

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche  
Scientifique

L'École normale supérieure d'enseignement technologique –  
Skikda

Département de Technologie

Filière : Génie des Procédés



## Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de Professeur d'Enseignement Secondaire

Présenté et soutenu par :

Kendri Romaissa

Mechid Zahia

Choutteh Nour El Houda

---

### ETUDE DU COMPORTEMENT PHYSICO-MÉCANIQUE D'UN BIO COMPOSITE A BASE D'UNE RÉSINE POLYESTER INSATURÉE RENFORCÉ PAR LA POUDRE D'ÉCORCE DE GRENADE PEG .

---

Jury de soutenance :

Babouri Laidi	Grade Pr	Président	ENSET-SKIKDA
Dehas Ouided	Grade M.C.A	Encadrante	ENSET-SKIKDA
Mirouzi Ghania	Grade M.C.A	Examinatrice	ENSET-SKIKDA

Juin 2025

# REMERCIEMENTS

*Avant tout, j'exprime mes remerciements au bon Dieu, le tout puissant, qui nous a donné la santé, la force et le courage pour accomplir ce modeste travail.*

*On adresse également nos profondes gratitude et à toute nos reconnaissance à nos encadrante, **Mme Dehas Ouided** .*

*Nous exprimons notre profonde gratitude aux membres du jury, en particulier au président de jury, **Pr. Babouri Laidi**, ainsi qu'à l'examinatrice **Dr. Mirouzi Ghania**, pour l'honneur qu'ils nous ont fait en évaluant notre travail et pour leurs remarques constructives*

*Et tout particulièrement, à Monsieur **Salih Rahmouni**, chef de département, pour sa bienveillance, sa disponibilité et son engagement envers les étudiants.*

*À Messieurs **Fares Djebbiha** et **Mohamed**, responsables du laboratoire de chimie, pour leur aide précieuse, leur accueil et leur disponibilité tout au long de notre travail .*

*Nous remercions chaleureusement les entreprises **K-PLAST- Setif** et **Polymed (Sonatrach) – Skikda** pour nous avoir permis d'effectuer l'ensemble des essais nécessaires au sein de leurs laboratoires.*

*On saisit aussi, cette opportunité pour remercier l'ensemble des enseignants qui ont contribué à notre formation et à toutes les personnes qui de près ou de loin, aidé à la réalisation de ce travail et aux membres du jury pour la lecture et les critiques de ce rapport.*



## *Dédécaces*

*Je rends grâce à Allah, lumière dans mes ténèbres, force dans mes faiblesses, et sagesse dans mes doutes.*

*À ma tendre mère, battement de mon cœur et refuge de mon âme, dont les prières silencieuses m'ont portée dans les moments les plus difficiles.*

*À mon cher père, mon pilier, qui m'a appris que la volonté peut franchir toutes les montagnes.*

*À mon frère, compagnon fidèle, dont le soutien n'a jamais faibli, et à mes sœurs, lumière de ma maison, qui m'ont entourée d'amour et de chaleur.*

*À mon ami, merci infiniment pour ta présence, ton soutien et ta bienveillance pendant toutes ces années.*

*À mes chères collègues et partenaires dans ce mémoire, ( Nour, Zahia ) avec qui j'ai partagé l'effort, la persévérance, les sourires et les espoirs.*

*À ma professeure encadrante Mme Dehas Ouided, pour sa patience, son écoute et la richesse de ses conseils.*



*Romaissa*



## *Dédécaces*

*À mes précieux parents*

*Sans votre disponibilité sans égale, votre amour inconditionnel, votre soutien indéfectible à mes côtés et vos sacrifices, je n'aurais jamais pu franchir les étapes de ce parcours. Maman, papa, vous êtes la source de ma force, C'est dans votre courage que j'ai puisé l'inspiration pour mener à bien ce travail. Que ce modeste travail soit le reflet de ma profonde reconnaissance et de mon amour éternel.*

*À mes chers amis Zahia, Romissa et Ramzi.*

*Merci pour votre présence, et les souvenirs partagés. Je vous porte dans mon cœur et je vous souhaite un avenir aussi radieux que votre amitié.*

***Nour***





## *Dédicaces*

*C'est avec un cœur plein de joie que je dédie ce modeste travail :*

*Aux deux bougies qui s'allument rien que pour éclaircir mon chemin ; mon très chère mère et mon très cher père. Je prie Dieu le tout puissant de les protéger du mal et de les récompenser.*

*A mes très chers frères et sœurs, je leur souhaite du succès.*

*A mes très chères amies (Nour, Romaina).*

*Zahia*



**Résumé :** Dans ce travail, nous avons étudié les effets des modifications chimiques de surface des fibres de grenade sur les comportements physico-mécaniques des composites polyester/fibre de grenade ont été étudiés. Une résine polyester insaturée, du type ortho-phthalique (RPE), a été utilisée comme matrice. La surface des fibres de grenade a été modifiée à l'aide d'un traitement chimique, à savoir l'hydroxyde de sodium (NaOH), afin d'améliorer la compatibilité entre la fibre de grenade et la résine RPE. Les propriétés mécaniques des composites ont été caractérisées par essais de traction, résistance aux chocs et dureté. Des tests d'absorption d'eau ont été réalisés sur les matériaux composites par immersion dans l'eau distillée à 25°C. Les composites ont été préparés par moulage au contact. D'après les résultats expérimentaux, il y a eu une augmentation de la résistance mécanique. La modification chimique à la surface des fibres de grenade a également réduit le coefficient de diffusion et la quantité maximale d'eau absorbée par ces fibres.

**Mots-clés :** Résine polyester insaturée, fibres de grenade, matériaux composites, propriétés mécaniques et analyses physiques.

**ملخص :** في هذا العمل، تم دراسة تأثيرات التعديلات الكيميائية على سطح ألياف الرمان على السلوكيات الفيزيائية والميكانيكية للمواد المركبة المصنوعة من البوليمر وألياف الرمان. تم استخدام راتنج البوليستر غير المشبع من النوع الأرتوفثاليك (RPE) كمصفوفة. تم تعديل سطح ألياف الرمان باستخدام معالجة كيميائية، وهي هيدروكسيد الصوديوم (NaOH)، لتحسين التوافق بين ألياف الرمان وراتنج RPE. تم تحديد الخصائص الميكانيكية للمواد المركبة من خلال اختبارات الشد، مقاومة الصدمات، والصلابة. تم إجراء اختبارات لامتناس الماء على المواد المركبة عن طريق غمرها في الماء المقطر عند درجة حرارة 25 °C تم تحضير المواد المركبة عن طريق التشكيل بالاتصال. وفقاً للنتائج التجريبية، لوحظ زيادة في المقاومة الميكانيكية. كما أن التعديل الكيميائي على سطح ألياف الرمان قد قلل أيضاً من معامل الانتشار والكمية القصوى من الماء الممتص بواسطة هذه الألياف.

**Abstract :** In this work, we studied the effects of surface chemical modifications of pomegranate fibers on the physico-mechanical behaviors of polyester/pomegranate fiber composites were studied. An unsaturated polyester resin, specifically an ortho-phthalic type (RPE), was used as the matrix. The surface of the pomegranate fibers was modified using a chemical treatment, namely sodium hydroxide (NaOH), to enhance compatibility between the pomegranate fibers and RPE resin. The mechanical properties of the composites were characterized by tensile tests, impact resistance tests, and hardness tests. Water absorption tests were conducted on composite materials by immersion in distilled water at 25°C. The composites were prepared using contact molding. Based on experimental results, there was an increase in mechanical strength. The chemical modification at the surface of pomegranate fibers also reduced both the diffusion coefficient and the maximum amount of water absorbed by these fibers.

**Keywords:** Unsaturated polyester resin, pomegranate, materials composites, mechanical properties, physicals analysis.



## SOMMAIRE:

Remerciements

Résumé

Table des matières

Liste des abréviations et symboles

Listes des figures

Liste des tableaux

**Introduction générale .....01**

Références d'introduction générale.....02

### **Chapitre I : Matériaux composites**

**I.1.Introduction.....04**

**I.2.Généralité sur les matériaux composites.....04**

I.2.1.Définition .....04

I.2.2. Constituants de matériaux composites.....05

**I.2.2.1.La Matrice .....05**

**A. Les Matrices organiques .....06**

A.1. Les Matrices thermodurcissables.....06

A.1.1. Types de matrices thermodurcissables.....06

A.1.1.1. Résines Polyesters.....06

A.1.1.2. Résines Vinylesters.....07

A.1.1.3.Résines Epoxydes.....08

A.1.1.4.Autres types de thermodurcissables.....08

A.2.Les matrices thermoplastiques.....08

A.3. Les résines thermostables.....09

<b>B. Les Matrices minérales.....</b>	<b>10</b>
B.1. Les matrices métalliques.....	10
B.2. Les Matrices Céramiques.....	10
<b>I.2.2.2. Le Renfort.....</b>	<b>10</b>
I.2.2.2.1. Différents types de renfort.....	10
I.2.2.2.2. Différentes natures de renforts.....	11
<b>I.2.2.3. Adhesion fibre-matrice.....</b>	<b>14</b>
<b>I.2.2.4. Les Charges.....</b>	<b>15</b>
<b>I.2.3. Classification des matériaux composites.....</b>	<b>15</b>
<b>I.2.3.1. Selon la géométrie.....</b>	<b>15</b>
A) Composites à fibres.....	15
B) Composites à particules.....	15
<b>I.2.3.2. Selon la nature de constituant.....</b>	<b>16</b>
I.2.3.2.1. Composites à matrice organiques.....	16
I.2.3.2.2. Composites à matrice métallique.....	16
I.2.3.2.3. Composites à matrice minérale.....	16
<b>I.2.4. Architecture des matériaux composites.....</b>	<b>16</b>
I.2.4.1. Monocouche.....	16
I.2.4.2. Stratifiés.....	17
I.2.4.3. Sandwichs.....	17
<b>I.2.5. Mise en œuvre des matériaux composites.....</b>	<b>18</b>
I.2.5.1. moulage au contact.....	18
I.2.5.2. Moulage par projection simultanée.....	19
I.2.5.3. Moulage sous vide.....	19
I.2.5.4. Moulage par projection de résine.....	20
I.2.5.5. Moulage par centrifugation.....	21
<b>I.2.6. principaux avantages et inconvénients des matériaux composites.....</b>	<b>21</b>
<b>I.2.7. Applications des matériaux composites.....</b>	<b>22</b>
<b>I-2-8- Les matériaux biodégradables.....</b>	<b>25</b>
<b>CONCLUSION.....</b>	<b>28</b>
<b>Références de chapitre I.....</b>	<b>29</b>

## **Chapitre II : Les charges et les renforts**

<b>Introduction.....</b>	<b>32</b>
<b>II.1.Les Charges.....</b>	<b>32</b>
a) Charges renforçantes .....	32
b) Charges non renforçantes .....	32
<b>II.2.Les Renforts.....</b>	<b>32</b>
a) les renforts particules.....	33
b) Les renforts fibreux.....	34
<b>II.3. Les Biocomposites.....</b>	<b>36</b>
<b>II.4.Facteurs Influençant Les Composites A Renfort Naturel.....</b>	<b>38</b>
II.4.1.La dispersion et l'orientation de la fibre.....	38
II.4.2.Influence de la nature et la quantité des constituants.....	38
II.4.3.L'effet de l'humidité.....	40
II.4.4.Influence de la morphologie des fibres .....	40
II.4.5.Adhésion fibre-matrice.....	41
<b>II.5. Modification De L'interface Fibre Végétal/ Matrice.....</b>	<b>42</b>
<b>II.5.1. Les traitements physiques.....</b>	<b>42</b>
II.5.1.1. Le traitement thermique de séchage.....	42
II.5.1.2. La décharge électrique.....	43
II.5.1.3. Les agents dispersifs .....	43
<b>II.5.2.Les modifications chimiques.....</b>	<b>44</b>
II.5.2.1. Changement de tension de surface.....	44
II.5.2.2. Mercerisation.....	44
II.5.2.3. Couplage chimique.....	45
<b>II.6. Application Des Composites A Base Des Fibres Végétales.....</b>	<b>48</b>
<b>II.7. Choix Du Renfort Naturel (La Poudre D'écorce De Grenade).....</b>	<b>53</b>

II.7.1 Le grenadier (punica granatum.l) .....	53
II.7.1.1 Définition La famille des Lythraceae.....	53
II.7.1.2 L'origine de grenadier.....	53
II.7.1.3.Classification botanique.....	54
II.7.2Description morphologique.....	55
II.7.3.L'écorce de grenade.....	56
II.7.4. Composition chimique d'écorce de grenade.....	57
II.7.5.Utilisation de la peau de grenade.....	58
<b>Références de chapitre II .....</b>	<b>62</b>

## **Chapitre III : Matériaux utilisés et technique expérimentales**

<b>III.1.Introduction.....</b>	<b>69</b>
<b>III.2.Présentation des matériaux utilisés.....</b>	<b>69</b>
III.2.1.Résine polyester insaturée.....	71
III.2.2.Système catalytique Catalyseur/accélérateur.....	71
III.2.2.Système catalytique Catalyseur/accélérateur.....	71
III.2.3.Charge utilisée et son prétraitement.....	71
III.2.4.Traitement chimique de la farine.....	74
<b>III.3. Elaboration du composite résine polyester /fibre de grenade .....</b>	<b>74</b>
<b>III.4. Préparation des échantillons.....</b>	<b>76</b>
<b>III.5. Essais expérimentaux effectués .....</b>	<b>76</b>

III.5.1.Essais mécaniques.....	76
III.5.1.1.Essai de traction.....	76
III.5.1.2.Essai de choc Izod .....	77
III.5.1.3. Essai de dureté.....	78
III.5.2.Mesure de la densité des composites .....	78
III.5.3.Test d'absorption d'eau.....	78
<b>Références de chapitre III.....</b>	<b>80</b>

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

<b>IV.1. Propriétés mécaniques des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (FG).....</b>	<b>82</b>
IV.1.1.Propriétés en traction.....	82
IV.1.2.Résultats de l'essai de choc .....	83
IV.1.3.Etude de la dureté SHORE .....	84
IV.2.1. Mesure des densités des bio-composites RPE/Fibre de grenade (FG).....	85
IV.2.2. Influence du taux de fibre sur l'absorption d'eau des bio-composites RPE/ Fibre de grenade (FG).....	86
<b>Références de chapitre IV.....</b>	<b>90</b>

<b>Conclusion générale .....</b>	<b>91</b>
----------------------------------	-----------

# LISTE DES ABREVIATIONS ET SYMBOLES

**PEBD** : Polyéthylène basse densité.

**GE** : Genêt d'Espagne.

**Z-6020** : N [3-(Triméthoxysilyl) propyl] éthylène diamine.

**PP** : Polypropylène.

**CBP** : Composite bois/polymère.

**NaOH** : Hydroxyde de sodium.

**ASTM** : American Society for Testing and Materials

**BHT** : Butylated HydroxyToluene

**Ppm** : Parties par million.

**DPPH** : 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl

**PHA** : Polyhydroxyalcanoate

**PHBV** : Polyhydroxybutyrate valerate

**PLA** : Acide polylactique

**PCL** : Polycaprolactone

**PVC** : Polychlorure de vinyle

**PMEC** : Peroxyde de méthyléthylcétone

**FG** : Fibre de grenade

**EG** : écorce de grenade

**RPE** : Résine polyester

# Liste des figures :

<b>Numéro</b>	<b>Titre de figure</b>	<b>Page</b>
<b>I.1</b>	Matériau composite	05
<b>I.2</b>	Différentes familles de matrice	06
<b>I.3</b>	Résine Polyester	07
<b>I.4</b>	Résine Polyester	07
<b>I.5</b>	Résine Vinylesters	08
<b>I.6</b>	les différentes formes des renforts fibres de verre	11
<b>I.7</b>	Différentes familles de renfort	12
<b>I.8</b>	Couche de composite	17
<b>I.9</b>	Constitution d'un stratifié	17
<b>I.10</b>	Matériaux sandwiches à âmes pleines	18
<b>I.11</b>	Principe du moulage au contact	19
<b>I.12</b>	Principe du moulage par projection simultanée	19
<b>I.13</b>	Moulage sous vide	20
<b>I.14</b>	Principe de moulage par injection de résine	21
<b>I.15</b>	Principe de moulage par centrifugation	21
<b>I.16</b>	Composants d'automobile en composites de fibres végétales	23
<b>I.17</b>	Présence des matériaux composites dans les lanceurs	24
<b>I.18</b>	Application des matériaux composites dans le domaine médical	24
<b>I.19</b>	Schéma simplifié du processus de biodégradation d'un bioplastique	26

<b>I.20</b>	Classement des polymères biodégradables	27
<b>II.1</b>	renforts unidirectionnels	33
<b>II.2</b>	renforts Toile ou taffetas	33
<b>II.3</b>	renforts Sergé	34
<b>II.4</b>	renforts Satin	34
<b>II.5</b>	Principe du procédé de fabrication des fibres de carbone	35
<b>II.6</b>	Fibre de verre	35
<b>II.7</b>	Fibre d'aramide	36
<b>II.8</b>	Classification des bio-composites	37
<b>II.9</b>	Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le domaine d'automobile	47
<b>II.10</b>	Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le domaine d'automobile	50
<b>II.11</b>	Pièces de Mercedes Classe S fabriquées à partir de différents matériaux composites renforcés de fibres naturelles	50
<b>II.12</b>	Les matériaux composant un avion, 50% de matériaux composites	51
<b>II.13</b>	Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le secteur de construction	52
<b>II.14</b>	Planches à base de fibre de bambou	52
<b>II.15</b>	Eolienne renforcée par des fibres de lin	53
<b>II.16</b>	la grenade, <i>punica granatum</i> .L	54
<b>II.17</b>	Répartition géographique de la grenade en Afrique	54
<b>II.18</b>	photo Arbres du grenadier et Fleurs et fruits du Grenadier ( <i>Punica granatum</i> L) (Flora)	56
<b>II.19</b>	Diagramme d'une fleur de <i>Punica granatum</i> L. et Fruits du grenadier	56

<b>II.20</b>	Ecorces de grenade séchées	57
<b>II.21</b>	Utilisation du grenadier dans les produits cosmétiques et médicinaux	58
<b>III.1</b>	Préparation des composites à matrice polyester renforcée par la fibre de grenade (FG) "orientation aléatoire	70
<b>III.2</b>	Préparation des fibres de grenade	74
<b>III.3</b>	Préparation de composite en résine polyester par le procédé de moulage au	76
<b>IV.1</b>	Variations de la contrainte à la rupture des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (FG) en fonction du taux et de traitement de fibre	82
<b>IV.2</b>	Variations de la déformation à la rupture des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (FG) en fonction du taux et de traitement de fibre	83
<b>IV.3</b>	Variations de la résilience des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (EG) en fonction du taux et de traitement de fibre	84
<b>IV.4</b>	Variations de la dureté Shore des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (FG) en fonction du taux et de traitement de fibre	85
<b>IV.5</b>	Variations de la densité des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (FG) en fonction du taux et de traitement de fibre	86
<b>IV.6</b>	Influence du taux de fibre et du traitement de surface sur l'absorption d'eau des bio-composites résine polyester RPE/ 1pcr de fibres de Grenade	87
<b>IV.7</b>	Influence du taux de fibre et du traitement de surface sur l'absorption d'eau des bio-composites résine polyester RPE/ 2pcr de fibres de Grenade	87
<b>IV.8</b>	Influence du taux de fibre et du traitement de surface sur l'absorption d'eau des bio-composites résine polyester RPE/ 3pcr de fibres de Grenade	88

<b>IV.9</b>	Influence du taux de fibre et du traitement de surface sur l'absorption d'eau des bio-composites résine polyester RPE/ 4pcr de fibres de Grenade	89
<b>IV.10</b>	Influence du taux de fibre et du traitement de surface sur l'absorption d'eau des bio-composites résine polyester RPE/ 5pcr de fibres de Grenade	89

# Liste des tableaux :

<b>Numéro</b>	<b>Titre du tableau</b>	<b>Page</b>
<b>I.1</b>	les principales propriétés des thermodurcissables et thermoplastiques	<b>09</b>
<b>I.2</b>	Propriétés mécaniques des résines	<b>10</b>
<b>I.3</b>	Les avantages et les inconvénients du moulage sous vide	<b>20</b>
<b>II.1</b>	Application du bio-composites dans l'industrie automobile	<b>37</b>
<b>II.2</b>	Classification botanique du grenadier	<b>55</b>
<b>III.1</b>	Caractéristiques générales de cette résine polyester insaturée	<b>71</b>

---

**INTRODUCTION**

**GÉNÉRALE**

---

### INTRODUCTION GÉNÉRALE :

L'idée d'associer deux composants différents pour l'élaboration de nouveaux matériaux à propriétés améliorées n'est pas nouvelle. En effet, les besoins de plus en plus pressants et grandissants en matériaux plus performants ont contraint l'homme à la recherche continue de combinaisons intéressantes renfermant des constituants aux propriétés complémentaires, qui associés, engendrent des caractéristiques attrayantes et indispensables. Ces matériaux, désignés par le vocable composites, constituent actuellement une classe des plus privilégiées aussi bien du point de vue applications industrielles que de celui des recherches académiques et scientifiques [1].

Les matériaux composites ont été utilisés depuis des décennies. Leurs avantages par rapport aux matériaux classiques résident dans leurs performances et leur légèreté. Ces atouts ont attiré de nombreuses industries comme l'aérospatial, l'automobile, les infrastructures, le sport...etc. Le développement des matériaux composites s'est fait de façon évolutive mais aussi révolutionnaire [2]. Habituellement les renforts des composites connus et fréquemment utilisés sont les fibres de verre ou de carbone. Récemment, il est apparu d'autres renforts à base de fibres naturelles et végétales notamment les fibres de grenade. Ces nouvelles opportunités sont en cours de développement et d'utilisation dans divers domaines d'applications [3].

Les composites à fibres végétales sont actuellement en forte expansion en raison notamment de l'intérêt croissant que leur accorde l'industrie automobile. Ces fibres présentent une excellente alternative aux fibres de verre d'un point de vue environnemental en raison de leur biodégradabilité et de leur combustibilité [4].

L'objectif de ce travail est l'élaboration d'un nouveau matériau composite à base de résine polyester insaturée renforcé par un déchet agricole (l'écorce de grenade).

Le présent manuscrit comprend deux parties :

- La partie théorique de ce mémoire est consacrée à une synthèse bibliographique sur les composites, les constituants des matériaux composites, une généralité sur les fibres végétale, leur origine, classification, leur propriétés ainsi la composition chimique de l'écorce de grenade et une généralité sur la résine polyester
- La partie expérimentale dans laquelle nous abordons la méthode utilisée pour la préparation, traitement et caractérisation des fibres de grenade suivie par l'élaboration des composites résine polyester /fibre de grenade , ensuite des essais mécaniques, physiques et spectroscopique ont été réalisée , à la fin une conclusion générale et perspective .

## Références :

- [1] Richard Ntenga ; Modélisation multi-échelles et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites ; Thèse de doctorat, Spécialité : Génie Mécanique d'Université Blaise Pascal(UBP) - Clermont II, école doctorale sciences pour l'ingénieur de Clermont-Ferrand et université de yaoundéi (UYI) 2012.
- [2] Sofien Bouzouita ; Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel, thèse de Docteur, Spécialité Génie Des Matériaux, Ecole Centrale de Lyon(2011) ,5p
- [3] M. Abdelmouleh, S. Boufi, M.N. Belgacem, A. Dufresne; Short natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading; Composites Science and Technology (2007) 67, 1627-1639
- [4] C. Magniont, « Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources ». Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France, (2010), 343 p.

---

# **CHAPITRE I :**

# **LES MATÉRIAUX COMPOSITES**

---

**I. .1. INTRODUCTION:**

Le développement de nouveaux matériaux est dicté par les besoins des utilisateurs (constructeurs), qui recherchent en permanence des matériaux plus performants, plus économiques et plus durables. Les chercheurs, dans la majorité des cas, travaillent à optimiser les solutions existantes. Cependant, dans certaines situations, ils sont contraints de repenser entièrement la problématique et d'explorer la conception de "nouveaux matériaux". Il est important de noter qu'il ne s'agit plus de découvrir de nouveaux matériaux à proprement parler, mais plutôt de créer de nouvelles combinaisons de matériaux. L'une des conséquences de ces combinaisons est la réalisation d'un matériau composite, qui constitue le sujet de notre étude.

**I. .2.GÉNÉRALITÉ SUR LES MATÉRIAUX COMPOSITES :**

Les matériaux composites possèdent des avantages significatifs par rapport aux matériaux traditionnels. Ils se distinguent par leur légèreté, leur résistance mécanique et chimique, leur faible besoin en maintenance, ainsi que par leur grande liberté de conception. Grâce à leurs propriétés spécifiques, ils prolongent la durée de vie de nombreux équipements et renforcent la sécurité en offrant une meilleure résistance aux chocs et au feu. De plus, ils assurent une isolation thermique, phonique ou électrique selon les besoins. Leur capacité à alléger les structures et à permettre la création de formes complexes multifonctionnelles enrichit les possibilités de conception. Ces performances exceptionnelles trouvent des applications innovantes dans divers secteurs, notamment l'automobile, le bâtiment, l'électricité et les équipements industriels.

**I. .2.1. DÉFINITION :**

Un matériau composite résulte de l'association de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes, qui se complètent mutuellement pour former une matière hétérogène dont les performances globales surpassent celles des constituants pris individuellement.

