.....	32
6. Domaines d'application.....	32
<b>III. Corne de pin</b>	
1. Introduction générale.....	33
2. Origine, source et espèces du pin.....	34
2.1. Origine botanique.....	34
2.2. Espèces principales productrices de cornes.....	35

## Tables des matières

3.	Focus sur le pin d 'Alep. ....	35
3.1.	Important écologique et économique.....	35
3.2.	Caractéristiques spécifiques.....	35
4.	Croissance et développement du corne.....	36
4.1.	Conditions de croissance.....	36
4.2.	Étapes de croissance de cône.....	36
4.3.	Architecture des cônes.....	36
4.4.	Formation du réseau de fibres.....	36
5.	Structure microscopique et parties constituées.....	37
5.1.	Structure micro cellulaire.....	37
5.2.	Parties principales d'une corne.....	37
6.	Composition chimique détaillé de la corn.....	37
6.1.	La cellulose.....	37
6.2.	L'hémicellulose.....	38
6.3.	La lignine.....	39
6.4.	Résines et composé extractibles.....	40
6.5.	Cires, tanins minéraux.....	41
7.	Propriété globale des composants.....	41
8.	Méthode de modification des fibres de corne de pin.....	41
8.1.	Traitement alcalin.....	41
8.2.	Traitement acétique.....	42
8.3.	Traitement enzymatique.....	42
9.	Propriété de la corne de pin modifier.....	43
10.	Avantages et les inconvénients.....	43
11.	Applications.....	44
11.1.	Dans l'industrie des matériaux composites.....	44
11.2.	Agriculture.....	44
11.3.	Construction et habitat.....	44
11.4.	Valorisation énergétique.....	44

## Chapitre 2 : Matériaux et méthodes

1.	Matériaux utilisés.....	48
1.1.	Matrice polymérique : Résine polyester.....	48
1.2.	Renfort : corne de pin.....	49
1.2.1.	Prétraitement.....	49
1)	Sélection des matières premières .....	49
2)	Nettoyage des fibres.....	50
3)	Broyage des fibres.....	51
4)	Procédure de tamisage et séparation des fractions fibreuse.....	52

## Tables des matières

---

1.2.2. Traitement.....	52
1.3. Fabrication des composites .....	53
1.3.1. Calcule de formulation.....	53
1.3.2. Elaboration des composites.....	56
2. Techniques et condition expérimentales.....	57
2.1. Essais mécaniques.....	57
2.1.1. Traction.....	57
2.1.2. Dureté shore.....	59
2.2. Essais physiques .....	61
2.2.1. Densité .....	60
2.2.2. Evaluation de durabilité des composites.....	61

### Chapitre 3 : Résultats et discussions

1. Essais mécaniques.....	64
1.1. Propriétés en traction.....	64
1.2. Dureté shore des bio composites CPP.....	65
2. Essais physiques.....	67
2.1. Densité.....	67
2.2. Evaluation de la durabilité de composites.....	69
Conclusion générale.....	81
Annexes .....	82

## Liste des figures

Désignation	Page
<b>Chapitre 01 : Revue bibliographique</b>	
<b>Figure 1.1</b> : Composition d'un matériau composite.....	2
<b>Figure 1.2</b> : Classification des différents types de la matrice.....	4
<b>Figure 1.3</b> : Classification de différents types de renfort.....	9
<b>Figure 1.4</b> : Armature unidirectionnelle.....	12
<b>Figure 1.5</b> : Les tissus et rubans.....	13
<b>Figure 1.6</b> : (a) Forme Toile ou taffetas, (b) Forme tissage sergé, (c) Forme tissage satin.....	14
<b>Figure 1.7</b> : Exemple de renfort multidirectionnel.....	15
<b>Figure 1.8</b> : Désignation d'une âme nid d'abeilles.....	20
<b>Figure 1.9</b> : Moulage au contact.....	22
<b>Figure 1.10</b> : Moulage par projection simultané.....	23
<b>Figure 1.11</b> : Moulage sous vide.....	24
<b>Figure 1.12</b> : Moulage par injection basse pression de résine.....	26
<b>Figure 1.13</b> : Moulage par compression de mat pré imprégné.....	27
<b>Figure 1.14</b> : Moulage par enroulement filamentaire.....	28
<b>Figure 1.15</b> : Moulage par centrifugation.....	29
<b>Figure 1.16</b> : Formule chimique De polyester insaturé.....	30
<b>Figure 1.17</b> : Synthèse de résine polyester.....	31
<b>Figure 1.18</b> : Domaines d'application de la résine polyester.....	33
<b>Figure 1.19</b> : photographie de Plant de pin.....	33
<b>Figure 1.20</b> : photographie de feuilles du Pin.....	34
<b>Figure 1.21</b> : photographie de cône de pin.....	34
<b>Figure 1.22</b> : Photographie Focus sur le Pin d'Alep.....	35
<b>Figure 1.23</b> : Étapes de croissance des cônes.....	36
<b>Figure 1.24</b> : Molécule de la cellulose (n répétitions du motif cellobiose).....	38
<b>Figure 1.25</b> : Molécule de L'hémicellulose.....	39
<b>Figure 1.26</b> : Structure typique de la lignine.....	40

## Liste des figures

### Chapitre 02 : Matériaux, techniques et conditions expérimentales

<b>Figure 2.1</b> : Photographie de la résine et le durcisseur.....	49
<b>Figure 2.2</b> : Photographies de corne de pin.....	50
<b>Figure 2.3</b> : Photographies des étapes de prétraitement.....	51
<b>Figure 2.4</b> : Photographies du résultat de broyage.....	51
<b>Figure 2.5</b> : Photographie de tamiseur, tamis, différent taux de fibre.....	52
<b>Figure 2.6</b> : Photographies des étapes de traitement.....	53
<b>Figure 2.7</b> : Photographie de Moule de silicone.....	54
<b>Figure 2.8</b> : Photographies des composites élaborés en fonction des différents taux de renfort.....	57
<b>Figure 2.9</b> : Photographie de l'échantillon dans la machine de traction.....	58
<b>Figure 2.10</b> : Photographie de l'appareil de dureté.....	60
<b>Figure 2.11</b> : Photographie de la balance de densité.....	61
<b>Figure 2.12</b> : Photographies des échantillons dans différent solutions.....	63

### Chapitre 03 : Résultats et discussion

<b>Figure 3.1</b> : Variations du module de Young des bio-composites résine polyester (RP)/ corne de pin en fonction du taux de fibre.....	64
<b>Figure 3.2</b> : Variations de la dureté Shore des bio-composites résine polyester (RP)/ fibre de corne de pin en fonction du taux de fibre.....	66
<b>Figure 3.3</b> : variations de la densité des bio composites résine polyester PE/fibre de corne de pin en fonction du taux de fibre.....	68
<b>Figure 3.4</b> : le gain de masse des matériaux composites en fonction du taux de renfort de corne de pin après 35 jours d'immersion dans la solution d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ).....	70
<b>Figure 3.5</b> : le gain de masse des matériaux composites en fonction du taux de renfort de corne de pin après 35 jours d'immersion dans l'eau de robinet.....	71

## Liste des figures

---

<b>Figure 3.6 :</b> le gain de masse des matériaux composites en fonction du taux de renfort de corne de pin après 35 jours d'immersion dans la solution de la soude (NaOH).....	73
<b>Figure 3.7 :</b> le gain de masse des matériaux composites en fonction du taux de renfort de corne de pin après 35 jours d'immersion dans l'eau de javel.....	74

## Liste des tableaux

Désignation	Page
<b>Chapitre 01 : Revue bibliographique</b>	
Tableau 1.1: Avantages et inconvénients des thermoplastiques.....	5
Tableau 1.2 : Propriétés de certains thermoplastiques courants.....	5
Tableau 1.3 : Principales propriétés physiques des thermodurcissables.....	6
Tableau 1.4: Avantages et inconvénients des thermodurcissables.....	6
Tableau 1.5: Propriétés physiques et mécaniques de Polyester.....	32
Tableau 1.6 : Avantages et Inconvénients de la résine polyester.....	32
Tableau 1.7 : Espèces principales productrices de cornes.....	35
Tableau 1.8: Étapes de croissance des cônes.....	36
Tableau 1.9: Composition chimique des constituants de la corne de pin.....	37
Tableau 1.10 : Les Propriétés de La cellulose.....	38
Tableau 1.11: Les propriétés de l'hémicellulose.....	39
Tableau 1.12: Les propriétés de la lignine.....	40
Tableau 1.13 : Les Propriétés globales des composants et leur impact sur la corne.....	41
Tableau 1.14: L'effet de traitement alcalin.....	42
Tableau 1.15 : Les Propriétés physiques et mécaniques de la corne de pin modifiée.....	43
Tableau 1.16: Les Propriétés chimique de la corne de pin modifiée.....	43
Tableau 1.17 : Les Avantages et les Inconvénients.....	43
<b>Chapitre 02 : Matériaux, Technique et conditions expérimentales</b>	
Tableau 2.1: Caractéristiques physico-chimiques de la résine polyester.....	48
Tableau 2.2: La masse de la résine.....	54
Tableau 2.3 : Le volume de la résine.....	55
Tableau 2.4 : La masse de catalyseur.....	55
Tableau 2.5: La masse de fibre.....	55
Tableau 2.6: Désignation des composites élaborée.....	56

## Liste des Symboles et Abréviations

Liste des Symboles et Abréviations	
<b>PMMA</b>	Poly (méthacrylate déméthylé).
<b>CMM</b>	Composite à matrice métallique.
<b>CMC</b>	Composite à matrice céramique.
<b>CMO</b>	Composites à matrice organique.
<b>RTM</b>	Moulage par injection basse pression de résine.
<b>BMC</b>	Moulage par injection de compound.
<b>SMC</b>	Moulage par compression de mat pré imprégné.
<b>ASTM</b>	American Society for Testing and Materials.
<b>RP</b>	Résine polyester.
<b>PPC</b>	Composite polyester/corne de pin
<b>ISO</b>	International Organisation for Standardisation.
<b>V</b>	Volume de résine en millimètres cubes (mm <sup>3</sup> ).
<b>L</b>	Longueur du moule en millimètres (mm).
<b>L</b>	Largeur du moule en millimètres (mm).
<b>E</b>	Épaisseur du composite en millimètres (mm).
<b><math>\rho</math></b>	Densité (la masse volumique) (g/cm <sup>3</sup> ).
<b>m</b>	Masse de résine en (g).
<b>A</b>	Énergie de rupture ou résilience en (N).
<b>An</b>	Énergie cinétique absorbée (joules).
<b>E</b>	Module d'Young (module d'élasticité) (MPa).
<b>G</b>	Module de cisaillement (MPa).
<b><math>\Sigma</math></b>	Contrainte (résistance à la traction) (en MPa).
<b>E</b>	Déformation (%).
<b>N</b>	Coefficient de Poisson.
<b><math>\alpha</math></b>	Coefficient de dilatation thermique (°C <sup>-1</sup> ).
<b><math>\lambda</math></b>	Conductivité thermique (W/m.K).
<b>Fmax</b>	Force maximale appliquée avant rupture (N).
<b>Tmax</b>	Plage de température de distorsion thermique (°C).
<b>h</b>	Teneur en eau (%).
<b><math>\rho_r</math></b>	Densité réelle (g/cm <sup>3</sup> ).
<b><math>\rho_{app}</math></b>	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> ).
<b>E</b>	Porosité interne.
<b>Ee</b>	Porosité externe.
<b>S<sub>0</sub></b>	Section initiale de l'éprouvette (mm <sup>2</sup> ).
<b><math>\epsilon_r</math></b>	Déformation à la rupture (%)
<b><math>\Delta L</math></b>	Allongement final de l'éprouvette (mm).

## Liste des Symboles et Abréviations

<b>d</b>	Densité du matériau ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ).
<b>Wa</b>	Masse de l'échantillon dans l'air (g).
<b>Wb</b>	Masse de l'échantillon immergé dans le liquide (g).
<b><math>\rho_l</math></b>	Masse volumique du liquide d'immersion ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) (1 $\text{g}/\text{cm}^3$ pour l'eau distillée).
<b>Tg</b>	Température de transition vitreuse.
<b>G</b>	Gain de poids (%)
<b>mi</b>	Masse initiale de l'échantillon
<b>Mt</b>	Masse de l'échantillon après immersion pendant la durée t.

# *Introduction générale*

# Introduction Générale

---

Les matériaux composites à matrice polymérique renforcés par des fibres naturelles suscitent un intérêt croissant en raison de leurs nombreux avantages, tant sur le plan environnemental qu'économique. Face aux enjeux de durabilité et à la recherche de solutions plus respectueuses de l'environnement, l'utilisation de ressources renouvelables dans le développement de nouveaux matériaux est devenue une priorité.

Dans ce contexte, notre travail s'inscrit dans la démarche de valorisation des déchets naturels en explorant le potentiel des fibres issues de la corne de pin.

Ce projet de recherche vise à **l'élaboration et à la caractérisation de composites à matrice polymérique renforcés par ces fibres de corne de pin**, dans le but d'évaluer leurs propriétés mécaniques, thermiques et morphologiques. Nous espérons ainsi contribuer au développement de matériaux innovants, offrant une alternative durable aux composites conventionnels, tout en valorisant une ressource locale et abondante.

Ce mémoire est structuré en trois chapitres principaux, précédés d'une introduction générale et suivis d'une conclusion générale :

## **Chapitre 1 : Revue Bibliographique**

Ce chapitre dressera un panorama des connaissances existantes sur les matériaux composites à matrice polymérique, en mettant l'accent sur les renforts par fibres naturelles. Il abordera également les différentes techniques d'élaboration et de caractérisation de ces matériaux, ainsi que les applications potentielles des bio composites.

## **Chapitre 2 : Matériaux, méthodes et conditions expérimentales**

Ce chapitre détaillera les matériaux utilisés (matrice polymérique, fibres de corne de pin), les méthodes d'extraction et de traitement des fibres, ainsi que les protocoles expérimentaux mis en œuvre pour l'élaboration des composites. Il précisera également les conditions opératoires et les équipements utilisés pour la caractérisation des échantillons.

## **Chapitre 3 : Résultats et discussions**

Ce chapitre présentera l'ensemble des résultats obtenus lors des caractérisations mécaniques, thermiques et morphologiques des composites élaborés. Une discussion approfondie des résultats sera menée, permettant d'analyser l'influence des fibres de corne de pin sur les propriétés des composites et de comparer nos observations avec les données de la littérature.

## **Conclusion générale**

En conclusion, ce travail aura permis d'explorer le potentiel des fibres de corne de pin comme renforts pour des composites à matrice polymérique. Les résultats obtenus contribueront à une meilleure compréhension des propriétés de ces nouveaux matériaux et ouvriront des perspectives pour leur valorisation dans diverses applications industrielles.

**Chapitre 01 :**

*Revue*

*Bibliographique*

Ce chapitre présente la synthèse des recherches bibliographiques réalisées dans le cadre de ce mémoire.

## I. Matériaux composites :

### 1. Introduction :

L'évolution historique des matériaux composites s'étend de l'antiquité à nos jours, commençant par l'utilisation de matériaux naturels tels que le bois, et puis se développant vers les fibres de verre et de carbone, et enfin vers les matériaux composites avancés et durables [1]. Devant les enjeux environnementaux et économiques croissants, les ressources naturelles renouvelables gagnent en importance, et tant qu'alternative durable aux matériaux classiques. Le renforcement naturel par des bio fibres a été choisi pour ces propriétés unique afin d'améliorer l'efficacité de la production et de réduire les coûts. L'avancement technologique dans les matériaux composites permet l'émergence de nouvelles idées innovantes et découvre les mystères de la nature [2].

### 2. Définition :

Les composites, ou matériaux composites sont des matériaux obtenus en combinant deux ou plusieurs matériaux non miscibles de natures différentes, pour créer une nouvelle substance dont les performances sont supérieures à celles des composants pris séparément [4].

En générale un matériau composite (MC) est constitué d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue. La phase discontinue appelée renfort, est habituellement plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures à celles de la phase continue. La phase continue appelée la matrice qui assure la cohésion de la structure et le transfert de charges entre les renforts [5,6].

#### Exemples de matériaux composites courants :

- **Composites en fibre de verre** : fibres de verre dans une matrice polymère.
- **Composites en fibre de Carbone** : fibres de carbone dans une matrice de résine époxy.

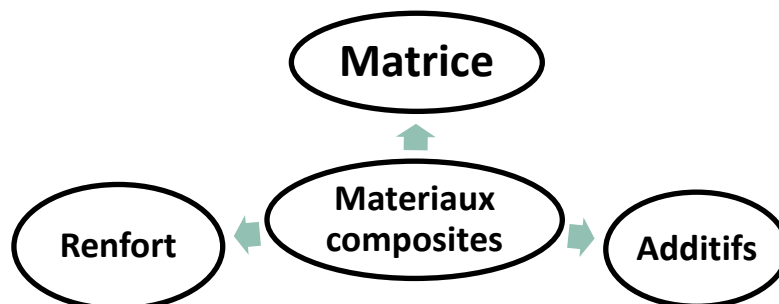


Figure 1.1 : composition d'un matériaux composites.

### 3. Caractéristiques :

Les propriétés des matériaux composites dépendent de plusieurs facteurs, notamment :

- La nature et la quantité des matériaux constitutifs.
- La géométrie ainsi que la répartition du renfort.
- Les interactions et l'interface entre la matrice et le renfort.

Les principales caractéristiques des matériaux composites sont les suivantes :

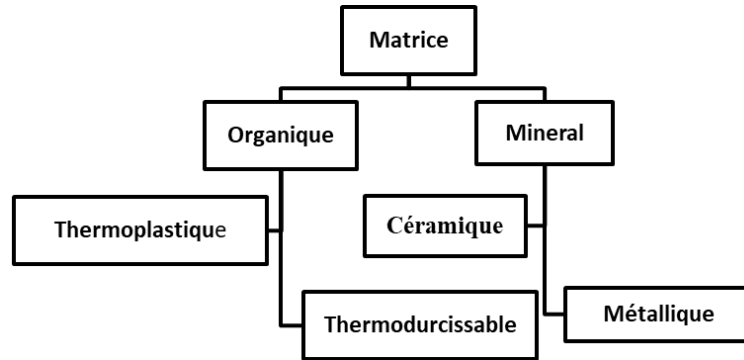
- Légèreté (réduction significative de la masse).
- Bonne résistance à la fatigue.
- Excellente tenue aux chocs et aux impacts.
- Grande liberté de conception et de forme.
- Bonne durabilité face au vieillissement, à l'humidité, à la chaleur et à la corrosion.
- Sensibilité variable aux produits chimiques, en fonction de la nature des composants.
- Propriétés d'isolation électrique, selon le type de composite utilisé.
- **Anisotropie**, dont les propriétés mécaniques varient en fonction de la direction des efforts appliqués [4].

### 4. Constituants :

#### 4.1. Matrice :

La matrice est la phase continue d'un MC, est essentiellement pour rôle de lier les renforts (fibres, particules, .....), de les protéger contre les agressions extérieures, la corrosion, l'usure et de donner la forme finale du matériau. [7]

La matrice est généralement homogène et isotrope [8]. Il existe plusieurs types de matrices qui peuvent être classées en matrices organiques (Thermoplastique, Thermodurcissable) et matrices minérales (Métallique, Céramique). Dans le cas où nous le classifions par la nature on trouve les matrices polymères (Les matrices thermodurcissables, les matrices thermoplastiques ...) et des matrices naturelles composées de polymères d'origine naturelle, sont minérales (chaux, argile, enduit), animales (graisse, os) ou végétales (chimie des sucres ou biochimie) [9]. La classification des types de matrices est présentée sur **la figure 1.2**.



**Figure1.2 :** Classification les différents types de la matrice.

### 4.1.1. Les matrices organiques :

Dans les composites à matrice organique, la matrice souvent appelée résine est un polymère issu d'hydrocarbures saturés.

On distingue deux grandes familles, Les thermoplastiques et les thermodurcissables, Chaque type possède des propriétés mécaniques et comportementales spécifiques.

Le recours à une matrice organique dans les matériaux composites s'explique par les avantages qu'elle offre au produit final :

- Lègèreté : Grâce à leur faible densité, ces matrices permettent d'obtenir des matériaux très légers, un atout majeur notamment dans les secteurs du transport, de l'aéronautique et du bâtiment.
- Bonne résistance mécanique : Malgré leur légèreté, ces composites peuvent atteindre des niveaux de résistance comparables, voire supérieurs, à certains métaux.
- Isolation électrique et thermique : Ces matrices présentent une faible conductivité, ce qui les rend idéales pour des utilisations nécessitant une isolation contre la chaleur ou l'électricité.
- Résistance à la corrosion : Les matrices organiques possèdent une nature inerte qui leur confère une excellente résistance à la corrosion. Cette propriété est particulièrement utile dans les environnements agressifs ou exposés à l'humidité

Le choix entre une matrice thermoplastique et une thermodurcissable se fait en fonction des besoins spécifiques de l'application ainsi que des propriétés souhaitées pour le matériau composite final.

#### 4.1.1.1. Les thermoplastiques :

Les thermoplastiques sont des polymères formés de longues chaînes linéaires ou ramifiées, issues de réactions de polyaddition.

Ces chaînes peuvent être semi-cristallines ou amorphes. A température ambiante, les thermoplastiques sont généralement rigides et solides.

## Chapitre 1 : Revue bibliographique

Lorsqu'ils sont chauffés au-delà de leur température de transition vitreuse ( $T_g$ ), ils deviennent malléables et peuvent être façonnés selon la forme désirée. En refroidissant, ils retrouvent leur rigidité.

Ce qui distingue les thermoplastiques, c'est que leur structure chimique ne se modifie pas pendant ce cycle thermique. Ainsi, le chauffage et le refroidissement peuvent être répétés plusieurs fois, ce qui rend leur usage réversible et leur recyclage plus facile.

**Tableau1.1 : Avantages et inconvénients des thermoplastiques [4-5]**

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Recyclable.</li> <li>✓ Légers.</li> <li>✓ Peu couteux.</li> <li>✓ Facile à manipuler.</li> <li>✓ Bonne résistance à l'impact.</li> <li>✓ Moins polluantes.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>✓ Point de fusion bas.</li> <li>✓ Mauvaise résistance aux solvant organique et polaire.</li> <li>✓ Faible résistance mécanique et chimique.</li> </ul>

**Tableau1.2 : Propriétés de certains thermoplastiques courants [2].**

Polymère	$T_g(^{\circ}C)$	$T_f(^{\circ}C)$	Température de thermoformage	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Module d'élasticité (GPa)	Coefficient de dilatation thermique (10 <sup>-6</sup> /°C)
PP	-5	165	150-195	0,92	30	1,2
HDPE	-100	134	130-205	0,95	28	1,1
PVC	75-105	160-220	100-180	1.39	58	2,9
PS	90-100	240	130-155	1,05	55	3,2
PET	70	255-265	120-170	1,30	47	2,6
ABS	90-120	230	130-200	1,05	50	2,5
PMMA	100	270	150-190	1,18	72-80	3,3

### 4.1.1.2. Les thermodurcissables :

Les thermodurcissables, ou polymères réticulés, sont des macromolécules rigides à structure tridimensionnelle, obtenues par une réaction chimique irréversible appelée réticulation. Contrairement aux thermoplastiques, qui peuvent être fondus puis remodelés, les thermodurcissables subissent un durcissement définitif qui les rend infusibles et insolubles. Cette structure réticulée dense leur confère d'excellentes propriétés mécaniques et thermiques, supérieures à celles des thermoplastiques.

Deux voies principales permettent d'obtenir ces matériaux :

## Chapitre 1 : Revue bibliographique

- **La polycondensation ou polymérisation** : au cours de laquelle des monomères réagissent entre eux pour former de longues chaînes polymères. Celles-ci s'entrelacent et se lient pour constituer un réseau tridimensionnel.
- **La réticulation de macromolécules linéaires** : déjà formés sont reliés par des agents réticulant, générant des liaisons permanentes entre les chaînes.

La réticulation, initiée par la chaleur, un catalyseur ou les deux, transforme les matières premières liquides ou en poudre en un matériau rigide et solide. C'est cette transformation irréversible qui distingue fondamentalement les thermodurcissables des thermoplastiques [6].

**Tableau 1.3** : Principales propriétés physiques des thermodurcissables.

Résine	Densité (kg/m <sup>3</sup> )	Module d'élasticité (MPa)	Module de cisaillement (MPa)	Coefficient de Poisson (ν)	Temp. de déviation thermique (°C)	Cond. Therm. (W/m°C)	Temp. de service (°C)
Epoxyde	1200	4500	1600	0,4	130	0,2	90 – 200
Phénolique	1300	3000	1100	0,4	70	0,3	120 – 200
Polyester	1200	4000	1400	0,4	80	0,2	60 – 200
Polycarbonate	1200	2400	-	0,35	60	-	120
Vinyle ester	1150	3300	-	-	75	-	> 100
Silicone	1100	2200	-	0,5	35	-	100 – 350
Uréthane	1100	700 - 7000	-	-	30	-	100

**Tableau 1.4** : Avantages et inconvénients des thermodurcissables.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Résistance chimique, thermique et mécanique élevée.</li> <li>• Bonne adhésion aux renforts.</li> <li>• Légèreté.</li> <li>• Bonne résistance aux solvants et à l'humidité.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Coût plus élevé.</li> <li>• Non recyclables.</li> </ul>

### 4.1.2. Les matrices minérales :

Les matrices minérales sont des matériaux composés essentiellement d'éléments inorganiques tels que : le carbure de silicium (SiC), le carbone ou encore certaines céramiques. Leur principal atout réside dans leur excellente résistance aux températures extrêmes, pouvant dépasser les 1000 °C. Cette caractéristique les rend particulièrement adaptées aux environnements thermiquement contraignants, comme ceux des moteurs, des fours industriels ou encore des systèmes de freinage [7].

