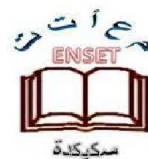




République algérienne démocratique et populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la  
Recherche Scientifique  
Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement  
Technologique-Skikda



Département de Technologie

Filière : Génie civil

Mémoire

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

**Thème :**

**Contribution à l'étude des composites à base d'une  
résine polyester insaturé et fibre de Luffa.**

Présenté par : Mazoz Salwa

Jury de Soutenance :

Nom et prénom	Grade	Université	Role
Babouri Laidi	Pr	Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique-Skikda	Président
Biskri Yasmina	MCA	Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique-Skikda	Encadrant
Moudjari Maroua	MCB	Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement Technologique-Skikda	Examineur

Année Universitaire : 2023/2024

## Remerciement

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

Je souhaite exprimer ma profonde gratitude à Docteur Biskri Yasmina, qui a encadré cette mémoire. Son soutien constant, sa disponibilité, ses conseils avisés et son assistance précieuse ont été inestimables. Je la remercie également pour les nombreuses heures consacrées à la lecture et aux corrections du manuscrit.

Je tiens à exprimer toute ma gratitude aux membres du jury. En particulier, je remercie Monsieur Babouri Laidi, Professeur à l'Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement, pour avoir accepté de présider mon jury de soutenance, ainsi que Madame Moujari Marwa, Maître de Conférences de classe B à l'Ecole Normale Supérieure de l'Enseignement, pour avoir accepté de rapporter ce mémoire.

Je remercie également Monsieur RAHMOUNI SALIH, chef du département de technologie de l'ENSET SKIKDA, pour sa disponibilité.

Mes remerciements s'adressent aussi à tous les membres des laboratoires K-Plast et C-Plaste et Polymède, ainsi qu'aux ingénieurs et personnels administratifs avec qui j'ai eu le plaisir de travailler.

J'exprime ma profonde reconnaissance à tous ceux et celles qui, de près ou de loin, m'ont apporté l'aide et l'encouragement. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma sincère gratitude.

Enfin, je dédie ce travail à mes parents et à toute la famille, qui m'ont toujours soutenus et encouragés dans mes choix d'études et personnels .

## Résumé

Les composites à base de fibres végétales connaissent actuellement une expansion importante, notamment en raison de l'intérêt croissant qu'ils suscitent dans l'industrie automobile. Ces fibres offrent une excellente alternative aux fibres de verre sur le plan environnemental en raison de leur biodégradabilité et de leur combustion beaucoup plus neutre en termes d'émissions de gaz nocifs ou de résidus solides.

L'objectif principal de ce travail est d'étudier l'effet du traitement d'une charge végétale (la fibre de Luffa) sur le comportement des matériaux bio-composites à base d'une matrice thermdurcissable à base de résine polyester insaturée. Un traitement de surface, notamment le traitement alcalin (NaOH) et le traitement combiné (NaOH+CH<sub>3</sub>COOH), a été réalisé pour améliorer les propriétés mécaniques. L'influence de ces traitements sur la morphologie des fibres a été analysée. Des analyses par FTIR ont révélé des changements physico-chimiques sur les surfaces des fibres de Luffa traitées. Les composites ont été préparés par le procédé de moulage au contact. Les plaques des composites ont été durcies pendant 24 heures à température ambiante, puis mises en étuve pendant 17 heures à 45°C pour subir une post-cuisson. L'étude des propriétés mécaniques, réalisée par la détermination de la contrainte à la rupture, de la déformation à la rupture et de la résistance à l'impact, a montré que ces propriétés augmentent jusqu'à une teneur en charge de 15 pcr en raison de la forte affinité entre les deux composants après le traitement des fibres de Luffa par (NaOH), et encore davantage avec le procédé combiné (NaOH+CH<sub>3</sub>COOH). Cela a réduit le caractère hydrophile de ces fibres et a permis une bonne dispersion de la charge. Cependant, ces propriétés diminuent lorsque la teneur en charge augmente, car cela ne permet pas une dispersion adéquate et crée des agglomérations qui peuvent initier la rupture.

**Mots clés** : Matériaux Composite ; Fibre de luffa ; Résine polyester ; Traitement chimique ; essai mécanique et physique.

## Abstract

Composites utilizing plant fibres are experiencing notable growth, driven in part by increasing interest within the automotive industry. These fibres provide an outstanding alternative to glass fibres environmentally, given their biodegradability and considerably more neutral combustion, resulting in fewer emissions of harmful gases or solid residues.

The primary objective of this study is to investigate the impact of treating a plant filler (Luffa fibre) on the behaviour of bio-composite materials utilizing a thermosetting matrix derived from unsaturated polyester resin. Surface treatment, specifically alkaline treatment (NaOH) and combined treatment (NaOH+CH<sub>3</sub>COOH), was conducted to enhance mechanical properties. The effect of these treatments on fibre morphology was analysed, with FTIR analysis revealing physico-chemical alterations on the surfaces of the treated Luffa fibres.

The composites were fabricated using contact moulding. After curing the composite sheets for 24 hours at room temperature, they were further subjected to post-curing in an oven at 45°C for 17 hours. The investigation of mechanical properties, including stress at break, strain at break, and impact resistance, demonstrated that these properties increased up to a filler content of 15 pcr. This enhancement was attributed to the strong affinity between the two components following treatment of the Luffa fibres with NaOH, and even more so with the combined NaOH+CH<sub>3</sub>COOH process. This treatment reduced the hydrophilic nature of the fibres and facilitated effective filler dispersion. However, these properties declined with higher filler content, as it hindered adequate dispersion and led to the formation of agglomerations, which could initiate breakage.

**Key words:** Composite materials; Luffa fibre; Polyester resin; Chemical treatment.

## ملخص

تشهد المركبات المعتمدة على الألياف النباتية حاليًا توسعًا كبيرًا، وذلك بفضل الاهتمام المتزايد الذي تثيره في صناعة السيارات. توفر هذه الألياف بديلاً ممتازاً للألياف الزجاجية من الناحية البيئية، نظراً لقابليتها للتحلل الحيوي واحتراقها الأكثر حيادية من حيث انبعاثات الغازات الضارة أو المخلفات الصلبة.

الهدف الرئيسي من هذا العمل هو دراسة تأثير معالجة الحشو النباتي (ألياف اللوف) على سلوك المواد المركبة الحيوية المعتمدة على مصفوفة البوليستر غير المشبعة. تمت المعالجة السطحية، بما في ذلك المعالجة القلوية (NaOH) والمعالجة المركبة (NaOH+CH<sub>3</sub>COOH)، لتحسين الخواص الميكانيكية. تم تحليل تأثير هذه المعالجات على مورفولوجية الألياف. كشفت تحليلات FTIR عن تغيرات فيزيائية وكيميائية على أسطح ألياف اللوف المعالجة.

تم تحضير المركبات باستخدام عملية الصب التلامسي. بعد ذلك، تمت معالجة الألواح المركبة لمدة 24 ساعة عند درجة حرارة الغرفة، وبعد ذلك تم وضعها في الفرن لمدة 17 ساعة عند 45 درجة مئوية للخضوع للمعالجة اللاحقة. أظهرت دراسة الخواص الميكانيكية، التي أجريت من خلال تحديد الإجهاد عند الكسر والانفعال عند الكسر ومقاومة الصدمات، أن هذه الخواص تزداد حتى محتوى حشو يبلغ 15 pcr بسبب التقارب القوي بين المكونين بعد معالجة ألياف اللوف بـ (NaOH)، وبشكل أكبر مع العملية المركبة (NaOH+CH<sub>3</sub>COOH). أدى ذلك إلى تقليل الطبيعة المحبة للماء لهذه الألياف وتمكين تشتت جيد للحشو. ومع ذلك، تتناقض هذه الخصائص مع زيادة محتوى الحشو، نظراً لعدم السماح بالتشتت الكافي وتكوين التجمعات التي يمكن أن تؤدي إلى التمزق.

**الكلمات الرئيسية:** المواد المركبة؛ ألياف اللوف؛ راتنجات البوليستر. المعالجة الكيميائية.

## Sommaire

Remerciement.....	i
Résumé.....	ii
Abstract .....	iii
ملخص.....	iv
Liste des figures .....	viii
Liste des tableaux .....	x
Introduction générale.....	2
Chapitre I : Etude bibliographique .....	4
I.1. Introduction .....	5
I.2. Définition des matériaux composites .....	5
I.3. Classification des matériaux composites.....	5
I.3.1. Classification suivant la forme des constituants .....	5
I.3.2. Classification suivant la nature de matrice .....	6
I.3.3. Classification suivant les caractéristiques de la matrice .....	6
I.4. Caractéristiques des matériaux composites.....	6
I.5. Les constituants d'un matériau composite .....	7
I.5.1. La matrice .....	7
A) Les matrices organiques (MO) : .....	8
B) Les matrices métalliques .....	10
C) Les matrices céramiques.....	10
I.5.1.1. Résines polyesters .....	11
I.5.1.2. Synthèse des prépolymères polyester insaturé .....	12
I.5.1.3. Domaines d'application.....	14
I.5.1.4. Les avantages et inconvénients des résines polyester insaturé .....	14
I.5.2. Le renfort .....	15
I.5.2.1. Les fibres végétales .....	15
I.5.2.2. Classification des fibres végétales.....	16
I.5.2.3. Processus d'extraction des fibres .....	17
I.6. Utilisations des fibres végétales.....	17
I.7. Procédé de fabrication des composites.....	26
I.7.1. Moulage au contact .....	26
I.7.2. Moulage par injection basse pression de résine – RTM .....	27
I.7.3. Moulage par injection de compound – BMC .....	28

I.7.4.	Moulage par compression de mat préimprégné – SMC.....	29
I.7.5.	Moulage par pultrusion .....	30
I.7.6.	Moulage par projection .....	30
I.8.	Application des composites à base des fibres végétales .....	31
I.8.1.	En automobile .....	31
I.8.2.	En construction .....	32
I.8.3.	Autres applications.....	33
I.9.	Conclusion.....	34
Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales .....		35
II.1.	Introduction .....	36
II.2.	Matériaux utilisés .....	36
II.2.1.	Résine polyester insaturé .....	36
II.2.2.	Système catalytique catalyseur/accélérateur .....	36
II.2.3.	Fibres de Luffa cylindrica.....	36
II.2.4.	Produit chimique utilisés.....	37
II.3.	Elaboration de composites à matrice UPR.....	38
II.3.1.	Protocole de traitement des fibres.....	38
II.3.2.	Composites UPR/fibres Luffa traité et non traité .....	39
II.3.2.1.	Découpage les fibres de Luffa.....	39
II.3.2.2.	Préparation des moules .....	39
II.3.2.3.	Préparation des composites .....	40
II.4.	Techniques expérimentales .....	41
II.4.1.	Préparation des échantillons et essais de caractérisation .....	41
II.4.2.	Essais mécaniques.....	41
II.4.2.1.	Essai de traction .....	41
II.4.2.2.	Essai de résistance au choc (résilience izod) .....	42
II.4.2.3.	Test de la dureté (Dureté Shore).....	43
II.4.3.	Essais physiques.....	44
II.4.3.1.	Mesure de la densité des composites.....	44
II.4.3.2.	Test d'absorption d'eau .....	45
II.4.4.	Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR).....	46
II.5.	Conclusion.....	47
Chapitre III : Résultats et discussion.....		48

III.1. Introduction .....	49
III.2. Analyse de spectroscopie infrarouge.....	49
III.3. Caractérisation mécanique .....	51
III.3.1. Essai de traction .....	51
A) Effet du taux de fibres .....	51
B) Effet du traitement chimique .....	53
III.3.2. Résultats de l'essai de choc.....	56
A) Effet du taux de fibres .....	56
B) Effet du traitement chimique .....	57
III.3.3. Test de la dureté Shore D.....	59
III.4. Caractérisation physique .....	59
III.4.1. Test de densité.....	59
III.4.2. Absorption d'eau.....	60
III.5. Conclusion.....	61
Conclusion générale .....	63
Référence bibliographique .....	66

## Liste des figures

Figure I. 1: Les structures des renforts de composite à fibre courtes et à particules.....	6
Figure I. 2: Constituants de base d'un matériau composite. ....	7
Figure I. 3: Les Types de Matrices.....	8
Figure I. 4: (a) Les résines thermodurcissables ; (b) les résines thermoplastiques. ....	8
Figure I. 5: Objets thermoplastiques. ....	10
Figure I. 6: Graphique de processus de résine polyester insaturé .....	11
Figure I. 7: Synthèse du prépolymère polyester insaturé à partir de l'anhydride maléique et du glycol .....	12
Figure I. 8: Déshydratation d'un glycol et formation d'éther cyclique.....	12
Figure I. 9: Réaction de transestérification .....	13
Figure I. 10: Réaction d'Ordelt .....	13
Figure I. 11: Isomérisation cis-trans.....	13
Figure I. 12: Types de renfort.....	15
Figure I. 13: Schéma de plusieurs fibres formant des torons .....	15
Figure I. 14: classification des fibres végétales.....	16
Figure I. 15: Diagramme des méthodes d'extraction des fibres végétales.....	17
Figure I. 16: (a) Fruit sec Luffa, (b) Fruit vert de Luffa. ....	18
Figure I. 17: Grains noirs de Luffa cylindrica.....	18
Figure I. 18: Liaisons hydrogènes des chaînes cellulosiques.....	20
Figure I. 19: Représentation des microfibrilles constituant les fibres de cellulose.....	20
Figure I. 20: Principaux glucides constituant les hémicelluloses.....	21
Figure I. 21: Représentation schématique de la lignine .....	22
Figure I. 22: a-Coupe transversale du fruit de luffa. b-Coupe longitudinale fruit .....	22
Figure I. 23: Faisceaux vasculaires Fibres de Luffa obtenu par MEB.....	23
Figure I. 24: Luffa broyé .....	23
Figure I. 25: Micrographie MEB des cordons luffa cylindrica à faible grossissement.....	23
Figure I. 26 : Micrographie MEB des cordons luffa cylindrica à fort grossissement .....	24
Figure I. 27: Utilisation du luffa comme produit de toilette et de cuisine .....	25
Figure I. 28: Utilisation du luffa comme produit pharmaceutique.....	25
Figure I. 29: Utilisation du luffa comme médicament. ....	26
Figure I. 30: Schéma simplifié du procédé de moulage au contact.....	26
Figure I. 31: Schéma simplifié du procédé de moulage par injection basse pression de résine RTM .....	27
Figure I. 32: Schéma simplifié du procédé de moulage par injection de compound BMC. ....	28
Figure I. 33: Schéma simplifié du procédé de moulage par compression de mat préimprégné SMC .....	29
Figure I. 34: Schéma simplifié du procédé de pultrusion .....	30
Figure I. 35: Schéma simplifié du procédé de moulage par projection simultanée .....	31
Figure I. 36: Composants d'automobile en composites de fibres végétales.....	32
Figure I. 37: Composants du bâtiment en composites thermoplastiques renforcés de fibres végétales .....	33
Figure II. 1: Fibre de Luffa cylindrica.....	37

Figure II. 2: Organigramme de traitement des fibres de Luffa.....	38
Figure II. 3: Fibres de Luffa broyées.....	39
Figure II. 4: Moules en bois utilisé durant l'élaboration.....	39
Figure II. 5: Etapes de préparation des composites.....	40
Figure II. 6: Traçage des éprouvettes sur les plaques.....	41
Figure II. 7: Dispositif d'essai de traction.....	41
Figure II. 8: Éprouvettes utilisées en traction.....	42
Figure II. 9: Appareillage pour le calcul de la résilience selon l'essai IZOD.....	42
Figure II. 10 : a-Eprouvette avant le test. b-Eprouvette après le test.....	43
Figure II. 11: Appareillage de mesure de la dureté Shore D.....	44
Figure II. 12: Mesure de la densité.....	45
Figure II. 13: Mesure de l'absorption d'eau.....	46
Figure II. 14: Spectrophotomètre à transformée de Fourier de type Perkin Elmer FT-IR spectromètre.....	47
Figure III. 2 : Spectres IRTF de la résine polyester.....	50
Figure III. 3 : Spectres IRTF du : a) composite UPR/Luffa non traité,b) composite UPR/Luffa traité par (NaOH) et c) composite UPR/Luffa traité par (NaOH+ CH <sub>3</sub> COOH).....	51
Figure III. 4 : Variations de la contrainte à la rupture des biocomposites résine polyester (UPR)/ fibre du luffa non traité en fonction du taux de fibre.....	52
Figure III. 5: Variations de la déformation à la rupture des biocomposites résine poly ester (UPR)/ fibre du luffa non traité en fonction du taux de fibre.....	53
Figure III. 6 : Variations de la contrainte à la rupture des biocomposites résine poly ester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface par NaOH.....	53
Figure III. 7 : Variations de la déformation à la rupture des biocomposites résine poly ester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface par (NaOH).....	54
Figure III. 8 : Variations de la contrainte à la rupture des biocomposites résine poly ester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface par (NaOH et CH <sub>3</sub> COOH).....	55
Figure III. 9 : Variations de la déformation à la rupture des biocomposites résine poly ester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface par (NaOH+ CH <sub>3</sub> COOH).....	56
Figure III. 10 : Variations de la résilience des biocomposites résine poly ester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre.....	57
Figure III. 11 : Variations de la résilience des biocomposites résine poly ester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface par NaOH.....	58
Figure III. 12 : Variations de la résilience des biocomposites résine polyester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface par (NaOH) et (NaOH+CH <sub>3</sub> COOH).....	58
Figure III. 13 : Variations de la dureté Shore des biocomposites résine poly ester (UPR)/ fibres du luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface.....	59
Figure III. 14 : Variations de la densité des biocomposites résine poly ester (UPR)/ fibre du luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface.....	60
Figure III. 15 : Influence du taux de fibre et du traitement de surface sur l'absorption d'eau des biocomposites résine polyester UPR/ 15pcr de fibres de Luffa.....	61

## Liste des tableaux

Tableau I. 1 : Principales différences entre les thermodurcissables et les thermoplastiques .....	9
Tableau I. 2: Caractéristiques des thermodurcissables.....	9
Tableau I. 3: Caractéristiques des thermoplastiques .....	10
Tableau I. 4: Mois de croissance de <i>Luffa cylindrica</i> .....	19
Tableau I. 5: Composition chimique des fibres de <i>Luffa Cylindrica</i> .....	19
Tableau II. 1: Caractéristiques générales de la résine polyester insaturé.....	36
Tableau II. 2: Produits chimiques utilisés.....	37



# **INTRODUCTION GENERALE**

# Introduction générale

## Introduction générale

Les matériaux composites ont révolutionné de nombreux domaines de l'ingénierie et de la technologie grâce à leur légèreté, leur résistance et leur adaptabilité. Parmi ces matériaux, ceux à base de résine polyester insaturée renforcée par des fibres naturelles se distinguent par leur durabilité et leur faible impact environnemental. Ce mémoire se concentre sur la caractérisation physique et mécanique de composites innovants composés d'une matrice de résine polyester insaturée et renforcés par des fibres de Luffa, une ressource naturelle et renouvelable.

La résine polyester insaturée est largement utilisée dans l'industrie des composites en raison de sa facilité de mise en œuvre et de ses excellentes propriétés mécaniques. Lorsqu'elle est associée à des fibres de renforcement, elle permet d'obtenir des matériaux aux performances accrues. Les fibres de Luffa, extraites de courges éponges, présentent une structure cellulaire ouverte et une grande légèreté, ce qui les rend particulièrement intéressantes pour l'élaboration de composites. Leur intégration dans une matrice de résine polyester vise à produire des matériaux à la fois robustes, légers et écologiques.

L'objectif principal notamment en génie civil est de diminuer la consommation d'énergie dans les bâtiments, en utilisant des matériaux de construction avec des performances thermiques, tout en réduisant, le coût, l'énergie de leur fabrication, et leur impact négatif sur l'environnement.

A cet effet, l'utilisation des fibres végétales est une solution alliant performance technique et environnementale. Plusieurs travaux s'alignent sur le fait que l'utilisation des fibres végétales dans les matériaux composites s'avère une solution avantageuse, vu son abondance, son impact socioéconomique et environnemental.

L'Algérie est un des pays qui disposent d'extraordinaires ressources en fibres végétales (Palmier, Alfa, Cotton, Sisal, Luffa...), malheureusement, leur valorisation dans les domaines pratiques, entre autre, dans les matériaux de construction est encore peu exploitée. Beaucoup de procédés de développement de nouveaux matériaux innovants sont proposés par des chercheurs pour répondre aux exigences environnementales de plus en plus sévères.

L'idée d'introduire la fibre végétale dans le domaine du Génie Civil ne date pas d'aujourd'hui. En s'appuyant sur les travaux de plusieurs chercheurs dans ce domaine, nous sommes proposés de faire une étude du comportement physico- mécanique d'un biocomposite à base de fibres végétale du luffa.

Le travail initié dans le cadre de ce mémoire, consiste à la caractérisation expérimentale des composites à base d'une fibre végétale de luffa traité chimiquement.

Pour réaliser ce travail, une recherche bibliographique est nécessaire sur les matériaux composites fibrés et l'importance d'utiliser les fibres végétales dans les matrices polymériques.

Le travail de recherche réalisé est structuré en trois chapitres et est terminé par une conclusion générale et des perspectives :

Le premier chapitre traite toutes les définitions, compositions et comportement des composites et les différents types de fibres, la nature, classification, nature chimique et comportement sont fidèlement reportés dans cette section de la partie recherche bibliographique.

La seconde partie de ce travail concerne l'étude expérimentale illustrée dans le chapitre II, tous les matériaux (Résine, Catalyseur et fibre végétale) utilisés pour la confection des différents composites, tenant compte des paramètres : variation de la concentration en fibres à incorporés dans la matrice.

## **Introduction générale**

En fin le chapitre III présente un protocole d'essai proposé pour la caractérisation physique et mécanique des composites élaboré, les résultats des essais de traction, essai de choc, essai de la dureté ainsi que la densité et l'absorption d'eau sont représentés sous forme des courbes et interprétés.

Ce travail est finalisé par une conclusion générale et des perspectives.



# **Chapitre I : Etude bibliographique**

# Chapitre I : Etude bibliographique

## **I.1. Introduction**

L'innovation dans le domaine du génie civil est souvent pilotée par l'avancement des matériaux utilisés dans la construction. Le mémoire présenté, intitulé "Caractérisation physiques et mécaniques des composites à base d'une résine polyester insaturé et fibre de Luffa", se concentre sur l'étude de composites novateurs qui pourraient révolutionner l'industrie de la construction. Ces matériaux composites, alliant la résilience de la résine polyester insaturé à la durabilité des fibres de Luffa, promettent de contribuer significativement à l'éco-conception et à la performance structurelle.

Dans le contexte du génie civil, la compréhension approfondie des propriétés physiques et mécaniques de ces composites est cruciale. Elle permet non seulement d'assurer la sécurité et la fiabilité des structures, mais aussi d'optimiser les coûts et l'impact environnemental des projets de construction. Cette étude bibliographique vise donc à synthétiser les recherches existantes sur ces composites, à évaluer les techniques de caractérisation utilisées et à déterminer leur applicabilité dans des scénarios de génie civil.

Ce chapitre servira de fondement à une exploration plus poussée des potentialités des composites à base de résine polyester insaturé et fibre de Luffa, envisageant leur intégration dans des structures modernes et durables. Il s'agit d'une démarche essentielle pour avancer vers une industrie de la construction plus verte et plus efficace, en phase avec les impératifs du développement durable.

## **I.2. Définition des matériaux composites**

Un matériau composite est un assemblage d'au moins deux matériaux non miscibles (mais ayant une forte capacité d'adhésion) : Le renfort et la matrice. La combinaison de plusieurs matériaux à interfaces distinctes donne lieu à un matériau possédant des propriétés nouvelles [1]. La nature et la qualité de cette interface influencent fortement les propriétés mécaniques et physiques du matériau composite. L'objectif est de créer un matériau qui possède des caractéristiques spécifiques qui améliorent les performances de la matière obtenue[2].