L'intérêt principal des matériaux composites réside dans leurs propriétés exceptionnelles. Ils présentent des avantages significatifs par rapport aux matériaux conventionnels et offrent de nombreuses fonctionnalités avantageuses:

- Faible poids
- Excellente résistance à la fatigue
- Grande liberté de conception
- Entretien minimal
- Résistance limitée au vieillissement dû à l'humidité, à la chaleur et à la corrosion (sauf pour l'aluminium et le carbone)
- Résistance aux produits chimiques, à l'exception des décapants de peinture qui attaquent les résines
- Bonne isolation électrique
- Leur faible taux d'utilisation est dû à leur coût. [1]

I. .2.2 CONSTITUANTS DE MATÉRIAUX COMPOSITES :

En général, les composants principaux d'un matériau composite sont :

- La matrice.
- Le renfort.
- Les charges et les additifs. [1]

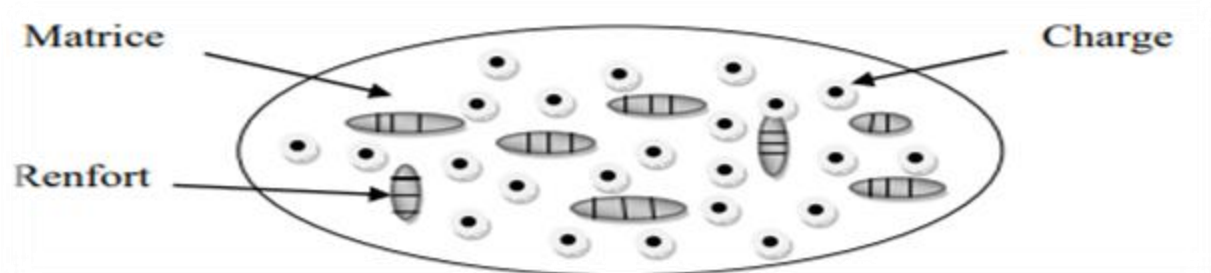


Figure I.1 : Matériau composite

I. .2.2.1 LA MATRICE :

La matrice sert à connecter les fibres du renfort entre elles et à distribuer les efforts. Dans de nombreux cas, la matrice utilisée dans les matériaux composites est une résine polymère. Il existe différentes familles de matrices :

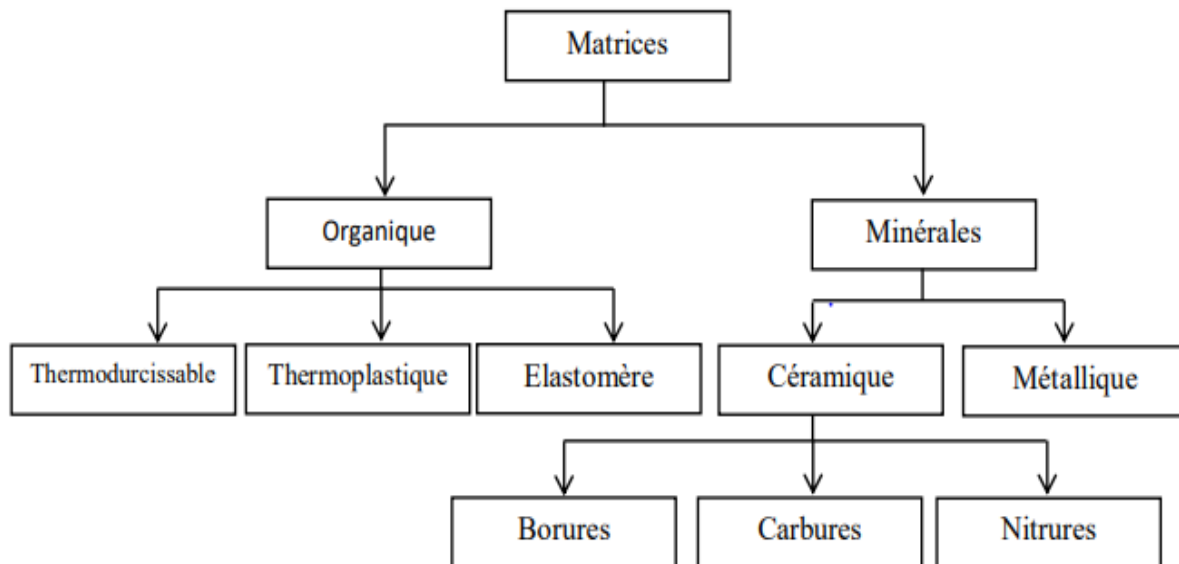


Figure I.2 : Différentes familles de matrice [2]

**A. LES MATRICES ORGANIQUES :**

**A.1. Les Matrices therm durcissables:**

Les résines therm durcissables possèdent des propriétés mécaniques élevées, grâce à un traitement thermique ou physico-chimique, et se transforment en produits principalement infusibles et insolubles. Ainsi, ces résines ne peuvent être mises en forme qu'une seule fois. Les principales résines therm durcissables utilisées dans la fabrication des matériaux composites, classées par ordre décroissant de tonnage, sont : les résines polyesters, les résines de condensation et les résines époxydes. [3]

**A.1.1.Types de matrices therm durcissables:**

**A.1.1.1. Résines Polyesters :**

Les résines polyesters sont les plus couramment utilisées, notamment dans l'industrie navale. On distingue deux principaux types de résines polyesters, qui servent de systèmes standards dans l'industrie des matériaux composites :

- La résine polyester orthophtalique (résine économique).
- La résine polyester isophtalique (offrant une meilleure résistance à l'eau). [4]

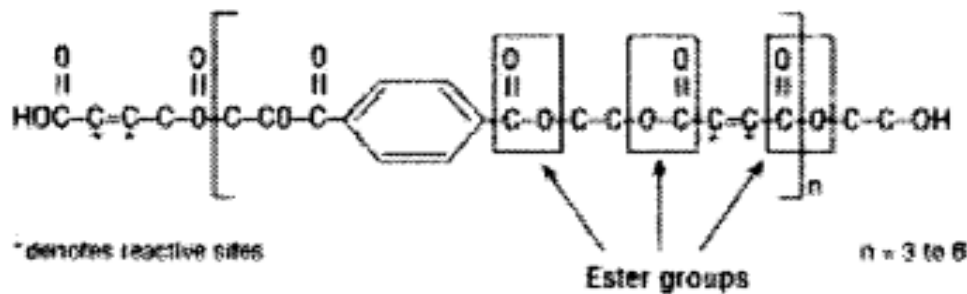


Figure I.3 : Résine Polyester [4]

La résine polyester est constituée d'un prépolymère de type polyester dissous dans du styrène. L'ajout de styrène (jusqu'à des concentrations de 50 %) permet :

- De réduire la viscosité.
- De favoriser la réticulation des chaînes du prépolymère polyester. [4]

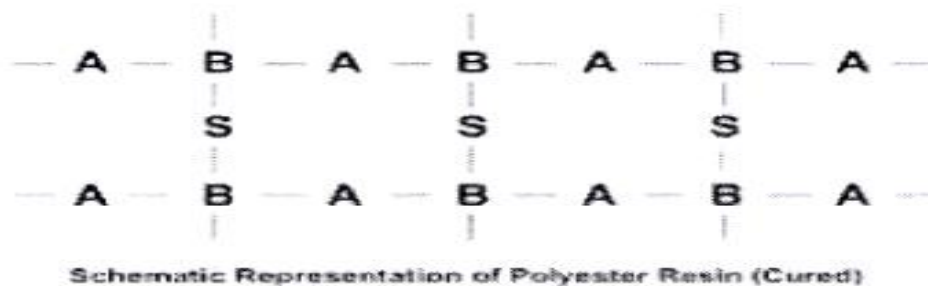


Figure I.4 : Résine Polyester [4]

### A.1.1.2. Résines Vinylesters :

Les résines vinylesters présentent une structure moléculaire similaire à celle des résines polyesters, mais elles se distinguent par la position des sites réactifs, qui se trouvent à l'extrémité des chaînes.

Cela confère aux résines vinylesters une ductilité supérieure à celle des résines polyesters. De plus, les vinylesters contiennent moins de groupements esters, ce qui leur confère une meilleure résistance à l'eau et aux produits chimiques de manière générale. [4]

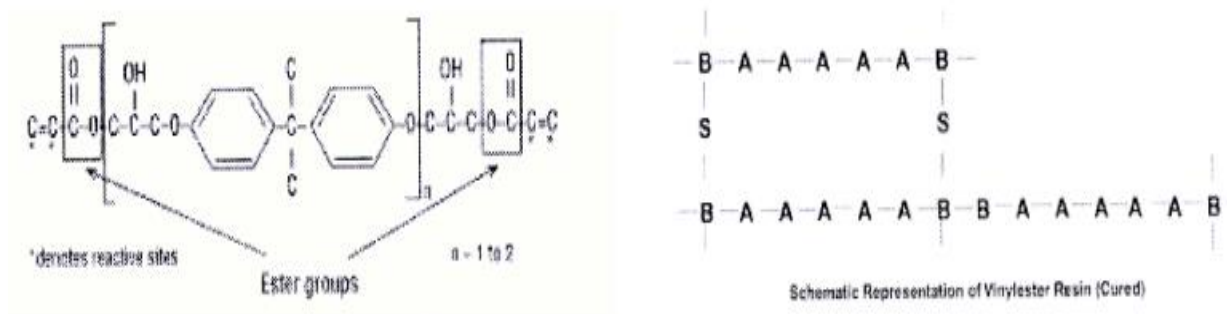


Figure I.5 : Résine Vinylesters [4]

### A.1.1.3. Résines Epoxydes :

Les résines époxydes figurent parmi les résines les plus performantes du marché, offrant des propriétés mécaniques supérieures et une excellente résistance aux agressions environnementales. Elles se distinguent également par un faible retrait après cuisson. Contrairement aux polyesters, les époxydes durcissent grâce à une réaction entre la résine et un durcisseur, souvent une amine, plutôt qu'un catalyseur.

Points clés à respecter :

- Importance d'un rapport de mélange précis.
- Nécessité d'une homogénéité parfaite du mélange. [4]

### A.1.1.4. Autres types de thermodurcissables :

- **Phénolique** : Offre une grande résistance au feu, de bonnes performances à haute température, des propriétés mécaniques modérées, et une faible ductilité.
- **Ester de cyanate** : Utilisé principalement dans l'aéronautique, il se distingue par ses excellentes propriétés diélectriques et sa stabilité thermique exceptionnelle, même en milieu humide.

- **Polyuréthane** : Se caractérise par une grande ductilité, des propriétés mécaniques limitées, et utilise un durcisseur classique à base d'isocyanate .
- **Polybismaléimide** : Employé dans l'aéronautique, il présente une remarquable stabilité thermique, avec une résistance allant jusqu'à 230°C en milieu humide et 250°C en milieu sec. [4]

## A.2. Les matrices thermoplastiques:

Les résines thermoplastiques se caractérisent par des propriétés mécaniques limitées. Elles sont solides et nécessitent une transformation à des températures très élevées. Parmi les types courants, on trouve : [5]

- Le polychlorure de vinyle (PVC),
- Le polyéthylène,
- Le polystyrène,
- Le polycarbonate,
- Le polyamide.

**Tableau I.1** : les principales propriétés des thermodurcissables et thermoplastiques [2]

<b>Matrices</b>	<b>Thermodurcissables</b>	<b>Thermoplastiques</b>
<b>Etat de base</b>	<b>Liquide visqueux à polymériser</b>	<b>Solide prêt à l'emploi</b>
<b>Stockage matière de base</b>	<b>Réduit</b>	<b>Illimité</b>
<b>Mouillabilité des renforts</b>	<b>Aisée</b>	<b>Difficile</b>
<b>Moulage</b>	<b>Chauffage continu</b>	<b>Chauffage+refroidissement</b>
<b>Cycle</b>	<b>Court</b>	<b>Long</b>
<b>Tenue au choc</b>	<b>Limitée</b>	<b>Assez bonne</b>
<b>Tenue thermique</b>	<b>Meilleur</b>	<b>Réduite</b>
<b>Chute et déchets</b>	<b>Perdus</b>	<b>Recyclables</b>

### A.3. Les résines thermostables :

Les résines thermostables se caractérisent principalement par leurs excellentes performances thermiques. Elles sont particulièrement développées et utilisées dans des secteurs exigeants tels que l'aéronautique et l'exploration spatiale. [2]

#### ▪ Principales caractéristiques mécaniques des résines :

Tableau I. 2 : Propriétés mécaniques des résines [1] .

	Polyester	Epoxyde	Phénolique	Polyamide	Aluminium
εr en traction (%)	2 – 5	2 – 5	2.5	-	-
ρ (Kg/m <sup>3</sup> )	1200	1100 – 1500	1200	1130	2630
σr en traction (MPa)	50 – 80	60 – 80	400	70	358
E en traction (GPa)	2.8 – 3.5	3 - 5	-	30	69

## B. LES MATRICES MINÉRALES :

Il existe deux types de matrices minérales, utilisées dans de nombreuses industries grâce à leurs propriétés uniques :

### B.1. Les matrices métalliques :

La température maximale d'utilisation des polymères étant relativement basse, et le carbone risquant de s'oxyder au-delà de 500°C, il devient parfois nécessaire de se tourner vers des matrices offrant une meilleure inertie chimique à haute température. Certains métaux et alliages métalliques peuvent répondre à ces exigences, justifiant l'emploi de matrices métalliques dans certaines conditions spécifiques :

- Propriétés mécaniques supérieures,
- Résistance accrue aux attaques de certains solvants,
- Capacité à supporter des températures élevées,
- Comportement mécanique non parfaitement élastique,
- Augmentation du poids global du composite. [6]

### B.2. Les Matrices Céramiques :

Les céramiques, grâce à leurs propriétés intrinsèques (réfractaire, rigidité, résistance mécanique et excellente stabilité chimique), sont potentiellement adaptées pour jouer le rôle de matrice dans les matériaux composites. Dans ce contexte, les fibres de renfort ont pour objectif principal d'améliorer la ténacité de ces matrices ainsi que leur résistance aux chocs thermiques. [6]

#### I. .2.2.2. LE RENFORT :

Les renforts permettent d'augmenter la résistance mécanique à la traction et la rigidité des matériaux composites, et se présentent sous forme de filaments (fibres organiques ou inorganiques). [1]

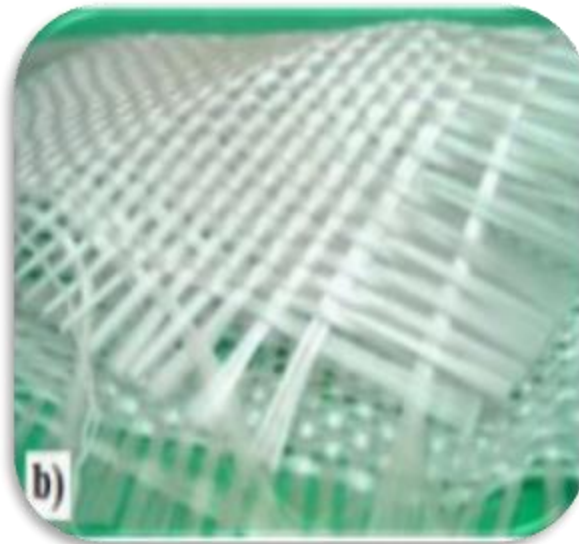
### **I. .2.2.2.1. Différents types de renfort :**

Les renforts les plus couramment utilisés se présentent sous forme de fibres ou de formes dérivées et constituent généralement une fraction volumique comprise entre 0,3 et 0,7 dans le matériau composite. Ces renforts fibreux sont disponibles sous diverses formes commerciales :

- Sous forme de roving (fils, mèches, etc.) : le roving est un assemblage de fils parallèles regroupés sans torsion.
- Sous forme de tissus (taffetas, toiles, serge, etc.) : le tissu est créé par l'entrecroisement perpendiculaire de rovings. Les tissus de roving peuvent atteindre un poids allant jusqu'à 800 g/m<sup>2</sup>.
- Sous forme de mat (à fil coupé ou continu) : le mat est constitué d'un matelas de fils coupés ou continus, enduits de plastique et agglomérés à l'aide d'un liant soluble rapidement ou lentement dans la résine. [1]



a)→Roving de verre.



b) →Tissu de verre.

c) → Mat de verre.



Figure I .6 : les différentes formes des renforts fibres de verre. [1]

## I. .2.2.2.2. Différentes natures de renforts :

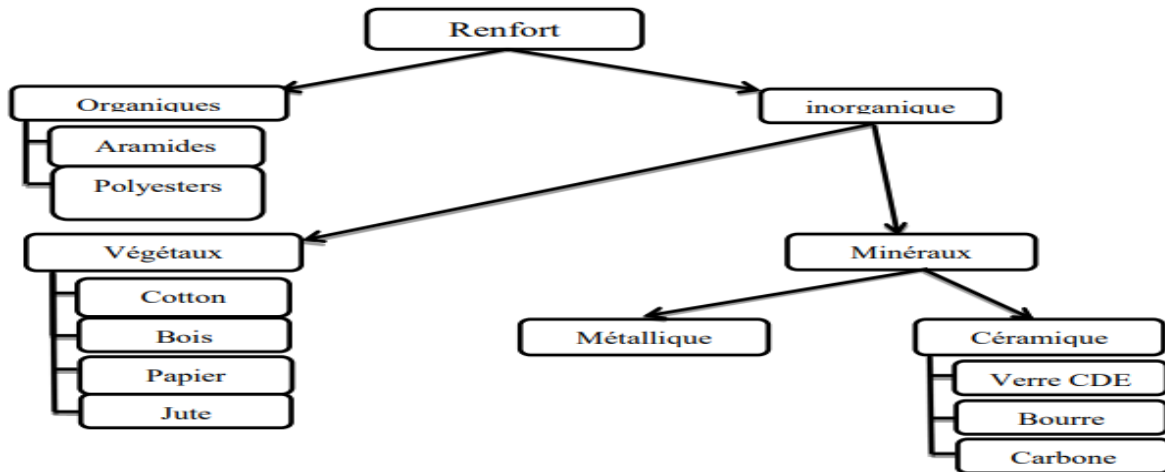


Figure I.7 : Différentes familles de renfort.

La forme la plus couramment utilisée pour les renforts est la forme fibreuse. Les fibres de verre et de carbone, en raison de leurs excellentes propriétés, ont largement été exploitées dans l'industrie. [1]

➤ **Les fibres de verre :**

Les fibres de verre représentent actuellement le type de renfort le plus utilisé dans les composites (plus de 95%). Elles offrent un excellent compromis entre coût et performances, avec : Une bonne adhérence, De bonnes propriétés mécaniques (bien que moindres comparées à celles des fibres de carbone), Des propriétés d'isolation électrique adaptées à de nombreuses applications. Cependant, leur faible module d'élasticité et leur densité, plus élevée que celle des fibres de carbone, limitent leur utilisation dans la fabrication de pièces structurales, comme en aéronautique. [1]

Les fibres de verre sont produites à partir d'oxydes minéraux (silice, alumine, chaux, magnésie, oxyde de bore, etc.). On distingue plusieurs types de fibres de verre, selon leur composition et leurs propriétés spécifiques : [1]

**Verre E :** Usage général avec de bonnes propriétés électriques.

**Verre D :** Excellentes propriétés diélectriques, idéal pour l'électronique (circuits imprimés).

**Verre C :** Résistance chimique élevée, adapté aux couches superficielles des structures exposées à des environnements chimiques agressifs.

**Verres R et S :** Haute résistance mécanique, conçus pour les pièces structurales.

Les fibres de verre de type **E** sont les plus couramment utilisées. Le tableau suivant présente les compositions typiques des verres E, D et R.

➤ **Les fibres de carbone :**

Les fibres de carbone sont fabriquées à partir d'un polymère de base appelé précurseur, qui se présente sous forme de fibres orientées et réticulées. Le précurseur le plus couramment utilisé est le Polyacrylonitrile (PAN). [1]

**Caractéristiques principales :**

- **Propriétés mécaniques exceptionnelles :** Les fibres de carbone offrent une résistance mécanique élevée, combinée à une faible masse volumique (généralement inférieure à 2000 kg/m<sup>3</sup>).
- **Excellente tenue en température :** Elles résistent très bien aux hautes températures dans une atmosphère non oxydante.
- **Sensibilité à l'oxygène :** Les fibres de carbone commencent à se dégrader en présence d'oxygène dès 400°C. Pour des applications en atmosphère oxydante, notamment dans le domaine spatial, elles sont recouvertes d'une couche protectrice anti-oxydante.
- **Résistance aux chocs limitée :** Elles présentent une faible résistance aux impacts, ce qui peut être un inconvénient dans certaines applications.
- **Coût élevé :** En raison de leur prix, les fibres de carbone sont principalement réservées aux applications structurelles exigeant des performances élevées.

**Optimisation des propriétés :**

Pour améliorer la liaison entre les fibres de carbone et la résine, un traitement de surface est appliqué. Ce traitement est suivi d'un procédé d'ensimage textile-plastique, facilitant l'accrochage de la matrice aux fibres.

Grâce à leurs propriétés uniques, les fibres de carbone sont largement utilisées dans des secteurs tels que l'aéronautique, l'aérospatial et l'automobile de haute performance. [1]

➤ **Les autres fibres :**

Les autres fibres sont peu utilisées, car leurs performances sont généralement inférieures à celles des fibres de verre et de carbone. Voici quelques exemples : [1]

**1. Les fibres d'aramide (Kevlar) :**

**Avantages :**

- Excellente résistance aux chocs, à l'impact et à l'abrasion.

**Inconvénients :**

- Faible résistance à la compression, à la flexion et au flambement.
- Sensibilité au cisaillement interlaminaire, en raison d'une adhérence médiocre à moyenne entre la matrice et les fibres.

• **2. Les fibres naturelles :**

Exemples : Chanvre, lin.

**Avantages :**

- Bonnes propriétés mécaniques, avec un module de Young pouvant approcher celui des fibres de verre.
- Coût modeste et aspect écologique, étant des produits naturels.

**Inconvénients :**

- Production non industrialisée.
- La qualité et la quantité des fibres dépendent fortement des conditions environnementales.
- Difficulté à calibrer et à manipuler ces fibres dans des processus industriels.

Malgré leurs limitations, les fibres naturelles sont prometteuses pour des applications où l'aspect écologique est une priorité, tandis que les fibres d'aramide sont privilégiées dans des contextes nécessitant une grande résistance aux impacts.

**I. 2.2.3. ADHÉSION FIBRE-MATRICE :**

L'adhésion entre les fibres et la matrice joue un rôle crucial dans le renforcement des composites à fibres cellulosiques. Lorsque qu'une force est exercée, les contraintes ne s'appliquent pas directement aux fibres, mais d'abord à la matrice. Pour obtenir des composites dotés d'excellentes propriétés mécaniques, il est essentiel que la contrainte soit efficacement transférée de la matrice aux fibres. Cela nécessite une interaction et une adhésion optimales entre les fibres et la matrice.

Une bonne adhésion fibre-matrice dépend principalement de la capacité de la matrice à mouiller les fibres. La mouillabilité (ou mouillage) décrit la relation physique entre un liquide et un solide en contact, et elle est déterminante pour assurer une interface solide entre les deux composants.

Il convient de rappeler que l'étude des interactions entre un solide et un liquide constitue l'une des méthodes permettant de caractériser la surface du solide. Cette approche aide également à prévoir son aptitude à établir des liaisons avec d'autres matériaux. [11]

**Robin et ses collaborateurs :** se sont penchés sur le renforcement du polyéthylène recyclé à l'aide de fibres de bois ayant subi un traitement thermique sous atmosphère contrôlée. Les composites obtenus présentent des propriétés améliorées avec l'augmentation du taux de fibres, en particulier lorsque ces dernières sont traitées. Les caractéristiques telles que la résistance en flexion, la résilience et l'adhésion entre la matrice et les fibres sont significativement supérieures à celles des composites contenant des fibres de bois non traitées. [12]

**Razid et ses collaborateurs :** ont exploré l'influence de différents agents de couplage et de la modification chimique de la surface des fibres de bois sur les liaisons interfaciales polyéthylène/fibres. Pour cela, l'hydroxyde de sodium et l'acide sulfurique ont été utilisés comme modificateurs de surface. Parmi les agents de couplage testés figurent le vinyltriméthoxysilane, le 3-méthacryloxypropyltriméthoxysilane et le 3-glycidoxypropyltriméthoxysilane.

Les résultats montrent que l'hydroxyde de sodium améliore l'adhésion interfaciale, tandis que les agents de couplage augmentent les liaisons d'interface. Parmi eux, le meilleur effet a été obtenu avec le vinyltriméthoxysilane, offrant une performance optimale pour renforcer les composites. [13]

#### **I. 2.2.4. LES CHARGES :**

On appelle communément "charge" toute substance inerte, qu'elle soit d'origine minérale ou végétale, qui, lorsqu'elle est ajoutée à un polymère de base, permet de modifier significativement ses propriétés mécaniques, électriques ou thermiques, d'améliorer l'aspect de sa surface, ou simplement de réduire le coût de production du matériau final.

Contrairement aux matières thermoplastiques, les matières thermodurcissables intègrent systématiquement des charges de nature et de forme diverses, souvent en proportions élevées pouvant atteindre jusqu'à 60 % en masse.

Pour un polymère donné, le choix d'une charge dépend des modifications souhaitées sur le produit fini. Cependant, de manière générale, les substances utilisées comme charges dans les matières plastiques doivent répondre à plusieurs critères, notamment : [7]

- Compatibilité avec la résine de base.
- Bonne mouillabilité.
- Uniformité en termes de qualité et de granulométrie.
- Faible abrasivité.
- Coût réduit.

#### **I. 2.3. CLASSIFICATION DES MATÉRIAUX COMPOSITES :**

##### **I. 2.3.1. Selon la géométrie :**

Les composites sont généralement classés en deux grandes catégories en fonction de la forme de leurs constituants : composites particules et ceux à de fibres, composites structuraux.

##### **A) Composites à fibres :**

Un matériau est qualifié de "composite à fibres" lorsque le renfort est présent sous forme de fibres. Ces fibres peuvent être continues ou discontinues, telles que des fibres coupées ou courtes. L'organisation et l'orientation des fibres permettent d'ajuster précisément les propriétés mécaniques des matériaux composites, offrant ainsi la possibilité de concevoir des matériaux allant de fortement anisotropes à isotropes dans un plan. [7]

##### **B) Composites à particules :**

Un matériau composite se dit à "particules" lorsque le renfort se trouve sous forme de particules. Une particule, par opposition aux fibres, ne possède pas de dimension privilégiée.

