

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI-OUZOU
FACULTE DE GENIE DE LA CONSTRUCTION
DEPARTEMENT DE GENIE-MECANIQUE**

**THESE
Présentée par**

Mme MEGHLAOUI Bahia épouse OULD OUALI

**Pour l'obtention du grade de
DOCTEUR
En Génie Mécanique**

**ELABORATION ET CARACTERISATION D'UN COMPOSITE
BIODEGRADABLE A MATRICE POLYMERE ET RENFORT
NATUREL**

MEMBRES DU JURY :

M. FERHOUM Rabah	Président	Professeur, Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou
M. OULD OUALI Mohand	Rapporteur	Professeur, Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou
M. AKNOUCHE Hamid	Examineur	Professeur, Université M'hamed Bougara, Boumerdés
M. BENKHENAFOU Fethi	Examineur	Professeur, Université Abou Bekr Belkaid Tlemcen
Mme. HAMMICHE Dalila	Examineur	MC-A, Université Abderrahmane Mira, Bejaia
M. HOCINE Smain	Invité	Professeur, Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou

REMERCIEMENTS

Mes remerciements s'adressent tout d'abord à mon Directeur de thèse, M. Mohand OULD OUALI, Professeur à l'université de Tizi Ouzou et Directeur du Laboratoire Elaboration et Caractérisation des Matériaux et Modélisation (LEC2M) pour m'avoir accueilli au sein de son équipe. Je lui suis également reconnaissante d'avoir su m'apporter un soutien constant, une confiance, une écoute, une disponibilité et ses qualités pédagogiques et scientifiques, ainsi ses conseils précieux tout au long de ce travail doctoral.

Je tiens aussi à remercier mon co-directeur de thèse, M. Smain HOCINE, Professeur à l'université de Tizi Ouzou et Directeur du Laboratoire de Chimie appliquée et Génie Chimique (LCAGC), qui m'a accueilli au sein du laboratoire LCAGC et avoir également encadré ce travail de recherche.

Un grand merci à tous le personnel de l'Entreprise Nationale des Industries de l'Electroménager (E.N.I.E.M) de Tizi Ouzou ; de m'avoir accueilli, facilité et aidé à réaliser la partie de la préparation des composites.

J'adresse également tous mes remerciements à l'ensemble des personnels des différents laboratoires : Laboratoire Résistance Des Matériaux (RDM) de l'université de Tizi Ouzou, Laboratoire des Revêtements, Matériaux et Environnement (LRME) de l'université de Boumerdès, ainsi l'Unité de Recherche Matériaux, Procédés et Environnement (URMPE) de l'université de Boumerdès ; de m'avoir aidé à réaliser les tests de caractérisation.

Je tiens également à témoigner toute ma reconnaissance à M. Rabah FERHOUM, Professeur à l'université de Tizi Ouzou pour l'honneur qu'il me fait en acceptant d'être le président de jury de cette thèse. Mes remerciements s'adressent aussi à Mme Dalila HAMMICHE, Maitre de conférences à l'université de Bejaia ; à M. Hamid AKNOUCHE, Professeur à l'université de Boumerdès et à M. Fethi BENKHENAFU, Professeur à l'université de Tlemcen pour l'honneur qu'ils me font en siégeant à ce jury en qualité d'examineur.

DEDICACES

Je dédie cette thèse aux personnes chères :

- ❖ A mes chers grands-parents et chers parents : Puisse Dieu, le tout puissant vous préserver et vous accorder santé, longue vie et bonheur.
- ❖ A mon très cher époux **WALID** : ton soutien constant, tes sacrifices, ta gentillesse sans égal m'ont permis de réaliser ce travail. Sans ton aide, tes conseils et tes encouragements ; il n'aurait probablement pas vu le jour. Je te remercie du fond du cœur.
- ❖ A mes très chers enfants : **SARAH** et **NABIL**, que dieu vous assiste. Je vous souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité. Je vous exprime à travers cette dédicace mes sentiments d'amour.
- ❖ A tous les membres de ma famille et belle-famille ; grands et petits.
- ❖ A toutes personnes qui m'ont aidé de près ou de loin.

BAHIA

SOMMAIRE

SOMMAIRE

Liste des figures.....	I
Liste des tableaux	IV
Liste des abréviations.....	VII

Introduction générale	1
-----------------------------	---

Chapitre I : Composites et fibres naturelles

I. 1 Généralité sur les matériaux composites.....	3
I. 2 Les fibres naturelles.....	4
I. 3. Application des fibres naturelles.....	4
I. 4. Structure et composition d'une fibre végétale.....	5
I. 4.1 Cellulose.....	6
I.4.2 Hémicellulose.....	7
I. 4.3 Lignine.....	7
I. 4.4 Pectine.....	8
I. 4 .5 Les extractibles.....	8
I.5. Présentation de la fibre d'Alfa.....	9
I.5.1 Généralité sur la fibre d'Alfa.....	9
I. 5.2 Applications.....	10
I. 5.3 Les propriétés mécaniques des fibres d'Alfa.....	12
I. 6. Matrice thermoplastique.....	12
I. 7. Interface matrice-renfort dans les matériaux composites.....	14
I.8. Techniques d'amélioration de l'interface matrice/renfort.....	14
I. 8.1 Technique de modification par voie physique.....	14
I. 8.2 Technique de modification par voie chimique.....	15
I. 9. Effet de traitement sur les différentes propriétés des composites	17
I.9.1 Les propriétés mécaniques.....	17
I. 9.2 Les propriétés structurales et physiques.....	18
I.9.3 Les propriétés thermiques.....	18
I. 9.4 Les propriétés morphologiques.....	19
I.10. Conclusion.....	20

Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales

II.1.Introduction.....	22
II.2 Matériaux utilisés.....	22
II.2.1 Matrices : polyéthylène à haute densité (PEHD) et polystyrène (PS).....	22
II.2.2 Renfort : fibres d'alfa.....	22
II.2.3 Les réactifs.....	23
II.3 Techniques expérimentales.....	24
II.3.1 Préparation et traitement chimique des fibres d'alfa.....	24
II.3.1.1 Processus de préparation et de traitement de la fibre d'alfa	24
II.3.1.2 Préparation des fibres d'alfa à partir de la tige	24
II.3.1.3 Traitement alcalin des fibres d'alfa.....	25
II.3.2 Elaboration des composites PEHD/Alfa et PS/Alfa.....	26
II.4 Techniques de caractérisation.....	27

II.4.1	Caractérisation chimique.....	27
II. 4.1.1	Détermination de la teneur en matières minérales	27
II.4.1.2	Détermination du taux d'extractibles	28
II.4.1.3	Détermination du taux de lignine	28
II.4.1.4	Détermination de la teneur d'holocellulose.....	29
II.4.1.5	Détermination de la teneur en α -cellulose.....	29
II.4.1.6	Détermination du taux d'hémicellulose.....	29
II.4.2	Caractérisation structurale.....	30
II.4.2.1	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF).....	30
II.4.2.2	Diffraction des Rayons X (DRX).....	30
II.4.3	Caractérisation morphologique.....	31
II.4.3.1	Microscopie Optique	31
II.4.3.2	Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....	31
II.4.4	Caractérisation thermique par analyse thermogravimétrique (ATG).....	31
II.4.5	Caractérisation physique.....	31
II.4.5.1	Absorption d'eau.....	31
II.4.5.2	Perte en masse.....	32
II.4.6	Caractérisation mécanique.....	32
II.4.6.1	Essai de traction.....	32
II.4.6.2	Essai de flexion à trois points.....	32
II.4.6.3	Essai de choc Charpy.....	32
II.5.	Conclusion.....	33

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1.	Introduction.....	34
III.2	Caractérisation de la fibre d'alfa.....	34
III.2.1	Etude chimique de la fibre d'alfa.....	34
III.2.2	Caractérisations structurales.....	35
III.2.2.1	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF).....	35
III.2.2.2	Diffraction des Rayons X (DRX).....	36
III.2.3	Observations de la morphologie.....	38
III.2.3.1	Microscope Optique (MO).....	38
III.2.3.2	Microscopie électronique à balayage (MEB).....	38
III.2.4	Analyse thermogravimétrique (ATG).....	41
III.2.5	Caractérisations physiques.....	43
III.2.5.1	Absorption d'eau.....	43
III.2.5.2	Perte en masse.....	43
III.3	Etude du composite PEHD/Alfa.....	45
III.3.1.	Caractérisation morphologique.....	45
III.3.1.1	Effet du taux de fibres.....	46
III.3.1.2	Effet du traitement.....	46
III.3.2	Caractérisation en traction	47
III.3.2.1	Effet du taux de fibres.....	47
III.3.2.2	Effet du traitement.....	49
III.3.3	Essai en flexion à trois points	51
III.3.3.1	Effet du taux de fibres.....	51
III.3.3.2	Effet du traitement.....	53
III.3.4	Essai de choc.....	54
III.3.4.1	Effet de taux de fibres.....	54

III.3.4.2 Effet du traitement.....	55
III.3.5 Test d'absorption d'eau.....	57
III.2.5.1 Effet du taux de fibres.....	57
III.2.5.2 Effet du traitement.....	58
III.4 Etude du composite PS/Alfa.....	61
III.4.1 Caractérisation morphologique.....	61
III.4.1.1 Effet du taux de fibres.....	61
III.4.1.2 Effet du traitement.....	61
III.4.2 Caractérisation en traction.....	65
III.4.2.1 Effet du taux de fibres.....	62
III.4.2.2 Effet du traitement.....	64
III.4.3 Essai en flexion à trois points	65
III.4.3.1 Effet du taux de fibres.....	65
III.4.3.2 Effet du traitement.....	67
III.4.4 Essai de choc.....	69
III.4.4.1 Effet de taux de fibres.....	69
III.4.4.2 Effet du traitement.....	69
III.4.5 Test d'absorption d'eau.....	71
III.4.5.1 Effet du taux de fibres.....	72
III.4.5.2 Effet du traitement.....	74
III.5 Discussion et Synthèse des résultats du PEHD/Alfa et PS/Alfa	74
III.5.1 Comportement en traction	74
III.5.1.1 Effet de taux de fibres.....	74
III.5.1.2 Effet du traitement.....	76
III.5.2 Absorption d'eau	78
III.5.2.1 Effet de taux de fibres.....	78
III.5.2.2 Effet du traitement.....	78
III.6. Conclusion.....	79
Conclusion générale et perspectives.....	80
Annexe.....	83
Références bibliographiques.....	98

Résumé

Abstract

Liste des figures

Figure I.1 : Schéma d'un matériau composite idéal

Figure I.2 : Différents types de fibres naturelles

Figure I.3 : Représentation schématique de la hiérarchie structurale dans une fibre végétale

Figure I.4 : Molécule de la cellulose (n répétitions du glucose)

Figure I.5: Structure chimique de l'hémicellulose.

Figure I.6 : Structure chimique de la lignine.

Figure I.7 : Structure d'une chaîne d'acide uronique

Figure I.8 : Image de la fibre alfa.

Figure I.9 : Des exemples d'artisanat Alfatière (des paniers, des paillassons, des espadrilles...)

Figure I.10 : Illustrations de la pâte d'Alfa commercialisée par la SNCPA

Figure I.11 : Types de matrices

Figure I.12 : Réaction de traitement par la soude

Figure I.13 : Passage de la Cellulose I à la Cellulose II pendant la mercerisation

Figure I.14 : Images des fibres de bambou avant (a) et après (b) traitement par NaOH observées par MEB.

Figure I.15 : Micrographies électroniques des composites PVC/GE à 30% de fibres non traitées (a) et traitées par NaOH (b).

Figure II.1 : Plante Alfa (a) et les tiges d'alfa utilisées dans ce travail (b).

Figure II.2 : Préparation et traitement de la fibre d'alfa.

Figure III.1 : Composition chimique de la fibre d'alfa.

Figure III.2 : Spectres infrarouge des fibres d'alfa traitées et non traitées.

Figure III.3 : Spectres de diffraction des Rayons X des fibres d'alfa traitées et non traitées.

Figure III.4: Fibres d'alfa non traitées (a, c) et traitées (b, d) dans 5% NaOH.

Figure III.5 : Micrographies de la fibre d'alfa avec différents grossissements : (a) et (b) fibre d'alfa non traitée, (c) et (d) fibre d'alfa traitée à 5% NaOH pendant 24 h, (e) et (f) fibre d'alfa traitée à 5% NaOH pendant 48h.

Figure III.6 : Thermogrammes TG des fibres d'alfa traitées et non traitées.

Figure. III.7. Thermogrammes DTG des fibres d'alfa traitées et non traitées.

- Figure III.8 :** Variation du taux d'absorption d'eau des fibres d'alfa traitées et non traitées.
- Figure III.9 :** Effet du traitement alcalin sur la perte en masse des fibres d'alfa.
- Figure III.10 :** Micrographies MEB du polyéthylène à haute densité et ces composites à fibres d'alfa non traitées : (a) PEHD vierge, (b) PEHD/fibres d'alfa non traitées (10%), (c) PEHD/fibres d'alfa non traitées (20%), (d) PEHD/fibres d'alfa non traitées (30%).
- Figure III.11 :** Micrographies MEB des composites de polyéthylène à haute densité renforcé par 30% de fibres d'alfa : (a) PEHD/fibres non traitées ; (b) PEHD/fibres traitées dans 5% NaOH pendant 24h ; (c) PEHD/fibres traitées dans 5% NaOH pendant 48h.
- Figure III.12 :** Variation de la contrainte à la rupture des composite PEHD/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées.
- Figure III.13 :** Variation de la déformation à la rupture des composites PEHD/ fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées.
- Figure III.14:** Variation du module d'Young des composites PEHD/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées
- Figure III.15:** Courbes contrainte-déformation de PEHD et ces composites à fibres d'alfa non traitées.
- Figure III.16 :** Contrainte à la rupture (a), module d'Young (b) et déformation à la rupture (c) des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 1% NaOH ; pendant 24h, 48h et 72h.
- Figure III.17 :** Contrainte à la rupture (a), module d'Young (b) et déformation à la rupture (c) des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 3% NaOH ; pendant 24h, 48h et 72h.
- Figure III.18:** Contrainte à la rupture (a), module d'Young (b) et déformation à la rupture (c) des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 5% NaOH ; pendant 24h, 48h et 72h.
- Figure III.19 :** Contrainte à la flexion des composites renforcés par les fibres d'alfa non traitées
- Figure III.20 :** Module en flexion des composites PEHD renforcés par les fibres d'alfa non traitées.
- Figure III.21 :** Courbes contrainte-déformation en flexion à trois points du polymère PEHD et ces composites à fibres d'alfa non traitées.
- Figure III.22 :** Contrainte à la flexion (a) et module en flexion (b) des composites PEHD/fibres d'alfa traitées dans 1% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.
- Figure III.23 :** Contrainte à la flexion (a) et module en flexion (b) des composites PEHD/fibres d'alfa traitées dans 3% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.
- Figure III.24 :** Contrainte à la flexion (a) et module en flexion (b) des composites PEHD/fibres d'alfa traitées dans 5% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.
- Figure III.25 :** Variations de la résilience des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées.

-
- Figure III.26 :** Résilience des composites PEHD / fibres d'alfa non traitées et traitées dans 1% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.
- Figure III.27 :** Résilience des composites PEHD / fibres d'alfa non traitées et traitées dans 3% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.
- Figure III.28 :** Résilience des composites PEHD / fibres d'alfa non traitées et traitées dans 5% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.
- Figure III.29:** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées en fonction du temps d'immersion dans l'eau distillée.
- Figure III.30 :** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 1% de NaOH, en fonction du temps d'immersion.
- Figure III.31 :** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 3% de NaOH, en fonction du temps d'immersion.
- Figure III.32 :** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 5% de NaOH, en fonction du temps d'immersion.
- Figure III.33 :** Micrographies MEB du polystyrène et ces composites à fibres d'alfa non traitées : (a) PS vierge ;(b) PS/fibres d'alfa non traitées (10%) ;(c) PS/fibres d'alfa non traitées (20%) ;(d) PS/fibre d'alfa non traitées (30%).
- Figure III.34 :** Micrographies MEB des composites de polystyrène avec 30% de fibres d'alfa : (a) non traitées ; (b) traitées à 5% de NaOH pendant 24h ; (c) traitées à 5% de NaOH pendant 48h.
- Figure III.35 :** Variation de la contrainte à la rupture des composites PS/ fibres d'alfa en fonction de taux de fibres non traitées.
- Figure III.36 :** Variation de la déformation à la rupture des composites PS/ fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées.
- Figure III.37:** Variation du module d'Young des composites PS/fibres d'alfa en fonction de fibres non traitées.
- Figure III.38:** Courbes contrainte-déformation de PS et ces composites à fibres d'alfa non traitées.
- Figure III.39 :** Contrainte à la rupture (a), module d'Young (b) et déformation à la rupture (c) des composites PS/ fibres d'alfa non traitées et traitées avec 1% de NaOH pendant 24h, 48h et 72h.
- Figure III.40 :** Contrainte à la rupture (a), module d'Young (b) et déformation à la rupture (c) des composites PS/ fibres d'alfa non traitées et traitées avec 3% de ; pendant 24h, 48h et 72h.
- Figure III.41:** Contrainte à la rupture (a), module d'Young (b) et déformation à la rupture (c) des composites PS/ fibres d'alfa non traitées et traitées avec 5% de NaOH pendant 24h, 48h et 72h.
- Figure III.42 :** Contrainte à la flexion des composites renforcés par les fibres d'alfa non traitées.

- Figure III.43 :** Module à la flexion des composites PS renforcés par les fibres d'alfa non traitées.
- Figure III.44 :** Courbes contrainte-déformation en flexion 3 points de PS et ces composites à fibres d'alfa non traitées.
- Figure III.45 :** Contrainte à la flexion (a) et module en flexion (b) de PS et ces composites à fibres d'alfa traitées avec 1% de NaOH ; pendant 24, 48 et 72h
- Figure III.46 :** Contrainte à la flexion (a) et module en flexion (b) de PS et ces composites à fibres d'alfa traitées avec 3% de NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.
- Figure III.47 :** Contrainte à la flexion (a) et module en flexion (b) de PS et ces composites à fibres d'alfa traitées avec 5% de NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.
- Figure III.48 :** Variations de la résilience des composites PS renforcés par des fibres d'alfa non traitées.
- Figure III.49 :** Résilience des composites PS/fibres d'alfa en fonction du taux de fibre non traitées et traitées
- Figure III.50 :** Résilience des composites PS/ fibres d'alfa non traitées et traitées avec 3% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.
- Figure III.51 :** Résilience des composites PS/ fibres d'alfa non traitées et traitées avec 5% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.
- Figure III.52:** Evolution du taux d'absorption d'eau du PS et de ces composites à fibres d'alfa non traitées en fonction du temps d'immersion dans l'eau distillée.
- Figure III.53 :** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 1% de NaOH, en fonction du temps d'immersion.
- Figure III.54 :** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 3% de NaOH, en fonction du temps d'immersion.
- Figure III.55:** Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 5% de NaOH, en fonction du temps d'immersion.
- Figure III.56:** Evolution de la contrainte (a), de module d'Young(b) et de déformation à la rupture (c) des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées.
- Figure III.57 :** Evolution de la contrainte à la flexion (a) et module en flexion (b) des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées
- Figure III.58 :** Evolution de la résilience des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa en fonction taux de fibres non traitées.
- Figure III.59 :** Evolution de la contrainte à la rupture (a), le module d'Young (b) et déformation à la rupture (c) des composites PEHD/fibres Alfa et PS/fibres d traitées avec 5% de NaOH pendant 24h, pour les taux 15% et 25% en poids de fibre.
- Figure III.60 :** Evolution de la contrainte à la flexion (a), le module en flexion (b) des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa traitée avec 5% de NaOH pendant 24h, pour les taux 15% et 25% en poids de fibre.

Figure III.61 : Evolution de la résilience des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa traitées avec 5% de NaOH pendant 24h, pour les taux 15% et 25% en poids de fibres.

Figure III.62 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa avec 15% et 25% en poids de fibres non traitées.

Figure III.63 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa avec 15% et 25% de fibres traitées à 5% de NaOH pendant 24h.

Figure 1.1 : Polymérisation du polyéthylène

Figure 1.2 : Formule chimique de Polystyrène.

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Domaines d'applications et parts de marché des composites à fibres naturelles

Tableau I.2 : Composition chimique de quelques fibres végétales

Tableau I.3 : Composition de la fibre alfa

Tableau I.4 : Propriétés mécaniques de la fibre d'alfa selon la littérature

Tableau I.5 : Quelques propriétés de certains thermoplastiques usuels

Tableau II. 1 : Caractéristiques de matrices utilisées.

Tableau II.2 : Réactifs chimiques utilisés.

Tableau II.3 : Notations des différents traitements appliqués sur les fibres d'alfa.

Tableau III.1 : Taux de cristallinité des fibres d'alfa traitées et non traitées.

Tableau III.2 : Valeurs des paramètres de dégradation thermique de fibres d'alfa avant et après traitement.

Tableau 1.1 : Propriétés physiques, thermiques et mécaniques de différents polyéthylènes

Tableau 2.1 : Propriétés en traction de PEHD avec ces composites à fibres d'alfa non traitées.

Tableau 2.2 : Propriétés en traction des composites à base de fibres d'alfa traitées dans 1% NaOH.

Tableau 2.3 : Propriétés en traction des composites à base de fibres d'alfa traitées dans 3% NaOH.

Tableau 2.4 : Propriétés en traction des composites à base de fibres d'alfa traitées dans 5% NaOH.

Tableau 2.5 : Propriétés en flexion des composites PEHD renforcés à différents taux de fibres d'alfa non traitées.

Tableau 2.6 : Propriétés en flexion des composites PEHD/ fibre d'alfa traitées dans 1% NaOH.

Tableau 2.7 : Propriétés en flexion des composites PEHD/ fibre d'alfa traitées dans 3 % NaOH.

Tableau 2.8 : Propriétés en flexion des composites PEHD/ fibre d'alfa traitées dans 5 % NaOH.

Tableau 2.9 : Résilience des composites de PEHD/ fibres d'alfa non traitées.

Tableau 2.10 : Résilience des composites de PEHD/ fibres d'alfa traitées avec 1% NaOH.

Tableau 2.11 : Résilience des composites de PEHD/ fibres d'alfa traitées avec 3% NaOH.

Tableau 2.12 : Résilience des composites de PEHD/ fibres d'alfa traitées avec 5 % NaOH.

Tableau 2.13 : Propriétés en traction de PS avec ces composites à fibres d'alfa non traitées.

Tableau 2.14: Propriétés en traction des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 1% NaOH

Tableau 2.15: Propriétés en traction des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 3 % NaOH

Tableau 2.16: Propriétés en traction des composites PS/fibre d'alfa non traitée et traitée avec 5 % de NaOH

Tableau 2.17: Propriétés en flexion des matériaux PS/fibre d'alfa renforcés à différents taux de fibres non traitées.