Un matériau composite est formé par un renfort (squelette du matériau) qui assure la résistance mécanique et une matrice (revêtement ou couche du matériau) qui est souvent polymérique (résine thermoplastique ou thermodurcissable) ou métallique, qui assure la liaison de la structure et la transmission des efforts vers le renfort [3].

## **I.3. Classification des matériaux composites**

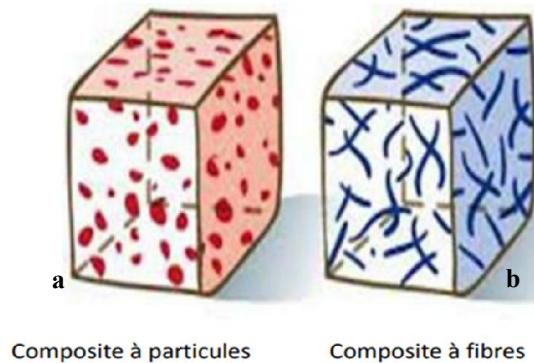
### **I.3.1. Classification suivant la forme des constituants**

En fonction de la forme des renforts, les composites sont classés en deux grandes classes (Figure I.1) :

- **Les composites à fibres** : sont des matériaux dont les propriétés mécaniques dépendent de l'orientation des fibres continues ou discontinues (coupées ou courtes) qui les composent. Ces matériaux peuvent être isotropes ou anisotropes.

# Chapitre I : Etude bibliographique

- **Les composites à particules** : les particules sont généralement utilisées pour améliorer certaines propriétés des matériaux [4].



**Figure I. 1:** Les structures des renforts de composite : a- à fibre particules et b- à fibre courtes.

## **I.3.2. Classification suivant la nature de matrice**

Selon la nature de la matrice, on distingue trois grandes classes de composites, considérées ici par ordre croissant de tenue en température :

- Les composites à matrice polymère (CMP).
- Les composites à matrice métallique (CMM).
- Les composites à matrice céramique (CMC).

L'utilisation des (CMP) reste limitée au domaine de températures inférieures à 200°C.

Les renforts utilisés dans les matériaux composites ont des propriétés mécaniques élevées (carbone, alumine, silice, bore, kevlar, acier, nitrure et carbure de silicium...). Les renforts continus ou fibres longues ont un diamètre qui dépend de leur nature, entre quelques micromètres et une centaine de micromètres [5].

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

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

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

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

Les composites HP ont un coût unitaire élevé et des propriétés mécaniques spécifiques importantes. Ils sont principalement destinés à l'aéronautique et à l'espace [6].

## **I.4. Caractéristiques des matériaux composites**

Un composite est un mélange de phases qui ne se mélangent pas et qui sont différentes. Il y a une phase qui est continue, qu'on appelle matrice, et une phase qui est discontinue, qu'on appelle renfort ou armature. Le renfort est souvent sous forme de filaments avec des propriétés

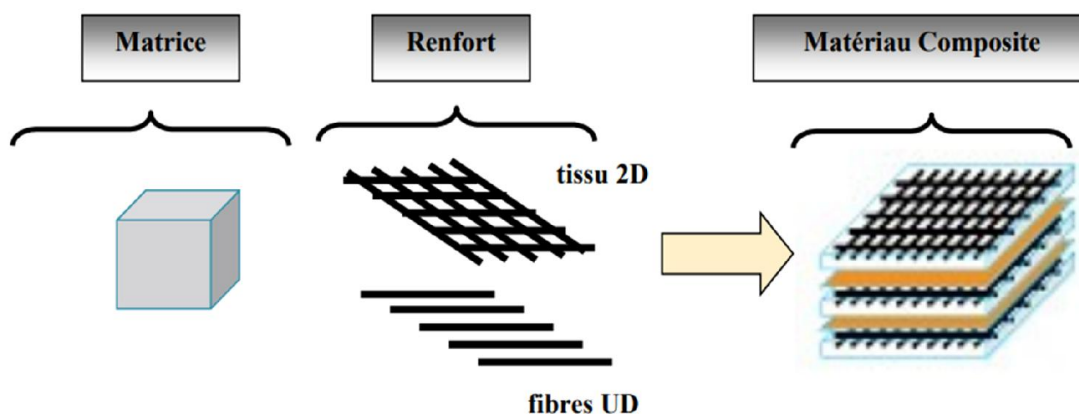
# Chapitre I : Etude bibliographique

mécaniques très élevés. La matrice, la quantité, la position et l'orientation du renfort sont des éléments clés pour la conception et le développement des produits. Ces paramètres doivent être bien choisis pour améliorer les performances du produit final [7].

- Les propriétés des matériaux composites dépendent [8]
  - Des propriétés des matériaux constitutifs.
  - De distribution géométrique des fibres.
  - De l'interaction fibre-matrice.
- Pour accéder à la caractérisation d'un matériau composite, il sera nécessaire de spécifier [8]
  - La nature de l'interface matrice- renfort.
  - La nature des constituants et leurs propriétés.
  - La géométrie du renfort et sa distribution.

## **I.5. Les constituants d'un matériau composite**

Le matériau composite est constitué d'une protection appelée "matrice" et de l'ossature appelée "renfort". Les renforts fibreux sont disposés de façon judicieuse dans la matrice qui conserve leur disposition géométrique et leur transmet les sollicitations (Figure I.2) [9].



**Figure I. 2:** Constituants de base d'un matériau composite.

### **I.5.1. La matrice**

La matrice a pour but principal de relier les fibres, mais aussi, à assurer une répartition égale du renfort dans l'espace. Sur le plan mécanique, la matrice transfère et distribue les charges extérieures vers le renfort. En outre, elle donne à la structure une propriété chimique et une forme conforme au produit [10].

La matrice ne doit pas être trop rigide pour ne pas contrarier le travail des fibres ce qui fait de sa ductilité un paramètre important [11].

Les différentes familles de la matrice sont présentées dans la figure I.3 :

# Chapitre I : Etude bibliographique

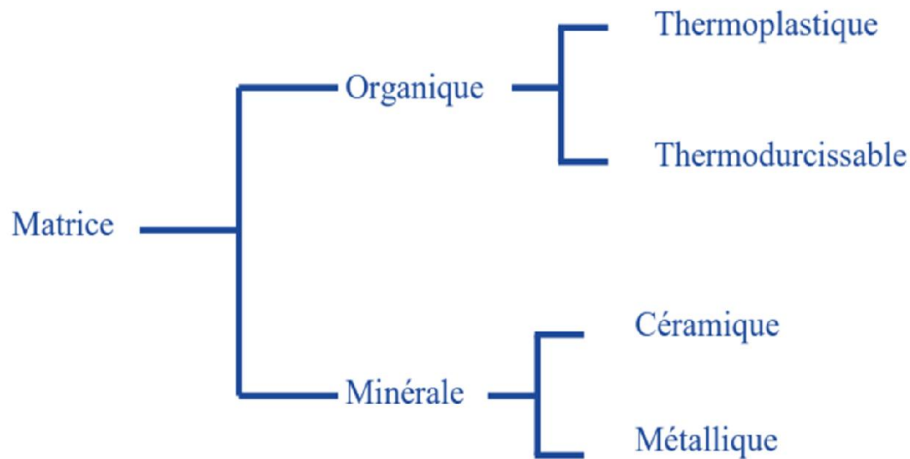


Figure I. 3: Les Types de Matrices[11].

## A) Les matrices organiques (MO) :

Les polymères sont les principaux composants d'une matrice organique. Ils peuvent appartenir à trois catégories : les thermoplastiques, les thermodurcissables et les élastomères (Figure I.4). Chacune de ces catégories a des propriétés mécaniques spécifiques. Par exemple, les thermoplastiques sont généralement plus solides que les thermodurcissables, alors que les élastomères sont très extensibles. Les matrices organiques sont très employées dans l'industrie car elles présentent des avantages par rapport aux métaux. Elles sont plus légères, plus résistantes, moins conductrices de la chaleur et de l'électricité et plus résistantes à la corrosion. Elles sont particulièrement adaptées à la fabrication des avions, car elles réduisent la masse de l'appareil (Tableau I.1) [12].



Figure I. 4: (a) Les résines thermodurcissables ; (b) les résines thermoplastiques.

# Chapitre I : Etude bibliographique

Tableau I. 1 : Principales différences entre les thermodurcissables et les thermoplastiques.

Propriétés	Matrices	
	Thermodurcissable	Thermoplastique
Etat de base	Liquide visqueux à polymérisé	Solides Prêts à l'emploi
Stockage	Réduit	Illimité
Mouillabilité des renforts	Aisée	Difficile
Moulage	Chauffage continu	Chauffage + refroidissement
Cycle	Long (Polymérisation)	Court
Tenue de choc	Limitée	Assez bonne
Tenue thermique	Meilleur	Réduit (sauf nouveaux thermoplastiques)
Chutes de déchet	Perdu ou utilisé en charge	Recyclable

## a) Les matrices thermodurcissables

Les composites à matrice thermodurcissable représentent 70% des composites utilisés en Europe. Pour les besoins de grandes consommations donc de gros volumes (90 tonnes en France et 600000 tonnes aux états unis), ces résines sont très utilisées pour des raisons de prix et de facilité de mise en œuvre [14].

Les résines thermodurcissables ont des propriétés mécaniques élevées. Ces résines ne peuvent être mises en forme qu'une seule fois. Elles sont en solution sous forme de polymère non réticulé en suspension dans des solvants [15].

Les principales résines thermodurcissables sont [14]:

- **Les polyesters insaturés** : pour les applications grande diffusion qui présentent un bon compromis cout/performance ;
- **Les résines époxy (ou époxydes)** : qui constituent la résine type des composites HP ;
- **Les Vinylesters**, dont la chimie de durcissement est identique à celle des polyesters insaturés, mais avec un cout supérieur d'un facteur deux à trois, justifié par une très bonne tenue à la corrosion ;
- **Les phénoliques**, pour leur tenue au feu et à hautes températures.

Le tableau I.2 indique leurs principales propriétés physiques :

Tableau I. 2: Caractéristiques des thermodurcissables [16].

Résine	Densité	E (GPa)	$\sigma$ (MPa)	Tmax (°C)
Epoxyde	1,2	4,5	130	90-200
Polyuréthane	1,1	0,7-7	30	100
Polyester insaturé	1,2	4	80	60-200
Urée formaldéhyde	1,2-1,5	6-10	40-80	140

## b) Les matrices thermoplastiques

Il existe deux types de thermoplastiques : les amorphes et les semi-cristallins. Les amorphes sont transparents quand ils sont solides, car ils n'ont pas de phase cristalline. Les semi-cristallins sont opaques, car ils sont composés d'une phase amorphe et d'une phase cristalline. Les semi-cristallins peuvent former des cristaux dans certaines conditions [17]. Un thermoplastique devient liquide quand on le chauffe. Il se ramollit et ses molécules se déplacent plus librement,



# Chapitre I : Etude bibliographique

tissus. On les imprègne ensuite avec des substances qui vont se transformer en céramique lors du chauffage. Ces substances peuvent être :

- Des liquides contenant des particules céramiques, qui vont se solidifier et se lier entre les fibres sous l'effet de la température et de la pression ;
- Des gaz qui vont réagir chimiquement avec les fibres ou se déposer sur elles, formant ainsi une couche céramique (c'est le cas par exemple des composites carbone-carbone) [20].

## **I.5.1.1. Résines polyesters**

Les polyesters insaturés, également connus sous le nom de copolymères, sont des matériaux qui, une fois durcis, deviennent infusibles et insolubles dans tous les solvants. Leur formation se déroule en deux phases principales :

- La première est une polycondensation qui permet de créer le prépolymère polyester insaturé (UP).
- La seconde est une copolymérisation radicalaire durant laquelle les doubles liaisons présentes dans la chaîne du polyester réagissent avec celles du solvant réactif, souvent le styrène (St), pour former le réseau tridimensionnel réticulé [21].

Une résine de polyester insaturé contenant un monomère insaturé (généralement le styrène) est réticulée à température ambiante par addition d'un catalyseur de type peroxyde organique et d'un accélérateur. Elle passe successivement de l'état liquide visqueux initial à l'état de gel, puis à l'état de solide infusible (Figure I.6). Aussi, elle la plus utilisée dans l'application composite de grande distribution. Par ailleurs, la réaction est exothermique et la température de la résine augmente progressivement depuis le gel jusqu'à un maximum pour redescendre ensuite lentement à la température ambiante. En outre, le durcissement sera d'autant plus rapide ou, si l'on préfère, le temps nécessaire dans le moule sera d'autant plus court que la courbe de température en fonction du temps se rapprochera davantage de la verticale. Cependant, la réaction de durcissement dépend de la réactivité de la résine, de la forme de l'objet fabriqué (épaisseur, etc.), de la nature et du dosage du système catalytique [10].

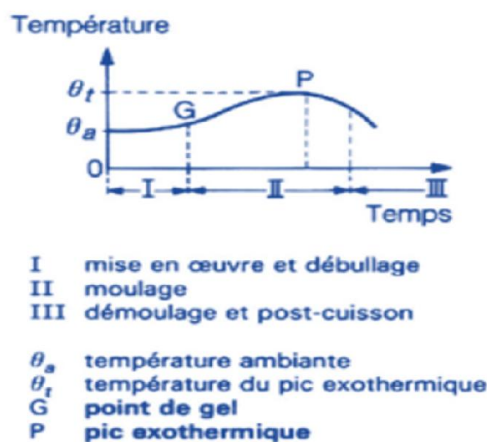


Figure I. 6: Graphique de processus de résine polyester insaturé [10].

# Chapitre I : Etude bibliographique

## I.5.1.2. Synthèse des prépolymères polyester insaturé

Les prépolymères polyester insaturé sont obtenus par polycondensation en masse à température élevée de diacides ou d'anhydrides insaturés et saturés avec des diols. Cette réaction de polyestérification se fait en deux étapes (Figure I.7) [22] :

- La synthèse du monoester qui se produit entre 60 et 130 °C, par addition de glycol sur l'anhydride :
- La polycondensation du monoester qui a lieu dans une température très élevée entre 160 et 220 °C :

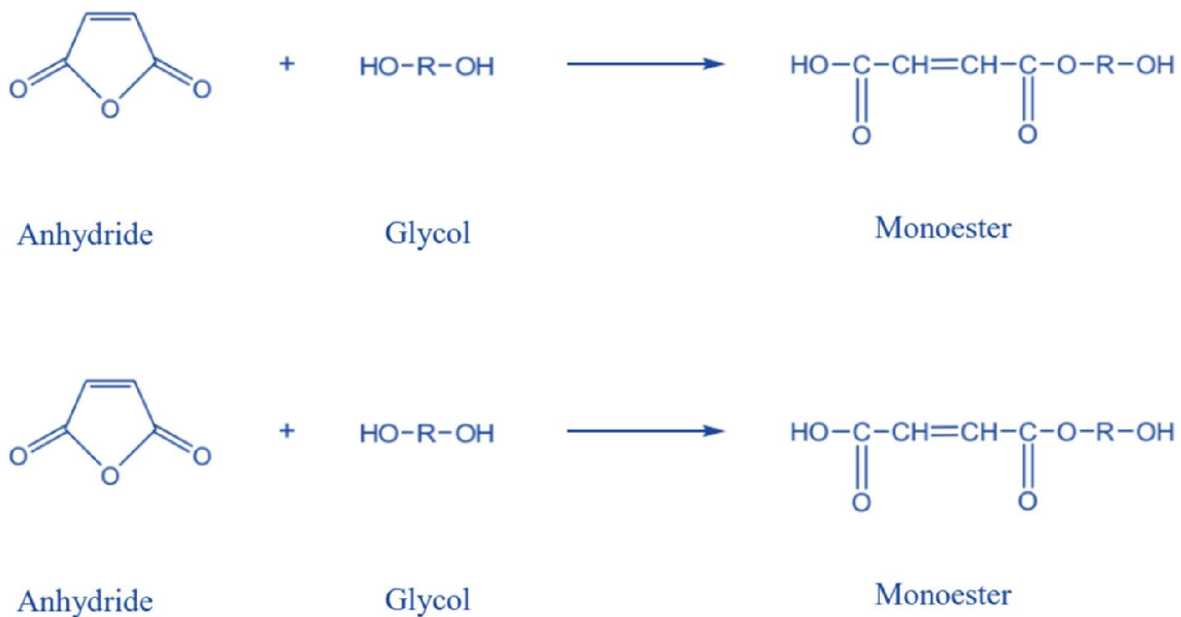


Figure I. 7: Synthèse du prépolymère polyester insaturé à partir de l'anhydride maléique et du glycol [22].

### ❖ Réactions secondaires

#### - Déshydratation des glycols :

La déshydratation des glycols provoque une disparition de fonctions alcools dans le milieu réactionnel, ce qui modifie la stœchiométrie initiale. En plus d'avoir des conséquences néfastes sur le contrôle de la masse molaire des chaînes, elle peut mener à la formation d'éthers cycliques (Figure 8) [23].

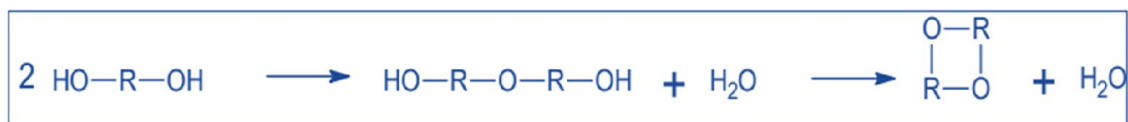


Figure I. 8: Déshydratation d'un glycol et formation d'éther cyclique [23].

#### - Transestérification

Les réactions de transestérification interviennent essentiellement en fin de polycondensation, entraînent des modifications dans la distribution des masses molaires du polymère et limitent la formation de prépolymères de très hautes masses molaires (Figure I.9) [23].

## Chapitre I : Etude bibliographique



Figure I. 9: Réaction de transestérification[23].

### - Réaction d'Ordelt

L'addition des hydroxyles sur les doubles liaisons est l'une des plus importantes réactions secondaires de la synthèse des polyesters insaturés (Figure I.10) [23].

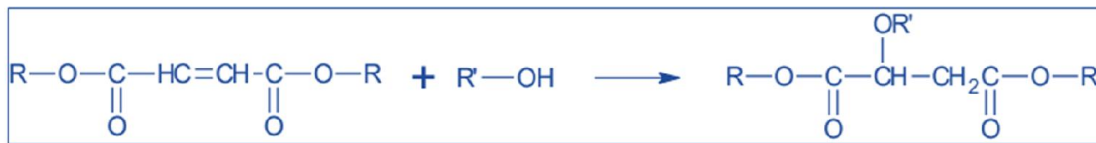


Figure I. 10: Réaction d'Ordelt [23].

La réaction de synthèse des prépolymères polyester insaturés est cationique, catalysée par des acides, ce qui conduit à la formation de polyesters branchés. Pendant la réaction, une partie des insaturations est consommée, modifiant ainsi la stœchiométrie initiale en raison de l'utilisation des fonctions alcool. Le taux de saturation des doubles liaisons varie entre 10 et 20%, influençant les propriétés mécaniques du réseau réticulé final. Ce taux est affecté par la durée et le temps de réaction, la concentration en diol, ainsi que la force et la concentration des acides [23].

### - Isomérisation cis-trans

Lorsque le matériau est fondu, l'isomérisation des insaturations passe de la forme cis (maléique) à la forme trans (fumarique) à des températures au-dessus de 160°C. Le degré d'isomérisation est influencé par les conditions sous lesquelles la synthèse est réalisée, ainsi que par les caractéristiques des réactifs dans le milieu, tels que les diols et les diacides (Figure I.11) [23].

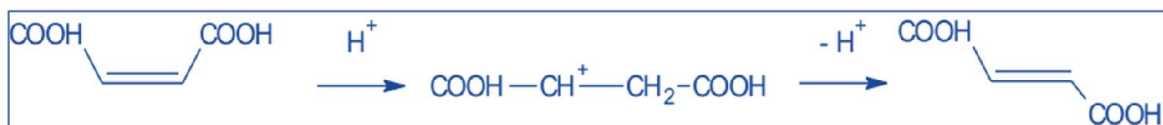


Figure I. 11: Isomérisation cis-trans [23].

Pour simplifier, on peut dire que les insaturations fumariques réagissent plus facilement que les maléiques, ce qui est très utile pour améliorer le matériau final. Cette différence de réactivité est importante pour la réaction avec le diluant réactif. Il faut trouver le bon équilibre pour avoir beaucoup d'isomérisation sans trop de saturation d'Ordelt, car rester longtemps à haute température peut augmenter les réactions d'Ordelt [23].

# Chapitre I : Etude bibliographique

## **I.5.1.3. Domaines d'application**

Les résines polyester insaturés sont utilisées dans de nombreux domaines en raison de leur polyvalence et de leurs propriétés. Voici quelques-uns de leurs principaux domaines d'application :

- **Bâtiment** : Utilisées pour les plaques planes et ondulées, profilés translucides ou opaques, éléments de façade, cheminées d'usines, mobilier urbain, coffrages et moules à béton, bungalows, panneaux de signalisation, piscines, et sanitaire (baignoires, éviers, modules intégrés).
- **Réservoirs et citernes** : Pour le stockage et le transport de divers produits comme le vin, l'eau, le fioul, les engrais liquides, les produits pulvérulents, et les produits chimiques. Ils sont également utilisés pour les tuyaux d'assainissement, fosses septiques, gaines de ventilation, et pales d'éoliennes.
- **Électricité et électronique** : Dans la fabrication d'armoires, boîtiers, coffrets, clapets isolants, et autres composants isolants.
- **Vernis et revêtements** : Comme les gel-coats, mastics pour l'étanchéité, scellement, réparation automobile, et pour des applications telles que le marbre reconstitué, faux bois, faux ivoire, etc.

Ces résines sont appréciées pour leur résistance mécanique, leur durabilité et leur facilité de mise en forme, ce qui les rend idéales pour ces applications.

## **I.5.1.4. Les avantages et inconvénients des résines polyester insaturé**

### ❖ Les avantages

- **Coût économique** : Elles sont moins chères que les résines époxy, environ 5 euros le kilo.
- **Polymérisation** : Elles peuvent polymériser à température ambiante et par irradiation UV.
- **Facilité d'utilisation** : Elles sont faciles à utiliser et adaptées à de nombreuses applications comme les bateaux, piscines, cuves, éoliennes.
- **Transparence** : Certaines résines comme la POLYLITE®32032-20 offrent une transparence et une résistance aux intempéries.
- **Stabilité UV** : La POLYLITE®32032-20 est stabilisée aux UV.
- Bonnes résistances mécaniques [24].

### ❖ Les inconvénients

- **Risques sanitaires** : Le risque sanitaire le plus fréquent est l'exposition au styrène et à d'autres composés organiques volatils (COV), qui peuvent avoir des effets neurotoxiques et irriter le système respiratoire.
- **Protection nécessaire** : Il est important de prendre des mesures de protection pour éviter l'exposition aux substances nocives lors de la manipulation de ces résines [25].

# Chapitre I : Etude bibliographique

## I.5.2. Le renfort

Les renforts contribuent à améliorer la résistance mécanique à la traction et la rigidité des matériaux composites et se présentent sous forme filamentaire (des fibres organiques ou inorganiques) (Figure I.12) [26].

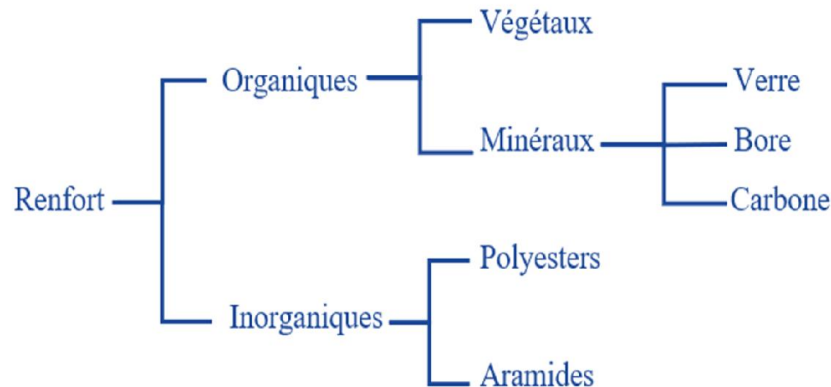


Figure I. 12: Types de renfort [27].