Les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux ou des matrices, comme la rigidité, la tenue à la température, la résistance à l'abrasion, la diminution du retrait, réduction du prix sans diminution des caractéristiques etc.[7]

**I. .2.3.2. Selon la nature de constituant :**

En fonction de la nature de la matrice, les matériaux composites se répartissent en trois grandes catégories : les composites à matrice organique, à matrice métallique et à matrice minérale. Chaque type de matrice peut être combiné avec divers renforts. Cependant, seules certaines associations spécifiques sont actuellement exploitées dans les applications industrielles, tandis que d'autres sont encore en cours de développement dans les laboratoires de recherche. Parmi ces composites, on peut mentionner : [7]

**I. .2.3.2.1. Composites à matrice organiques :**

Ces matériaux sont utilisés avec :

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

**I. .2.3.2.2. Composites à matrice métallique :**

Ils sont employés avec :

- Des fibres minérales : telles que le carbone ou le carbure de silicium (SiC).
- Des fibres métalliques : comme le bore.
- Des fibres métallo-minérales : notamment les fibres de bore revêtues de carbure de silicium (BorSiC).

**I. .2.3.2.3. Composites à matrice minérale :**

- Des fibres métalliques : comme le bore.
- Des particules métalliques : tels que les cermets.
- Des particules minérales : comme les carbures, les nitrures, etc.

Les matériaux composites à matrice organique sont limités à des températures ne dépassant pas 200 à 300 °C. En revanche, les composites à matrice métallique ou minérale sont adaptés à des conditions thermiques plus élevées, atteignant jusqu'à 600 °C pour une matrice métallique et jusqu'à 1000 °C pour une matrice céramique. [7]

**I. .2.4. ARCHITECTURE DES MATÉRIAUX COMPOSITES :****I. .2.4.1. Monocouches :**

Les monocouches constituent les éléments de base des structures composites. Elles sont composées de fibres unidirectionnelles disposées dans le plan médian et encastrées dans une matrice polymère. Ces monocouches se distinguent par le type de renfort utilisé : fibres longues (qu'elles soient unidirectionnelles ou non), fibres ourtes, ou sous forme de tissus ou de rubans. [8]

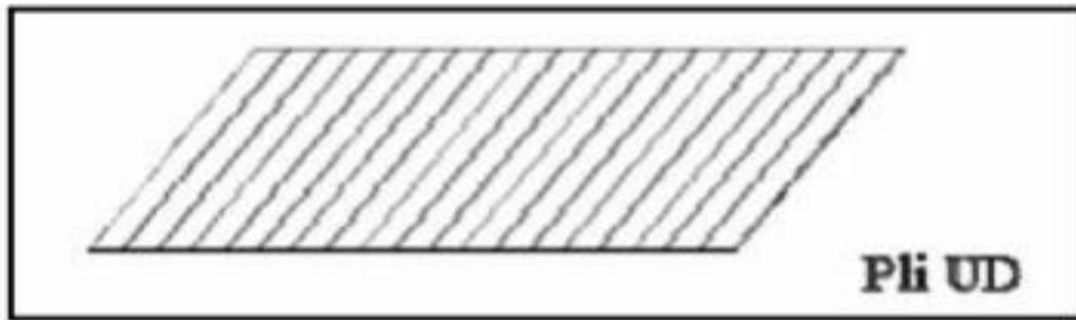


Figure I.8 : Couche de composite [8]

### I. .2.4.2. Stratifiés :

Un stratifié désigne un matériau constitué d'un ensemble organisé de couches ayant des orientations et des épaisseurs spécifiques, et composées de différents matériaux (voir figure 9). Chaque couche d'un stratifié est souvent appelée une strate. Le type de stratifié est généralement défini par la séquence d'empilement de ces couches, ce qui fournit de manière concise l'orientation de chacune d'elles. L'avantage des composites stratifiés réside dans leur capacité à créer des matériaux aux propriétés mécaniques optimisées, permettant de répondre plus efficacement aux contraintes spécifiques de la structure. [9]

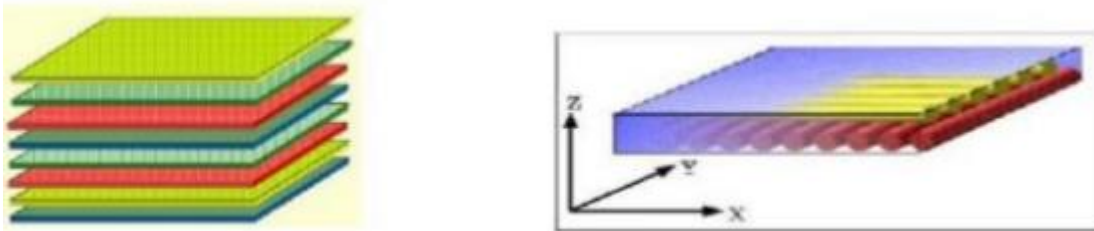


Figure I.9 : Constitution d'un stratifié [9]

### I. .2.4.3. Sandwichs :

Les matériaux sandwich sont composés de deux semelles (ou peaux) de grande rigidité et de faible épaisseur, qui entourent une âme (ou cœur) de forte épaisseur et de faible résistance. Cette configuration permet de créer une structure à la fois légère et robuste. Le matériau sandwich se distingue par sa grande légèreté, son excellente capacité d'isolation en flexion et ses excellentes propriétés thermiques. [10]

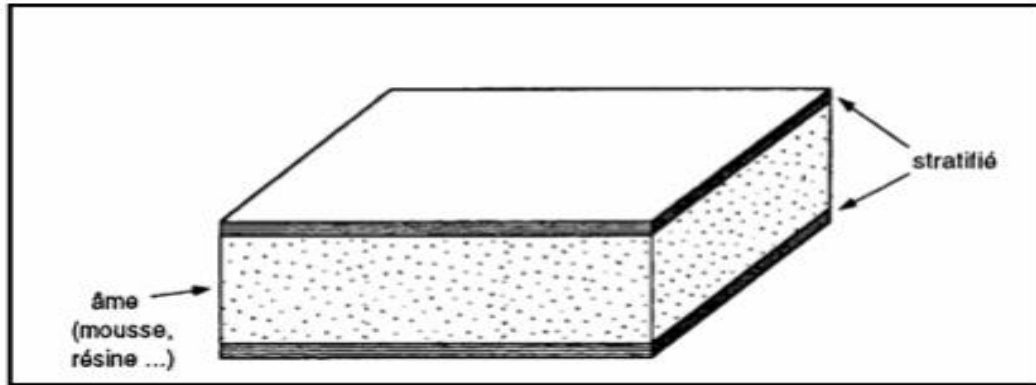


Figure I.10: Matériaux sandwichs à âmes pleines [1].

### I.2.5.Mise en œuvre des matériaux composites :

La plupart des techniques de fabrication impliquent la réalisation des pièces en matériaux composites par l'application successive de couches intégrant à la fois une matrice et un renfort [2].

#### I-2-5-1-moulage au contact :

- **Principe**

Ce procédé manuel permet de fabriquer des pièces en utilisant des résines thermodurcissables à température ambiante et sans appliquer de pression. Les renforts sont disposés sur le moule, puis imprégnés d'une résine liquide préalablement accélérée et catalysée. Une fois la résine durcie, la pièce est démoulée et ses contours sont ajustés [10].

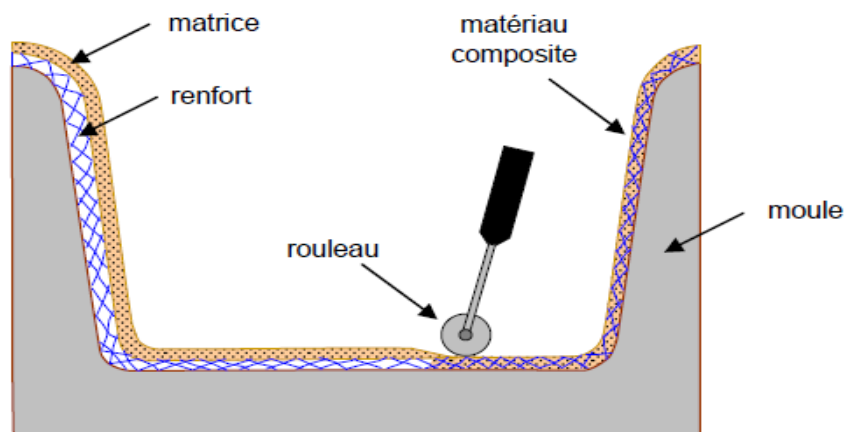


Figure I.11 : Principe du moulage au contact [2].

**I-2-5-2- Moulage par projection simultanée :**

- **Principe**

Ce procédé, qu'il soit manuel ou robotisé, permet de fabriquer des pièces à partir de résines thermodurcissables, sans pression et à température ambiante. La mise en œuvre des matières premières s'effectue à l'aide d'une machine appelée "machine de projection", équipée de :

- Un dispositif combinant la coupe et la projection des renforts (fibres)
- Un ou deux pistolets permettant l'application simultanée de la résine [10].

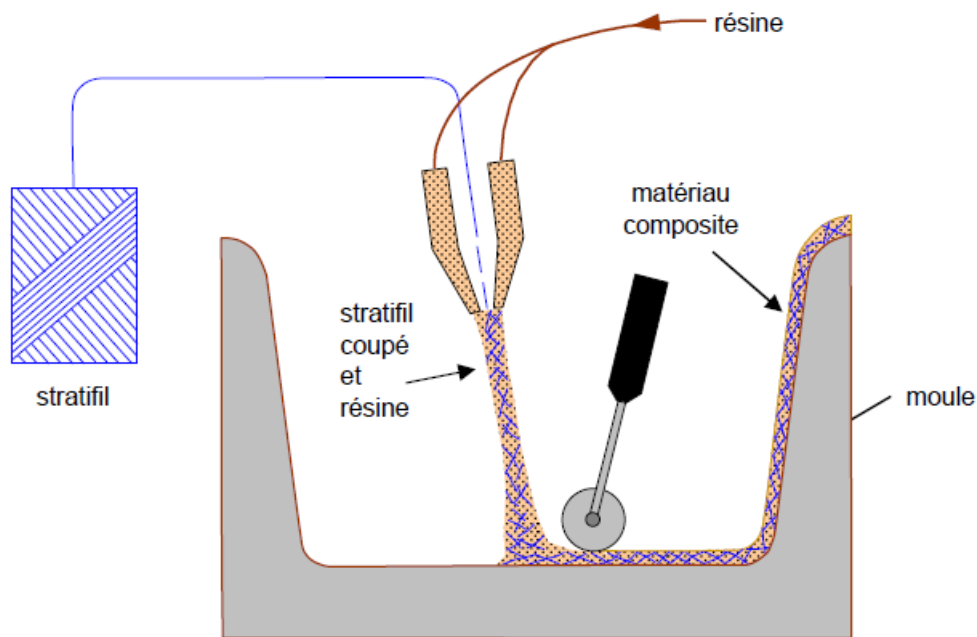


Figure I.12 : Principe du moulage par projection simultanée.

**I-2-5-3- Moulage sous vide :**

- **Principe**

Le moulage sous vide se réalise entre un moule et un contre-moule, qui peut être rigide, semi-rigide ou souple selon la technologie employée. Le renfort est positionné à l'intérieur du moule, puis la résine catalysée est versée dessus. La pression exercée lors de la mise sous vide permet de répartir la résine uniformément et d'imprégner le renfort. Alternativement, la résine peut être injectée grâce à l'aspiration générée par le vide. Le tableau ci-dessous présente les avantages et les inconvénients de cette technique de moulage sous vide [10] :

Avantages	Limits
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Deux faces lisses éventuellement gel-coatés.</li> <li>- Qualité constante.</li> <li>- Bonne cadence de production.</li> <li>- Nécessite peu de surface.</li> <li>- Investissement très modéré (moule, pompes à vide).</li> <li>- Bonnes conditions de travail et d'hygiène.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Possibilité de forme plus réduite qu'au contact.</li> <li>- Mise au point parfois difficile.</li> </ul>

Tableau I.3 : Les avantages et les inconvénients du moulage sous vide.

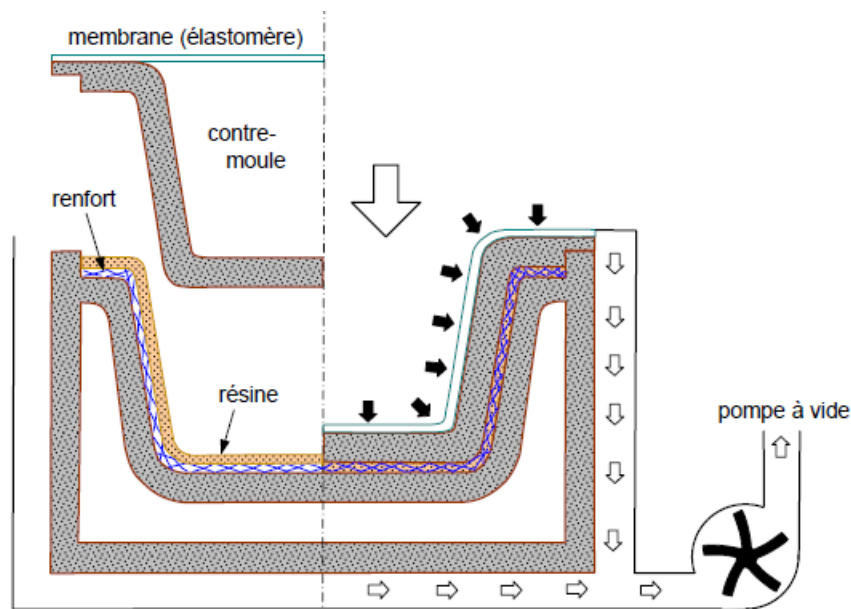


Figure I .13 : Moulage sous vide [2].

#### I-2-5-4- Moulage par projection de résine :

- **Principe**

Le moulage par injection de résine RTM (Resin Transfer Molding) consiste à déposer une nappe de fibres (tissus ou mats) dans un moule hermétique, puis à injecter la résine à basse pression [2].

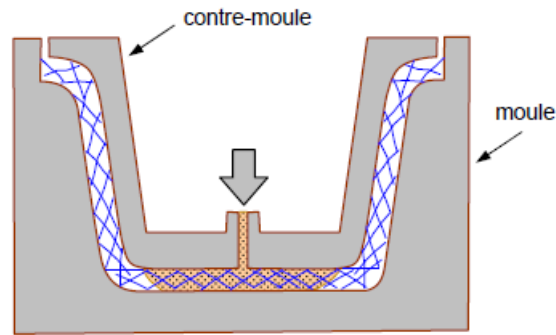


Figure I.14 : Principe de moulage par injection de résine [2].

#### I-2-5-5- Moulage par centrifugation :

- Principe

Procédé de moulage limité aux enveloppes cylindriques. Le renfort (fibres longues coupées) et la résine sont déposés dans un moule cylindrique chauffé tournant à grande vitesse [10].

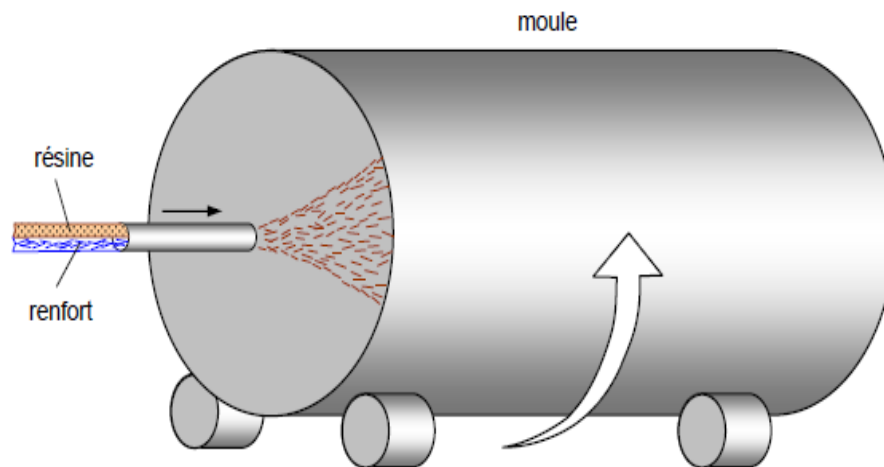


Figure I.15 : Principe de moulage par centrifugation [2].

#### I-2-6-principaux avantages et inconvénients des matériaux composites :

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

- Légèreté.
- Résistance à la corrosion et aussi à la fatigue.
- Insensibilité aux produits comme les graisses, les liquides hydrauliques, les peintures et les solvants.
- Possibilité de prendre plusieurs formes, d'intégrer des accessoires et permettre la réduction de bruit.

-Cependant certains inconvénients freinent leur diffusion :

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

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

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

De plus, dans ce dernier point, le recyclage est actuellement très limité parce que le broyage ou les autres procédés sont très coûteux et fournissent une matière de faible qualité. Ces inconvénients et défis à relever, ont poussé les chercheurs à orienter leurs recherches vers les ressources renouvelables et biodégradables [14].

### **I-2-7-Applications des matériaux composites :**

Les matériaux composites sont largement utilisés dans l'industrie car ils présentent de bonnes caractéristiques telles que la rigidité, la légèreté et la résistance aux contraintes d'origine mécanique et thermique.

#### **a) -Domaine industrie d'automobile :**

Les matériaux composites trouvent une place croissante dans l'industrie automobile en raison de leur légèreté et de leur robustesse. Ils sont utilisés pour divers composants, tels que les panneaux de carrosserie, les éléments d'intérieur (panneaux de garniture, consoles centrales, portières, etc.) (Figure I.20), ainsi que pour les systèmes de freinage. Leur intégration permet de réduire le poids des véhicules, d'améliorer l'efficacité énergétique, d'accroître les

performances et de diminuer les émissions de CO<sub>2</sub>. Néanmoins, leur coût de production, souvent supérieur à celui des matériaux traditionnels, freine encore leur adoption à grande échelle [15].



Figure I.16 : Composants d'automobile en composites de fibres végétales [15].

**b) -Domaine Spatial :**

Les matériaux composites sont largement employés dans des domaines tels que l'industrie des satellites, les réservoirs militaires, les tuyères et les corps de rentrée atmosphérique, entre autres. Ces applications sont illustrées dans la figure I.17 [16].



Figure I.17 : Présence des matériaux composites dans les lanceurs [16].

**c) -Domaine électrique et électronique :**

Les matériaux composites offrent une excellente isolation électrique, ne produisent pas d'étincelles et possèdent de bonnes propriétés antimagnétiques. Ils sont couramment utilisés dans la fabrication de colonnes de distribution, de tuyaux isolants, de bagues de retenue électrique, de lampadaires, de poteaux télégraphiques et d'outils destinés aux travaux sous tension [16].

**d) -L'industrie chimique :**

Les matériaux composites jouent un rôle essentiel dans l'industrie chimique, notamment pour la fabrication d'équipements résistants à la corrosion. Les composites en PRV (Plastique Renforcé de Fibres de Verre) se démarquent par leur excellente résistance aux substances chimiques corrosives. Ils sont utilisés pour produire divers équipements tels que des épurateurs, des tuyaux, des réservoirs de stockage, des cheminées, des ventilateurs d'extraction, des tours, des pompes et des réacteurs, conçus spécifiquement pour des environnements acides ou alcalins [17].

**e) -Domaine médical et pharmaceutique :**

Le secteur médical et pharmaceutique constitue un domaine clé pour les applications des matériaux composites. Ceux-ci sont notamment employés dans la fabrication d'implants chirurgicaux, utilisés en chirurgie vasculaire et orthopédique (Figure 18). En ingénierie tissulaire, les biopolymères sont privilégiés pour concevoir des structures poreuses grâce à leur grande résistance et leur capacité à se dégrader de manière contrôlée. Les matériaux composites servent également à fabriquer des fils résorbables et des matrices implantables permettant la libération contrôlée de médicaments dans le corps humain. De plus, ils sont utilisés dans divers dispositifs thérapeutiques, tels que les prothèses temporaires [18].



Figure I.18 : Application des matériaux composites dans le domaine médical [18].

f) **-Autres applications :**

La diversité des matériaux à base de fibres végétales ouvre la voie à de nombreuses applications dans divers secteurs. Ils sont utilisés pour la fabrication d'emballages (contenants, boîtes, etc.), de flacons, d'équipements d'installation, de mobilier, ainsi que d'aménagements destinés aux espaces publics ou conçus pour des besoins spécifiques [19].

**I-2-8-Les matériaux biodégradables :**

Les matériaux biodégradables sont des substances capables de se décomposer en dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ), méthane ( $\text{CH}_4$ ), eau ( $\text{H}_2\text{O}$ ), composés inorganiques ou biomasse, sous l'effet des enzymes produites par les micro-organismes. Ainsi, la biodégradabilité d'un matériau (figure I.19) correspond à sa capacité intrinsèque à être dégradé par une action microbienne, ce qui entraîne une simplification progressive de sa structure jusqu'à sa transformation finale en  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CH}_4$  et en une nouvelle biomasse [20].

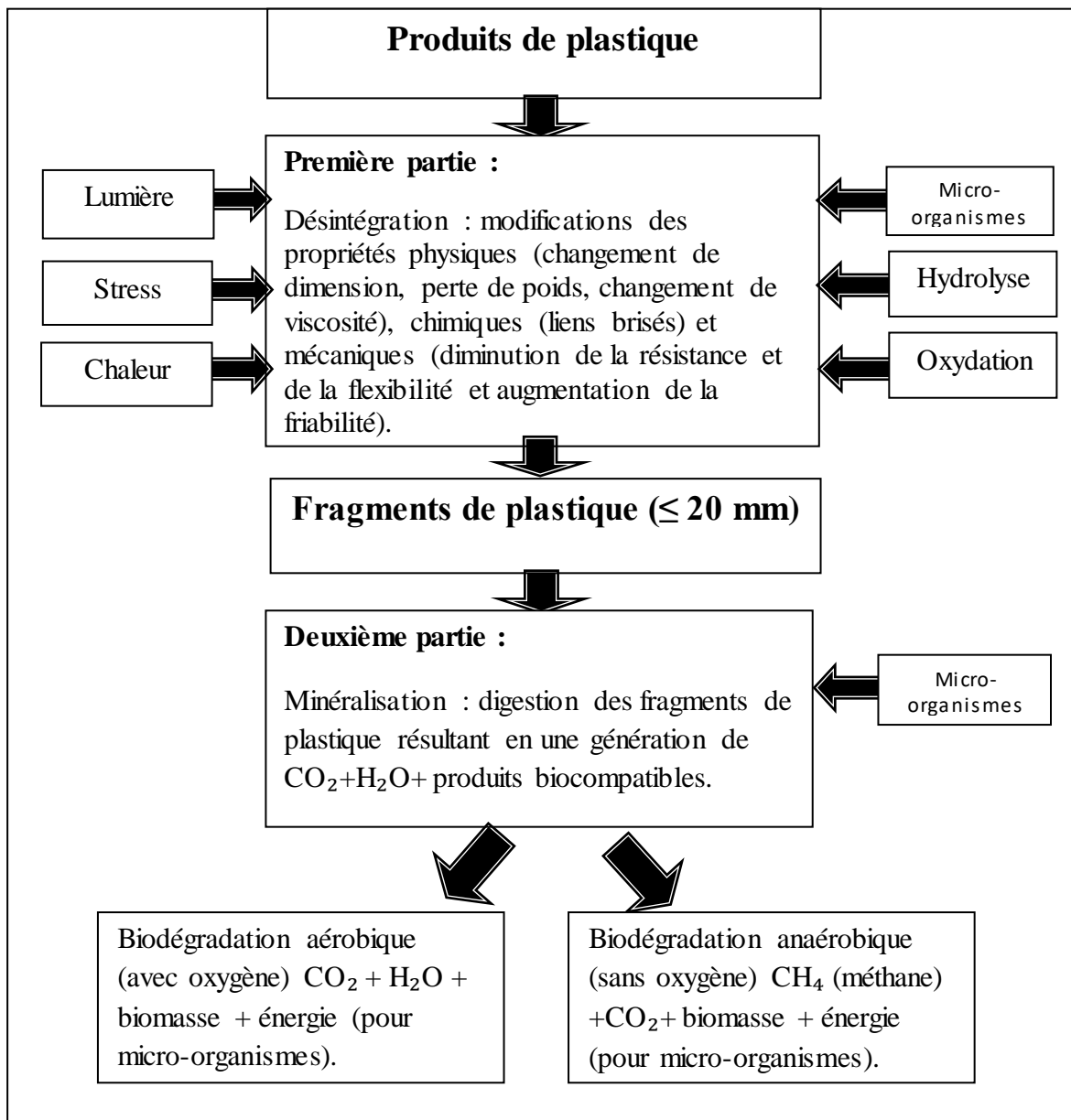


Figure I.19 : Schéma simplifié du processus de biodégradation d'un bioplastique [21].

Différentes sources de polymères peuvent être exploitées pour fabriquer ces matériaux. En fonction de l'origine des matières premières et des procédés de synthèse, on peut classer ces polymères en quatre grandes catégories commercialisées :

- Biopolymères produits par des micro-organismes génétiquement modifiés, tels que les PHA, PHV et PHBV.
- Biopolymères issus de sources végétales, comme l'amidon, la cellulose ou la lignine.

- Biopolymères obtenus par polymérisation chimique, combinant l'utilisation de matières premières renouvelables avec des procédés industriels de polymérisation, comme le PLA.
- Polymères synthétiques, fabriqués par des processus entièrement artificiels [22].