Tableau 2.18: Propriétés à la flexion des composites PS/ fibre d'alfa non traitée et traitée avec 1 % de NaOH.

Tableau 2.19: Propriétés à la flexion des composites PS/ fibre d'alfa non traitée et traitée avec 3 % de NaOH.

Tableau 2.20 : Propriétés à la flexion des composites PS/ fibre d'alfa non traitée et traitée avec 5 % de NaOH.

Tableau 2.21 : La résilience des composites de PS/ fibre d'alfa non traitée.

Tableau 2.22 : La résilience des composites de PS/ fibres d'alfa non traitées et traitées avec 1% de NaOH

Tableau 2.23 : La résilience des composites de PS/ fibres d'alfa non traitées et traitées avec 3% de NaOH

Tableau 2.24 : La résilience des composites de PS/ fibres d'alfa non traitées et traitées avec 5% de NaOH

Tableau 2.25 : Récapitulatif des résultats des essais de traction, de flexion et de choc pour les composites PEHD/fibre d'alfa et composites PS/fibre d'alfa avec différents taux de fibres non traitées.

Tableau 2.26: Récapitulatif des résultats des essais de traction, de flexion et de choc pour les composites PEHD/fibre d'alfa et composites PS/fibre d'alfa traitée avec 5 % de NaOH pour les taux de 15% et 25% en poids de fibres.

Liste des abréviations

PEHD : Polyéthylène à haute densité

PS : Polystyrène

PP : Polypropylène

PVC : Polychlorure de vinyle

IRTF : Infrarouge à transformée de Fourier

DRX : Diffraction à rayon X

MEB : Microscopie électronique à balayage

MO : Microscope optique

ATG : Analyse thermogravimétrique.

DTG : Dérivée de la thermogravimétrie

NaOH : Soude caustique

INTRODUCTION
GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Les matériaux composites ne cessent d'évoluer vers des produits qui combinent de bonnes performances d'utilisation à moindre coût d'élaboration. De plus, dans un souci de protection de l'environnement et de la santé publique, les composites tendent à intégrer un caractère écologique d'où les matières qui entrent dans leur mise en œuvre sont de plus en plus couramment recyclées ou biodégradables. L'utilisation de renfort naturel dans les matériaux composites permet aujourd'hui d'obtenir un matériau avec de bonnes propriétés selon l'usage prédestiné. Différents types de renforts naturels sont utilisés sous forme de fibres dans les matrices polymères. En pratique, plusieurs facteurs influençant les propriétés mécaniques des composites à fibres naturelles ; essentiellement la morphologie des particules, leur dispersion ainsi que la qualité de l'interface. Le paramètre prédominant en termes de propriétés mécaniques est l'interaction renfort/matrice. Une bonne adhésion doit exister à l'interface pour que le transfert des charges entre la matrice et le renfort soit efficace et obtenir ainsi des composites avec de bonnes propriétés mécaniques (résistance, rigidité...). Ce dernier point est particulièrement délicat pour les renforts naturels, car ils présentent une polarité élevée. Ce qui rend ces renforts peu compatibles avec la plupart des polymères thermoplastiques hydrophobes, tels que les polyoléfines (polyéthylène, polypropylène, polystyrène...) utilisés traditionnellement, et qui présentent le plus souvent un caractère apolaire. Afin de réduire l'effet de l'incompatibilité entre le renfort et la matrice, la modification de la surface des fibres végétales est généralement nécessaire. Cette modification contribue à améliorer l'adhésion entre les deux constituants du composite et réduire ainsi l'absorption d'humidité.

Parmi les fibres naturelles, les fibres d'alfa attirent de plus en plus l'attention des chercheurs. En effet, un des avantages des fibres d'alfa est son abondance. En Algérie l'Alfa s'étale sur une superficie de 4.000.000 ha. On peut les trouver également au Maroc (3.186.000 ha), en Tunisie (600.000 ha), en Lybie (350.000 ha) et en Espagne (300.000 ha) [1].

Dans cette thèse de doctorat nous nous intéressons à l'utilisation des fibres extraites de la plante Alfa comme renfort naturel. L'objectif de ce travail de recherche est l'élaboration et la caractérisation de nouveaux matériaux composites à base de polyéthylène à haute densité (PEHD) et de polystyrène (PS). Le but étant d'obtenir des composites sont écologiques, vu que le polyéthylène à haute densité et le polystyrène sont recyclables et les fibres d'alfa sont biodégradables et dérivent d'une ressource renouvelable. De plus, l'association des fibres d'alfa et les matrices précitées donne naissance à des matériaux qui présentent des propriétés bien meilleures que les constituants initiaux.

Ce manuscrit de thèse est structuré autour de trois chapitres. Le premier est une revue de la littérature qui traite d'abord des généralités sur les matériaux composites, les fibres naturelles végétales en général (structure, composition, propriétés et applications) et les fibres d'alfa en particulier. Ensuite, nous abordons les matrices thermoplastiques, l'interface matrice-renfort et les différentes techniques d'amélioration de l'interface matrice-renfort. A la fin du chapitre nous faisons état des différents travaux consacrés aux effets des traitements sur les différentes propriétés des matériaux composites (mécaniques, structurales, physiques, thermiques et morphologiques) et plus spécialement à l'utilisation de fibres naturelles dans diverses matrices telles que le PVC, le polypropylène, le polyester et le polystyrène. Le deuxième chapitre présente les différents matériaux et réactifs utilisés dans cette étude. Nous y décrivons les différentes techniques de préparation et de traitement des fibres d'alfa, les techniques de mise en œuvre des composites ainsi que les techniques de caractérisation utilisées : chimique, structurale, morphologique, thermique, physique et mécanique.

Le dernier chapitre est consacré aux résultats obtenus par les différentes techniques de caractérisation utilisées sur les fibres d'alfa, les composites à base de PEHD et PS. Nous y donnons aussi une étude comparative des propriétés physique et mécanique des composites à base de PEHD et ceux à base de PS.

Enfin, nous terminons par une conclusion générale qui synthétise l'ensemble des résultats obtenus.

CHAPITRE I :
COMPOSITES ET
FIBRES
NATURELLES

I.1. Généralité sur les matériaux composites

Un matériau composite est la combinaison d'au moins deux constituants de natures différentes et immiscibles mais complémentaires. Leur combinaison permet d'avoir un matériau avec des propriétés importantes à celles des matériaux pris séparément [2]. Le matériau composite est composé d'une phase continue appelée matrice, et d'une autre phase discontinue appelée renfort qui ; présente des propriétés mécaniques (résistance et rigidité) meilleures à celles de la matrice. Une interphase se crée entre les deux constituants et aura le rôle de transmettre les contraintes de l'un à l'autre d'où l'établissement d'une bonne adhérence (figure I.1)

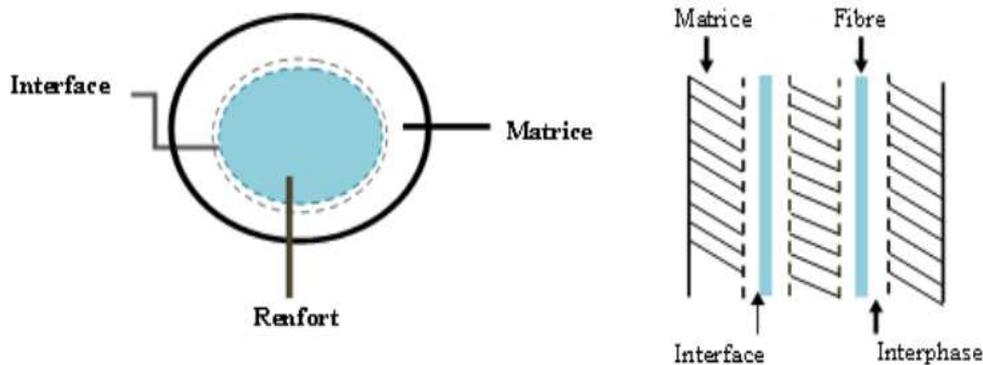


Figure I.1 : Schéma d'un matériau composite idéal [3].

Les matériaux composites sont répartis selon la nature de leur matrice. On trouve, les composites à matrice organique (thermoplastique ou thermodurcissable), et à matrice minérale (métallique (CMM) ou céramique (CMC)). Les propriétés d'un matériau composite dépendent des propriétés de ses constituants, telles que : la morphologie des renforts, de la dispersion/distribution, du taux volumique du renfort, de l'interface renforts/matrice, du procédé de mise en œuvre...etc.

Les matériaux composites sont de plus en plus utilisés dans l'industrie automobile, ferroviaire, aéronautique grâce à leurs propriétés mécaniques importantes par rapport à celles des matériaux usuels (métaux, céramiques et polymères).

Auparavant, les matériaux composites étaient le plus souvent des matrices thermodurcissable ou thermoplastique renforcées par de fibres de verre [4], de carbone [5]...etc. Toutefois, ces dernières années, les matériaux composites à fibres naturelles attirent l'attention des

chercheurs, parce qu'ils pourraient être une solution efficace pour résoudre les problèmes d'environnement.

I.2. Les fibres naturelles

Ces dernières années, l'utilisation des fibres naturelles dans l'industrie de production des matériaux composites est très fréquente. Cela est dû à leurs avantages concurrentiels ; tels que : la biodégradabilité, la légèreté, faible coût de production, bonnes propriétés mécaniques. Les fibres naturelles sont classées selon leurs natures en trois catégories : végétales, animales et minérales ; comme illustré sur la figure I.2.

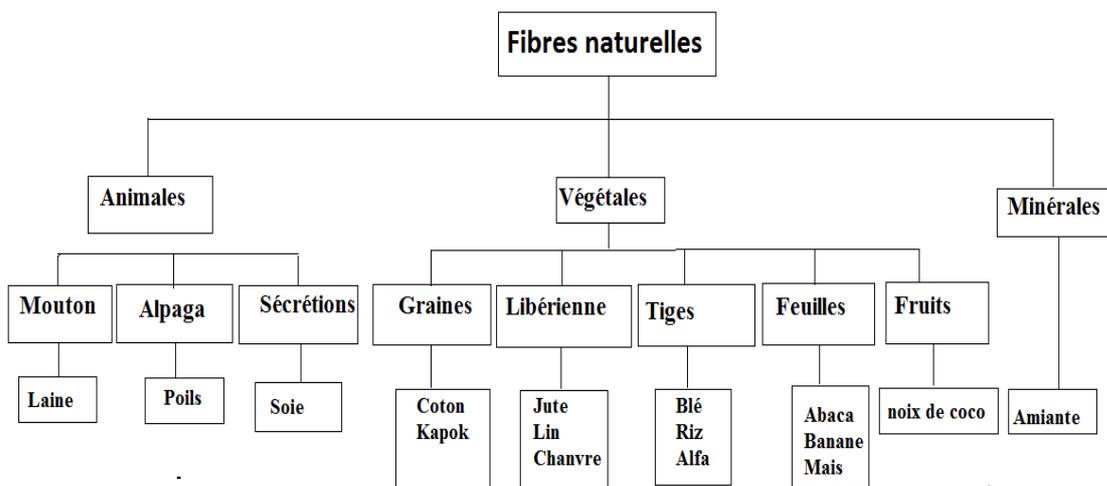


Figure I.2 : Différents types de fibres naturelles [6].

I.3. Application des fibres naturelles

Les fibres naturelles, en particulier les fibres végétales sont très fréquentes dans notre quotidien ; notamment dans les textiles, les cordes, les toiles et les papiers. Actuellement, avec l'intérêt croissant pour les produits respectueux de l'environnement, les fibres naturelles ont réussi à occuper une place importante en tant que renfort dans les composites [7, 8, 9]. Tout d'abord, ces fibres trouvent une gamme d'utilisation très importante dans le domaine automobile et bâtiment. Les domaines d'applications et parts de marché des composites à fibres naturelles sont présentés dans le tableau I.1.

Tableau I.1 : Domaines d'applications et parts de marché des composites à fibres naturelles [10].

Domaine d'application	Part de marché
Bâtiment	30%
Industrie automobile	25%
Equipements industriels	10%
Electronique	9%
Sport	8%
Construction navale et industrie de l'acier	6%
Génie électrique	6%
Industrie de l'aviation et l'espace	3%
Médecine	1%
Chemins de fer	1%
éoliennes	1%

I.4. Structure et composition d'une fibre végétale

Les propriétés d'une fibre végétale sont directement liées à sa composition en polymères naturels. Les constituants chimiques de cette fibre peuvent être subdivisés en deux groupes de substances :

- Les substances macromoléculaires constitutives de la paroi cellulaire sont largement majoritaires. Il s'agit de la cellulose, des hémicelluloses et des lignines qui forment une structure dont la séparation nécessite de puissants traitements chimiques.
- Les substances de faible masse molaire sont plus spécifiques à certaines espèces. Il s'agit des substances extractibles ou extraits.

Chaque fibre se présente comme un biocomposite multicouche dont la lignine joue le rôle d'une matrice enrobant l'élément structurant le plus rigide qui est la cellulose (figure I.3)

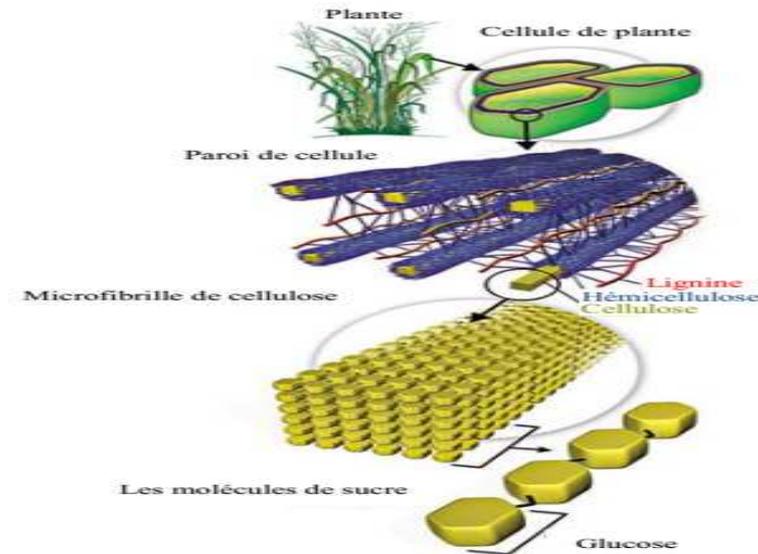


Figure I. 3 : Représentation schématique de la hiérarchie structurale dans une fibre végétale [11].

La composition des fibres végétales varie selon leurs origines botaniques, les conditions climatiques, la maturité et le mode d'extraction [12] (Tableau I.2).

Tableau I.2 : Composition chimique de quelques fibres végétales [13-14].

Fibres	Cellulose (%)	Hémicellulose(%)	Pectine (%)	Lignine (%)
Genêt d'Espagne	44,5	16,3	13,3	18,5
Jute	70	14	2	18
Cotton	93	3	3	1
Lin	71	19	1	2
Ramie	75	15	2	1
Sisal	73	13	1	7
Alfa	45	24	-	24

I.4.1 Cellulose

La cellulose est l'élément important de la masse végétale. D'un point de vue chimique, la cellulose est un homopolymère constitué de longues chaînes linéaires dont le motif de base est le glucose $C_6H_{11}O_5$ (Figure I.4). La cellulose contient des parties cristallines ordonnées et des parties amorphes désordonnées. La cellulose est fortement hydrophile et insoluble dans la plupart des solvants mais en même temps elle est sensible à l'hydrolyse acide ce qui conduit à des sucres solubles dans l'eau [15].

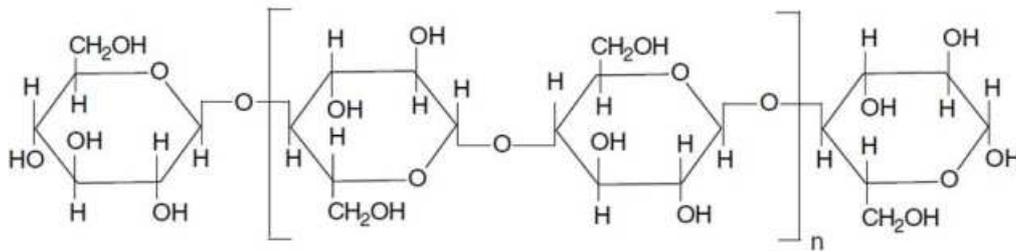


Figure I.4 : Molécule de la cellulose (n répétitions du glucose) [16].

I.4.2 Hémicellulose

L' hémicellulose se trouve sur toutes les parois des fibres. Elle est amorphe, avec un poids moléculaire faible par rapport à la cellulose. C'est le constituant responsable de l'élasticité des fibres ; et qui permet aux parois de s'allonger pendant la croissance [17]. Elle est composée de sucres tels que: arabinose, xylose, glucose, galactose, mannose, et d'acides uroniques [18]. La structure chimique de l'hémicellulose est présentée sur la figure I.5.

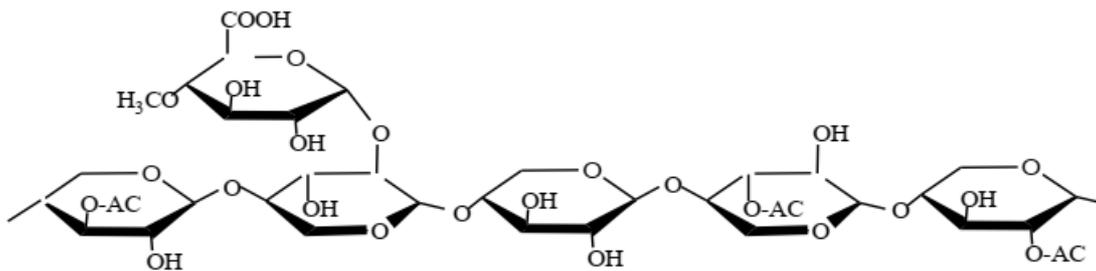


Figure I.5: Structure chimique de l'hémicellulose.

I.4.3 Lignine

Les lignines représentent entre 15 et 35% de la masse sèche des matériaux lignocellulosiques. Ce sont les substances polyphénoliques les plus présentes chez les végétaux [19,20]. La lignine est un peu sensible aux attaques biologique et responsable de la rigidité et de la dureté des bois et des plantes. Elle protège les végétaux contre certaines attaques parasitaires [21]. La structure chimique de la lignine est illustrée sur la figure I.6.

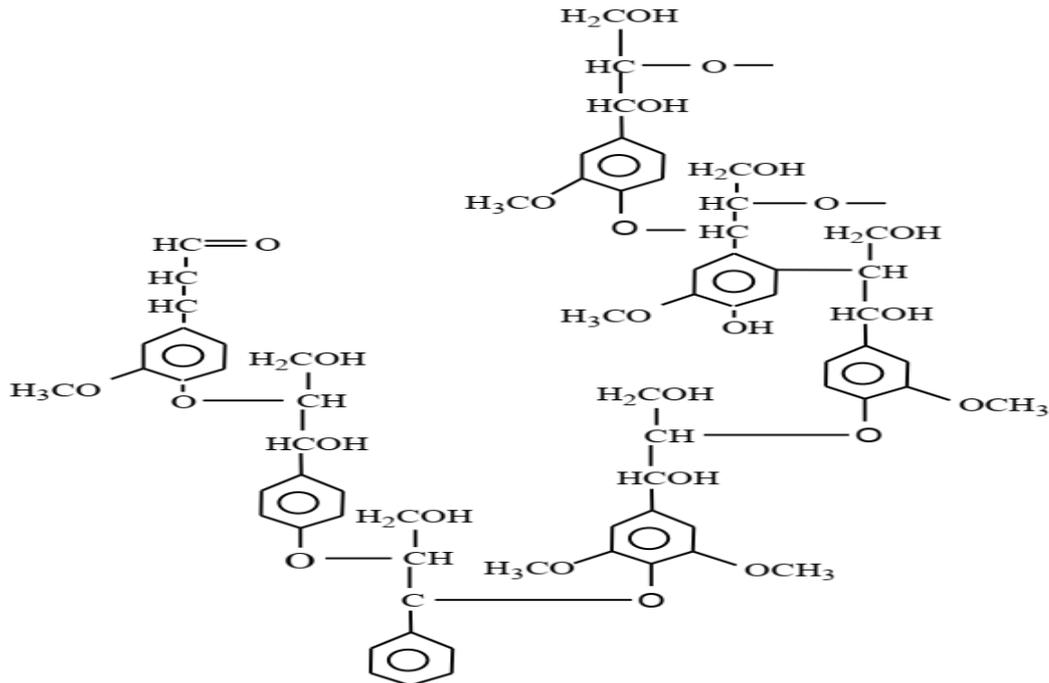


Figure I.6 : Structure chimique de la lignine.

I.4.4 Pectine

La pectine est un polysaccharide acide dont la chaîne principale est composée de monomères d'acide uronique. Elle fournit la flexibilité à la plante [22]. La pectine est le composé le plus hydrophile dans les fibres végétales ; dû aux groupements d'acide carboxylique [23]. La figure I.7 montre la structure chimique de la pectine.

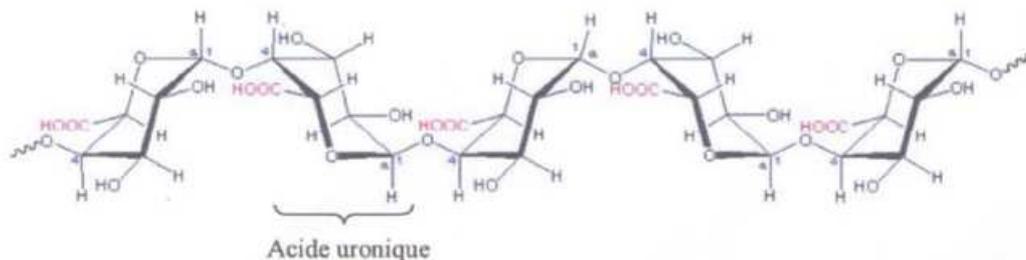


Figure I.7 : Structure d'une chaîne d'acide uronique [16].

I.4.5 Les extractibles

Les extractibles contiennent plusieurs substances chimiques différentes comme les graisses. Ce sont des molécules de faible masse molaire. Ils représentent 2 à 5 % de la masse sèche. Les extractibles ont pour rôle des attaques contre les insectes.

I.5. Présentation de la fibre d'alfa

I.5.1 Généralité sur la fibre d'alfa

L'Alfa, *Stipa tenacissima* L en latin. (Figure I.8) est une herbe vivace, elle se présente en touffes denses, à feuilles longues d'environ 1.2m. Elle pousse dans les régions semi arides et arides, elle délimite le désert. Elle se trouve en Afrique du Nord (l'Algérie, le Maroc, la Tunisie et la Libye) et en Europe du Sud (l'Espagne et l'Italie) [24].



Figure I.8 : Image de la fibre alfa.