Les renforts se présentent sous forme de fibres de quelques micromètres de diamètre formant un toron. Un toron a un nombre de fibres qui peut être 1000, 3000 ou 6000 qui aident les composites à être plus solides (Figure I.13) [28].

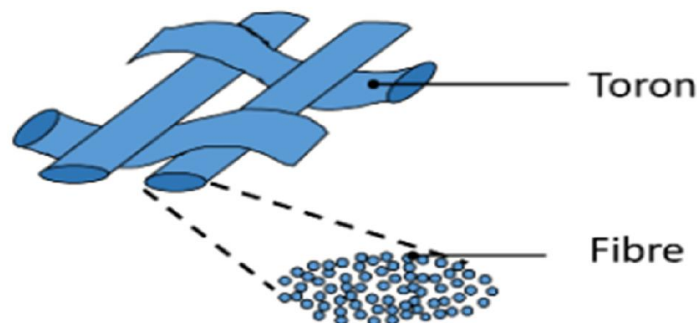


Figure I. 13: Schéma de plusieurs fibres formant des torons[28].

### I.5.2.1. Les fibres végétales

Bernard Kurek définit la fibre végétale comme une expansion cellulaire morte principalement composée de cellulose, d'hémicellulose, de lignine et de pectine. Elle est soit isolée, soit regroupée avec d'autres en un faisceau [29].

- La fibre végétale change selon son origine. En effet, la taille des filaments végétaux change selon la maturité de la plante et le climat où elle grandit. Le diamètre peut varier beaucoup sur une même fibre végétale [30].
- Les fibres végétales sont aussi différentes par l'épaisseur de leur paroi cellulaire qui change selon la porosité fibreuse [30].
- La forme et la structure de la fibre végétale peuvent jouer un rôle essentiel dans la façon dont la contrainte est transmise entre la fibre et la matrice [30].

# Chapitre I : Etude bibliographique

## I.5.2.2. Classification des fibres végétales

### ➤ Classification selon l'origine de la plante

Suivant l'organe de la plante dont elles sont issues, les fibres végétales peuvent être classées en fibres de tiges (Kénaf, jute, lin, ramie), et de feuilles (Sisal, abace, paille de graminée) [31].

### ➤ Classification selon la composition chimique

Suivant leur teneur en holocellulose (cellulose et hémicellulose) et en lignine, on peut distinguer les fibres ligneuses (dures et rigide provenant de matériels ligneux tels que le bois d'œuvre, les résidus de l'industrie du bois et les fibres non ligneuses (douces, souples, issues de végétaux non ligneux souvent annuels relativement moins riches en lignine tels que le kénaf, le chanvre, le sisal, le jute et le lin) [31].

### ➤ Classification selon la longueur

Les fibres végétales se classent en deux types selon leur longueur (Figure I.14) [31] :

- Les fibres longues, ou libériennes, qui viennent des tiges ou des écorces de plantes annuelles. Elles sont souples.
- Les fibres courtes, ou étoupes, qui sont liées aux fibres longues. Elles sont plus dures et plus rigides à cause de leur teneur en lignine. Elles proviennent des feuilles ou des troncs d'arbres.

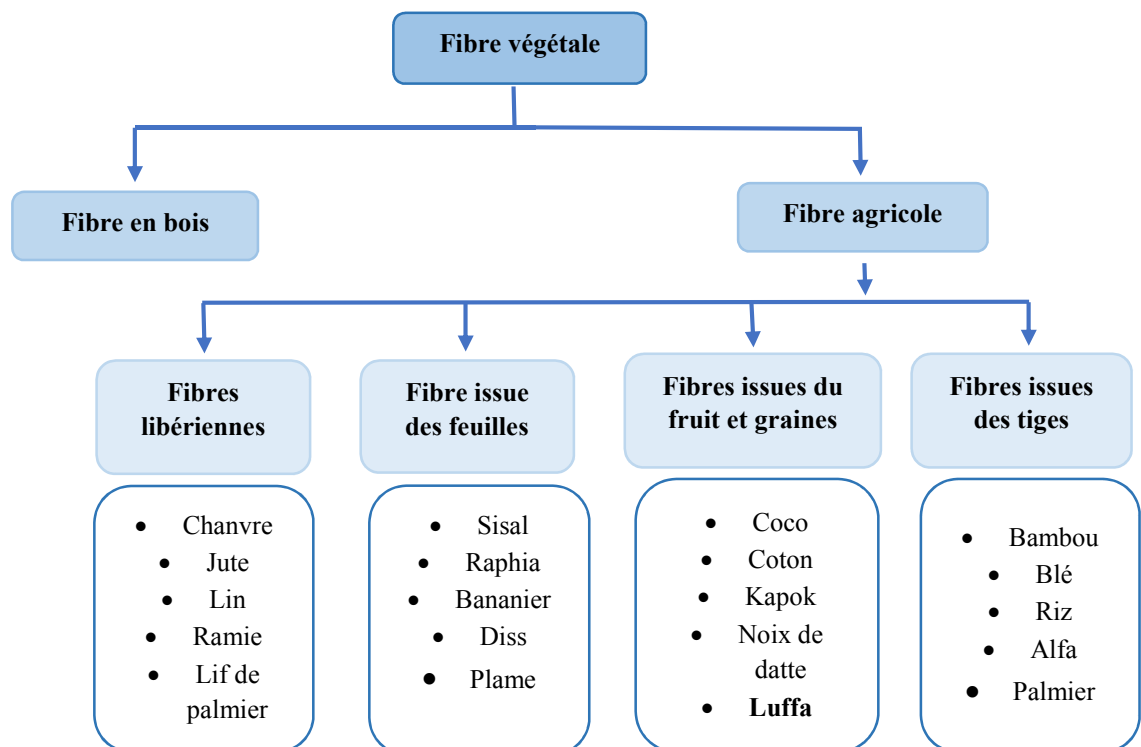


Figure I. 14: classification des fibres végétales [30].

# Chapitre I : Etude bibliographique

## I.5.2.3. Processus d'extraction des fibres

Les techniques utilisées pour séparer et présenter les fibres sont l'extraction mécanique, chimique et biologique (Figure I.15) [32].

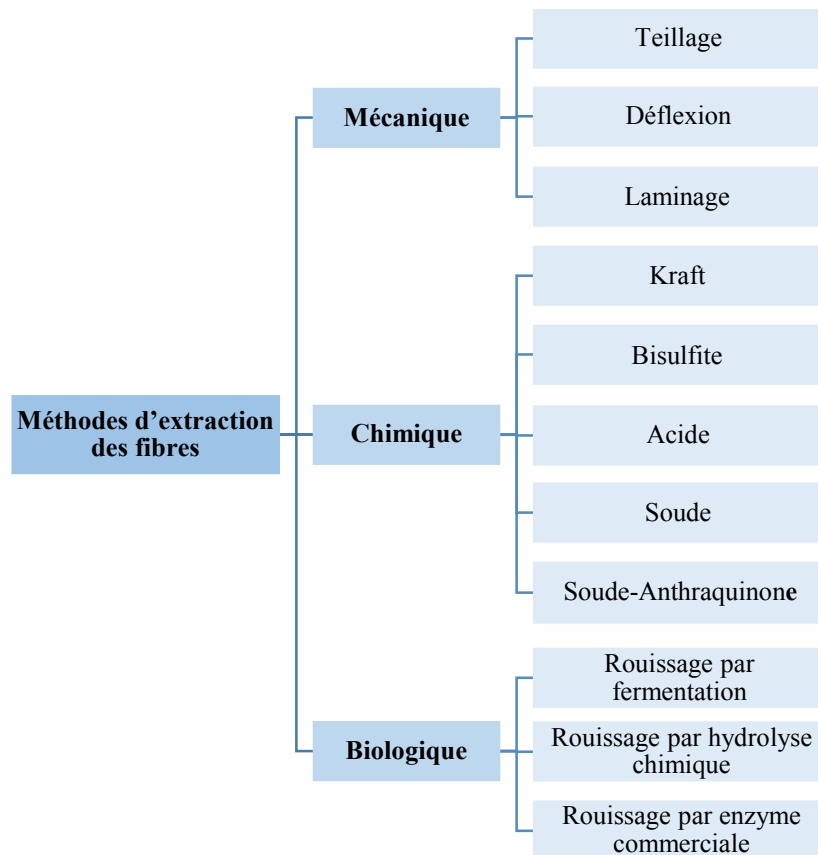


Figure I. 15: Diagramme des méthodes d'extraction des fibres végétales [32].

## I.6. Utilisations des fibres végétales

Les fibres végétales sont des matériaux naturels qui ont de nombreuses applications. Elles peuvent être utilisées pour isoler les bâtiments, en utilisant des fibres comme le coton ou le chanvre. Elles peuvent aussi être combinées avec d'autres matériaux pour former des composites plus résistants, qui sont utiles dans les transports. Ces composites permettent de réduire le poids et la pollution des véhicules. Cependant, les fibres végétales (matériaux hydrophiles) doivent être adaptées pour se mélanger avec les autres matériaux polymère (souvent hydrophobes), car elles ont des propriétés différentes [33].

### I.6.1. Luffa

Le Japon a commencé à utiliser le luffa comme plante industrielle entre 1890 et 1895, après avoir découvert que la fibre extraite du fruit sec pouvait servir à fabriquer des filtres pour les moteurs à vapeur et les moteurs diesel. Le luffa, qui vient de la zone tropicale d'Asie, est une plante traditionnelle qui sert à l'alimentation, à la médecine et à la décoration dans des pays comme l'Inde, la Malaisie, le Japon et le Moyen Orient [34].

Aujourd'hui, le luffa est étudié comme un renfort potentiel pour les matériaux composites, grâce à ses caractéristiques de légèreté, de résistance, de biodégradabilité, etc. Le luffa est aussi

## Chapitre I : Etude bibliographique

un objet de recherche pour la mémoire historique, c'est-à-dire l'étude des rapports entre l'histoire et la mémoire, entre le passé et le présent, entre les faits et les représentations.

Le luffa cylindrica (ou Luffa Aegyptica) est aussi appelée éponge végétale, loofa ou luffa. C'est une plante de la famille des courges. Elle a des feuilles rondes et des fleurs jaunes. Elle pousse comme une liane [35].

Le luffa se cultive surtout dans les pays chauds d'Asie, d'Afrique du Nord et d'Amérique. C'est un matériau naturel et résistant [36]. Le fruit du luffa est vert quand il est jeune et jaune quand il est mûr. Il a une forme allongée et une peau lisse. Il mesure entre 30 et 40 cm et il a entre 50 et 60 graines à l'intérieur (Figure I.16) [37].



**Figure I. 16:** (a) Fruit sec Luffa, (b) Fruit vert de Luffa.

Un seul pied de luffa cylindrica peut produire en moyenne de 20 à 25 fruits, dont le poids varie de 0,5 à 2,5 kg. Bien que comestible au début de sa croissance, le luffa devient progressivement fibreux et spongieux, perdant sa pulpe, ce qui lui vaut les surnoms d'“éponge végétale” ou de “courge éponge”. Lorsqu'il atteint la fin de sa maturation, un opercule se forme sur l'une de ses extrémités, libérant une petite graine noire lorsqu'on secoue le fruit séché, qui pèse alors aux alentours de 40 g (Figure I.17) [38].



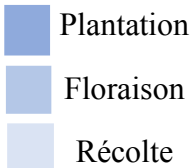
**Figure I. 17:** Grains noirs de Luffa cylindrica.

## Chapitre I : Etude bibliographique

Le Luffa nécessite une longue saison de croissance et un climat chaud. Il faut semer les graines quand le sol est chaud et les cultiver en plein soleil. Un sol avec un pH de **6 à 6,8** est idéal. Évitez l'excès d'eau pour prévenir les maladies des racines et réduisez l'arrosage en fin d'été pour favoriser le durcissement des fruits (Tableau I. 4) [39].

**Tableau I. 4:** Mois de croissance de Luffa cylindrica [39].

<b>Janvier</b>	<b>Février</b>	<b>Mars</b>	<b>Avril</b>
<b>Mai</b>	<b>Juin</b>	<b>Juillet</b>	<b>Aout</b>
<b>Septembre</b>	<b>Octobre</b>	<b>Novembre</b>	<b>Décembre</b>



### ➤ **Composition chimique**

La composition chimique du luffa est principalement constituée de lignine et de hémicellulose/cellulose, ainsi que de quelques éléments inorganiques tels que des glycosides, des polypeptides, des acides aminés, des protéines, etc. La teneur en hémicellulose varie de 8% à 22%, celle en lignine de 10% à 23%, et celle en cellulose de 55% à 90%. Au début de la croissance du luffa, sa structure cellulaire est formée de nombreuses fibres simples qui se transforment en un tapis fibreux à la fin [40].

La composition massique des différents composants de la Luffa Cylindrica est résumée dans le tableau I.5 [41]:

**Tableau I. 5:** Composition chimique des fibres de Luffa Cylindrica [41].

<b>Composant</b>	<b>Fraction massique(PCR)</b>
Cellulose	65,5 ± 0,5
Lignine	15,2 ± 1,0
Hémicellulose	17,5 ± 0,5

### ➤ **La cellulose**

La cellulose est la molécule biologique la plus répandue sur la terre. La cellulose est un hydrate de carbone de formule moléculaire (C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>)<sub>n</sub>, où n désigne le degré de polymérisation et dépend fortement de l'origine de la cellulose (varie entre 10 000 et 150 000 selon l'espèce végétale) [42].

La cellulose est formée de molécules de glucose qui s'orientent et s'associent par des liaisons hydrogène. Ces liaisons créent des microfibrilles (Figure I. 18), qui se replient en macrofibrilles. La densité de la cellulose détermine le degré de cristallinité des microfibrilles, qui ont des zones ordonnées et des zones amorphes (Figure I. 19) [43].

## Chapitre I : Etude bibliographique

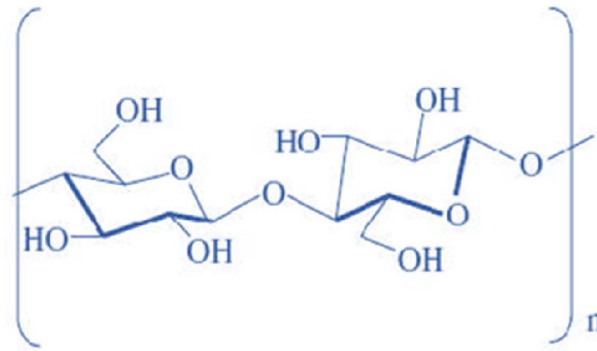


Figure I. 18: Liaisons hydrogènes des chaînes cellulosiques[42].

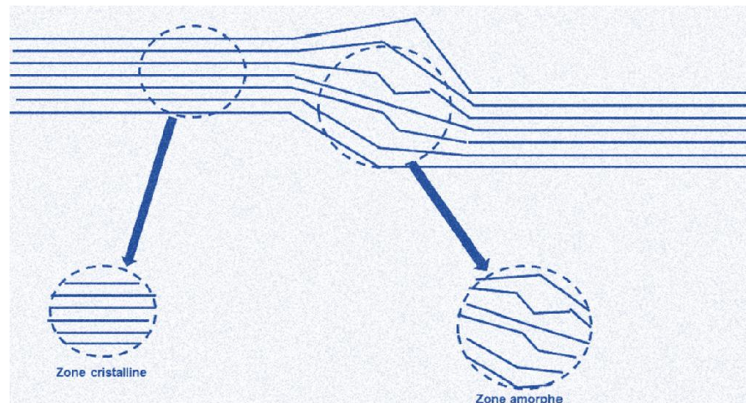


Figure I. 19: Représentation des microfibrilles constituant les fibres de cellulose.

La plupart des plantes cellulosiques ont 80% de zones cristallines dans leur structure. La cellulose est très hydrophile (absorbe l'eau) grâce à la présence de groupes hydroxyles (OH), qui sont résistants aux oxydants. Elle donne à la fibre sa rigidité [43].

### ➤ L'hémicellulose

L'hémicellulose est un polysaccharide soluble dans l'eau qui se trouve dans la paroi des cellules végétales et qui peut être extraite par des solutions acides [44].

On appelle hémicelluloses des polymères très diversifiés (avec beaucoup de monomères et de branchements différents) qui ne sont pas bien caractérisés. Leur structure dépend de l'espèce végétale dont ils proviennent. Ils ont un degré de polymérisation entre 200 et 300, « alors que celui de la cellulose native est 10 à 100 fois supérieures » [27]. La figure □. 20 illustre les unités mono saccharidiques les plus courantes des différentes sortes d'hémicelluloses. Ils sont formés de polysaccharides dont la chaîne principale linéaire contient de la xylose, du mannose ou du galactose selon les cas [44].

# Chapitre I : Etude bibliographique

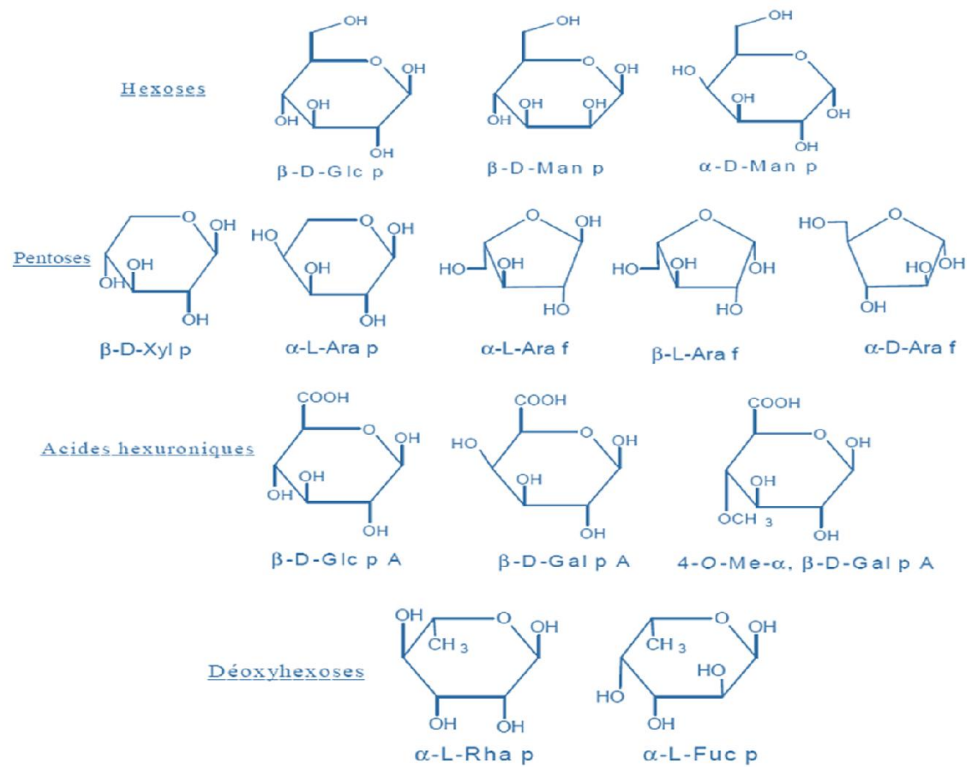


Figure I. 20: Principaux glucides constituant les hémicelluloses[45].

## ➤ Lignine

La lignine est un polymère en trois dimensions qui résulte de la polymérisation radicalaire de trois alcools phénylpropénoïques, dont la structure varie selon le type de plante[46]. On ne peut pas lui donner une structure moléculaire précise. Elle est constituée de composants aliphatiques et aromatiques (Figure I. 21) [47].

La lignine renforce les parois cellulaires et la cohésion des fibres dans la partie ligneuse. Elle joue le rôle de matrice dans la fibre. Elle rend les bois et les plantes rigides et durs. Elle résiste à la dégradation biologique et aux agents pathogènes, et protège les plantes contre certains parasites [44].

# Chapitre I : Etude bibliographique

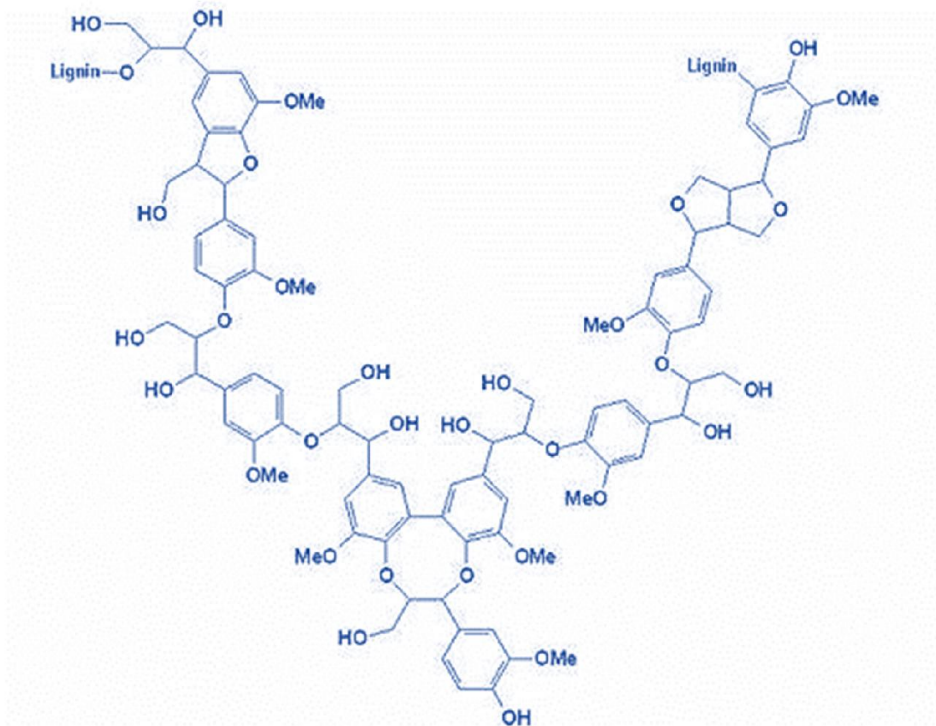


Figure I. 21: Représentation schématique de la lignine[46].

## I.6.3. Caractérisation morphologique de luffa cylindrica

### ➤ Analyse par microscopie électronique à balayage (MEB)

Ce fruit admet plusieurs parties distinctes de l'intérieur vers l'extérieur (Figure I.22-a et I.22-b). Les observations en MEB ont donné les résultats suivants [47] :

- La partie centrale du fruit s'appelle le noyau ou bien le filet,
- La partie périphérique au noyau s'appelle le mur,
- La couche superficielle recouvrant le mur est constituée d'une quantité importante de faisceaux vasculaires (Figure I.23 et I.24).