#### 4.1.2.1. Les matrices métalliques :

Les matrices métalliques sont constituées soit de métaux purs, tels que le magnésium ou le titane, soit d'alliages métalliques combinant un métal principal avec d'autres éléments pour en optimiser les propriétés. Parmi les alliages les plus utilisés, on retrouve ceux à base d'aluminium ainsi que l'acier [2].

Ces matrices offrent plusieurs avantages notables :

- **Excellente conductivité thermique et électrique** : Les métaux transmettent efficacement la chaleur et l'électricité, ce qui est essentiel dans des domaines comme l'électronique ou la gestion thermique.
- **Bonne résistance à l'usure, au feu et au vieillissement** : Les alliages métalliques offrent une meilleure durabilité face à la chaleur, aux flammes et aux frottements, ce qui prolonge leur durée de vie.
- **Grande rigidité et solidité mécanique** : Grâce à leur robustesse, ces matrices sont idéales pour les structures soumises à des contraintes mécaniques élevées.

Cependant, leur principal inconvénient est leur densité élevée, ce qui limite leur utilisation dans des applications où la légèreté est un critère essentiel [2, 7].

- **Domaines d'application** : Grâce à leurs propriétés physiques et mécaniques, les matrices métalliques sont largement utilisées dans plusieurs secteurs :
- **Aéronautique et aérospatiale** : Les alliages d'aluminium et de titane y sont privilégiés pour leur combinaison de légèreté et de résistance.
- **Industrie automobile** : De nombreuses pièces, allant des carrosseries aux composants moteurs, sont fabriquées à partir de matrices métalliques.

#### 4.1.2.2. Les matrices céramiques :

Les matrices céramiques sont des matériaux inorganiques à la fois rigides et fragiles, composés de substances cristallines dont la structure et la composition varient. Elles sont généralement constituées d'un ou de plusieurs métaux combinés avec un élément non métallique, l'oxygène étant le plus fréquent. Parmi les exemples les plus répandus, on peut citer l'alumine ( $Al_2O_3$ ), la silice ( $SiO_2$ ) et la magnésie ( $MgO$ ) [8].

Ces matrices se distinguent par un ensemble de propriétés remarquables qui les rendent particulièrement adaptées aux environnements extrêmes et aux applications nécessitant une haute résistance thermique et chimique.

## Chapitre 1 : Revue bibliographique

---

Ces matrices sont particulièrement adaptées à des usages spécifiques :

- ✓ **Excellente résistance chimique** : elles sont peu sensibles à la corrosion et résistent à de nombreux agents chimiques, ce qui les rend efficaces dans des environnements agressifs.
- ✓ **Point de fusion élevé et faible conductivité thermique** : leur capacité à supporter des températures extrêmes sans fondre, associée à une faible conductivité thermique, les rend idéales pour les applications à haute température et nécessitant une bonne isolation thermique.
- ✓ **Bonne résistance à la compression** : elles peuvent supporter des charges élevées.
- ✓ **Bonne résistance à la compression** : elles peuvent supporter des charges élevées sans se déformer, ce qui en fait des matériaux performants pour des applications sous contraintes mécaniques.
- ✓ **Grande rigidité et stabilité thermique** : leur rigidité combinée à une excellente tenue aux hautes températures les rend adaptées aux structures soumises à des conditions sévères.

Souvent, les matrices céramiques sont élaborées sous forme de structures multicouches. Cette architecture favorise la formation d'interfaces et de déviations de fissures, ce qui améliore leur ténacité et leur résistance à la rupture, les rendant plus durables face aux chocs [2]. Grâce à ces caractéristiques, les matrices céramiques sont largement utilisées dans des secteurs variés, notamment :

- ✓ **Aéronautique et aérospatiale** : elles entrent dans la fabrication de pièces de moteurs d'avions, de boucliers thermiques ou encore d'éléments structurels, grâce à leur robustesse face à la chaleur et à l'usure.
- ✓ **Industrie automobile** : Les matrices céramiques sont largement utilisées dans cette industrie, notamment dans les systèmes de freinage, les pots catalytiques et certains composants du moteur. Leur popularité s'explique par leur excellente résistance à la chaleur, à l'usure et à la corrosion.
- ✓ **Industrie électronique** : Dans ce domaine, les matrices céramiques interviennent dans la fabrication de circuits imprimés, de substrats pour circuits intégrés ainsi que de boîtiers pour composants électroniques, grâce à leurs propriétés isolantes et leur résistance thermique.
- ✓ **Industrie médicale** : Les matrices céramiques trouvent également leur place dans les dispositifs médicaux, tels que les implants osseux, les prothèses articulaires et les instruments chirurgicaux, en raison de leur biocompatibilité, leur solidité et leur durabilité.

### 4.2. Le renfort :

Le renfort constitue un élément essentiel dans la conception des matériaux composites. Il en forme la structure de base, assurant la robustesse et les propriétés mécaniques élevées du matériau final.

Ce dernier peut être d'origine naturelle ou synthétique, et il est choisi en fonction des caractéristiques spécifiques recherchées dans le composite, comme la résistance à la traction, à la rupture, ou encore la dureté.

Par ailleurs, certains renforts permettent aussi d'améliorer des propriétés physiques supplémentaires telles que la résistance au feu, aux hautes températures, ainsi que certaines propriétés électriques ou chimiques [9].

Pour être performant dans un matériau composite, le renfort doit répondre à plusieurs critères essentiels :

- ✓ **Excellentes propriétés mécaniques** : Il doit offrir une grande résistance à la traction, à la compression et au cisaillement, afin de renforcer le matériau et lui permettre de supporter des charges importantes.
- ✓ **Faible masse volumique** : Un poids réduit est primordial, surtout dans les domaines où la légèreté est cruciale (aéronautique, transport, etc.).
- ✓ **Bonne compatibilité avec la matrice** : L'adhérence entre le renfort et la matrice doit être optimale pour assurer un bon transfert des contraintes et une cohésion globale du composite.
- ✓ **Facilité de mise en œuvre** : Le renfort doit être simple à manipuler et à intégrer au cours du processus de fabrication.
- ✓ **Coût raisonnable** : Un prix accessible est un facteur déterminant pour garantir la viabilité économique du composite [10].

Le choix du type de renfort dépendra donc des besoins spécifiques de l'application visée et des propriétés souhaitées du matériau final. Une classification des différents types de renforts est présentée à la **figure 1.3**.

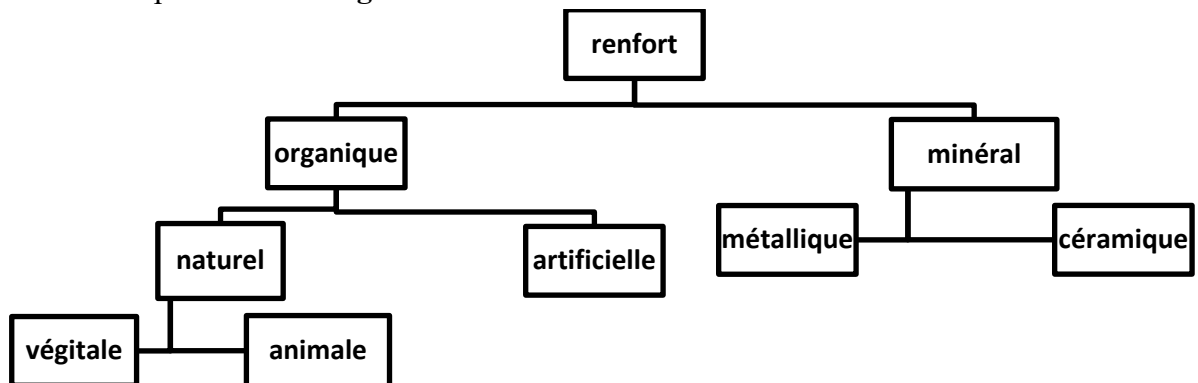


Figure 1.3 : classification de différents types de renfort.

### 4.2.1. Classification :

Les renforts jouent un rôle fondamental dans les matériaux composites en leur apportant une structure cohérente et en améliorant leurs propriétés mécaniques. Selon leur nature chimique et leur origine, ils peuvent être classés en plusieurs catégories. Cette section propose une classification claire des types de renforts les plus couramment employés dans les matériaux composites, en les répartissant principalement selon leur origine :

#### 4.2.1.1. Renforts organiques :

Les renforts d'origine organique sont prisés pour leur légèreté, leur coût réduit et leur grande flexibilité de mise en œuvre. Parmi les exemples notables :

- ✓ **Fibres d'aramide (Kevlar)** : reconnues pour leur excellente résistance aux chocs et leur grande capacité d'absorption d'énergie, elles sont idéales pour les équipements de protection.
- ✓ **Fibres naturelles** : comme le lin, le chanvre ou le bambou, ces fibres sont renouvelables, biodégradables et de plus en plus valorisées pour leur faible impact environnemental.

#### 4.2.1.2. Renforts minéraux :

Les renforts minéraux se caractérisent par leur résistance mécanique élevée, leur stabilité thermique et leur faible déformation dimensionnelle. On y retrouve notamment :

##### 4.2.1.2.1. Renforts céramiques :

**Fibres de verre** : Ce sont des renforts à la fois économiques et polyvalents, offrant une bonne résistance à la corrosion ainsi qu'aux agents chimiques.

**Fibres de carbone** : Ces fibres sont réputées pour leur légèreté et leur excellente résistance, ce qui les rend idéales pour des applications à haute performance.

##### 4.2.1.2.2. Renforts métalliques :

- **Acier** : Alliage de fer et de carbone, connu pour sa solidité et sa durabilité.
- **Aluminium** : Métal léger, présentant une bonne résistance à la corrosion. Il est privilégié lorsque la réduction du poids est un critère essentiel.
- **Titane** : Très résistant à la corrosion et léger, ce métal est utilisé dans des domaines où la biocompatibilité et la robustesse sont primordiales.

### 4.2.2. Architecture des renforts :

#### 4.2.2.1. Discontinue :

Ces renforts sont composés de fibres courtes ou de particules (microbilles, fibres broyées, écailles, poudre) dispersées dans une matrice polymère. Ils permettent d'améliorer des propriétés spécifiques du matériau, telles que la résistance à l'usure, les performances thermiques et la légèreté.

La matrice demeure l'élément principal du composite, et l'ensemble forme ce que l'on appelle un « polymère renforcé » [11].

### 4.2.2.2. Continue :

Composés de fibres longues, ces renforts sont souvent employés dans les composites à haute performance. Ils confèrent au matériau une résistance à la rupture et un module d'élasticité nettement s

upérieurs à ceux de la matière massive équivalente.

Dans le cas des fibres de verre, on peut augmenter la longueur d'un facteur 10 000 ou multiplier la surface par 100 pour un même volume. Ces renforts jouent un rôle fondamental dans la tenue mécanique des composites, leur disposition étant adaptée aux propriétés mécaniques recherchées.

#### 4.2.2.2.1. Forme linéique – Renforts unidirectionnels (UD) :

Les renforts UD sont constitués de fibres longues, fines (de l'ordre de quelques microns de diamètre), qui ne peuvent être utilisées isolément.

Pour des raisons pratiques, elles sont rassemblées sous forme de fils ou de mèches. La classification des différentes formes linéaires n'est pas encore standardisée, et s'inspire généralement de celle des fibres de verre.

##### A. Types de formes linéaires :

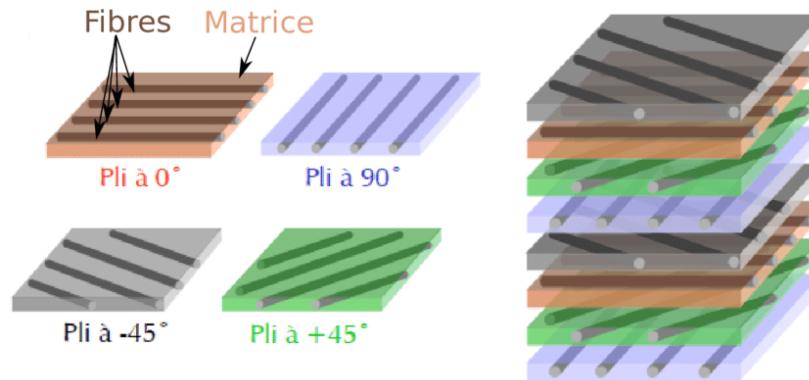
- a. **Fibre continue unitaire** : Également appelée filament ou monofilament, elle désigne la fibre individuelle la plus fine.
- b. **Monofilaments regroupés** : Les monofilaments peuvent être rassemblés sous forme de fils ou de mèches aux configurations variées.
- c. **Fils** : Les fils peuvent être de nature continue ou discontinue. Ils se caractérisent par leur masse linéique, appelée également "titre", qui dépend du diamètre et du nombre de filaments.

##### B. Unités de masse linéique :

- a. **Tex** : Il s'agit de l'unité traditionnelle, correspondant à la masse d'un fil de 100 mètres de longueur.
- b. **Kilogramme par mètre (kg/m)** : Il s'agit de l'unité recommandée par le Système International (SI).

La conversion entre le tex et le kg/m est donnée par la relation suivante [10] :

$$1 \text{ tex} = 10^{-6} \text{ kg/m} \quad (\text{Eq1.1})$$



**Figure 1.4 :** Armature unidirectionnelle.

#### 4.2.2.2.2. Formes surfaciques :

Les fils peuvent également servir à la fabrication de structures surfaciques telles que les mats, les tissus et les rubans. Ces formes sont principalement développées pour les fibres de verre.

##### 4.2.2.2.2.1. Mats :

Les mats sont des nappes constituées de fils, continus ou discontinus, répartis aléatoirement dans un plan, sans orientation particulière.

Ils sont assemblés à l'aide d'un liant (soluble ou non dans la résine, selon le procédé de fabrication).

L'absence d'orientation privilégiée des fibres confère au mat des propriétés mécaniques isotropes dans son plan.

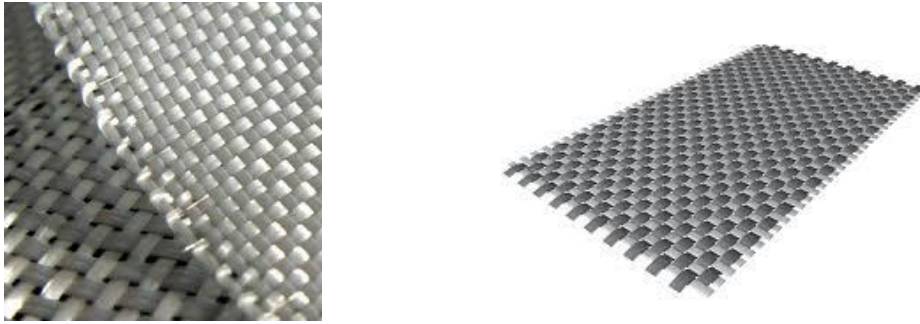
La principale distinction entre les mats de fils coupés et ceux de fils continus réside dans leur aptitude à la déformation :

- Les mats à fils coupés sont moins déformables.
- Les mats à fils continus permettent des déformations plus importantes, ce qui les rend adaptés au formage de pièces profondes.

Ces derniers sont couramment utilisés dans des procédés de moulage par compression, injection ou sous vide, entre un moule et un contre-moule [10].

##### 4.2.2.2.2.2. Tissus et rubans :

- **Chaîne** : Ensemble de fils parallèles disposés dans un plan selon la direction longitudinale du tissu.
- **Trame** : Ensemble de fils qui s'entrecroisent perpendiculairement avec les fils de chaîne.



**Figure 1.5 :** Illustration des tissus et rubans.

### 4.2.2.2.2.1. Renforts bidirectionnels :

Les renforts bidirectionnels, également appelés tissus, sont des structures souples formées par l'entrelacement régulier de fils tissés ou torsadés. Ces fils sont disposés selon deux directions perpendiculaires : la chaîne (dans le sens de la longueur) et la trame (dans le sens de la largeur). La manière dont ces fils sont agencés, appelée armure, détermine à la fois la structure du tissu et ses propriétés mécaniques.

- A. **Armure toile (ou taffetas) :** C'est l'armure la plus basique. Chaque fil de chaîne passe alternativement au-dessus et au-dessous de chaque fil de trame, et inversement. Le tissu obtenu est plat, rigide et peu extensible. Il présente un embuvage important, c'est-à-dire une grande capacité à absorber la résine.
  
- B. **Sergée :** Dans ce type de tissage, chaque fil de chaîne passe au-dessus de plusieurs fils de trame ( $n$ ), tandis que chaque fil de trame passe au-dessus de plusieurs fils de chaîne ( $m$ ), où  $n$  et  $m$  sont des entiers positifs. Le tissu ainsi formé est souple, dense, et reconnaissable à ses diagonales visibles en surface. Les caractéristiques principales sont :
  - ✓ **Souplesse et densité :** Bon compromis entre flexibilité et solidité, convenant à de nombreuses applications.
  - ✓ **Diagonales apparentes :** Motifs diagonaux caractéristiques créés par le décalage des fils.
  - ✓ **Résistance mécanique :** Dépend des paramètres de l'armure ( $n$  et  $m$ ) ainsi que du type de fibre utilisée.

- C. **Armure satin** : Dans le tissage satin, chaque fil de chaîne passe au-dessus de  $n-1$  fils de trame, et chaque fil de trame passe au-dessus de  $n-1$  fils de chaîne,  $n$  étant un entier strictement supérieur à 1. Ce tissage permet d'obtenir un tissu dont une face est lisse et brillante, tandis que l'autre est mate. Les caractéristiques du satin sont :
- ✓ **Surface satinée** : Aspect lisse et brillant : Le tissage en satin donne une surface lisse et brillante sur une face du tissu, grâce à la présence de longs fils flottants. Cette face est communément appelée « endroit » du tissu.
  - ✓ **Aspect mat** : L'autre face, appelée « envers », présente un aspect mat en raison des fils qui passent sous les flotteurs.
  - ✓ **Souplesse** : Le satin est un tissu souple, ce qui le rend particulièrement adapté à la fabrication de vêtements et d'articles décoratifs.
  - ✓ **Adapté aux formes complexes** : Sa souplesse permet également une bonne adaptation aux pièces aux formes complexes, car il se drape facilement.
  - ✓ **Masse spécifique élevée** : Le satin est en général plus dense et plus lourd que d'autres tissus, en raison de la structure serrée créée par le tissage.

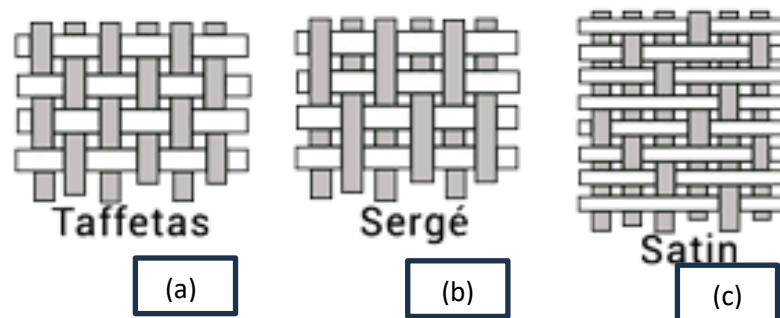


Figure 1.6 : (a)Forme toile ou taffetas, (b) Forme tissage sergé, (c)Forme satin.

#### 4.2.2.2.2.1.1. Renforts multidirectionnels :

Les renforts multidirectionnels, ou composites tridimensionnels (3D), sont constitués de fibres orientées selon plusieurs directions spatiales.

Ils se composent généralement de plusieurs couches de fibres entrelacées ou superposées, consolidées par une matrice de résine, dont les principales caractéristiques sont :

- **Excellente résistance mécanique** : Grâce à l'orientation multiple des fibres, ces renforts peuvent supporter des contraintes venant de toutes les directions, ce qui les rend idéaux pour des applications de haute performance, comme l'aéronautique ou l'astronautique.

## Chapitre 1 : Revue bibliographique

---

- **Légèreté** : Malgré leur robustesse, ces structures conservent une faible masse volumique, un avantage crucial dans des secteurs où le poids est un paramètre essentiel (aviation, automobile).
- **Grande rigidité** : Ils conservent une rigidité importante même sous fortes sollicitations, ce qui les rend parfaitement adaptés aux structures nécessitant une stabilité dimensionnelle, comme les composants de machines ou les pales d'éoliennes.
- **Résistance au délaminage** : Leur structure multicouche limite fortement le risque de délaminage (séparation des couches de fibres), ce qui améliore la durabilité et la fiabilité des pièces fabriquées.

Les renforts multidirectionnels trouvent une large utilisation dans de nombreux domaines grâce à leurs propriétés mécaniques optimisées. Ils sont couramment employés dans les secteurs suivants :

- **Aéronautique et aérospatial** : pour la fabrication de composants d'avions, de fusées, de satellites et d'autres structures destinées à l'espace.
- **Industrie automobile** : dans la conception de pièces structurelles pour véhicules tels que les voitures, camions ou motos.
- **Secteur maritime** : pour la construction de navires, yachts et diverses structures marines.
- **Génie civil** : dans le renforcement d'ouvrages tels que les ponts, bâtiments et autres infrastructures.
- **Sports et loisirs** : dans la production d'équipements sportifs comme les skis, les snowboards ou encore les clubs de golf.

La figure 1.7 illustre un exemple typique de renfort multidirectionnel, dans lequel les fibres sont disposées selon plusieurs orientations, formant ainsi une architecture tridimensionnelle robuste [12].

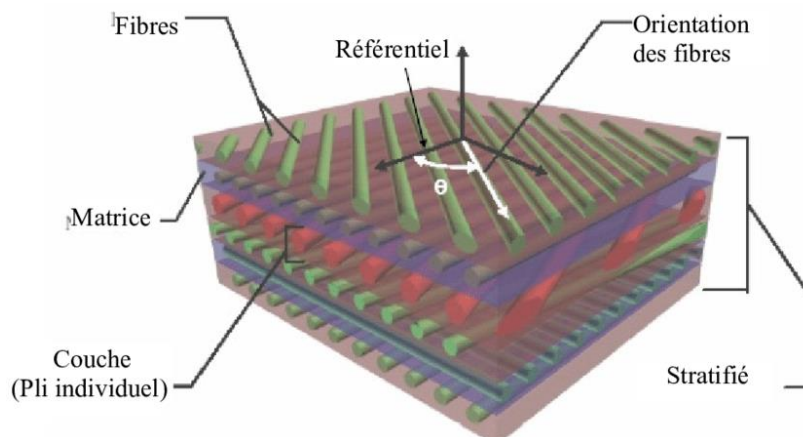


Figure 1.7 : illustre un exemple typique de renfort multidirectionnel.

### 4.2.3. L'ensimage :

L'ensimage est un traitement de surface appliqué aux fibres de renfort (telles que les fibres de verre, de carbone ou naturelles) utilisées dans les matériaux composites.

Il s'agit d'une dispersion aqueuse contenant plusieurs agents chimiques qui jouent des rôles essentiels dans la performance du composite final, en particulier en assurant une interface solide entre le renfort et la matrice (résine).

Rôles principaux de l'ensimage :

- **Compatibilité fibre-matrice** : L'ensimage améliore l'adhésion entre les fibres de renfort et la résine, assurant une liaison chimique efficace et durable.
- **Cohésion inter-filamentaire** : Grâce à l'agent pontant, l'ensimage renforce l'union entre les différents filaments d'un même fil, ce qui augmente la rigidité et améliore la dispersion de la résine.
- **Protection contre l'abrasion** : Ce traitement protège les fibres contre l'usure mécanique générée lors des manipulations et de la mise en œuvre, ce qui préserve leur intégrité.
- **Élimination des charges statiques** : Les agents antistatiques contenus dans l'ensimage réduisent les charges électrostatiques causées par les frottements, évitant ainsi les décharges électriques et facilitant la manipulation.
- **Adhésion chimique** : L'agent collant contenu dans la formulation favorise une liaison forte et stable entre le renfort et la matrice polymère.
- **Amélioration du mouillage** : L'ensimage joue un rôle fondamental dans l'amélioration du mouillage des fibres par la résine durant l'imprégnation. Il favorise une répartition homogène de la matrice au sein du composite, ce qui améliore ses propriétés mécaniques finales.

Les caractéristiques de l'ensimage (composition, propriétés) dépendent du type de résine et du procédé de fabrication utilisés. Il est donc primordial de sélectionner un ensimage adapté afin d'assurer une adhésion optimale entre les fibres de renfort et la matrice, condition essentielle pour atteindre les performances attendues du matériau composite [10].

### 4.2.4. Interface renfort-matrice :

Dans un matériau composite, l'interface renfort-matrice désigne la zone de contact entre les fibres (éléments de renfort) et la résine (matrice). Cette zone joue un rôle déterminant dans les propriétés mécaniques du composite, car elle conditionne le transfert des charges entre les deux composants. Caractéristiques de l'interface sont :

- **Épaisseur** : L'interface est généralement très fine, variant de quelques nanomètres à quelques micromètres. Dans certains cas spécifiques, elle peut être plus épaisse et est alors parfois appelée interphase.