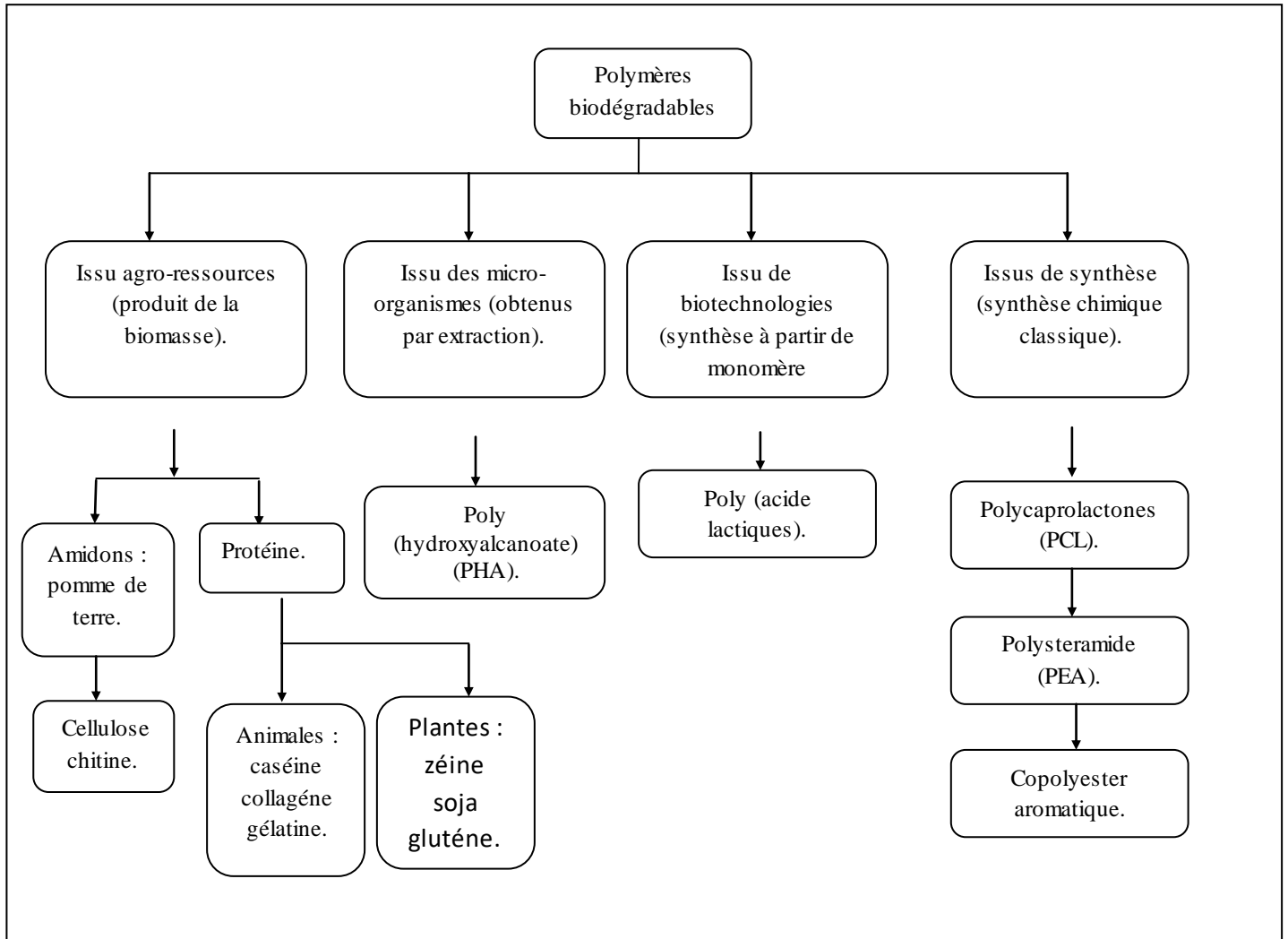


Figure I.20 : Classement des polymères biodégradables.

**CONCLUSION :**

Les matériaux composites sont des matériaux plus légers permettant une flexibilité et une facilité dans plusieurs secteurs. Leur légèreté et leur solidité résultantes de l'assemblage de deux matériaux non miscibles qui seuls ne peuvent pas se prévaloir de telles propriétés. L'atout incontestable des composites à matrice organique est leur aptitude à être conçus à

« la carte », en jouant notamment sur les propriétés de la résine qui peuvent être améliorées grâce à des additifs, la nature des fibres de renfort (carbone, verre) et l'orientation des fibres dans la pièce composite.

Ainsi, on peut concevoir des matériaux quasiment « sur mesure » en les mettant en forme via une multitude de procédés (moulage, compression et formage, injection, etc.)

Dans les matériaux composites à renfort textile, le choix du type de matrice et de renfort, ainsi que l'arrangement des fibres sont fonction des propriétés finales recherchées (propriétés mécaniques), aspect de surface). Par contre, le choix de la mise en œuvre dépend de la pièce à réaliser et de sa géométrie.

## RÉFÉRENCES :

- [1] Djebbloun ,Y. Etude de la rupture en MODE I d'ouverture des matériaux composites. Université de Biskra **2004**.
- [2] Berthelot ,J-M. Matériaux Composites , Comportement Mécanique et Analyse des structures. 5e édition. Lavoisier, Paris ,**2012**. ISBN : 978-2-7430-1450-6 .
- [3] Gay , D. Matériaux Composites .4e édition revue et augmentée, HERMES Paris,**1997** ISSN : 1158-3509 .
- [4] Université Polytechnique Hauts-de-France. Matériaux composites FRP , Moodle UPHF. Consulté le 12 Décembre **2024** . Disponible sur : [https://moodle.uphf.fr/pluginfile.php/320095/mod\\_resource/content/1/Mat%C3%A9riaux%20composites%20FRP%203.pdf](https://moodle.uphf.fr/pluginfile.php/320095/mod_resource/content/1/Mat%C3%A9riaux%20composites%20FRP%203.pdf).
- [5] DESSARTHE,A. Conception de pièces mécanique en plastique et composite . 2e édition , CETIM, Paris,**1996**.
- [6] Gay,D. Matériaux Composites .4e Edition, Hermès, **2009**.
- [7] AMARI, B. Identification des défauts de délaminage dans des Structures en matériaux composites multicouches . Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou ,**2014** .
- [8] Behlouli,N. Les matériaux composites , cours des matériaux composites.Université de Strasbourg.
- [9] Cugnoni,J. Identification par recalage modal et fréquentiel des propriétés constitutives decoques en matériaux composites . Thèse de doctorat , Ecole Polytechnique fédérale de Lausanne, **2005**.
- [10] CARMA , Glossaire des matériaux composites .Actualisation, octobre **2006**.
- [11] WEISS, J; BORD,C. Centre technique des industries mécaniques (Senlis). Les matériaux composites ,CEP, **1983**.
- [12] ROBIN, J\_J; BRETON,Y. Reinforcement of recycled polyethylene with wood fibers heat treated. Journal of reinforced plastics and composites**2001**, 20,14-15.

- [13] RAZI, P. S; PORTIER,R; RAMAN,A. Studies on polymer-wood interface bonding: effect of coupling agents and surface modification. *Journal of Composite materials***1999** ,33(12) .
- [14] : MEKIDECHE, S. Valorisation des déchets comme constituants des bio-composites. Mémoire de Master, Université Mohamed Boudiaf-M'sila, **2018** .
- [15] Hashim,M.Y; Roslan,M.N; Amin, A.M; Zaidi,A.M.A; Ariffin,S. Mercerization treatment parameter effect on natural fiber reinforced polymer matrix composite: A brief review, *International . Journal of Materials and Metallurgical Engineering***2012**, 6 , 784-790.
- [16] Williams,T; Hosur,M; Theodore,M; Netravali,A; Rangari,V; Jeelani,S. Time effects on morphology and bonding ability in mercerized natural fibers for composite reinforcement,*International .Journal of Polymer Science*, **2011**.
- [17] Yan, L;Chouw,N; Yuan,X. Improving the mechanical properties of natural fibre fabric reinforced epoxy composites by alkali treatment. *Journal of Reinforced Plastics and Composites***2012**, 31, 425-437.
- [18] Rout,J; Misra,M; Tripathy, S;Nayak,S; Mohanty,A. The influence of fibre treatment on the performance of coir-polyester composites. *Composites Science and Technology***2001**, 61, 1303-1310.
- [19] Boukhoulida, A; Boukhoulida,F; Makich,H; Nouari,M; Haddag, B. Elaboration and mechanical properties analysis of a composite based on polyester resin reinforced with natural Alfa fibres. *Journal of Composite Materials***2019**, 53, 3993-4001.
- [20] BEWA , H. Matériaux polymères biodégradables et applications. Note de Synthèse II, Direction des Energies Renouvelables, des Réseaux et des Marchés Energétiques , **2006**.
- [21] Lapointe ,R. BIoplastiques biodégradable, compostables et biosourcés pour les emballages alimentaires . Essai présenté au Centre Universitaire de Formation en Environnement en vue de l'obtention du grade de maître en Environnement (M.Env) , Université de Sherbrooke, Canada, 6 septembre **2012**.
- [22] [forumdechets.ch](http://forumdechets.ch) .Tout savoir sur la diminution et la gestion des déchets.html.

---

# **CHAPITRE II :**

# **LES CHARGES ET LES RENFORTS**

---

## INTRODUCTION :

Les matériaux composites, largement utilisés dans de nombreux secteurs tels que l'aéronautique, l'automobile et la construction, tirent leur exceptionnelle combinaison de propriétés mécaniques, thermiques et physiques de leur structure composite. Ces matériaux sont constitués de deux phases principales : une matrice et des renforts, Il existe également un autre terme appelé charges qui est ajouté aux matériaux composites, rôle des charges et des renforts Dans un matériau composite, les charges et les renforts jouent un rôle central en déterminant les propriétés globales du matériau. Ils confèrent au composite ses caractéristiques mécaniques, telles que la résistance à la traction, la rigidité ou encore la résistance aux impacts.

### II-1-LES CHARGES :

#### a) Charges renforçantes :

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

- Charges sphériques.
- Charges non sphériques.

#### b) Charges non renforçantes :

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

Parmi ces classes on trouve :

- Charges de faible coût.
- Charges ignifugeantes.
- Charges conductrices et antistatiques [1].

### II-2-LES RENFORTS :

Les renforts jouent un rôle essentiel dans la détermination des propriétés mécaniques des matériaux composites. Une grande variété de fibres est disponible sur le marché, permettant d'adapter les coûts de production en fonction des exigences de la structure à réaliser. Ces renforts, constitués de fibres, se déclinent sous différentes formes :

- Formes linéaires (fils, mèches)
- Formes surfaciques (tissus, mats)
- Formes multidirectionnelles (tresses, tissus complexes, tissages tridirectionnels ou plus).

## a) –les renforts particules :

Il existe différentes géométries de renforts :

## ✓ Les unidirectionnels (UD) :

Dans une nappe unidirectionnelle (UD), les fibres sont disposées parallèlement les unes aux autres et maintenues ensemble par une trame très légère, ce qui entraîne un fort déséquilibre directionnel.

Les tissus, quant à eux, sont constitués de fils de chaîne et de trame disposés perpendiculairement. Ils se distinguent par leur mode d'entrecroisement, appelé armure.

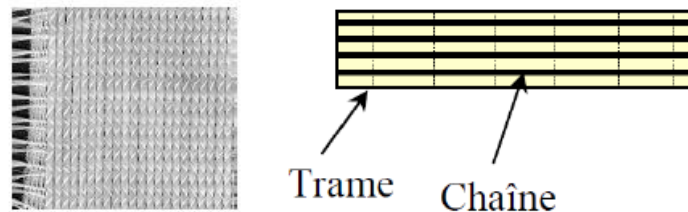


Figure II.1 : renforts unidirectionnels (UD).

## ✓ Toile ou taffetas :

Dans ce type de tissu, chaque fil de chaîne alterne en passant au-dessus puis au-dessous de chaque fil de trame, et inversement. Ce procédé confère au tissu une bonne planéité et une rigidité relative, mais limite sa déformabilité lors de la mise en œuvre. Cependant, les nombreux points d'entrecroisement entraînent un embuvage significatif, ce qui peut réduire les performances mécaniques globales.

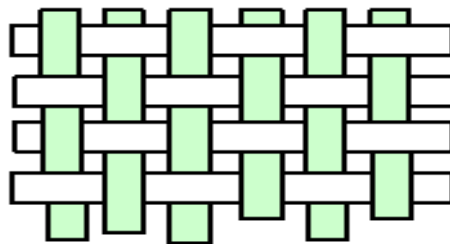


Figure II.2 : renforts Toile ou taffetas.

## ✓ Sergé :

Chaque fil de chaîne flotte au-dessus de plusieurs ( $n$ ) fils de trame et chaque fil de trame flotte au-dessus de ( $m$ ) fils de chaîne. Armure de plus grande souplesse que le taffetas ayant une bonne densité de fils. Ci-contre, un sergé 2/2.

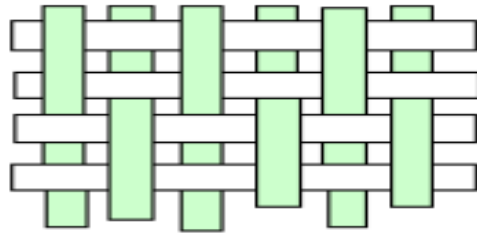


Figure II.3 : renforts Sergé.

✓ **Satin :**

Dans ce type de tissu, chaque fil de chaîne passe au-dessus de plusieurs fils de trame (n-1) avant de repasser en dessous, et inversement. Cela confère au tissu un aspect différent sur chaque face. Ces tissus sont relativement souples, ce qui les rend bien adaptés à la mise en forme de pièces aux surfaces complexes. Toutefois, ils se caractérisent par une masse spécifique élevée [3].

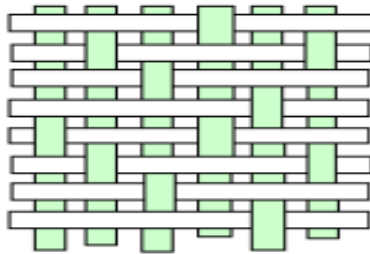


Figure II.4 : renforts Satin.

b) **-Les renforts fibreux :**

On distingue plusieurs natures de fibre :

✓ **Fibre de carbone :**

Cette fibre est la plus couramment utilisée dans les applications à haute performance. Elle est produite par la carbonisation de fibres de PAN (polyacrylonitrile). En fonction de la température de carbonisation, on distingue deux types de fibres :

- **Fibres à haute résistance (HR)** : obtenues à des températures de carbonisation comprises entre 1000 et 1500 °C.
- **Fibres à haut module (HM)** : produites à des températures de carbonisation allant de 1800 à 2000 °C.

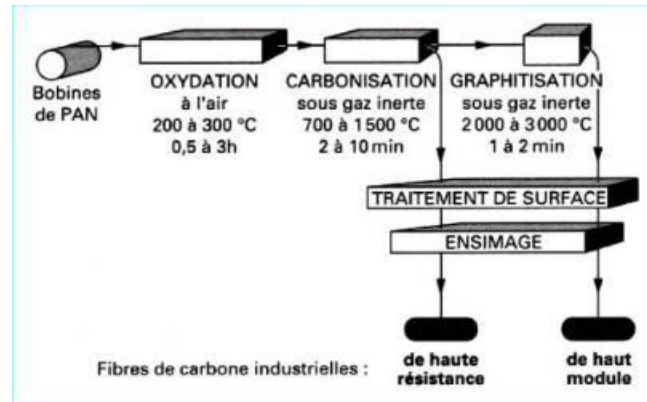


Figure II.5 : Principe du procédé de fabrication des fibres de carbone.

### ✓ Fibre de verre :

Cette fibre est le principal renfort utilisé dans les composites à grande échelle. Elle est fabriquée à partir de sable (silice) et d'additifs tels que l'alumine, le carbonate de chaux, la magnésie et l'oxyde de bore. On distingue trois types de fibres :

**Type E** : destiné aux composites à grande diffusion et aux applications courantes.

**Type R** : utilisé pour les composites haute performance.

**Type D** : conçu pour la fabrication de circuits imprimés grâce à ses propriétés diélectriques.



Figure II.6: Fibre de verre.

### ✓ Fibre d'aramide :

Connue sous le nom commercial de KEVLAR®, la fibre d'aramide est produite à partir de la chimie des polyamides aromatiques. Elle se décline en deux types, offrant des rigidités différentes :

- **Fibre à bas module** : utilisée principalement pour la fabrication de câbles et de gilets pare-balles.

- **Fibre à haut module** : employée comme renfort dans les composites destinés aux applications haute performance.



Figure II.7 : Fibre d'aramide.

✓ **Fibre de bore :**

D'un haut module et résistantes à l'oxydation à des températures élevées, ces fibres sont fabriquées par dépôt en phase gazeuse sur un substrat en tungstène.

✓ **Fibre de silice (ou de quartz) :**

Ces fibres sont fabriquées par fusion, de manière similaire au verre, et sont principalement utilisées en raison de leur excellente résistance chimique et thermique, notamment dans les tuyères de moteurs de fusée.

✓ **Fibres de polyéthylène de haut module :**

Elles présentent une très bonne résistance à la traction mais une mauvaise mouillabilité. Pour des structures peu sollicitées, on peut encore utiliser des fibres synthétiques courantes de polyamide ou polyester [3].

### II.3. LES BIOCOMPOSITES :

Les bio-composites sont définis au sens large comme des matériaux composites dont au moins une partie (matrice ou renfort) provient de sources renouvelables, la matrice peut être soit un polymère dérivé du pétrole non dégradé tel que le polyéthylène et le polypropylène et les époxy, ou un bio-polymère dérivé de la nature tel que le PLA (polylactic acid) et les PHA, le même pour un renfort peut être d'origine synthétique tel que le verre et le carbone, ou naturelle tel que les fibres végétales et animales. Les bio-composites constitués de bio-polymères tels que les bioplastiques et les bio-fibres où les fibres naturelles sont plus respectueuses de l'environnement et ces bio-composites sont parfois appelées « composites verts » [3]. Les biocomposites se distinguent comme étant une ressource naturelle biodégradable, renouvelable, dont le coût est faible et respectueux de l'environnement [4]. Un schéma de ces catégories de composites est présenté dans **Figure 28** [3].

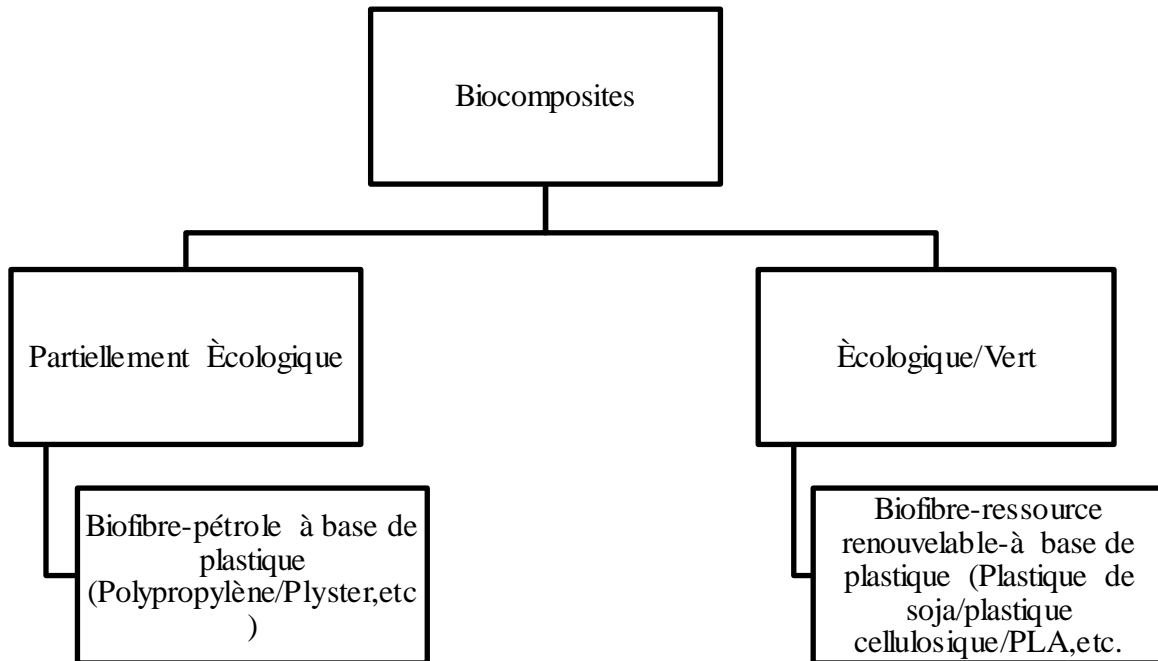


Figure II .8 : Classification des bio-composites [3].

Les applications avancées de composites polymères de fibres naturelles apparaissent dans le domaine de l'industrie automobile, comme le montre **Tableau II.1** [5].

**Tableau II.1** : Application du bio-composites dans l'industrie automobile [5].

Fabricant	Modèle	Applications
<b>Audi</b>	A2, A3, A4, A4 Avant, A6, A8, Roadstar	Porte-chapeaux, dossier de siège, panneau de porte latérale et arrière, doublure de roue de secours et doublure de coffre.
<b>BMW</b>	3, 5 et 7 series	panneaux d'insonorisation, panneaux de porte, doublure de coffre, panneau de pavillon et dossier de siège.
<b>Mercedes Benz</b>	C, S, E, et A Classes	Panneau de surface de siège, panneau de dossier de siège, support de tableau de bord et panneaux de porte.
<b>Mitsubishi</b>	Fiat Spa	Panneaux de plancher, tableau de bord, panneaux de porte, plancher de l'espace de chargement, garnitures de dossier de siège, revêtement intérieur et tapis de sol.
<b>Opel</b>	Vectra, Astra, Zafira	Tableau de bord, panneau de pavillon, panneau de recouvrement de montant et panneaux de porte.
<b>Peugeot</b>	406	Tablette à colis, dossiers de sièges, panneaux arrière et de porte.
<b>Toyota</b>	ES3	Garniture de pilier et autres pièces intérieures.
<b>Volkswagen</b>	Passat Variant, Golf, A4, Bora	Doublure de coffre, panneau de finition de couvercle de coffre, panneau de porte et dossier de siège.
<b>Citroen</b>	C3 Picasso, C5	Garde-boue, habillages intérieurs de porte, panneaux de porte, doublures de coffre et tablettes arrière.

## II.4.FACTEURS INFLUENÇANT LES COMPOSITES À RENFORT NATUREL :

### II.4.1.La dispersion et l'orientation de la fibre

Il est évident que la dispersion du renfort qui conduit à un mélange plus ou moins intime des composants est un paramètre qui influence les propriétés physico-mécaniques du matériau composite. Cependant, les dimensions ne sont pas les seuls paramètres qui diffèrent. En effet, ceux-ci induisent l'orientation de ces fibres dans le polymère. La dispersion du renfort conduit à un mélange plus ou moins homogène des composants, ce qui influence les propriétés. En effet, les fibres ont tendance à se regrouper et à s'agglomérer ce qui crée des hétérogénéités. L'orientation des fibres génère une anisotropie, qui détermine des « axes forts » pour le polymère, selon lesquelles les fibres seront sollicitées longitudinalement (direction la plus résistante de la fibre) [6].

**Fiore et al.** [7] ont étudié l'effet du traitement alcalin et de l'orientation des fibres de kénaf sur les propriétés mécaniques et morphologique des composites époxyde/fibres de kénaf. Les fibres de kénaf ont été traitées avec 6% en poids de NaOH à la température ambiante pendant 48h. Deux types de fibres ont été utilisés: fibre longue unidirectionnelle et fibre courte orientée d'une façon aléatoire. Les résultats trouvés ont montré que le module d'élasticité a augmenté avec l'ajout des fibres, mais les composites à fibres longues unidirectionnelles ont les meilleures propriétés. La contrainte à la rupture des composites renforcés par les fibres longues exhibe une valeur plus grande que la résine seule. Ce résultat explique l'importance de la longueur et de l'orientation des fibres comme facteurs déterminants les propriétés des composites à fibres végétales. D'autre part, le traitement alcalin a augmenté les propriétés mécaniques des composites. Ceci confirme que le traitement alcalin améliore l'adhésion fibre-matrice et augmente le transfert de contrainte.

**Raj et al.** [8] ont étudié l'influence du traitement de surface du renfort fibreux par l'acide stéarique, une huile minérale (agent mouillant) et un agent de couplage (éthylène maléique) sur les propriétés des composites polypropylène/fibres cellulosiques. La résistance à la traction et le module des composites ont augmenté avec le taux de fibres, lorsque l'acide stéarique et l'huile minérale sont utilisés à une concentration de 1 (% en poids) durant la transformation. L'acide stéarique a montré une plus grande amélioration de la dispersion des fibres dans les composites comparé à l'huile minérale.

### II.4.2.Influence de la nature et la quantité des constituants

L'augmentation du pourcentage de renforts améliore quasi systématiquement la rigidité d'un composite. Cependant, une trop grande quantité de renforts implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse de performances dans certains cas. D'après la littérature, il est assez peu fréquent de trouver des composites qui contiennent un pourcentage de fibres supérieur à 50-60%, sans rencontrer de nombreuses difficultés lors du moulage. L'augmentation de la proportion de fibres lignocellulosiques a aussi pour conséquence

directe, la multiplication des problèmes liés à l'usage d'un matériau biologique hygrosopique et putrescible [6].

**El-Shekeil** *et al.* [9] ont étudié l'effet du taux de fibres sur les propriétés mécaniques et morphologique des composites (mélange PVC/Polyuréthane TP)/fibres de kenaf. Les résultats ont montré que les résistances à la traction et au choc diminuent avec l'augmentation du taux de fibres, alors que le module d'élasticité augmente. L'observation au microscope électronique à balayage des surfaces fracturées des composites a montré qu'il ya une mauvaise adhésion entre la matrice et la fibre attribuée au manque de compatibilité entre les fibres végétales et les matrices polymères. Cette incompatibilité provoque une mauvaise dispersion des fibres et la formation d'un matériau hétérogène dont les propriétés mécaniques globales ne sont pas satisfaisantes.

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

**Nekkaa** [11] a étudié l'effet de traitement de la fibre de Genêt d'Espagne (GE) par le N [3-(-Triméthoxysilyl) propyl]éthylènediamine (Z-6020) et par l'acide stéarique sur le comportement des composites PP/GE à différents taux de fibres. Les résultats ont montré que les traitements par le Z-6020 ou par l'acide stéarique améliorent les propriétés mécaniques des composites PP/GE. Cette amélioration est liée directement à la création de liaisons entre la fibre et la matrice. Les études des propriétés rhéologiques ont montré que les composites à base des fibres traitées par le Z-6020 à des concentrations élevées présentent des valeurs d'indice de fluidité supérieures à celles des composites à fibres traitées par l'acide stéarique, ce qui confirme que la modification chimique de la surface des fibres par le Z-6020 est plus efficace et améliore mieux la dispersion des fibres dans le polypropylène.