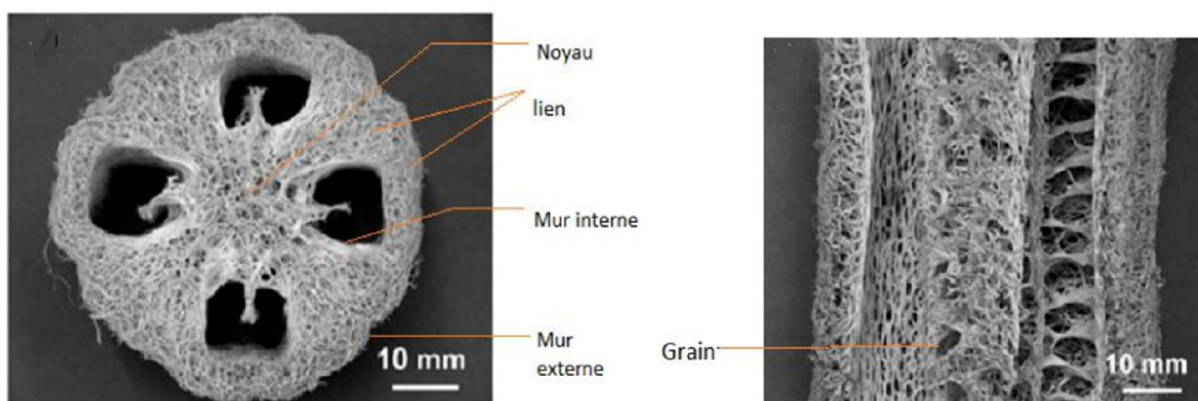
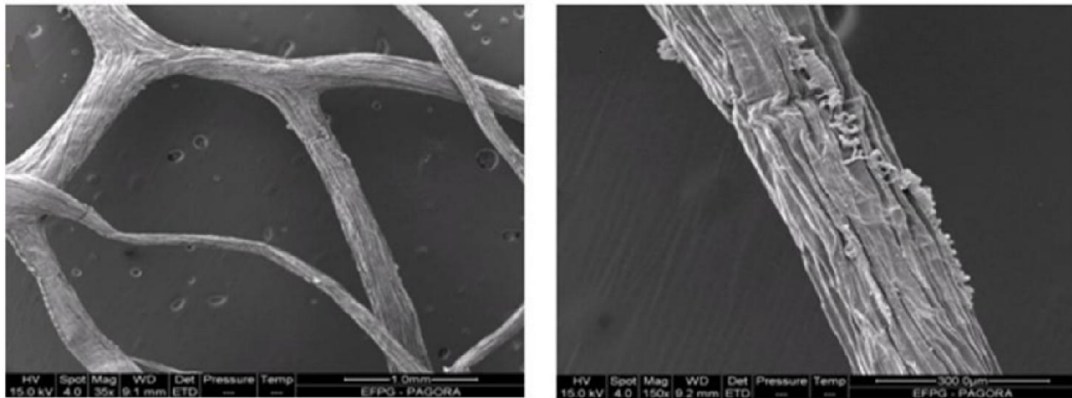
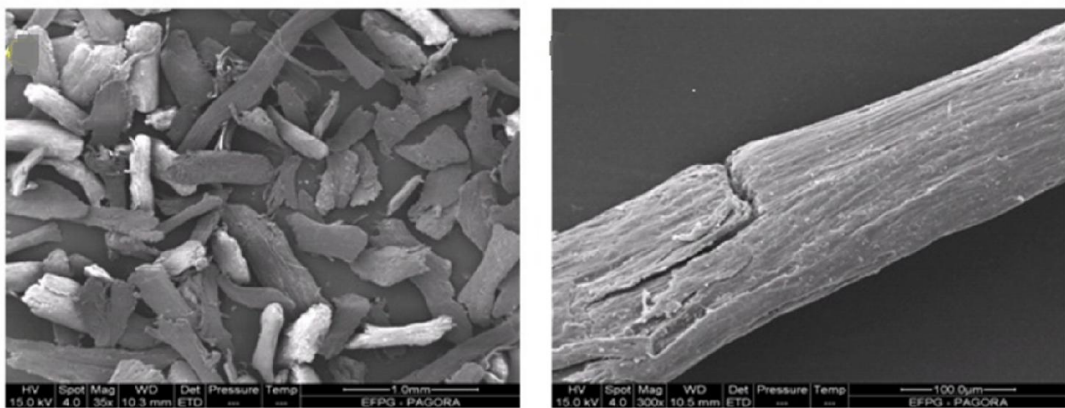


Figure I. 22: a-Coupe transversale du fruit de luffa. b-Coupe longitudinale fruit[47].

## Chapitre I : Etude bibliographique

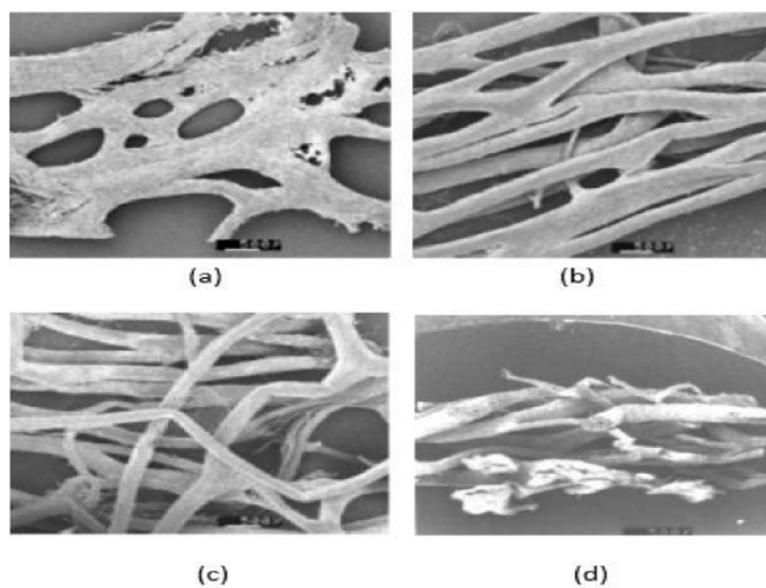


**Figure I. 23:** Faisceaux vasculaires Fibres de Luffa obtenu par MEB[41].



**Figure I. 24:** Luffa broyé [41].

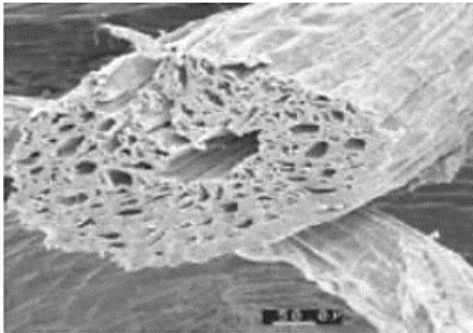
L'observation au microscope électronique à balayage avec un faible grossissement des différentes parties de la fibre de luffa cylindrica, montre une texture faite de cordes plus ou moins consolidées entre elles, certaines étant complètement libres (Figure I. 25) [48].



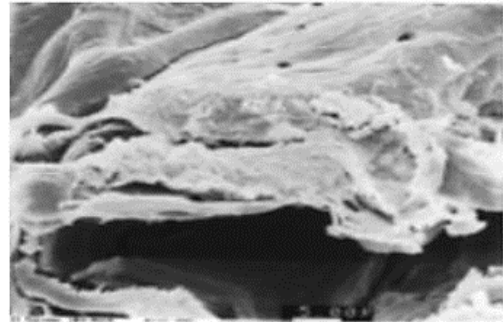
**Figure I. 25:** Micrographie MEB des cordons luffa cylindrica à faible grossissement [48].

## Chapitre I : Etude bibliographique

La section transversale des cordes (Figure I. 26.a) montre l'organisation fibreuse de la structure. Avec un grossissement plus important (Figure I. 26.b) on peut observer que les fibres sont creuses et ponctuées [48].



(a)



(b)

Figure I. 26 : Micrographie MEB des cordons luffa cylindrica à fort grossissement [48].

### I.6.4. Propriétés physicochimiques

#### ➤ Propriétés physiques

- Une densité comprise entre 0,7 et 0,86 ;
- Un touché rigide et désagréable ;
- Jaunissement aux températures élevées ( $\approx 120^{\circ}\text{C}$ ) ;
- Brûlent plus au moins rapidement [49].

#### ➤ Propriétés chimiques

- **Actions des acides** : Les concentrés d'acide chlorhydrique et phosphorique détruisent les cordes de la Luffa à température ambiante. L'acide nitrique concentré transforme la cellulose en nitrocellulose [50].
- **Action des oxydants** : Les substances qui blanchissent (eau de Javel, eau oxygénée, EDTA) en petite quantité éliminent les pigments qui colorent les fibres des éponges végétales et servent à les rendre plus claires [47].

### I.6.5. Utilisation de luffa

#### ➤ Domestique

Les jeunes fruits sont employés comme légume cru préparés comme la courge ou consommés comme des concombres [51].

Une fois séparé de la peau, de la chair et des graines, le réseau de fibre après séchage peut être employé comme éponge de salle de bains, éponge de nettoyage de casserole, de vitre et de verre (Figure I. 27). Le luffa peut également être employées comme filtre et pour développer les produits chimiques purgatifs. Puisque le luffa est un réseau compact des fibres étroites, son élasticité la rend utile pour beaucoup de produits comme des filtres, matériel d'emballage et les paniers [39].

## Chapitre I : Etude bibliographique



Figure I. 27: Utilisation du luffa comme produit de toilette et de cuisine [52].

### ➤ Pharmaceutique

Dans les secteurs de pharmacopées traditionnelles brésiliennes, les feuilles fraîches (en emplâtre). Sont utilisées pour traites les furoncles, pour traiter la rhinite, la sinusite, aménorrhée et l'hydropisie (Figure I. 28) [39].



Figure I. 28: Utilisation du luffa comme produit pharmaceutique.

### ➤ Médicale et biologique

Cette plante a des propriétés tonifiantes, vomitives et drainantes, et elle aide à soigner l'asthme et les problèmes cutanés. On l'utilise en interne pour soulager les rhumatismes, les maux de dos, les saignements internes et les hémorroïdes (Figure I. 29). Les fibres de ses fruits séchés servent d'éponges naturelles pour le soin de la peau, car elles éliminent les cellules mortes et rendent la peau plus douce et plus éclatante [53].

# Chapitre I : Etude bibliographique



Figure I. 29: Utilisation du luffa comme médicament.

## I.7. Procédé de fabrication des composites

L'élaboration d'un matériau composite se déroule généralement en trois opérations indispensables qui sont :

- 1-Imprégnation du renfort par la résine.
- 2-Mise en forme à la géométrie de la pièce dans des moules.
- 3-Durcissement du système :

- Soit par polycondensation et réticulation pour les matrices thermodurcissables,
- Soit par simple refroidissement pour les matières thermoplastiques [54].

Selon les propriétés mécaniques et la forme du produit, l'industrie utilise différentes méthodes de fabrication qui ont été élaborées pour ses besoins. Ces méthodes sont généralement faciles à exécuter et demandent un coût d'investissement faible en matériels [52].

### I.7.1. Moulage au contact

Ce procédé consiste à fabriquer des structures avec des résines qui durcissent à la chaleur. Son principe consiste à tremper les renforts dans la résine liquide, accélérée et catalysée et on les met dans un moule sans faire chauffer ni presser. Quand la résine est durcie, on enlève la pièce du moule (Figure I. 30) [55].

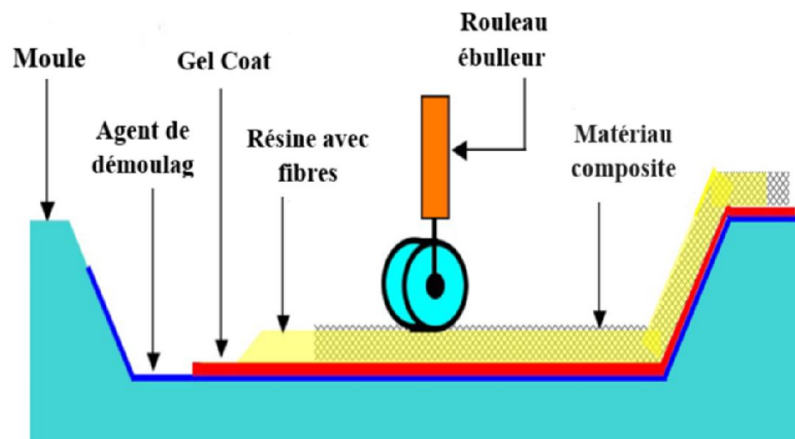


Figure I. 30: Schéma simplifié du procédé de moulage au contact [55].

## Chapitre I : Etude bibliographique

On utilise cette technologie de moulage dans le cas de fabrication de petites séries de pièces : De 1 à 1000 pièces / an, pièces de très grandes dimensions. Ce type de moulage représente des avantages tel que :

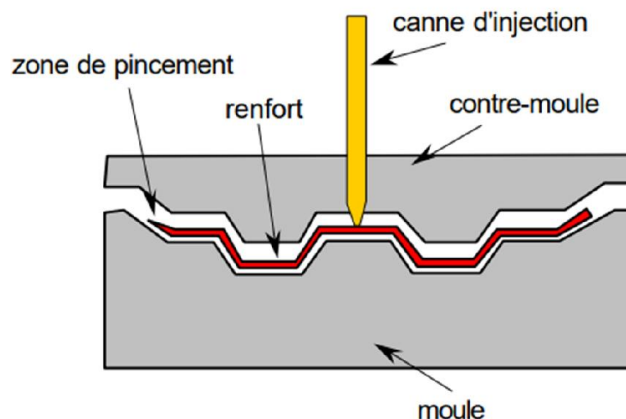
- Très larges possibilités de formes.
- Pas de limite dimensionnelle.
- Une surface lisse gelcoatée (aspect, tenue à la corrosion).
- Propriété mécanique moyennes à bonnes.
- Investissements spécifiques très faibles.
- Moule simple, peu onéreux, rapide à réaliser en interne [5].

Mais aussi il se limite à :

- Une seule face lisse.
- Nécessité de finition (détourage, perçage, etc.).
- Qualité tributaire de la main d'œuvre.
- Faible cadence de production par moule.
- Espace de travail important.
- Conditions de travail médiocres [5].

### **I.7.2. Moulage par injection basse pression de résine – RTM**

La technique RTM (Résine Transfert Molding) consiste à injecter de la résine liquide entre deux moules rigides. On place un renfort (mats, préforme, ou tissus) dans l'espace entre les moules. Quand les moules sont bien fermés, on introduit la résine, qui est accélérée et catalysée, sous une pression faible (1.5 à 4 bars) à travers le renfort jusqu'à ce que l'espace soit entièrement rempli. La résine se durcit ensuite, et on ouvre les moules pour extraire la pièce (Figure I. 31) [10].



**Figure I. 31:** Schéma simplifié du procédé de moulage par injection basse pression de résine RTM [10].

On utilise cette technologie de moulage dans le cas de fabrication de moyennes séries de pièces : 1000 - 10000 pièces/an, Pièces demandant une reproductibilité d'épaisseur. Ce type de moulage représente des avantages tel que :

- Deux faces lisses, éventuellement gelcoatées.
- Dimensions jusqu'à 7 m<sup>2</sup>.

## Chapitre I : Etude bibliographique

- Qualité non tributaire de la main d'œuvre.
- Qualité constante.
- Cadence de production élevée.
- Nécessite peu de surface.
- Investissements très modérés.
- Bonnes conditions de travail et d'hygiène [10].

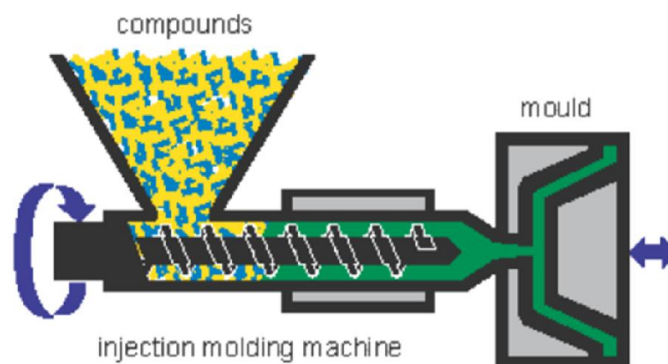
Mais aussi il se limite à :

- Aux formes peu ou moyennement complexes.
- Taux de renforcement et caractéristiques mécaniques moyennes à élevées.
- Nécessité d'effectuer des finitions post moulage [10].

### **I.7.3. Moulage par injection de compound – BMC**

Le compound B.M.C (Bulk Molding Compound) préparé dans un malaxeur est une masse à mouler constituée de résine, de charges et d'adjuvants divers, renforcée par des fils de verre coupés [10].

Le compound est moulé à chaud (130 - 150 °C) par injection (principalement) entre moule et contre-moule en acier usiné. La pression (50 à 100 bars) de fermeture du moule entraîne le fluage de la matière préalablement dosée et le remplissage de l'empreinte. Le temps de durcissement très court permet un démoulage rapide (Figure I. 32) [10].



**Figure I. 32:** Schéma simplifié du procédé de moulage par injection de compound BMC [10].

On utilise cette technologie de moulage dans le cas de fabrication de grandes séries, pièces de taille petite et moyenne, plus ou moins épaisses. Ce type de moulage représente des avantages tel que :

- Possibilité de formes très complexes, finitions intégrées.
- Grande précision de moulage.
- Bon état de surface.
- Cadences de moulage élevées en fonction de l'épaisseur.
- Coût de matière réduit.
- Non tributaire de la main d'œuvre.
- Bonnes conditions de travail et d'hygiène [10].

# Chapitre I : Etude bibliographique

Mais aussi il se limite à :

- Investissements assez élevés.
- Propriétés mécaniques modestes.
- Nécessité de doser la matière.
- Limites dimensionnelles [10].

## I.7.4. Moulage par compression de mat préimprégné – SMC

Le SMC (Sheet Molding Compound) est un matériau composite formé d'une couche de fibres courtes ou longues, imprégnée entre deux films par un mélange de résine polyester, de charges minérales et d'autres additifs spéciaux. Après un certain délai, la viscosité du mélange augmente et le produit peut être retiré des films et manipulé sans adhérer. Le SMC est découpé en morceaux de poids et de dimensions précis, puis moulé à chaud (140 à 160 °C) par compression entre un moule et un contre-moule en acier usiné. La pression (50 à 100 bars) provoque l'écoulement du matériau et le remplissage du moule. Le temps de durcissement très court (en fonction de l'épaisseur) permet un démoulage rapide (Figure I. 33) [10].

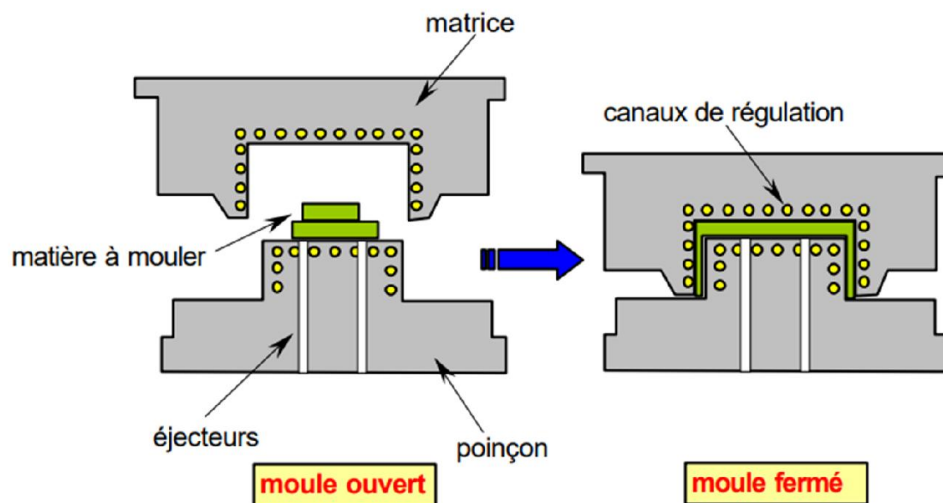


Figure I. 33: Schéma simplifié du procédé de moulage par compression de mat préimprégné SMC [10].

On utilise cette technologie de moulage dans le cas de fabrication de grandes séries, Pièces d'aspect. Ce type de moulage présente des avantages tel que :

- Possibilité de formes très complexes, finitions intégrées.
- Capacité dimensionnelle élevée : jusqu'à 3-5 m<sup>2</sup>.
- Grande précision de moulage.
- Etat de surface carrosserie prêt à peindre.
- Bonnes propriétés du matériau : mécaniques, thermiques, tenue au feu, anti-corrosion.
- Cadences de moulage élevées.
- Coût de matière réduit.
- Non tributaire de la main d'œuvre.
- Grandes possibilités d'automatisation.
- Bonnes conditions de travail et d'hygiène [10].

# Chapitre I : Etude bibliographique

Mais aussi il se limite à :

- Cadence de moulage et constance de qualités.
- Encore un peu insuffisantes pour la grande série automobile [10].

## **I.7.5. Moulage par pultrusion**

Le procédé est destiné à la réalisation en continu de profils de sections constantes. Des renforts continus, rovings divers, mats et tissus en bandes de largeurs appropriées, tirés par un banc de traction situé en fin de ligne de production, sont successivement prédisposés de façon précise, imprégnés de résine et mis à la forme désirée par passage à travers une filière chauffée dans laquelle s'effectue le durcissement de la résine (Figure I. 34) [10].

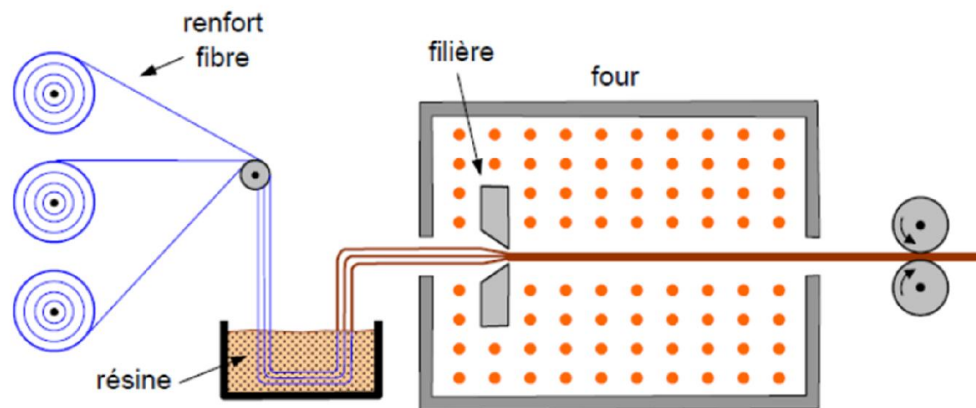


Figure I. 34: Schéma simplifié du procédé de pultrusion [11].

On utilise cette technologie de moulage dans le cas de réalisation de profils en quantités significatives (plusieurs milliers de mètres linéaires). Ce type de moulage représente des avantages tel que :

- Toutes formes de sections, même creuses, angles vifs.
- Aspect de surface lisse, moyen.
- Très grande résistance mécanique, surtout longitudinale.
- Bonne productivité : 0,2 à 2,5 m/min selon résines et sections.
- Très faible part de main-d'œuvre.
- Bonnes conditions de travail et d'hygiène niveau de productivité [10].

Mais aussi il se limite à :

- Pas de possibilité de variation de sections.
- Profilé nécessairement rectiligne sauf Pull.
- Forming Investissement relativement élevé [10].

## **I.7.6. Moulage par projection**

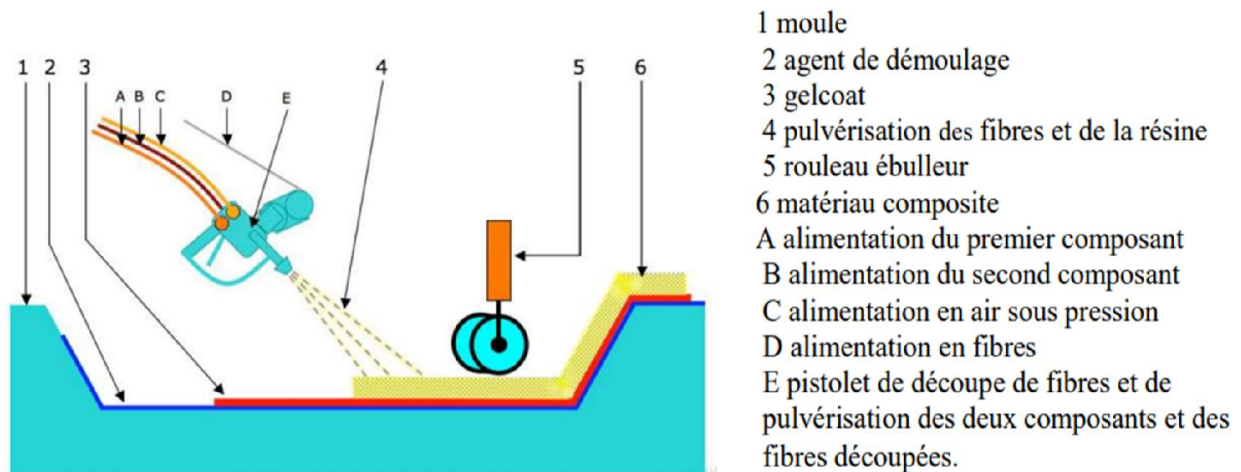
Ce procédé peut être réalisé d'une façon manuelle ou bien même robotisée. Il permet la réalisation de pièces à partir de résines thermodurcissables à température ambiante et sans

# Chapitre I : Etude bibliographique

pression. Les matières premières sont mises en œuvre à l'aide d'une machine dite "de projection" comprenant [55] :

1. un dispositif de coupe - projection du renfort.
2. un ou deux pistolets projetant simultanément la résine.