- **Propriétés** : L'interphase peut présenter des propriétés différentes de celles du renfort ou de la matrice. Elle peut posséder des caractéristiques mécaniques, chimiques ou physiques propres, influençant le comportement global du composite [13].
- **Adhésion renfort-matrice** : L'adhésion entre les fibres de renfort et la matrice est essentielle pour un bon transfert des contraintes. Elle résulte de mécanismes complexes mêlant interactions physiques et chimiques au niveau moléculaire :
  - **Liaisons physiques** : Ces liaisons, telles que les forces de Van der Waals ou les liaisons hydrogène, sont relativement faibles, mais peuvent contribuer à l'adhésion.
  - **Liaisons covalentes** : Plus fortes et plus durables, elles se forment parfois entre les atomes du renfort et ceux de la matrice par partage d'électrons.

Les facteurs influençant l'adhésion sont :

- **Mouillabilité** : Capacité de la matrice à s'étaler sur la surface du renfort. Une bonne mouillabilité favorise l'adhésion.
- **Diffusion** : L'infiltration des molécules de la matrice dans le renfort peut renforcer l'interaction.
- **Adsorption** : L'adhésion peut également être renforcée par l'adsorption des molécules de la matrice à la surface du renfort.
- **Réactivité chimique** : La formation de liaisons covalentes dépend de la réactivité chimique des matériaux.
- **Facteurs mécaniques** : La tension superficielle, la rugosité du renfort et les contraintes mécaniques peuvent également jouer un rôle dans l'adhésion [14].

La qualité de l'interface renfort-matrice est un élément clé pour assurer les performances du matériau composite. Une interface bien contrôlée permet d'obtenir une meilleure résistance à la traction et à la compression, ainsi qu'une rigidité et une ténacité accrues.

## 5. Classification

### 5.1. Selon le renfort :

Le renfort joue un rôle crucial dans les propriétés mécaniques et le comportement global d'un matériau composite. Selon la forme du renfort, on distingue trois grandes familles de composites :

#### 5.1.1. Composites à particules :

Ces composites intègrent des particules de petite taille, souvent de forme cubique, sphérique ou irrégulière, réparties de manière homogène dans une matrice. Ce type de renforcement améliore la résistance du matériau en exploitant la contrainte hydrostatique générée par les particules au sein de la matrice. Les composites à particules sont principalement utilisés avec des matrices métalliques ou céramiques, où ils permettent d'accroître la rigidité globale du matériau. Certaines mesures. Les propriétés de la matrice

et des particules influencent mutuellement leur Comportement. A titre d'exemples de renforts particuliers : Oxydes métalliques, carbures, nitrures, argiles, etc... [15].

### 5.1.2. Composite à fibres :

Les composites à fibres se caractérisent par un rapport élevé entre la longueur et le diamètre des fibres utilisées comme renfort. Les fibres peuvent être organiques ou inorganiques. Les fibres Organiques, telles que les fibres de verre et de polyester. Ont généralement une faible densité et une faible élasticité. Les fibres inorganiques, comme

les fibres de carbone, de carbure de silicium et d'alumine, ont un module élevé et peuvent être élastiques. Les fibres augmentent considérablement la résistance à la traction du composite, particulièrement dans la direction d'orientation des fibres.

Les composites à fibres sont largement utilisés dans divers domaines, notamment l'aérospatiale, l'automobile, la construction et les sports. A titre d'exemples de renforts fibreux : Fibre de verre, fibre de carbone, fibre d'aramide, bore, graphite, etc. [15].

### 5.2. Selon la matrice :

Les matériaux composites peuvent également être classés en fonction de la nature de la matrice utilisée. Cette classification permet de mettre en évidence les propriétés et les applications spécifiques de chaque type de composite.

#### 5.2.1. Composite à matrice métallique (CMM) :

- **Potentiel et adoption** : Les composites à matrice métallique (CMM) suscitent un grand intérêt de la part des chercheurs en raison de leurs propriétés prometteuses. Cependant, leur adoption dans des applications concrètes n'est pas encore aussi répandue que celle des composites à matrice polymère.
- **Propriétés** : Les CMM peuvent offrir une combinaison remarquable de résistance élevée, de ténacité accrue et de rigidité notable.
- **Matériaux de matrice** : Des métaux tels que le titane, le magnésium et certains alliages d'aluminium sont couramment utilisés comme matrices dans les CMM en raison de leur rapport résistance/poids favorable.
- **Renforcement** : L'incorporation de renforts, comme des fibres en céramique ou en carbone, peut améliorer encore davantage la rigidité et la résistance des matrices métalliques.
- **Avantages supplémentaires** : Les CMM présentent des avantages supplémentaires tels qu'une conductivité thermique et électrique élevée, ainsi qu'une résistance isotrope élevée (résistance similaire dans toutes les directions) [15].

### 5.2.2. Composite à matrice céramique (CMC) :

Les céramiques sont constituées de composés inorganiques, généralement des oxydes métalliques, liés par des liaisons covalentes et ioniques, la liaison ionique étant prédominante.

**Exemples de céramiques :** L'alumine, la zircone, le carbure de silicium, le nitrure de bore, etc. sont des exemples courants de matériaux céramiques utilisés dans les composites.

- **Résistance à la chaleur :** Les matrices céramiques peuvent supporter des températures extrêmement élevées, dépassant parfois 1500°C. ce qui les rend idéales pour des applications à haute température.
- **Resistance chimique :** Les céramiques sont généralement résistantes aux attaques chimiques, offrant une excellente protection contre la corrosion et la dégradation.
- **Fragilité :** Un inconvénient majeur des céramiques est leur fragilité inhérente. Elles ont tendance à se fracturer sous des charges de traction, limitant leur application dans certaines conditions.
- **Renforcement :** L'utilisation de renforts tels que des fibres de carbone ou de carbure de silicium peut améliorer la ténacité à la rupture et la résistance aux chocs thermiques des CMC [15].

### 5.2.3. Composite à matrice organique (CMO) :

Les matrices organiques dans les CMO sont principalement constituées de polymères, qui peuvent être thermodurcissables ou thermoplastiques.

- **Avantages de la transformation :** Les polymères se présentent généralement sous forme Liquide avant de durcir, ce qui les rend faciles à manipuler et à mouler dans des formes complexes.
- **Propriétés après durcissement :** Une fois durcis, les polymères deviennent rigides et présentent une résistance et une rigidité élevées. De plus, ils peuvent offrir une finition de surface esthétique.
- **Types de polymères :** Les résines époxy et polyester sont des exemples courants de thermodurcissables utilisés dans les CMO. Les thermoplastiques, bien que moins répandus, offrent une certaine flexibilité et une recyclabilité.
- **Comportement à haute température :** Les thermodurcissables ont tendance à se déformer à des températures élevées, limitant leur utilisation dans certains environnements.
- **Rôle des renforts :** Les renforts fibreux, tels que les fibres de verre ou de carbone, sont intégrés dans les matrices organiques pour conférer au composite une résistance élevée à la traction et à la compression [15].

### 6. Architecture des composites :

Les matériaux composites présentent une diversité de structures, chacune offrant des propriétés et des performances spécifiques. Les trois principales architectures de composites sont les Monocouches, les stratifiés et les structures sandwich.

#### 6.1. Les monocouches :

Les monocouches représentent la forme la plus simple de structure composite, constituées d'une seule couche de renfort dispersée dans une matrice. Les monocouches se distinguent par la forme du renfort utilisé :

- **Fibres longues (unidirectionnelles) :** Les fibres sont disposées parallèlement les unes aux autres, offrant une résistance élevée dans la direction d'alignement.
- **Fibres réparties aléatoirement :** Les fibres sont distribuées de manière chaotique dans la matrice, procurant une résistance isotrope (similaire dans toutes les directions).
- **Fibres courtes :** Les fibres courtes sont dispersées dans la matrice, apportant une amélioration de la rigidité et de la ténacité du composite [71].

#### 6.2. Les stratifiés :

Un stratifié est constitué de plusieurs couches de monocouches superposées, chacune ayant une orientation spécifique du renfort. Chaque couche d'un stratifié est appelée strate. La séquence d'empilement définit l'ordre et l'orientation des différentes couches, déterminant les propriétés mécaniques du stratifié.

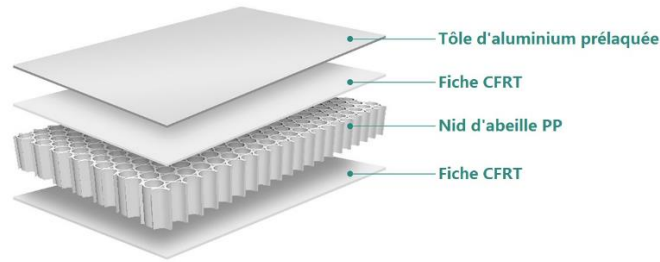
Les stratifiés permettent de créer des matériaux aux propriétés mécaniques anisotropes (varies selon les directions) optimisées pour répondre aux sollicitations spécifiques de la structure [11, 16].

#### 6.3. Les sandwichs :

Les structures sandwich sont conçues pour des applications soumises à des flexions et des torsions importantes. Elles se composent de trois éléments principaux :

- **Ame :** L'âme est la partie centrale du sandwich, généralement constituée d'un Matériau léger et poreux, comme des structures en nid d'abeilles, des âmes ondulées, ou des mousses. Elle assure la résistance au cisaillement et à la compression hors plan.
- **Peaux :** Les peaux sont les deux couches extérieures du sandwich, généralement Constituées de stratifiés composites. Elles supportent les efforts dans leur plan et contribuent à la rigidité globale de la structure. Les peaux et l'âme sont assemblées par collage à l'aide d'une résine compatible avec les matériaux utilisés.

Les structures sandwich offrent une combinaison remarquable de rigidité, de légèreté et de résistance à la flexion et à la torsion, les rendant idéales pour des applications dans l'aéronautique, le transport et la construction.



**Figure1.8 :** Désignation d'une âme nid d'abeille.

### 7) Procède de fabrication :

La fabrication des matériaux composites implique généralement la construction par couches Successives de matrice et de renfort. Ces couches sont ensuite consolidées pour former la pièce finale. Les procédés de fabrication spécifiques varient en fonction de la nature de la matrice et du renfort, ainsi que de la forme et des propriétés souhaitées de la pièce finale [16].

#### 7.1. Moulage au contact :

Le moulage au contact est une technique de fabrication manuelle de pièces en composites à base de résines thermodurcissables. Ce procédé se déroule à température ambiante et sans application de pression. Les renforts sont disposés dans un moule ouvert et imprégnés de résine liquide préalablement accélérée et catalysée. La résine durcit ensuite, donnant forme à la pièce composite.

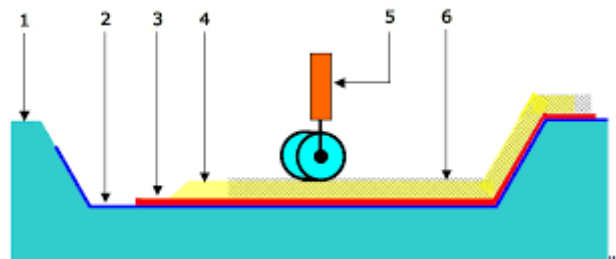
Une fois durcie, la pièce est démoulée et les finitions nécessaires sont appliquées. Le moulage au contact est couramment utilisé pour la fabrication de petites séries de pièces, généralement entre 1 et 1000 pièces par an. Il est particulièrement adapté à la production de pièces de grandes dimensions, complexes ou de formes non standard.

Les avantages de cette technique sont :

- ✓ **Flexibilité de conception :** Le moulage au contact offre une grande liberté de formes, permettant de réaliser des pièces complexes et géométriquement variées.
- ✓ **Absence de limite dimensionnelle :** La taille des pièces réalisables n'est pas limitée par la technique elle-même, permettant la fabrication de pièces de grandes dimensions.
- ✓ **Surface de qualité :** La surface de la pièce peut être lissée et gelotée pour obtenir un aspect esthétique et une meilleure résistance à la corrosion.
- ✓ **Propriétés mécaniques correctes :** Les pièces en composite obtenues par moulage au contact présentent des propriétés mécaniques moyennes à bonnes, suffisantes pour de nombreuses applications.

- ✓ **Investissement initial faible** : Le moulage au contact nécessite un investissement initial relativement faible en outillage, comparé à d'autres techniques de fabrication de composites.
- ✓ **Simplicité du moule** : Le moule utilisé dans le moulage au contact est généralement simple et peu coûteux, et peut être réalisé en interne. Cette technique peut avoir quelques limites.
- ✓ **Finition nécessaire** : La pièce obtenue par moulage au contact nécessite généralement des opérations de finition, telles que le détourage, le perçage et le ponçage, pour obtenir la forme et l'aspect final souhaités.
- ✓ **Variabilité de la qualité** : La qualité de la pièce peut dépendre du savoir-faire de l'opérateur, ce qui peut engendrer une certaine variabilité dans les propriétés et l'aspect des pièces.
- ✓ **Cadence de production modérée** : La cadence de production par moule est relativement faible, limitant la production de grandes séries.
- ✓ **Espace de travail important** : Le moulage au contact nécessite un espace de travail important pour la manipulation des pièces et des moules.
- ✓ **Conditions de travail** : Le moulage au contact peut impliquer l'utilisation de produits chimiques et de résines, nécessitant des mesures de protection adéquates pour les opérateurs.

La figure 1.9 illustre le principe du moulage au contact. On voit un moule ouvert dans lequel des renforts sont disposés, puis imprégnés de résine liquide. la résine durcit ensuite, donnant forme à la pièce composite.



**Figure 1.9** : Moulage au contact : 1-Moule, 2-Gécolat, 3-Résine+Renfort, 4-Résine, 5-Ebulleur, 6-Renfort.

### 7.2. Moulage par projection simultanée :

Le moulage par projection simultanée est une technique de fabrication de pièces en composites à base de résines thermodurcissables. Ce procédé peut être mis en œuvre manuellement ou de manière robotisée. La projection simultanée du renfort et de la résine à température ambiante et sans application de pression permet de créer des pièces de

formes variées. Une machine de projection spécifique est utilisée pour projeter simultanément les éléments constitutifs du composite :

- **Dispositif de coupe** : Des fibres de renfort, généralement sous forme de ring (mèches continues), sont coupées à la longueur souhaitée.
- **Projection du renfort** : Les fibres coupées sont projetées sur la surface du moule.
- **Projection de la résine** : Un ou deux pistolets projettent simultanément la résine thermodurcissable pré-accélérée sur le moule et les fibres [11,16].

La figure 1.9 illustre le principe du moulage par projection simultanée. On y voit une machine de projetant simultanément les fibres de renfort et la résine sur la surface d'un moule des rouleaux permettant de compacter le mélange et des ébulleurs accélèrent le durcissement de la résine.

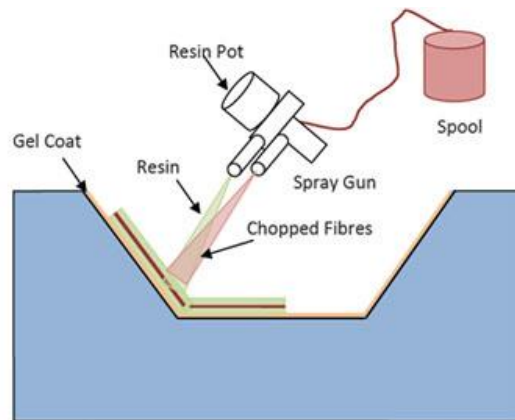


Figure 1.9 : moulage par projection simultanée.

**Le moulage par projection simultanée présente plusieurs avantages :**

- **Grande liberté de formes** : La projection permet de réaliser des pièces de géométries complexes et variées.
- **Simplicité du processus** : La mise en Ouvre est relativement simple et ne requiert pas de compétences particulières.
- **Investissement modéré** : Le coût des machines et des moules est relativement faible par rapport à d'autres techniques de fabrication de composites.
- **Flexibilité de production** : Le procédé peut être adapté à la production de pièces uniques ou de petites séries.

Malgré ses avantages, le moulage par projection simultanée présente certaines limites :

- ✓ **Propriétés mécaniques moyennes** : Les pièces obtenues par cette technique présentent généralement des propriétés mécaniques moyennes, inférieures à celles des composites obtenus par d'autres techniques.

- ✓ **Limites de finition** : La surface des pièces peut présenter des imperfections nécessitant des opérations de finition ultérieures.
- ✓ **Cadence de production** : La cadence de production est modérée, limitant la fabrication de grandes séries.
- ✓ **Risques liés à la projection** : La projection de fibres et de résine peut présenter des risques pour la santé des opérateurs, nécessitant des mesures de protection adéquates [11].

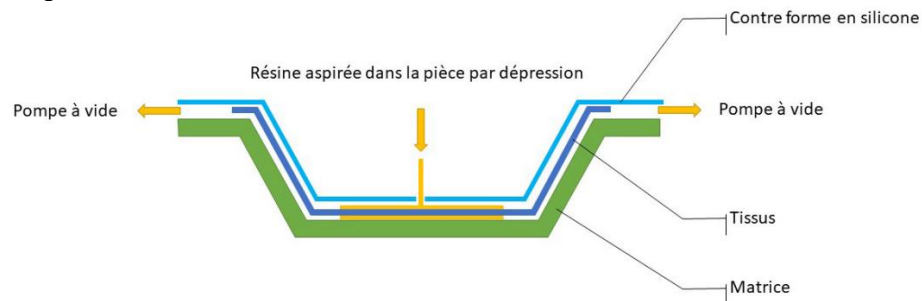
### 7.3. Moulage sous vide :

Le moulage sous vide est une technique de fabrication de pièces en composites. Ce procédé se déroule dans un moule fermé, généralement constitué d'un moule et d'un contre-moule, semi-rigide sous souples selon les caractéristiques des pièces à réaliser . Le déroulement du processus est :

- 1) **Mise en place du renfort** : Le renfort, sous forme de fibres ou de tissus, est disposé dans le moule.
- 2) **Versement de la résine** : La résine catalysée est versée sur le renfort, recouvrant l'ensemble de la surface.
- 3) **Mise en place du film plastique** : Un film plastique souple est placé sur le dessus du moule et de la résine, assurant une étanchéité parfaite à l'air.
- 4) **Création du vide** : Le vide est créé sous le film plastique à l'aide d'une pompe. Cette opération permet d'éliminer les bulles d'air présentes dans la résine et entre le renfort et le moule, favorisant une imprégnation optimale du renfort et une meilleure qualité de surface.
- 5) **Evacuation de l'excédent de résine** : Le vide créé permet également d'évacuer l'excédent de résine, qui est absorbé par un tissu de pompage placé sous le film plastique.
- 6) **Polymérisation** : La résine durcit ensuite par polymérisation, soit à température ambiante, soit dans une étuve ou un autoclave selon la nature de la résine et les propriétés souhaitées pour la pièce [11].

Le moulage sous vide est couramment utilisé pour la fabrication de pièces en composites de petite et moyenne série, nécessitant une finition de surface de qualité des deux côtés. Cette technique est particulièrement adaptée à la production de pièces complexes ou de grandes dimensions.

**La figure 1.11** : illustre le principe du moulage sous vide. On y voit un moule fermé contenant le renfort et la résine recouverts d'un film plastique. Une pompe crée le vide sous le film, permettant d'éliminer les bulles d'air et l'excédent de résine.



**Figure1.11** : moulage sous vide.

**Le moulage sous vide présente plusieurs avantages :**

- ✓ **Haute qualité de surface** : Le vide permet d'obtenir une surface lisse et homogène des deux côtés de la pièce, sans bulles d'air ni imperfections.
- ✓ **Bonne imprégnation du renfort** : Le vide favorise une imprégnation optimale du renfort par la résine, améliorant les propriétés mécaniques de la pièce composite.
- ✓ **Polyvalence** : Le moulage sous vide peut être utilisé avec une large gamme de résines et de renforts.
- ✓ **Adaptabilité** : Cette technique s'adapte à la production de pièces de formes variées et de dimensions diverses.

Malgré ses avantages, le moulage sous vide présente quelques limites à savoir :

- **Investissement initial** : Le coût des moules et de l'équipement de vide peut être élevé.
- **Temps de cycle** : Le processus de moulage sous vide peut être relativement long, limitant la cadence de production.
- **Complexité du processus** : La mise en œuvre du moulage sous vide nécessite un certain savoir-faire et une expertise technique [16].

#### **7.4. Moulage par injection basse pression de résine (RTM) :**

Le moulage par injection de résine liquide RTM (Résine Transfer Molding) est une technique de fabrication de pièces en composites. Ce procédé se déroule dans un moule fermé rigide composé d'un moule et d'un contre-moule.

### Déroulement du processus :

- 1) **Mise en place du renfort** : Le renfort., sous forme de mats, préformes ou éventuellement de tissus, est disposé dans le moule selon la forme souhaitée de la pièce.
- 2) **Injection de la résine** : La résine thermodurcissable, préalablement accélérée et catalysée, est injectée sous une pression relativement basse (généralement entre 1,5 et 4 bars) à travers le renfort. L'injection se poursuit jusqu'à ce que le moule soit complètement rempli de résine.
- 3) **Durcissement de la résine** : La résine durcit ensuite par polymérisation, soit à température ambiante, soit sous l'apport d'une chaleur douce, selon la nature de la résine et les propriétés souhaitées pour la pièce [11].

La figure 1.12 illustre le principe du moulage par injection basse pression de résine (RTM). On y voit un moule fermé contenant le renfort et la résine injectée sous pression.

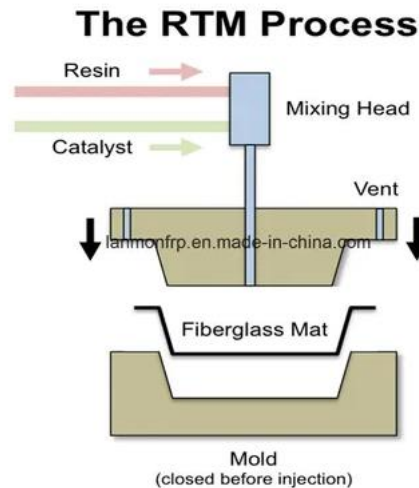


Figure1.12 : Moulage par injection basse pression de résine (RTM)

### 7.5. Moulage par injection de compound BMC :

Le moulage par injection de compound BMC (Bulk Molding Compound) est une technique de fabrication de pièces en composites. Le compound BMC est une masse à mouler prémélange composée de résine, de charges, d'adjuvants et de fibres de verre coupées. Le déroulement du processus :

- 1) **Préparation du compound BMC** : Le compound BMC est préparé dans un malaxeur pour obtenir une masse homogène.
- 2) **Chauffage du compound BMC** : Le compound BMC est chauffé à une température généralement comprise entre 130 et 150 °C pour le rendre fluide et faciliter son injection.
- 3) **Injection du compound BMC** : Le compound BMC chauffé est injecté sous pression (entre 50 et 100 bars) dans un moule fermé en acier usiné.

- 4) **Remplissage du moule** : La pression d'injection force le compound BMC à s'écouler dans l'empreinte du moule, remplissant complètement la cavité.

### 7.6. Moulage par compression de mat pré imprégné SMC :

Le moulage par compression de mat préimprégné SMC (Sheet Molding Compound) est une technique de fabrication de pièces en composites. Le mat pré-imprégné SMC est une nappe de fibres coupées ou continues imprégnée d'un mélange de résine polyester, de charges et d'adjuvants spécifiques.

Le déroulement du processus est présenté comme suit :

- 1) **Découpe du mat pré-imprégné** : Le mat pré-imprégné est découpé en flans de dimensions adaptées à la forme de la pièce souhaitée.
- 2) **Mise en place du flan** : Le flan de mat pré-imprégné est placé dans un moule fermé en acier usiné.
- 3) **Chauffage du moule** : Le moule est chauffé à une température généralement comprise entre 140 et 160 °C pour ramollir la résine et faciliter la compression du matériau.
- 4) **Fermeture du moule** : Le contre-moule est pressé contre le flan de mat pré-imprégné sous une pression élevée (jusqu'à 1000 bars) pour compacter le matériau et éliminer les bulles d'air.
- 5) **Durcissement de la résine** : La résine thermodurcissable contenue dans le mat pré-imprégné durcit par polymérisation sous la pression et la chaleur, formant la pièce composite.
- 6) **Démoulage** : Une fois la résine durcie, le moule est ouvert et la pièce composite est démoulée [11].

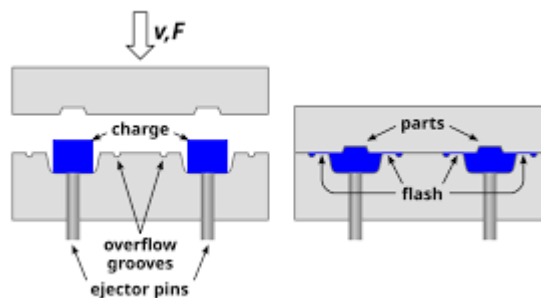


Figure1.13 : Moulage par compression de mat pré imprégné SMC.