L'Alfa fleurit normalement de début du mois de mai jusqu'à fin du mois de juin. L'Alfa « mûre » est récolté manuellement sur la période juillet-novembre. Chaque année la quantité d'Alfa poussant diminue à cause d'actions humaines telles que l'exploitation irrationnelle, le surpâturage, les incendies...etc. L'Alfa n'a pas besoin d'insecticides ni de pesticides nuisibles à l'environnement et elle consomme très peu d'eau. La fibre d'alfa comme toutes fibres végétales est un matériau composite à base d'hémicellulose et de lignine renforcé par cellulose. Plusieurs chercheurs ont étudié cette plante à savoir sa composition chimique. Le taux de chaque composant varie selon la source de provenance, comme indiqué dans le tableau I.3 :

Tableau I.3 : Composition de la fibre d'alfa [25, 26, 27,28].

	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicellulose/ Pectines (%)	Cendres (%)	Cires (%)	Silica (%)	Autres (%)
Akchiche et ses collaborateurs [25]	43,81	18,76	28,4	4,66	-	1,76	2,61
Paiva et ses collaborateurs [26]	45	23	25	2	5	-	-
Brahim et ses collaborateurs [27]	45	24	24	2	5	-	-
Bouiri et ses collaborateurs [28]	47,63	17,71	22,15	5,12	-	-	7,39

I.5.2 Applications

Les domaines d'application de l'Alfa sont diversifiés et multiples, ils sont classés comme suit :

- ❖ Les tiges d'alfa :
 - Les applications artisanales comme des paniers, des tapis, des plateaux, des paillassons... (figure I.9)



Figure I.9 : Des exemples d'artisanat Alfatière (des paniers, des paillassons, des espadrilles...)

- Comme nourriture pour les animaux sauvages (gazelle, lièvres) et pour le bétail (moutons, chameaux, bœufs...).
- Comme combustibles en raison de pouvoir calorifique supérieur de l'Alfa [29].
- ❖ Les fibres d'alfa :
 - La pâte à papier représente le domaine qui utilise le plus de fibres d'alfa (la Société Nationale de Cellulose et de Papier Alfa (SNCPA – Tunisie) produit 25.000 tonnes de papier et 12.000 tonnes de pâte par an (Figure I.10) [30]. Cette pâte sert à la fabrication du papier cigarette, du papier filtre et du papier condensateur (diélectrique) et à la préparation des billets de banque.



Figure I.10 Illustrations de la pâte d'Alfa commercialisée par la SNCPA.

- Les fibres d'alfa non tissés sont utilisées comme couche de renfort pour des emboitures dans le domaine orthopédique [31]. L'Alfa est souvent mélangé avec des fibres synthétiques comme le polypropylène (PP), ou avec des fibres naturelles comme la laine.
- Comme renfort de matrices polymère tels que : le polypropylène [32], le polyester [33], le poly (chlorure de vinyle) [34], l'époxy [35]...etc.

L'utilisation des fibres naturelles est de plus en plus fréquente de nos jours afin d'avoir des matériaux composites biodégradables de bonnes propriétés mécaniques et avec moins d'impact sur l'environnement.

I.5.3 Propriétés mécaniques des fibres d’alfa

Les propriétés mécaniques des fibres d’alfa ont été étudiées par plusieurs auteurs avec un essai de traction sur les fibres individuelles extraites des feuilles (tableau I.4). Pour les fragments de feuilles d’alfa papetières avec un diamètre entre 50 à 200 µm, qui sont obtenus après une série d’extractions mécaniques, chimiques et enzymatiques, ont une résistance à la traction de 45-1669 MPa et un module d’Young de 2,2 à 75 GPa [36, 37], D’autres auteurs ont mesuré les propriétés mécaniques des fibres élémentaires, dans une gamme de 10 à 30 µm, dont le module d’Young est de 19-71 GPa et la résistance à la traction de 245 – 1500 MPa [38].

Tableau I.4 : Propriétés mécaniques de la fibre d’alfa selon la littérature [37].

	Dallel [36]	Hanana et ses collaborateurs[37]	Brahim et ses collaborateurs [38]
Diamètre moy (µm)	-	24,34 ±8,6	-
Module d’Young (GPa)	8± 2,7	58 ± 17	21,5
Résistance à la traction max	75 ± 24,09	1327 ±342	247
Elongation à la rupture (%)	2,8 ±2	2,4 ± 0,6	1,96
Processus d’extraction	Mécanique chimique enzymatique	Rouissage mécanique chimique enzymatique	chimique
Application spécifique	Textile	Composite	Composite

I.6. Matrice thermoplastique

La matrice est l'un des constituant des matériaux composites qui a pour rôle de :

- La répartition de la charge mécanique sur tout le renfort ;
- La cohésion des fibres pour une meilleure homogénéisation de l'ensemble ;

- La protection des renforts vis-à-vis du milieu extérieur (chocs mécaniques ou thermiques) [39].

Les types de matrices les plus rencontrés sont indiqués sur la figure I.11.

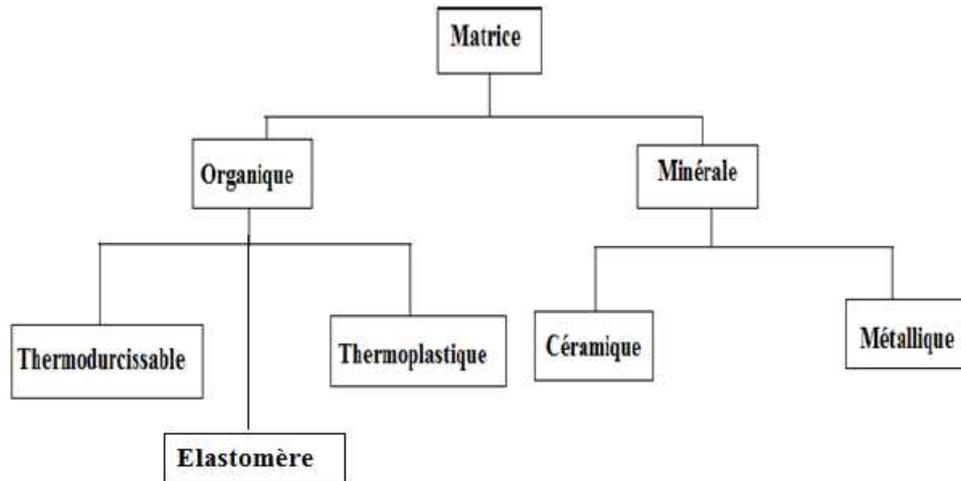


Figure I.11 : Types de matrices [40].

Les thermoplastiques sont caractérisés par une structure linéaire ou ramifiée, amorphe ou semi cristalline. Ils se présentent sous forme solide (granulés, plaques...). Sous l'effet de la chaleur, ils se ramollissent ; deviennent souples et malléables. Avec refroidissement, ils reprennent ; à nouveau ; leur état initial. Comme cette transformation est réversible, les thermoplastiques conservent leurs propriétés et ils sont recyclables.

L'utilisation des thermoplastiques comme matrice dans les matériaux composites à renfort naturel doit tenir compte des limitations imposées par ces fibres bien particulières. En effet, l'utilisation des fibres est limitée aux alentours de 200°C [41]. Parmi les thermoplastiques utilisés comme matrices pour des composites renforcés par des fibres végétales, on peut citer le polyéthylène basse densité (PEBD) ; polyéthylène haute densité (PEHD) ; le polypropylène (PP) ; le Polychlorure de vinyle (PVC); le polystyrène (PS) et ses copolymères. Le tableau I.5 présente quelques propriétés de certains thermoplastiques usuels.

Tableau I.5 : Quelques propriétés de certains thermoplastiques usuels [42].

	polyéthylène haute densité (PEHD)	polypropylène (PP)	Polychlorure de vinyle (PVC)	Polystyrène (PS)
T_g (°C)	-100	5	75-105	90-100
T_f (°C)	134	165	160-220	-
Densité	0,95	0,92	1,39	1,05
σ_t (MPa)	28	30	58	55
E (GPa)	1,1	1,2	2,9	3,2
α_d à 20°C (10⁻⁵ K⁻¹)	3,4-4,0	9	1,6-7,7	1,8-2,4

T_g : Température de transition vitreuse (°C), T_f : Température de fusion (°C), σ_t : Contrainte à la traction (MPa), E : Module d'Young (GPa), α_d : Coefficient de dilatation thermique à 20°C (10⁻⁵ K⁻¹).

I.7. Interface matrice-renfort dans les matériaux composites

L'adhésion entre la matrice et le renfort est le point le plus important au niveau des caractéristiques des matériaux composites. Le manque d'adhésion entre les deux constituants est une difficulté qui peut limiter l'usage des fibres naturelles dans les composites. Ce phénomène est lié au caractère hydrophile et polaire des fibres naturelles, qui sont incompatible avec les polymères hydrophobes et apolaires [43]. Pour pallier à ce problème, beaucoup de recherches ont porté sur l'amélioration de l'adhésion fibre/matrice.

I.8. Techniques d'amélioration de l'interface matrice/renfort

En raison de l'incompatibilité entre le renfort naturel et la matrice thermoplastique, le traitement est nécessaire pour la matrice et /ou la fibre afin de créer des liaisons fortes entre les deux constituants de composite. Les différentes techniques de traitement pouvant être appliquées sont généralement classées en deux catégories : Par voie physique et par voie chimique [9].

I.8.1 Technique de modification par voie physique

Les méthodes physiques, modifient la surface de la fibre et les propriétés structurales sans modifier la composition de la fibre cellulosique. Parmi ces méthodes les plus utilisées la décharge électrique (corona, plasma froid). Elles sont reconnues efficaces pour des substrats de polymères non actifs comme le polypropylène, le polyéthylène, le polystyrène...etc. Ces

méthodes sont utilisées avec succès sur des fibres cellulosiques pour réduire la viscosité à l'état fondu des composites cellulose/polyéthylène et pour améliorer les propriétés mécaniques des composites cellulose/polyéthylène [44,45].

I.8.2 Technique de modification par voie chimique

Le traitement chimique a pour but d'optimiser l'interface entre la fibre cellulosique hydrophile et la matrice polymère hydrophobe. Dans la bibliographie il y a plusieurs méthodes chimiques variées qu'on peut citer : le traitement avec le silane [46,47], traitement avec l'anhydride maléique [48], traitement avec l'anhydride acétique [49], traitement alcalin [50,51]...etc. Cependant, certaines de ces méthodes posent des inconvénients tels que l'utilisation des équipements et/ou des produits chimiques onéreux.

Dans notre étude, nous sommes intéressés uniquement au traitement alcalin, appelé mercerisation ou mercerisage. Ce type de traitement est le plus utilisé pour traiter les fibres naturelles lorsqu'elles sont destinées pour renforcer les polymères [52].

Le principe de la mercerisation ; proposée par la norme ASTM D 1965 ; consiste à soumettre une fibre végétale à une interaction avec une solution aqueuse concentrée d'une base forte, dans le but de provoquer un gonflement important résultant en des changements dans la structure fine, la dimension, la morphologie et les propriétés mécaniques [53- 57].

Ce traitement sert à éliminer les composants non cellulosiques tels que : l'hémicellulose, la lignine, la pectine, les cires et les huiles naturelles qui se trouvent sur la surface de la fibre. L'élimination de ces composants amorphes ; conduit à l'amélioration de la résistance à la traction des fibres [55], [58,59]. La figure I.12 représente la réaction de traitement à la soude sur la fibre cellulosique.

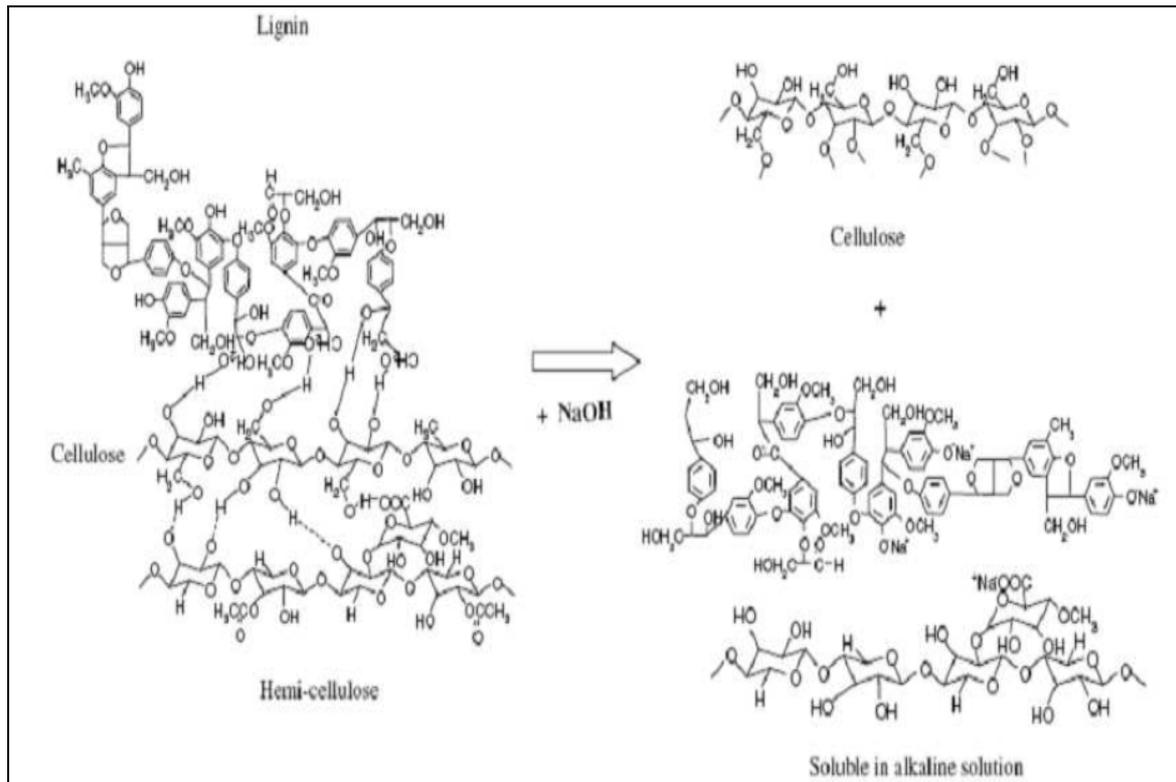


Figure I.12 : Réaction de traitement par la soude [55].

L'effet de la soude sur les fibres cellulosiques est une réaction de gonflement, au cours de laquelle la structure cristalline naturelle de la cellulose relaxe. La cellulose native (telle qu'elle existe dans la nature) possède un réseau cristallin monoclinique de cellulose-I, qui peut être transformé en différentes formes polymorphes par des traitements chimiques ou thermiques [55].

Le type de la base utilisée (KOH, NaOH, LiOH) et sa concentration influent sur le degré de gonflement ainsi sur le degré de transformation de cellulose-I en cellulose-II. Le plus utilisé est le NaOH dû au diamètre de Na^+ qui est favorable et capable d'élargir l'espace entre les plans réticulaires et d'y pénétrer. Dont on aura la formation d'un réseau Na-cellulose-I, réseau comportant des distances relativement grandes entre les molécules de cellulose. Ces espaces créés sont remplis de molécules d'eau. Dans cette structure, les groupes -OH de la cellulose sont convertis en groupes -ONa, élargissant les dimensions des molécules. Des lavages avec l'eau élimineront les liaisons Na-ions et convertiront la cellulose en une nouvelle structure cristalline, la cellulose II [60] (Figure I.13).

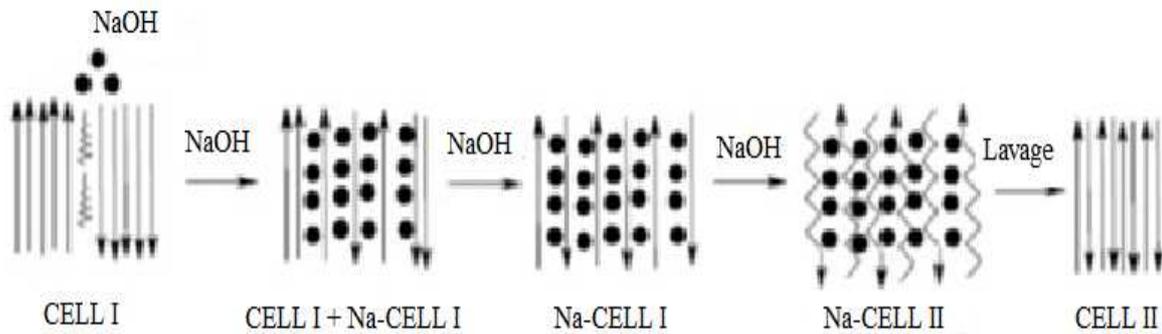


Figure I.13 : Passage de la cellulose I à la Cellulose II pendant la mercerisation [60].

I.9. Effet du traitement sur les différentes propriétés des composites

Les fibres cellulosiques ont été soumises aux différents traitements afin de modifier et mettre en valeur l'interface entre la matrice polymérique et la fibre ainsi d'améliorer les différentes propriétés du composite.

I.9.1 Propriétés mécaniques

Des études montrent que le traitement alcalin influe considérablement sur les propriétés mécaniques des composites.

Rokbi et ses collaborateurs [61] ont étudié les propriétés en flexion du composite polyester renforcé par les fibres d'alfa traitées avec NaOH à différentes concentrations 1%, 5% et 10% pendant 0h, 24h et 48h. Les résultats montrent une amélioration de la contrainte à la flexion et du module de flexion d'environ 60% et 62% respectivement pour les composites renforcés avec des fibres d'alfa traitées à 10% de NaOH pendant 24h comparativement aux composites renforcés par des fibres non traitées.

Benyahia et ses collaborateurs [62] ont traité les fibres d'alfa par une solution de NaOH avec 1%, 3%, 5% et 7% durant 24h. Les résultats obtenus montrent que la résistance à la traction et la résistance à la flexion des composites à fibres traitées avec 7% de NaOH s'améliorent de l'ordre de 30% et 50% respectivement ; comparant aux composites polyesters renforcés par des fibres d'alfa non traitées.

Arrakhiz et ses collaborateurs [63] ont étudié l'effet de trois traitements sur le comportement du composite polypropylène renforcé par de fibres d'alfa : traitement alcalin, traitement avec l'acide palmitique et celui avec le bromure de Dodecyl .L'étude a montré que les propriétés mécaniques sont meilleures avec l'acide palmitique.

Mohanty et ses collaborateurs [64] ont étudié l'effet de traitement alcalin sur les propriétés mécaniques des composites en polyester renforcé par la fibre de sisal. Ils ont remarqué que le traitement à 5% de NaOH donne une meilleure résistance mécanique par rapport à 10% de NaOH. Ceci est dû à l'augmentation de la concentration de NaOH, qui peut être néfaste et entraîne la fragilisation des fibres ; ce qui influe sur les propriétés mécaniques des composites.

J. P. Siregar et ses collaborateurs [65] ont étudié l'effet du traitement alcalin des fibres de feuilles d'ananas sur les propriétés mécaniques des composites à base de polystyrène (PS) en utilisant une solution de NaOH à 2% et 4%. D'après leurs résultats, ils ont remarqué une augmentation des propriétés mécaniques des composites telles que la résistance à la traction, le module à la traction, la résistance à la flexion, le module de flexion et la dureté avec une concentration de 4% de NaOH.

D. Bachtiar et ses collaborateurs [66] ont mené une étude sur l'effet du traitement alcalin des fibres de palmier sur les propriétés en flexion (résistance à la flexion et module de flexion) et sur la résistance au choc des composites à base de polystyrène. Avec la concentration de 6% NaOH, ils ont constaté une amélioration des propriétés en flexion et la résistance au choc des composites à fibres traitées par rapport aux composites à fibres non traitées.

I.9.2 Propriétés structurales et physiques

Les études montrent aussi que le traitement alcalin de la fibre influe également sur les propriétés structurales et physiques de la fibre et ces composites.

Bisanda et ses collaborateurs [67] ont étudié les propriétés mécaniques et physiques des composites époxyde/fibres de sisal, sous l'effet du traitement chimique de la surface des fibres de sisal avec le silane et avec traitement alcalin. D'après leurs résultats, ont constaté une amélioration de la résistance à l'absorption d'eau des composites. Ils ont remarqué également qu'avec un taux d'absorption d'eau élevé conduit à une réduction considérable des propriétés mécaniques.

Ikhlef [68] a étudié l'infrarouge de la fibre de Genêt d' Espagne (GE) traitée avec NaOH à 1,25N à différents temps et différentes températures. Les résultats obtenus ont montré un changement de la structure de GE, suite au traitement. Après la modification avec NaOH ; les bandes à 1730 et 1245 cm^{-1} , attribuées aux vibrations d'élongation des carbonyles C=O de la

lignine et les groupes C-O de l'hémicelluloses, ont été disparues. Un pic à 1248 cm^{-1} attribué à l'élongation des liaisons C-O-C du groupement d'éther de la lignine a été également disparu.

Benyahia et ses collaborateurs [62] ont constaté une amélioration d'ordre de 51,52% de la cristallinité des fibres d'alfa traitées avec 7% NaOH pendant 24h, comparativement aux fibres non traitées.

Fernandes et ses collaborateurs [69] ont étudié les propriétés structurales (cristallinité) et physique (densité) de la fibre de sisal sous traitement d'une solution NaOH pendant 2h à température ambiante. Les résultats obtenus ont montré que ses propriétés augmentent avec le traitement. Ceci est dû au bon arrangement des chaînes de la cellulose, suite à l'élimination des composants amorphes : lignine, pectines et les cires.

I.9.3 Propriétés thermiques

Le traitement alcalin de la fibre agit également sur la stabilité thermique des fibres et des composites.

Narendar et ses collaborateurs [70] se sont intéressés à l'effet du traitement alcalin sur les fibres de noix de coco. Ils ont montré que le traitement à la soude avec 5% pendant 4h améliore la stabilité thermique de la fibre de noix de coco.

Barreto et ses collaborateurs [71] ont étudié l'effet de traitement alcalin avec 5% et 10% NaOH sur les propriétés des composites à matrice phénolique. Les résultats obtenus montrent que la stabilité thermique des fibres de sisal traitées est améliorée. Ils ont observé aussi une augmentation de 15°C pour les composites renforcés avec les fibres de sisal traitées à 10% NaOH comparés aux composites à fibres non traitées.

I.9.4 Propriétés morphologiques

La morphologie des fibres naturelles change avec le traitement, ainsi influe sur l'adhésion avec la matrice.

Nguyen et ses collaborateurs [72] ont remarqué avec microscopie électronique à balayage (MEB) que, pour les fibres de bambou traitées avec NaOH ; les impuretés à la surface des fibres (la cire, l'huile, la pectine...) sont définitivement éliminées, et un changement de la topographie des fibres s'est établi (Figure I.14).