**Panaitescu** *et al.* [12] ont étudié l'effet du taux de la charge sur les propriétés mécaniques du composite PP/fibres de sisal, et ont montré que la résistance à la traction et le module d'élasticité augmentent avec le taux des fibres de sisal. Le module d'élasticité devient double dans le domaine de concentration 0, 5, 10, 15, 20, et 25%. L'augmentation du pourcentage de renforts lignocellulosiques améliore quasi systématiquement les performances mécaniques des composites bois/polymère (CBP). Cependant, une trop grande quantité de bois implique une adhésion plus difficile qui conduit à une baisse des performances dans certains cas. Il faut aussi souligner, qu'il existe une

proportion de renfort au-delà de laquelle des difficultés majeures apparaissent, notamment au niveau du mode de fabrication [13].

#### II.4.3.L'effet de l'humidité :

L'humidité est un point crucial qui évolue et intervient tout au long de la vie des matériaux composites due au caractère hydrophilique de la fibre. Les fibres végétales sont à l'origine très sensibles aux conditions hygroscopiques. Cette sensibilité joue un rôle important sur l'adhésion mais aussi sur les caractéristiques mécaniques et physiques du produit final [14]. A cet égard, la résistance à l'eau de ces matériaux a pu être améliorée par la modification des fibres.

**Hai et al.** [15] ont étudié l'effet du traitement sur les propriétés des composites PP/fibres de jute et PP/fibres de coir. Les fibres de jute et de coir ont été traitées par NaOH à différentes concentrations 2, 4, 6 et 8 (% en poids) pendant 24h. Les résultats ont montré que le traitement et sa concentration contribuent à une décroissance du taux d'absorption d'eau des composites. Il a été trouvé aussi que l'adhésion fibre/matrice est améliorée par la modification de la surface des fibres, et une augmentation significative des propriétés mécaniques (résistance à la traction, module et déformation à la rupture) est observée. Ceci est dû à la diminution des groupements hydroxyles, après la mercerisation.

**Dhakal et al.** [16] ont étudié le comportement d'absorption d'eau et son influence sur les propriétés mécaniques des composites polyester insaturé/fibres de chanvre. Les échantillons des composites ont été immergés dans l'eau distillée à différentes températures, à l'ambiante et à 100°C. Les résultats obtenus ont montré que le taux d'absorption d'eau pour les composites augmente avec l'augmentation du taux de fibres. Le processus d'absorption d'eau à la température ambiante suit la loi de Fick alors que le processus d'absorption à 100°C est un comportement non Fickien. D'autre part, les résultats ont montré que le vieillissement change le comportement mécanique des composites, en provoquant une diminution des propriétés mécaniques (traction et flexion).

#### II.4.4.Influence de la morphologie des fibres :

Les caractéristiques qui sont la masse volumique, la longueur, le facteur de forme, la porosité et le diamètre constituent des paramètres de variabilité des propriétés mécaniques des fibres végétales.

1) Les fibres longues ont des contraintes en traction plus faibles que les fibres courtes, du fait que les premières ont de plus grandes chances de contenir des défauts de formation.

2) Les particules de grandes tailles induisent au niveau des composites à la fois une

meilleure résistance à la propagation de fissures et une diminution de la résistance à l'initiation de fissures. Les particules les plus fines et les plus fibreuses bien dispersées conduisent à de meilleures propriétés mécaniques des composites [17].

**Nabinejad** *et al.* [18] ont travaillé sur l'effet de la taille des particules de la farine de palmier sur les propriétés mécaniques des composites polyester renforcé avec la farine de palmier à différentes tailles. Il a été observé une augmentation de la résistance à la traction et de la résistance en flexion avec la diminution de la taille des particules, alors que, la contrainte et le module en flexion sont indépendants de la taille de la farine. Ce résultat explique l'importance de la taille des charges comme paramètre affectant les propriétés des composites polymère/fibres végétales.

**Ashori** et **Nourbakhsh** [19] se sont intéressés à l'étude des effets de la taille des particules du bois sur les propriétés physiques et mécaniques des composites bois/PP. Le polypropylène greffé par l'anhydride maléique a été utilisé comme agent de couplage. Les résultats ont montré que la contrainte à la rupture et le module augmentent avec l'ajout des fibres, mais les composites à fibres longues ont les meilleures propriétés à cause de leur pouvoir de transmettre les contraintes de la matrice. Ce résultat explique l'importance de la longueur des fibres comme paramètre influençant les propriétés des composites polymère/fibres végétales.

#### II.4.5. Adhésion fibre-matrice :

La notion d'adhésion ne peut être dissociée de la nature des surfaces impliquées. D'une manière générale, une mauvaise adhésion provient des propriétés antagonistes de la surface des composés associés.

L'adhésion est un phénomène complexe qui consiste en la formation d'un contact interfacial au niveau moléculaire entre les différents composés. Les molécules se déplacent ensuite pour atteindre l'équilibre d'adsorption en formant des liaisons physiques, plus ou moins fortes selon leur nature et/ou réagissent chimiquement pour former des liaisons covalentes. L'adhésion est donc affectée par des phénomènes de mouillabilité, de diffusion, d'adsorption, de réactivité chimique et elle peut aussi être d'origine mécanique [20]. Les fibres végétales constituent un bon exemple de matériau à surface irrégulière, rugueuse, poreuse et possédant d'autres caractéristiques non nécessairement souhaitables. La surface conditionne donc fortement les possibilités de liens chimiques ou mécaniques représentant l'adhésion à l'interface entre deux matériaux. Cette interface prend différentes formes et conduit au concept d'interphase. L'interphase est une zone entre les deux adhérents, dans laquelle il existe un gradient de concentration des deux composants. Cette zone est plus ou moins large et plus ou moins performante. L'interphase se crée par inter-diffusion entre deux plastiques, par diffusion d'un adhésif dans la fibre végétale ou dans un matériau poreux. C'est donc à l'interface ou dans l'interphase qu'agissent les forces qui sont à l'origine de l'adhésion [6].

L'adhésion entre les fibres et la matrice est sans doute le point le plus important au niveau des caractéristiques des matériaux composites. En effet, leurs propriétés mécaniques chutent si l'adhésion fibre/matrice est mauvaise [21]. Ce phénomène est lié au fait que les

fibres végétales sont hydrophiles et polaires car elles sont composées de lignocellulose, qui contient des groupes hydroxyles. Ces fibres sont donc incompatibles avec les polymères thermoplastiques couramment utilisés pour ces composites qui sont hydrophobes et apolaires [21-4]. Pour minimiser ces problèmes, beaucoup de travaux de recherches récentes ont porté sur l'amélioration d'adhésion fibre/matrice [22-10].

## **II.5. MODIFICATION DE L'INTERFACE FIBRE VÉGÉTAL / MATRICE:**

Pour obtenir des matériaux composites performants, des traitements complémentaires sont nécessaires pour séparer les fibres, nettoyer leurs surfaces, obtenir une liaison fibre/matrice de qualité et, dans certains cas, diminuer le caractère hydrophile (présence de groupements hydroxydes). Dans un matériau composite, l'adhérence fibre/matrice joue un rôle très important sur la transmission des contraintes entre les fibres et la tenue au vieillissement [23].

Ces méthodes des modifications ont pour objectif de:

- Créer des liaisons fortes entre la fibre et la matrice ;
- Abaisser le caractère hydrophile des fibres végétales.

Les méthodes de modifications (traitements) sont différemment efficaces en ce qui concerne l'adhésion entre la matrice et les fibres [24]. Il existe de nombreuses techniques afin de rendre compatible la fibre cellulosique et la matrice polymérique. Ces diverses techniques peuvent être divisées en deux catégories: les méthodes de modification physiques et les méthodes chimiques [25].

### **II.5.1. Les traitements physiques**

Les méthodes physiques, ont la particularité de ne pas modifier la composition chimique de la fibre cellulosique. Les traitements physiques modifient les propriétés structurales et de surface de la fibre et influencent ainsi les liaisons avec les polymères [25,26].

La décharge électrique (corona, plasma froid) est une autre méthode de traitement physique. Les méthodes par décharge électrique sont reconnues efficaces pour des substrats de polymères non actifs comme le polystyrène, le polyéthylène, le polypropylène, etc. Ces méthodes sont utilisées avec succès sur des fibres cellulosiques pour réduire la viscosité à l'état fondu et pour améliorer les propriétés mécaniques des composites [27, 25].

Les agents dispersifs et d'autres additifs sont largement utilisés dans les composites à base de bois parce qu'ils agissent sur les propriétés de la surface des composants en déterminant la modification de la tension à l'interface [28].

#### **II.5.1.1. Le traitement thermique de séchage**

Le séchage des fibres naturelles avant leur mise en oeuvre est un facteur important. Les quantités d'eau contenues dans les fibres sont parfois élevées et agissent comme agent de séparation entre la fibre et la matrice au niveau de l'interface. De plus, lors de la mise en

oeuvre, l'évaporation de l'eau crée des vides dans les composites et conduit ainsi la formation d'un réseau de défauts aléatoirement réparti et à de faibles propriétés mécaniques. Dans les cas des thermodurcissables, les températures de réaction dépassent généralement la température d'évaporation de l'eau. Aussi, les thermoplastiques sont mis en oeuvre à des températures largement au dessus de 100°C. Dans ces deux cas, la présence de l'eau ou bien de sa vapeur favorise la formation de vides et de mauvaises propriétés interfaciales et macroscopiques [26].

### II.5.1.2. La décharge électrique

La modification des fibres cellulosiques par ce type de traitement a connu plusieurs succès dans le cadre d'études sur les composites. Le traitement corona, ou effet couronne, est une technique d'activation de surface par oxydation. Cela se traduit par une augmentation de la concentration des groupements aldéhyde lors de l'activation de la surface des fibres. On obtient sensiblement le même type d'action avec les plasmas à basse température. Ce traitement modifie la surface des fibres sans affecter les propriétés intrinsèques du matériau. De plus cette technique ne nécessite pas l'usage de solvant et les temps de traitement sont courts. La variété de modifications possibles avec les plasmas provient du choix du gaz impliqué dans le traitement. L'oxygène entraîne la formation de groupes plutôt acides (accepteurs d'électrons), alors que l'azote ou l'ammoniaque entraîne la formation de groupes plutôt basiques (donneurs d'électrons). Ce type de solution par décharge électrique nécessite toutefois une technologie assez complexe [29,30].

**Gibeop et al.** [31] ont travaillé sur l'effet du traitement par plasma sur les propriétés des composites PLA/fibres de jute. Les résultats trouvés ont été comparés avec ceux des composites préparés par des fibres non traitées et traitées par NaOH. Les résultats ont montré que les composites à base de fibres traitées par plasma ont montré des propriétés mécaniques meilleures que celles des composites à fibres non traitées et traitées par NaOH. Une augmentation de la contrainte, du module d'Young et de la résistance en flexion est de l'ordre de 28, 17 et 20% respectivement. Ceci confirme une amélioration de l'adhésion entre la matrice et la fibre par le traitement plasma. Ces résultats ont été confirmés par les observations de la microscopie électronique à balayage qui ont montré une bonne adhésion et une bonne compatibilité entre la fibre de jute et la matrice du PLA après le traitement par plasma.

**Li et al.** [32] se sont intéressés à l'effet du traitement par plasma sur les propriétés des composites de polypropylène renforcé par les fibres de ramie. Les fibres de ramie ont été prétraitées par l'éthanol suivi par un traitement par plasma d'hélium à pression atmosphérique pendant 15, 30 et 45 secondes. Les résultats trouvés par la microscopie électronique à balayage ont montré que la surface des fibres traitées est devenue plus rugueuse comparée à celle des fibres non traitées. Aussi, les résultats de mesure de l'angle de contact ont montré que le caractère hydrophile des fibres a diminué après le traitement par plasma, et qu'une augmentation de 28 et 20% de la résistance à la flexion et de la contrainte à la rupture des composites à fibres traitées, respectivement, a été observée en comparaison avec les

composites à fibres non traitées. Ceci a été attribué à l'amélioration de l'adhésion interfaciale résultant aux effets combinés d'augmentations de l'hydrophobicité et de la rugosité de surface des fibres traitées par plasma.

### II.5.1.3. Les agents dispersifs

Les cires et les paraffines sont largement utilisées dans les composites à base de fibres végétales qu'ils soient ou non associés à des polymères thermoplastiques. D'autres additifs comme les élastomères et les plastifiants sont utilisés. Ces produits agissent sur des propriétés spécifiques qui entraînent des modifications de surface permettant d'améliorer directement le composite ou indirectement en facilitant sa fabrication (changements des paramètres du procédé de transformation: baisse de température, homogénéisation du mélange, diminution des contraintes mécaniques) [33].

### II.5.2. Les modifications chimiques

La modification de la surface des fibres par des méthodes chimiques a pour objectif de rendre compatibles deux matériaux par l'introduction d'un troisième aux propriétés intermédiaires [13]. Plusieurs techniques ont été essayées: le couplage chimique, changement de tension de surface... [34].

#### II.5.2.1. Changement de tension de surface

L'énergie de surface des fibres est directement liée à la nature hydrophile des fibres cellulosiques. Par exemple, la modification de l'énergie de surface des fibres de bois avec l'acide stéarique améliore leur dispersion dans une matrice de polypropylène. Il a été observé que les composites polyester/fibres de jute modifiées avec l'acétate de polyvinyle présentent de meilleures propriétés mécaniques et une résistance à l'humidité [25, 34].

**Haydar et Beg** [35] ont présenté un travail concernant l'effet du traitement et du taux de fibres (10-40% en poids) sur les propriétés des composites polypropylène renforcé par des fibres de coir unidirectionnel. Le traitement des fibres a été effectué par l'acide stéarique. Les résultats obtenus ont montré qu'il y a une amélioration de la contrainte à la rupture, le module d'élasticité et la résistance au choc avec l'augmentation du taux de fibres. Mais pour les composites à un taux de fibres de 40%, ces propriétés ont diminué, pour un taux de fibres élevé, le matériau devient rugueux et la surface présente des ruptures. Ce qui fragilise le système et provoque une diminution des propriétés mécaniques. Les résultats trouvés ont montré aussi que le taux d'absorption d'eau dans les composites a augmenté avec le taux de fibres.

D'autre part, le traitement des fibres par l'acide stéarique a contribué à une augmentation des propriétés mécaniques et de la température de cristallisation, avec une décroissance du taux d'absorption d'eau des composites. Ceci a été attribué à l'amélioration de l'adhésion interfaciale sous l'effet du traitement. Les micrographies des surfaces fracturées ont montré une meilleure adhésion entre la fibre et la matrice après le traitement avec l'acide stéarique.

### III.3.1.2. Mercerisation

La mercerisation est un procédé chimique inventé par John Mercer en 1844 et qui consiste à traiter une étoffe de coton (cellulose) afin d'améliorer les caractéristiques physicochimiques

des fibres, comme de leur donner un aspect lustré [36]. Le traitement à la soude ou mercerisage est l'un des traitements les plus utilisés avec les fibres naturelles lorsqu'elles sont utilisées pour renforcer les thermoplastiques et les thermodurcissables [36].

La définition standard du mercerisage (proposée par la norme ASTM D 1965) est la suivante: procédé qui consiste à soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse concentrée d'une base forte, dans le but de provoquer un gonflement important résultant en des changements dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés mécaniques [24, 37, 38].

Le traitement par la soude change la topographie de la surface des fibres, supprime la nécessaire car du fait de leur structure amorphe, ils conduisent à une résistance en traction plus faible [24]. D'après **Albano et al.** [39], un traitement alcalin permet d'extraire les impuretés pour faciliter les interactions physico-chimiques à l'interface charge/polymère. cire, la pectine, une partie de la lignine, et l'hémicellulose ce qui est favorable à l'utilisation

ultérieure des fibres comme renfort de matériaux polymères. En effet, l'élimination de ces composants est

En effet, la matière lignocellulosique aurait tendance à former des agrégats à cause de la présence de lignines. De tels agrégats réduisaient l'adhérence à l'interface. Ce traitement permet de séparer les lignines des fibres lignocellulosiques diminuant ainsi le nombre d'agglomérats pour une meilleure dispersion des particules dans la matrice polymérique. En plus, après le traitement à la soude, beaucoup de groupes  $-OH$  sont présents sur la surface des fibres et on peut donc traiter les fibres facilement avec d'autres constituants chimiques comme les silanes, l'acide acétique [24].

**Nam et al.** [39] ont étudié l'effet du traitement sur les propriétés mécaniques, thermiques et l'absorption d'eau des composite poly(butylène succinate)/fibres de jute. Les fibres ont été traitées par NaOH, un agent de couplage de type silane et par combinaison de NaOH et de silane. Les résultats trouvés ont montré que les propriétés mécaniques des composites à fibres traitées ont augmenté en comparaison avec les composites à fibres non traitées. Les résultats de ce travail ont aussi montré que les composites préparés avec des fibres traitées par NaOH et le silane exhibe des propriétés mécaniques meilleures et supérieures à ceux des composites préparés avec des fibres traitées par NaOH ou par le silane seuls. Ce qui confirme que le traitement par combinaison de NaOH et le silane est plus efficace et améliore mieux la dispersion des fibres dans la matrice polymérique par rapport au composite à base de fibres traitées par le NaOH ou par le silane seul. Ceci montre qu'il y a un effet synergique entre le NaOH traitement alcalin et le silane. D'autre part, les résultats ont montré que le traitement des fibres a contribué à une décroissance du taux d'absorption d'eau et une amélioration de la stabilité thermique des composites.

### II.5.2.3. Couplage chimique

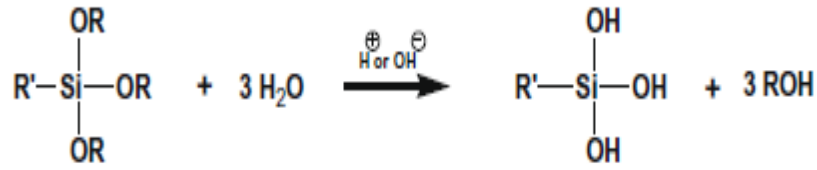
Les agents de couplage dans les composites à renfort naturel jouent un rôle très important dans l'amélioration de la compatibilité et l'adhésion entre les fibres naturelles polaires et des matrices polymères non-polaires. La surface de la fibre est traitée avec un composé, qui forme un pont de liaisons chimiques entre les fibres et la matrice [25, 33, 40,41]. En général, les agents de couplage sont des molécules possédant deux fonctions, la première fonction réagit avec les groupes -OH de la cellulose et la seconde avec les groupes fonctionnels de la matrice [24].

Les agents de couplage les plus populaires sont les isocyanates, les silanes, et les copolymères-anhydrides modifiés, tels que le polypropylène greffé par l'anhydride maléique (PP-g-AM) et l'anhydride acétique [40].

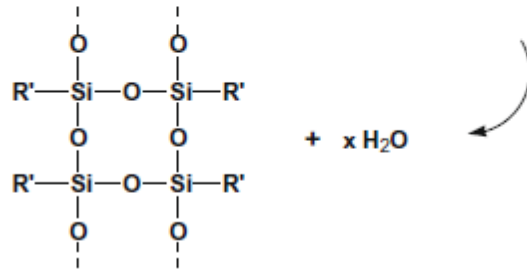
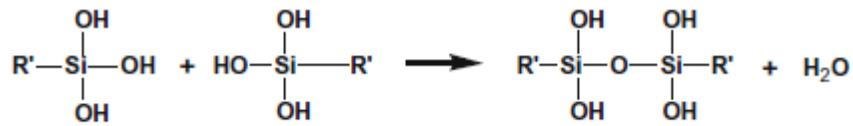
Parmi ces types des agents, le silane est l'un des meilleurs agents de couplage, utilisés dans les composites polymère/fibres naturelles [24]. Les principes d'action des silanes sont présentés en quatre étapes (Figure II.2):

- L'hydrolyse (Figure II.2.a): Les monomères silanes sont hydrolysés en présence de l'eau et de catalyseur (acide ou base) en libérant de l'alcool et donnant des groupes silanols réactifs.
- Auto-condensation (Figure II.2.b): La condensation devrait être minimisée à ce stade pour laisser les silanols libres pour être adsorbés sur les groupes hydroxyles dans les fibres naturelles. Une petite taille moléculaire des monomères ou oligomères conditionne leur diffusion dans les parois cellulaires. Un milieu acide est généralement préférable pour accélérer la vitesse d'hydrolyse des silanes, mais ralentit la condensation des silanols.
- Adsorption (Figure II.2.c): Les monomères ou oligomères silanols réactifs sont physiquement adsorbés par des groupes hydroxyle des fibres naturelles par des liaisons hydrogène sur les surfaces des fibres (revêtement de surface) et/ou dans les parois cellulaires (gonflement de la paroi cellulaire). Les silanols libres réagissent aussi les uns avec les autres, formant ainsi une structure rigide de polysiloxane avec une liaison stable -Si-O-Si- [42, 40]. L'absorption de silane est très dépendante d'un certain nombre de facteurs, comme le temps d'hydrolyse, la fonctionnalité, la température et le pH [24].
- Greffage (Figure II.2.d): A des températures élevées, les liaisons hydrogène entre les silanols et les groupements hydroxyles des fibres peuvent être converties en liaisons covalentes -Si-O-C- en libérant de l'eau (condensation). Les groupes silanols résiduels dans les fibres continuent à se condenser les uns avec les autres. Les liens -Si-O-C- ne peuvent pas résister à l'hydrolyse, mais cette liaison est réversible lorsque l'eau est évaporée à température élevée [42, 40].

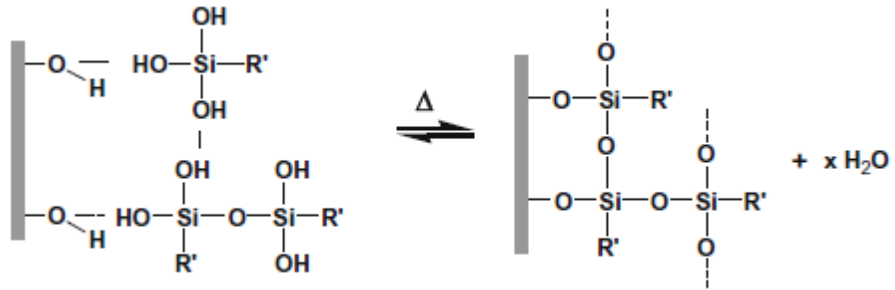
(a) *Hydrolyse*



(b) *Auto-condensation*



(c) *Adsorption*



(d) *Greffage*

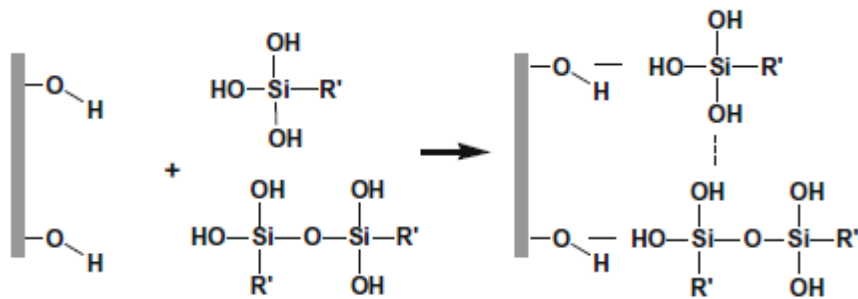


Figure II.9 Principe d'interaction fibre naturelle/silane [42, 40].

**Demir et al.** [43] ont étudié l'effet de traitement de surface par les agents de couplage 3-(triméthoxysilyl)-1-propanethiol et (3-aminopropyl)-triéthoxysilane sur les propriétés mécaniques, morphologiques et l'absorption d'eau du composite PP/fibres de luffa.

Les résultats mécaniques ont montré que le traitement de la fibre augmente la contrainte à la rupture et le module d'élasticité des composites. Parmi les deux types de silane utilisé, les composites à base de fibre traitée par le 3-(triméthoxysilyl)-1-propanethiol exhibent des propriétés mécaniques meilleurs par rapport aux composites à base de fibre de luffa traitée par le (3-aminopropyl)-triéthoxysilane. Les résultats de la microscopie à force atomique ont montré que le traitement par le silane diminue les irrégularités de la fibre de luffa.

Le traitement par le silane des fibres de luffa a diminué la capacité de l'absorption de l'eau de composites PP/fibres de luffa.

## II.6. Application des composites à base des fibres végétales

Depuis plusieurs années, les ressources naturelles sont utilisées pour la production de produits de base ainsi qu'une grande quantité de produits techniques. Textiles, cordes, toiles et papiers ont été également faits de fibres naturelles, telles que le jute, le chanvre, le lin, l'alfa, la fibre de coco, et la bagasse de canne à sucre. Dès 1908, les premiers matériaux composites ont été fabriqués pour être utilisés dans des tubes et des tuyaux pour l'électronique [44].

Actuellement dans les pays de l'UE, environ 75% du poids total des véhicules hors d'usage est recyclé, dont 25%, appelés broyage des résidus de l'automobile, sont éliminés comme le remblai en raison de leurs complexité. La réduction de ce pourcentage reste un défi majeur, l'End-of-Life Véhicule (ELV) Directive Européenne stipule qu'à partir 2015, seulement 5% du poids du véhicule peut être éliminé dans des sites de décharge.

L'utilisation des matériaux qui se dégradent naturellement après leur utilisation est une manière d'éviter la complexité du recyclage. C'est dans ce sens que les chercheurs ont, depuis quelque temps développé l'utilisation des dérivés de fibres de jute, de chanvre, de lin, de sisal, et de noix de coco, à partir des matières végétales telles que BAST (l'extérieur de la tige), afin de renforcer le polymère. Ces fibres cellulosiques offrent une haute rigidité spécifique (par rapport aux poids) et ont peu d'impacts environnementaux par rapport aux produits issus de fibres synthétiques. Elles ont fait leurs preuves parmi les matériaux d'intérieur des véhicules [45].