### 7.7. Moulage par enroulement filamentaire :

Le moulage par enroulement filamentaire est une technique de fabrication de pièces composites à base de fibres continues imprégnées de résine. Le renfort, généralement sous forme de ruban ou de mèche de fibres, est imprégné de résine catalysée et enroulé avec une tension contrôlée sur un mandrin rotatif. La résine polymérisée ensuite, soit dans un four, soit dans un autoclave, pour former une pièce composite solide et rigide [7, 11] Le déroulement du processus est présenté comme suit :

- 1) **Préparation du renfort** : Le renfort, généralement sous forme de ruban ou de mèche de Dé fibres, est débobiné et imprégné de résine catalysée.
- 2) **Mise en place du mandrin** : Le mandrin, généralement cylindrique ou circulaire, est fixé sur un tour rotatif,
- 3) **Enroulement du renfort** : Le renfort imprégné est enroulé sur le mandrin rotatif avec une tension contrôlée, en suivant un schéma de stratification défini.
- 4) **Polymérisation de la résine** : La résine catalysée polymérise par exotherme, soit dans un four à une température contrôlée, soit dans un autoclave sous pression.
- 5) **Démoulage** : Une fois la résine durcie. Le mandrin est retiré, laissant la pièce composite verre.

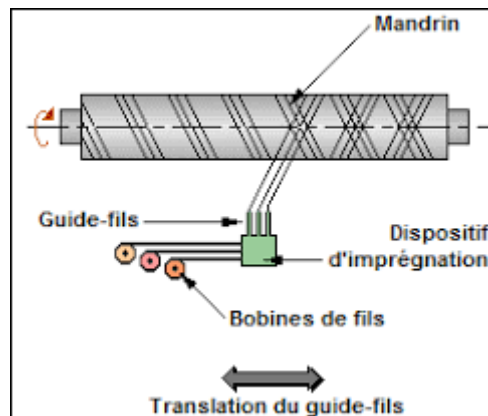


Figure 1.14 : Moulage par enroulement filamentaire.

### 7.8. Moulage par centrifugation :

Le moulage par centrifugation est une technique de fabrication de pièces composites à base de fibres longues coupées et de résine. Le procédé est particulièrement adapté à la production de pièces cylindriques, mais peut également être utilisé pour des formes plus complexes avec des surfaces courbes [16]. Le déroulement du processus est présenté comme suit :

## Chapitre 1 : Revue bibliographique

---

- 1) **Préparation du mélange** : Le renfort, sous forme de fibres longues coupés, est mélangé à la résine dans un état liquide ou pâteux.
- 2) **Versement dans le moule** : Le mélange de résine et de fibres est versé dans un moule cylindrique en rotation à grande vitesse.
- 3) **Force centrifuge** : La force centrifuge générée par la rotation du moule répartit Uniformément le mélange de résine et de fibres le long des parois du moule.
- 4) **Durcissement de la résine** : La résine polymérise par exo thermie, durcissant et formant la pièce composite.
- 5) **Démoulage** : Une fois la résine durcie, le moule est arrêté et la pièce composite est Démoulée.

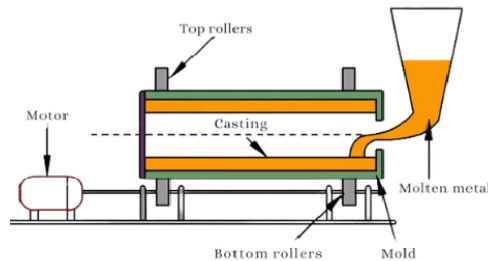


Figure1.15 : Moulage par centrifugation.

### 8. Domaine d'application :

Les matériaux composites, grâce à leurs propriétés remarquables, ont conquis une place Prépondérante dans de nombreux secteurs d'activités. Leur polyvalence les rend incontournables dans des domaines aussi variés que l'aéronautique, l'énergie, le transport, la construction et les loisirs.

- 1) **Aéronautique et spatial** : La légèreté, la résistance et la durabilité des composites sont des atouts majeurs pour la construction d'avions et de satellites. On les retrouve dans les structures, les panneaux de fuselage, les pales d'hélices et les pièces de moteurs.
- 2) **Electricité** : Les composites sont utilisés dans la fabrication de pales d'éoliennes, de nacelles et de composants de transformateurs électriques, profitant de leur excellente résistance mécanique et de leurs propriétés isolantes.
- 3) **Transport** : Dans le domaine des transports, les composites optimisent les performances des véhicules terrestres, ferroviaires et maritimes, On les retrouve dans les carrosseries automobiles, les châssis de trains, les coques de bateaux et les composants de camions.

- 4) **Domaine militaire** : Les composites renforcent les structures des hélicoptères, des fusées et des avions militaires. Leur conférant une résistance accrue aux impacts et aux extrêmes.
- 5) **Canalisations** : Les canalisations en matériaux composites offrent une alternative durable et résistante aux canalisations en acier et en béton traditionnelles. Elles sont notamment utilisées pour le transport d'eau, de gaz et de produits chimiques.
- 6) **Construction navale** : Dans le domaine de la construction navale, les composites allègent les coques et les superstructures des bateaux, améliorant ainsi leurs performances et leur efficacité énergétique. On les retrouve également dans les planches de surf et autres équipements nautiques.
- 7) **Bâtiment** : Les matériaux composites trouvent leur place dans le BTP pour des applications telles que les renforcements de structures, les panneaux de façade, les menuiseries et les canalisations.

## II. Résine polyester

### 1. Définition :

Les résines polyester (RP) sont des polymères thermodurcissables issus de la réaction de polycondensation entre des diacides (ou anhydrides d'acides) et des dialcools (glycols). Elles se distinguent par la présence de groupes esters répétés dans leur chaîne macromoléculaire.

La résine polyester insaturée (la plus utilisée) contient des doubles liaisons carbone-carbone (C=C) qui permettent sa réticulation en présence d'un monomère réactif (généralement le styrène).

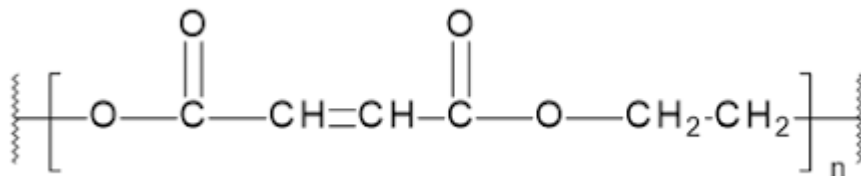


Figure1.16 : formule chimique de polyester insaturé.

### 2. Synthèse des résines polyesters :

La synthèse des résines polyesters insaturées se déroule en deux étapes principales :

- 1) **Polycondensation** : Réaction entre un anhydride (ex. : anhydride maléique) et un glycol (ex. : propylène glycol) pour former un prépolymère linéaire.
- 2) **Modification** : Incorporation de styrène ( $\approx$  30-40 % en poids) comme agent de réticulation.

La synthèse des résines polyester repose sur une réaction de polycondensation entre : Des diacides (tels que l'acide phtalique, l'acide iso phtalique ou leurs anhydrides), Des diols (tels que l'éthylène glycol, le propylène glycol).

La réaction conduit à la formation d'unités ester et à une chaîne polymère linéaire. Pour obtenir une résine insaturée, on introduit un acide insaturé tel que l'acide maléique ou l'anhydride maléique, qui apporte les doubles liaisons nécessaires à la future réticulation. Une fois la polymérisation terminée, le produit est dissous dans un monomère réactif (typiquement le styrène) qui agit comme diluant actif, réduisant la viscosité et facilitant la mise en œuvre, tout en participant à la réaction de réticulation finale.

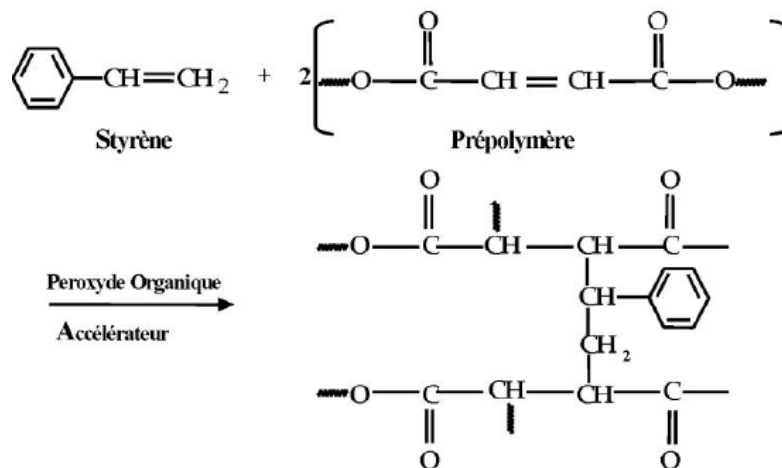


Figure1.17 : Synthèse des résines polyesters.

**Remarque :**

- Le styrène joue un double rôle : solvant et agent de réticulation.
- La réaction est catalysée par des peroxydes (MEKP).
- 

**3. Mécanisme de durcissement :**

Le durcissement des résines polyesters est une réaction radicalaire initiée par un catalyseur (peroxyde) et accélérée par la chaleur ou des promoteurs (cobalt).

**Étapes clés :**

- ✓ Décomposition du peroxyde (ex. : MEKP) en radicaux libres.
- ✓ Attaque des doubles liaisons C=C du polyester et du styrène.
- ✓ Formation d'un réseau 3D rigide.

Le système de durcissement est basé sur l'utilisation de :

- **Un initiateur** : (souvent un peroxyde organique, tel que le peroxyde de méthyléthylcétone – MEKP),
- **Un accélérateur** : (souvent un sel de cobalt comme le naphène de cobalt),
- **Parfois un inhibiteur** : (comme l'hydroquinone) pour prolonger la durée de vie en pot.

La polymérisation radicalaire se déclenche sous l'effet de la chaleur ou par simple mélange à température ambiante, selon le système utilisé. Le styrène copolymérise avec les doubles liaisons insaturées de la chaîne polyester, formant un réseau polymère rigide.

#### 4. Propriétés physiques et mécaniques :

**Tableau 1.5** : Propriétés physiques et mécaniques de Polyester.

Propriété	Valeur typique
<b>Masse volumique (<math>\rho</math>)</b>	1,1 – 1,4 g/cm <sup>3</sup>
<b>Module d'élasticité (E)</b>	2 – 4 GPa
<b>Résistance à la traction (<math>\sigma</math>)</b>	40 – 90 Mpa
<b>Allongement à la rupture (<math>\epsilon</math>)</b>	1 – 5 %
<b>Température de distorsion (HDT)</b>	60 – 120 °C
<b>Retrait au durcissement</b>	6 – 8 %

#### Remarques :

- Les propriétés varient selon la formulation (type de glycol, taux de styrène, additifs).
- Sensibilité aux UV et aux milieux basiques.

5. Avantages et Inconvénients :

Tableau 1.6: Avantages et Inconvénients de la résine polyester.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"><li>- Coût réduit par rapport aux époxy.</li><li>- Temps de durcissement rapide.</li><li>- Bonne résistance aux acides et solvants.</li><li>- Facilité de mise en œuvre (moulage).</li><li>- Excellente adhérence sur fibre de verre.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Fort retrait lors du durcissement.</li><li>- Émissions de styrène (toxicité/odeur).</li><li>- Sensibilité aux chocs et fissurations.</li><li>- Durée de vie limitée (vieillessement UV).</li><li>- Résistance mécanique inférieure à l'époxy.</li></ul>

6. Domaines d'application :

Les résines polyesters sont largement utilisées dans :

- **Construction navale** : Coques de bateaux, kayaks.
- **Automobile** : Carrosseries, pièces composites.
- **Bâtiment** : Panneaux sandwich, réservoirs.
- **Énergie** : Pales d'éoliennes.
- **Art et design** : Statues, mobilier.

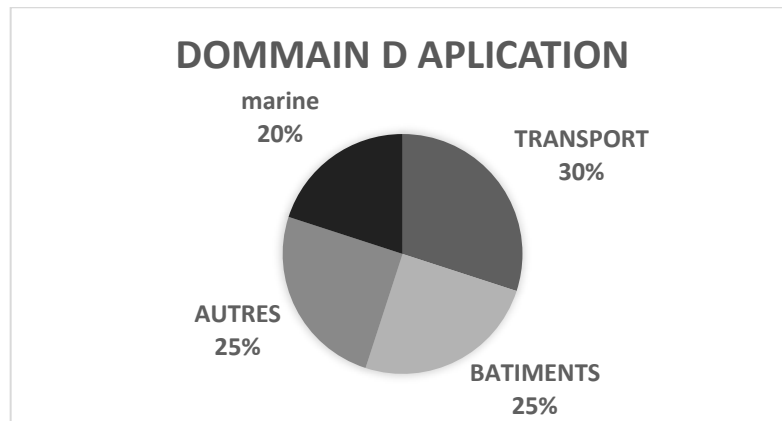


Figure 1.18: Domaines d'application des résines polyester (exemple).

### III. Corne de pin

#### 1. Introduction générale :

La corne de pin, issue des cônes ligneux des conifères du genre *Pinus*, est un matériau végétal riche en fibres lignocellulosiques. Utilisée historiquement à des fins domestiques, elle attire aujourd'hui l'attention en tant que charge naturelle dans les matériaux composites biosourcés. Sa structure complexe, sa composition chimique variée et sa disponibilité abondante en font un sujet de recherche prometteur dans une optique de valorisation des déchets forestiers.



Figure1.19 : photographie de plante de pin.



Figure 1.20: photographie de feuilles du Pin.



Figure1.21 : photographie de cône de pin.

### 2. Origine, source et espèces du pin :

#### 2.1. Origine botanique :

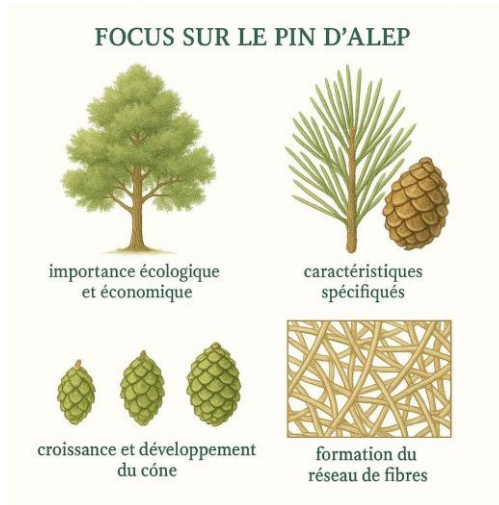
- **Famille** : Pinaceae.
- **Genre** : Pinus.
- **Type** : Conifères à feuilles persistantes.
- **Origine**
- **Géographique** : Zones tempérées et méditerranéennes de l'hémisphère nord.

#### 2.2. Espèces principales productrices de cornes :

Tableau 1.7: Espèces principales productrices de cornes.

Espèce	Nom commun	Air de répartition	Remarque
<b>Pinus sylvestris</b>	Pin sylvestre	Europ centrale et nordique	Resistance au froid
<b>Pinus pinaster</b>	Pin maritime	Littoral atlantique, Afrique de nord	Riche en résine
<b>Pinus halpensis</b>	Pin d'Alep	Bassin méditerranéen	Croissance rapide, très présente en Algérie
<b>Pinus pinea</b>	Pin parasol	Méditerranée occidentale	Prosecteur de pignons

### 3. Focus sur le Pin d'Alep (*Pinus halepensis*) :



**Figure 1.22 :** Focus sur le Pin d'Alep.

#### 3.1. Importance écologique et économique :

- Très répandu en Algérie, en particulier dans les zones semi-arides.
- Espèce pionnière dans la reforestation.
- Source majeure de cornes de pin disponibles à faible coût.

#### 3.2. Caractéristiques spécifiques :

- Croissance rapide et tolérance à la sécheresse.
- Production abondante de cônes (cornes).
- Bonne résistance aux maladies.

### 4. Croissance et développement du cône (corne) :

#### 4.1. Conditions de croissance :

- **Climat :** Méditerranéen, précipitations modérées, été sec.
- **Sol :** Léger, sablonneux, pauvre en nutriments.
- **Lumière :** Exposition directe recommandée.

### 4.2. Étapes de croissance des cônes :

**Tableau 1.8:** Étapes de croissance des cônes.

Étape	Description	Durée approximative
<b>Initiation</b>	Formation des primordium.	Printemps année N
<b>Développement</b>	Grossissement, durcissement.	Été année N a été N+1
<b>Maturation</b>	Ouverture des écailles, libération des grains.	Automne année N+1



**Figure 1.23 :** Étapes de croissance des cônes.

### 4.3. Architecture des cônes :

- Écailles ligneuses organisées en spirale autour d'un axe central.
- Surface striée, rugueuse, couleur brunâtre.
- Structure interne fibreuse avec réseau de cavités.

### 4.4. Formation du réseau de fibres :

Les fibres sont formées principalement par la lignification du tissu parenchymateux pendant le durcissement du cône. Elles s'organisent selon un schéma radial à partir de l'axe central, renforçant la structure contre les sollicitations mécaniques.

### 5. Structure microscopique et parties constitutives :

La structure microscopique et parties constitutives les fibres de corne de pin sont présentées comme suit :

1. Une structure micro-cellulaire, constituée d'une paroi cellulaire épaisse et des cavités intercellulaires qui confèrent la légèreté et la porosité des fibres ainsi que la présence de trachéides (cellules allongées assurant rigidité et conduction).
2. Des parties principales d'une corne, constituées des écailles lignifiées, un axe central, des résidus de résine et des cellules parenchymateuses mortes.

### 6. Composition et analyse chimique de la corne de pin :

La corne de pin est principalement composée de biopolymères lignocellulosiques. Ces composants naturels assurent sa rigidité, sa stabilité et sa résistance à divers agents extérieurs.

Le tableau 1.9 regroupe la répartition des composants chimiques et les caractéristiques de chaque élément dans la corne de pin :

**Tableau 1.9:** Composition chimique des constituants de la corne de pin.

Composant principal	Pourcentage (%en masse)	Fonction principale
Lignine	40-50%	Rigidité, imperméabilité
Cellulose	25-30%	Résistance mécanique
Hémicellulose	15-20%	Flexibilité, liaison
Résines	05-10%	Protection, hydrophobie
Cires, tanins	%5<	Défense biologique
Minéraux(cendre)	%2<	Résidus inorganique

L'analyse des constituants chimiques est présentée comme suit :

#### 6.1. La cellulose :

La cellulose est un biopolymère naturel de formule empirique  $(C_6H_{10}O_5)_n$ , constitué d'unités répétitives de  $\beta$ -D-glucopyranose reliées entre elles par des liaisons glycosidiques  $\beta$  (1 $\rightarrow$ 4). Elle représente le composant structural majeur des parois cellulaires des végétaux et constitue la biomolécule organique la plus abondante sur Terre. La structure linéaire de la cellulose, stabilisée par un réseau dense de liaisons hydrogène intra- et intermoléculaires, lui confère une forte cristallinité et une excellente résistance mécanique. Elle se caractérise par son insolubilité dans l'eau et la plupart des solvants organiques, sa stabilité chimique, sa biodégradabilité ainsi que son origine renouvelable, ce qui en fait un matériau de choix dans le développement de matériaux éco compatibles.

## Chapitre 1 : Revue bibliographique

Sur le plan chimique, la cellulose est composée de régions cristallines et amorphes, influençant directement ses propriétés physiques et sa réactivité.

Utilisée dans de nombreux domaines tels que l'industrie papetière, le textile, la pharmaceutique, et plus récemment dans la fabrication de matériaux composites biosourcés, la cellulose peut être transformée en micro- ou nanofibres afin d'améliorer ses performances dans diverses matrices polymériques.

Des modifications chimiques ciblées (acylation, estérification, oxydation) permettent également d'en élargir les applications en conférant au matériau de nouvelles fonctionnalités.

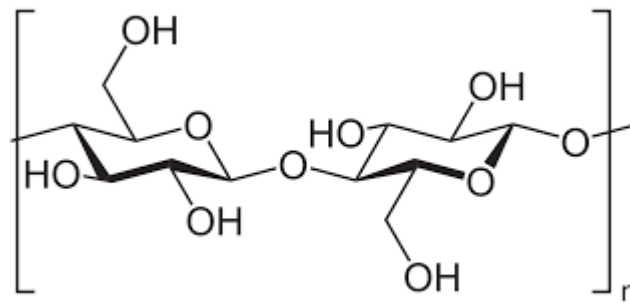


Figure 1.24 : molécule de la cellulose.

Tableau 1.10: Les Propriétés de La cellulose.

Propriété	Détail
Formule brute	$(C_6H_{10}O_5)_n$
Masse molaire	Très élevée (>100000g/mol)
Nature	Insoluble dans l'eau
Types	Cellulose amorphe vs cristalline

La présence de la cellulose dans les composites contribue à l'amélioration des performances mécaniques du matériau.

### 6.2. L'hémicellulose :

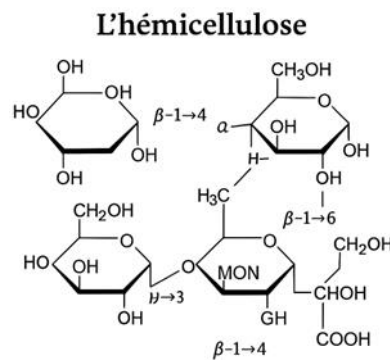
L'hémicellulose est un polysaccharide hétérogène de structure amorphe, présent dans la paroi cellulaire des végétaux, où elle joue un rôle de matrice entourant les microfibrilles de cellulose. Contrairement à la cellulose, l'hémicellulose est composée de chaînes ramifiées constituées de divers monosaccharides tels que la xylose, le mannose, l'arabinose, le galactose, ainsi que de l'acide glucuronique. Sa structure chimique varie selon l'espèce végétale, ce qui lui confère une diversité fonctionnelle importante.

## Chapitre 1 : Revue bibliographique

Moins cristalline, plus courte et plus facilement hydrolysable que la cellulose, elle possède une faible résistance mécanique et thermique, mais elle reste essentielle à la cohésion et à la flexibilité de la paroi cellulaire. En raison de sa réactivité chimique et de sa solubilité partielle dans l'eau et les solvants alcalins, l'hémicellulose peut être extraite plus aisément que la cellulose.

Elle suscite un intérêt croissant dans le domaine des matériaux biosourcés, notamment dans la production de films biodégradables, d'additifs pour polymères, et de précurseurs pour la synthèse de biocarburants.

Par ailleurs, ses nombreux groupements fonctionnels (hydroxyles, acétyles) permettent des modifications chimiques ciblées, élargissant ainsi son champ d'application dans les composites et les matériaux intelligents.



**Figure 1.25 :** Molécule de L'hémicellulose.

**Tableau 1.11:** Les propriétés de l'hémicellulose.

Propriété	Détail
Solubilité	Partiellement soluble dans l'eau
Dégradation thermique	A partir de 170°C
Réactivité	Haute (sites hydroxyle disponibles)
Nature	Hydrophile, amorphe

Il importe de noter que la structure de l'hémicellulose facilite les modifications chimiques.

### 6.3. La lignine :

La lignine est un polymère aromatique tridimensionnel et amorphe, constituant majeur des parois secondaires des cellules végétales, où elle joue un rôle fondamental dans la rigidité, l'imperméabilité et la résistance à la dégradation biologique. Elle est synthétisée

## Chapitre 1 : Revue bibliographique

par polymérisation radicalaire de trois principaux monolignols : le p-coumaryl alcool, le coniféryl alcool et le sinapyl alcool, qui forment respectivement les unités H (hydroxyphényl), G (guaiacyle) et S (syringyle). La proportion de ces unités varie selon l'origine botanique, conférant à la lignine une structure hétérogène et complexe. Contrairement à la cellulose et à l'hémicellulose, la lignine est hydrophobe, Thermiquement stable, et difficile à dépolymériser en raison de ses liaisons covalentes diversifiées (liaisons C–C et C–O–C). Elle agit comme un "ciment naturel", assurant la cohésion entre les fibrilles de cellulose et les chaînes d'hémicellulose, tout en protégeant les tissus végétaux contre les attaques microbiennes et les stress environnementaux. Bien que longtemps considérée comme un sous-produit de l'industrie papetière, la lignine fait aujourd'hui l'objet de recherches intensives en tant que source renouvelable de composés aromatiques, d'additifs fonctionnels, ou comme renfort dans les matériaux composites biosourcés. Sa valorisation passe souvent par des modifications chimiques ou thermochimiques visant à améliorer sa compatibilité avec les matrices polymériques et à exploiter ses propriétés antioxydantes, antimicrobiennes et UV-résistantes.

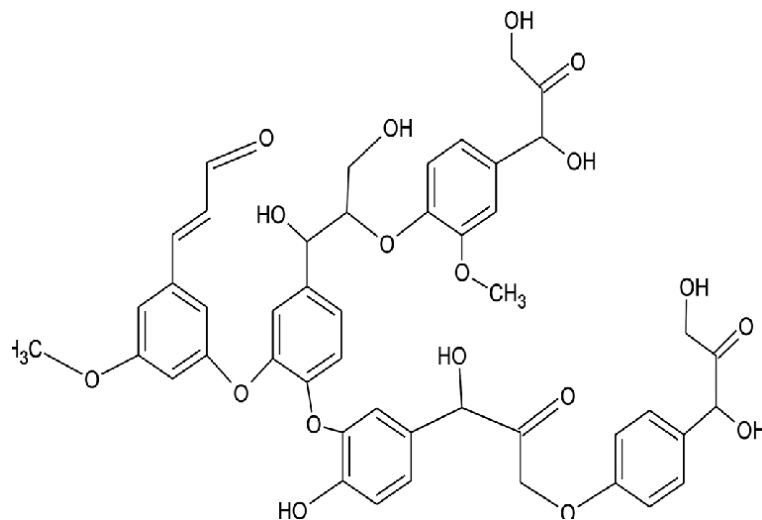


Figure 1.26: Structure typique de la lignine.