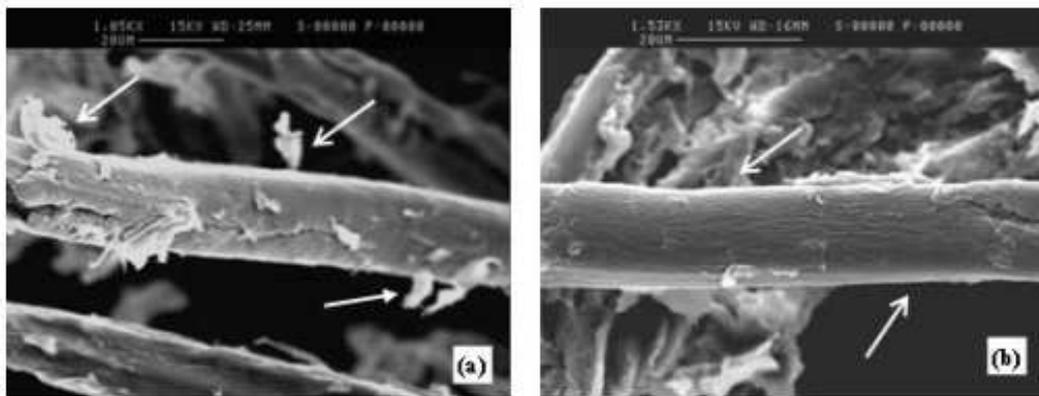


Figure I.14 : Images des fibres de bambou avant (a) et après (b) traitement par NaOH observées par MEB.

Bouhank [73], une bonne adhésion et une meilleure compatibilité entre la fibre GE et la matrice PVC ; ont été observées avec MEB ; suite à un traitement alcalin (Figure I.15).

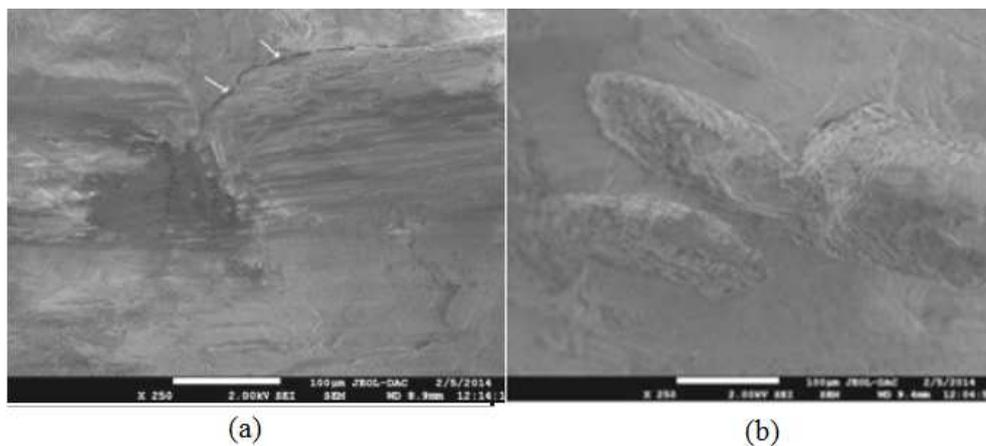


Figure I.15 : Micrographies électroniques des composites PVC/GE à 30% de fibres non traitées (a) et traitées par NaOH (b).

I.10 Conclusion

Ces dernières années, des chercheurs ont intéressé à valoriser les fibres végétales dans les matériaux composites pour améliorer leur performances et leur durabilité. L'incorporation des fibres végétales à une matrice polymérique conduit à un matériau composite avec des propriétés améliorées.

Dans notre étude, nous sommes intéressés à la fibre d'alfa. Cette source végétale constitue une ressource renouvelable, biodégradable, de faible coût. Avec ses bonnes propriétés mécaniques, la fibre d'alfa peut remplacer les autres fibres naturelles (comme le sisal, le chanvre...etc.) ou encore les fibres conventionnelles (comme les fibres de carbone et les fibres de verre). Le caractère hydrophile des fibres végétales un des inconvénients majeur qui

limitent leur utilisation dans les matériaux composites. Les fibres végétales polaire sont difficiles à disperser dans des polymères apolaires et présentent souvent des problèmes de compatibilité à l'interface. De plus, la dégradation thermique de ces fibres est un facteur limitant des procédés de mise en œuvre des composites.

Pour pallier au problème d'interface entre la fibre végétale et la matrice polymérique, des traitements ou des modifications peuvent se faire soit sur la fibre et/ou sur la matrice. Dans notre étude nous avons choisi de traiter la fibre d'alfa avec de la soude qui représente l'un des traitements le plus facile et le moins cher à réaliser.

CHAPITRE II :
MATERIAUX ET
TECHNIQUES
EXPERIMENTALES

II.1 Introduction

Ce chapitre présente l'ensemble des techniques et méthodes mises en œuvre pour la caractérisation des fibres et les composites élaborés. Nous avons décrit le protocole expérimental que nous avons suivi au cours de ce travail. Tout d'abord nous avons présenté les matériaux utilisés dans l'élaboration de composites biodégradables à matrice polyéthylène à haute densité (PEHD) et à matrice polystyrène (PS) chargées de fibres naturelle Alfa, qui sont incorporées à des taux massiques de 0, 5, 10, 15, 20,25 et 30%. Nous nous sommes intéressés particulièrement au problème d'adhésion entre les matrices polymères PEHD ou PS et la fibre d'alfa. Le manque de compatibilité entre la matrice et le renfort provoque la diminution des propriétés mécaniques des composites. Afin de pallier au problème d'interface fibre/matrice, les fibres d'alfa ont été modifiées par la solution soude caustique (NaOH) à différentes concentrations 1%, 3% et 5% pendant 24h, 48h et 72h. Enfin, nous avons étudié l'effet du traitement alcalin sur les propriétés structurales, morphologiques et thermiques de la fibre d'alfa ainsi que l'évolution des propriétés morphologiques, mécaniques (traction, flexion et choc) et physiques (absorption d'eau) des composites PEHD/fibres d'alfa et des composites PS/ fibres d'alfa en fonction du taux de fibres et du traitement.

II.2 Matériaux utilisés

II.2.1 Matrices : polyéthylène à haute densité (PEHD) et polystyrène (PS)

Les polymères utilisés dans cette étude sont le polyéthylène à haute densité (PEHD) et le polystyrène (PS) de l'Entreprise Nationale Industrielle en Electroménager (E.N.I.E.M) de Tizi-Ouzou (Algérie). Le tableau II.1 présente quelques caractéristiques ces deux polymères.

Tableau II.1: Caractéristiques de matrices utilisées.

	PEHD	PS
Densité	0,962 à 0,97	1,05
Indice de fluidité	190°C/2,16 (> 5,5 g/10 min)	200°C/5kg (> 12g/10 min)

II.2.2 Renfort : fibres d'alfa

Le renfort utilisé dans cette étude est la fibre végétale Alfa, de la région de Djelfa (Algérie). Le choix de ce renfort est basé sur sa disponibilité.



Figure II.1 : Plante Alfa (a) et les tiges d'alfa utilisées dans ce travail (b).

II.2.3 Les réactifs

Les réactifs chimiques utilisés dans ce travail sont indiqués dans le tableau II.2.

Tableau II.2 : Réactifs chimiques utilisés.

Réactifs	Formule chimique	Masse molaire (g/mol)	Densité / masse volumique (g/cm ³)
Hydroxyde de sodium	NaOH	40	-
Acide acétique	C ₂ H ₄ O ₂	60,04	1,0480 à 1,051
Ethanol	C ₂ H ₆ O	46,07	0,805 à 0,811
Acétone	C ₃ H ₆ O	58,08	0,784
Acide sulfurique	H ₂ SO ₄	98,08	1,84
Acétate de sodium	C ₂ H ₃ NaO ₂	82,03	-
Chlorate de sodium	NaClO ₃	106,44	2,5

II.3 Techniques expérimentales

II.3.1 Préparation et traitement chimique des fibres d'alfa

II.3.1.1 Processus de préparation et de traitement de la fibre d'alfa

Le processus de préparation et de traitement de la fibre d'alfa suit un cheminement structuré. Les principales étapes sont données dans la figure II.2 suivant l'ordre chronologique adopté .

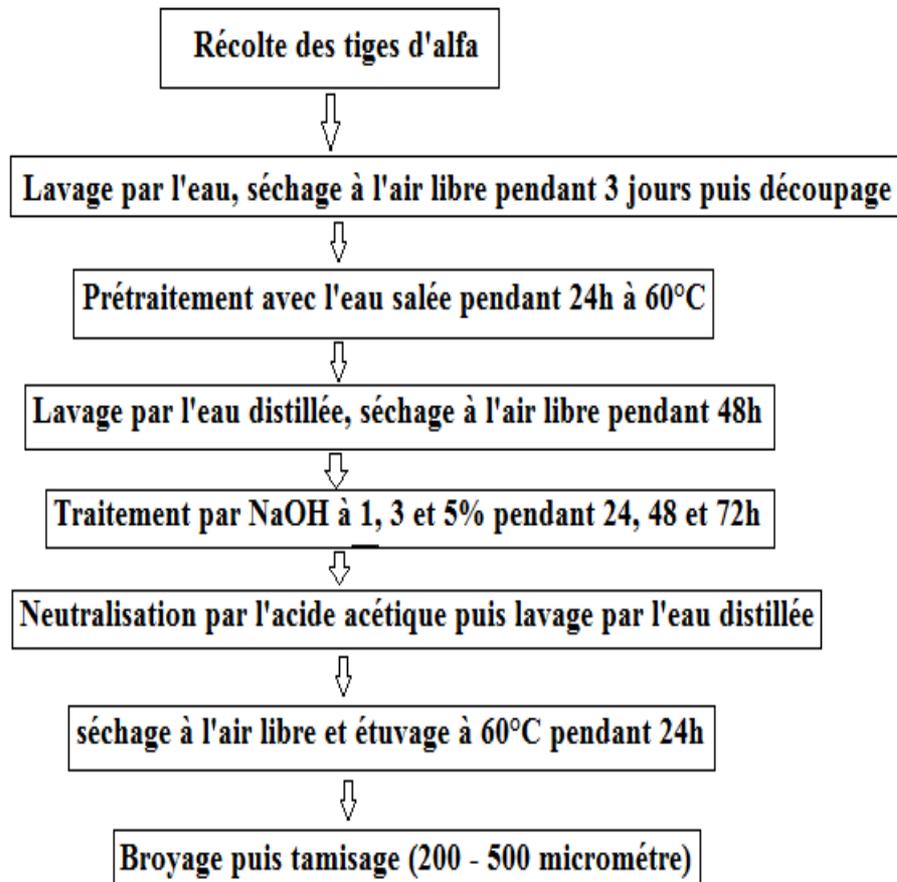


Figure II.2 : Préparation et traitement de la fibre d'alfa.

II.3.1.2 Préparation des fibres d'alfa à partir de la tige

Etape 1 : Récolte des tiges d'alfa

La récolte des tiges d'alfa s'effectue entre le début et la fin de la fleuraison de la plante. Afin d'obtenir une bonne qualité de la charge, il est préférable de cueillir les tiges entre le mois de juillet et le mois d'août [36].

Etape 2 : Lavage des tiges d'alfa

Il est fort probable que les tiges d'alfa contiennent de la terre, de la poussière et parfois d'autres impuretés. Le lavage à l'eau est nécessaire afin d'éliminer ces impuretés et d'avoir des tiges propres et utilisables.

Etape 3 : Séchage et découpage

Les tiges lavées ont été laissées à l'air libre pendant 3 jours pour qu'elles soient séchées, et réduire ainsi le taux d'humidité. Ensuite, les tiges ont été découpées de façon à obtenir des longueurs de tiges entre 1 et 2 cm.

Etape 4 : Prétraitement des tiges d'alfa

Avant le traitement, les tiges d'alfa ont subi un prétraitement avec de l'eau salée (35 g de NaCl dans 1 litre d'eau distillée) pendant 24 h à 60°C [17]. Cela, permet d'extraire les cires à la surface des tiges. Ensuite, ces tiges ont été lavées de nouveau avec de l'eau distillée, puis séchées dans une étuve à 60°C pendant 48 heures.

II.3.1.3 Traitement alcalin des fibres d'alfa

En premier lieu, les tiges d'alfa obtenues sont immergées dans une solution de la soude caustique (NaOH) à différentes concentrations 1%, 3% et 5% pendant 24h, 48h et 72h. Ces tiges ont subi un lavage à l'eau distillée pour éliminer la soude caustique. Les traces potentielles de NaOH sont neutralisées à l'aide de l'acide acétique à 2% pendant 10 min. Par la suite, ces tiges ont été rincées à nouveau avec de l'eau distillée. Elles sont séchées à l'air libre pendant 24h ; puis étuvées à 60°C pendant 6 heures. Enfin, ces tiges séchées sont broyées puis tamisées. La granulométrie des fibres obtenues est comprise entre 200 et 500 μm .

Tableau II. 3 : Notations des différents traitements appliqués sur les fibres d’alfa.

Notations	Traitement chimique
AB	Alfa Brute (aucun traitement)
A124	Fibres d’alfa traitées à 1% de NaOH pendant 24h à température ambiante
A148	Fibres d’alfa traitées à 1% de NaOH pendant 48h à température ambiante
A172	Fibres d’alfa traitées à 1% de NaOH pendant 72h à température ambiante
A324	Fibres d’alfa traitées à 3% de NaOH pendant 24h à température ambiante
A348	Fibres d’alfa traitées à 3% de NaOH pendant 48h à température ambiante
A372	Fibres d’alfa traitées à 3% de NaOH pendant 72h à température ambiante
A524	Fibres d’alfa traitées à 5% de NaOH pendant 24h à température ambiante
A548	Fibres d’alfa traitées à 5% de NaOH pendant 48h à température ambiante
A572	Fibres d’alfa traitées à 5% de NaOH pendant 72h à température ambiante

II.3.2 Elaboration des composites PEHD/Alfa et PS/Alfa

La préparation des composites à renfort naturel est une étape aussi importante que le traitement et la modification des fibres.

Dans notre travail, les composites élaborés se composent des fibres d’alfa (comme renfort naturel) et d’une matrice thermoplastique, le PEHD ou le PS. La mise en œuvre, de ces composites, passe par trois étapes :

- a) Le mélange de polymère (PEHD ou PS) avec les fibres d’alfa traitées et non traitées ; a été préparé à différents pourcentages (en poids) : 0%, 5%,10%,15%,20%, 25% et 30% de fibres.
- b) Les composites PEHD/fibres d’alfa et PS/fibres d’alfa à différents taux de fibres ont été préparés par la machine d’injection plastique de type TOSHIBA IS 15⁰ E de 150 TONNES. Nous avons réalisé des plaques rectangulaires.
- c) Les plaques de forme rectangulaire, récupérées dans la précédente étape, sont placées sous une presse afin d’être découpées en éprouvettes de forme haltère pour les tests de traction, en éprouvettes avec entaille pour les tests de choc et en éprouvettes pour les tests de flexion à trois points.

II.4 Techniques de caractérisation

Pour mettre en évidence la modification chimique de la fibre d'alfa et les performances des matériaux composites élaborés, différentes techniques de caractérisation ont été utilisées à savoir :

- Caractérisation chimique des fibres d'alfa ;
- Caractérisation structurale : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) et Diffraction des Rayons X (DRX) ;
- Caractérisation morphologique : Microscope Optique (MO) et Microscopie Electronique à Balayage (MEB) ;
- Caractérisation thermique par Analyse Thermogravimétrique (ATG) ;
- Caractérisation physique : Absorption d'eau et perte en masse ;
- Caractérisation mécanique : Tests de traction, tests de flexion à trois points et tests de choc Charpy.

II. 4.1 Caractérisation chimique

II. 4.1.1 Détermination de la teneur en matières minérales (ou en cendres)

Un creuset en céramique de masse " m_0 " avec 1 g de fibres d'alfa ($125\mu\text{m}$) ont été introduits dans l'étuve à 105°C pendant 48h, afin d'éliminer les traces d'humidité. A la sortie de l'étuve, le creuset-échantillon est refroidi dans un dessiccateur. La masse de l'ensemble creuset-échantillon sec a été prise " m_1 ". Les échantillons ont été calcinés à 550°C pendant 4 heures [74]. Après refroidissement, la masse de l'ensemble creuset-échantillon calciné a été déterminée " m_2 ". La teneur en matière minérale (cendre) est exprimée en % par la formule suivante :

$$TM_m (\%) = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} * 100$$

Avec

m_0 : masse du creuset vide (g) ;

m_1 : masse du creuset-échantillon sec (g) ;

m_2 : masse du creuset-échantillon calciné (g).

II.4.1.2 Détermination du taux d'extractibles

Le taux d'extractibles est déterminé en mettant une masse de fibres d'alfa (125µm dans une cartouche d'extraction en coton. En utilisant un Soxhlet, trois extractions ont été appliquées sur les fibres d'alfa. Tout d'abord une extraction avec un mélange acétone/éthanol (2/1), suivi d'une extraction avec de l'éthanol et enfin une extraction avec l'eau distillée.

Le principe consiste à mettre une quantité de fibres d'alfa " m_0 " dans le Soxhlet et le solvant dans le ballon. Les fibres sont prétraitées par le mélange Acétone/Ethanol (2/1) pendant 2 heures. Puis, avec l'éthanol pendant 2 heures afin d'éliminer les graisses et les cires [75]. Les fibres dégraissées sont alors extraites par l'eau distillée à 100°C pendant 2 heures pour éliminer les sucres libres [76]. Enfin, les fibres sont séchées à l'air libre puis étuvées à 105°C pendant 12 heures. Après refroidissement, la masse finale " m_1 " est pesée. Le taux des extractibles est déterminé par la relation suivante :

$$\text{Taux des extractibles (\%)} = \frac{m_0 - m_1}{m_0} * 100$$

Avec

m_0 : masse initiale de la fibre d'alfa (g) ;

m_1 : masse des fibres après étuvage (g).

II.4.1.3 Détermination du taux de lignine (Méthode de Klason)

Le taux de lignine est déterminé en mettant une quantité de fibre d'alfa " m_0 " en contact avec 15 ml d'acide sulfurique à 72% pendant 2 heures avec une agitation chaque 15 minute. Ensuite l'échantillon est transvasé dans un erlenmeyer en diluant avec 560 ml d'eau distillée et porté sous chauffage à reflux pendant 4 heures. Puis, laissé à l'air libre pour se refroidir. Après refroidissement, l'échantillon est filtré sous vide et rincé avec l'eau chaude. Et enfin après l'étuvage à 105°C, la masse de l'échantillon final " m_1 " est mesurée. Le taux de lignine est donné par la relation suivante :

$$\text{Taux de lignine (\%)} = \frac{m_0 - m_1}{m_0} * 100$$

Avec

m_0 : masse de la fibre d'alfa extraite (g) ;

m_1 : masse finale de l'échantillon(g).

II.4.1.4 Détermination de la teneur d'holocellulose

Le taux d'holocellulose est déterminé en mettant 2g de fibres extraites avec 80 ml d'une solution d'acide acétique et d'acétate de sodium et porté sous chauffage à reflux à 80°C pendant 8 heures. On ajoute chaque 2 heures, 2 g de chlorate de sodium. L'échantillon est filtré et rincé avec 500 ml d'eau distillée suivi de 15 ml d'acétone. Ensuite le séché dans l'étuve à 105°C jusqu'à un poids constant " m_1 ".

$$\text{hollo (\%)} = \left(\frac{m_1}{m_0}\right) * 100$$

Avec

m_0 : masse de la fibre d'alfa extraite (g) ;

m_1 : masse d'hollocellulose (g).

II.4.1.5 Détermination de la teneur en α -cellulose

Le taux en α -cellulose est déterminé en mettant une masse " m_1 " d'hollocellulose récupérée dans la première étape est introduite dans 25 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium à 17,5% pendant 50 minutes. Ensuite l'échantillon est filtré et lavé avec 500 ml d'eau distillée suivi de 15 ml d'acide acétique à 10%. Après séchage jusqu'à un poids constant " m_2 ". Le taux de cellulose est donné par la relation suivante :

$$\text{Taux de cellulose (\%)} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} * 100$$

Avec

m_1 : masse d'hollocellulose (g) ;

m_2 : masse après séchage (g).

II.4.1.6 Détermination du taux d'hémicellulose

La quantité d'hémicellulose peut être déduite à partir des teneurs d'hollocellulose et d' α -cellulose par la relation suivante :

$$\text{hémicellulose (\%)} = \text{hollo (\%)} - \alpha\text{cell (\%)}$$

II.4.2 Caractérisation structurale

II.4.2.1 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une analyse qualitative utilisée pour identifier les bandes d'absorption caractéristiques, qui correspondent aux modes de vibrations (élongation, déformation) spécifiques des liaisons chimiques [76]. Avec la spectroscopie infrarouge on peut également étudier les modifications de la structure des matériaux résultant de différents phénomènes à savoir le traitement chimique, la dégradation et les différents vieillissements [77].

Les spectres infrarouges des échantillons des fibres d'alfa traitées et non traitées ont été enregistrés sur un spectrophotomètre de modèle Vertex 70 en mode RTA (Réflexion Totale Atténuée).

II.4.2.2 Diffraction des Rayons X (DRX)

La diffraction des Rayons X (DRX) est une technique de détermination des structures cristallines des composés organiques ou minéraux et du taux de cristallinité. On peut ainsi avoir une estimation sur la taille des cristallites [78].

Le taux de cristallinité (I_c) selon L. Segal est donné par la formule suivante :

$$\text{Taux de cristallinité (\%)} = \frac{I_{200} - I_{am}}{I_{200}} * 100$$

Avec

I_{200} : Intensité maximale du spectre (le matériau amorphe et cristallin).

I_{am} : Intensité maximale de la partie amorphe.

Les essais de diffraction des Rayons X des fibres d'alfa traitées et non traitées sont réalisés à l'aide d'un diffractomètre de type XPERT PRO, en utilisant la raie $K\alpha_1$ du cuivre ($\lambda = 1.54056$ nm). Les diffractogrammes ont été enregistrés en fonction de l'angle de diffraction 2θ compris entre 10 et 120°.

II.4.3 Caractérisation morphologique

II.4.3.1 Microscope Optique (MO)

L'observation par microscope optique de la fibre d'alfa traitée et non traitée, nous permet de distinguer l'effet du traitement alcalin sur la structure de la fibre. Le microscope optique utilisé est de type Hund WETZLAR.

II.4.3.2 Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Les fibres d'alfa traitées et non traitées sont observées avec la méthode de microscopie électronique à balayage. Cette technique permet de visualiser la surface des fibres ; et d'observer ainsi l'effet du traitement sur la morphologie des fibres d'alfa. D'autre part, cette méthode nous permet d'observer la dispersion et l'adhésion des fibres d'alfa dans la matrice polyéthylène à haute densité ou dans la matrice polystyrène. Le microscope électronique à balayage utilisé est de type Philips ESEM XL30 à filament de tungstène, il est couplé à un système complet de microanalyse par dispersion d'énergie (EDS X).

II.4.4 Caractérisation thermique par analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique est une méthode d'analyse permettant de déterminer la quantité et la vitesse de perte de masse en fonction de la température et du temps. Elle permet également d'évaluer l'effet du traitement alcalin sur la stabilité thermique du matériau. L'analyse thermogravimétrique sur les fibres d'alfa traitées et non traitées est effectuée à l'aide d'un appareil de type TGA Q50 V6.1 Build 181, dans un intervalle de température compris entre 20°C et 580°C, sous un flux d'argon avec une vitesse de 10°C/min.