Aujourd'hui, la solution aux problèmes écologiques est offerte par les matériaux verts [46]. En Europe, les constructeurs automobiles utilisent des tapis fabriqués à base d'abaca. Le lin et le chanvre sont utilisés notamment dans la fabrication des portes à panneaux pressés, tablettes arrière, dossiers de siège, boucliers moteur et appui-tête [47].

Les composites à fibres naturelles offrent également de vastes possibilités d'exploitation en tant que matériaux de remplacement, en particulier les substituts du bois sur le marché de la construction [48]. Divers produits composites basés sur la fibre naturelle, tels que les stratifiés, les panneaux, les cloisons, les cadres de portes, les volets, et toiture constituent une alternative aux matériaux existants. D'autres applications de l'utilisation des fibres dans la matrice polymère sont présentes, comme la conservation des sols, les emballages (contenants, boîtes, etc.) , la fabrication du matériel de sport et de plus en plus dans le secteur du sport automobile, en raison de leur potentiel de réduction de masse. Les structures d'impact dans le sport automobile sont tenues d'agir à la fois comme éléments porteurs et des dispositifs pour l'absorption d'énergie [49].

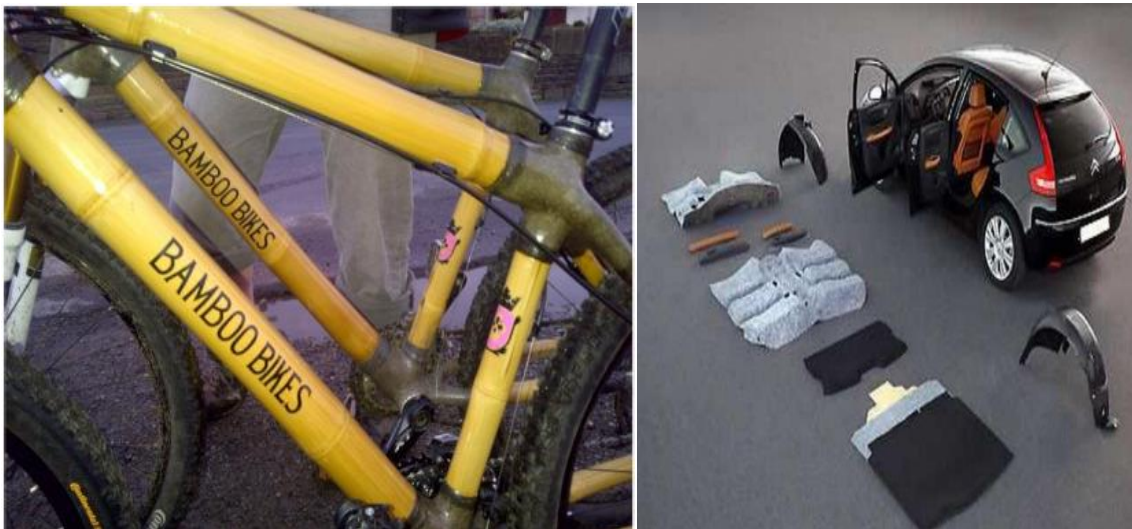


Figure II.10 : Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le domaine d'automobile [50]



Figure II.11 : Pièces de Mercedes Classe S fabriquées à partir de différents matériaux composites renforcés de fibres naturelles [51].

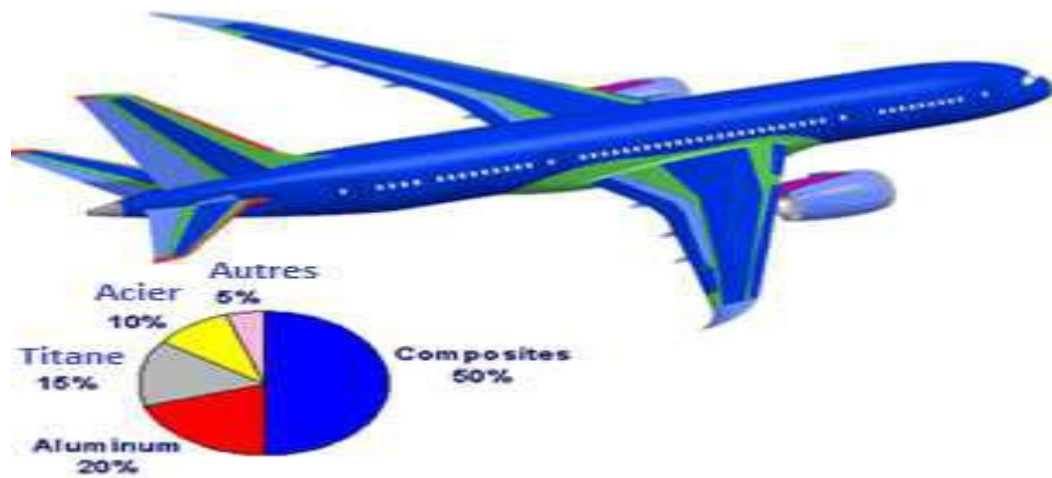


Figure II.12 : Les matériaux composant un avion, 50% de matériaux composites [52]



Figure II.13 : Application des matériaux composites à base de fibres naturelles dans le secteur de construction.



Figure II.14 : Planches à base de fibre de bambou [53]

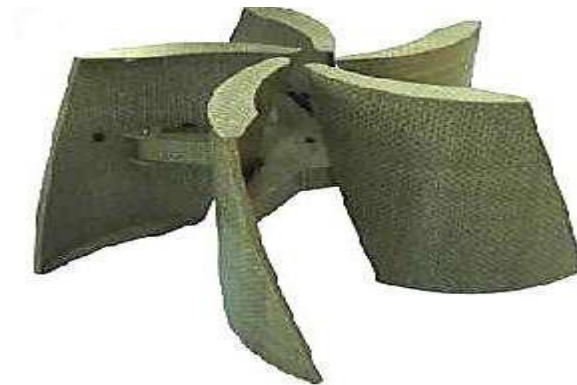


Figure II.15: Eolienne renforcée par des fibres de lin [54]

## II.7. Choix du renfort naturel (La poudre d'écorce de grenade) :

### II.7.1 Le grenadier (*punica granatum.l*) :

#### II.7.1.1 Définition La famille des Lythraceae :

La famille des Lythraceae est une famille de plantes dicotylédones qui compte 620 espèces . Ce sont des arbres ou des herbes vivaces ou annuelles, dont certaines sont aquatiques. Les Lythraceae ligneuses n'existent qu'entre les tropiques ou en zone méditerranéenne comme le grenadier (*Punica granatum L*) [55].

#### II.7.1.2 L'origine de grenadier

Le grenadier est un arbre fruitier cultivé depuis l'antiquité. C'est un arbre caducifolié de petite dimension. Pouvant atteindre au maximum 8m de hauteur à l'état sauvage. Le grenadier

est un arbre ayant un grand intérêt pour de nombreuses régions du monde. Spécialement dans les régions arides et semi-arides. Car bien qu'il soit moins important que d'autres arbres fruitiers, il peut s'adapter a différentes zones ou de nombreuses autres espèces, actuellement plus importantes, seraient incapables de fournir une production rentable.il est cultivé dans de nombreux pays, notamment l'Espagne, les Etats-Unis, l'Iran, la Turquie, l'inde, la chine et les pays de la cote nord de l'Afrique [56].



Figure II.16 : la grenade, *punica granatum*.L[56].



Figure II.17 : Répartition géographique de la grenade en Afrique [55].

### II.7.1.3. Classification botanique

Le grenadier, *Punica granatum*, a été décrit par Linné et introduit dans sa classification en 1753. Cette classification encore adoptée est décrite dans le Tableau 5 [57].

Tableau II.2 : Classification botanique du grenadier [57].

Embranchement	Spermaphytes
Sous embranchement	Angiospermes
Classe	Magnoliopsida
Ordre	Myrtales
Famille	Punicaceae(Lythraceae)
Genre	Punica
Espèce	Punica gratum

### II.7.2 Description morphologique

- L'arbre
- Les feuilles
- Les Fleurs
- Les Fruit

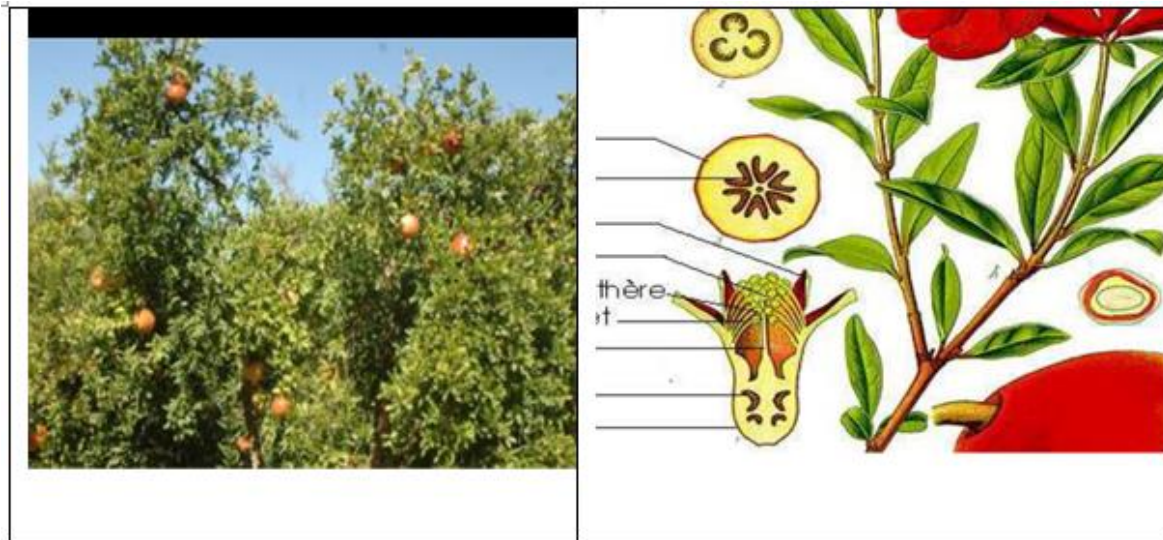


Figure II.18 : photo Arbres du grenadier et Fleurs et fruits du Grenadier (*Punica granatum L*) (Flora) [55].



Figure II.19 : Diagramme d'une fleur de *Punica granatum L.* et Fruits du grenadier [55].

### II.7.3.L'écorce de grenade :

L'écorce du fruit du grenadier est également appelée « *malicorium* », il s'agit de la partie dure du fruit. Elle représente environ 50% du poids total de la grenade. Elle est généralement utilisée séchée, sous la forme de morceaux brunâtres ou vert rougeâtre à l'extérieur, un peu verruqueux, brillants, jaunâtre sur la face intérieure concave, portant souvent l'empreinte des graines qui y étaient incrustées. Ces fragments sont de consistance coriace, ils sont formés d'un parenchyme de cellules à paroi minces, au milieu desquelles on distingue des groupes de

cellules pierreuses et des faisceaux fibro-vasculaires. La saveur de l'écorce de grenade est amère et astringente [57].



Figure II.20 :Ecorces de grenade séchées [56].

#### II.7.4. Composition chimique d'écorce de grenade

L'écorce de grenade est une source très importante de composés bioactifs tels les polyphénols, les flavonoïdes, les ellagitanins (28% de l'épiderme du fruit), les roantocyanidines et les minéraux, essentiellement du potassium, de l'azote, du calcium, du phosphore, du magnésium et du sodium. L'écorce de grenade se compose également, d'acides gras, de catéchines, de quercétines et de rutines.

Toutefois, les flavonoïdes et les tanins sont plus abondants dans l'écorce de fruit sauvage que dans celle des plantes cultivées.

En outre, l'écorce du fruit contient également deux importants acides hydroxybenzoïques, l'acide gallique et l'acide ellagique, Elle renferme aussi des molécules de coloration jaunes et des anthocyanidines ; responsables de la couleur rouge des grenades.

Cette composition lui a conféré plusieurs propriétés aussi bien dans le domaine médical que le domaine agroalimentaire [57].



Figure II.21 : Utilisation du grenadier dans les produits cosmétiques et médicinaux [55].

### II.7.5. Utilisation de la peau de grenade :

L'écorce de grenade est employée en médecine humaine pour le traitement de maladies diverses, tels que les maladies de la peau, les vers parasites, les ulcères, la fièvre, les diarrhées. Et les infections microbiennes.

Ces dernières années, le grenadier a fait l'objet de plusieurs travaux de recherches scientifiques qui ont démontré ses effets antimicrobiens, antioxydants et même anti-cancers

#### ➤ Usage empiriques et traditionnels :

Les Egyptiens, au VII<sup>ème</sup> siècle avant J.C., connaissaient les effets vermifuges de l'écorce de grenade et mettaient à profit l'effet astringent du tanin contenu dans l'écorce, la fleur et le fruit du grenadier.

#### ➤ Usages thérapeutiques

##### ❖ Prévention des maladies digestives

L'écorce, la peau et les feuilles sont utilisées pour calmer les perturbations gastriques et les diarrhées dus aux problèmes digestifs.

Selon Al-Yahya (2005), l'extrait aqueux de l'écorce de grenade *Punica granatum* contient des substances qui réduisent la diarrhée par inhibition de la motilité intestinale ainsi que l'accumulation de fluide intestinales.

##### ❖ Propriétés anti-inflammatoire

L'extrait de l'écorce de grenade possède aussi des propriétés anti inflammatoire et anti ulcérrogénique .

##### ❖ Activité antioxydante

L'extrait aqueux de l'écorce de grenade est caractérisé par un pouvoir antioxydant. Dans le jus de grenade, les principaux polyphénols antioxydants sont les ellagitannins et les anthocyanines. Les ellagitannins comptent pour 92% de l'activité antioxydante du jus de grenade et sont concentrés dans l'écorce, les membranes et les moelles du fruit.

❖ Activité antibactérienne

L'écorce du fruit de *Punica granatum* possède, *in vitro*, une activité antimicrobienne remarquable sur des souches pathogènes tel *Staphylococcus aureus*, *Listeria monocytogenes*, *E coli*, et aussi *Candidum geotricum* et *Penicillium expansum*. La combinaison unique des tanins et des alcaloïdes issus de cette écorce, ainsi que leur action synergique, explique probablement cette activité antibactérienne non retrouvée dans d'autres fruits également riches en tanins et en alcaloïdes.

❖ Propriété antiseptiques

Une autre étude publiée par Al-Saeed et *al.* (2015), a révélé l'efficacité de l'extrait éthanoïque de l'écorce de grenade dans le traitement des plaies infectées par des champignons chez les lapins, prouvant la propriété antiseptique de l'écorce de grenade. Egalement, l'extrait iso flavonoïdes de l'écorce de grenade peut avoir un effet significatif sur l'amélioration des paramètres reproductifs chez les males des lapins.

➤ Utilisation en agroalimentaire

Nous citons ici quelques utilisations dans le domaine alimentaire.

❖ Conservation des produits carnés

Des études expérimentales ont montré que l'extrait de la poudre de la peau de grenade (EPPG) peut être utilisé comme conservateur naturel dans les produits carnés

❖ Stabilisation de l'huile de tournesol

Une étude récente a démontrée que l'extrait méthanolique de la peau de grenade améliore la stabilité oxydative de l'huile de tournesol, à différentes concentrations. L'extrait de la peau de grenade à des Concentrations de 800 à 850 ppm, a une efficacité de stabilisation comparable aux antioxydants synthétiques classiques, à savoir le BHT à sa limite légale (200 ppm).

➤ Formulation d'un jus moins sucré

Une étude réalisée par Janeth et *al.* (2013) a porté sur la formulation d'un jus et d'une gelée de jus de grenade additionné d'un extrait de l'écorce. Les résultats montrent que la additionnée de l'extrait de l'écorce présente des propriétés rhéologiques similaires à celles des

gelée commerciales. Ainsi, un jus de grenade moins sucré, pauvre en calories a été fabriqué, par l'ajout de l'extrait de l'écorce de grenade, ce jus est riche en antioxydants tout au long de la période de conservation (08 semaines) [57].

➤ Le tannage et la teinture des cuirs

L'écorce de grenade servait au tannage et a la teinture des cuirs, ainsi, c'est l'écorces du fruit qui était employée, avec mordantage a l'alun, pour donner leur couleur jaune aux cuirs marocains, utilisés par exemple pour la réalisation des chaussures (babouche).

Les teinturiers de cuire de fez et Marrakech employaient les écorces de fruits verts pour réaliser des jaunes pales et les écorces de fruits bien murs pour les tons dorés

➤ L'encre

L'écorce de la grenade fut quelques fois utilisée pour remplacer la noix de galle dans la préparation de l'encre.

L'écorce de la grenade est riche en tanins hydrolysables, principalement en punicaline, pédunculagine, et punicalagine [56].

L'examen phytochimique qualitatif réalisé sur la partie aérienne de *Punica granatum* L. a montré la présence des polyphénols tels que les flavonoïdes, les anthocyanes, les Alcaloïdes, des tanins, des stérols, des coumarines, Le dosage des phénols totaux effectué sur l'extrait méthanolique été déterminé par la colorimétrie, de valeur appréciable.

L'évaluation de l'activité antimicrobienne des extraits hydro méthanolique des souches étudiées Montre un effet de potentialité moyenne [55].

Ce pendant *P. granatum* L. Possèdent un pouvoir excellent de réduction des Radicaux libres, le DPPH [55].

Ainsi qu'un excellent pouvoir de réparation et de régénération des tissus de la peau.

Ont diminuée la durée des inflammations des plaies [55]. C'est pour cette raison les recherches ils sont destinées a construire des colles écologique grâce a le grand pourcentage qui possède la poudre d'écorce de grenade

**remarque :**

les tanins sont des métabolites secondaires importants rencontrés dans le règne végétal, ils jouent un rôle dans la défense des végétaux contre les herbivores. ce sont des composés

polyphénoliques dont le poids moléculaire est compris entre 500 et 3000g/mol. Les tanins se localisent dans les divers organes des plantes : tige, feuille, fruits, graines etc..... dans des vacuoles cytoplasmiques de cellule dites périphériques (situées au niveau des épidermes) et sont alors facilement extraits [56].

## RÉFÉRENCES :

- [1] Berthelot, J.M. Mécanique et analyse des structures. 5<sup>e</sup> édition, Lavoisier, Paris, **2012**. ISBN : 978-2-7430-1450-7.
- [2] CARMA. Glossaire des matériaux composites. Actualisation octobre **2006**.
- [3] Mohanty, A.K; Misra, M; Drzal, L.T. Natural fibers, biopolymers, and biocomposites. CRC Press, **2005**.
- [4] Chawla, K.K. Nonconventional Composites. Composite Materials, Springer; **2019**.
- [5] Ilyas, R; Sapuan, S. Biopolymers and biocomposites: chemistry and technology. Current Analytical Chemistry **2020**, 16, 500-3.
- [6] Ragoubi, M. Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne. Thèse de doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, France, **2010**, 186 p.
- [7] Fiore, V; Di Bella, G; Valenza, A. The effect of alkaline treatment on mechanical properties of kenaf fibers and their epoxy composites. Composites Part B: Engineering **2015**, 68, 14–21.
- [8] Raj, R.G; Kokta, B.V. Mechanical properties of surface-modified cellulose fiber/thermoplastic composites. Journal of Applied Polymer Science **1989**, 38, 76–87.
- [9] El-Shekeil, Y.A; Sapuan, S.M; Jawaid, M; Al-Shujaa, O.M. Influence of fiber content on mechanical, morphological and thermal properties of kenaf fibers reinforced poly(vinyl chloride)/thermoplastic polyurethane poly-blend composites. Materials and Design **2014**, 58, 130–135.
- [10] AlMaadeed, M.A; Nógellová, Z; Micušik, M; Novák, I; Krupa, I. Mechanical, sorption and adhesive properties of composites based on low density polyethylene filled with date palm wood powder. Materials and Design **2014**, 53, 29–37.

- [11] Nekkaa,S. Etude des propriétés d'un nouveau matériau composite à base de polypropylène renforcé par une fibre végétale locale . Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie,**2007**, 148 p.
- [12] Panaitescu,D.M ; Iorga,M ; Vuluga,Z ; Donescu,D ; Dan,M ; Serban,S ; Florea,D. L'effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matières plastiques . Revue Roumaine de Chimie**2007** ,52,409–414.
- [13] Michaud,F. Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique . Thèse de doctorat, Université Bordeaux1, France, **2003**, 256 p.
- [14] Paul,S.A;Boudenne,A;Ibos,L;Candau,Y;Joseph,K;Thomas,S. Effect of Fiber Loading and Chemical Treatments on Thermophysical Properties of Banana Fiber/Polypropylene Commingled Composite Materials . Composites Part A:Applied Science and Manufacturing**2008**,39(9),1582-1588.
- [15] Hai,N.M;Kim,B;Lee,S. Effect of NaOH treatments on Jute and Coir fiber PP composites . Advanced Composite Materials**2009**,18, 197–208.
- [16] Dhakal,H.N; Zhang,Z.Y; Richardson,M.O.W. Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites . Composites Science and Technology**2007**,67, 1674–1683.
- [17] Nennonene ,A.Y.Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kéraf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage . Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France,**2009**, 203p.
- [18] Nabinejad,O; Sujan,D; Rahman,M.E; Davies,I.J. Effect of oil palm shell powder on the mechanical performance and thermal stability of polyester composites . Materials and Design**2015**, 65, 823–830.
- [19] Ashori,A; Nourbakhsh,A. Reinforced polypropylene composites: Effects of chemical compositions and particle size . Bioresource Technology**2010**,101,2515–2519.
- [20] Do Thi,V.V. Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non . Thèse de doctorat, Université de Grenoble, France, **2011**, 189 p.
- [21] Kuang,X; Kuang,R; Zheng,X;Wang,Z. Mechanical properties and size stability

of wheat straw and recycled LDPE composites coupled by waterborne coupling agents . Carbohydrate Polymers**2010**, 80, 927–933.

[22] Santos,P.A ; Spinace,M.A.S ; Feroselli ,K.K.G ;et Paoli,M.D. Polyamide-6/vegetal fiber composite prepared by extrusion and injection molding . Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**2007**,38, 2404-2411.

[23] Elouaer,A. Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales . Thèse de doctorat, Université de Reims, France,**2011**, 213 p.

[24] Do Thi,V.V. Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non . Thèse de doctorat, Université de Grenoble, France, **2011**, 189 p.

[25] Bledzki,A.K;Gassan,J. Composites reinforced with cellulose based fibres . Progress in Polymer Science**1999**,24, 221-274.

[26] Malkapuram,R; Kumar,V; Negi,Y.S. Recent development in natural fiber reinforced polypropylene composites . Journal of Reinforced Plastics and Composites**2009**, 28, 1169-1189.

[27] Ntenga,R ; Modélisation multi- échelles et caractérisation de l'anisotropie élastique des fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites . Thèse de doctorat, Université Blaise Pascal- Clermont II et Université de Yaoundé I, France, **2007**, 186 p.

[28] Panaitescu,D.M ;Iorga,M ; Vuluga,Z ; Donescu,D ; Dan,M ; Serban,S ; Florea,D. L'effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matières plastique . Revue Roumaine de Chimie**2007**,52, 409-414.

[29] Michaud ,F. Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique . Thèse de doctorat, Université Bordeaux1, France, **2003**, 256 p.

[30] Yahiaoui,L. Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss) . Mémoire de magister, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie ,**2011** ,96p.

[31] Gibeop,N; Lee,D.W; Prasad,C.V;Toru,F; Kim,B.S; Song,J. Effect of plasma treatment on mechanical properties of jute fiber/ poly (lactic acid) biodegradable composites . Advanced Composite Materials**2013**,22,389–399.

[32] Li,Y;Moyo,S; Ding,Z; Shan,Z; Qiu,Y. Helium plasma treatment of ethanolpretreated ramie fabrics forimproving the mechanical properties of ramie/polypropylene composites . Industrial Crops and Products**2013**,51, 299– 305 .

[33] Xie,Y; Hill,C.A.S;Xiao,Z;Militz,H; Mai,C. Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review . Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**2010**, 41, 806–819.

[34] Panaitescu,D.M ; Iorga,M ; Vuluga,Z ; Donescu,D ; Dan,M ;Serban,S ; Florea,D. L'effet de l'interface dans les composites de fibres naturelles et de matières plastiques . Revue Roumaine de Chimie**2007**,52, 409–414.

[35] Zaman,H.U Beg,M.D.H. Effect of Coir fiber content and compatibilizer on the properties of unidirectional Coir fiber/polypropylene composites . Fibers and Polymers**2014**,15, 831-838.

[36] Spinu,M. Evaluation des paramètres physiques et physico-chimiques qui influencent l'accessibilité de la cellulose . Thèse de doctorat, L'École nationale supérieure des mines de Paris, France, **2010**, 200 p.

[37] Osoka,E.C ; Onukwuli,O.D. Optimum conditions for mercerization of Oil Palm empty fruit bunch fibre . International Journal of Innovative Research in Computer Science & Technology**2015**, 3, 50–56.

[38] Hashim,M.Y ; Roslan,M.N ; Amin,A.M ; Zaidi,A.M.A ; Ariffin,S. Mercerization treatment parameter effect on natural fiber reinforced polymer matrix composite: A Brief Review . World Academy of Science, Engineering and Technology**2012**,68,1638-1644.

[39] Albano,C; Ichazo,M;González,J;Delgado,M;Poleo,R. Effects of filler treatments on the mechanical and morphological behavior of PP+wood flour and PP+sisal fiber . Materials Research Innovations**2001**, 4, 284-293.

[40] Bouzouita,S. Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel . Thèse de doctorat, École Centrale de Lyon, France, **2011**, 179 p.

[41] Bledzki,A.K; Sperber,V.E; Faruk,O. Natural and wood fibre reinforcement in polymers . Rapra Review Reports: Expert overviews covering the science and technology of rubber and plastics**2002**,13,1-144.