Tableau 1.12: Les propriétés de la lignine.

Propriété	Détail
Nature chimique	Poly phénolique
Hydrophobie	Elevés
Température de dégradation	>200°C
Résistance	Très faible biologiquement

Importe noter que la lignine a un rôle de liaison. Il agit comme colle naturelle entre cellulose et hémicellulose.

### 6.4. Résines et composés extractibles :

- **Composition** : Acides résiniques, terpènes, stérols.
- **Fonction** : Barrière protectrice contre les champignons, insectes et humidité.
- **Solubilité** : Solubles dans les solvants organiques.
- **Effet sur le traitement** : Peuvent gêner l'adhésion dans les composites non traités.

### 6.5. Cires, tanins, minéraux :

- **Cires** : Composés lipidiques hydrophobes (effet protecteur externe).
- **Tanins** : Polyphénols condensés, avec propriétés antimicrobiennes.
- **Minéraux** : Présents en faibles quantités (cendres après calcination).

## 7. Propriétés globales des composants :

**Tableau 1.13:** Les Propriétés globales des composants et leur impact sur la corne.

Composant	Propriété dominante	Impact sur la corne de pin
Cellulose	Résistance mécanique	Améliore la tenue à la traction.
Hémicellulose	Flexibilité	Facilité la mise en forme.
Lignine	Rigidité, durabilité	Résistance à l'humidité et biodégradation.
Résines	Hydrophobie	Protège contre les agents extérieures.
Cires/tanins	Défense biologique	Résistance naturelle aux champignons.

## 8. Méthodes de modification des fibres de corne de pin :

Afin d'améliorer les performances des fibres issues de la corne de pin dans des matrices polymériques (comme le polyester), il est nécessaire de modifier leur surface. Ces traitements visent à :

- Améliorer l'adhérence fibre-matrice.
- Réduire l'hydrophilie naturelle.
- Accroître la durabilité et la stabilité thermique.
- Éliminer les impuretés (extraits, hémicellulose...).

### 8.1. Traitement alcalin (Mercerisation) :

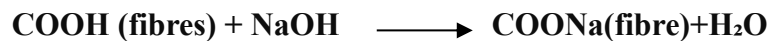
Le principe de traitement alcalin consiste à immerger les fibres dans une solution de soude caustique (NaOH), généralement entre 5 et 10 % en concentration, pendant une durée variant de 30 minutes à 4 heures selon les objectifs.

✓ **Mécanisme chimique :**

La soude pénètre la paroi cellulaire et provoque :

- La dépolymérisation partielle de l'hémicellulose
- La solubilisation des cires, huiles, tanins
- Le gonflement des fibres → augmentation de la rugosité

✓ **Réaction typique :**



✓ **Effets observés :**

**Tableau 1.14:** L'effet de traitement alcalin.

Effet	Détail
Amélioration de l'adhésion	Grace a la rugosité accrue
Diminution de l'hydrophilie	Par réduction des groupements polaires
Augmentation de la porosité	Favorise l'imprégnation de la matrice
Légère perte de masse	Elimination des composants amorphe

Il importe de signaler que l'utilisation de ce procédé de traitement qui remonte au XIX<sup>e</sup> siècle, utilisée dans l'industrie textile (ex. coton) est adapté récemment aux fibres végétales naturelles dans le domaine des composites biosourcés.

### 8.2. Traitement acétylique :

Le principe général du traitement acétylique est basé sur la réaction entre les groupements hydroxyles (-OH) de la cellulose/lignine et l'anhydride acétique pour substituer les -OH par des groupes acétyles (-COCH<sub>3</sub>), suivant le mécanisme chimique :



**Les effets observés sont :**

- Réduction importante de l'hydrophilie (Diminution de l'absorption),
- Augmentation de la stabilité dimensionnelle (Moins de gonflement),
- Résistance accrue aux micro-organismes (Moins de nutriments disponibles).

**8.3. Traitement enzymatique (optionnel) :**

Le principe de l'utilisation d'enzymes spécifiques (ex. xylanes, laccase) pour modifier sélectivement certains composants (ex. hémicellulose, lignine) sans altérer la cellulose, dont les avantages sont :

- Procédé doux et écologique,
- Très sélectif,
- Moins de déchets chimiques.

**9. Propriétés de la corne de pin modifiée :**

**Tableau 1.15:** Les Propriétés physiques et mécaniques de la corne de pin modifiée.

<b>Propriété</b>	<b>Valeur typique</b>	<b>Commentaire</b>
<b>1-Propriétés physiques</b>		
Densité apparente	0.6-0.8 g/cm <sup>3</sup>	Influence le poids du composite
Porosité	60-70%	Favorise l'imprégnation
Conductivité thermique	0.05-0.07 w/m. K	Isolant thermique naturelle
Absorption d'eau	Réduit de 20-40%	Traitement alcalin
<b>2-Propriétés mécaniques</b>		
Résistance à la traction	50-80 Mpa	Améliorée après traitement
Module d'élasticité (Young)	3-5Gpa	Stabilité structurelle
Allongement à la rupture	1-2%	Comportement fragile

## Chapitre 1 : Revue bibliographique

---

**Tableau 1.16:** Les Propriétés chimique de la corne de pin modifiée.

Propriété	Comportement
Resistance aux acides	Moyenne
Resistance aux bases	Faible en solution concentrée
Stabilité thermique	Jusqu'à 200°C
Dégradation biologique	Facile (matériau biodégradable)

### 10. Avantages et inconvénients :

**Tableau 1.17 :** Les Avantages et les Inconvénients.

Avantages	Inconvénients
-ressource naturelle et abondante. -biodégradable et renouvelable. -bonne propriétés isolantes. -potentiel d'intégration dans des composites biosourcés.	-variabilité selon l'origine. -sensible à l'humidité sans traitement. -faible résistance mécanique a l'Etat brut. -nécessite modification préalable (traitement).

### 11. Applications :

#### 11.1. Dans l'industrie des matériaux composites :

- Renfort dans matrices thermodurcissables (polyester, époxy).
- Panneaux agglomérés, matériaux de construction écologiques.

#### 11.2. Agriculture :

- Paillage, compostage.
- Amendement organique du sol (source de lignine et cellulose).

#### 11.3. Construction & habitat :

- Isolation thermique.
- Isolation phonique écologique.

#### 11.4. Valorisation énergétique :

- **Pyrolyse** : production de biochar, gaz de synthèse.
- **Combustion** : pouvoir calorifique intéressant.

### Conclusion :

Ce chapitre introductif a présenté les concepts clés liés aux cornes de pin, ainsi que les aspects fondamentaux de la fabrication d'Un matériau composite.

### Références bibliographiques :

Afin d'assurer une base théorique solide, différentes sources d'information ont été mobilisées.

- **Les bases de données scientifiques** : ont constitué une ressource essentielle. Des plateformes reconnues telles que Science Direct, Scopus, Google Scholar et Web of Science ont été consultées pour identifier les travaux les plus pertinents dans le domaine des matériaux composites.
- **Les revues scientifiques** : ont permis d'approfondir l'analyse des recherches antérieures. Une attention particulière a été portée aux articles traitant des composites à matrice polyester et aux fibres naturelles, notamment celles issues de la corne de pin. Une dizaine d'articles de recherche ont ainsi été étudiés pour appuyer les choix méthodologiques et expérimentaux du projet.
- **Des ouvrages et chapitres de livres** : ont été consultés pour consolider les connaissances théoriques sur les propriétés, les structures et les applications des matériaux composites et de leurs constituants.
- **Des sites web scientifiques** : et des actes de conférences provenant d'institutions de recherche et d'organisations professionnelles ont été exploités pour compléter la veille technologique et scientifique.
- Les principaux mots-clés utilisés lors de cette recherche documentaire sont :
- **Composites** : renforts, matrices, propriétés mécaniques, applications
- **Résines polyester** : (structure chimique, propriétés physiques et chimiques, durcissement)
- **Cornes de pin** : (structure végétale, propriétés mécaniques, biodégradabilité, utilisations).

### Liste des références bibliographiques avec liens :

[1] Devi, S., Kumari, M., & Kumar, P. (2019). Mechanical properties of reinforced polyester and epoxy composites of corn stalk fibre. *Indian Journal of Agricultural Sciences*, 89(5), 873–876. <https://doi.org/10.56093/ijas.v89i5.89674>

[2] Kuru, D., & Akpınar Borazan, A. (2016). Production of polyester composite material using pine cone powder as reinforcement. *Production of Polyester Composite Material Using Pine Cone Powder as Reinforcement*.

[3] Thomason, J. L., & Vlug, M. A. (2002). Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre reinforced polypropylene. *Composites Part A*, 33(11), 1641–1652. <https://strathprints.strath.ac.uk/6434/1/strathprints006434.pdf>

## Chapitre 1 : Revue bibliographique

---

- [4] Bledzki, A. K., & Gassan, J. (1999). Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science*, 24(2), 221–274. [https://kompozit.org.tr/wp-content/uploads/2021/06/Composites\\_reinforced\\_with\\_cellulose\\_bas.pdf](https://kompozit.org.tr/wp-content/uploads/2021/06/Composites_reinforced_with_cellulose_bas.pdf)
- [5] Facca, A. G., Kortschot, M. T., & Yan, N. (2007). Predicting the tensile strength of natural fibre reinforced thermoplastics. *Composites Science and Technology*, 67(11–12), 2454–2466. <https://www.researchgate.net/publication/248407283>
- [6] George, J., Sreekala, M. S., & Thomas, S. (2001). Interface modification and characterization of natural fiber reinforced plastic composites. *Polymer Engineering & Science*, 41(9), 1471–1485. <https://doi.org/10.1002/pen.10846>
- [7] Oksman, K., Skrifvars, M., & Selin, J. F. (2003). Natural fibres as reinforcement in polylactic acid (PLA) composites. *Composites Science and Technology*, 63(9), 1317–1324. <https://www.diva-portal.org/smash/record.jsf?pid=diva2:973408>
- [8] John, M. J., & Thomas, S. (2008). Biofibres and biocomposites. *Carbohydrate Polymers*, 71(3), 343–364. <https://daneshyari.com/article/preview/1379668.pdf>
- [9] Soutis, C. (2005). Fibre reinforced composites in aircraft construction. *Progress in Aerospace Sciences*, 41(2), 143–151. <https://doi.org/10.1016/j.paerosci.2005.02.004>
- [10] Nishino, T., Hirao, K., Kotera, M., Nakamae, K., & Inagaki, H. (2003). Kenaf reinforced biodegradable composite. *Composites Science and Technology*, 63(9), 1281–1286. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(03\)00099-1](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00099-1)
- [11] Mallick, P. K. (2007). *Fiber-reinforced composites: Materials, manufacturing, and design* (3rd ed.). CRC Press. <https://www.routledge.com/Fiber-Reinforced-Composites/Mallick/p/book/9780849392885>
- [12] Nicolais, L., & Carotenuto, G. (2005). *Metal-polymer nanocomposites*. Wiley-Interscience. <https://www.wiley.com/en-us/Metal+Polymer+Nanocomposites-p-9780471707842>
- [13] Cox, B. N., & Daniel, I. M. (1999). Characterization and design of composite materials. *Composites Science and Technology*, 59(6), 887–896. [https://doi.org/10.1016/S0266-3538\(98\)00105-7](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(98)00105-7)
- [14] Hull, D., & Clyne, T. W. (1996). *An introduction to composite materials* (2nd ed.). Cambridge University Press. <https://www.cambridge.org/core/books/an-introduction-to-composite-materials/1915747584ED273D945C2723F188EF5D>

[15] Thomason, J. L. (1996). The influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre reinforced polypropylene. *Composites Part A*, Volumes 27–33.

<https://strathprints.strath.ac.uk/6434/>

[16] Dufresne, A. (2013). Nanocellulose: From nature to high performance tailored materials. De Gruyter. <https://doi.org/10.1515/9783110254600>

## **Chapitre 02 :**

*Matériaux, Techniques et  
Conditions expérimentales*

## Chapitre 2 : Matériaux, Techniques et Conditions expérimentales

Ce Chapitre présente les matériaux utilisés dans ce cadre de cette étude, les techniques expérimentales mises en œuvre pour leurs caractérisations et la fabrication des composites, ainsi que les conditions expérimentales employer pour les essais.

### 1. Matériaux utilisés :

#### 1.1. Matrice polymérique : Résine polyester

La matrice utilisée est une résine polyester insaturée (référence POLYLITE 32022), fournie Par [Articles de Pache, chasse sous-marine « Sirigina Marine- Skikda-]. Elle est caractérisée par sa rapidité de polymérisation et son excellente adhérence aux fibres naturelles. Ses propriétés physico-chimiques sont résumées dans le tableau ci-dessous :

Caractéristique	Valeur	Unité
<b>Couleur</b>	Jaune pâle	-
<b>Forme</b>	Liquide visqueux	-
<b>Densité</b>	1,15	g/cm <sup>3</sup>
<b>Viscosité à 25°C</b>	450	mPa·s
<b>Méthode d'application</b>	Moulage par contact	-
<b>Temps de gel</b>	25	Min
<b>Module de traction</b>	2,8	GPa
<b>Résistance à la traction</b>	55	MPa
<b>Allongement à la rupture</b>	3	%
<b>Module de flexion</b>	2,5	GPa
<b>Résistance à la flexion</b>	80	Mpa
<b>Résistance à la compression</b>	85	Mpa
<b>Température de transition vitreuse (Tg)</b>	75	°C
<b>Dureté Shore D</b>	75-85	-
<b>Rapport résine/catalyseur (MEKP)</b>	1,5 %	-

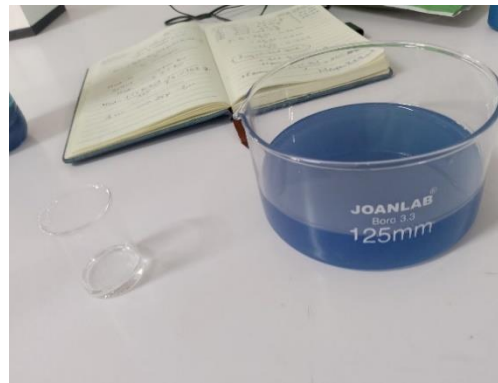
Tableau 2.1 : Caractéristiques physico-chimiques de la résine polyester.

#### Remarques :

- La résine est catalysée avec du peroxyde de méthyl éthyle cétone (MEKP) à 1,5 %.
- Le temps de gel indiqué correspond à une température ambiante de 25°C.



(A)



(B)

Figure 2,1 : photographie de (A) la résine et (B) le durcisseur.

### 1.2. Renfort :

Le renfort utilisé pour l'élaboration du composite est constitué de fibres obtenues à partir des cornes de pin, issues de l'arbre de pin provenant de la région de Relizane/Algérie. Ces fibres, soigneusement préparées, se caractérisent par une taille fine d'environ  $90 \mu\text{m}$ , ce qui les rend particulièrement adaptées à l'utilisation dans les matériaux composites. Pour la préparation des fibres de corne de pin, voici les étapes suivantes :

#### 1.2.1. Prétraitement :

Le prétraitement du renfort de corne de pin a suivi le protocole suivant :

##### 1) Sélection des matières premières :

Avant l'extraction des fibres de corne de pin, la sélection de matières premières de bonne qualité est primordiale. Il est essentiel de privilégier des cornes matures et bien développées, car elles contiennent des fibres plus résistantes. L'état des cornes est également crucial : il faut éviter celles qui sont trop sèches, friables ou attaquées par des insectes, car leur intégrité fibreuse serait compromise. Enfin, l'origine des cornes doit être prise en compte en sélectionnant celles provenant d'arbres sains et non exposés à des polluants chimiques, afin d'assurer la pureté et la qualité des fibres extraites.



**Figure 2.2 :** photographie de corne de pin.

### **2) Nettoyage des fibres :**

Après avoir trié les cornes de pin et sélectionné celles ayant la même taille et même couleur, vient l'étape du nettoyage pour éliminer toutes les impuretés et contaminantes avant le traitement.

#### **A. Elimination des impuretés de surface :**

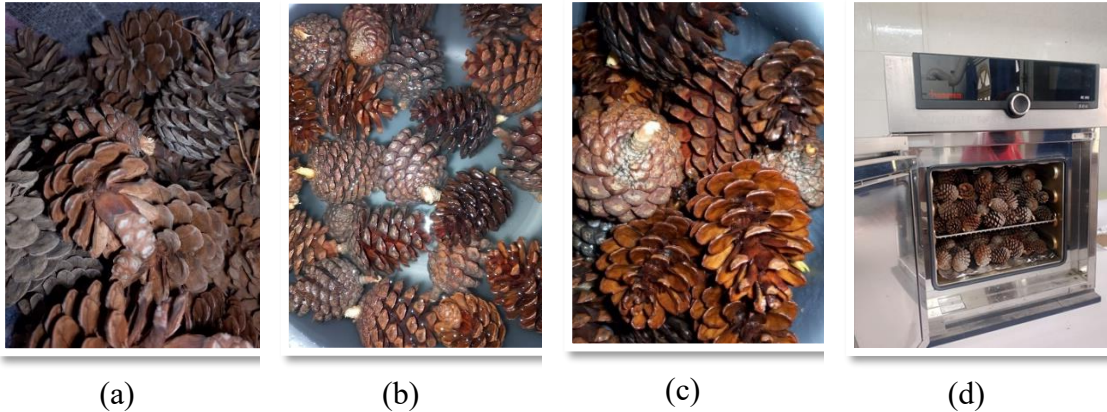
Les cornes de pin sélectionnées sont placées dans un grand récipient et secouées afin d'éliminer la poussière et les résidus secs. Ensuite, leur surface extérieure est délicatement essuyée à l'aide d'une brosse douce.

#### **B. Lavage en profondeur :**

Après l'élimination des impuretés de surface, un lavage en profondeur est crucial pour garantir la propreté des cornes de pin avant toute manipulation ultérieure. Ce processus consiste à plonger les cornes dans un grand récipient d'eau tiède, où elles sont laissées à tremper pendant 15 à 30 minutes. Ensuite, elles sont délicatement frottées avec une brosse souple pour nettoyer les zones difficiles d'accès, puis rincées abondamment à l'eau. Enfin, elles sont laissées à sécher naturellement sous l'effet de la chaleur du soleil.

#### **C. Séchage en étuve :**

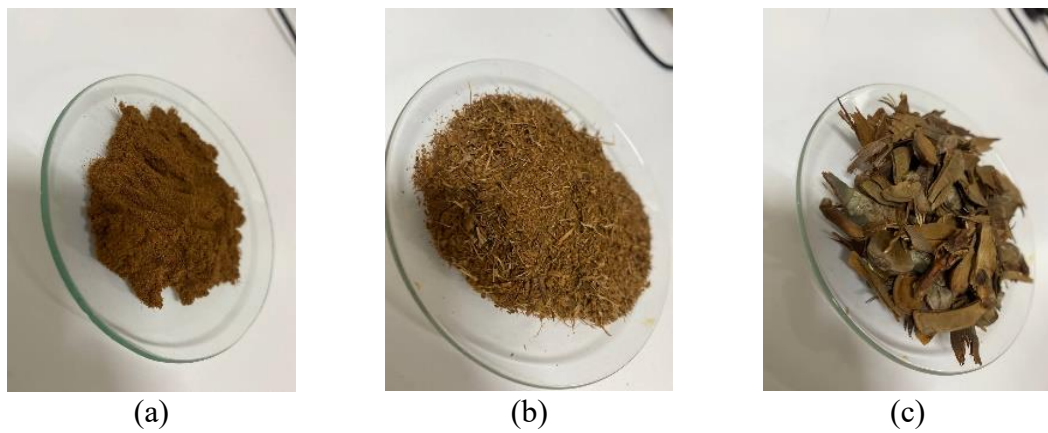
Pour garantir un séchage complet et homogène, les cornes de pin sont ensuite placées dans une étuve de laboratoire de chimie, où elles sont maintenues à une température contrôlée de 60°C pendant 2 heures.



**Figure 2.3 :** Photographies des étapes du processus de nettoyage : (a), Elimination des impuretés de surface (b) Le Lavage, (c) Séchage, (d) Séchage en étuve.

### 3) Broyage des Fibres :

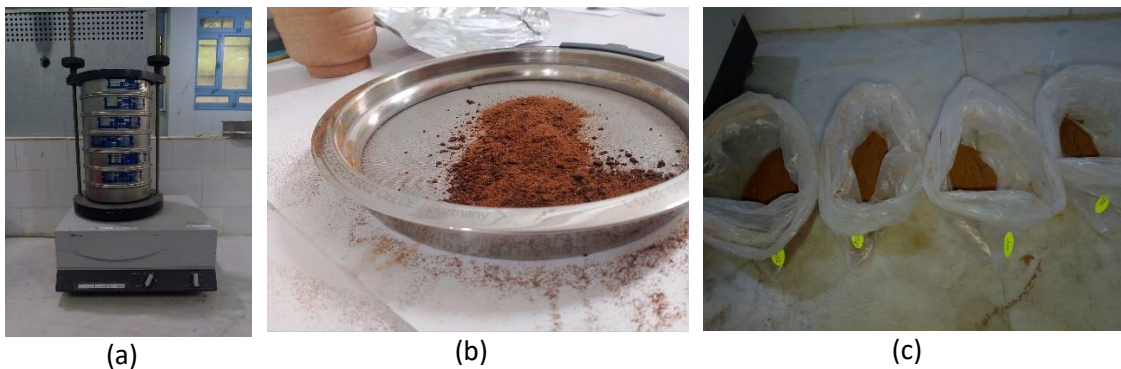
Le broyage des matériaux peut être réalisé selon deux méthodes principales, en fonction de la finesse désirée. Pour obtenir des fibres courtes, le broyage mécanique est employé, utilisant des équipements tels qu'un broyeur à marteaux, un moulin à café électrique ou un broyeur à couteaux. Il est crucial d'opérer à une vitesse modérée (entre 500 et 1000 tr/min) afin d'éviter toute surchauffe du matériau, ce qui permet d'obtenir des fibres d'une longueur comprise entre 0,5 et 5 mm. En revanche, pour la production d'une poudre très fine, le broyage cryogénique est privilégié. Cette méthode nécessite l'utilisation d'un broyeur à billes ou d'un vibro-broyeur, et permet d'obtenir une poudre dont la granulométrie est inférieure à 100  $\mu\text{m}$ .



**Figure 2.4 :** Photographies des produits de broyage de corne de pin : (a)[90 $\mu\text{M}$ ], (b)[200 $\mu\text{m}$ ], (c)[2mm].

### 4) Procédure de Tamisage et Séparation des Fractions Fibreuses

Le tamisage est réalisé à l'aide de tamis métalliques dont les mailles varient de 100 à 500  $\mu\text{m}$ , la taille spécifique étant choisie en fonction de l'application visée. La procédure de tamisage implique de secouer manuellement les tamis, ou d'utiliser un tamiseur vibrant, pendant une durée de 10 à 15 minutes. Suite à cette étape, les fractions fibreuses sont séparées en fonction de leur granulométrie. La fraction grossière, de taille supérieure à 500  $\mu\text{m}$ , peut être rebroyée si nécessaire. La fraction moyenne, comprise entre 250 et 500  $\mu\text{m}$ , est considérée comme idéale pour les applications de renfort composite. Enfin, la fraction fine, dont la taille est inférieure à 100  $\mu\text{m}$ , est destinée à être utilisée comme charge ou additif.



**Figure 2.5 :** Photographies du matériel de tamisage : (a) Tamiseuse, (b) Tamis de 212 $\mu\text{m}$ , (c) Fraction fine après tamisage

### 1.2.2. Traitement :

Après le prétraitement initial, les fibres de corne de pin ont été soumises à un traitement approfondi en plusieurs étapes afin de modifier leurs propriétés et de les rendre plus adaptées à une utilisation dans les matériaux composites.

- **Dégraissage à la soude alcaline :**

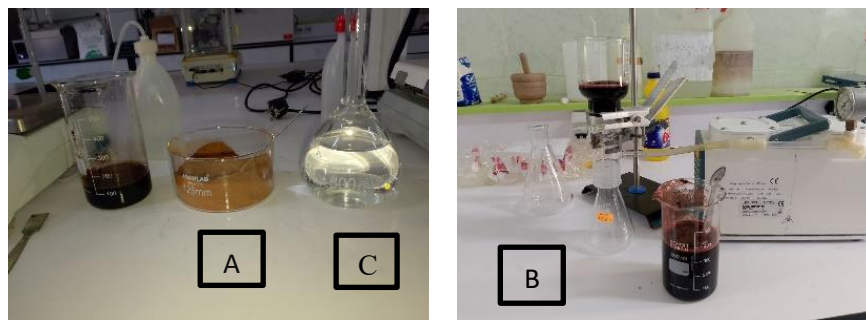
Les fibres de corne de pin ont été trempées dans une solution de soude à 5% pendant deux heures [Figure 2.6-b]. Ce traitement permet de dissoudre les cires et résines naturelles présentes dans les fibres, augmentant ainsi leur accessibilité aux réactifs chimiques, leur surface spécifique et leur compatibilité avec la matrice.

- **Neutralisation et lavage :**

- **Lavage à l'eau distillée :** Après le trempage dans la solution de soude, les fibres ont été rincées abondamment à l'eau distillée pour éliminer l'excès de soude.