II.4.5 Caractérisation physique

II.4.5.1 Absorption d'eau

Le test d'absorption d'eau consiste à mettre les échantillons dans une étuve à 70°C pendant 24h, puis on laisse les échantillons se refroidir jusqu'à la température ambiante dans un dessiccateur. Ensuite, on les pèse avec une balance de précision. Après la pesée, on place les échantillons dans l'eau distillée à une température ambiante.

Selon la norme ASTM D570, on suit l'évolution de l'absorption d'eau en fonction du temps. Après l'essuyage des échantillons par un papier absorbant (pour éliminer l'excès d'eau sur la

surface), on mesure à chaque fois leur poids jusqu'à la saturation (en poids constant). L'absorption d'eau (AE) est déterminée par la relation suivante :

$$AE(\%) = \frac{m_t - m_0}{m_0} * 100$$

D'où

m_t : masse des échantillons à l'instant t;

m_0 : masse des échantillons à l'instant 0.

II.4.5.2 Perte en masse

L'effet du traitement alcalin sur les fibres d'alfa a été évalué par la perte en masse. Cette dernière est donnée par la relation:

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

m_0 : masse de l'échantillon séché à l'air libre avant traitement dans NaOH (en g) ;

m : masse de l'échantillon séché à l'air libre après traitement dans NaOH (en g).

II.4.6 Caractérisation mécanique

Les tests mécaniques effectués sur les composites de polyéthylène à haute densité ou polystyrène renforcés par les fibres d'alfa sont les essais de caractérisation en traction, en flexion à trois points et les essais de choc Charpy.

II.4.6.1 Test de traction

Ce test est réalisé à l'aide d'une machine de traction de type Ibertest. Ce test est effectué sur les éprouvettes de forme haltère (ISO 527-4 type 1B) avec une vitesse de déplacement de 3 mm/min.

II.4.6.2 Test de flexion à trois points

Les essais de flexion à trois points sont réalisés à l'aide d'une machine de traction équipée d'un système de flexion de type Zwick/Roell Z 2.5 sur les éprouvettes rectangulaires selon la norme NF T51-001 avec une vitesse de déplacement de 3 mm/min.

II.4.6.3 Test de choc Charpy

L'essai de choc Charpy consiste à appliquer une sollicitation mécanique à grande vitesse et avec une énergie élevée dans le but de provoquer la rupture de l'éprouvette. Ce test est réalisé à température ambiante selon la norme ASTM D-256. Les dimensions des éprouvettes

utilisées pour ce test sont $63 \times 12 \times 2 \text{ mm}^3$ avec une entaille de 2 mm. Ces essais ont été réalisés à l'aide d'un appareil pendule Zwick équipé d'un pendule d'une capacité de 2,7 Joule.

II.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les méthodes de caractérisation et les différents matériaux utilisés dans notre travail de thèse, à savoir la fibre d'alfa, le polyéthylène à haute densité (PEHD), le polystyrène (PS) et les composites issus de ces constituants.

Dans le chapitre suivant, nous donnerons les principaux résultats obtenus ainsi que des discussions et interprétations ces travaux.

CHAPITRE III :
RESULTATS ET
DISCUSSIONS

III.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté successivement, la modification chimique de la fibre d'alfa par la solution de soude caustique (NaOH) à différentes concentrations (1%, 3% et 5%) pendant 24h, 48h et 72h, l'élaboration des composites à base de polyéthylène à haute densité et à base de polystyrène renforcés par cette fibre, ainsi que les différents essais utilisés pour caractériser ces matériaux. Le présent chapitre est consacré à la présentation des résultats des différents tests expérimentaux réalisés.

Nous commençons tout d'abord, par donner les résultats de la caractérisation chimique de la fibre d'alfa (composition chimique). Ensuite, nous présentons les résultats pris en rapport au traitement alcalin, à savoir, les caractérisations structurale, morphologique, thermique et physique. Puis les résultats des caractérisations mécaniques, microscopique (MEB) et physique (absorption d'eau) des composite PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa.

III.2 Caractérisation de la fibre d'alfa

III.2.1 Etude chimique de la fibre d'alfa

La composition chimique des fibres végétales dépendent de l'origine de la fibre, de la maturation et des conditions environnementales [79].

La composition chimique de la fibre d'alfa est illustrée sur la figure III.1. Selon les résultats, on remarque que la cellulose est le constituant majeur de la fibre d'alfa avec un taux d'ordre de 43,48% , suivi d'hémicellulose avec un taux de 31,52%, puis la lignine de 18% et ensuite la cendre et des extractibles avec 2% et 5% respectivement.

En se référant à la littérature, l'étude réalisée par Bahloul et al [80] ; l'Alfa est composée de 43,81% de cellulose, 28% d'hémicellulose, 18,76% de la lignine, 3,6% de cendre et de 4,7% d'extractibles. Conformément au travail réalisé par Saad [74], les feuilles d'alfa de Kasserine sont composées de 44,9% de cellulose, 28,9% d'hémicellulose, 19,5 %, lignine, 3,6% de cendre et 12,8% d'extractibles. Selon Guimaraesa et al [81], cette différence de composition chimique des fibres végétales est liée aux conditions climatiques, la composition chimique du sol, l'âge de la plante...

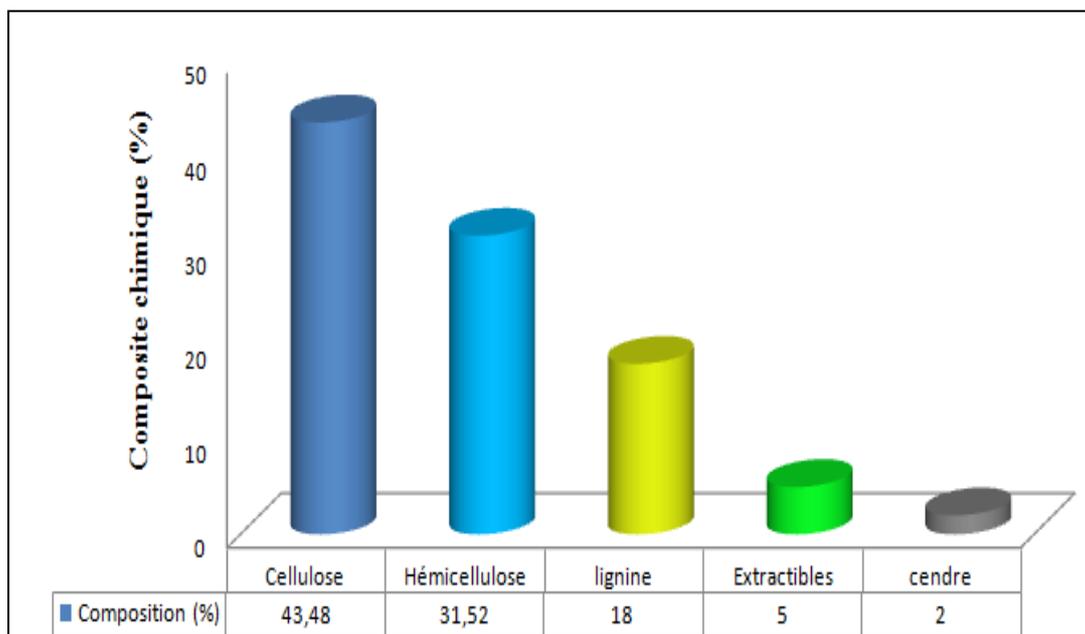


Figure III.1 : Composition chimique de la fibre d’alfa obtenue par la méthode d’extraction.

III.2.2 Caractérisations structurales

III.2.2.1 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

Les changements de la structure à la surface des fibres d’alfa sous l’effet du traitement alcalin sont observés grâce à la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) en mode ATR. Les spectres de fibres d’alfa traitées et non traitées sont illustrés sur la figure III.2. On observe une bande de vibration à 3321 cm^{-1} attribuée à la vibration des groupes hydroxyles (-OH) de la cellulose et l’hémicellulose [73,82].

Par ailleurs, on observe un pic à 1033 cm^{-1} , correspondant à la vibration d’élongation des groupements (C-O) de la cellulose, des alcools de la lignine et de la cire [83]. L’intensité de ce pic diminue avec l’augmentation de la concentration de la solution et de la durée de traitement dans NaOH. Cette diminution est probablement liée à l’élimination de l’hémicellulose lors du traitement. De la même manière, le pic à 1250 cm^{-1} correspondant à la vibration du groupe acétyle (C=O) de la lignine a également diminué.

On remarque aussi la disparition du pic à 1738 cm^{-1} qui correspond aux groupements carbonyles C=O des groupes des substances d’hémicellulose se trouvant dans la fibre d’alfa. Cette disparition est due à l’hydrolyse partielle de l’hémicellulose en milieu alcalin ; caractérisée par la rupture des liaisons C-O-C entre deux monomères [55, 84]. Les vibrations d’élongation symétrique et asymétrique relatives aux liaisons C-H et $-\text{CH}_2$ des segments de la

cellulose et de la lignine, observées au voisinage de 2924 cm^{-1} , sont affectées par le traitement [82].

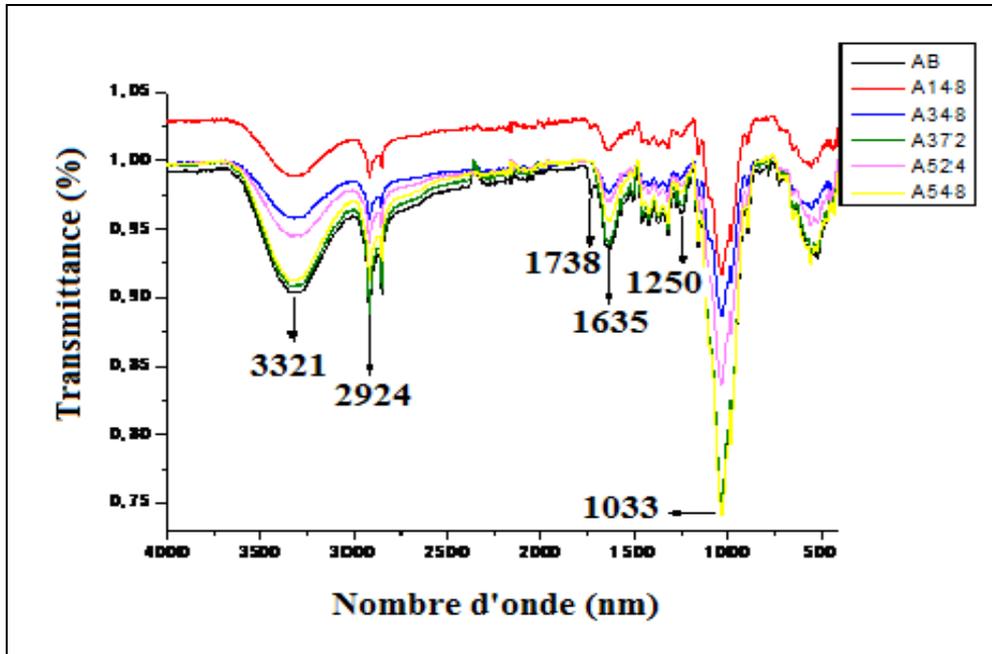


Figure III.2 : Spectres infrarouge des fibres d'alfa traitées et non traitées.

III.2.2.2 Diffraction des Rayons X (DRX)

L'évolution de la structure cristalline des fibres végétales Alfa, en fonction du temps et de la concentration du traitement alcalin (NaOH 1%, 3% et 5%) est étudiée par diffraction des Rayons X (DRX). Les différents diffractogrammes obtenus sont représentés sur la figure III.3. Sur ces spectres les fibres d'alfa traitées et non traitées présentent principalement deux pics. Un pic cristallin majeur pour un angle $2\theta=22,30^\circ$, correspondant au plan cristallographique (200). L'autre pic moins intense à $2\theta=14,83^\circ$ analogue au plan cristallographique (110). Ces deux pics peuvent être attribués à la cellulose I [85].

Après le traitement alcalin, les fibres d'alfa n'ont pas changé d'état polymorphique, c-à-d il n'y a pas de transformation de la cellulose-I en cellulose- II. Ce résultat concorde avec ceux obtenu par Oudiani et al [86]. Ces auteurs ont montré que la transformation de la cellulose-I en cellulose-II des fibres naturelles sous l'effet du traitement alcalin, ne s'obtient qu'à une concentration de NaOH comprises entre 5 à 10% et ne devient totale qu'à une concentration de 15%.

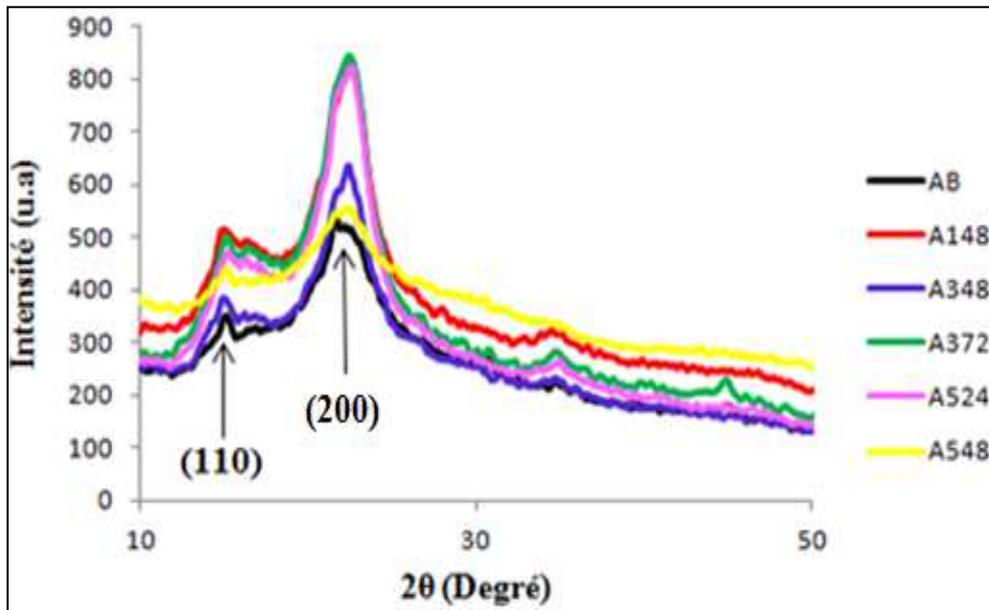


Figure III.3 : Spectres de diffraction des Rayons X des fibres d'alfa traitées et non traitées.

L'indice de cristallinité des échantillons des fibres d'alfa traitées et non traitées a été déterminé en utilisant la méthode de L. Segal. Le tableau III.1 présente les indices de cristallinité (I_c). Nous remarquons l'augmentation de cet indice avec le traitement de soude. Cette hausse de cristallinité des fibres s'accompagne d'une augmentation de leur module d'Young [87].

Le traitement des fibres d'alfa avec 1% NaOH pendant 48h, 3% NaOH pendant 48h, 3% NaOH pendant 72h et 5% NaOH pendant 24h induit une augmentation de l'indice de cristallinité des fibres, respectivement, d'environ 8, 14, 29 et 32% par rapport aux fibres brutes. Ceci est dû à l'effet du traitement alcalin par la soude qui provoque la réduction de la quantité de matériaux amorphes présents dans les fibres (solubilisation des hémicelluloses, graisses, cires), et augmente ainsi la quantité de cellulose cristalline [86]. Mais avec 5% NaOH pendant 48h, l'indice de cristallinité diminue de 36% par rapport aux fibres brutes. Cette diminution est due à la dégradation des fibres, ce qui provoque la perte de ses propriétés mécaniques [86]. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Borchani [24] et par Le Troedec et al [88].

Tableau III.1 : Taux de cristallinité des fibres d’alfa traitées et non traitées.

Fibres alfa	I ₂₀₀ (2θ = 22,30°)	I _{AM} (2θ = 14,83°)	I _c (%)
AB	519	346	33,33
A148	618	395	36,08
A348	808	501	37,99
A372	842	481	42,87
A524	804	451	43,90
A548	544	425	21,07

III.2.3 Caractérisation morphologique

III.2.3.1 Microscope Optique (MO)

Les observations au microscope optique des fibres d’alfa traitées et non traitées sont présentées sur la figure III.4. Nous remarquons le changement de la couleur des fibres d’alfa qui a tendance à devenir jaunâtre avec la prolongation du temps de traitement (figure III.4 (b)). La morphologie de la fibre, observée par microscope optique, est modifiée. En effet, nous constatons l’existence d’une couche de poussière et de cire sur la surface des fibres d’alfa non traitées (figure III.4 (c)). Cette couche disparaît après traitement à la soude (figure III.4 (d)). Ceci est dû à l’effet du traitement alcalin qui nettoie la surface des fibres ; occupée par des composants non-cellulosiques (lignine, hémicellulose, pectines, et les cires).

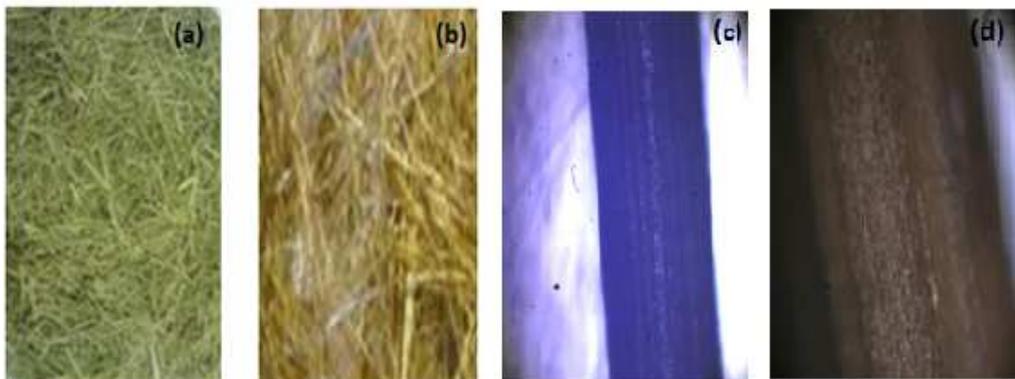


Figure III.4 : Fibres d’alfa non traitées (a, c) et traitées (b, d) dans 5% NaOH.

III.2.3.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Les micrographies obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB) de la surface des fibres d'alfa avant et après traitement alcalin sont représentées sur la figure III.5. On peut remarquer que la morphologie des fibres est affectée par le traitement. Les figures III.5 - a et III.5-b montrent que la fibre d'alfa non traitée a une surface recouverte d'une couche blanche de matières non cellulosiques (lignine, hémicellulose, cires) [89]. De plus, la surface n'est pas lisse. Après le traitement à la soude, nous remarquons que la surface des fibres d'alfa traitées est propre et rugueuse (Figures III.5-c et III.5-d). Ceci est dû à l'effet du traitement alcalin sur la surface de la fibre qui provoque l'élimination des matières non cellulosiques. Cette rugosité améliore l'adhésion entre la matrice et le renfort qui conduit à de bonnes propriétés mécaniques.

Le traitement à 5% NaOH pendant 48h révèle la détérioration des fibres (Figure III.5 -e et III.5-f). Cela, montre que la prolongation de la durée du traitement entraîne la fragilisation des fibres. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Rokbi et al [61].

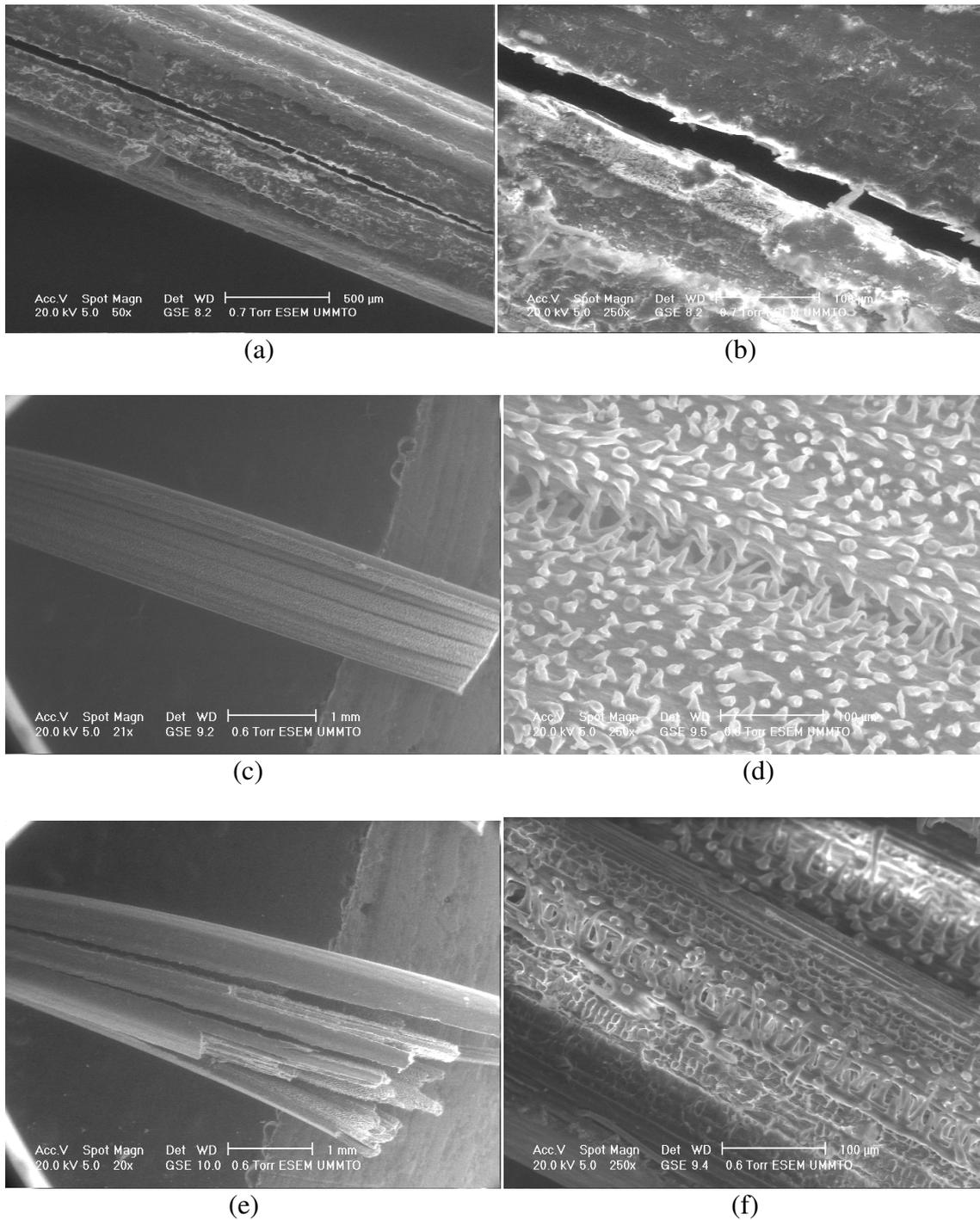


Figure III.5 : Micrographies de la fibre d'alfa avec différents grossissements : (a) et (b) fibre d'alfa non traitée, (c) et (d) fibre d'alfa traitée à 5% NaOH pendant 24 h, (e) et (f) fibre d'alfa traitée à 5% NaOH pendant 48h.