Les fils coupés et la résine sont projetés sur la surface du moule puis compactés à l'aide de rouleaux et d'ébulleurs. La résine pré accélérée est catalysée en continu lors de sa projection (Figure I. 35) [55].



**Figure I. 35:** Schéma simplifié du procédé de moulage par projection simultanée [55].

On utilise cette technologie de moulage dans le cas de production de pièces de moyennes à grandes dimensions, recherche de réduction des coûts par rapport au contact, Petite et moyenne série. Ce type de moulage représente des avantages tel que :

- Très larges possibilités de forme et de dimensions.
- Travail simplifié, la mise en forme obtenue directement par la projection.
- Productivité plus élevée qu'au contact.
- Moules simples, peu onéreux, rapides à réaliser [55].

Mais aussi il se limite à :

- Une seule face lisse.
- Propriétés mécaniques moyenne.
- La qualité du produit dépend de la qualité de la main d'œuvre.
- Conditions de travail très médiocres [55].

## **I.8. Application des composites à base des fibres végétales**

### **I.8.1. En automobile**

Depuis 2003, l'industrie automobile a adopté de plus en plus les composites thermoplastiques, même si elle utilise encore majoritairement des composites à base de polyesters et de fibres de verre (95%). Les composites offrent à l'industrie automobile des avantages en termes de maintenance et de design ; en réduisant le poids de 1 kg grâce aux composites, on peut soit augmenter le coût de 3€/kg, soit économiser 1,5 € de carburant pour 100 km parcourus.

## Chapitre I : Etude bibliographique

Cependant, les composites sont confrontés à des obstacles pour leur croissance à long terme dans l'automobile, notamment la complexité de les incorporer dans les processus de production et la nécessité de les recycler. En Europe, environ 12 millions de voitures, pesant en moyenne 1000 kg chacune, sont fabriquées chaque année, ce qui représente 12 millions de tonnes de matériaux (Figure I. 36) [56].

Les principales applications sont les suivantes :

- Garnissage des coffres,
- Revêtements pour plancher,
- Revêtement pour paroi intérieure (habillage des toits d'habitacle par la technique de contre collage/compression),
- Revêtement pour avant et arrière,
- Revêtement pour passage de roue,
- Revêtements de garnissage pour plage arrière, habillage de sièges, garnitures, housse, rembourrages en mousse,
- Filtre à huile (pour la transmission),
- Moquette de garnissage des panneaux de portières,
- Capitonnage des panneaux de portières routières et ferroviaires,
- Tableaux de bord (injection de granulés) [57].



**Figure I. 36:** Composants d'automobile en composites de fibres végétales [57].

### **I.8.2. En construction**

Les matériaux composites, grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques et aux nombreux bénéfices qu'ils présentent par rapport aux matériaux classiques, sont de plus en plus employés dans le domaine du génie civil (Figure I. 37). Ces matériaux innovants et performants sont utilisés aussi bien pour la rénovation que pour la conception et la construction de nouvelles structures. Le génie civil offre de nombreuses possibilités d'application pour les matériaux composites, parmi lesquelles nous pouvons mentionner [26] :

## Chapitre I : Etude bibliographique

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



**Figure I. 37:** Composants du bâtiment en composites thermoplastiques renforcés de fibres végétales [26].

### **I.8.3. Autres applications**

Les composites TD et TP ont investi récemment le secteur médical et de la sécurité, comme ils ont investi auparavant les autres secteurs. L'utilisation des composites permet d'augmenter la fiabilité et la précision des instruments grâce à une meilleure résistance aux chocs, une grande rigidité et une bonne résistance à la corrosion (prothèses, brancards). Le secteur médical continue de privilégier les aciers spéciaux, dont le coût de 9€ par kilogramme est nettement inférieur à celui des composites hautes performances, qui peuvent coûter jusqu'à 50€ le kilo. La consommation massive des composites GD, sous forme de semi-produits SMC comprimés, dans les domaines électrique et électronique, prends de l'ampleur avec l'utilisation importante de l'audiovisuel (TV, microordinateurs, lecteurs de DVD, etc...). En utilisant les propriétés remarquables des matériaux composites, la construction électrique réalise des équipements fiables, aux fonctions multiples et longues durées de vie [14].

# **Chapitre I : Etude bibliographique**

## **I.9. Conclusion**

Ce premier chapitre se penche sur les matériaux composites, en mettant l'accent sur la collaboration essentielle entre la matrice et le renfort. Cette interaction est cruciale car elle confère aux matériaux composites leur robustesse et leur durabilité exceptionnelles. Grâce à ces matériaux innovants, de nombreux problèmes complexes dans la construction et le génie civil peuvent être résolus.

En parallèle, nous avons approfondi notre compréhension des fibres naturelles, notamment celles de luffa, en examinant leur structure, leur composition chimique ainsi que leurs propriétés physiques et mécaniques. Nous avons souligné l'importance des méthodes d'extraction des fibres, en discutant de leurs avantages et inconvénients. Nous avons également exploré la résine polyester insaturée, en détaillant ses réactions secondaires, ses domaines d'utilisation, ainsi que ses avantages et ses inconvénients. Différents procédés de fabrication ont été décrits, révélant ainsi le potentiel des matériaux composites dans diverses applications.



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

# Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

## II.1. Introduction

Ce chapitre vise principalement à introduire les matériaux employés ainsi que la méthode expérimentale mise en œuvre pour fabriquer les composites à base de résine polyester insaturée (UPR) renforcés par des fibres de Luffa cylindrica, qu'elles soient traitées ou non. Les composites ont été confectionnés avec différents pourcentages de fibres de Luffa : 5, 10, 15 et 20 pcr, et ces fibres avaient une longueur moyenne de 1,5 mm.

## II.2. Matériaux utilisés

### II.2.1. Résine polyester insaturé

Dans cette recherche, la résine polyester insaturée employée est de type isophtalique, fournie par Exxon Mobil Chemical. Elle est distribuée commercialement sous une forme peu épaisse, avec une viscosité d'environ 373 mPa.S à 25°C. Cette résine est arrivée sous la forme d'un prépolymère insaturé, et 0,25% d'un accélérateur en volume. Les caractéristiques complètes de la résine sont récapitulées dans le (Tableau II.1).

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

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

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

Le PMEC sert d'initiateur à la réaction de copolymérisation. La proportion d'initiateur ajoutée est fonction de la température opératoire et varie entre 1 et 1,5 %, en accord avec les spécifications techniques fournies par les fabricants. L'octoate de cobalt est l'accélérateur employé pour faciliter le processus de durcissement de la résine.

### II.2.3. Fibres de Luffa cylindrica

Dans le cadre de cette étude, la présentation initiale de la fibre de Luffa a été effectuée au premier chapitre. La fibre de Luffa se manifeste sous la forme d'un fruit allongé, souvent de forme cylindrique, ressemblant à une éponge après avoir été séché et vidé de ses graines. La fibre de Luffa employée provient spécifiquement de la région de Colo 'Skikda' (Figure II.1).

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

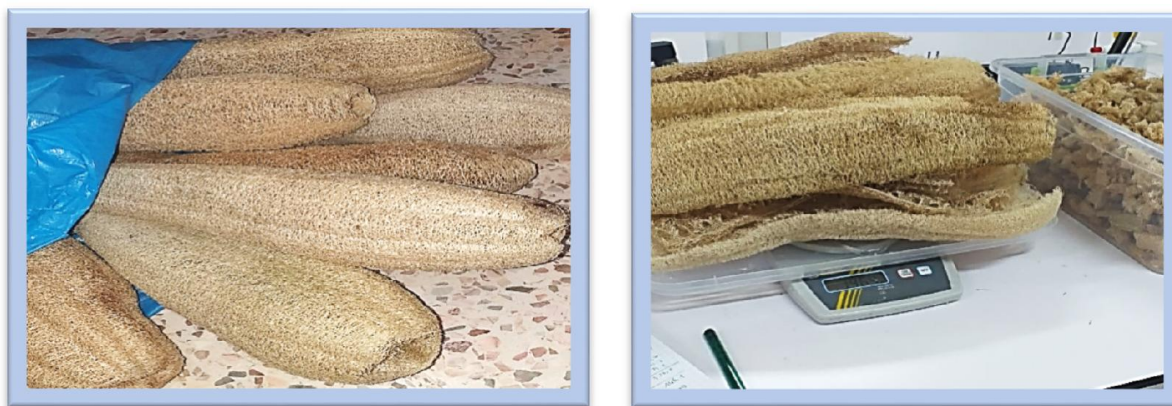


Figure II. 1: Fibre de Luffa cylindrica.

### II.2.4. Produit chimique utilisés

Tableau II. 2: Produits chimiques utilisés.

L'hydroxyde de sodium	
<b>Formule chimique</b>	NaOH
<b>Masse molaire</b>	M = 40 g·mol <sup>-1</sup>
<b>Etat et couleur</b>	Solide de formes variables, blanc
	
L'acide acétique	
<b>Formule chimique</b>	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>
<b>Masse molaire</b>	M = 60.04 g/mol
<b>Etat et couleur</b>	Liquide incolore
<b>Densité (à 20°C)</b>	1.0480 à 1.051
	
Chlorure de sodium	
<b>Formule chimique</b>	NaCl
<b>Etat et couleur</b>	Liquide incolore
<b>Densité</b>	2,165g/cm <sup>3</sup>
	

# Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

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

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

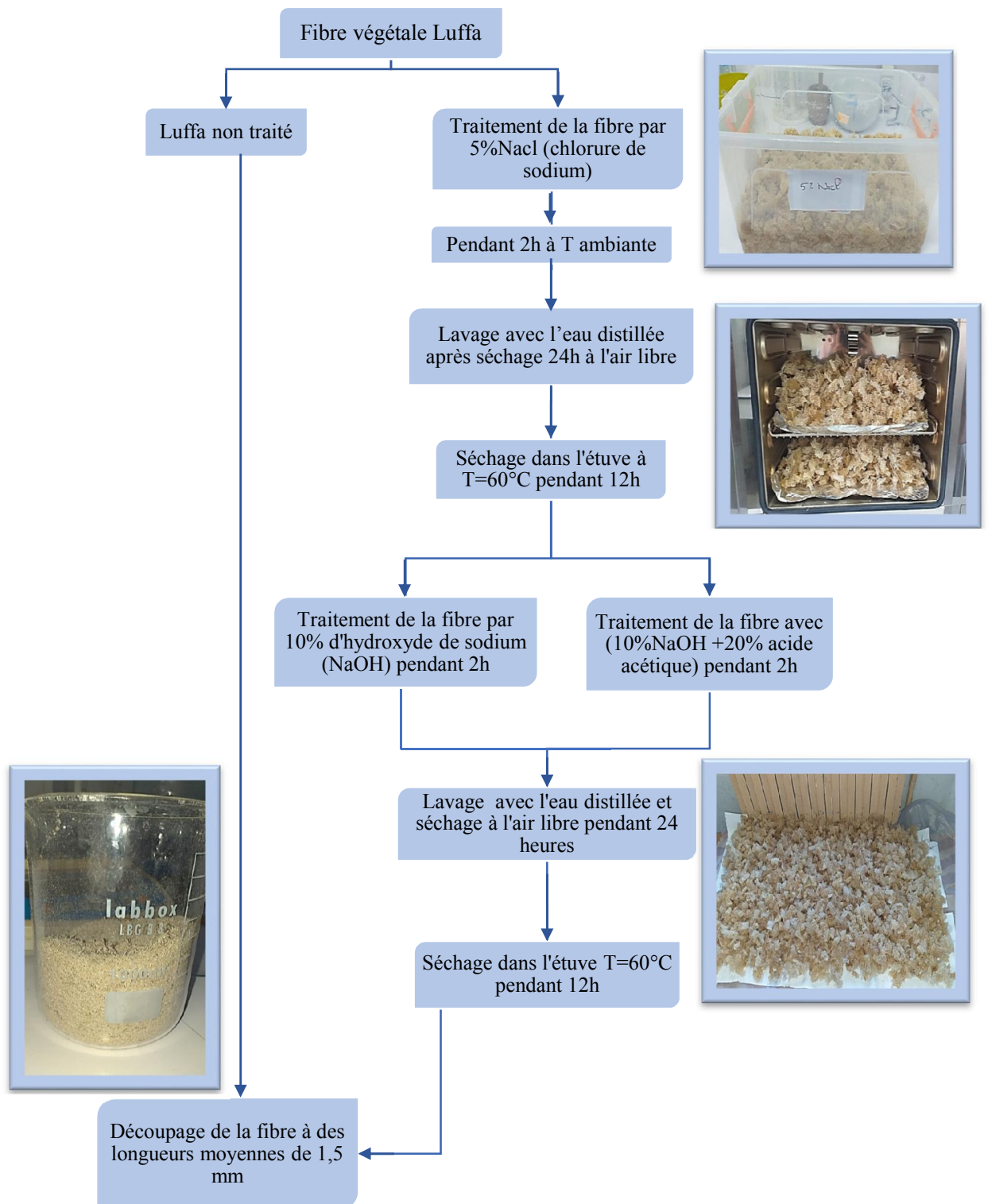


Figure II. 2: Organigramme de traitement des fibres de Luffa.

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

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

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

Après avoir séché la Luffa, qu'il soit traité ou non, nous avons taillé les échantillons à une dimension de 1,5 mm (Figure II.3).

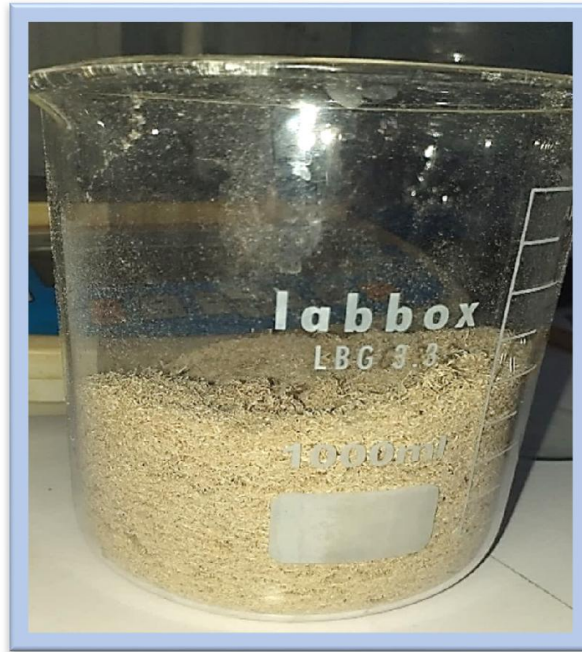


Figure II. 3: Fibres de Luffa broyées.

#### II.3.2.2. Préparation des moules

Nous fabriquons des moules en bois conformément à ce qui est présenté dans la figure II. 4, avec des dimensions de (155 mm × 250 mm) pour chaque moule.

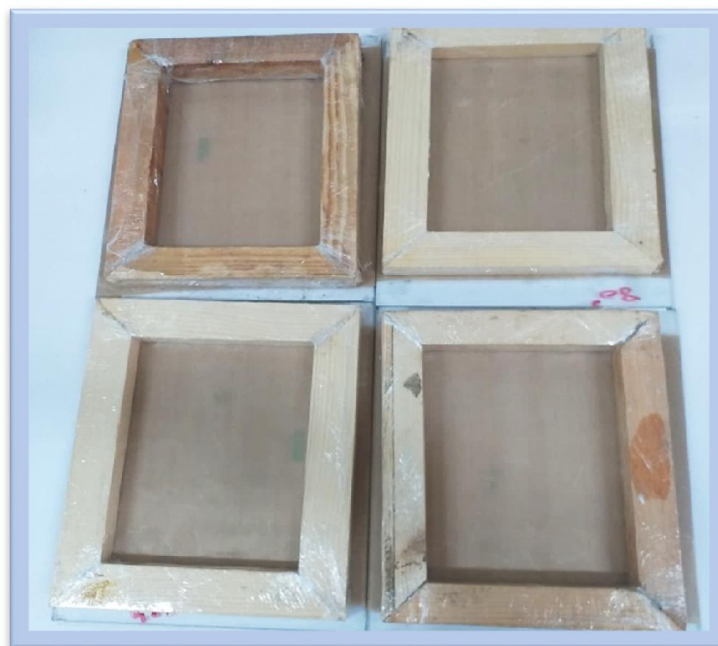


Figure II. 4: Moules en bois utilisé durant l'élaboration.

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

### II.3.2.3. Préparation des composites

Dans le cadre de cette étude, nous avons employé la méthode de moulage au contact pour fabriquer des composites. Cette technique est largement répandue en raison de sa simplicité et de son efficacité à température ambiante. Au cours de ce processus, une quantité précise de résine accélérée est mesurée pour créer des plaques composites de 5 mm d'épaisseur, à l'aide de moules en bois de dimensions (155 x 250) mm<sup>2</sup>.

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

La mixture est ensuite coulée dans un moule en bois recouvert d'une feuille de téflon. L'utilisation d'un rouleau d'ébulleur garantit une distribution homogène du mélange liquide sur toute la surface du moule, éliminant les bulles d'air et améliorant la finition de surface des plaques. Les plaques de résine pure et celles renforcées avec des fibres Luffa traitées et non traitées sont laissées à durcir pendant 24 heures à température ambiante, puis soumises à une post-cuisson de 16 heures à 40°C (Figure II.5).

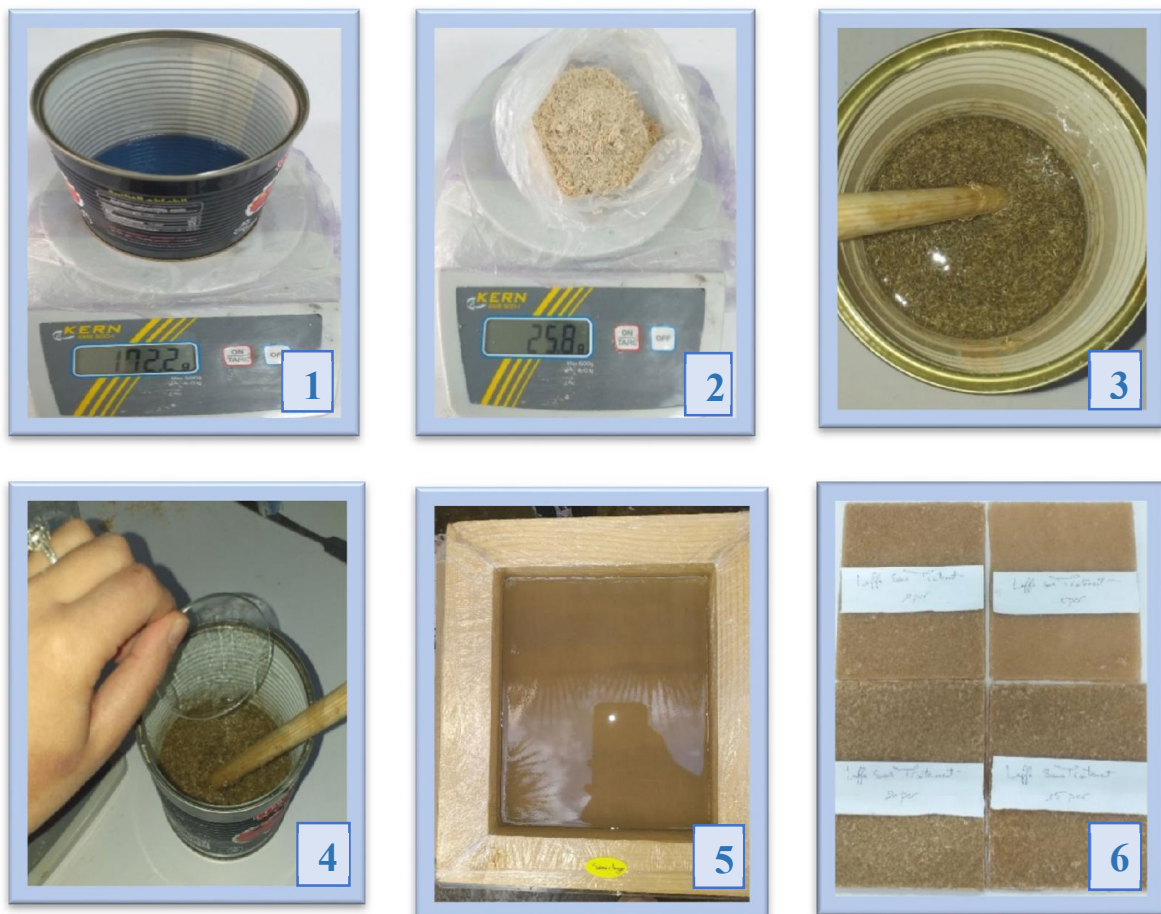


Figure II. 5: Etapes de préparation des composites.

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

### II.4. Techniques expérimentales

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

On taille des pièces rectangulaires pour les essais mécaniques à partir de plaques de résine et de composites UPR/fibres de Luffa traité et non traité. On utilise une méthode douce avec une coupeuse diamantée en adoptant des vitesses d'avance et des profondeurs de coupe modérées. Cette technique permet de réduire l'échauffement des pendant la découpe et d'obtenir des échantillons avec une surface lisse et de qualité, idéales pour les essais (Figure II.6).

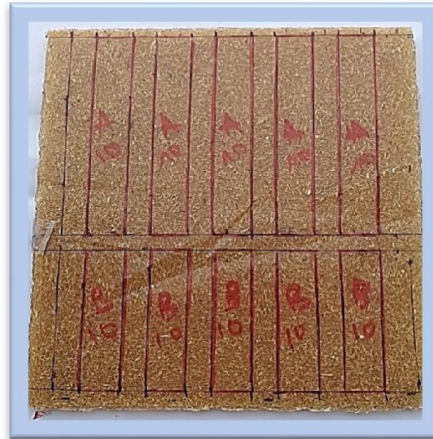


Figure II. 6: Tracé des éprouvettes sur les plaques.

#### II.4.2. Essais mécaniques

##### II.4.2.1. Essai de traction

L'expérimentation de traction s'effectue à l'aide d'une machine universelle de flexion, muni des accessoires nécessaires pour ce type d'essai (Figure II.7) La vitesse d'application est fixée à 2 mm/min avec une charge maximale de 20KN. Des échantillons rectangulaires, issus de découpes dans des plaques du Luffa/polyester, Luffa traité par NaOH/polyester et du Luffa traité par CH<sub>3</sub>COOH+NaOH/polyester, sont utilisés conformément aux dimensions préconisées par les normes ASTM D5083 [58] et ASTM D3039 [59]. Cet essai de traction est crucial pour établir la relation contrainte – déformation dans une direction donnée.

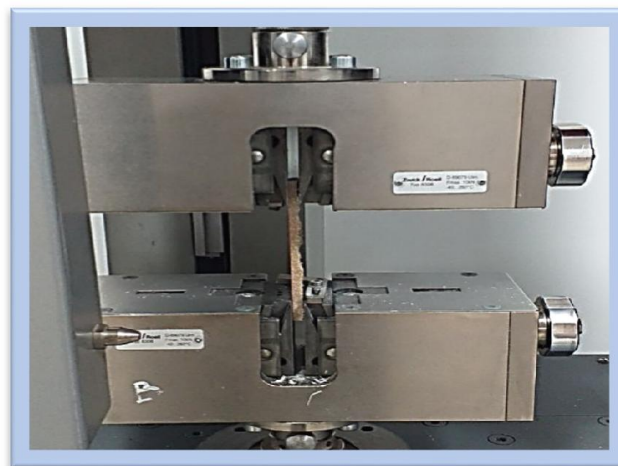


Figure II. 7: Dispositif d'essai de traction.

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

La figure II. 8 montre la géométrie des éprouvettes utilisées en traction.



Figure II. 8: Éprouvettes utilisées en traction.