- **Séchage** : Les fibres lavées ont été séchées dans une étuve à 80°C pendant 4 heures [Figure2.3-d]. Ce séchage permet d'éliminer l'excès d'eau et de préparer les fibres pour le broyage.
- **Broyage** : Les fibres séchées ont été broyées en très fines particules à l'aide d'un broyeur équipé de 16 lames fonctionnant à 3000 tours/minute. Ce broyage augmente la surface spécifique des fibres et facilite leur dispersion dans les matrices composites.
- **Tamisage** : Les fibres broyées ont été tamisées à l'aide d'un tamis d'un diamètre inférieur à 1mm pour éliminer les particules plus grosses et obtenir une poudre de fibres de corne de pin [Figure 2.4-c]. Le tamisage permet d'obtenir une poudre de taille homogène, essentielle pour une distribution uniforme des fibres dans les composites.

**Remarque** : Cette description détaillée des étapes de traitement met en évidence les procédés minutieux mis en œuvre pour modifier la surface et la structure des fibres de corne de pin, les rendant ainsi plus adaptées à une utilisation dans les matériaux composites.



**Figure 2.6** : photographies de (A) poudre de fibre 90µm, (B) le traitement alcalin de fibre, (C) NaOH 5%.

### 1.3. Fabrication des composites :

#### 1.3.1. Calcul de formulation :

Les composites ont été élaborés dans un moule en silicone [figure2 .7]. Les différents calculs de formulation des constituantes du composites à élaborer sont :

##### a) Volume de la résine :

Le volume de résine nécessaire à la fabrication du composite peut être calculé à l'aide de la formule suivante :

$$V=L \times I \times e \quad \text{(Eq.2.1)}$$

Où :

- V est le volume de résine en millimètres cubes (cm<sup>3</sup>)
- L est la longueur du moule en millimètres (cm)
- I est la largeur du moule en millimètres (cm)
- e est l'épaisseur du composite en millimètres (cm)

En substituant les valeurs données dans la formule, on obtient :

$$V=35\text{Cm} \times 20\text{Cm} \times 0.4\text{Cm}=280 \text{ cm}^3$$

Par conséquent, 280 mm<sup>3</sup> de résine sont nécessaires pour fabriquer le composite.



**Figure 2.7 :** Photographie de moule de silicone

### b) Masse de résine :

La masse de résine nécessaire à la fabrication du composite peut être calculer à l'aide de la formule suivante :

\*Calcul de la masse volumique de résine ( $\rho_{résine}$ ) :

$$\rho = m_{\text{moy}}(\text{résine}) / V \text{ résine} \tag{Eq.2.2}.$$

$$m_{\text{moy}}(\text{résine})=(m_1+m_2+m_3) /3 \tag{Eq.2.3}.$$

**Tableau 2.2 :** Valeurs de masse de la résine.

Volume	Masse
V1=10 ml	m =10.86gr
V2=10 ml	m =10 .92gr
V3=10 ml	m =11gr

## Chapitre 2 : Matériaux, Techniques et Conditions expérimentales

$$m_{\text{moy}}(\text{résine}) = (10,86 + 10,92 + 11) / 3 = 10,92 \text{ gr}$$

$$\rho_{\text{résine}} = 10,926 / 10 = 1,0926 \text{ gr/ml}$$

### \* Masse de résine (M résine) :

La résine est un mélange de polyester et de durcisseur dans un rapport de 2 : 1

En utilisant cette formulation, nous obtenons les données suivantes :

**Tableau 2.3** : Volume de la résine.

Donnée	Valeur
Volume de la résine (v)	280ml
Densité de la résine (ρ)	1.0926g /ml
Masse de la résine (M)	305.76gr

$$M \text{ résine} = (280 \times 1,092) / 1 = 305,76 \text{ gr}$$

### c) Masse du catalyseur (Mcat) :

**Tableau 2.4** : Masse du catalyseur.

Paramètre	Valeur
Masse de la résine (M)	305 .76gr
Pourcentage de catalyseur	1.5%
Masse du catalyseur (Mcat)	4 .59g

$$M \text{ cat} = (1,5 \times 305,76) / 100 = 4,586 \text{ gr}$$

### d) Masse de fibre (M fibre) :

En utilisant cette formulation, nous obtenons les données suivantes :

$$M \text{ Fibre} = (M \text{ résine} \times \%) \div 100 \quad (\text{Eq.2.4}).$$

% : Pourcentage de fibres (0 %, 5% , 10% , 15% et 20%)

**Tableau 2.5** : Valeurs des masses de la poudre des fibres de corne de pin.

Pourcentage de fibres (%)	Calcul	Masse des fibres(g)
0%	100/ (0×305.76)	0.00
5%	100/ (0×305.76)	15.29
10%	100/ (0×305.67)	30.58
15%	100/ (0×305.67)	45.86
20%	100/ (0×305.67)	61.15

### 1.3.2. Elaboration des composites :

La fabrication des composites par moulage au contact s'effectue selon les étapes suivantes :

#### 1) Préparation de la résine :

Commencer par peser précisément 305,76 g de polyester et 4,5864 g de durcisseur. Puis, mélanger lentement le polyester dans un bécher à l'aide d'un agitateur mécanique durant 15 minutes.

#### 2) Incorporation de renfort :

Le renfort est ajouté au mélange de résine, et l'agitation se poursuit pendant 5 minutes. Ensuite, le durcisseur est incorporé au mélange résine-fibre, et le malaxage est maintenu pendant 30 minutes.

Le tableau suivant représente la désignation des composites avec le taux pcr correspond aux chaque échantillons est sa quantité massique.

Désignation	Taux de charge (Pcr)	Masse de renfort(g)
CPP0	-	-
CPP1	5	15,28
CPP2	10	30,57
CPP3	15	45 ,86
CPP4	20	61,152

**Tableau 2.6:** Désignation des composites élaborés.

**Note :** CPP : Composite polyester /corne de pin.

### 3) Moulage et dégazage :

Le mélange de résine et de renfort est versé dans le moule en silicone. Ensuite, le mélange est dégazé en utilisant une technique appropriée, comme la vibration ou une chambre à vide, afin d'éliminer les bulles d'air.

### 4) Gélification et durcissement :

Le mélange est ensuite laissé à sécher à l'air libre dans un endroit sec et ventilé, respectant le temps de séchage recommandé par le fabricant de la résine. Par la suite, les plaques sont placées dans une étuve à 80°C pendant 24 heures afin de finaliser le durcissement du composite.



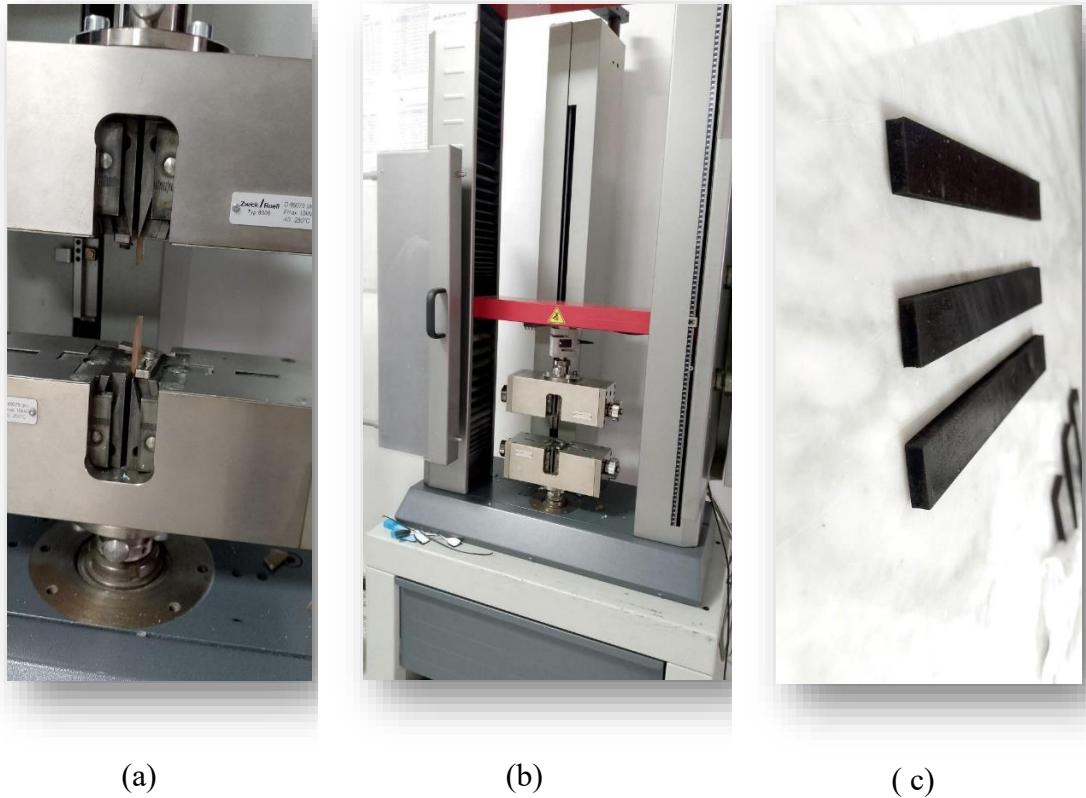
**Figure 2.8 :** Photographies des composites élaborés en fonction des différents taux de renfort.

## 2. : Techniques et condition expérimentales :

### 2.1. Essais mécaniques :

#### 2.1.1. Traction

Afin de caractériser les propriétés mécaniques des bio composites élaborés, notamment le module D'Young, et les contraintes à la rupture, des essais de traction ont été réalisés sur des éprouvettes Rectangulaires de dimensions normalisées (10 cm de longueur et 1 cm de largeur). Ces éprouvettes ont été fixées entre les mors supérieur et inférieur d'un tensiomètre à une vitesse de déplacement de 2 mm/min. Les essais de traction ont été effectués à température ambiante sur une machine pilotée par ordinateur, elle représenté sur la figure [2.9].



**Figure 2.9 :** (a-b) photographie de la machine ZWICK ROELL ZO10, (c) les Échantillons de MC.

### Calcul des propriétés mécaniques

#### ▪ Module d'Young (E)

Le module de Young, ou module de traction, représente la rigidité du matériau en traction. Il est défini comme la pente de la partie linéaire de la courbe contrainte-déformation (généralement la zone élastique). Le module d'Young (E) est calculé à partir de la loi de HOOKE :[1]

$$E = G / \varepsilon \quad (\text{Eq.2.6}).$$

Où :

- E est le module d'Young (en MPa)
- G est la contrainte (en MPa)
- $\varepsilon$  est la déformation (%)

### Contrainte à la rupture ( $\sigma_r$ )

La contrainte à la rupture représente la charge maximale par unité de surface que l'éprouvette peut supporter avant de rompre. Elle est calculée à partir de l'équation suivante :

$$\sigma_r = F_{\max} / S_0 \quad (\text{Eq.2.7}).$$

Où :

- $\sigma_r$  est la contrainte à la rupture (en MPa).
- $F_{\max}$  est la force maximale appliquée avant rupture (en N).
- $S_0$  est la section initiale de l'éprouvette (en mm<sup>2</sup>).

### Déformation à la rupture ( $\epsilon_r$ ) :

La déformation à la rupture représente l'allongement maximal que l'éprouvette peut subir avant de rompre. Elle est exprimée en pourcentage (%) et calculée à partir de l'équation suivante :

$$\epsilon_r = (L_f - L_0) / L_0 \quad (\text{Eq.2.8}).$$

Où :

- $\epsilon_r$  est la déformation à la rupture (%).
- $L_f$  est l'allongement final de l'éprouvette (en mm).
- $L_0$  est la longueur initiale de l'éprouvette (en mm).

### 2.1.2. Dureté shore :

Cet essai permet de mesurer la résistance d'un matériau à la pénétration en utilisant le Shore duromètre. La profondeur de pénétration varie en sens inverse de la dureté. Le déplacement du pénétromètre est lu sur une échelle de mesure, graduée de 0 à 100, où 0 représente les matériaux les plus souples et 100 les matériaux les plus durs.

Composants du Shore duromètre :

- L'aiguille (Indenter).
- Le ressort (Spring).
- L'échelle de lecteur (Dial or Digital Readout).
- La base de support (Base).

L'appareil de ce test est représenté sur la figure 2.10.

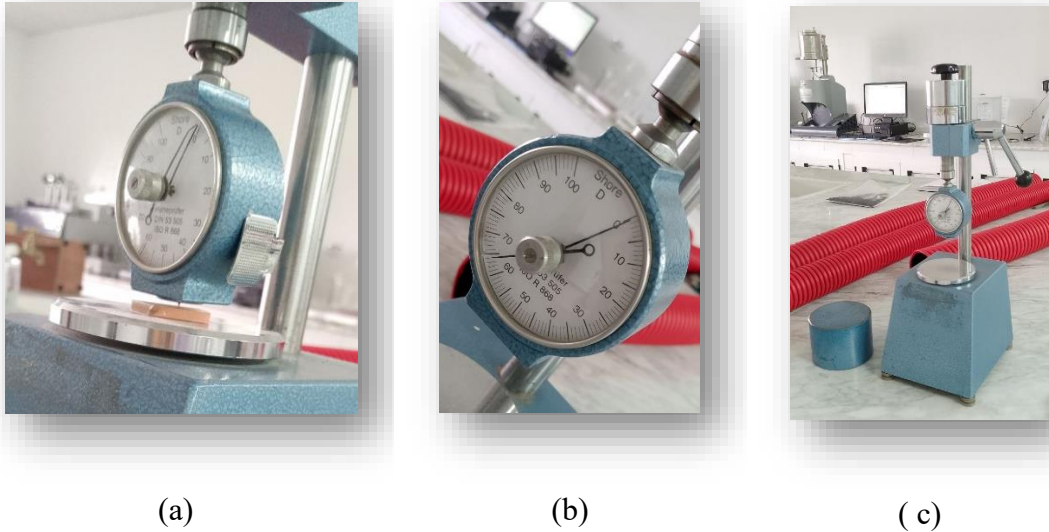


Figure 2.10 : photographies de l'appareil de dureté.

### 2.2. Essais physiques :

#### 2.2.1. Densité

La mesure de la densité ( $d$ ) des fragments de résine et de composites a été réalisée par pycnomètre, à l'aide d'une balance conforme à la norme ISO 1183-1 (méthode A) et conçue Pour les matériaux ayant une densité supérieure à 1 g/cm<sup>3</sup> [2]. La procédure suivie est décrite ci-dessous :

- 1) **Préparation du pycnomètre** : Nettoyer et sécher soigneusement le pycnomètre.
- 2) **Tare de la balance** : Tarer la balance pour éliminer la masse du pycnomètre vide.
- 3) **Prélèvement d'un échantillon** : Prélever un fragment de résine ou de composite d'une masse comprise entre 1 et 5 grammes.
- 4) **Pesée de l'échantillon dans l'air** : Placer l'échantillon sur la coupelle de la balance et enregistrer sa masse ( $W_a$ ) dans l'air.
- 5) **Tare de la balance et immersion de l'échantillon** : Tarer la balance à nouveau, puis immerger complètement l'échantillon dans le liquide d'immersion (eau distillée dans ce cas).
- 6) **Enregistrement de la masse volumique** : Relever la masse volumique ( $W_b$ ) de l'échantillon immergé dans le liquide.

La densité ( $d$ ) du matériau est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$W_a \times \rho_i$$

$$d = \frac{W_a - W_b}{V} \quad (\text{Eq.2.9}).$$

Où:

- $d$  est la densité du matériau (en g/cm).
- $W_a$  est la masse de l'échantillon dans l'air (en g).
- $W_b$  est la masse de l'échantillon immergé dans le liquide (en g).
- $\rho_l$  est la masse volumique du liquide d'immersion (en g/cm) (1 g/cm<sup>3</sup> pour l'eau distillée).

### Remarques :

- La valeur 0,0012 g/cm<sup>3</sup> correspond à la masse volumique de l'air dans des conditions Normales de température et de pression.
- Il est important de s'assurer que l'échantillon est complètement immergé dans le liquide d'immersion pour obtenir des résultats précis.
- Il est également important de répéter la mesure plusieurs fois pour obtenir une moyenne plus fiable.



Figure 2.11 : Photographie de la balance de densité.

### 2.2.2. Evaluation de durabilité des composites

Cette étude évalue l'adsorption de liquides par les composites et leur sensibilité à la dégradation chimique. Quatre échantillons par pourcentage de renfort sont immergés dans de l'eau du robinet, une solution acide, une solution basique et de l'eau de Javel.

Le suivi s'étend sur 7, 14, 21, 28 et 35 jours. Le gain de poids mesuré à chaque période d'immersion permet de calculer le pourcentage de gain de poids, identifiant ainsi les solutions et durées les plus dégradantes pour les composites [4].

### Matériels utilisés :

- Composites avec différents pourcentages de renfort.
- Quatre solutions : eau du robinet, solution acide, solution basique, eau de Javel.
- Bêchers.
- Balance.
- PH -mètre.

### Méthodologie :

#### 1) Préparation des échantillons :

- Prélever quatre échantillons identiques pour chaque pourcentage de matériau.
- Noter la masse initiale ( $m_i$ ) de chaque échantillon.

#### 2) Immersion des échantillons :

Plonger les échantillons dans des béchers Séparés contenant les solutions suivantes :

- Eau du robinet.
- Eau de Javel.
- Solution basique.
- Solution acide.
- Noter le pH de chaque solution.

#### 3) Vieillessement :

Les échantillons sont laissés immergés dans les solutions pour des périodes de 7, 14, 21, 28, 35 et 42 jours.

#### 4) Pesée des échantillons :

Après chaque période de vieillissement, les échantillons sont retirés de leurs solutions, soigneusement séchés, et leur masse finale ( $m_t$ ) est notée.

#### 5) Observation à l'œil nu :

À l'issue de chaque période de vieillissement, les échantillons sont extraits de leurs solutions respectives, séchés méticuleusement, puis leur masse finale ( $m_t$ ) est enregistrée. Le pourcentage de gain de poids des échantillons ( $G$ ) est calculé pour chaque durée de Vieillessement ( $t$ ) en utilisant la formule suivante :

$$G (\%) = [(m_t - m_i) / m_i] 100 \quad (\text{Eq.2.10}).$$

Où :

- $m_i$  : Masse initiale de l'échantillon.
- $m_t$  : Masse de l'échantillon après immersion pendant la durée  $t$ .



**Figure 2.12** : photographies des échantillons dans différents solutions.

(a) Eau de robinet (pH=7.5) ; (b) Eau de javel BREF (pH=11.5) ; (c) Solution basique NaOH (pH=14) ; (d) Solution acide H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (pH= 2)

### **Conclusion :**

Ce chapitre a été dédié à la présentation détaillée des méthodes de caractérisation physico-chimique et mécanique des fibres élémentaires. Les différents appareils et protocoles d'essais utilisés pour analyser les propriétés des fibres ont été décrits de manière approfondie. La deuxième partie de ce travail s'est concentrée sur la fabrication des plaques composites et la préparation des éprouvettes destinées aux différents essais statiques et dynamiques. L'ensemble des dispositifs expérimentaux mis en œuvre pour réaliser ces essais a été présenté en détail.

### Liste des références bibliographiques :

- [1]-An Introduction to Properties, Applications, and Design, 4th Ed., Elsevier, 2012. <https://www.sciencedirect.com/book/9780080966656/engineering-materials-1>
- [2]- Densité – Méthode du pycnomètre : ASTM D792 – Standard Test Methods for Density and Specific Gravity of Plastics by Displacement <https://www.astm.org/d0792-20.html>
- [3]-Résistance au choc (essai IZOD) et équation de résilience : Bharat Bhushan. Springer Handbook of Mechanical Engineering, Springer, 2008. <https://doi.org/10.1007/978-0-387-29295-0>
- [4]- Formules de pourcentage d'absorption (durabilité) et gain en masse : M. Jawaid & M. Thariq. Green Biocomposites: Design and Applications, Springer, 2017. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-46610-1>
- [5]-Calcul de la masse – Masse volumique – Dosage : Callister, W.D. & Rethwisch, D.G. Materials Science and Engineering: An Introduction, 9th Ed., Wiley, 2013. <https://archive.org/details/MaterialsScienceAndEngineering9thEdition>

**Chapitre 03 :**

*Résultats et*

*Discussion*

## Chapitre 3 : Résultats et Discussion

---

Ce chapitre présente les résultats techniques expérimentales mises en œuvre et leur interprétation.

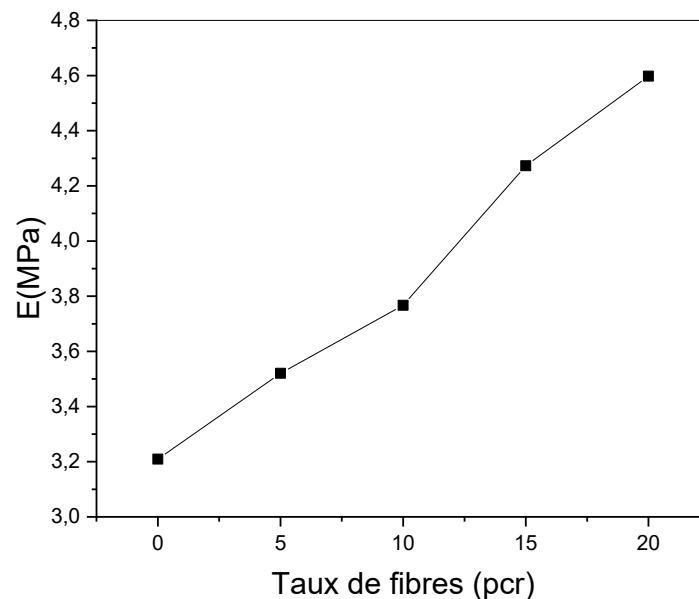
---

### 1. Essais mécaniques :

Les propriétés mécaniques des composites à matrice polyester renforcée par des fibres de corne de pin ont été évaluées en fonction du taux d'incorporation des fibres. Ces propriétés incluent spécifiquement la résistance à la traction, la résilience au choc (par essai IZOD) et la dureté Shore.

#### 1.1. Propriétés en Traction : Le Module de Young des Bio-composites

La Figure 3.2 illustre les variations du module de Young ( $E$ ), un indicateur fondamental de la rigidité d'un matériau et de sa résistance à la déformation élastique sous contrainte. Ces variations sont présentées pour des bio-composites à matrice de résine polyester (RP) renforcée par des fibres de corne de pin (CPP), en fonction du pourcentage de fibres incorporé.



**Figure 3.1:** Variations du module de Young des bio-composites **CPP** en fonction du taux de fibre

L'analyse de l'allure de la Figure 3.2 illustre clairement une corrélation quasi linéaire et positive entre le module de Young des bio-composites et la concentration en fibres de corne de pin (CPP) au sein de la matrice de résine polyester (RP), confirmant l'efficacité du renforcement.

## Chapitre 3 : Résultats et Discussion

---

En détaillant les observations : la matrice pure (0% de fibres) présente un module de Young d'environ 3,2 MPa. Une augmentation initiale significative est observée avec l'incorporation de 5% (en poids) de fibres, portant le module à approximativement 3,5 MPa, ce qui atteste d'un effet rigidifiant précoce. Par la suite, entre 5% et 20% de fibres, la rigidité du composite connaît une croissance continue et progressive : le module de Young atteint environ 3,75 MPa à 10% de fibres, s'élève à approximativement 4,25 MPa à 15%, et culmine à environ 4,6 MPa à 20% de fibres, démontrant une amélioration substantielle des propriétés mécaniques.

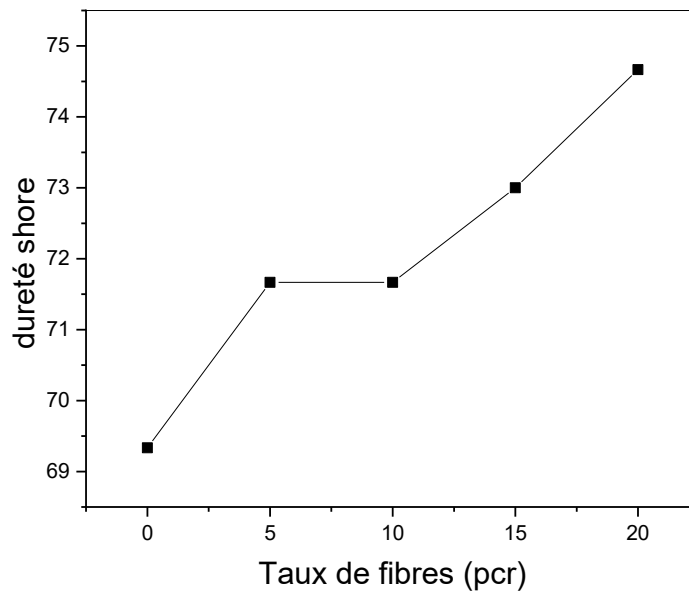
Les augmentations enregistrées sont dues au **rôle de renforcement des fibres naturelles**. Les fibres de corne de pin, principalement composées de cellulose, sont intrinsèquement **plus rigides** que la matrice de résine polyester [1-2]. Lorsqu'elles sont incorporées, elles **absorbent une partie des contraintes** appliquées au composite, réduisant ainsi sa déformation et augmentant sa rigidité globale (module de Young) [3].