III.2.4 Caractérisation thermique par analyse thermogravimétrique (ATG)

La stabilité thermique des fibres naturelles est un paramètre très important pour la transformation, le développement et l'utilisation de ces matériaux. Le comportement thermique de la fibre cellulosique représente la somme des comportements individuels de ses trois principaux constituants : cellulose, hémicellulose et lignine [90]. L'analyse thermogravimétrique des fibres d'alfa non traitées et traitées est illustrée sur les figures III.6 et III.7.

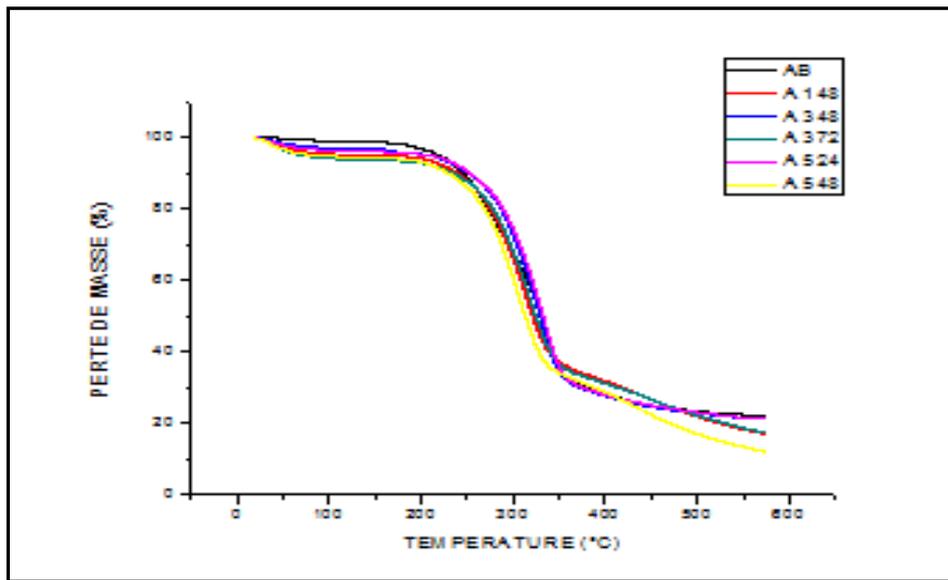


Figure III.6 : Thermogrammes TG des fibres d'alfa traitées et non traitées.

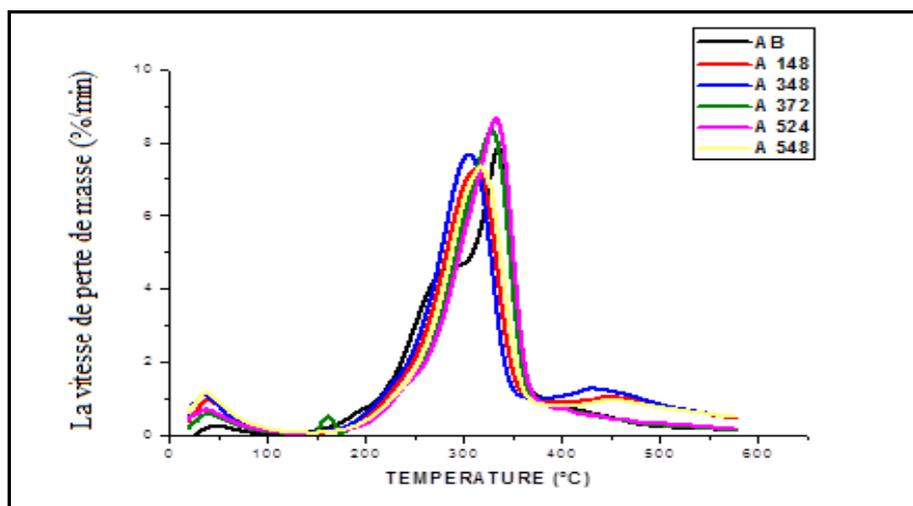


Figure. III.7 : Thermogrammes DTG des fibres d'alfa traitées et non traitées.

Entre 25 à 100°C correspondant à l'évaporation de l'eau présente dans la fibre [88]. Dans la région de décomposition comprise entre 160 et 300°C, nous observons une perte de masse qui

se traduit par un pic sur la courbe DTG et qui est reliée à la décomposition des fibres par dépolymérisation des hémicelluloses et des pectines [88]. Car l'hémicellulose est moins stable thermiquement comparativement à la cellulose ; qui se dégrade à des températures comprises entre 200°C et 320°C [91, 92, 93]. Mais, ce pic disparaît avec le traitement alcalin. Cela confirme l'élimination de l'hémicellulose sous l'effet du traitement à la soude [24]. Selon la littérature, la dégradation thermique de la cellulose se produit essentiellement entre 300°C et 420°C [88, 92, 95]. En ce qui concerne la lignine, plusieurs auteurs sont en désaccord au niveau de la température de décomposition, qui pourrait s'expliquer par la complexité de sa structure chimique. Pour certains auteurs, les lignines se décomposeraient vers 200°C [93, 94] et au-delà de 400°C [82, 91]. Yang et al [92] se mettent en accord avec tout le monde en montrant que la lignine se dégrade sur une large gamme de température qui va de 160°C à 900°C.

Tableau III.2 : Valeurs des paramètres de dégradation thermique de la fibre d'alfa avant et après traitement.

Traitem ent	Température de début de décomposition Td (°C)	Température où la vitesse de décomposition est maximale Tdmax (°C)		Perte de masse à Tdmax (%)	Résidus à 700°C (%)
		1er Pic	2ème Pic		
AB	165	269,6	336	74,43	-
A148	187	-	331	58,03	16,69
A348	187	-	305	59,91	18,85
A372	190	-	328	70,58	-
A524	190	-	333	70,64	-
A548	190	-	318	58,27	14,66

D'après les valeurs du tableau III.2, on constate qu'il y a une augmentation de la température de début de décomposition (Td) des fibres d'alfa traitées. Ceci peut être attribué au fait que la soude dissout les hémicelluloses ainsi que les pectines qui sont, thermiquement, moins stables relativement à la cellulose [88]. Cela améliore la stabilité thermique de la fibre d'alfa. Ces résultats s'accordent avec ceux présentés par Lu et al [95] et ceux de Rahmoune et al [96].

III.2.5 Caractérisations physiques.

III.2.5.1 Absorption d'eau

L'influence du traitement alcalin sur le taux d'absorption d'eau des fibres d'alfa traitées et non traitées est illustrée par la figure III.8. D'après cette figure, nous remarquons une diminution significative du taux d'absorption avec l'augmentation de la concentration de la soude et la durée de traitement. Ceci est dû à l'élimination des substances non-cellulosiques (hémicelluloses, lignine...), dont la morphologie des fibres devient plus hydrophobe avec le traitement alcalin. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Bourahli [97]. Par contre, à 5% NaOH pendant 48h, on remarque que le taux d'absorption d'eau est supérieur à celui des fibres non traitées. Cela peut être expliqué par la dégradation des fibres qui a engendré la formation des microvides favorisant la pénétration des molécules d'eau

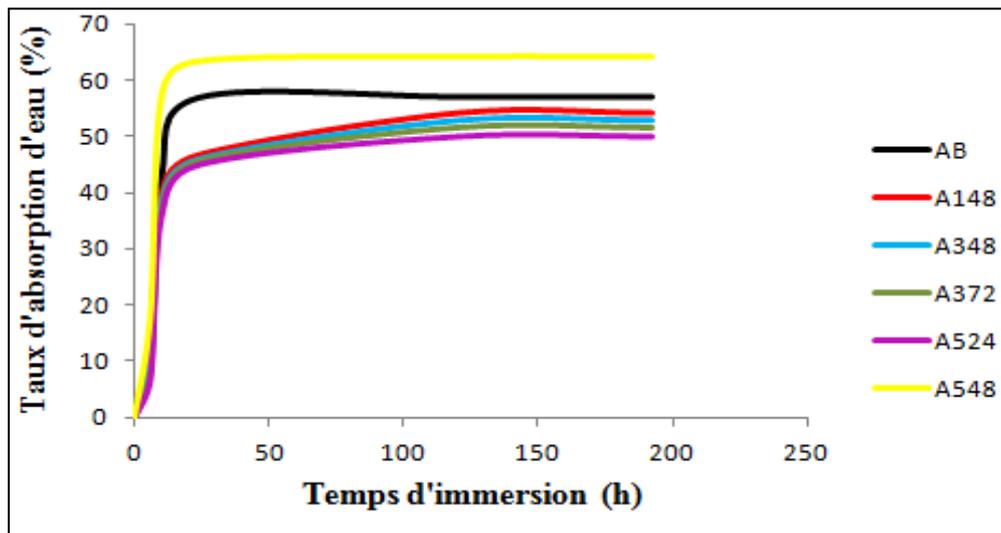


Figure III.8 : Variation du taux d'absorption d'eau des fibres d'alfa traitées et non traitées.

III.2.5.2 Perte en masse

L'évolution de la perte en masse des fibres d'alfa en fonction de la concentration de NaOH et du temps de traitement est illustrée par la figure III.9. Selon ces résultats, nous remarquons que la perte en masse des fibres progresse avec le traitement. Cette progression atteint une valeur de 69,73% avec un traitement de 5% NaOH pendant 48h. Ceci est dû à l'élimination des substances non-cellulosiques et dégradation des fibres [98]. D'après l'étude réalisée par H. Saad [74], la perte en masse des fibres d'alfa d'Amroune et de Kasserine (traitées par la soude) a été influencée par leurs compositions chimiques. Selon L.Yahiaoui [75], la perte en

masse des fibres de Diss atteint son maximum d'environ de 40% ; avec un traitement de 5% NaOH pendant 96h. Ceci correspond à l'élimination totale des hémicelluloses, de la lignine et de la pectine.

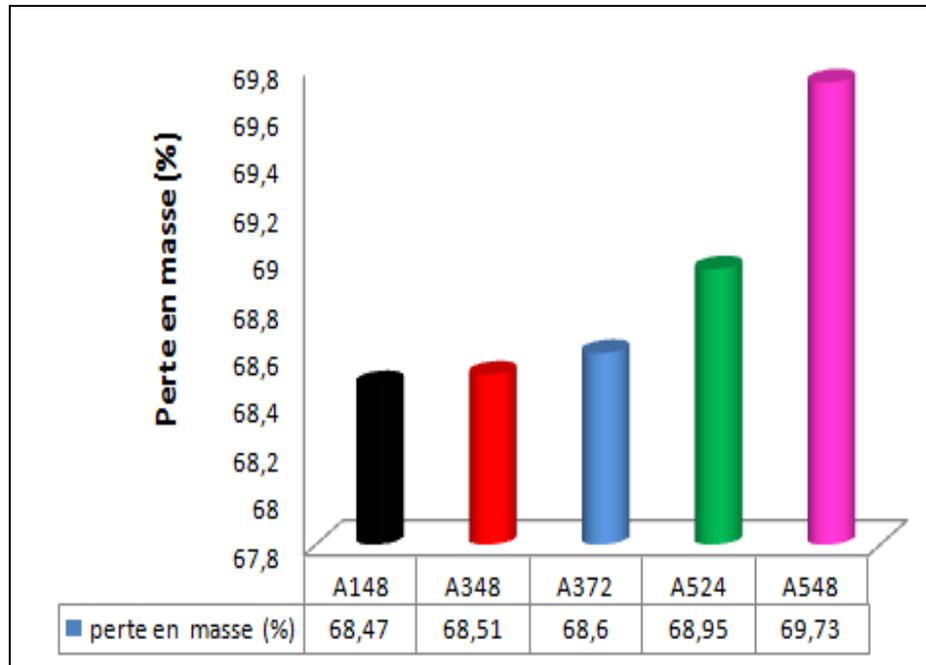


Figure III.9 : Effet du traitement alcalin sur la perte en masse des fibres d'alfa.

En résumé, afin d'améliorer l'adhésion et l'efficacité des fibres d'alfa comme renfort dans la matrice polymérique (PEHD, PS), les fibres ont été traitées au préalable par la solution de soude avec différentes concentrations (1%, 3% et 5%) pendant 24h, 48h et 72h. L'effet du traitement alcalin sur la structure, la morphologie ainsi que les différentes propriétés thermiques et physiques des fibres d'alfa, a été déjà évoqué dans les pages précédentes. Selon les résultats obtenus nous remarquons que :

- La composition chimique des fibres d'alfa indique que la cellulose est le constituant majeur avec un taux de 43,48%.
- L'infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) montre le changement de la structure de la fibre d'alfa sous l'effet du traitement. On remarque la disparition du pic à 1738 cm^{-1} qui correspond aux groupements carbonyles C=O des groupes des substances d'hémicellulose. Cette disparition due à l'hydrolyse partielle de l'hémicellulose en milieu alcalin, caractérisant la rupture des liaisons C-O-C entre deux monomères. Nous observons également la diminution d'un pic à 1033 cm^{-1} au cours du traitement. Ce pic correspond à la vibration d'élongation des groupements (C-O) de la cellulose, des

alcools de la lignine et de la cire. De la même façon, le pic à 1257 cm^{-1} , correspondant à la vibration du groupe acétyle (C=O) de la lignine, a également diminué.

- L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) montre que l'indice de cristallinité est plus élevé pour les fibres d'alfa traitées avec 5% NaOH pendant 24h. La valeur numérique de cet indice à ces conditions est de 43,90 %.
- La morphologie des fibres d'alfa est observée par microscope optique (MO) et par microscopie électronique à balayage (MEB). Le traitement alcalin affecte les fibres d'alfa, dont on observe la disparition de la couche cireuse de la surface ainsi la dégradation des fibres avec la prolongation du temps de traitement (5% NaOH, pendant 48h).
- D'après l'analyse thermogravimétrique des fibres d'alfa traitées et non traitées, nous remarquons une augmentation de la température de début de décomposition (Td) de la fibre d'alfa traitée. Le thermogramme de DTG de la fibre d'alfa non traitée présente deux pics. Par contre, la fibre traitée présente uniquement un seul pic. Cela est dû à l'élimination de l'hémicellulose. Ce résultat est en accord avec celui trouvé par Bouhank [73].
- Le taux d'absorption des fibres d'alfa traitées diminue avec l'augmentation de la concentration de soude et la durée de traitement. Ceci est dû à l'élimination des substances non-cellulosiques (hémicelluloses, lignine...).
- La perte en masse des fibres d'alfa traitées progresse avec l'augmentation de la concentration de NaOH et du temps de traitement. Ceci est dû à l'élimination des substances non-cellulosiques et dégradation des fibres.

Lors de l'élaboration des matériaux composites à fibres végétales, la modification de la surface joue un rôle important dans l'interface entre la fibre et la matrice. Le point suivant de ce travail concerne la caractérisation physique et mécanique des composites à base de polymères (polyéthylène à haute densité, polystyrène) renforcés par les fibres d'alfa.

III.3 Etude du composite PEHD/Alfa

III.3.1 Caractérisation morphologique

Pour bien observer l'effet du taux de fibres d'alfa non traitées et l'effet du traitement alcalin des fibres sur l'interface entre la matrice polymérique PEHD et le renfort, les observations au microscope électronique à balayage (MEB) ont été réalisées.

III.3.1.1 Effet du taux de fibres

La figure III.10, montre la distribution et la dispersion des fibres d'alfa non traitées dans la matrice PEHD. Nous constatons que la surface de la matrice PEHD est lisse et homogène (Figure III.10-a). Par contre, les composites à fibres non traitées ; la surface est rugueuse et hétérogène (Figure III.10-b, III.10-c et III.10-d). Par ailleurs, on observe une certaine séparation entre la matrice et le renfort. Ceci est expliqué par l'incompatibilité entre les deux phases. Ce phénomène est accentué avec l'augmentation du taux de fibres non traitées dans le composite.

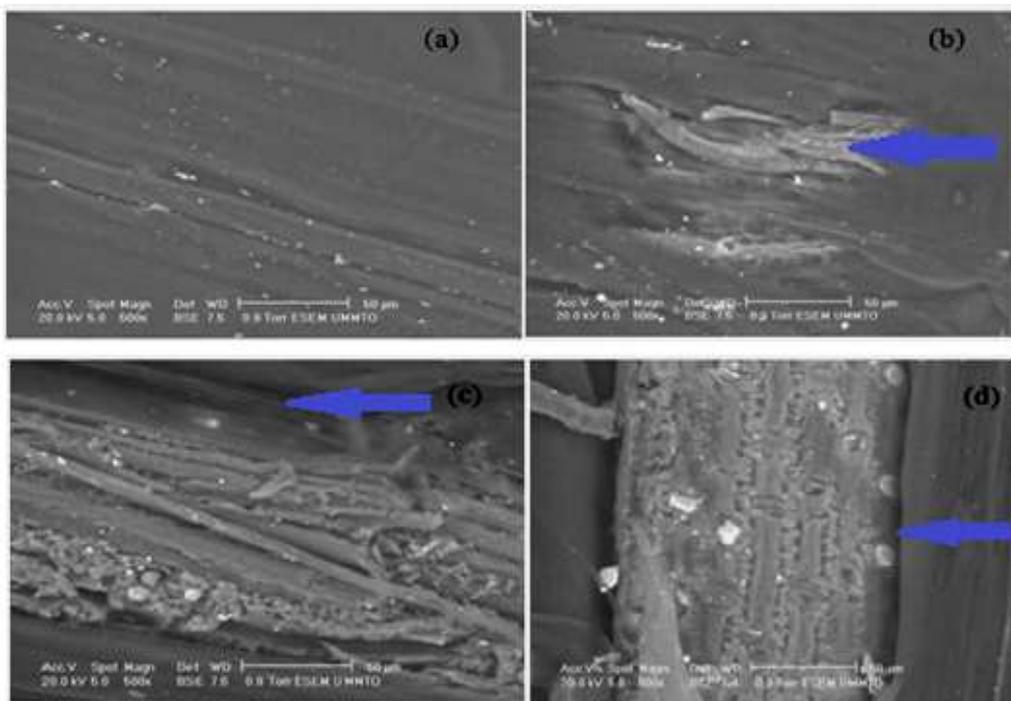


Figure III.10 : Micrographies MEB du polyéthylène à haute densité et ses composites à fibres d'alfa non traitées : (a) PEHD vierge, (b) PEHD/fibres d'alfa non traitées (10%), (c) PEHD/fibres d'alfa non traitées (20%), (d) PEHD/fibres d'alfa non traitées (30%)

III.3.1.2 Effet du traitement

L'effet du traitement alcalin des fibres d'alfa influe d'une manière directe sur l'adhésion entre ces fibres et la matrice polymérique PEHD. La figure III.11 montre une bonne adhésion interfaciale entre la matrice PEHD et le renfort traité à 5% de la soude, pendant 24h (Figure III.11-b). Par ailleurs, une mauvaise adhésion interfaciale entre ces deux phases est observée

(Figure III.11-c). Cela est dû au prolongement du traitement alcalin qui a engendré la dégradation des fibres traitées (5% NaOH, pendant 48h).

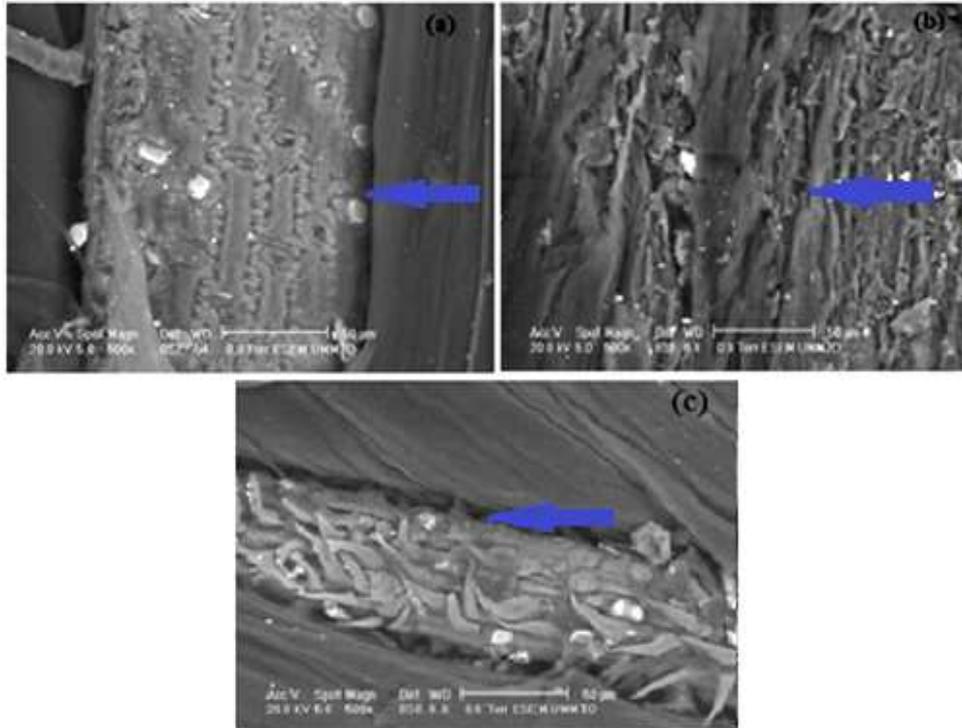


Figure III.11 : Micrographies MEB des composites de polyéthylène à haute densité renforcé par 30% de fibres d’alfa : (a) PEHD/fibres non traitées ; (b) PEHD/fibres traitées dans 5% NaOH pendant 24h ; (c) PEHD/fibres traitées dans 5% NaOH pendant 48h.

III.3.2 Caractérisation en traction

III.3.2.1 Effet du taux de fibres

Les propriétés à la traction des composites à base de PEHD renforcés par les fibres d’alfa non traitées ont été évaluées. Les figures III.12, III.13 et III.14 présentent la variation, respectivement, de la contrainte à la rupture, la déformation à la rupture et le module d’Young des composites PEHD/fibres d’alfa en fonction du taux de fibres non traitées. Nous remarquons une diminution de la contrainte à la rupture avec l’augmentation du taux de fibres d’alfa non traitées. Cette atténuation est liée à l’incompatibilité entre la matrice à caractère hydrophobe et la fibre végétale avec son aspect hydrophile ; attribué par les

groupements hydroxyyles présents à la surface de la fibre [99]. Un effet similaire a été constaté par Bendahou et al [100].

Conjointement, la déformation à la rupture diminue considérablement avec l'augmentation de la teneur en fibres d'alfa non traitées. Ceci peut être expliqué par l'agrégation des fibres non traitées, rigides et non compatibles avec la matrice. Ce qui crée des zones fragiles dans le matériau et rend le composite moins ductile. Selon la littérature, les fibres peuvent agir comme des défauts ou des sites fragiles, qui réduisent la résistance du composite [55].