La formule qui détermine la contrainte de rupture en traction est reformulée de la manière suivante :

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

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

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

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

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

$\sigma$  : la contrainte de traction.

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

### II.4.2.2. Essai de résistance au choc (résilience izod)

Le test de résistance au choc est une méthode pour évaluer la solidité d'un matériau en mesurant l'énergie absorbée lorsqu'il se casse. Le test IZOD (ISO180) est le plus utilisé et consiste à libérer un pendule pour frapper un échantillon, causant sa rupture instantanée. Cela nous aide à comprendre si le matériau est plutôt fragile ou souple.

Pour le test suivant la norme ASTM D-256 [60], on utilise un appareil spécial de marque CEAST appelé Resil Impactor pour frapper rapidement l'échantillon avec beaucoup d'énergie, ce qui le casse également en un instant (Figure II. 9).

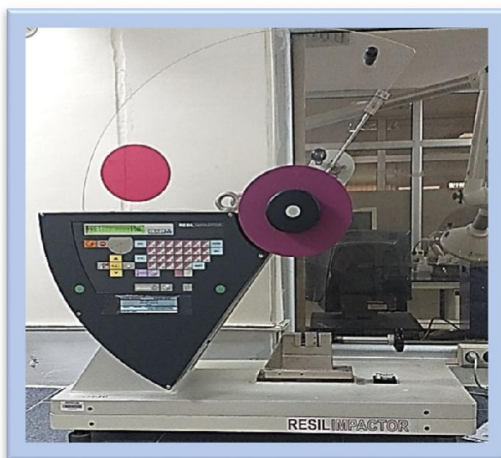


Figure II. 9: Appareillage pour le calcul de la résilience selon l'essai IZOD [60].

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

### ➤ Protocole expérimental pour le calcul de la résilience Izod

L'essai de résilience sert à évaluer la capacité d'un matériau à résister à un impact soudain, ce qui donne une indication de sa ductilité. On utilise pour cela un équipement nommé "mouton pendule", qui a une capacité de 5 Joules. En chutant d'une hauteur définie, le pendule frappe l'échantillon pour le briser, puis continue sa trajectoire jusqu'à une hauteur moindre que celle de départ.

Des échantillons sont fabriqués à partir d'une plaque de 3 mm d'épaisseur, avec des dimensions de 100 mm de longueur et 15 mm de largeur. Une encoche en forme de V de 2,5 mm de profondeur est faite au centre de chaque échantillon. Les figures II.10-a et II.10-b présentent les échantillons avant et après l'essai. Afin d'assurer la fiabilité des mesures, trois tests sont effectués sur chaque échantillon et c'est la moyenne des résultats qui est considérée.

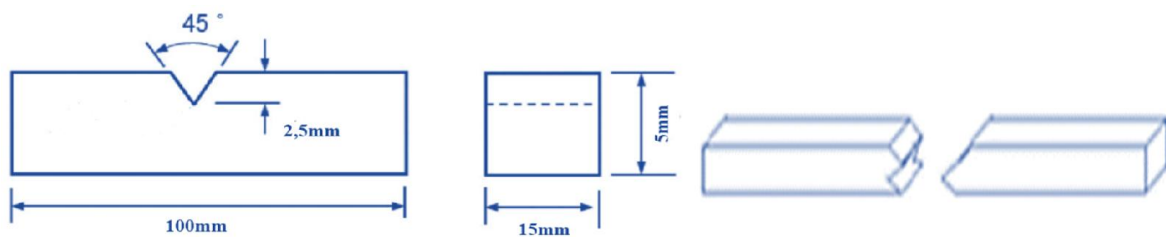


Figure II. 10 : a-Eprouvette avant le test. b-Eprouvette après le test.

### II.4.2.3. Test de la dureté (Dureté Shore)

La dureté désigne la capacité d'un matériau à résister à l'incursion d'un objet plus dur. Cette propriété est évaluée par un test simple mais efficace qui consiste à mesurer la profondeur d'une empreinte laissée par une bille d'acier ou un cône de diamant sous une charge définie. Pour couvrir les divers niveaux de dureté, on utilise des pénétrateurs de différentes tailles.

La dureté est une caractéristique difficile à quantifier car elle reflète la résistance d'un matériau à se déformer. Généralement, elle est établie en utilisant des variantes des méthodes originellement conçues pour tester les métaux, conformément à la norme ASTM D-2240 [61]. Il y a plusieurs types de dureté Shore, notamment Shore A, D, C, et O. Pour notre contexte, nous nous concentrerons sur la dureté Shore D, qui est mesurée sur une échelle allant de 0 à 100, où un chiffre plus élevé indique une plus grande dureté du matériau (Figure II.11).

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

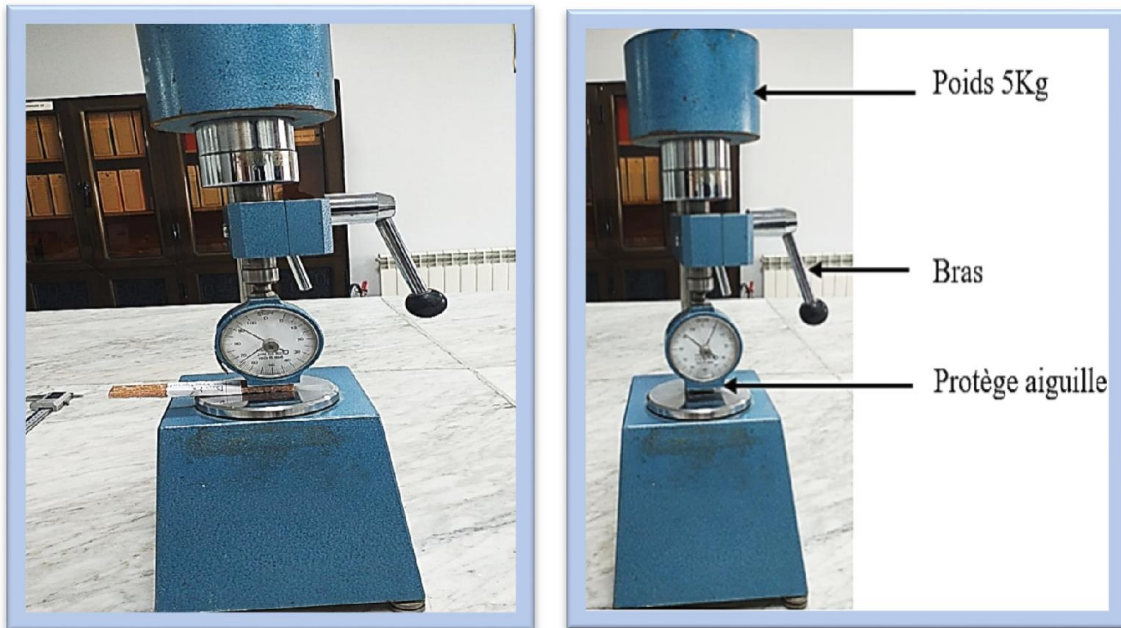


Figure II. 11: Appareillage de mesure de la dureté Shore D.

### ➤ Protocole expérimental

La procédure de test de dureté conforme à la norme ASTM D-2240 est la suivante : des échantillons de 3 à 2 mm d'épaisseur sont formés avec une presse et positionnés sous une aiguille. En exerçant une pression sur le levier jusqu'à ce que l'aiguille pénètre l'échantillon, la valeur de dureté peut être lue. Cette mesure est répétée en trois points différents de l'échantillon pour en calculer la moyenne.

La lecture de la dureté n'est effectuée qu'une fois l'aiguille stabilisée. Pour chaque échantillon, trois mesures sont prises à des emplacements espacés d'approximativement 3 mm et à au moins 12 mm des bords de l'échantillon. La dureté finale est exprimée comme la moyenne de ces trois mesures.

### II.4.3. Essais physiques

#### II.4.3.1. Mesure de la densité des composites

La densité ( $d$ ) des fragments de résine et de composite a été mesurée conformément à la norme ISO 1183, méthode A [62], appropriée pour les matériaux avec une densité dépassant 1. L'essai s'est déroulé en plusieurs étapes (Figure II.12) :

1. Préparation du pycnomètre
2. Calibration de la balance
3. Sélection d'un échantillon pesant entre 1 et 5g.
4. Placement de l'échantillon dans la corbeille et notation de la masse  $w_a$ .
5. Recalibration de la balance, suivie de l'immersion de l'échantillon dans le liquide d'immersion.
6. Calcul de la masse volumique en utilisant la formule appropriée.

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

$$d = \frac{w_a \cdot \rho(\text{fl})}{w_a - w_{fl}} + 0.0012 \text{ g/cm}^3 \quad 01.$$

Où :

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

**ρ(fl)**: masse volumique du liquide d'immersion exprimée en g/cm<sup>3</sup> (dans notre cas c'est l'eau ρ(fl)=1 g/cm<sup>3</sup>)

**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.



Figure II. 12: Mesure de la densité.

### II.4.3.2. Test d'absorption d'eau

Le problème d'affinité des fibres naturelles avec l'eau intervient négativement sur les propriétés des composites polymères/ fibres naturelles (Figure II.13).

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

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

Taux d'absorption d'eau (%) :

$$\Delta m (\%) = [(m - m_0) / m_0] \cdot 100 \quad 02.$$

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales

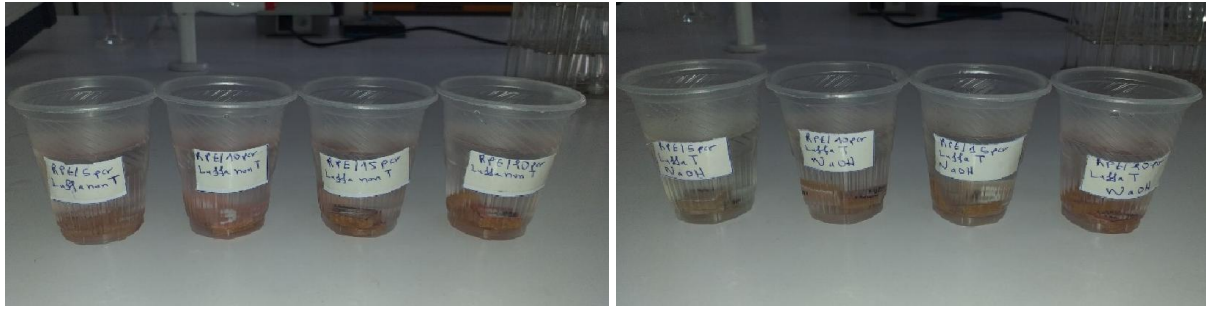


Figure II. 13: Mesure de l'absorption d'eau.

### II.4.4. Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie par transformée de Fourier dans l'infrarouge (IRTF) est reconnue pour son efficacité dans l'identification des substances organiques et inorganiques grâce à l'analyse de leurs caractéristiques vibrationnelles. L'excitation par le rayonnement infrarouge de modes vibrationnels spécifiques, tels que la déformation et l'élongation, permet d'identifier les liaisons chimiques présentes dans un échantillon en comparant le rayonnement émis et celui reçu.

Le spectre infrarouge est segmenté en trois zones distinctes : l'infrarouge proche ( $15600-4000\text{ cm}^{-1}$ ), l'infrarouge moyen ( $4000-400\text{ cm}^{-1}$ ) et l'infrarouge lointain ( $400-40\text{ cm}^{-1}$ ). Chaque segment nécessite des composants adaptés tels que des sources lumineuses, des détecteurs et des séparateurs de faisceau spécifiques. La gamme de  $4000\text{ à }400\text{ cm}^{-1}$  est particulièrement pertinente pour l'étude des vibrations moléculaires.

Les données obtenues à partir des spectres infrarouges peuvent être classées en deux catégories principales (Figure II.14) :

- **Informations qualitatives** : Les longueurs d'onde spécifiques d'absorption de l'échantillon sont indicatives des groupes fonctionnels chimiques contenus dans le matériau étudié. L'utilisation de tables de correspondance permet de déterminer les groupes chimiques associés à ces absorptions.
- **Informations quantitatives** : L'intensité de l'absorption observée à une longueur d'onde donnée est proportionnelle à la concentration du groupe chimique qui en est à l'origine.

## Chapitre II : Matériaux utilisés et techniques expérimentales



**Figure II. 14:** Spectrophotomètre à transformée de Fourier de type Perkin Elmer FT-IR spectromètre.

### **II.5. Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons clarifié les matériaux utilisés et les méthodes expérimentales suivies, en détaillant les étapes de réalisation des composites de résines renforcées par des fibres de luffa, traitées ou non, avec différentes proportions. Nous avons mené une série d'expériences comprenant des tests mécaniques (essai de traction, essai de choc, dureté), des tests physiques (densité, absorption d'eau), ainsi que des analyses par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).

# **Chapitre III : Résultats et discussions**

# Chapitre III : Résultats et discussions

## III.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous allons analyser les éprouvettes préparées et utilisées pour réaliser les essais physiques et mécaniques. Ensuite, nous interpréterons les caractéristiques mécaniques résultant de ces essais, telles que l'absorption d'eau, la densité, la traction, le choc et la dureté.

## III.2. Analyse de spectroscopie infrarouge

L'efficacité des traitements chimiques sur les fibres a été étudiée par FTIR en comparant les spectres IR des fibres avant et après chaque traitement (Figure III.1).

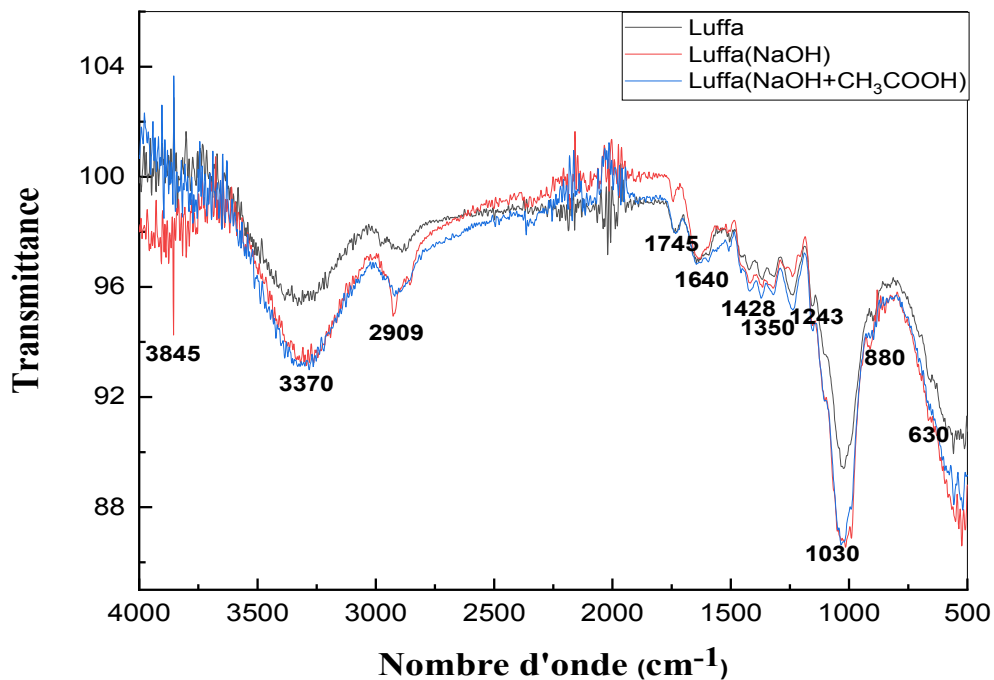


Figure III. 1 : Spectres IRTF du luffa non traité, traité par (NaOH) et (NaOH+CH<sub>3</sub>COOH).

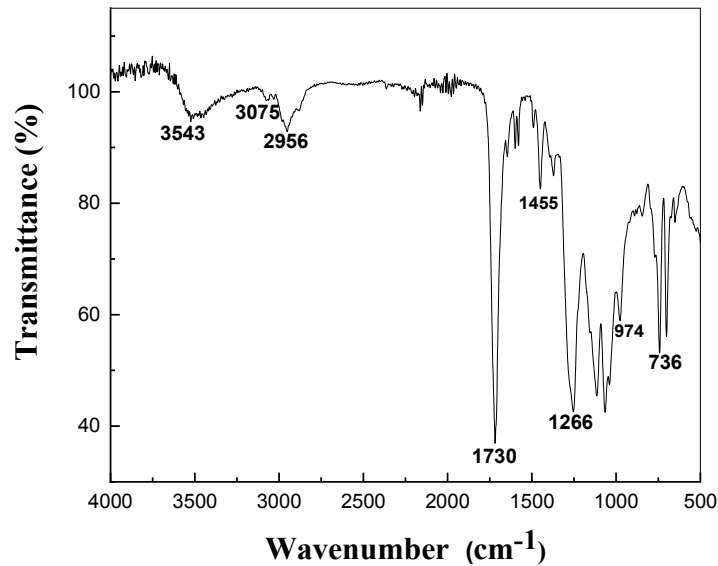
D'après la figure III.1, on constate par l'examen de ces spectres révèle la présence de quelques pics spécifiques. Les pics situés entre 1030 cm<sup>-1</sup> et 1070 cm<sup>-1</sup> caractérisent la vibration de la liaison C-O-C, L'étirement symétrique à 1070 cm<sup>-1</sup> de la liaison C-O-C et la vibration d'étirement du squelette cellulosique à environ 1 051 à 1 065 cm<sup>-1</sup> provenaient des composants polysaccharidiques. Le pic à 1428 cm<sup>-1</sup> est attribué une bande d'absorption du CH<sub>2</sub> de la cellulose. Des pics à 1350 cm<sup>-1</sup> et 1335 cm<sup>-1</sup> caractérisent les groupements alcooliques de la cellulose. La région située entre 3 450 et 2 500 cm<sup>-1</sup> est liée aux groupes OH et CH<sub>2</sub>, et le pic situé à 1 550 cm<sup>-1</sup> est attribué à la vibration de déformation des groupes hydroxyles libres [63].

L'examen des spectres présentés sur la figure III.1 confirme que les pics pour les fibres de Luffa non traitées et traitées avaient des intensités différentes. La diminution des intensités maximales après le traitement (NaOH + CH<sub>3</sub>COOH) indique l'élimination de l'hémicellulose et de la lignine des fibres non traitées. De plus, et comme le montre la figure III.1, le traitement des fibres de Luffa avec (NaOH+CH<sub>3</sub>COOH) a conduit à l'apparition de pics d'absorbance

## Chapitre III : Résultats et discussions

supplémentaires entre  $1730$  et  $1740\text{ cm}^{-1}$  et à  $1240\text{ cm}^{-1}$ . Ces pics peuvent s'expliquer par l'estérification des groupes hydroxyles, qui entraînent une augmentation des vibrations de déformation des groupes carboxyles ( $> \text{C}=\text{O}$ ) présents dans les liaisons ester. L'apparition du pic à  $1745\text{ cm}^{-1}$  pour les fibres acétylées indique que les groupes acétyles sont impliqués dans une liaison ester avec les groupes hydroxyles des fibres. L'estérification est également confirmée par la présence du pic à  $1243\text{ cm}^{-1}$ .

La figure III.2, montre le spectre IRTF de la résine polyester insaturé.

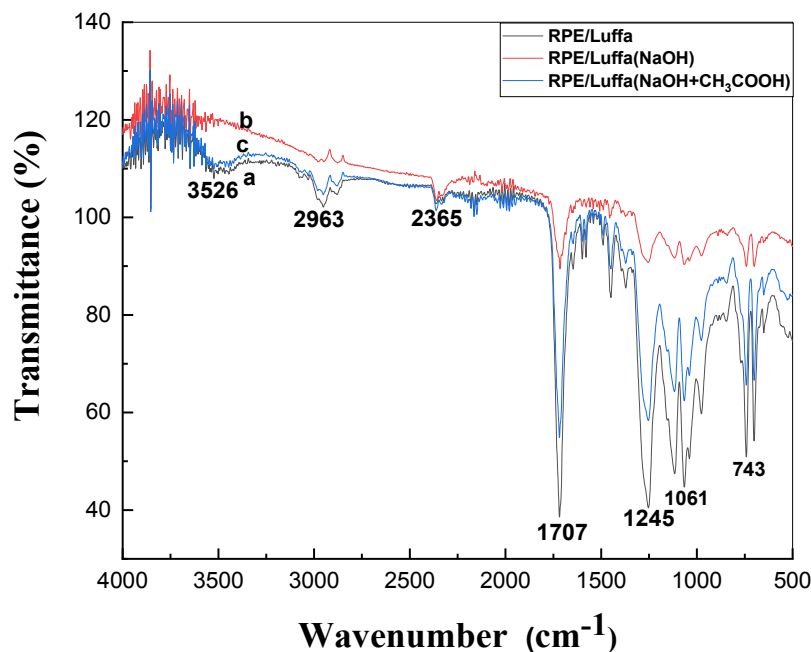


**Figure III. 2 :** Spectres IRTF de la résine polyester.

Le spectre IRTF de la résine polyester insaturé, représenté par la figure III.2, montre la présence des groupements OH (une large bande de vibration à  $3543\text{ cm}^{-1}$ ). Les vibrations d'élongation des CH aromatiques sont détectées entre  $3075$  et  $3030\text{ cm}^{-1}$  tandis que celles des CH aliphatiques sont observées à  $2956\text{ cm}^{-1}$ . La présence du groupement carbonyle  $\text{C}=\text{O}$  du polyester est observée à  $1730\text{ cm}^{-1}$  alors que les bandes de vibrations du groupe  $\text{C}=\text{C}$  sont détectées entre  $1600$  et  $1400\text{ cm}^{-1}$ . Les bandes situées autour de  $3650$  et  $3250\text{ cm}^{-1}$  correspondent à la fonction alcool. La liaison  $\text{C}-\text{O}$  du polyester est détectée à  $1266\text{ cm}^{-1}$ .

La figure III.3, montre le spectre IRTF des composites UPR/fibres de Luffa non traitée, traitée par le (NaOH) et traité par (NaOH+ $\text{CH}_3\text{COOH}$ ).

## Chapitre III : Résultats et discussions



**Figure III. 3 :** Spectres IRTF du : a) composite UPR/Luffa non traité, b) composite UPR/Luffa traité par (NaOH) et c) composite UPR/Luffa traité par (NaOH+ CH<sub>3</sub>COOH).

Les spectres IRTF donnés par la figure III.3, caractérisent les composites UPR/fibres de Luffa non traitée, traitée par le (NaOH) et traitée par (NaOH+CH<sub>3</sub>COOH). L'examen de ces spectres révèle la présence de quelques pics. Les pics situés entre 1040 cm<sup>-1</sup> et 1080 cm<sup>-1</sup> caractérisent la vibration de la liaison C-O-C, l'étirement symétrique à 1065 cm<sup>-1</sup> de la liaison C-O-C et le pic à 1430 cm<sup>-1</sup> est attribué à une bande d'absorption du CH<sub>2</sub> de la cellulose. L'examen des spectres présentés sur la figure 1 confirme que les pics pour les fibres de Luffa non traitées et traitées avaient des intensités différentes. La diminution des intensités maximales après le traitement (NaOH + CH<sub>3</sub>COOH) indique l'élimination de l'hémicellulose et de la lignine des fibres non traitées. De plus, le traitement des fibres de Luffa avec (NaOH+CH<sub>3</sub>COOH) a conduit à l'apparition de pics d'absorbance supplémentaires entre 1707 et 1715 cm<sup>-1</sup> et à 1250 cm<sup>-1</sup>.

### III.3. Caractérisation mécanique

#### III.3.1. Essai de traction

Les variations des caractéristiques en traction, notamment, la contrainte et la déformation à la rupture, en fonction du taux de fibres de luffa traité et non traité sont représentées par les figures III.4 et III.5.