L'efficacité de ce renforcement dépend crucialement de la **bonne adhésion entre les fibres et la matrice**. Une interface solide permet un **transfert de charge efficace** des contraintes de la matrice vers les fibres. La tendance quasi linéaire observée suggère une bonne compatibilité et une adhésion suffisante dans ce système CPP/RP [4-5]. Des travaux antérieurs sur les poudres de cônes de pin ont également rapporté une amélioration du module de Young, souvent liée à l'adhésion interfaciale [6].

Ces résultats concordent avec la littérature scientifique sur les composites à fibres naturelles, où l'intégration de fibres cellulosiques est largement reconnue pour améliorer la rigidité des polymères. En effet, des travaux ont montré que les fibres de kenaf rigidifient les composites biodégradables [7], et le principe de l'influence de la concentration et de la longueur des fibres sur les propriétés des composites est bien établi pour divers types de fibres, y compris les fibres naturelles et de verre [1,8].

### 1.3. Dureté shore des bio composites CPP :

La Figure 3.3 illustre les variations de la dureté Shore des bio-composites à base de résine polyester (RP) renforcée par des fibres de corne de pin (CPP), en fonction de leur pourcentage massique. La dureté Shore, qui évalue la résistance d'un matériau à la pénétration par un indenteur, reflète sa rigidité superficielle, sa résistance à l'abrasion et à la rayure.



**Figure 3.2 :** Variation de la dureté shore des bio-composites PPC en fonction du taux de fibre

L'examen de la Figure 3.3 révèle une tendance générale à l'accroissement de la dureté Shore des bio-composites avec l'augmentation du taux de fibres de corne de pin. Cependant, cette augmentation n'est pas uniforme et présente un palier distinct.

La dureté Shore de la matrice de résine polyester non renforcée (0% de fibres) est d'environ 69,3, servant de point de départ. L'intégration de 5% de fibres entraîne une élévation notable de la dureté, atteignant approximativement 71,5. Néanmoins, une phase de stagnation est observée entre 5% et 10% de fibres, la dureté restant stable aux alentours de 71,5, suggérant une efficacité de renforcement limitée dans cette plage. Par la suite, entre 10% et 20% de fibres, la dureté Shore redémarre sa progression de manière significative, atteignant environ 73 à 15% de fibres et culminant à approximativement 74,5 à 20% de fibres.

L'ajout de fibres de corne de pin rend le composite plus dur, ce qui est normal pour ce type de matériaux [3]. Ces fibres naturelles sont naturellement plus rigides et dures que la résine plastique seule, grâce à leur composition (principalement de la cellulose) [1-2]. Elles empêchent mieux l'enfoncement de l'outil de mesure, augmentant ainsi la résistance du matériau aux déformations locales et aux rayures en surface.

La stagnation de la dureté observée entre 5% et 10% de fibres constitue un point crucial, pouvant être expliquée par des défis liés à la distribution des fibres dans la matrice polymère. À ces concentrations, les fibres peuvent former des agrégats au lieu de se disperser uniformément, ce qui limite leur capacité de renforcement superficiel, voire fragilise le matériau [8]. De plus, une imprégnation incomplète des fibres par le plastique peut survenir à des taux élevés, créant des micro-vides ou des zones sous-imprégnées qui

## Chapitre 3 : Résultats et Discussion

---

réduisent la dureté globale et masquent l'effet bénéfique des fibres ajoutées [4]. Il est également plausible qu'à 5% de fibres, la surface du matériau atteigne déjà une densité de fibres suffisante pour sa dureté, rendant l'ajout ultérieur jusqu'à 10% peu efficace pour la dureté mesurée.

Au-delà de 10% (notamment entre 15% et 20%), la dureté recommence à augmenter. Cela suggère qu'à ces concentrations plus élevées, même s'il y a des petits problèmes de dispersion, la quantité totale de fibres rigides devient si importante qu'elle compense et crée un réseau de renforcement plus dense et efficace. Cela rend le matériau plus résistant à l'enfoncement et donc plus dur [5].

Ces résultats sont en accord avec la littérature existante, où l'augmentation de la dureté par l'incorporation de fibres naturelles est un phénomène bien établi dans le domaine des composites. Des recherches portant sur des matériaux analogues, tels que les composites polyesters renforcés par de la poudre de cône de pin, ont également mis en évidence des améliorations similaires, même si les valeurs absolues peuvent fluctuer selon les conditions de fabrication [6]. La survenue d'un plateau ou d'une dégradation des propriétés à des concentrations élevées de fibres est un point récurrent, souvent attribué aux défis de dispersion et d'enrobage [8]. D'où l'impératif d'optimiser les procédés de mélange de ces matériaux.

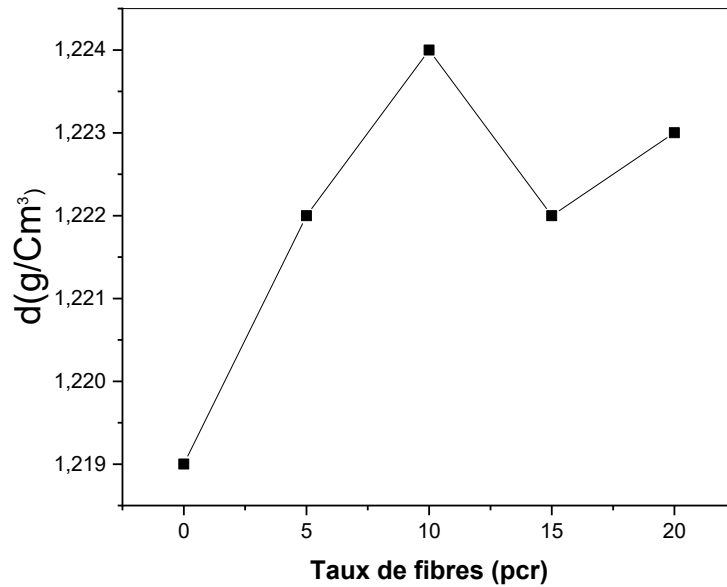
### 2. Essais physiques :

Les propriétés physiques (densité) des composites **PPC** ont été déterminées en fonction de taux de la charge.

#### 2.1.Densité :

Le graphique **Figure 3.4** illustre l'évolution de la densité ( $d$ ) d'un matériau composite en fonction du taux de fibres.

## Chapitre 3 : Résultats et Discussion



**Figure3.3 :** Variation de la densité des bio-composites PPC en fonction de taux de fibre.

L'analyse de la densité d'un matériau composite en fonction du taux de fibres (pcr) révèle un comportement non linéaire. Initialement, pour une matrice polymère pure (0 pcr), la densité est d'environ 1,219 g/Cm<sup>3</sup>. L'ajout de fibres jusqu'à 10 pcr entraîne une augmentation progressive de la densité, atteignant un pic de 1,224 g/Cm<sup>3</sup>. Cette tendance initiale est cohérente avec la règle des mélanges, suggérant que les fibres possèdent une densité intrinsèque supérieure à celle de la matrice :

$$\rho_c = \rho_f V_f + \rho_m V_m \quad (\text{Eq.1})$$

où :

$\rho_c$ ,  $\rho_f$ , et  $\rho_m$  représentent les densités du composite, de la fibre et de la matrice, respectivement, et  $V_f$  et  $V_m$  sont leurs fractions volumiques.

Cependant, au-delà de 10 pcr, la densité diminue à 1,220 g/Cm<sup>3</sup> à 15 pcr, avant une légère augmentation à 1,223 g/Cm<sup>3</sup> à 20 pcr. La variation non linéaire de la densité observée

Dans le composite est le résultat de l'interaction de plusieurs facteurs fondamentaux. Premièrement, l'agrégation et la dispersion des fibres jouent un rôle crucial. À des concentrations élevées, les fibres ont tendance à s'agglomérer et à former des faisceaux, un phénomène fréquemment observé dans les systèmes fortement chargés [9]. Cette

## Chapitre 3 : Résultats et Discussion

---

agglomération entraîne le piégeage d'air et la création de micro-vides, réduisant ainsi la compacité globale et la densité apparente du

Composite. Le pic de densité à 10 pcr suggère une concentration optimale où les fibres sont encore suffisamment bien dispersées pour maximiser la densification sans induire de porosités significatives dues à l'agglomération [10].

### **2.2.Evaluation de la durabilité de composites :**

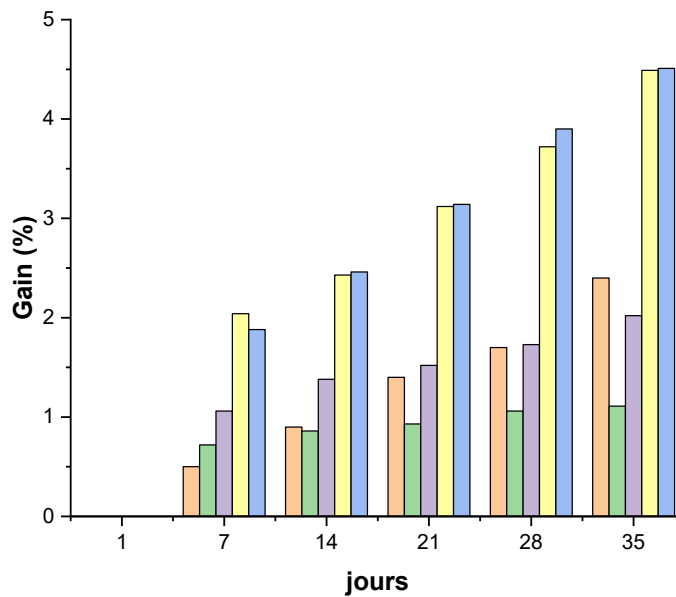
Cette étude vise à évaluer la durabilité des composites à base de matrice polyester renforcé par la fibre de corne de pin dans différents environnements agressifs. Des échantillons de composites ont t'immergés dans des solutions d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ), d'eau du robinet, d'hydroxyde de sodium (NaOH) et d'eau de Javel pendant une période de 30 jours. La variation de masse et l'état de surface des composites ont été analysés pour évaluer leur résistance à la dégradation dans ces environnements. Les résultats obtenus permettront de mieux comprendre le comportement de ces composites et de fournir des informations précieuses pour leur utilisation dans des applications exigeantes.

Les résultats du suivi de la durabilité des composites élaborés à différents taux de corne de pin (0-20%), dans les différents milieux pendant 30 jours sont illustrés sur la [figure 3.5].

#### **2.2.1. Immersion dans l'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ )**

La Figure 3.5 représente le gain de masse des matériaux composites, en fonction du taux de renfort de corne de pin, après 35 jours d'immersion dans une solution d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ). Ce type d'essai est crucial pour évaluer la durabilité des composites dans des environnements agressifs, un aspect fondamental pour leurs applications potentielles.

## Chapitre 3 : Résultats et Discussion



**Figure 3.4 :** le gain de masse des matériaux composites en fonction du taux de renfort de corne de pin après 35 jours d'immersion dans la solution d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ).

L'analyse du graphique révèle que tous les composites, quel que soit leur taux de renfort en corne de pin, subissent une augmentation de masse progressive au fil du temps d'immersion. Ce gain de masse est principalement dû à l'absorption de la solution d'acide sulfurique par le matériau composite. L'absorption d'humidité ou de solvants par les matériaux composites est un phénomène reconnu qui peut altérer leurs propriétés physiques et mécaniques [3].

On observe également une dépendance du gain de masse par rapport au taux de renfort. Il est clair que certains composites, probablement ceux avec des taux de fibres plus élevés, montrent un gain de masse significativement plus important après 35 jours. Cela suggère que l'incorporation des fibres de corne de pin, et en particulier à des concentrations plus élevées, peut augmenter la capacité du composite à absorber l'environnement acide. Cette augmentation de l'absorption peut s'expliquer par plusieurs facteurs. Premièrement, les fibres naturelles sont hydrophiles : les fibres de corne de pin, majoritairement cellulosiques, contiennent des groupes hydroxyle (-OH) qui attirent l'eau et les ions de la solution acide, favorisant l'absorption liquide [1]. Deuxièmement, la porosité et l'interface fibre-matrice jouent un rôle clé : l'ajout de nombreuses fibres peut créer des vides ou des chemins où le liquide peut s'infiltrer si l'adhérence ou le mouillage est insuffisant [8]. Ces défauts interfaciaux agissent comme des canaux de diffusion pour la solution corrosive [4]. Enfin, la dégradation des fibres est un facteur : une exposition prolongée à l'acide peut hydrolyser la cellulose des fibres, les dégradant et créant plus d'espace pour l'absorption du liquide ou des produits de dégradation [2 ;11].

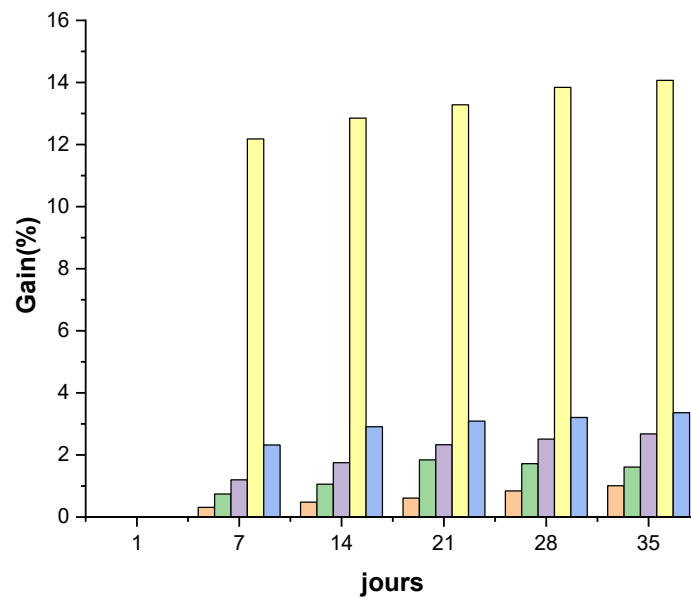
## Chapitre 3 : Résultats et Discussion

La perméabilité du matériau à l'environnement acide, comme l'indique le gain de masse, est un point préoccupant pour les applications en milieu agressif [12 -13]. Une absorption élevée de liquide peut entraîner le gonflement de la matrice et des fibres, une plastification du polymère,

et ultimement une réduction significative des propriétés mécaniques telles que la résistance à la traction, la flexion et la résilience au choc [14-15]. Ces altérations peuvent conduire à une dégradation structurelle et à une diminution de la durabilité à long terme du composite.

### 2.2.2. Immersion dans l'eau de robinet

La Figure 3.6 illustre le gain de masse (en %) des matériaux composites à base de matrice polyester et de renfort en fibres de corne de pin, après 35 jours d'immersion dans l'eau du robinet. Cette évaluation est cruciale pour comprendre la durabilité de ces composites dans des conditions environnementales standard ou humides, un facteur déterminant pour de nombreuses applications.



**Figure 3.5 :** Gain de masse des matériaux composites en fonction du taux de renfort de corne de pin après 35 jours d'immersion dans l'eau de robinet.

L'analyse du graphique révèle que tous les échantillons de composites présentent un gain de masse progressif au cours des 35 jours d'immersion. Ce gain est directement lié à l'absorption d'eau par le matériau. On observe également que l'ampleur du gain de masse varie significativement en fonction du taux de renfort en fibres de corne de pin. Les composites avec des taux de fibres plus élevés, affichent le gain de masse le plus

## Chapitre 3 : Résultats et Discussion

---

important, atteignant près de 4.5% après 35 jours. Les autres compositions de composites montrent des gains de masse plus modérés.

La capacité d'absorption d'eau des composites à base de fibres naturelles est un phénomène bien documenté [16], attribuable à plusieurs facteurs intrinsèques. Premièrement, la nature hydrophile des fibres de corne de pin joue un rôle majeur : les fibres naturelles, principalement composées de cellulose, contiennent de nombreux groupes hydroxyle (-OH) hautement polaires [17]. Ces groupes manifestent une forte affinité pour les molécules d'eau, entraînant l'absorption d'humidité et le gonflement des fibres [17]. L'augmentation de la proportion de fibres dans le

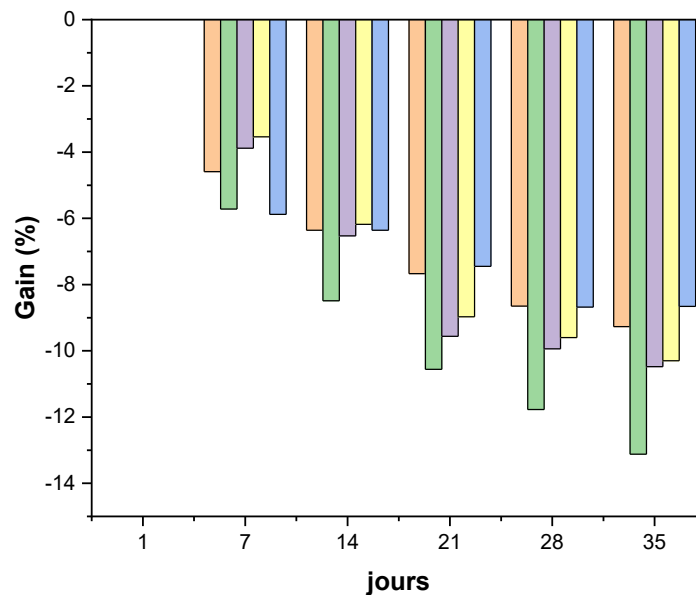
Composite accroît la disponibilité de ces groupes hydrophiles pour l'interaction avec l'eau [17]. Deuxièmement, la porosité du composite et la qualité de l'interface fibre-matrice sont des éléments clés : dans les composites fortement chargés en fibres, il est souvent difficile d'assurer une imprégnation complète des fibres par la matrice polymère, ce qui peut générer des micro-vides ou des porosités au sein du matériau [18]. Par ailleurs, la faible compatibilité entre les fibres naturelles hydrophiles et la matrice polyester hydrophobe peut créer des lacunes interfaciales [19]. Ces imperfections structurelles agissent comme des chemins capillaires, favorisant la pénétration de l'eau dans le composite [19]. Enfin, le chemin de diffusion de l'eau est impacté : bien que l'eau puisse diffuser à travers la matrice polymère elle-même, la présence de fibres naturelles et d'une interface imparfaite fournit des voies de diffusion plus rapides [19].

Une fois à l'intérieur, l'eau peut s'accumuler dans les micro-fissures, les cavités et les espaces interfaciaux, contribuant ainsi au gain de masse global du matériau [19].

Bien que le gain de masse dans l'eau du robinet soit généralement moins prononcé que dans des milieux plus agressifs comme l'acide sulfurique (comme observé dans la [Figure 3.5]), une absorption d'eau significative reste préoccupante [16]. Une absorption d'humidité excessive peut entraîner le gonflement des fibres [20], la plastification de la matrice [21], un affaiblissement de l'interface fibre-matrice [20], et par conséquent, une diminution notable des propriétés mécaniques (rigidité, résistance, stabilité dimensionnelle) [20-21] et de la durabilité à long terme du composite.

### 2.2.3. Immersion dans l'hydroxyde de sodium

La Figure 3.7 illustre le gain de masse (en %) des matériaux composites à base de matrice polyester, renforcés par des fibres de corne de pin, après 35 jours d'immersion dans une solution d'hydroxyde de sodium. Cette évaluation est cruciale pour comprendre la durabilité de ces composites dans des environnements alcalins, un facteur déterminant pour de nombreuses applications.



**Figure 3.6 :** Gain de masse des matériaux composites en fonction du taux de renfort de corne de pin après 35 jours d’immersion dans la solution de la soude (NaOH).

L'analyse du graphique montre une diminution progressive de la masse des composites au fil du temps d'exposition à la soude [Figure 3.7]. Cette perte de masse est d'autant plus prononcée que le taux de renfort en fibres de corne de pin est élevé, avec certaines compositions (notamment les barres bleues et jaunes claires) atteignant une perte de masse supérieure à 10% après 35 jours [Figure 3.7]. Les principales raisons de cette perte de masse en milieu alcalin incluent la dégradation des fibres lignocellulosiques par hydrolyse alcaline. Les fibres de corne

De pin, composées de cellulose, d'hémicellulose et de lignine [22], subissent une hydrolyse des hémicelluloses, et dans une moindre mesure, de la lignine et de la cellulose, sous l'effet d'un environnement fortement alcalin comme la solution de NaOH [22-23]. Ce processus décompose et élimine les composants de la fibre, provoquant ainsi une perte de matière [24]. L'hémicellulose, en particulier, est très sensible à l'attaque alcaline due à sa nature amorphe et à ses liaisons facilement hydrolysables [24]. Parallèlement, la solubilisation de la matrice polymère par saponification contribue également à cette perte. Bien que le polyester montre une résistance relative, une exposition prolongée au NaOH peut induire une saponification des groupes ester de la résine polyester [25-26]. Cette réaction dégrade la matrice en sels d'acides carboxyliques solubles qui sont ensuite lessivés, augmentant la perte de masse [25-26]. Ce phénomène est souvent plus lent que l'hydrolyse des fibres mais devient significatif sur le long terme. Enfin, le lessivage de composants non structuraux, tels que des additifs, des plastifiants ou des résidus non

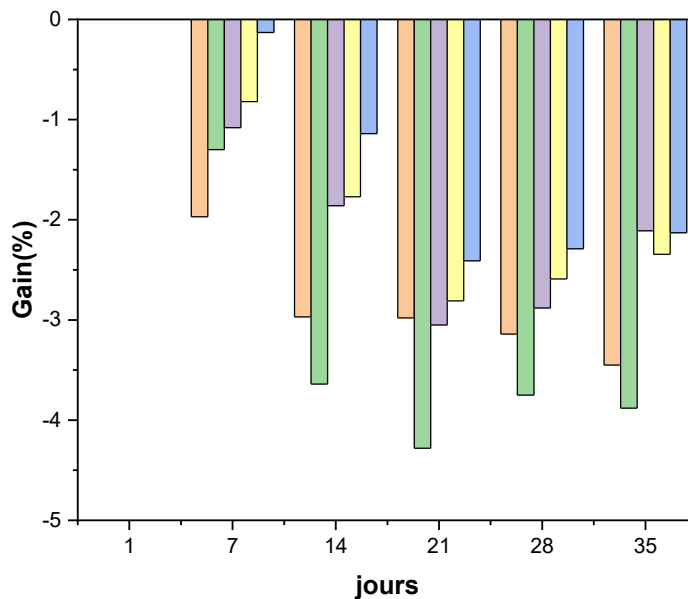
## Chapitre 3 : Résultats et Discussion

réagis présents dans la matrice ou les fibres, peut également être provoqué par la solution alcaline, participant ainsi à la perte de masse observée [27].

La dépendance de la perte de masse vis-à-vis du taux de renfort suggère que la dégradation des fibres est un facteur prépondérant dans ce processus [22-23]. Plus il y a de fibres de corne de pin (hydrolysables par l'alcali) dans le composite, plus la perte de masse est importante.

### 2.2.4. Immersion dans l'eau de javel

La **Figure 3.8** illustre l'évolution du gain de masse (en %) des matériaux composites à base de matrice polyester et de renfort en fibres de corne de pin, après 35 jours d'immersion dans l'eau de Javel. Le graphique met en évidence une perte de masse pour tous les échantillons, ce qui est un indicateur de dégradation du matériau dans ce milieu oxydant. Cette perte de masse est un phénomène critique pour évaluer la durabilité des composites dans des environnements contenant de l'eau de Javel.



**Figure 3.7 :** Évolution de la masse (perte en %) des matériaux composites en fonction du taux de renfort de corne de pin après 35 jours d'immersion dans l'eau de Javel.

L'analyse des barres de la Figure 3.8 révèle une diminution progressive de la masse des composites au fil du temps d'exposition à l'eau de Javel, avec une perte pouvant atteindre environ 3-4% après 35 jours pour certaines compositions.

Les principales raisons de cette perte de masse en milieu d'eau de Javel sont multifactorielles. Premièrement, l'oxydation et la dégradation des fibres

## Chapitre 3 : Résultats et Discussion

---

lignocellulosiques jouent un rôle majeur. L'eau de Javel, en tant que solution d'hypochlorite de sodium, est reconnue comme un puissant agent oxydant et blanchissant [28-31]. Les fibres de corne de pin, étant d'origine lignocellulosique (composées de cellulose, hémicellulose et lignine), sont particulièrement sensibles à l'oxydation [32]. L'hypochlorite de sodium est capable d'attaquer et de dégrader ces composants, en particulier les hémicelluloses et la lignine, qui sont plus accessibles aux réactifs chimiques en raison de leur structure moins cristalline que la cellulose [33]. Cette dégradation entraîne la solubilisation et le lessivage des composants de la fibre, contribuant directement à la perte de masse [33]. Il est à noter que le blanchiment des fibres, qui vise à éliminer des

Impuretés comme la lignine, peut également affaiblir la structure fibreuse si le traitement est trop agressif [34].

Deuxièmement, une possible attaque de la matrice polyester ne peut être exclue. Bien que le polyester soit généralement considéré comme résistant à divers produits chimiques, y compris certaines bases et acides faibles [35-36], une exposition prolongée à un agent oxydant puissant tel que l'eau de Javel peut potentiellement provoquer une certaine dégradation de la matrice polymère [37-38]. L'eau de Javel est connue pour être corrosive et peut affecter certains matériaux en fonction de sa concentration et de la durée d'exposition [39-40]. La rupture des liaisons ester de la résine polyester par oxydation pourrait conduire à la formation de fragments solubles qui seraient lessivés du composite, contribuant ainsi à la perte de masse. Cependant, la Résistance du polyester à l'eau de Javel étant souvent bonne, cet effet est probablement moins prononcé que la dégradation des fibres [36].