- [42] Xie,Y; Hill,C.A.S; Xiao,Z; Militz,H; Mai,C. Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review . Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**2010**,41,806–819.
- [43] Demir,H; Atikler,U; Balköse,D; Tihminlioğlu,F. The effect of fiber surface treatments on the tensile and water sorption properties of polypropylene-Luffa fiber composites . Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**2006**,37,447-456.
- [44] Sadov,F; Korchagin,M; Matetsky,A. Chemical technology of fibrous materials **1978**.
- [45] Mutje,P; Lopez,A; Vallejos,M.E; Lopez,J.P; Vilaseca,F. Full exploitation of Cannabis sativa as reinforcement/filler of thermoplastic composite materials, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**2007**, 38 ,369-377.
- [46] Ofomaja,A.E; Naidoo,E.B. Biosorption of copper from aqueous solution by chemically activated Pinecone: A kinetic study. Chemical Engineering Journal**2011**, 175, 260–270.
- [47] Fung,G.C.M. A New Composite Material Consisting of Flax Fibers, Recycled Tire Rubber and Thermoplastic. Thesis, October **2009**.
- [48] Yanjun,X; Qinglin,W; Yong,L.Y. Creep behavior of Bagasse fiber reinforced polymer composites. Biore source Technol**2010**,101, 3280–3286.
- [49] Meredith,J; Ebsworth,R; Coles,S.R; Wood,B.M; Kirwan,K. Natural fibre composite energy absorption structures. Composite Science and Technolgy**2012**,72, 211-217.
- [50] Saxena,S; Chen,J; Dibble,R. Maximizing Power Output in an Automotive Scale Multi-Cylinder Homogeneous Charge Compression Ignition (HCCI) Engine. SAE Technical Paper 2011-01-0907, 2011, doi:10.4271/2011-01-0907.
- [51] BOUZUITA ,S. Optimisation des interfaces fibre/matrice de composites à renfort naturel. Thèse de doctorat : mécanique : Lyon, Ecole Centrale, **2011**,192p .
- [52] <http://aviondufutur.emonsite.com/pages/composites/qu-est-ce-qu-un-composite.html>, avril **2019**.

[53] Abdul,K; Bhat ; Jawaid ,M; Zaidon ,A; Hermawan ,D; Hadi,Y.S. Bamboo fibre reinforced biocomposites . *Materials and Design* **2012** , 42,353–368.Disponible sur: [www.elsevier.com/locate/matdes](http://www.elsevier.com/locate/matdes)

[54] Chegdani,F. Analyse multi échelle de l'usinage des matériaux bio sources : Application aux agrocomposites. Thèse de doctorat ,procédés ,Paris,Ecole Nationale Supérieure d'arts et métiers, **2016**,157p .

[55] Moualkia, H ;Gourmati, M. Détermination de substances Naturelles à potentialités antioxydante et anti-inflammatoire de plantes punica granatum L et lawsonia inermis , Mémoire de Master en Métabolisme Secondaire et Molécules bioactives, Université des frères Mentouri Constantine, **2015**.

[56] Saad ,H . Développement de bio-composites à base de fibres végétales et de colles écologiques . Thèse de Doctorat en chimie, Université l'IUT des pays de l'Adou a Mont de Marsan ,**2013**.

[57] Benyahia, H ; Hadbi, F. Micro encapsulation de la poudre de l'écorce de grenade (PEG) par coacervation complexe (pectine/caséine) : Essai d'incorporation dans le Yaourt . Mémoire de Master en Science et Biotransformation du lait, Université M'Hamed Bougara Bumerdes, **20**

---

# **Chapitre III**

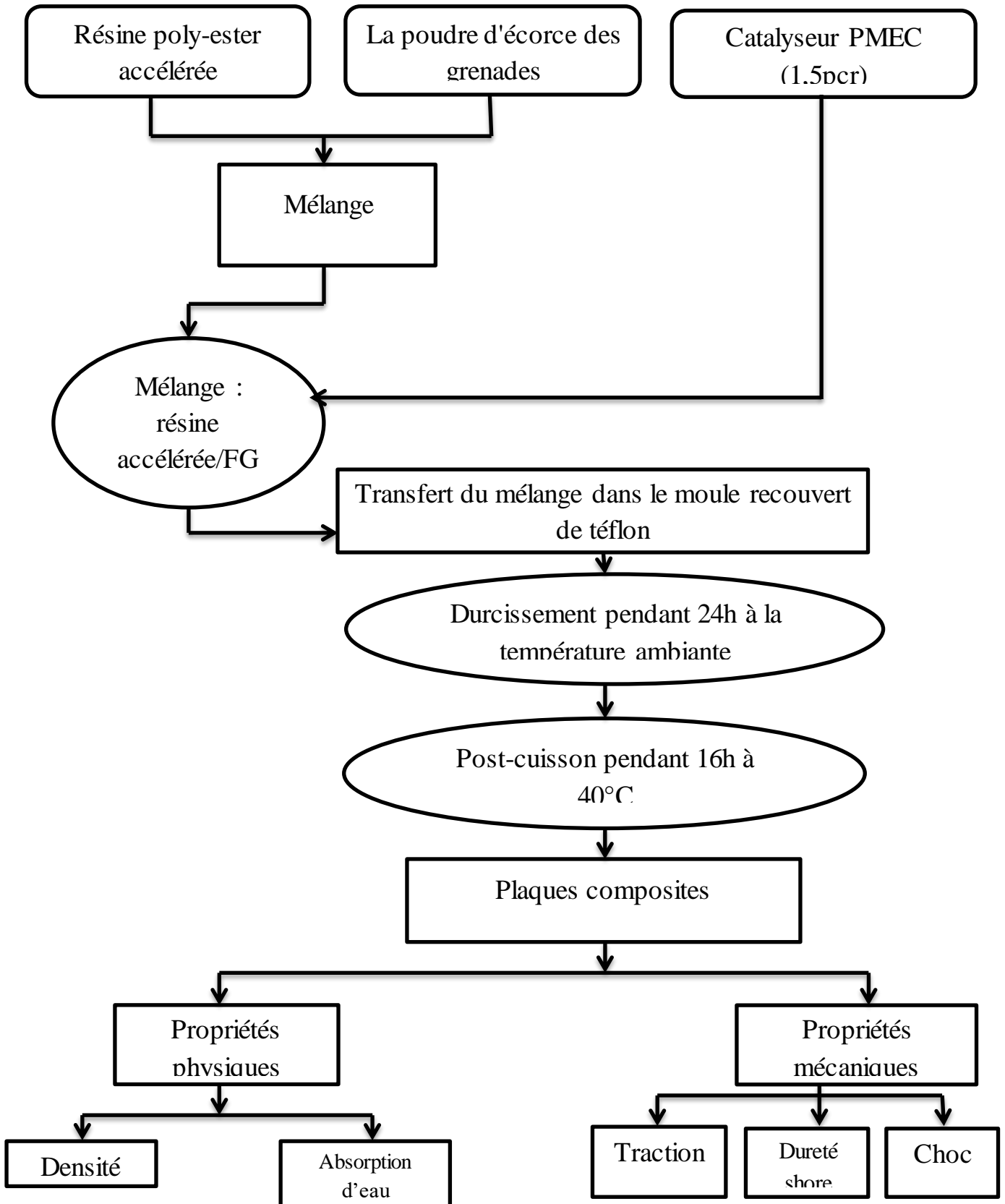
## **Matériaux utilisés et technique expérimentales**

---

**III.1. INTRODUCTION :**

L'objectif de ce chapitre est de présenter les matériaux qui ont été utilisés pour la réalisation des composites à base d'une matrice thermodurcissable, la résine polyester insaturée, renforcée par la fibre de grenade (FG) à des taux variables et un diamètre de 250 $\mu$ m. On a décrit, également dans ce chapitre, les techniques d'élaboration des composites et les principales techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation des propriétés des matériaux préparés.

**III.2. Présentation des matériaux utilisés :**



**Figure III. 1:** Préparation des composites à matrice polyester renforcée par la fibre de grenade (FG) "orientation aléatoire

### III.2.1. Résine polyester insaturée :

La résine polyester insaturée utilisée dans cette étude est une résine ortho-phtalique. C'est un produit fabriqué par la firme Exxon Mobil Chemical, et vendue industriellement sous forme de mélange peu visqueux (environ 373 mPa.S à 25°C). Les formulations courantes contiennent entre 30 et 50% massique de monomère insaturé (le styrène), très liquide et volatile, qui va définir la viscosité finale de la résine. Le tableau IV-1 regroupe l'ensemble des propriétés de la résine polyester insaturée.

**Tableau III-1** Caractéristiques générales de cette résine polyester insaturée

Propriétés	Unité	Valeur	Méthode
La densité	g/ml	0.908	/
Viscosité à 25 °C Brookfield (SP2/20)	mPa.S	373	ASTM D 2196
Couleur	Gardner	0,1	ISO 4630
teneur en styrene	%	39,5	
Valeur acide	mg KOH/g	15,8	ISO 2114
Temps de gel à 25 °C (0.25 % Co-6% +1.5 % P MEC-50)	min, sec	9' 54''	DIN 16945
Relativité à 25 °C (0.25 % Co-6% +1)	T max °C T gel - T max	182,1 11' 12''	DIN 16945

### III-2-2 Système catalytique Catalyseur/accélérateur :

Un initiateur de réaction de copolymérisation est utilisé pour toutes les formulations. Il s'agit du peroxyde de méthyléthylcétone (PMEC). La quantité d'initiateur introduite dépend de la température de travail et varie, conformément aux indications des fiches techniques des fournisseurs, de 1 à 1,5 %. La concentration de PMECC qui a été incorporée pour le durcissement de nos plaques est de 1,5 pcr. L'accélérateur utilisé pour promouvoir la réaction de durcissement de la résine est l'octoate de cobalt qui a été préalablement incorporé avec une concentration de 0,25% Vol.

### III.2.3. Charge utilisée et son prétraitement Fibre de grenade :

L'écorce de grenade constitue une source significative de composés bioactifs, incluant des polyphénols, des flavonoïdes, des ellagitanins (qui représentent 28 % de l'épiderme du fruit), des proanthocyanidines, ainsi que divers minéraux tels que le potassium, l'azote, le calcium, le phosphore, le magnésium et le sodium [1]. Elle contient également des acides gras, des catéchines, des quercétines et des rutines. Il est à noter que les flavonoïdes et les tanins sont présents en plus grande quantité dans l'écorce des fruits sauvages que dans celle des variétés cultivées [2]. De plus, l'écorce renferme deux acides hydroxybenzoïques majeurs : l'acide gallique et l'acide ellagique. On y trouve également des pigments jaunes et des anthocyanidines, qui sont responsables de la couleur rouge caractéristique des grenades [3]. Cette riche composition confère à l'écorce de grenade de nombreuses propriétés bénéfiques tant sur le plan médical qu'agroalimentaire.[4]

- **Propriétés chimiques :**

**Composition en polyphénols :** La poudre d'écorce de grenade est riche en composés bioactifs, notamment en punicalagine, un polyphénol à haut poids moléculaire (1084,7 g/mol) qui possède des propriétés antioxydantes exceptionnelles. Ce composé est classé comme un tanin hydrolysable, libérant de l'acide ellagique lors de son hydrolyse.

**Tannins et acides :** Les écorces contiennent également des tannins et des acides hydroxybenzoïques, tels que l'acide gallique et l'acide ellagique, qui contribuent à ses propriétés antioxydantes et médicinales.

**pH et neutralisation :** Les extraits d'écorce de grenade peuvent neutraliser les acides gastriques, avec un pH régulé à environ 1.5 à faible concentration, ce qui leur confère des propriétés antiacides [5].

- **Propriétés physiques :**

**Aspect et couleur :** La poudre d'écorce de grenade présente une couleur jaune due à la présence de divers pigments.

**Granulométrie :** La taille des particules de la poudre varie entre 100 et 450  $\mu\text{m}$ , ce qui peut influencer son utilisation dans les formulations alimentaires ou médicinales

**Densité et indices physiques :** Bien que les valeurs spécifiques ne soient pas fournies, la densité relative et d'autres indices physiques comme l'indice de réfraction peuvent être déterminés pour caractériser davantage cette poudre [6].

**Préparation de fibre de grenade :****1. Lavage :**

Les écorces de grenade ont d'abord été lavées à l'eau du robinet pour éliminer un maximum d'impuretés, puis elles ont été immergées dans de l'eau chaude pendant 20 minutes. Cette étape permet de réduire partiellement la gomme présente à la surface des écorces et d'optimiser le processus de broyage

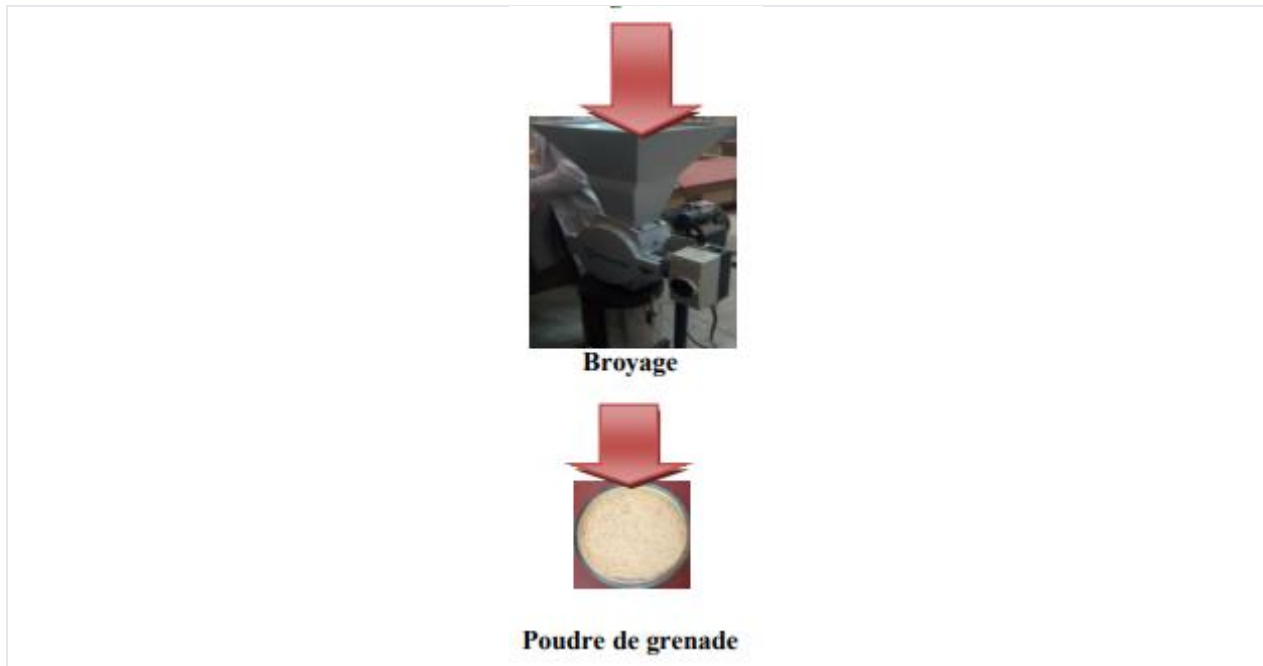
**2. Séchage :**

Le séchage des matériaux a été effectué dans une étuve à 50 °C pendant 24 heures, jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

**3. Broyage :**

Les écorces de grenade sont broyées à l'aide d'un broyeur à couteaux (modèle SM100). Le produit obtenu est ensuite tamisé pour obtenir une granulométrie de 250µm.





**Figure III.2 :** Préparation des fibres de grenade

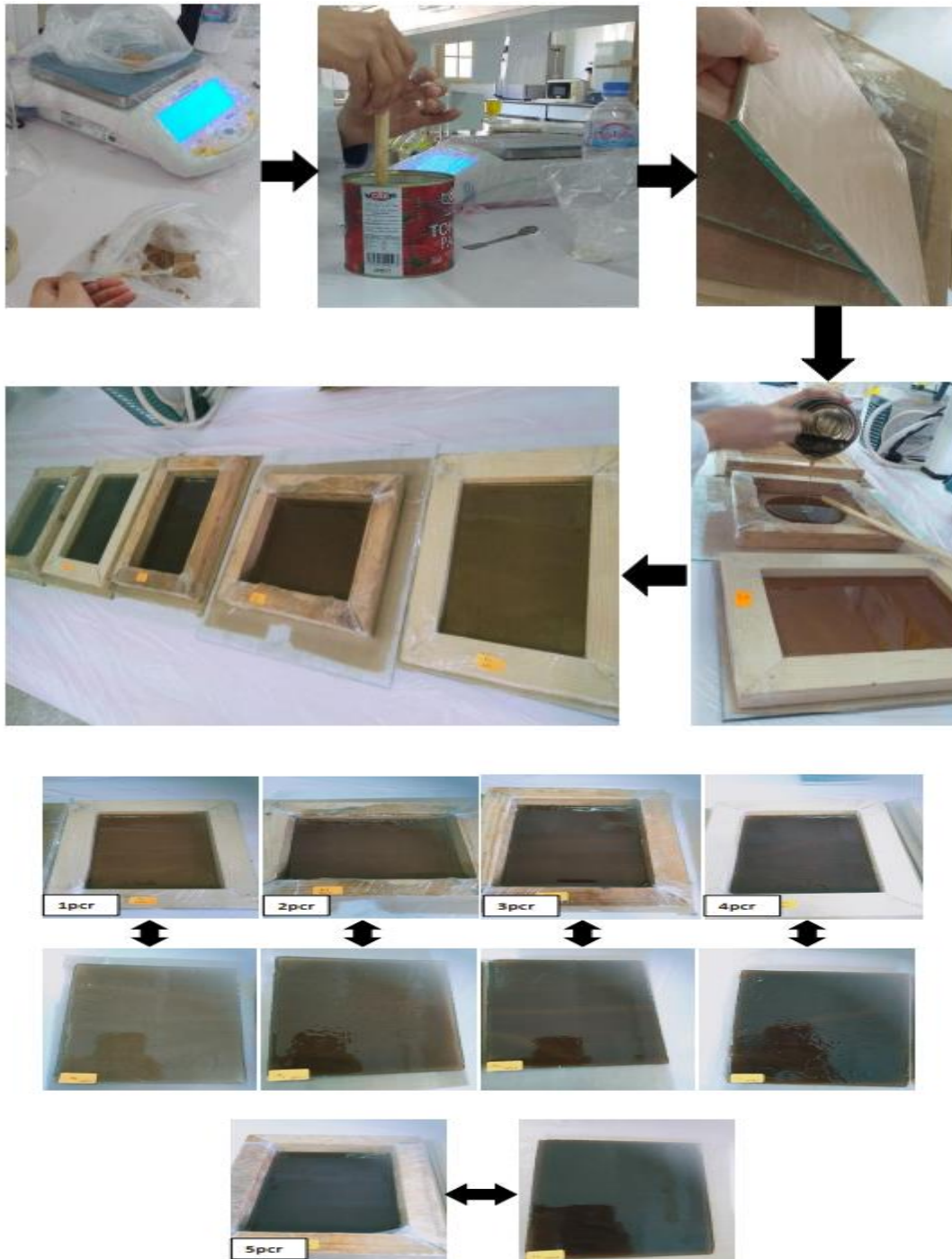
#### **III.2.4. Traitement chimique de la farine :**

La poudre d'écorce de grenade a été plongée dans une solution composée de 5 % en poids d'hydroxyde de sodium mélangé à de l'eau distillée, et ce, pendant une heure à température ambiante. Après cette immersion, les échantillons ont été soigneusement rincés à l'eau distillée avec quelques gouttes d'acide acétique pour faciliter leur neutralisation. Par ailleurs, les échantillons ont été lavés avec de l'eau distillée afin d'éliminer complètement l'hydroxyde de sodium. Enfin, les échantillons traités à l'hydroxyde de sodium ont été séchés pendant 24 heures à température ambiante, puis placés dans un four à 80 °C pendant 12 heures.

#### **III.3. Elaboration du composite résine polyester /fibre de grenade :**

La quantité de résine polyester insaturée accélérée est mesurée pour préparer des plaques composites d'une épaisseur moyenne de 5 mm. La matrice UPR accélérée est ensuite mélangée dans un récipient. Des fibres de grenade de 250  $\mu\text{m}$ , à la fois non traitées et traitées avec de l'hydroxyde de sodium (NaOH), sont ajoutées en fonction des concentrations suivantes : 1, 2, 3, 4 et 5 phr (voir tableau 1). Pour garantir le durcissement de la matrice composite, une concentration de 1,5 phr de PMEK est également incorporée. Les mélanges ainsi obtenus sont versés sur une feuille de Téflon, sur laquelle repose le moule en bois. Pour assurer une répartition uniforme du mélange sur toute la surface du moule, un ébulleur en bois est utilisé afin d'éliminer

les bulles d'air générées lors du mélange des bio-composites. Les plaques composites sont ensuite durcies pendant 24 heures à température ambiante, puis transférées dans un four où elles sont maintenues pendant 16 heures à 40 °C pour finaliser la réaction de durcissement de la résine



**Figure III.3:** Préparation de composite en résine polyester par le procédé de moulage au contact.

**III.4. Préparation des échantillons :**

Les plaques de résine et de composites obtenues sont homogènes et présentent un bon état de surface. A partir de ces plaques, les éprouvettes destinées aux essais mécaniques sont usinées en forme rectangulaires aux cotes désirées à l'aide d'une coupeuse diamantée. Afin de limiter les échauffements liés à l'usinage, des vitesses d'avance et des profondeurs de passe modérées sont adoptées. Ce protocole permet d'obtenir des éprouvettes présentant un très bon aspect de surface, paramètre déterminant pour réaliser des essais mécaniques corrects.

**III.5. Essais expérimentaux effectués :****III.5.1. Essais mécaniques :****III.5.1.1. Essai de traction :**

Les essais de traction ont été effectués sur des éprouvettes rectangulaires ayant les dimensions (125X25X5) mm<sup>3</sup> sur une machine du type Dynamomètre WD-T-20KN. Les éprouvettes ont été testées à une vitesse de déplacement de 2 mm/min pour évaluer les caractéristiques en traction, notamment, la contrainte à la rupture  $\sigma_r$  et la déformation à la rupture  $\epsilon_r$ .

La contrainte à la rupture exprime la charge de traction supportée par l'éprouvette à l'instant de sa rupture par unité de surface, elle est donnée par l'expression suivante:

$$\sigma_r = F/S \quad (\text{N/m}^2) \quad (\text{Eq 1})$$

F: Charge de traction supportée par l'éprouvette (N),

S: Section initiale (m<sup>2</sup>).

La déformation à la rupture est indiquée en pourcentage sous la forme suivante:

$$\epsilon_r = \Delta L/L_0 \quad (\%) \quad (\text{Eq 2})$$

$\epsilon_r$  : Déformation à la rupture,

$\Delta L = L - L_0$ : Allongement,

$L_0$ : Longueur initiale de l'éprouvette,

$L$  : Longueur finale de l'éprouvette.

**III.5.1.2. Essai de choc Izod**

L'essai de résistance au choc résulte de l'application d'une sollicitation mécanique à grande vitesse de percussion avec une énergie élevée, engendrant la rupture d'une éprouvette en une

fraction de seconde. Il permet de déduire dans des conditions expérimentales données, la fragilité ou la ductilité du matériau.

Les essais ont été réalisés sur un appareil du type Resil Impactor, consistant en un pendule portant à son extrémité libre un marteau, un support pour éprouvette et un dispositif de lecture de l'énergie de rupture, sur des éprouvettes non entaillées, ayant les dimensions (65/15/5) mm<sup>3</sup>, selon la norme ISO180. Le choc est donné au centre de l'éprouvette au moyen d'un marteau de 7,5 Kg. L'énergie de fracture ou résilience  $a_n$  est calculée, pour les barreaux lisses selon l'équation suivante :

$$a_n = \frac{A_n}{el} \quad (\text{Eq 3})$$

$A_n$  est l'énergie cinétique en joule absorbée par l'éprouvette au moment de l'impact alors que  $l$  et  $e$  sont, respectivement, la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette.

### III.5.1.3. Essai de dureté :

La dureté est la mesure de la résistance d'un matériau à la pénétration d'un corps dur. Une technique très simple et efficace. À l'aide d'un duromètre SHORE l'essai de dureté a été effectué. De plus, la valeur de dureté SHORE a été convertie en échelle de dureté Rockwell conformément à la norme ASTM D2240-15e1. La valeur moyenne de trois lectures a été enregistrée à l'aide d'un duromètre SHORE, le test a été effectué pour chaque pourcentage de fibres.

### III.5.2. Mesure de la densité des composites :

Les mesures de densité ont été effectuées sur un appareil balance du type Ohaus selon la norme ISO 1183, méthode A, conçue pour les matériaux possédant une densité supérieure à 1. Le protocole expérimental suivi pour la réalisation de l'essai consiste aux étapes suivantes :

- 1- Préparer le pycnomètre
- 2- Tarer la balance
- 3- Prendre un échantillon dont le poids varie de 1 à 5g
- 4- Mettre l'échantillon sur la corbeille, et enregistrer la masse  $W_a$
- 5- Tarer la balance à nouveau puis immerger l'échantillon dans le liquide d'immersion
- 6- Enregistrer la masse volumique selon la formule suivante :

$$d = \frac{W_a \times \rho(fl)}{W_a - W_{fl}} + 0.0012 \text{ g/cm}^3 \quad (\text{Eq 4})$$

d: masse volumique de l'échantillon exprimée en g/cm<sup>3</sup>

: masse volumique du liquide d'immersion exprimée en g/cm<sup>3</sup>

W<sub>a</sub>: poids de l'échantillon dans l'air, exprimé en g

W<sub>fl</sub>: valeur absolue de la poussée hydrostatique, exprimé en g

0,0012 g/cm<sup>3</sup> = masse volumique de l'air dans les conditions normales

### III.5.3. Test d'absorption d'eau :

Des tests d'absorption d'eau ont été réalisés conformément à la norme ASTM D 5229 [1]. Avant le test, le poids de chaque échantillon a été mesuré. Trois échantillons de chaque composite formulé ont été immergés dans de l'eau distillée à température ambiante. Les spécimens ont été retirés de l'eau chaque 24h et sont essuyés avec un papier absorbant avant de mesurer leur poids. Après les mesures du poids, les spécimens ont été nouveau immergés dans l'eau. Le test d'absorption d'eau a été poursuivi pendant plusieurs jours jusqu'à ce qu'un poids constant des échantillons soit atteint. Le pourcentage d'absorption d'eau [WA (%)] est calculé en utilisant le calcul formule suivante :

$$\frac{\text{poids du composite absorbé par l'eau} - \text{poids du composite sec}}{\text{poids du composite sec}} \times 100 = W\% \quad (\text{Eq 5})$$

### Essai d'absorption du composite :

L'absorption d'eau est une propriété essentielle pour les matériaux à base de résine et de fibres végétales. Dans cette étude, l'objectif principal est de déterminer et d'interpréter les cinétiques d'absorption de notre matériau. Pour ce faire, nous mesurerons la masse des échantillons pendant leur exposition au solvant (immersion) à divers intervalles de temps jusqu'à ce que leur poids se stabilise.