Par contre, le module d'Young augmente considérablement avec l'augmentation du taux de fibres non traitées de 0% à 30% (en poids). En effet, lorsque ce taux atteint 30%, le module d'Young du matériau composite PEHD/Alfa non traitée est de 1480 MPa ; contre 1110 MPa pour le PEHD pur. Cela présente une variation de 33,33%. Cette croissance est due à la rigidité des fibres d'alfa par rapport à la matrice thermoplastique PEHD. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par Bouhank [73] et Fadel [101].

Figure III.12 : Variation de la contrainte à la rupture des composites PEHD/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées (*RESULTATS PROTEGE*).

Figure III.13 : Variation de la déformation à la rupture des composites PEHD/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées (*RESULTATS PROTEGE*).

Figure III.14 : Variation du module d'Young des composites PEHD/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées (*RESULTATS PROTEGE*).

Les courbes de contrainte-déformation de PEHD et des composites PEHD/Alfa à différents taux de fibres non traitées de 0% à 30% en poids de fibres sont montrés sur la figure III.15. Ces résultats montrent que la contrainte maximale de PEHD est plus élevée. Par ailleurs, ce polymère comporte un déplacement plus important. Ces deux caractéristiques diminuent au fur et à mesure que le taux de fibres non traitées augmente. Ce déclin de ces propriétés est lié à la dispersion non homogène (agglomération) des fibres non traitées dans la

matrice polymérique. Ainsi qu'à l'incompatibilité entre les deux phases. Ce qui rend le matériau composite moins ductile. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par Augier [43] et Borchani [24].

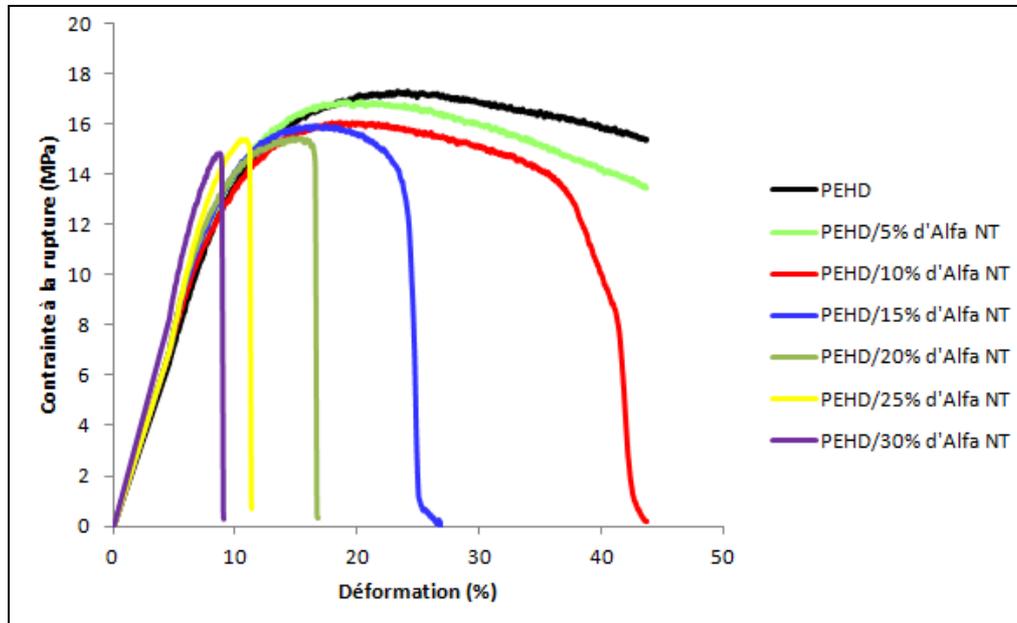


Figure III.15 : Courbes contrainte-déformation de PEHD et ses composites à fibres d'alfa non traitées.

III.3.2.2 Effet du traitement

Les propriétés en traction des composites à fibres d'alfa traitées et non traitées sont illustrées sur les figures III.16, III.17 et III.18.

Nous remarquons que l'effet du traitement alcalin est bien visible sur certaines propriétés mécaniques, à savoir la contrainte à la rupture, la déformation à la rupture et le module d'Young. Nous constatons que l'amélioration de ces propriétés mécaniques dépend essentiellement de la concentration de la soude et de la durée du traitement.

Comparativement aux composites à fibres non traitées, nous observons que le traitement alcalin favorise la progression des propriétés en traction de ces composites à fibres traitées. Cela est dû à la formation d'une interface fibre-polymère facilitant l'interaction physico-chimique entre les deux phases, favorisant ainsi l'adhésion entre le renfort et la matrice.

L'analyse des résultats obtenus permet de signaler que les composites à fibres traitées dans 5% NaOH pendant 24h possèdent de meilleurs comportements mécaniques. Par ailleurs, à cette concentration, le prolongement de la durée de traitement influe d'une manière négative.

En effet, les valeurs de ces propriétés mécaniques diminuent. Ce déclin est engendré par la dégradation et la fragilisation des fibres d'alfa [61].

Figure III.16 : Contrainte à la rupture (a), module d'Young (b) et déformation à la rupture (c) des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 1% NaOH ; pendant 24h, 48h et 72h (*RESULTATS PROTEGE*).

Figure III.17: Contrainte à la rupture (a), module d'Young (b) et déformation à la rupture (c) des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 3% NaOH ; pendant 24h, 48h et 72h (*RESULTATS PROTEGE*).

Figure III.18: Contrainte à la rupture (a), module d'Young (b) et déformation à la rupture (c) des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 5% NaOH ; pendant 24h, 48h et 72h (*RESULTATS PROTEGE*).

III.3.3 Essai en flexion à trois points

III.3.3.1 Effet du taux de fibres

Les tests de flexion à trois points ont été réalisés sur les matériaux de polyéthylène à haute densité (PEHD) avec 0%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25% et 30% en poids de fibres d’alfa pour étudier leurs propriétés en flexion à savoir la résistance maximale en flexion et le module de rigidité en flexion. Les figures III.19 et III.20 présentent les propriétés en flexion des matériaux étudiés en fonction du taux de fibres non traitées.

D’après ces figures, l’évolution des propriétés en flexion est identique à celle observée en traction. Nous remarquons une diminution de la résistance à la flexion avec l’augmentation du taux de fibres d’alfa non traitées. Cela est lié au glissement entre les fibres et à la séparation entre les deux constituants (incompatibilité et mauvaise adhésion entre les deux phases).

D’autre part, le module de rigidité en flexion augmente avec l’augmentation de la teneur en fibres d’alfa. La valeur maximale du module est obtenue pour le mélange à 30% de fibres ; où on note une valeur de 1,46 GPa. Ce qui signifie une progression de 30% par rapport au polymère PEHD vierge.

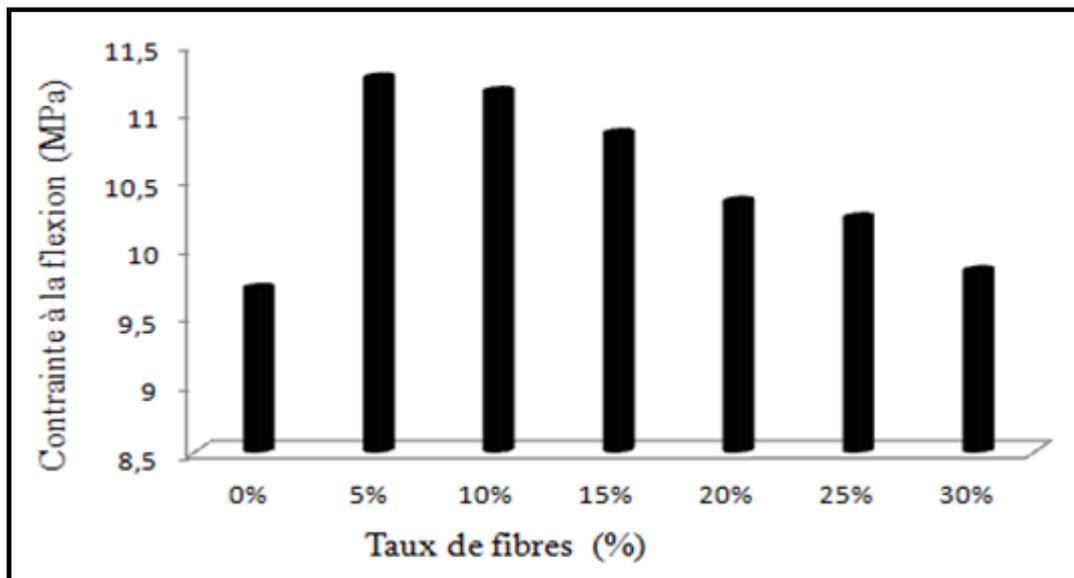


Figure III.19 : Contrainte à la flexion des composites PEHD renforcés par les fibres d’alfa non traitées.

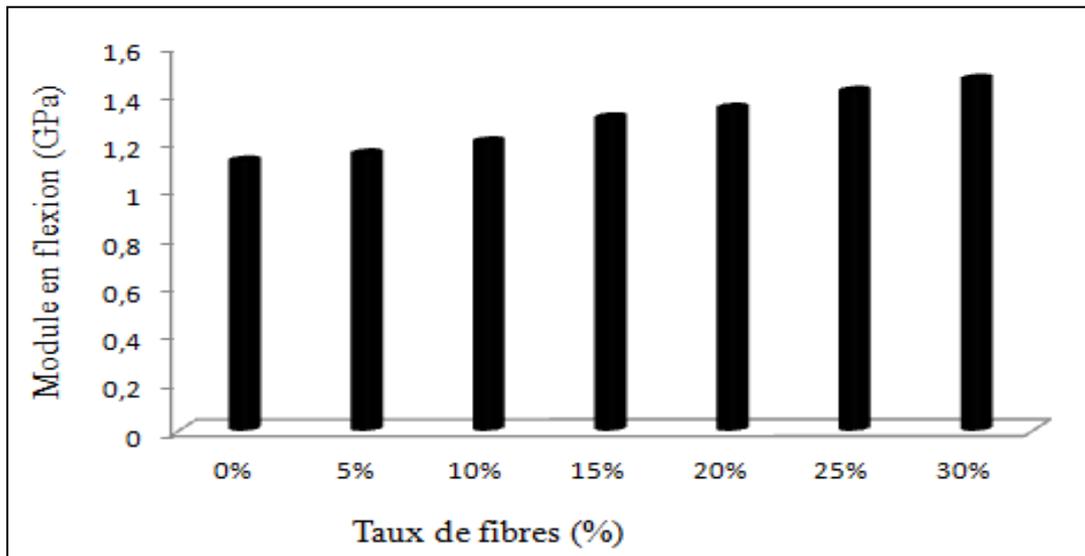


Figure III.20 : Module en flexion des composites PEHD renforcés par les fibres d’alfa non traitées.

Les courbes de contrainte-déformation du polymère PEHD vierge et renforcés (figure III.21) montrent bien deux comportements mécaniques. Au départ (début de chargement), le comportement est linéaire ; correspondant au comportement élastique du matériau. Puis, le comportement devient non linéaire, correspondant à la plasticité. L’augmentation du taux de fibre réduit la mobilité des molécules dans la matrice de polymère et, par conséquent diminue la déformation [102].

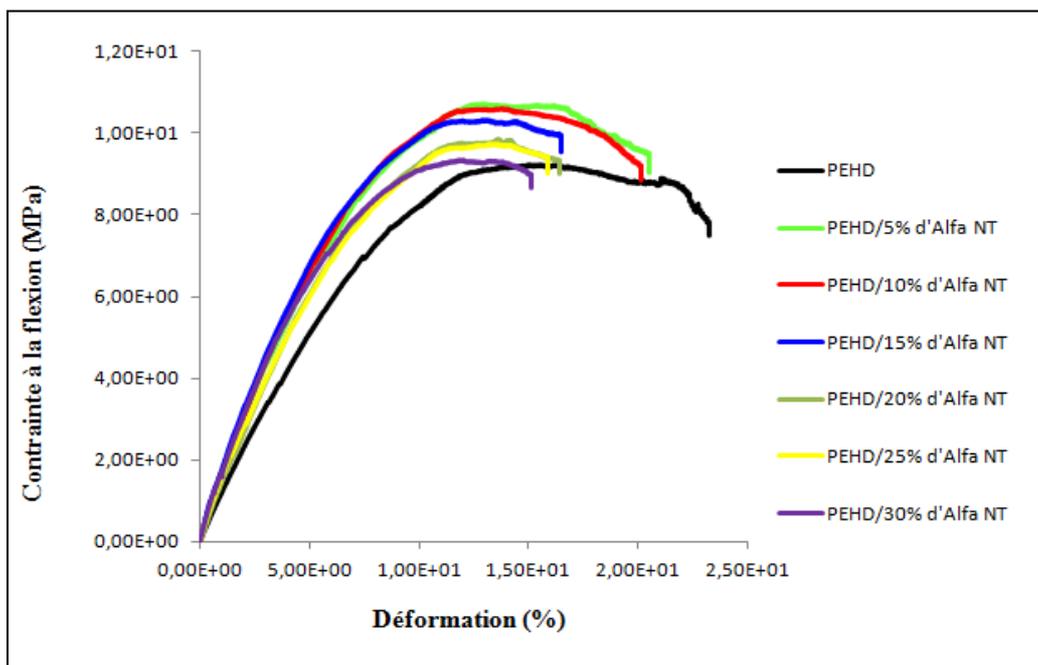


Figure III.21 : Courbes contrainte-déformation en flexion à trois points du polymère PEHD et ses composites à fibres d’alfa non traitées.

III.3.3.2 Effet du traitement

Les propriétés en flexion des composites à fibres d’alfa traitées et non traitées sont présentées sur les figures III.22, III.23 et III.24. Nous constatons que le traitement alcalin contribue à l’amélioration des propriétés en flexion des composites. Cette progression dépend essentiellement de la concentration de la soude caustique et du temps de traitement [103]. Ces deux paramètres favorisent l’élimination des substances non cellulosiques en surface des fibres (lignine, hémicellulose, pectine...), ainsi assurer une meilleure interaction entre la matrice et le renfort. L’effet de ces paramètres est bien accentué au cours du traitement avec 5% NaOH pour une durée de 24h, où se présentent les meilleures caractéristiques en flexion. Ce résultat est en accord avec celui trouvé dans les essais de traction. Mais, au-delà de 25% en poids de fibres d’alfa, on remarque une diminution de la résistance à la flexion. Ce résultat est en accord avec les études de Brahmakumar et al [104], dont le taux optimal en fibres pour les composite à base de PEBD renforcés par les fibres de Coco varie entre 17% et 25% en poids de fibres, et celles de Prasad et al [105] pour les composites de polyester/Coco le taux de fibres est égale à 25% (en poids). Par ailleurs, à 5% de NaOH, le prolongement de la durée de traitement influe négativement sur les propriétés en flexion.

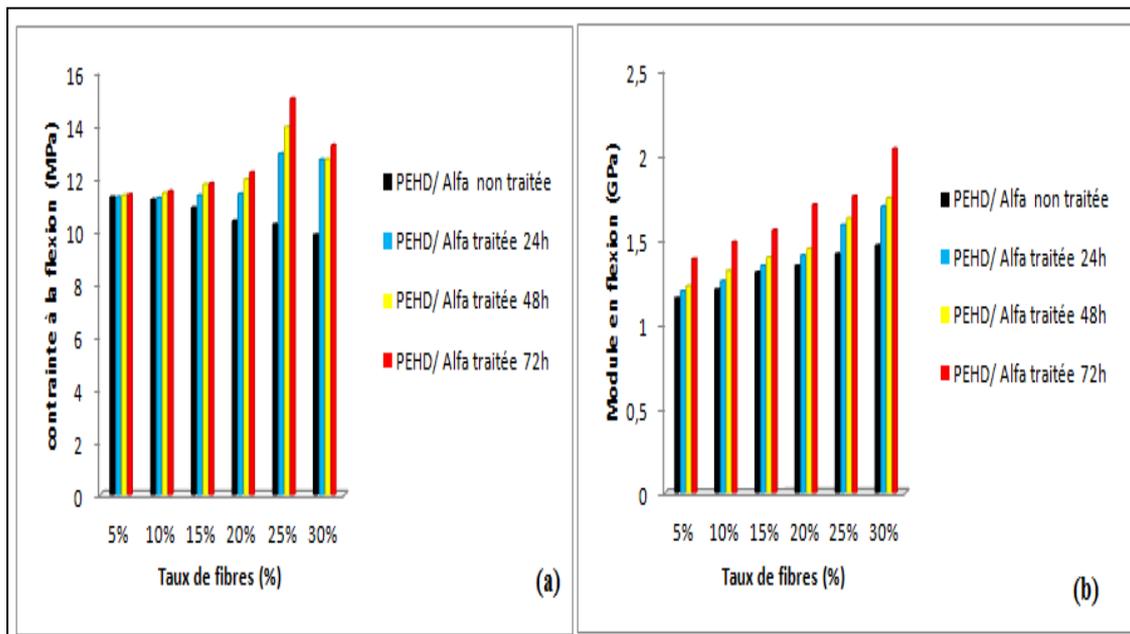


Figure III.22 : Contrainte à la flexion (a) et module en flexion (b) des composites PEHD/fibres d’alfa traitées dans 1% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.

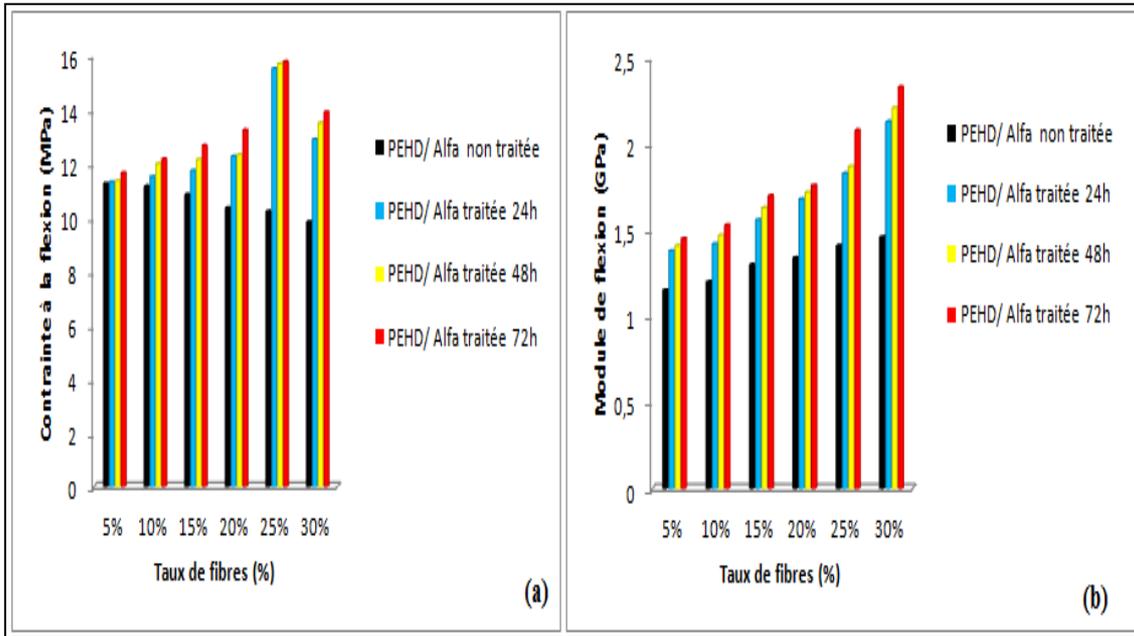


Figure III.23 : Contrainte à la flexion (a) et module en flexion (b) des composites PEHD/fibres d'alfa traitées dans 3% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.

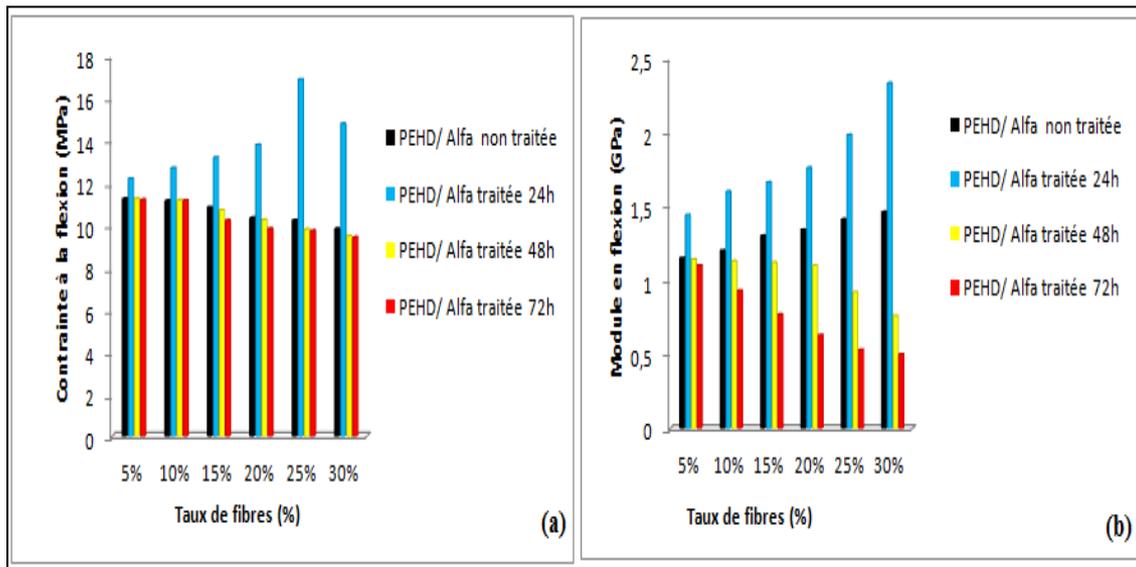


Figure III.24 : Contrainte à la flexion (a) et module en flexion (b) des composites PEHD/fibres d'alfa traitées dans 5% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.

III.3.4 Essai de choc

III.3.4.1 Effet du taux de fibres

La figure III.25 présente la résistance au choc du composite PEHD/fibres d'alfa non traitées pour différents taux. D'après les résultats, on observe que l'incorporation de fibres d'alfa dans la matrice PEHD conduit à la diminution de la résistance au choc des composites. La résilience du PEHD non renforcé est de 75,30 KJ/m². Avec seulement 5% de fibres d'alfa ; la

résilience diminue à $14,95 \text{ KJ/m}^2$, ce qui présente une diminution de 80%. Cette diminution peut être expliquée, d'une part par l'incompatibilité entre le renfort et la matrice. Ce qui fait diminuer l'interaction entre les deux phases. D'autre part, les interactions fibre-fibre augmentent avec la teneur en fibres d'alfa. Il y a donc plus de particules s'agglomérant et agissant comme concentrateur de contraintes, ce qui fragilise le matériau [106].