##### A) Effet du taux de fibres

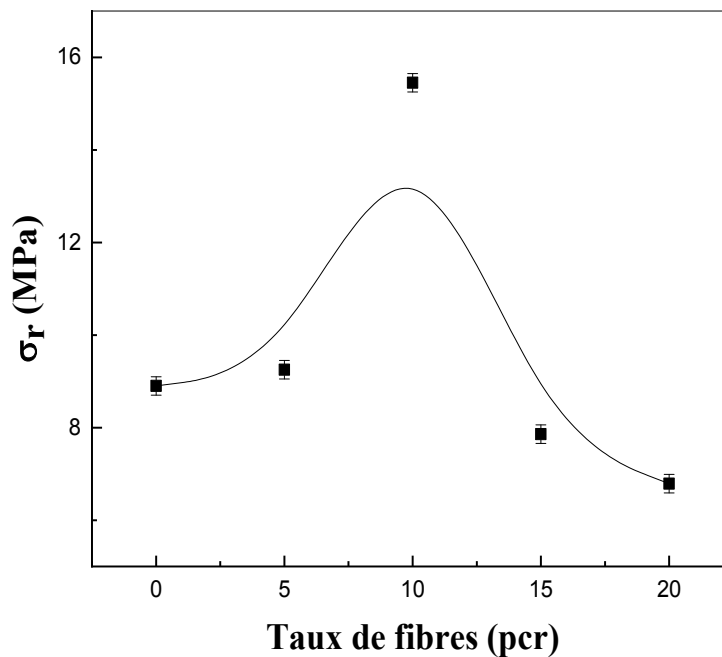
Les propriétés mécaniques des composites dépendent de plusieurs facteurs, telles que la dispersion des fibres, la quantité d'air emmagasinée dans le composite durant le mélangeage et l'absorption d'eau.

## Chapitre III : Résultats et discussions

Toutefois, d'après S.Th. Georgopoulos et al, il faut signaler que l'interface fibre- matrice joue un rôle critique pour que chaque élément constituant le composite contribue à la propriété finale du matériau. La résistance des composites à fibre courtes dépend de l'adhésion interfaciale, tandis que le module dépend de l'orientation des fibres. Enfin, un autre facteur influence les propriétés de rupture (résistance et allongement) est le facteur de forme [64-65].

D'après la figure III.4, donnant les variations de la contrainte à la rupture en fonction du taux de fibres du luffa non traité, nous avons noté une augmentation notable de la contrainte à la rupture pour les composites renforcés avec 5 et 10pcr de fibres du luffa, suivie d'une diminution pour les taux les plus élevés, notamment 15 et 20pcr. Lorsque les fibres sont présentes en faibles taux, elles sont bien dispersées dans la matrice UPR ce qui procure une plus grande surface de contact matrice/fibre et de plus fortes interactions, assurant ainsi un meilleur transfert de contraintes entre les deux phases du composite [66-67].

Cependant, lorsque les fibres du luffa sont introduites à des concentrations plus élevées, elles ont tendance à s'agglomérer parce que les interactions fibre/fibre sont favorisées. En raison du manque de mouillabilité des fibres par la matrice, des défauts apparaissent dans le matériau et sont responsables d'un mauvais transfert de contrainte et de la rupture fragile des composites.



**Figure III. 4** : Variations de la contrainte à la rupture des biocomposites résine polyester (UPR)/ fibre du luffa non traité en fonction du taux de fibre.

D'après la figure III.5, nous avons constaté une augmentation significative de la déformation à la rupture d'une valeur de 4,5% pour la résine UPR non chargée, à 6,2% pour les composites renforcés par 10pcr. Ensuite, une diminution de la déformation à la rupture est notée pour le composite contenant 15pcr et 20pcr de fibres du luffa. Néanmoins, il semble utile de mentionner que, bien que les propriétés en traction du composite renforcé par 15pcr et 20pcr de fibres du luffa ont diminué relativement à celles des composites aux taux inférieurs de renfort, elles restent supérieures à celles de la matrice non chargée. Ceci met en évidence la contribution

## Chapitre III : Résultats et discussions

significative des interactions entre la matrice et la fibre à augmenter la résistance mécanique des systèmes UPR/fibres du luffa [66].

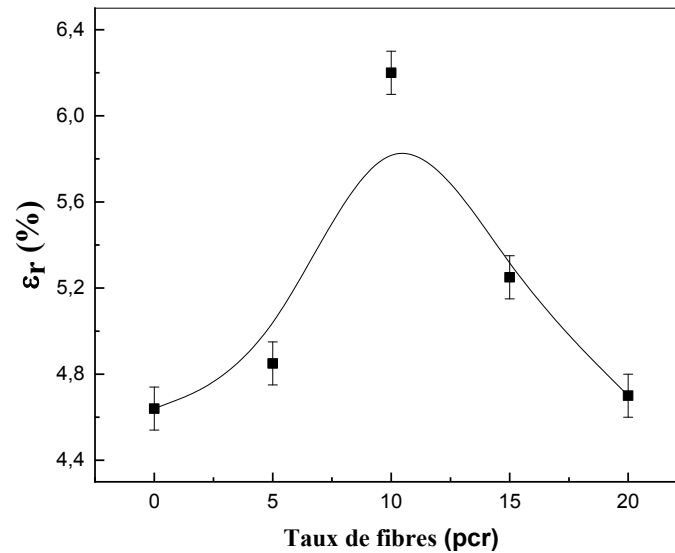


Figure III. 5: Variations de la déformation à la rupture des biocomposites résine poly ester (UPR)/ fibre du luffa non traité en fonction du taux de fibre.

### B) Effet du traitement chimique

#### ➤ Traitement par NaOH

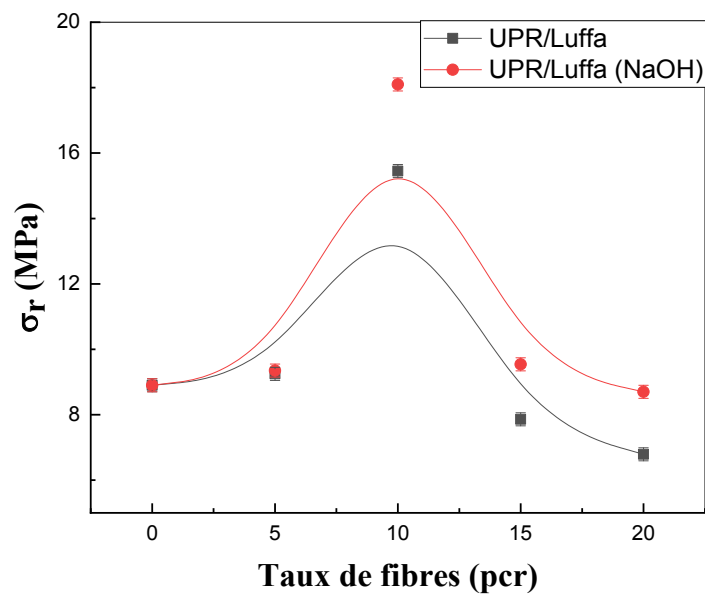


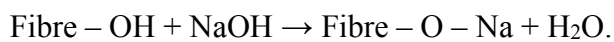
Figure III. 6 : Variations de la contrainte à la rupture des biocomposites résine poly ester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface par NaOH.

## Chapitre III : Résultats et discussions

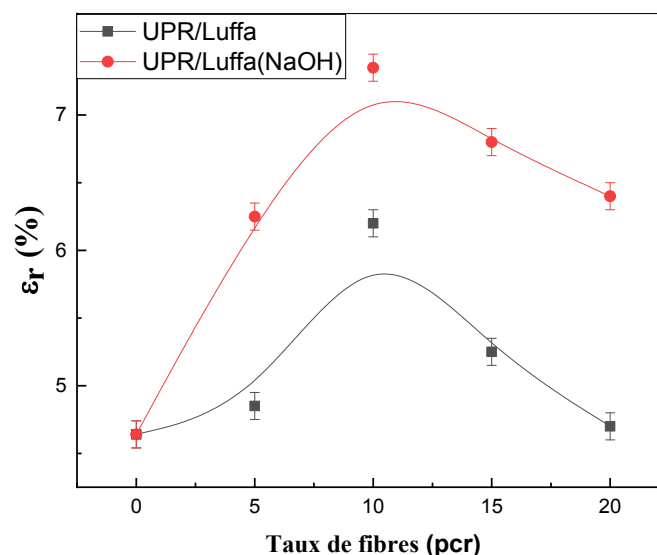
Les modifications chimiques de la fibre végétale du luffa visent à améliorer l'adhésion avec les matrices polymériques. Dans notre cas on a effectué un traitement chimique avec 10%NaOH. C'est un traitement chimique le plus utilisées pour le traitement des fibres naturelles. D'après la figure III.6, qui donne la variation de la contrainte à la rupture des biocomposites résine polyester (UPR)/ fibre du luffa traité par NaOH en fonction du taux de fibre, on constate une augmentation notable de la contrainte à la rupture pour les composites avec la fibre végétale du luffa traité par NaOH en comparaison à celle no traité cela est dû probablement à :

- La rupture de la liaison hydrogène dans la structure de réseau des fibres ;
- L'augmentation de la rugosité extérieure ;
- L'élimination d'une certaine quantité de lignine, de cire et des huiles couvrants la paroi cellulaire de la fibre du luffa ;

L'addition de l'hydroxyde de sodium (NaOH) à la fibre naturelle du luffa favorise l'ionisation du groupe d'hydroxyle selon la formule suivante :



Le traitement par NaOH des fibres du luffa affecte la qualité de l'adhésion entre la fibre traitée et la matrice par l'élimination des impuretés cireuses et des vides. Par conséquent, le traitement de surface par NaOH a amélioré la topologie de surface du luffa, ce qui a amélioré l'adhésion interrassiale entre la matrice et la fibre. La modification chimique a provoqué un changement structurel à la surface du luffa, ce qui a rendu la surface rugueuse. Cela augmente la taille des pores et leur quantité, ce qui augmente la rugosité de la surface et la capacité d'absorption.



**Figure III. 7 :** Variations de la déformation à la rupture des biocomposites résine poly ester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface par (NaOH).

La figure III.7, montre la variation de la déformation à la rupture des biocomposites résine polyester (UPR)/ fibre du luffa traité en fonction du taux de fibre.

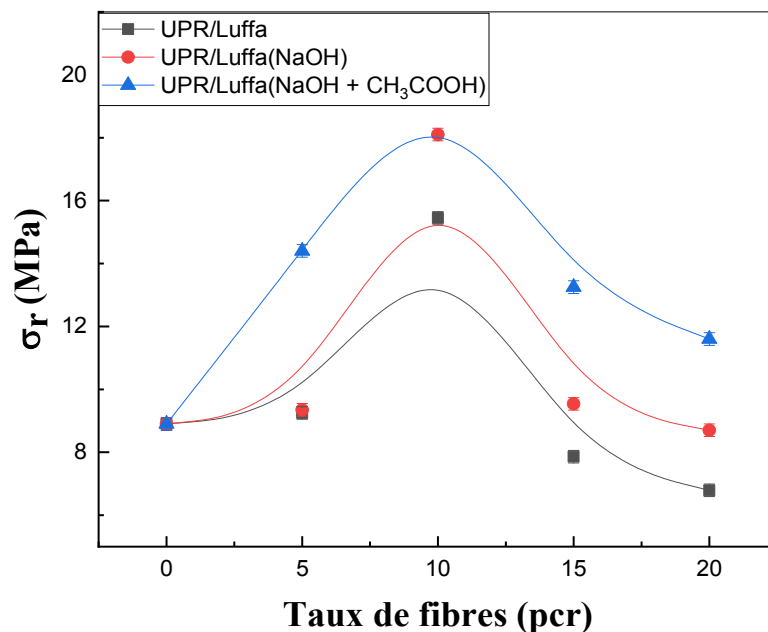
## Chapitre III : Résultats et discussions

D'après la figure, on constate une augmentation significative de la déformation à la rupture d'une valeur de 4,85% pour les composites renforcé par 10pcr par les fibres du luffa no traité à 7,15% pour les composites renforcés par 10pcr par les fibres du luffa traité chimiquement par 10%NaOH. Il semblerait que le traitement chimique de la surface des fibres du luffa permet une bonne adhésion interfaciale entre la fibre et la matrice.

### ➤ Traitement par NaOH+CH<sub>3</sub>COOH

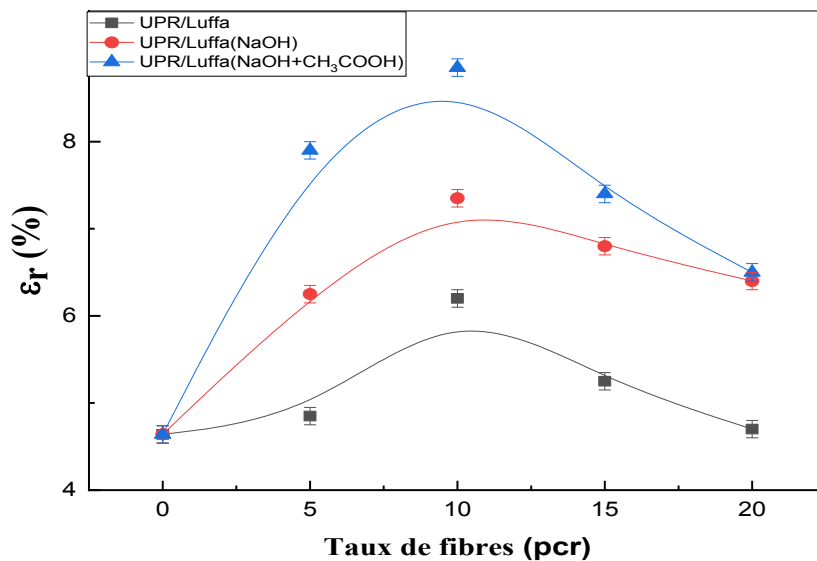
D'après la figure III.8, qui donne la variation de la contrainte à la rupture des biocomposites résine polyester (UPR)/ fibre du luffa traité par NaOH+CH<sub>3</sub>COOH en fonction du taux de fibre.

D'après cette figure on constate, que la résistance à la traction des échantillons de luffa traité par un traitement combiné de NaON+CH<sub>3</sub>COOH donne des résistances en traction supérieur à celle avec le traitement par NaOH seule. Cependant, l'amélioration de la résistance à la traction était due à l'élimination des impuretés cireuses et des vides. Par conséquent, le traitement de surface par acétylation a amélioré la topologie de surface du luffa, ce qui a amélioré l'adhésion interfaciale entre le luffa et la matrice.



**Figure III. 8 :** Variations de la contrainte à la rupture des biocomposites résine poly ester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface par (NaOH et CH<sub>3</sub>COOH).

## Chapitre III : Résultats et discussions



**Figure III. 9 :** Variations de la déformation à la rupture des biocomposites résine poly ester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface par (NaOH+ CH<sub>3</sub>COOH).

### III.3.2. Résultats de l'essai de choc

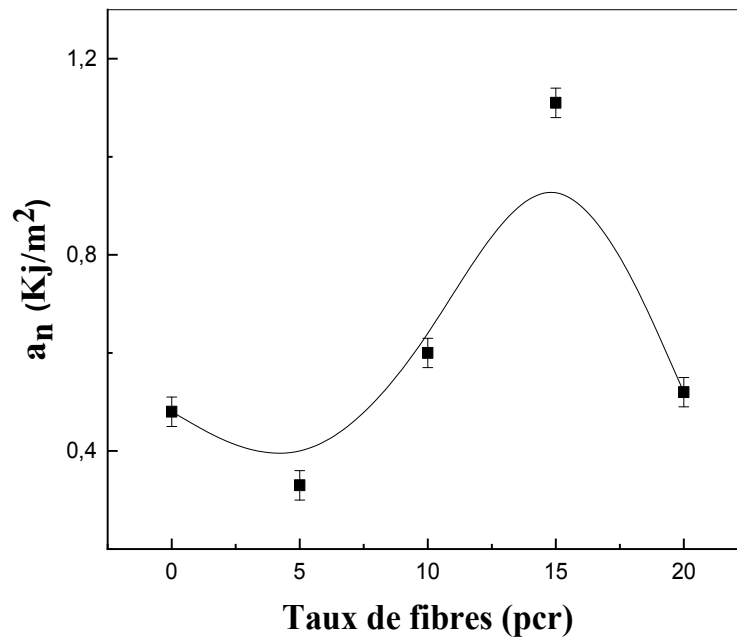
Les variations de la résistance au choc Izod, des composites UPR/fibres du luffa en fonction du taux de fibres sont représentées par la figure IV.10.

#### A) Effet du taux de fibres

La figure IV.10 donnant les variations de la résistance au choc des composites UPR/fibres du luffa en fonction du taux de fibres montre que la résilience varie avec l'ajout des fibres du luffa et met en évidence une augmentation pour les taux de 10 et 15pcr suivie d'une diminution lorsque la teneur en fibres augmente. Ceci semble suggérer que les composites présentent différentes dispersions dépendamment des taux de fibres incorporés et que lorsque celui-ci atteint 20pcr, la distribution du renfort au sein de la matrice devient optimale [68-69].

L'interaction entre la fibre et les chaînes polymériques peut être obtenue à l'extrême à 15%, ce qui permet d'avoir une bonne homogénéité du réseau polymère ainsi que la plus haute valeur de ténacité, ce qui fait que ce matériau résiste aux chocs et aux tensions et ces caractéristiques en font une application industrielle. Alors que le processus d'homogénéisation entre le polymère et la fibre à 5 % donne un matériau fragile sans aucune plasticité à cause de l'absence de capacité de glissement des chaînes polymériques avec les particules de la charge ; mais aussi l'augmentation du pourcentage de charge à 20 % provoque la diminution du glissement entre le polymère et la charge, malgré cela le polymère composite présente une certaine plasticité.

## Chapitre III : Résultats et discussions



**Figure III. 10** : Variations de la résilience des biocomposites résine poly ester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre.

### **B) Effet du traitement chimique**

#### **➤ Traitement par NaOH**

Ils ont montré d'après la figure III.11, l'effet des traitements chimiques par NaOH sur la Variations de la résilience des biocomposites résine polyester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre. Le traitement chimique de la fibre a amélioré la liaison chimique et l'a aidée à résister à une charge de traction élevée par les composites qui ont été constituées. Pour améliorer la résistance au choc, il faut augmenter la contrainte de frottement entre la fibre et la matrice. La résistance aux chocs des composites polymères renforcés de fibres dépend de la nature de la liaison interrassiale de la fibre, polymère et la matrice. D'après les valeurs de résistance aux chocs de la matrice pure et de composites renforcés de fibres du luffa, on déduit que pour tous les composites, la présence de fibres de luffa non traitées et traitées augmente la résistance aux chocs, c'est-à-dire les composites avaient une meilleure capacité d'absorption d'énergie par rapport à celle d'une matrice polyester pure. Les composites de fibres traités chimiquement avaient des valeurs de résistance aux chocs plus élevées que les composites de fibres non traitées, comme le montre la figure III.11.

## Chapitre III : Résultats et discussions

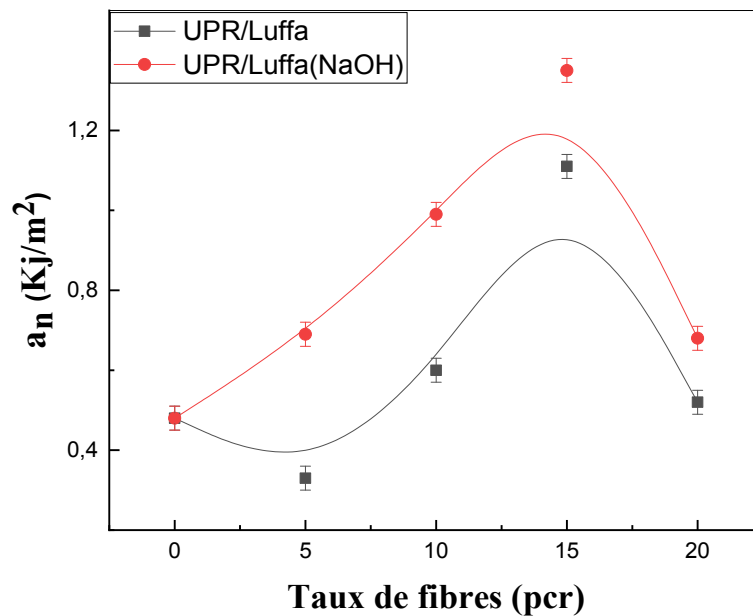


Figure III. 11 : Variations de la résilience des biocomposites résine poly ester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface par NaOH.

### ➤ Traitement par NaOH+CH<sub>3</sub>COOH

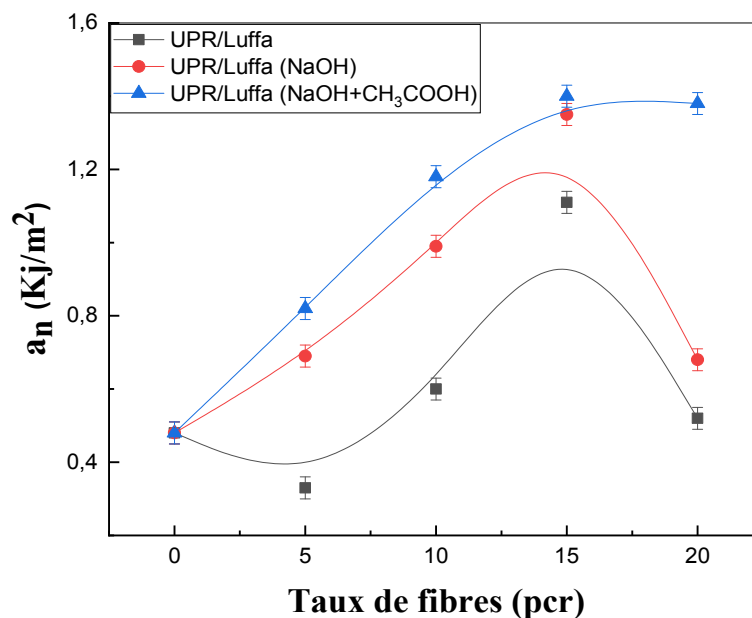


Figure III. 12 : Variations de la résilience des biocomposites résine polyester (UPR)/ Luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface par (NaOH) et (NaOH+CH<sub>3</sub>COOH).

D'après la figure III.12, on constate que l'effet du traitement chimique combiné par NaOH+CH<sub>3</sub>COOH de la fibre du luffa a amélioré la liaison chimique et améliore la résistance au choc. D'après les valeurs obtenus de la résistance aux chocs de la matrice pure et de

## Chapitre III : Résultats et discussions

composites renforcés de fibres du luffa, on déduit que pour tous les composites, les valeurs de la résistance de choc pour les composite avec fibres de luffa traité par NaOH+CH<sub>3</sub>COOH est supérieur à celle de la matrice pure et de composites renforcés de fibres du luffa traité par NaOH.

### III.3.3. Test de la dureté Shore D

L'évolution de la dureté des biocomposites résine poly ester (UPR)/ fibre du luffa en fonction du taux de la fibre du luffa sont illustrée sur la figure III.13. On observe que l'incorporation de la fibre du luffa est accompagnée d'une augmentation de la dureté des composites poly ester (UPR)/ fibre du luffa comparé au composite vierge. Une augmentation significative pour les bio-composites renforcées avec 5 et 10pcr de fibres de Luffa cette augmentation est du temps plus importante que la fibre est traité par le (NaOH) et (NaOH+CH<sub>3</sub>COOH), La mercerisation renforce l'imbrication mécanique entre le luffa et la matrice UPR [70]. De plus, les vides et les groupes hydroxyles ont été éliminés de la surface en raison du traitement de la surface. La modification chimique a provoqué un changement structural à la surface du luffa, ce qui a rendu la surface rugueuse et par conséquent augmente la dureté du composite. En autre une diminution de la dureté est observée pour les taux les plus élevés, à savoir 15 et 20pcr.