Le pourcentage d'absorption d'eau des matériaux sera calculé en fonction de la différence de poids entre les échantillons immergés dans l'eau et les échantillons secs, à l'aide de l'équation suivante :

$$M(t) = \frac{m(t) - m_s}{m_s} \times 100 \quad (\text{Eq 6})$$

Où :

$m(t)$  : la masse de l'échantillon immergé dans l'eau à l'instant 't' et mesurée à l'air libre

$m_s$  : la masse de l'échantillon sec.

## Références :

- [1] Calin,S.A ; Carboneli, B.A.A. La grenade cultivées en Espagne Punicagine anti-oxydante du jus de grenade et de l'extrait de grenade dans les l'aliment fonctionnelle du fruit. Livre. Natural ontioxydant granatum, université Miguel Hernandez (EDS) . Murcia Espagne,**2005** , 77p.
- [2] Wald ,E. Le grenadier Punica granatum, plante historique et évolutions thérapeutique récentes. Thèse de Docteur en Pharmacie, Université Henrie Poincaré, Nancy1,**2009** .
- [3] Hmid,I. Contribution à la valorisation alimentaire de la Grenade marocaine (Punica granatum) : caractérisation physicochimique, biochimique et stabilité de leurs jus vrais. Food and nutrition, archives ouvertes de l'université d'Anger,**2014**.
- [4] Lairini,R ; Bouslamti, F ; Zerrouq ,A ; Farah. Valorisation de l'extrait aqueux de l'écorce de fruit de Punica granatum par l'étude de ses activités antimicrobienne et antioxydante. J. Master.Environ. Sci ,**2014** , 5(S1) : 2314-2318, ISSN : 2028-2508.
- [5] Khanouche, A. Evaluation des activités biologiques et thérapeutiques des écorces de grenade . Mémoire de Master II ,Université Blida 1,Alegérie,2021 .
- [6] Alhijna , S.A. Grenade de beni snous : étude et caractérisation chimique des extraits de pépins , évaluation de l'activité micobiologique . Mémoire pour l'obtention du diplôme de docteur en pharmacie ,Université ABOU BEKR BELKAID Algérie,**2017**.

---

# **Chapitre IV**

## **Résultats et discussion**

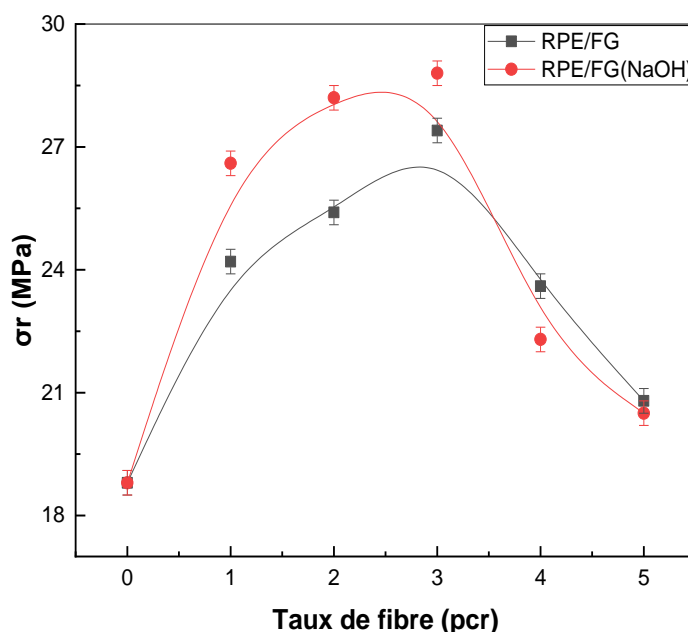
---

## IV.1. Propriétés mécaniques des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (FG) :

### IV.1.1. Propriétés en traction :

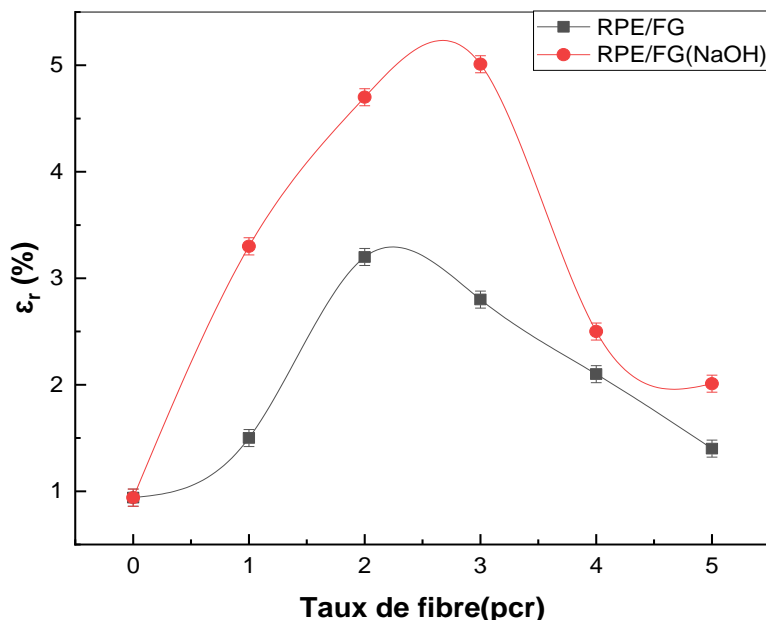
Les variations des propriétés de traction, en particulier la contrainte et la déformation à la rupture des bio-composites RPE/Fibre de grenade (FG) en fonction du taux et du traitement de la fibre, sont représentées par les figures IV-1 et IV-2.

Selon la figure 1, qui montre les variations de la contrainte de rupture en fonction de la teneur en fibres, nous avons observé une augmentation de la résistance mécanique jusqu'à un maximum à 3 pcr pour les fibres traitées (28.8 MPa) et non traitées (27.4 MPa). En outre à 3 pcr, on atteint un équilibre optimal entre renforcement et dispersion, [1-2]. Au-delà de 3 pcr, la contrainte à la rupture diminue. Cela est probablement dû à l'agglomération des fibres. Les fibres traitées montrent une amélioration significative de la contrainte à la rupture par rapport aux fibres non traitées. Le traitement alcalin élimine la lignine et l'hémicellulose, et améliore l'adhésion fibre-matrice.



**Figure IV-1.** Variations de la contrainte à la rupture des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (FG) en fonction du taux et de traitement de fibre.

En effet, les variations illustrées à la figure IV-2 montrent une augmentation de la déformation à la rupture, jusqu'à 3 pcr, avec une valeur maximale de 5.01% pour les fibres traitées. Après 3 pcr, on observe une baisse de la ductilité, ce qui rend le matériau plus fragile. [3]

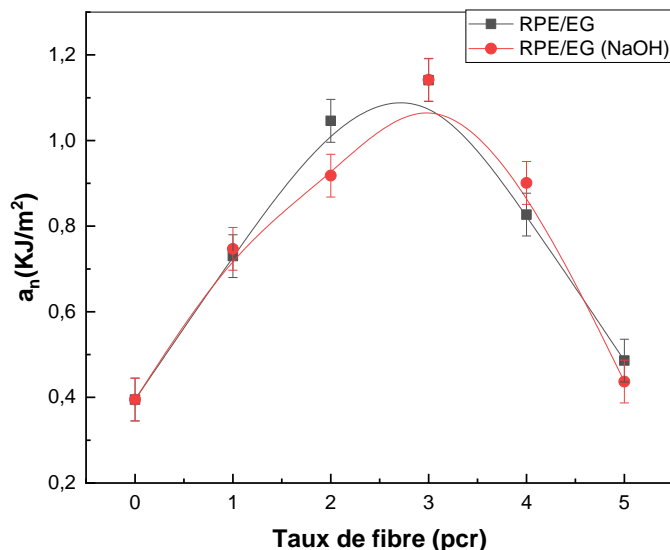


**Figure IV-2.** Variations de la déformation à la rupture des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (FG) en fonction du taux et de traitement de fibre.

#### IV.1.2. Résultats de l'essai de choc :

Les variations de la résistance au choc Izod sans entaille, des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (EG) en fonction du taux et de traitement de fibre présentant une dimension de 250µm sont représentées par **la figure IV-3**.

L'augmentation de la résistance au choc observée dans les bio-composites à base de fibres de grenade(FG), tant pour les fibres traitées que non traitées, entre 1 pcr et 3pcr peut être expliquée par : À des concentrations faibles (1 pcr à 2 pcr), les fibres d'écorce de grenade sont capables d'interagir efficacement avec la matrice en résine polyester. Bien que l'adhésion ne soit pas optimale, [4] . À faible concentration (1 pcr à 3 pcr), le traitement chimique des fibres avec de l'hydroxyde de sodium (NaOH) améliore la rugosité de la surface des fibres, augmentant ainsi la surface d'adhésion avec la résine [5]. À mesure que le taux de fibre augmente jusqu'à 3 pcr, il y a une meilleure distribution des contraintes dans le composite, ce qui réduit le risque de rupture localisée. La diminution de la résistance au choc observée à partir de 3 pcr pour les deux types de composites, qu'ils soient à base de fibres de grenade traitées ou non traitées, peut s'expliquer par plusieurs facteurs liés à la structure et aux propriétés des matériaux composites [6].

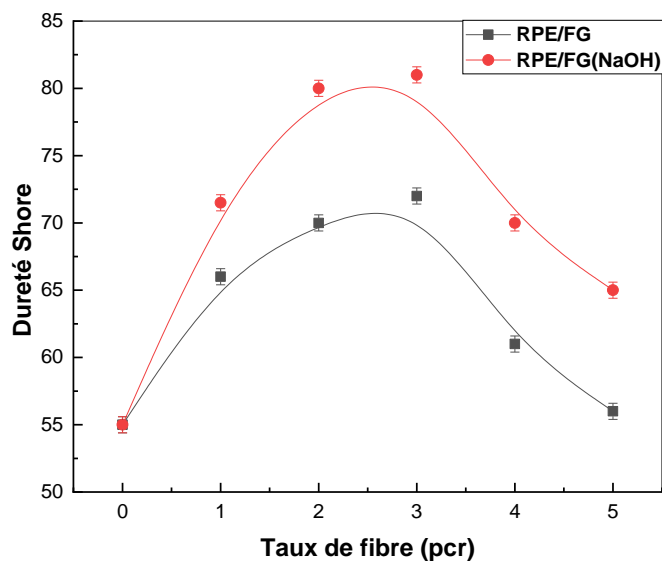


**Figure IV-3:** Variations de la résilience des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (FG) en fonction du taux et de traitement de fibre.

#### IV.1.3. Etude de la dureté SHORE :

Les variations des propriétés de la dureté shore des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (FG) en fonction du taux de fibre et de traitement de fibre sont représentées dans la **Figure IV-4**.

D'après la figure IV-4, donnant les variations de la dureté Shore en fonction du taux de fibre de grenade (FG), nous avons noté une augmentation par rapport à la matrice pure jusqu'à des taux de 3 pcr, suivie d'une diminution pour les bio-composites (RPE)/ fibre de grenade (FG) ayant une dimension de  $250\mu\text{m}$ . L'augmentation de la dureté Shore est attribuée à la rigidité du matériau après l'incorporation de palmier dattier. Par ailleurs, quand le taux de fibre s'accroît, la possibilité de formation d'agrégats augmente, ce qui conduit à sa rupture fragile. Le traitement chimique améliore la dureté à tous les taux de fibre. Cela est dû que le traitement NaOH élimine la lignine et d'autres impuretés, améliorant l'adhésion fibre-matrice et donc la transmission des contraintes mécaniques.[7]

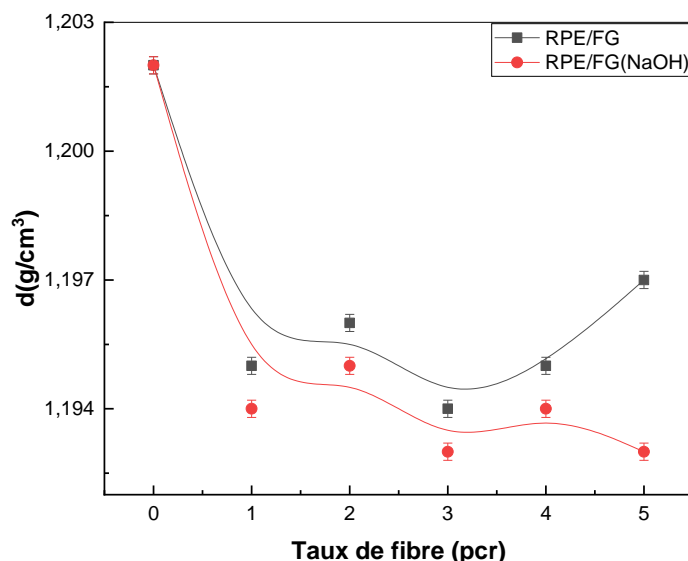


**Figure 4** : Variations de la dureté Shore des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (FG) en fonction du taux et de traitement de fibre.

## IV.2. Propriétés physiques des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (FG) :

### IV.2.1. Mesure des densités des bio-composites RPE/Fibre de grenade (FG) :

Les variations de la densité des bio-composites RPE/fibre de Grenade en fonction du taux de fibres et du traitement de surface sont rapportées dans la FigureIV.5. La densité initiale de la résine polyester insaturée (RPE) est de  $1,202 \text{ g/cm}^3$ . Lorsque des fibres non traitées sont ajoutées (1 à 5 pcr), la densité reste relativement stable avec de légères variations entre  $1,194$  et  $1,197 \text{ g/cm}^3$ . Cette stabilité suggère que les fibres non traitées n'ont pas d'impact significatif sur la densité globale du composite. Avec les fibres traitées à la soude (NaOH), une légère diminution de la densité est observée. Cet effet représente un avantage pour le bio-composite RPE/fibre de grenade, car la légèreté est une caractéristique particulièrement recherchée, en complément de l'amélioration des performances du matériau. Ainsi, l'incorporation de fibres traitées favorise la mise au point de bio-composites aux propriétés mécaniques optimisées, constituant un atout majeur pour leurs composants. [8.9]



**Figure IV-5 :** Variations de la densité des bio-composites résine polyester (RPE)/ fibre de grenade (FG) en fonction du taux et de traitement de fibre

#### IV.2.2. Influence du taux de fibre sur l'absorption d'eau des bio-composites RPE/ Fibre de grenade (FG) :

Les résultats de l'absorption d'eau sont présentés sur les **figures IV-(6-10)**. On observe que le comportement d'absorption d'eau est similaire pour tous les bio-composites. Les éprouvettes ont absorbé l'eau très rapidement au cours des premières étapes (0 à 50 h), se rapprochant d'un point de saturation le composite continuait à absorber l'eau lentement. Les composites à base de fibre de grenade (FG) présentent des taux d'absorption d'eau plus élevés en raison de la nature hydrophile de la cellulose. La forte absorption d'eau entraîne des changements dans les propriétés dimensionnelles des échantillons.

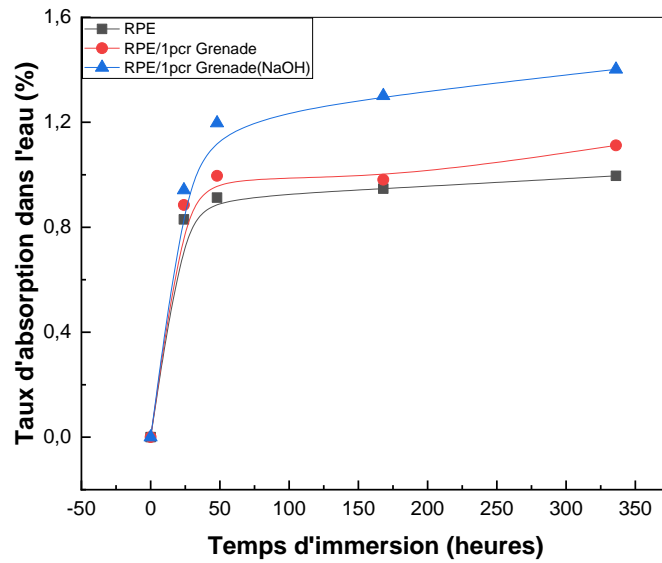


Figure IV-6 : Influence du taux de fibre et du traitement de surface sur l'absorption d'eau des bio-composites résine polyester RPE/ 1pcr de fibres de Grenade.

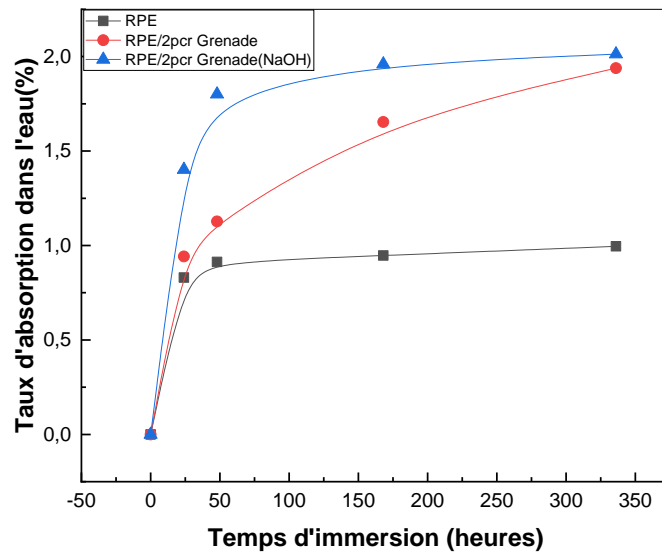
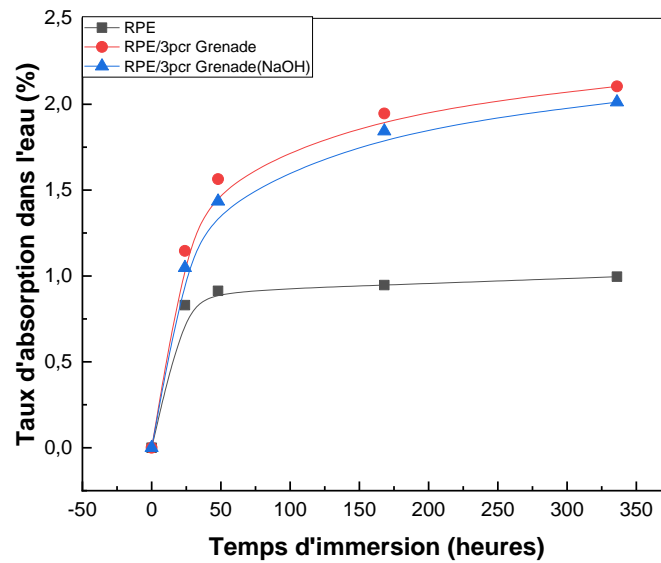


Figure IV-7 : Influence du taux de fibre et du traitement de surface sur l'absorption d'eau des bio-composites résine polyester RPE/ 2pcr de fibres de Grenade.



**Figure IV-8** : Influence du taux de fibre et du traitement de surface sur l'absorption d'eau des bio-composites résine polyester RPE/ 3pcr de fibres de Grenade.

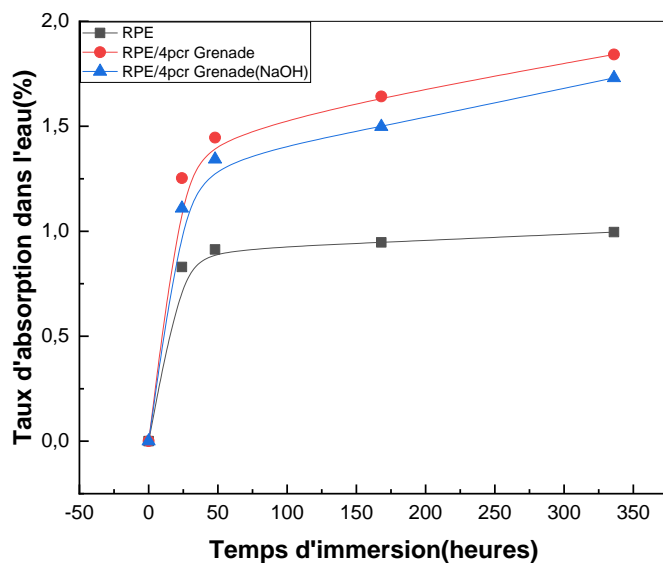


Figure IV-9 : Influence du taux de fibre et du traitement de surface sur l'absorption d'eau des bio-composites résine polyester RPE/ 4pcr de fibres de Grenade.

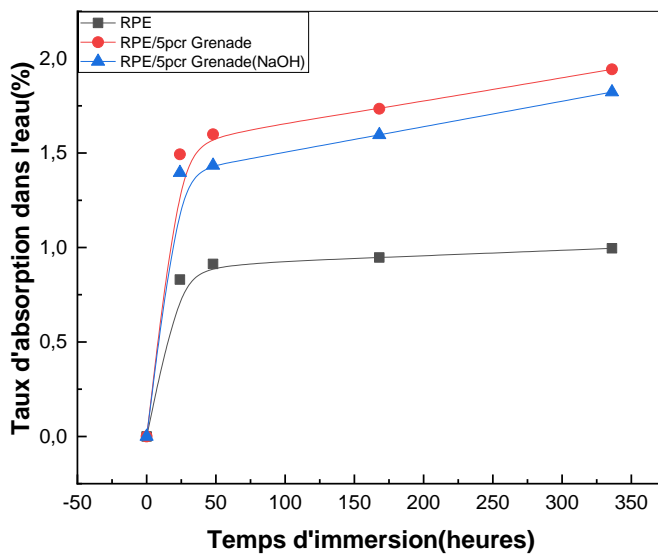


Figure IV-10 : Influence du taux de fibre et du traitement de surface sur l'absorption d'eau des bio-composites résine polyester RPE/ 5pcr de fibres de Grenade.

## Références :

- [1] Li, X ; Tabil, L.G ; Panigrahi,S.Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: A review.Journal of Polymers and the Environment2007, 15(1), 25-33.
- [2] Sgriccia, N; Hawley, M.C; Misra, M. Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites.Composites Part A: Applied Science and Manufacturing2008, 39(10), 1632-1637.
- [3] Pickering, K. L; Efendy, M. A; Le, T. M. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing2016, 83, 98–112.
- [4] Khan, M.I;Khan,M.I. Mechanical Properties of Natural Fiber Reinforced Composites: A Review. Journal of Materials Science & Technology2020, 36(2), 1-18.
- [5] Mohanty, A. K; Misra, M; Drzal, L. T. Bio-composites: A New Green Material for the Future. Journal of Polymers and the Environment2005, 13(3), 133-137.
- [6] Reddy,K.R; Yang, Y. Natural Fiber-Reinforced Composites: A Review. Journal of Materials Science2010, 45(1), 1-12
- [7] Senthilkumar, K; Chandrasekar, M; Muthukumar, C; Thiagamani, S.M.K; Siengchin, S. Polyester-Based Biocomposites. Taylor & Francis,2023.
- [8] Kalia, S; Kaith, B. S; Kaur, I. Pretreatments of natural fibers and their application as reinforcing material in polymer composites—A review. Polymer Engineering & Science2009, 49(7), 1253-1272.
- [9] Joseph, P.V ; al. Effect of chemical treatment on the tensile properties of short sisal fiber-reinforced polyethylene composites. Polymer1999, 40(17), 4239

---

**CONCLUSION**

**GÉNÉRALE**

---

### CONCLUSION GÉNÉRALE

L'ensemble des travaux que nous avons présentés dans le cadre de cette mémoire concerne la préparation et la caractérisation de nouveaux matériaux bio-composites à base de fibre végétale locale: La poudre d'écorce de grenade (FG)

Nous nous sommes principalement intéressés, aux bio-composites à base d'une matrice thermodurcissable, la résine polyester, renforcée par la poudre d'écorce de grenade (FG) à des taux variables et une taille de 250  $\mu\text{m}$ .

La caractérisation des bio-composites RPE/Fibres FG en fonction du taux de charge a permis de dégager certaines conclusions.

- ✓ Par ailleurs, la caractérisation mécanique (traction, choc et dureté) des bio-composites a permis de constater :
- ✓ L'augmentation de la contrainte et la déformation à la rupture avec l'augmentation du taux de fibre FG.
- ✓ L'augmentation de la résistance à l'impact jusqu'à un taux de fibre de 3pcr, pour les bio-composites RPE/ FG
- ✓ Une augmentation appréciable des valeurs de la dureté Shore pour les composites renforcés avec la fibre de grenade (FG)
  
- ✓ Le traitement alcalin des fibres entraîne une légère diminution de la densité, probablement en raison de la modification de leur structure chimique et de l'amélioration de l'interface fibre/matrice.
- ✓ Les composites à base de fibre de grenade (FG) présentent des taux d'absorption d'eau plus élevés en raison de la nature hydrophile de la cellulose.

### PERSPECTIVES

Au terme de cette étude, il nous paraît utile de compléter ce travail par des essais qui permettront de soutenir les interprétations données et d'enrichir le thème par des données supplémentaires. Pour cela, nous proposons de :

- ✓ Séchage de la fibre pour éliminer l'humidité
- ✓ Faire un traitement de la fibre végétale fibre de grenade (FG) avec le silane.
- ✓ Préparé des composites hybrides
- ✓ Des analyses complémentaires par MEB et FTIR permettront également de mieux comprendre les interactions interfaciales.