Enfin, le lessivage de substances non structurales contribue également à la perte de masse observée. À l'instar d'autres milieux agressifs, des additifs, des plastifiants ou des résidus non réagis présents dans la matrice ou les fibres peuvent être solubilisés et lessivés par la solution d'eau de Javel [41].

La Figure 3.8 indique que la perte de masse semble augmenter avec le temps d'immersion, suggérant une dégradation continue. La variabilité entre les compositions (représentées par différentes couleurs de barres) met en lumière l'influence du taux de renfort sur la susceptibilité à la dégradation. Une plus grande proportion de fibres de corne de pin (plus vulnérables à l'oxydation que le polyester) pourrait expliquer une perte de masse plus importante pour certains échantillons.

## Chapitre 3 : Résultats et Discussion

---

### Conclusion :

1. Le module de Young, paramètre clé de la rigidité, s'avère significativement amélioré par l'incorporation de fibres de corne de pin dans la résine polyester, soulignant l'importance de ce renfort pour le développement de bio-composites durables et performants.
2. L'incorporation de fibres de corne de pin améliore significativement la dureté Shore des bio-composites à base de résine polyester. Ce renforcement, bien que non linéaire (avec un plateau entre 5% et 10%), est essentiel pour le développement de matériaux durables valorisant des ressources renouvelables, notamment pour des applications exigeant une haute résistance de surface.
3. La variation de la densité du composite, caractérisée par une augmentation jusqu'à un pic d'environ  $1,224 \text{ g/Cm}^3$  à 10 pcr, suivie d'une diminution puis d'une légère récupération, illustre que la densification optimale dépend d'un équilibre complexe entre la teneur en fibres, leur dispersion, la qualité de l'interface et les conditions de fabrication.
4. L'immersion dans l'acide sulfurique provoque un gain de masse chez tous les composites, particulièrement ceux à forte teneur en fibres, ce qui témoigne d'une faible durabilité du matériau en milieu acide fort, avec un risque de gonflement, de perte de résistance et de dégradation à long terme.
5. L'immersion dans l'eau entraîne un gain de masse pour tous les composites, plus prononcé pour ceux à forte teneur en fibres (jusqu'à 4.5%), ce qui peut engendrer un gonflement des fibres, un affaiblissement de l'interface fibre-matrice, et ultimement une réduction des propriétés mécaniques et de la durabilité du composite.
6. L'exposition des composites à une solution de soude (NaOH) entraîne une perte de masse notable, particulièrement prononcée pour les échantillons à forte teneur en fibres (dépassant parfois 10%), ce qui indique une dégradation chimique significative et rend ces matériaux inadaptés à une utilisation durable en milieu basique fort.
7. L'immersion dans l'eau de Javel entraîne une perte de masse progressive (jusqu'à 3-4% pour certains échantillons) des composites, attestant d'une dégradation oxydative continue qui rend ces matériaux inadaptés à une exposition prolongée aux agents blanchissants ou oxydants.

### Liste des références bibliographiques :

- [1]-Bledzki, A. K., & Gassan, J. (1999). Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science*, 24(2), 221–274. (DOI: [10.1016/S0079-6700\(98\)00018-5](https://doi.org/10.1016/S0079-6700(98)00018-5)).
- [2]-John, M. J., & Thomas, S. (2008). Biofibres and biocomposites. *Carbohydrate Polymers*, 71(3), 343–364. (DOI: [10.1016/j.carbpol.2007.05.040](https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2007.05.040)).
- [3]-Mallick, P. K. (2007). *Fiber-Reinforced Composites : Materials, Manufacturing, and Design* (3rd ed.). CRC Press. (DOI: [10.1201/9781420005981](https://doi.org/10.1201/9781420005981)).
- [4]-George, J., Sreekala, M. S., & Thomas, S. (2001). Interface modification and characterization of natural fiber reinforced plastic composites. *Polymer Engineering & Science*, 41(9), 1471–1485. (DOI: [10.1002/pen.10842](https://doi.org/10.1002/pen.10842)).
- [5]-Facca, A. G., Kortschot, M. T., & Yan, N. (2007). Predicting the tensile strength of natural fibre reinforced thermoplastics. *Composites Science and Technology*, 67(11–12), 2454–2466. (DOI: [10.1016/j.compscitech.2007.03.023](https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2007.03.023)).
- [6]-Kuru, D., & Akpınar Borazan, A. (2016). Production of Polyester Composite Material Using Pine Cone Powder as Reinforcement. *Production of Polyester Composite Material Using Pine Cone Powder as Reinforcement*.
- [7]-Nishino, T., Hirao, K., Kotera, M., Nakamae, K., & Inagaki, H. (2003). Kenaf reinforced biodegradable composite. *Composites Science and Technology*, 63(9), 1281–1286. (DOI: [10.1016/S0266-3538\(03\)00069-X](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(03)00069-X)).
- [8]-Thomason, J. L., & Vlug, M. A. (2002). Influence of fibre length and concentration on the properties of glass fibre reinforced polypropylene. *Composites Part A*, 33(11), 1641–1652. (DOI: [10.1016/S1359-835X\(02\)00179-3](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(02)00179-3)).
- [9]-Fu, S. Y., Lauke, B., Li, X., Hu, Z., & Mai, Y. W. (2008). "Effects of fibre aspect ratio and fibre content on the mechanical properties of short glass fibre reinforced polypropylene composites." *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 39(8), 1261-1270. (DOI: [10.1016/j.compositesa.2008.01.002](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2008.01.002)).
- [10]-Chawla, K. K. (2012). *Composite Materials: Science and Engineering*. Springer. (DOI: [10.1007/978-0-387-74365-3](https://doi.org/10.1007/978-0-387-74365-3)).
- [11]-Roman, M., & Winter, W. T. (2004). Effect of Sulfate Groups from Sulfuric Acid Hydrolysis on the Thermal Degradation Behavior of Bacterial Cellulose. *Biomacromolecules*, 5(5), 1671-1677. (DOI: [10.1021/bm034519+](https://doi.org/10.1021/bm034519+)).
- [12] El-Habashy, H. E. (2014). EFFECT OF SULFURIC ACID ON THE BEHAVIOR OF A COMPOSITE BASED POLYMER REINFORCED WITH GLASS FIBERS. *Revue des matériaux et énergies renouvelables*, 2(2), 117-124.
- [13]- Mahmoud, M. K., & Tantawi, S. H. (2003). Effect of Strong Acids on Mechanical Properties of Glass/Polyester GRP Pipe at Normal and High Temperatures. *Polymer–Plastics Technology and Engineering*, 42(4), 677-688. (DOI: [10.1081/PPT-120023102](https://doi.org/10.1081/PPT-120023102)).

### Chapitre 3 : Résultats et Discussion

---

- [14]-Singha, R. K., & Singh, P. K. (2021). Thermogravimetric Analysis Properties of Cellulosic Natural Fiber Polymer Composites : A Review on Influence of Chemical Treatments. *Polymers*, 13(16), 2710. (DOI: [10.3390/polym13162710](https://doi.org/10.3390/polym13162710)).
- [15]-Al-Shammery, M. R., Al-Zubeidy, R. S. S., & Naji, S. M. (2013). Effects of two aqueous acidic solutions on polyester and bisphenol A epoxy vinyl ester resins.
- [16]-Senthilkumar, K., Tamilselvan, V., & Jayabal, S. (2018). Water absorption characteristics of natural fibre reinforced polymer composites: A review. *Journal of Mechanical and Civil Engineering\**, 15(4), 07-16. (DOI: [10.9790/1684-1504020716](https://doi.org/10.9790/1684-1504020716)).
- [17]-Poletto, M., Zattera, A. J., & Santana, R. M. C. (2012). Thermal degradation of wood-plastic composites: A review. *Waste and Biomass Valorization\**, 3(3), 297-307. (DOI: [10.1007/s12649-012-9130-1](https://doi.org/10.1007/s12649-012-9130-1)).
- [18]-Liu, W., Mohanty, A. K., & Drzal, L. T. (2009). The effect of alkali treatment on the physical and mechanical properties of natural fiber composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing\**, 40(6), 665-675. (DOI: [10.1016/j.compositesa.2009.02.002](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.02.002)).
- [19]-Ramamoorthy, S. K., Skrifvars, B., & Persson, A. (2015). A review of natural fibers as reinforcements in composites: Properties and applications. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing\**, 74, 5-1. (DOI: [10.1016/j.compositesa.2015.01.005](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.01.005)).
- [20]-Sanjay, M. R., Arpitha, G. R., & Senthamaraiannan, P. (2017). Characterization of natural fiber reinforced polymer composites. *Journal of Composite Materials\**, 51(9), 1183-1200. (DOI: [10.1177/0021998316667319](https://doi.org/10.1177/0021998316667319)).
- [21]-Ku, H., Wang, H., Pattarachaiyakoop, N., & Savalani, M. (2011). A review on the tensile properties of natural fiber reinforced polymer composites. *Composites Part B: Engineering\**, 42(4), 856-873. (DOI: [10.1016/j.compositesb.2011.01.007](https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2011.01.007)).
- [22]-Sgriecchia, N., Hawley, M. C., & Misra, M. (2004). Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35(11), 1253-1265. (DOI: [10.1016/j.compositesa.2004.06.002](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2004.06.002)).
- [23]-Reddy, N., & Yang, Y. (2005). Biofibers from agricultural byproducts for industrial applications. *Trends in Biotechnology*, 23(1), 22-27. (DOI: [10.1016/j.tibtech.2004.11.002](https://doi.org/10.1016/j.tibtech.2004.11.002)).
- [24]-Sun, X. F., Xu, F., Sun, R. C., & Fowler, P. (2005). Characterization of glycerol-alkaline treated wheat straw. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(26), 10196-10204. (DOI: [10.1021/jf051662t](https://doi.org/10.1021/jf051662t)).
- [25]-Ray, D., Sardar, D., & Nayak, B. K. (2013). Water uptake behavior and chemical resistance of natural fiber composites. In *Handbook of Green Materials* (pp. 417-438). World Scientific Publishing Co. (DOI: [10.1142/9789814407844\\_0019](https://doi.org/10.1142/9789814407844_0019)).
- [26]-Mohanty, A. K., Misra, M., & Drzal, L. T. (2002). Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites: An Overview. *Macromolecular Materials and Engineering*, 287(7), 499-506. (DOI: [10.1002/mame.200290001](https://doi.org/10.1002/mame.200290001)).

### Chapitre 3 : Résultats et Discussion

---

- [27]-Sanjay, M. R., Arpitha, G. R., & Senthamaraiannan, P. (2017). Characterization of natural fiber reinforced polymer composites. *Journal of Composite Materials*, 51(9), 1183-1200. (DOI: [10.1177/0021998316667319](https://doi.org/10.1177/0021998316667319)).
- [28]-Sun, X. F., Xu, F., Sun, R. C., & Fowler, P. (2005). Characterization of glycerol-alkaline treated wheat straw. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(26), 10196-10204. (DOI: [10.1021/jf051662t](https://doi.org/10.1021/jf051662t)).
- [29]-Ray, D., Sardar, D., & Nayak, B. K. (2013). Water uptake behavior and chemical resistance of natural fiber composites. In *Handbook of Green Materials* (pp. 417-438). World Scientific Publishing Co. (DOI: [10.1142/9789814407844\\_0019](https://doi.org/10.1142/9789814407844_0019)).
- [30]-Pickering, K. L., Efendy, A. M. A., & Le, T. M. (2016). A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 83, 98-112. (DOI: [10.1016/j.compositesa.2015.10.024](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2015.10.024)).
- [31]-Li, X., Tabil, L. G., & Panigrahi, S. (2007). Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: A review. *Journal of Polymers and the Environment*, 15(1), 25-33. (DOI: [10.1007/s10924-006-0042-4](https://doi.org/10.1007/s10924-006-0042-4)).
- [32]-Sgriecia, N., Hawley, M. C., & Misra, M. (2004). Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 35(11), 1253-1265. (DOI: [10.1016/j.compositesa.2004.06.002](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2004.06.002)).
- [33]-Saha, P., & Tripura, D. (2015). Recent trends in natural fiber based composites: A review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 34(13), 1104-1127. (DOI: [10.1177/0731684415579998](https://doi.org/10.1177/0731684415579998)).
- [34]-Mohanty, A. K., Misra, M., & Drzal, L. T. (2002). Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites: An Overview. *Macromolecular Materials and Engineering*, 287(7), 499-506. (DOI: [10.1002/mame.200290001](https://doi.org/10.1002/mame.200290001)).
- [35]-Wang, X., & Wu, Q. (2006). Development of natural fiber-reinforced polymer composites for building materials applications. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy*, 1(2), 263-271. (DOI: [10.1166/jbmb.2006.024](https://doi.org/10.1166/jbmb.2006.024)).
- [36]-Kalia, S., Kaith, S. B., & Kaur, I. (2009). Pretreatments of natural fibres and their application as reinforcing material in polymer composites—a review. *Polymer Engineering & Science*, 49(7), 1253-1272. (DOI: [10.1002/pen.21326](https://doi.org/10.1002/pen.21326)).
- [37]-Garkhail, S. K., Heijenrath, R. W., & Peijs, T. (2000). Mechanical properties of natural fibre reinforced polypropylene composites: the effect of fibre content, surface treatment and matrix modification. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 31(7), 755-763. (DOI: [10.1016/S1359-835X\(00\)00078-4](https://doi.org/10.1016/S1359-835X(00)00078-4)).
- [38]-Saheb, D. N., & Jog, B. P. (1999). Natural fiber polymer composites: a review. *Advances in Polymer Technology*, 18(4), 351-363. (DOI: [10.1002/\(SICI\)1098-2329\(199924\)18:4<351::AID-ADV7>3.0.CO;2-X](https://doi.org/10.1002/(SICI)1098-2329(199924)18:4<351::AID-ADV7>3.0.CO;2-X)).
- [39]-Reddy, N., & Yang, Y. (2005). Biofibers from agricultural byproducts for industrial applications. *Trends in Biotechnology*, 23(1), 22-27. (DOI: [10.1016/j.tibtech.2004.11.002](https://doi.org/10.1016/j.tibtech.2004.11.002)).

### Chapitre 3 : Résultats et Discussion

---

[40]-Li, Y., Mai, Y. W., & Ye, L. (2000). Sisal fibre and its composites: a review of recent developments. *Composites Science and Technology*, 60(11), 2037-2055. (DOI: [10.1016/S0266-3538\(00\)00107-0](https://doi.org/10.1016/S0266-3538(00)00107-0)).

[41]-Sanjay, M. R., Arpitha, G. R., & Senthamarai kannan, P. (2017). Characterization of natural fiber reinforced polymer composites. *Journal of Composite Materials*, 51(9), 1183-1200. (DOI: [10.1177/0021998316667319](https://doi.org/10.1177/0021998316667319))

*Conclusion générale*

## Conclusion Générale

---

La présente recherche porte sur la caractérisation et la fabrication d'un matériau composite à base de résine polyester renforcé par des fibres de corne de pin. Ce travail s'inscrit dans une démarche de valorisation de ressources naturelles renouvelables et vise le développement de bio-composites durables aux performances mécaniques et physico-chimiques intéressantes.

À travers les différentes études et expérimentations menées, nous sommes parvenus aux résultats suivants :

-Dans un premier temps, une revue approfondie a permis de mettre en lumière les caractéristiques botaniques, chimiques et structurales des cornes de pin, soulignant leur potentiel en tant que renfort naturel dans les matériaux composites. Par ailleurs, les fondements théoriques de la fabrication des composites ont été exposés, offrant ainsi une base solide pour la suite du travail.

-Ensuite, la méthodologie expérimentale a été développée en deux volets : d'une part, la caractérisation physico-chimique et mécanique des fibres élémentaires, à l'aide de techniques et d'appareils spécifiques ; d'autre part, la fabrication des plaques composites ainsi que la préparation des éprouvettes nécessaires aux essais statiques et dynamiques. L'ensemble des dispositifs expérimentaux mis en œuvre a été détaillé avec rigueur.

-Le module de Young, paramètre clé de la rigidité, s'avère significativement amélioré par l'incorporation de fibres de corne de pin dans la résine polyester, soulignant l'importance de ce renfort pour le développement de bio-composites durables et performants.

-L'incorporation de fibres de corne de pin améliore significativement la dureté Shore des bio-composites à base de résine polyester. Ce renforcement, bien que non linéaire (avec un plateau entre 5% et 10%), est essentiel pour le développement de matériaux durables valorisant des ressources renouvelables, notamment pour des applications exigeant une haute résistance de surface.

-La variation de la densité du composite, caractérisée par une augmentation jusqu'à un pic d'environ 1,224 g/cm<sup>3</sup> à 10%, suivie d'une diminution puis d'une légère récupération, illustre que la densification optimale dépend d'un équilibre complexe entre la teneur en fibres, leur dispersion, la qualité de l'interface et les conditions de fabrication.

L'immersion dans l'acide sulfurique provoque un gain de masse chez tous les composites, particulièrement ceux à forte teneur en fibres, ce qui témoigne d'une faible durabilité du

## Conclusion Générale

---

matériau en milieu acide fort, avec un risque de gonflement, de perte de résistance et de dégradation à long terme.

-L'immersion dans l'eau entraîne un gain de masse pour tous les composites, plus prononcé pour ceux à forte teneur en fibres (jusqu'à 4,5 %), ce qui peut engendrer un gonflement des fibres, un affaiblissement de l'interface fibre-matrice, et ultimement une réduction des propriétés mécaniques et de la durabilité du composite.

-L'exposition des composites à une solution de soude (NaOH) entraîne une perte de masse notable, particulièrement prononcée pour les échantillons à forte teneur en fibres (dépassant parfois 10 %), ce qui indique une dégradation chimique significative et rend ces matériaux inadaptés à une utilisation durable en milieu basique fort.

-L'immersion dans l'eau de Javel entraîne une perte de masse progressive (jusqu'à 3–4 % pour certains échantillons) des composites, attestant d'une dégradation oxydative continue qui rend ces matériaux inadaptés à une exposition prolongée aux agents blanchissants ou oxydants.

### **Perspective :**

Notre étude fera l'objet d'une étude approfondie notamment Lespert concèderiez section de matériaux composite.

Les résultats obtenus nous ont permis de réaliser ce travaille dans le cadre d'un projet startup sous la resolusion ministerielle 1275.

## Annexes

**Annexe 1:** données de teste de traction.

Taux	$\sigma$ (MPa)	$\varepsilon$ (%)	E (MPa)
0	36.2667	11.3	3.2094
5	25.7	7.3	3.5205
10	23.73	6.333	3.7468
15	18.8	4.4	4.2727
20	26.6667	5.7	4.6783

**Annexe 2 :** les données de teste de densité.

Taux	La moyenne : $d(\text{g/cm}^3)$
0 pcr	1.219
5 pcr	1.222
10 pcr	1.224
15 pcr	1.222
20 pcr	1.223

**Annexe 3:** Données de test de dureté.

Taux	Dureté
0 pcr	60.3333
5 pcr	71.6666
10 pcr	71.6667
15 pcr	73
20 pcr	74.6667

## Annexes

**Annexe 4 : données de durabilité du composite pour 0 per**

Milieu	Acide fort(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) PH=2			Eau de robinet PH=7.5			Eau de javel PH=11.5			Base forte (NaOH) PH =14		
	Mi	Mt	G (%)	mi	Mt	G(%)	Mi	Mt	G (%)	Mi	Mt	G (%)
<b>1</b>	1.7630	1.7630	0	0.9992	0.9992	0	0.7573	0.7573	0	0.8902	0.8902	0
<b>7</b>	1.7630	1.7719	0.5	0.9992	1.0023	0.31	0.7573	0.7424	-1.97	0.8902	0.8493	-4.59
<b>14</b>	1.7630	1.7802	0.9	0.9992	1.0040	0.48	0.7573	0.7369	-2.97	0.8902	0.8336	-6.36
<b>21</b>	1.7630	1.7876	1.4	0.9992	1.0053	0.61	0.7573	0.7348	-2.98	0.8902	0.8219	-7.67
<b>28</b>	1.7630	1.7940	1.7	0.9992	1.0076	0.84	0.7573	0.7335	-3.14	0.8902	0.8132	-8.65
<b>35</b>	1.7630	1.8068	2.4	0.9992	1.0093	1.01	0.7573	0.7312	-3.45	0.8902	0.8077	-9.27

**Annexe 5 : données de durabilité du composite pour 5 per**

Milieu	Acide fort(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) PH=2			Eau de robinet PH=7.5			Eau de javel PH=11.5			Base forte (NaOH) PH =14		
	Mi	Mt	G (%)	Mi	Mt	G(%)	Mi	mt	G(%)	Mi	Mt	G(%)
<b>1</b>	1.0832	1.0832	0	0.7251	0.7251	0	0.7306	0.7306	0	1.1317	1.1317	0
<b>7</b>	1.0832	1.0910	0.72	0.7251	0.7305	0.74	0.7306	0.7211	-1.30	1.1317	1.0669	-5.72
<b>14</b>	1.0832	1.0925	0.86	0.7251	0.7328	1.06	0.7306	0.7045	-3.64	1.1317	1.0356	-8.49
<b>21</b>	1.0832	1.0933	0.93	0.7251	0.7385	1.84	0.7306	0.6993	-4.28	1.1317	1.0122	-10.56
<b>28</b>	1.0832	1.0947	1.06	0.7251	0.7376	1.72	0.7306	0.7032	-3.75	1.1317	1.0031	-11.77
<b>35</b>	1.0832	1.0952	1.11	0.7251	0.7368	1.61	0.7306	0.7022	-3.88	1.1317	0.9832	-13.12

**Annexe 6 : données de durabilités du composite pour 10 per**

Milieu	Acide fort(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) PH=2			Eau de robinet PH=7.5			Eau de javel PH=11.5			Base forte (NaOH) PH =14		
	Mi	Mt	G(%)	Mi	Mt	G(%)	Mi	mt	G(%)	Mi	Mt	G(%)
<b>1</b>	1.5574	1.5574	0	1.1557	1.1557	0	0.9063	0.9063	0	1.1770	1.1770	0
<b>7</b>	1.5574	1.5740	1.06	1.1557	1.1696	1.20	0.9063	0.8965	-1.08	1.1770	1.1313	-3.88
<b>14</b>	1.5574	1.5789	1.38	1.1557	1.1760	1.75	0.9063	0.8894	-1.86	1.1770	1.1001	-6.53
<b>21</b>	1.5574	1.5810	1.52	1.1557	1.1826	2.33	0.9063	0.8786	-3.05	1.1770	1.0644	-9.56
<b>28</b>	1.5574	1.5843	1.73	1.1557	1.1848	2.51	0.9063	0.8802	-2.88	1.1770	1.0600	-9.94
<b>35</b>	1.5574	1.5889	2.02	1.1557	1.1867	2.68	0.9063	0.8872	-2.11	1.1770	1.0536	-10.48

## Annexes

**Annexe 6 : données de durabilités du composite pour 15 pcr**

Milieu	Acide fort(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) PH=2			Eau de robinet PH=7.5			Eau de javel PH=11.5			Base forte (NaOH) PH =14		
	Mi	mt	G(%)	mi	Mt	G(%)	Mi	Mt	G(%)	mi	Mt	G(%)
<b>1</b>	1.6991	1.6991	0	0.9094	0.9094	0	0.5119	0.5119	0	0.8631	0.8631	0
<b>7</b>	1.6991	1.7338	2.04	0.9094	1.0202	12.18	0.5119	0.5077	-0.82	0.8631	0.8325	-3.54
<b>14</b>	1.6991	1.7404	2.43	0.9094	1.0263	12.85	0.5119	0.5028	-1.77	0.8631	0.8097	-6.18
<b>21</b>	1.6991	1.7521	3.12	0.9094	1.0302	13.28	0.5119	0.4975	-2.81	0.8631	0.7856	-8.97
<b>28</b>	1.6991	1.7623	3.72	0.9094	1.0353	13.84	0.5119	0.4986	-2.59	0.8631	0.7802	-9.60
<b>35</b>	1.6991	1.7755	4.49	0.9094	1.0374	14.07	0.5119	0.4999	-2.344	0.8631	0.7742	-10.3

**Annexe 7 : données de durabilités du composite pour 20pcr**

Milieu	Acide fort(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) PH=2			Eau de robinet PH=7.5			Eau de javel PH=11.5			Base forte (NaOH) PH =		
	Mi	Mt	G(%)	mi	Mt	G(%)	mi	Mt	G(%)	mi	Mt	G(%)
<b>1er j</b>	1.3692	1.3692	0	0.9094	0.9094	0	0.6809	0.6809	0	0.8631	0.8631	0
<b>7</b>	1.3692	1.3950	1.88	0.9094	0.9305	2.32	0.6809	0.6800	-0.13	0.8631	0.8355	-5.88
<b>14</b>	1.3692	1.4029	2.46	0.9094	0.9359	2.91	0.6809	0.6731	-1.14	0.8631	0.8081	-6.36
<b>21</b>	1.3692	1.4123	3.14	0.9094	0.9375	3.09	0.6809	0.6645	-2.41	0.8631	0.7988	-7.45
<b>28</b>	1.3692	1.4226	3.90	0.9094	0.9386	3.21	0.6809	0.6653	-2.29	0.8631	0.7881	-8.68
<b>35</b>	1.3692	1.4310	4.51	0.9094	0.9399	3.36	0.6809	0.6664	-2.13	0.8631	0.7883	-8.66