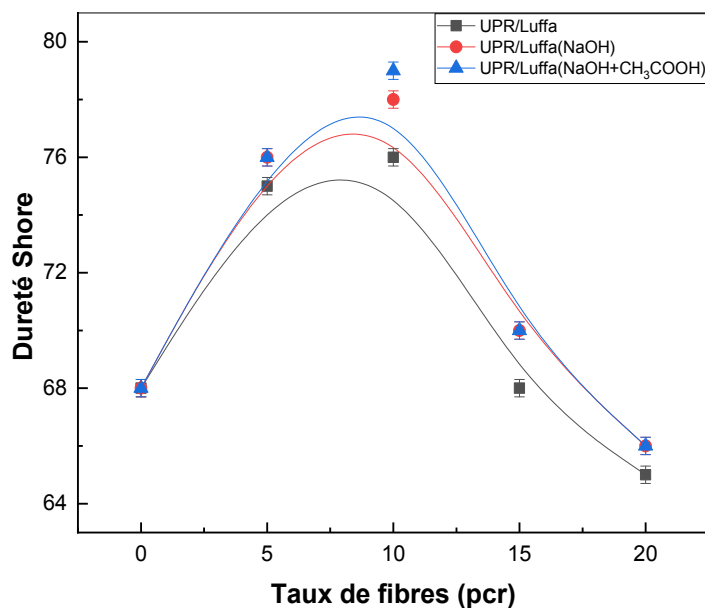


Figure III. 13 : Variations de la dureté Shore des biocomposites résine poly ester (UPR)/ fibres du luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface.

### III.4. Caractérisation physique

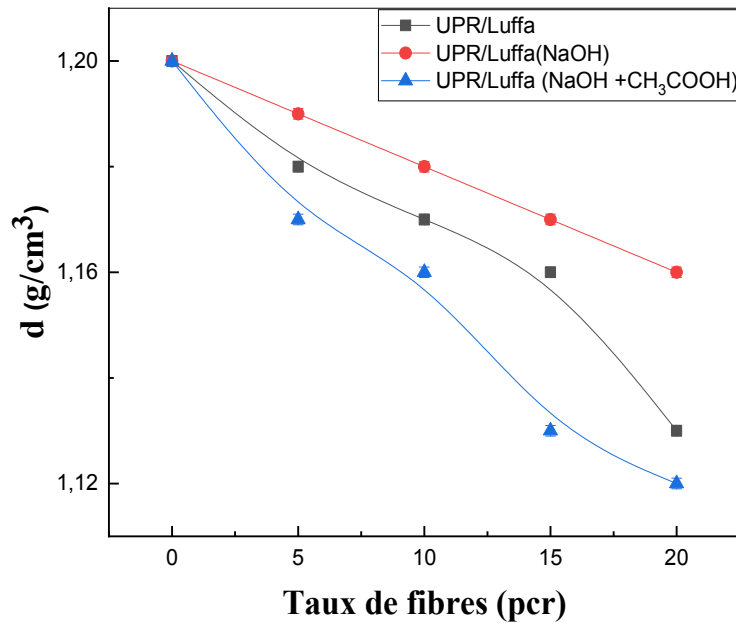
#### III.4.1. Test de densité

L'incorporation de la fibre du luffa dans la résine polyester conduit à l'obtention de composites à faible densité.

En effet, la figure III.14, montre l'évolution de la densité en fonction du taux de la fibre du luffa, nous observons que l'augmentation du taux de la fibre du luffa (5pcr, 10pcr, 15pcr, et

## Chapitre III : Résultats et discussions

20pcr) affiche une tendance à la diminution de la densité des biocomposites résine poly ester (UPR)/ fibre du luffa. En effet cette incorporation de la fibre dans la matrice polyester entraine l'obtention d'un matériau léger. Ces résultats sont en accord avec les travaux de B. James et al [71].



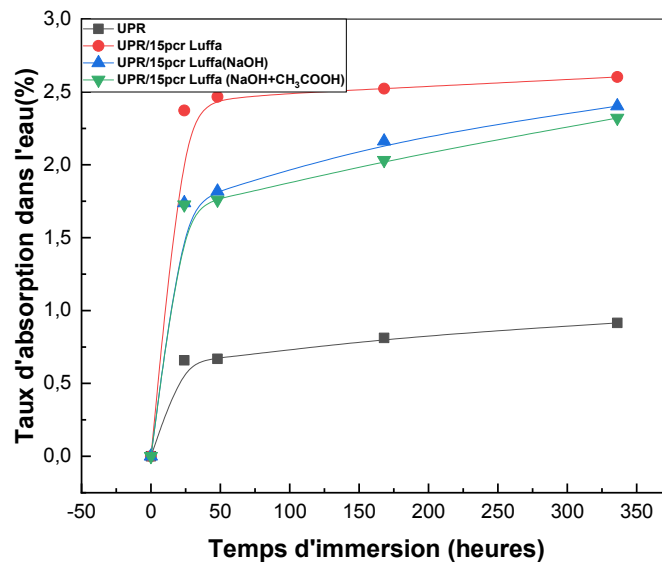
**Figure III. 14** : Variations de la densité des biocomposites résine poly ester (UPR)/ fibre du luffa en fonction du taux de fibre et du traitement de surface.

### III.4.2. Absorption d'eau

Les résultats de l'absorption d'eau sont présentés sur la figure III.15. 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 48 h), se rapprochant d'un point de saturation. L'absorption d'eau du composite traité a atteint un point d'équilibre après 48 h, tandis que le composite non traité continuait à absorber l'eau lentement. Le taux d'absorption était plus faible pour les composites traités que pour les composites non traités à base de luffa après 250 heures d'exposition dans l'eau. Les composites à base de fibres de luffa non traités 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. Les composites de luffa non traités ont montré l'absorption d'eau la plus élevée pour tous les composites.

En outre, l'absorption d'eau a diminué après le traitement de surface par (NaOH) et beaucoup plus par (NaOH+CH<sub>3</sub>COOH) des fibres par rapport au matériau non traité en raison du bon adhésion interfacial entre la fibre et la matrice et du fait que les fibres sont devenues plus hydrophobes. Les traitements chimiques des groupes hydroxyle des polymères de fibres ont réduit l'absorption d'eau dans les composites, ce qui est attribué à une meilleure interaction fibre-matrice. Ainsi, le traitement par (NaOH) de la fibre de luffa a réduit les groupes polaires dans la fibre en remplaçant certains des groupes hydroxyles à la surface des fibres.

## Chapitre III : Résultats et discussions



**Figure III. 15 :** Influence du taux de fibre et du traitement de surface sur l'absorption d'eau des bio-composites résine polyester UPR/ 15pcr de fibres de Luffa.

### III.5. Conclusion

Une collecte significative de résultats a été obtenue à partir de plusieurs essais réalisés sur une large gamme d'éprouvettes. Les essais physiques comprenaient la mesure de la densité et de l'absorption d'eau, tandis que les essais mécaniques incluaient la traction, le choc et la dureté. Dans l'ensemble, les valeurs obtenues étaient à la fois impressionnantes et concluantes, et nous les considérons comme acceptables.

# **Conclusion générale**

# Conclusion générale

## Conclusion générale

Les résines thermodurcissables sont largement utilisées dans la production de matériaux composites.

Dans notre recherche, nous nous sommes concentrés sur le développement de nouveaux matériaux biocomposites, également connus sous le nom de matériaux verts, à base d'une matrice polyester renforcée par des fibres végétales de la plante de Luffa. Nous avons exploré différentes formulations et taux de renfort, allant de 0 % à 20 % de fibres végétales.

Par l'analyse des résultats obtenus on peut tirer les conclusions suivantes :

### A) Effet du taux de fibres

- une augmentation notable de la contrainte à la rupture pour les composites renforcés avec 5 et 10pcr de fibres du luffa, suivie d'une diminution pour les taux les plus élevés, notamment 15 et 20pcr.
- une augmentation significative de la déformation à la rupture d'une valeur de 4,5% pour la résine UPR non chargée, à 7,2% pour les composites renforcés par 10pcr. Ensuite, une diminution de la déformation à la rupture est notée pour le composite contenant 15pcr et 20pcr de fibres du luffa.
- Les variations de la résistance au choc des composites UPR/fibres de Luffa en fonction du taux de fibres montrent que la résilience varie avec l'ajout des fibres de Luffa et met en évidence une augmentation pour le taux de 15pcr suivie d'une diminution lorsque la teneur en fibres augmente.
- L'incorporation de la fibre de Luffa est accompagnée d'une augmentation de la dureté des composites poly ester (UPR)/ fibre de Luffa comparé au composite vierge. Cette augmentation est d'autant plus importante que le taux de la fibre de Luffa est élevé.
- L'augmentation du taux de la fibre de Luffa (5pcr, 10pcr, 15pcr, et 20pcr) affiche une tendance à la diminution de la densité des biocomposites résine poly ester (UPR)/ fibre de Luffa. En effet cette incorporation de la fibre de Luffa dans la matrice polyester entraîne l'obtention d'un matériau léger.
- Le taux d'absorption était plus faible pour les composites traités que pour les composites non traités à base de luffa après 250 heures d'exposition dans l'eau.

### B) Effet du traitement chimique

- La résistance à la traction des échantillons de luffa traité par un traitement combiné de NaOH+CH<sub>3</sub>COOH donne des résistances en traction supérieur à celle avec le traitement par NaOH seule.
- Le traitement chimique à base de CH<sub>3</sub>COOH+NaOH sur les fibres végétales de Luffa a donné un additif à ces dernières par le fait de l'élimination des composantes non cellulosique de ces fibres, à noter que ces fibres végétales se composent généralement par de la cellulose, de l'hémicellulose, de la lignine et de la pectine plus quelques traces de cire. Les traitements chimiques qu'à subit les fibres ont provoqué une amélioration sur les propriétés mécaniques des matériaux biocomposites relatives.

## Conclusion générale

- La présence de fibres de luffa traitées augmente la résistance aux chocs, c'est-à-dire les composites avaient une meilleure capacité d'absorption d'énergie par rapport à celle d'une matrice polyester pure.
- L'absorption d'eau à diminuer après le traitement de surface par (NaOH) et beaucoup plus par (NaOH+CH<sub>3</sub>COOH) des fibres par rapport au matériau non traité.

### **Perspectives**

Vu la grande envergure de ce travail que nous ne pouvant pas le limiter dans le temps ou par les essais.

Une poursuite à ce travail sera utile dans le sens de varier la matière Polyester par d'autres matrice thermoplastiques (Le polyéthylène Le polypropylène les Polyamides) et thermodurcissables (Epoxy, Vinyl ester, Mélamine,...) et une variation de fibres végétales telle que (Alfa, Agave, Palmier dattier, ...), ainsi que la variation des essais mécaniques telles que l'essai de la fatigue, les essais de la mécanique de la rupture (énergie de rupture, ténacité, ...).

Les résultats collectés contribué à l'élaboration d'une base de données locale dans la confection des Biocomposites selon la demande, cela permettra la création de nouveau matériaux biocomposite, leurs certification, leurs normalisation, leurs brevet. Nous souhaitons la poursuite de ce travail dans un proche futur.



# **Référence bibliographique**

## Référence bibliographique

### Référence bibliographique

- [1] Lan,Y ;Li,Q; Li,J ;Zhang,C ; (2010), Effect of Ni on eutectic structural evolution in hypereutectic Al–Mg<sub>2</sub>Si cast alloys, Université Laval, Québec, pp.573-577.
- [2] Bourai,K ; (2010), Étude du comportement thermique d'un composite bois-polymère pour une application en rotomoulage, Mémoire master, Université Laval, Québec, 118 p
- [3] Georgel,P.C ; (2009), Résines époxydes renforcées avec des fibres naturelles ; Université Laval, Mémoire master, Québec, 142 p.
- [4] Aucher. J, (2009), Étude comparative du comportement composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable, Thèse doctorat, INSA de Rouen, France, 207 p.
- [5] Toumi,W ; (2019), Optimisation de la configuration des tubes en matériaux composites sous pression, Mémoire master, Université de Biskra, 60 p.
- [6] Daghboudj, S ; (2015), Etude Comparative des Approches Hyper et Hypo Elastiques Utilisées dans l'Etude du Comportement Mécanique des Renforts Tissés, Thèse doctorat, Université 8 mai 1945 Guelma, 149 p.
- [7] Berthelot,J.M; (2012), Mécanique des Matériaux Composites et Structures Composites, Lavoisier, 637 p.
- [8] Sieber,H ; Greil,P; (2006), Biotemplating of Luffa cylindrica sponges to self-supporting hierarchical zeolite macrostructures for bio-inspired structured catalytic reactors, Article, Elsevier B.V, pp.130-135 .
- [9] Renard,J ; (2018), Aspects probabilistes du comportement mécanique des matériaux composites, Published by Hermes Sciences Publications, 188 p.
- [10] Carma ; (2006), Glossaire des matériaux composites,centre d'animation régionale en matériaux avancés, 33 p.
- [11] Ghabi,A ; (2019), Analyse statique des plaques stratifiées en matériaux composites, Mémoire master, Université de Tissemsilt, 100 p.
- [12] Krishan,K.C; (2019), Composite Materials: Science and Engineering, Technical university of Ostrava, 590 p.
- [13] Amouche,T ; Amour,C ; (2020), Elaboration et caractérisation d'un composite à base de polyéthylène chargé d'une fibre végétale, Mémoire master, Université A. MIRA-Bejaia, 48p.
- [14] Aharewicz,A; Daniel.I.M ;(1986), Damage Mechanisms and Accumulation in Graphite/Epoxy Laminates, chapitre : Composite Materials fatigue and fracture, ASTM Internationa , pp.274-297.
- [15] Ragoubi,M ; (2010), Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne, Thèse doctorat, Université Henri Poincaré Nancy 1, 186 p.
- [16] Bourban,P.É ; Carlsson,L ; Mercier,J.P ; Manson,J.A.M ; (2004), Matériaux composites à matrice organique : constituants, procédés, propriétés, PPUR Presses polytechniques.

## Référence bibliographique

- [17] David,S ;(2007), Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite, Thèse de doctorat, Université de Limoges, 137 p.
- [18] Michaud,F ; (2004), Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude au postformage, Thèse de PhD, Université de Bordeaux ; 256 p.
- [19] Michel,D ; (2004), Aide-mémoire science des matériaux, Dunod, Paris, pp.1-21.
- [20] Adami,J; (2004), Etudes rhéocinétique et diélectrique de systèmes réactifs à base de polyester insaturé (résines UP) : Application au suivi en temps réel du processus de polymérisation dans le procédé RTM, Thèse de doctorat, L'institut national des sciences appliquées de Lyon, 175 p.
- [21] Yang,Y.P; Pascault,J.P; (1997), Modeling of unsaturated polyester prepolymer structures. I. Chain branches and overall chain end numbers, Journal of Applied Polymer Science, pp.134-145.
- [22] Heib,B ; (2011), Développement de vernis d'isolation électrique présentant des propriétés thermomécaniques améliorées à 180°C, Thèse doctorat, L'institut national des sciences appliquées de Lyon, 194 p.
- [23] Site web Les résines polyester : insaturé, orthophtalique, isophtalique, faible viscosité, non thixotropée et préaccélérée. ([Quai-west-composites.fr](http://Quai-west-composites.fr)), Visité le 28 janv.
- [24] Guide ; (2016), Résines polyester insaturé dans les matériaux composites.
- [25] Boukhabia,Z ; Kadi,N ; (2018), Etude statique d'une plaque FGM sandwich par une nouvelle théorie hyperbolique, Mémoire Master, Université de Saida, 64 p.
- [26] Lemita,N ; (2023), Élaboration et Caractérisation de Structure Composite à Base de Matrice Organique Renforcée par de Nouvelles Fibres Cellulosiques Naturelles Extraites de la Plante Strelitzia Reginae, Thèse doctorat, Université Echahid Cheikh Larbi Tebessi-Tébessa, 117 p.
- [27] Schuhler,E ; (2020), Dégradation des matériaux composites sous l'effet d'une flamme : application à la réaction aux feux des composites utilisés pour les transports et l'énergie, Thèse doctorat, Université mondiale HAL, 151 p.
- [28] Dupré,B ; (2014), Le végétale en construction-bâtir durable avec des ressources de proximité, Techniques de l'Ingénieur.
- [29] Djebbloun,Y ; (2018), Méthodes d'homogénéisation pour la modélisation électromagnétique de matériaux composites. Application au blindage de boîtiers d'équipement électronique, Thèse doctorat, Université Mohamed Khider-Biskra, 145 p.
- [30] Yahiaoui,L ; (2011), Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss), Mémoire magister, Université Ferhat Abbas-Sétif, 96 p.
- [31] Baley,Ch ; (2020), Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites, Article, Techniques de l'Ingénieur, 12 p.

## Référence bibliographique

- [32] Dujardin,N ; (2017), Un matériau biosource de choix : les fibres naturelles. Caractérisations et applications, Article, 25èmes Journées Scientifiques de l'Environnement, 12 p.
- [33] Tammy,L.E ; Todd,C.W; (1996), Post-harvest Treatments for Producing Sponges from Immature Fruits of Luffa Gourd, Cucurbit Genetics Cooperative Report, pp.54-56.
- [34] Abitogun,A.S; Ashogbon,A.O; (2010), Nutritional Assessment and Chemical Composition of Raw and Defatted Luffa cylindrica Seed Flour, Article, Ethnobotanical Leaflets, pp.35-225.
- [35] Mazali,I.O ; Alves,O.L; (2010), high fidelity inorganic replica of the fibrous of loofa sponge, Article, Annales de l'Académie brésilienne des sciences, 7 p.
- [36] Dairo,F.A.S; (2007), Some functional properties of loofah gourd (*Luffa cylindrica* L., M. J. Roem) seed, Journal of Food, Agriculture & Environment (JFAE), pp.97-101.
- [37] Alejandro,J.R; Brain,A.R; John,G.O ; Wathen,B.J; (2009), Occurrence of pharmaceuticals and personal care products, and their associated environmental risks in Guanting Reservoir and its upstream rivers in north China, Article, Environmental Toxicology and Chemistry, pp. 4703-4712.
- [38] Arnott,J; Luffa sponge gourd, University of Georgia and Ft, Valley State University, the U.S, Department of Agriculture and counties of the state cooperating, 3 p.
- [39] Alhijazi,M; Safaei,B; Zeeshan,Q; Asmael,M; (2020), Recent Developments in Luffa Natural Fiber Composites : Review, Sustainability, 25 p.
- [40] Gilberto,S; Alain,D; (2010), Luffa as a cellulose source, BioResources.
- [41] Dallel,M; (2012), Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima* L.) : Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil, Thèse doctorat, Université de Haute Alsace, 141 p.
- [42] Amroune,S ; (2016), Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier, Thèse doctorat, Université du 8 Mai 1945- Guelma, 157 p.
- [43] Didier,H; (2004), Interaction Hôte/pathogène : étude du modèle *Humulus lupulus*/*Fusarium graminearum*, Thèse doctorat, Université Louis Pasteur (Strasbourg I), 183 p.
- [44] Boussehel,H ; (2018), Etude des moyens de stabilisation des composites a base de polyester, Thèse doctorat, Université Mohamed Khider- Biskra, 139 p.
- [45] Rodrigues,F.G; Santos,M.D; Meireles,C.S; Messadeq,Y; (2008), Synthesis and characterization of cellulose acetate produced from recycled newspaper, Article, Carbohydrate Polymers, pp.74-82.
- [46] Badaoui,H ; Slimani,A ; (2002), Contribution à l'utilisation de la Luffa Cylindrica dans la rétention de l'Oxytétracycline, Mémoire master, Université Ahmed Draïa Adrar, 67 p.

## Référence bibliographique

- [47] Laidani, Y; Hanini, S; Mortha, G; Heninia, G; (2012), Study of a Fibrous Annual Plant, *Luffa Cylindrica* for Paper Application Part I : Characterization of the vegetal, *Iranian Journal of Chemistry and Chemical Engineering*, pp.119-129.
- [48] Alejandro, J.R; John, G.O; John, B.W; Jennifer, L.P; (2009), Occurrence of pharmaceuticals and personal care products in fish: Results of a national pilot study in the United States, *Environmental Toxicology and Chemistry*, pp.2587-2597.
- [49] Cherifi, H; Hanini, S; Bentahar, F; (2009), Adsorption of phenol from wastewater using vegetal cords as a new adsorbent, *Desalination*, pp.177-187.
- [50] Jiang, P.L; Chien, M.Y; Sheu, M.T; Huang, Y.Y; (2014), Dried fruit of the luffa sponge as a source of chitin for Applications as skin substitutes, *BioMed Research international*, 9 p.
- [51] Bouhadj, L; Hani, T ; (2020), Etude des Composites à base d'une Matrice Epoxy-amine et Fibre de Luffa, Mémoire master, Université A. MIRA – BEJAIA, 62p.
- [52] Partap, P; Kumar, A; Sharma, N.K; Jha, K.K; (2012), *Luffa cylindrica* : An important medicinal plant. *Journal product and plant Ressource*, *Journal product and plant Ressource*, pp.127-134.
- [53] Daghia, F ; Gendre, L ; (2011), Quelques procédés de mise en forme des composites, Université Paris saclay, 9 p.
- [54] Deghboudj, S ; (2021), *Materiaux composites*, Université Larbi Tebessi de Tébessa, 167 p.
- [55] Giocosa, A ; (1999), Les composites dans l'industrie automobile, Article, *Techniques de l'ingénieur*, 12 p.
- [56] Benakli, I; Hamani, F ; (2016), Etude des Biocomposites à Base de Polymère Biosourcé PHBV et Fibres Alfa, Mémoire master, Université A. MIRA-BEJAIA, 81 p.
- [57] ASTM D 5083-10e1; (2010), Standard Test Method for Tensile Properties of Reinforced Thermosetting Plastics Using Straight-Sided Specimens, ASTM International, West Conshohocken, PA, 81 p.
- [58] ASTM D3039 / D3039M-14; (2014), Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA.
- [59] ASTM D256-23e1; (2023), Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics.
- [60] ASTM D2240-15; (2021), Standard Test Method for Rubber Property-Durometer Hardness.
- [61] ISO1183 ; Méthodes de détermination de la masse volumique des plastiques non alvéolaires, Partie 1 : Méthode par immersion, méthode du pycnomètre en milieu liquide et méthode par titrage.
- [62] Beldzki, A.K; Letman, A; Viksne, A; Rence, L; (2005), Comparaison of compounding process and wood type of wood fiber-PP composite, *Composite A*, 36, pp.789-797.

## Référence bibliographique

- [63] Valcineide,O.A; Tanobe Thais,H ; Sydenstricker,D.M ;Sandro,D; Amico,C; (2005), A comprehensive characterization of chemically treated Brazilian sponge-gourds (Luffa cylindrical). Polymer Testing, pp.474-482.
- [64] Georgopoulos,S;th; Tarantili,P.A; Avgerinos,E; Andreopoulos,A.G; Koukios,E.G ; (2005), Thermoplastic polymers reinforced with fibrous agricultural residues, Polym Degrad stab, pp.303-312.
- [65] Guessoum,M; Nekkaa,S; Fenouillot-Rimlinger,F; Haddaoui,N; (2012), Effects of kaolin surface treatments on the thermomechanical properties and on the degradation of polypropylene, International Journal of Polymer Science, 9 p.
- [66] Seki,Y; Sever,K; Sarikanat,M; Sakarya,A; Elik,E; (2013), Effect of huntite mineral on mechanical, thermal and morphological properties of polyester matrix. Composites: Part B, pp.1534-1540.
- [67] Chirayil,C; Mathewa,L; Hassanb,P; Mozeticc,M; (2014), Thomas.Rheological behaviour of nanocellulose reinforced unsaturated polyester nanocomposites .International Journal of Biological Macromolecules, Vol. 69, pp.274-281.
- [68] Crespo,J.E; Balart,R; Sanchez,L; Lopez,J; (2007), Mechanical behaviour of vinyl plastisols with cellulosique fillers,Analysis of the interface between particules and matrices, Int J Adhesion & Adhesives, 27,pp.422-428.
- [69] Hristov,V.N; Krumova,M; St Vasileva.G; Michler,H; (2004), Modified polypropylene wood flour composites, II.Fracture, deformation, and mechanical properties, J.App,Polym, Sci, 92, pp.1286-1292.
- [70] Hamideh,H; Mohini,S ;Lucia,H; Innocentini-Mei; (2014), Modification and Characterization of Hemp and Sisal Fibers, Journal of Natural Fibers, pp.144-168.
- [71] James,B; Lee,B.J; McDonald, A.G; (2001), Influence of fiber length on the mechanical properties of wood-fiber/polypropylène preperg sheets, Materials research innovations, pp.97-103.