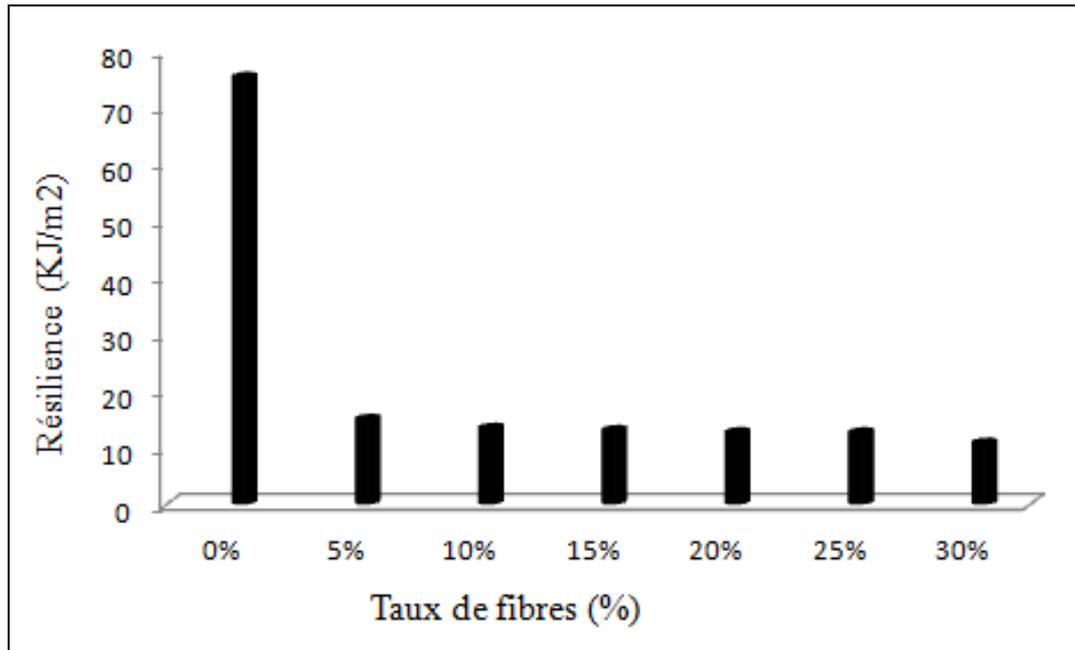


Figure III.25 : Variations de la résilience des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées.

III.3.4.2 Effet du traitement

L'effet du traitement alcalin des fibres d'alfa sur la résistance au choc des composites PEHD/fibres d'alfa est présenté sur les figures III.26, III.27 et III.28. D'après ces résultats, on peut noter que la résistance au choc des composites à fibres traitées dépend de la concentration du NaOH et de la durée du traitement, sous chargements quasi- statique de traction et de flexion. Le traitement alcalin permet d'éliminer les impuretés à la surface de la fibre, ce qui améliore l'adhésion à l'interface fibre-matrice, conduisant à l'amélioration des propriétés au choc, notamment la ductilité [106,107].

A titre d'exemple, pour le composite avec 25% de taux de renfort ; la résilience passe de $12,60 \text{ KJ/m}^2$ lorsque les fibres non traitées est à $32,35 \text{ KJ/m}^2$ lorsque les fibres sont traitées

dans la solution à 5% NaOH pendant 24h. Ce qui représente une augmentation de 156%. Nous notons aussi que ces résultats sont en accord avec ceux trouvés en traction et en flexion.

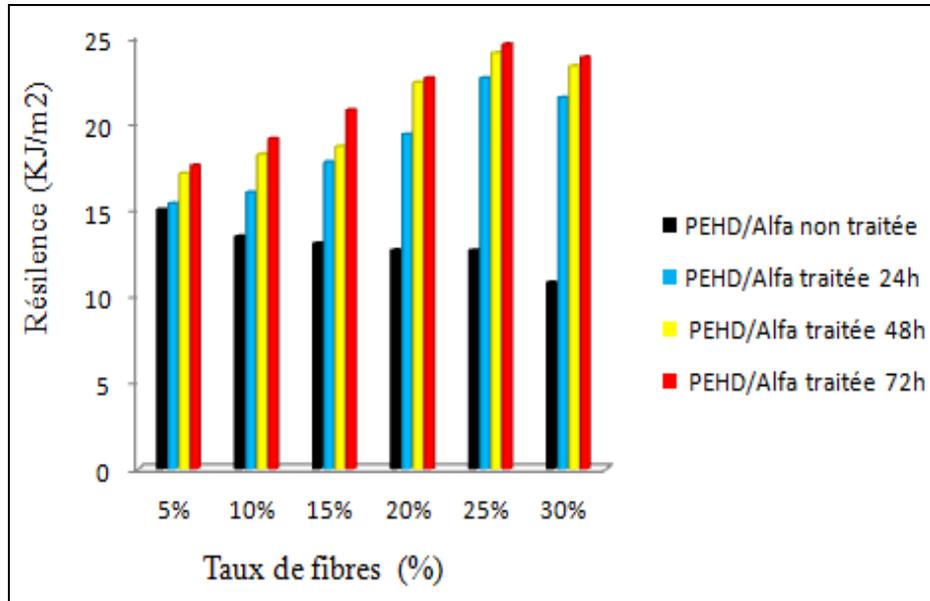


Figure III.26 : Résilience des composites PEHD/fibres d’alfa non traitées et traitées dans 1% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.

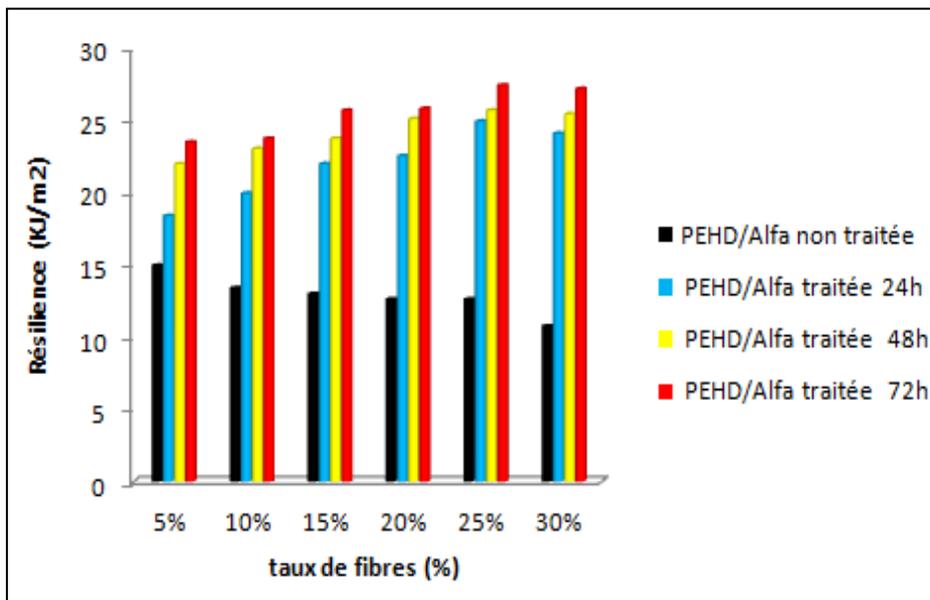


Figure III.27 : Résilience des composites PEHD/fibre d’alfa non traitées et traitées dans 3% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.

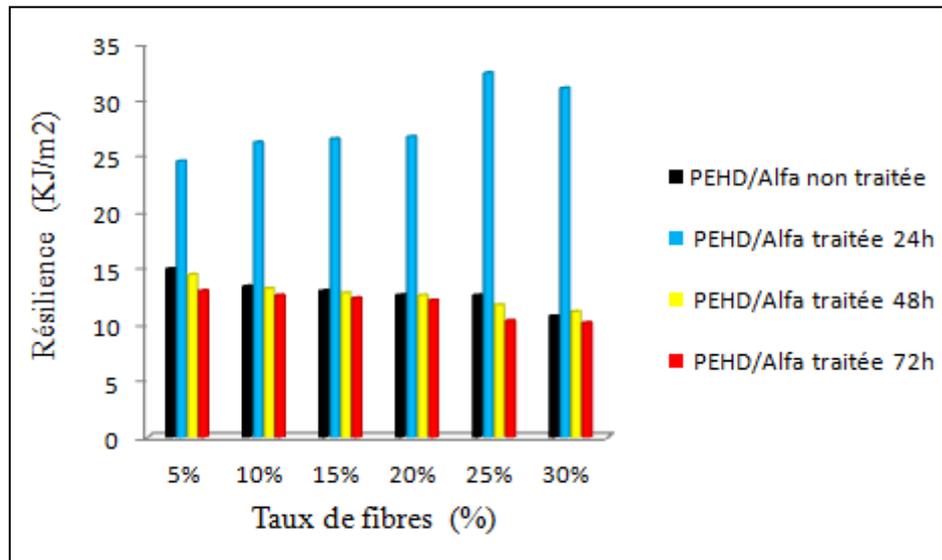


Figure III.28: Résilience des composites PEHD/fibres d’alfa non traitées et traitées dans 5% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.

III.3.5 Test d’absorption d’eau

Dans cette section nous nous intéressons à un autre problème que présente l’utilisation des fibres végétales comme renfort dans les matériaux composites présente un problème majeur qui est lié à l’humidité. En effet, il est reconnu que l’humidité provoque un gonflage au niveau du matériau composite, ce qui conduit à la diminution de ces propriétés mécaniques [101]. L’étude du phénomène d’absorption d’eau des composites à fibres végétales est donc primordiale afin de limiter son utilisation.

III.3.5.1 Effet du taux de fibres

L’évolution de l’absorption d’eau des composites élaborés à fibres d’alfa non traitées (composites immergés dans l’eau distillée) en fonction du temps d’immersion est donné par la figure III.29. On peut voir clairement une augmentation de la vitesse d’absorption d’eau dans les premières heures (de 0 à 8 heures), puis elle diminue au fur et à mesure avec l’augmentation du temps d’immersion jusqu’à la saturation où le taux d’absorption d’eau devient constant.

On remarque aussi que le taux d’absorption d’eau augmente avec l’augmentation du taux de fibres d’alfa dans la matrice PEHD. Cette augmentation est liée à la structure macromoléculaire des fibres d’alfa riches en groupements hydroxyles (-OH). Ces derniers forment des liaisons hydrogènes avec les molécules d’eau. Donc plus le taux de fibres est

élevé plus la concentration en groupements hydroxyles augmente et par conséquent le taux d'absorption d'eau devient important. Ces résultats sont conformes avec ceux trouvés par Bessadok et al [108] et Pasquini et al [109].

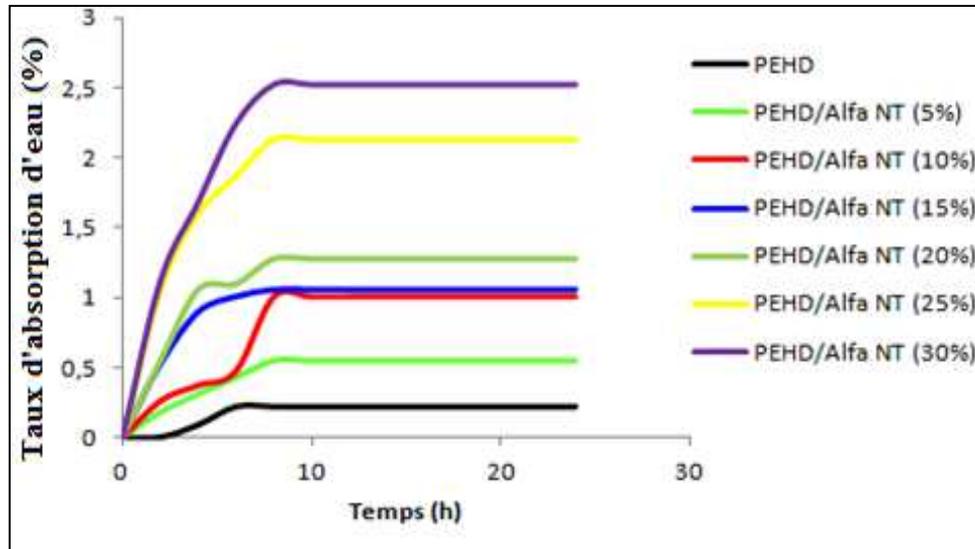


Figure III.29 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées en fonction du temps d'immersion dans l'eau distillée.

III.3.5.2 Effet du traitement

L'effet du traitement alcalin sur le taux d'absorption d'eau des composites PEHD/fibres d'alfa est présenté sur les figures III.30, III.31 et III.32 avec des taux de fibres de 5%, 15% et 25%. Nous remarquons que, pour la même teneur en fibres, le taux d'absorption d'eau diminue avec le traitement. Le traitement alcalin a amélioré la compatibilité entre le renfort et la matrice polymère PEHD. Ceci est dû à la diminution des groupements hydroxyles sur la surface de la fibre d'alfa. Par contre, dans le cas du traitement avec 5% NaOH pendant 48h et 72h, nous observons une augmentation du taux d'absorption d'eau en fonction de la teneur en fibres. Cela peut être expliqué par la prolongation du traitement des fibres dans NaOH ; qui a engendré une augmentation des microvides à l'intérieur des composites.

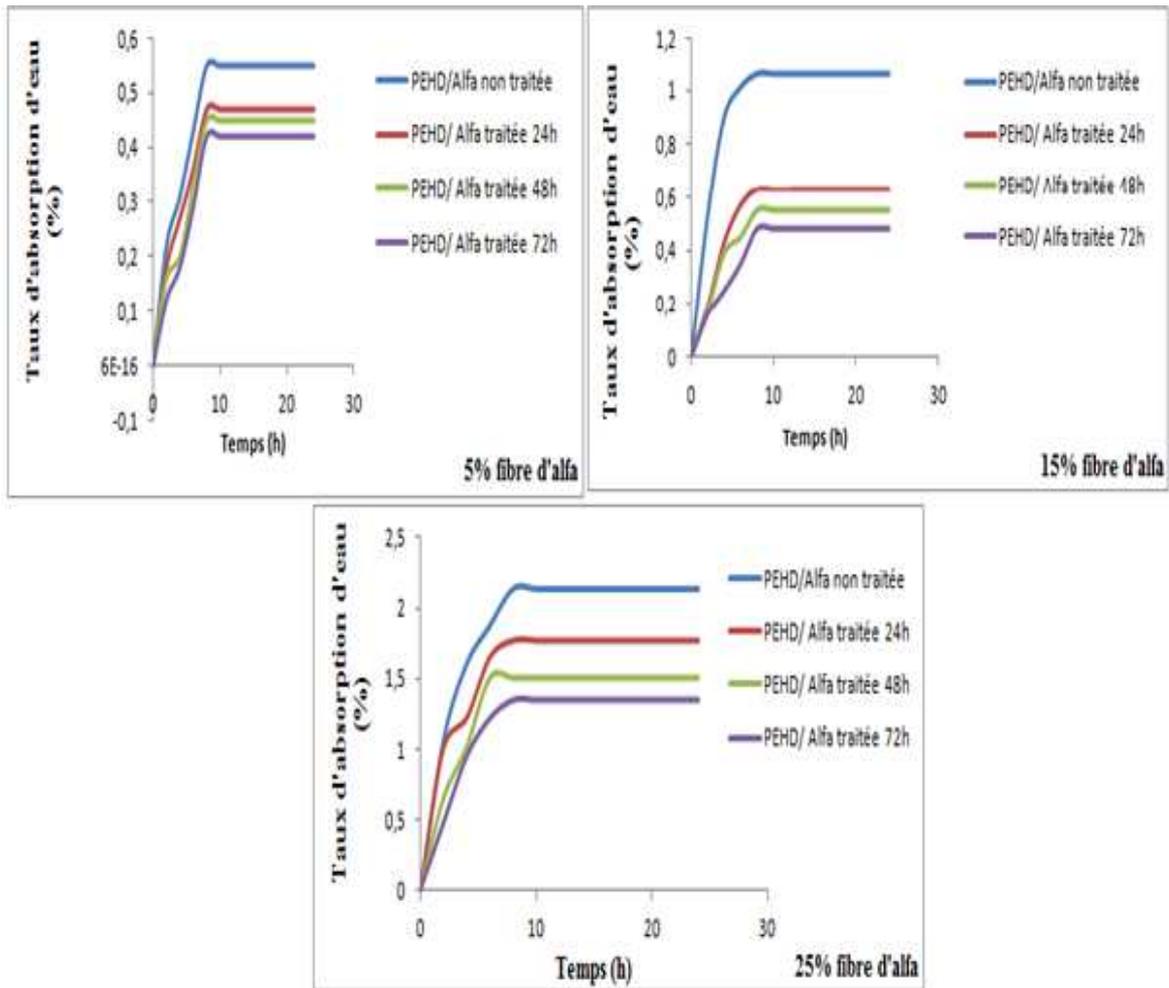


Figure III.30 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 1% de NaOH, en fonction du temps d'immersion.

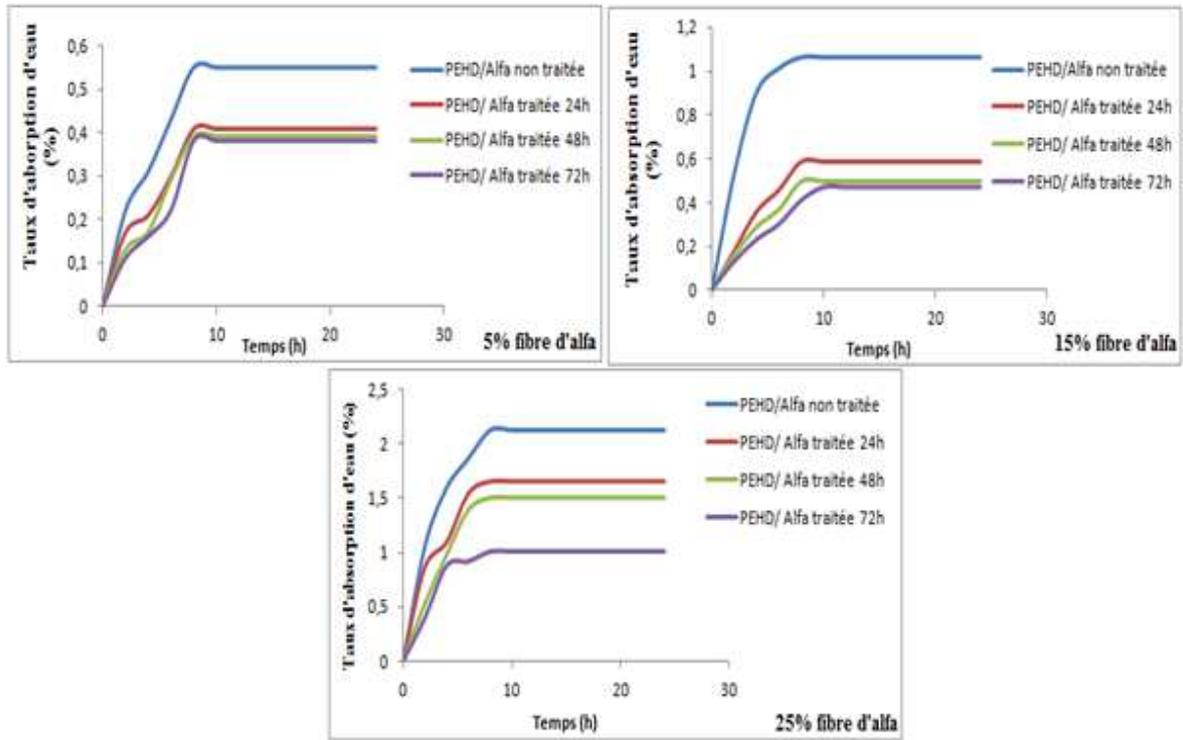


Figure III.31 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 3% de NaOH, en fonction du temps d'immersion.

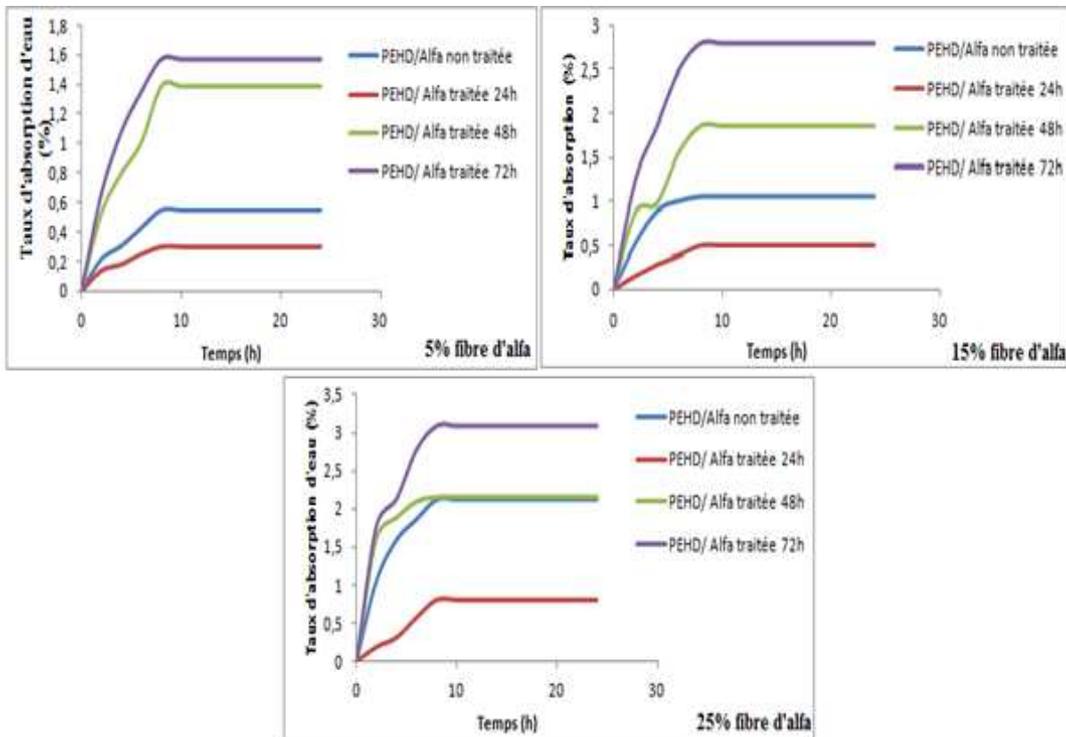


Figure III.32 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 5% de NaOH, en fonction du temps d'immersion.

III.4 Etude du composite PS/Alfa

III.4.1 Caractérisation morphologique

Les observations au microscope électronique à balayage (MEB), nous ont permis d'identifier l'effet du taux de fibres non traitées, ainsi que l'effet du traitement alcalin sur l'interface entre la matrice polymérique PS et le renfort fibre d'alfa.

III.4.1.1 Effet du taux de fibres

La figure III.33 montre les images de MEB du polystyrène et ses composites à fibres d'alfa non traitées. D'après cette figure, nous remarquons une certaine décohésion entre la matrice polymérique et la fibre d'alfa. De plus, cette ségrégation augmente avec l'augmentation du taux de fibres. Ceci est dû à la structure faible de l'interface entre les deux phases.

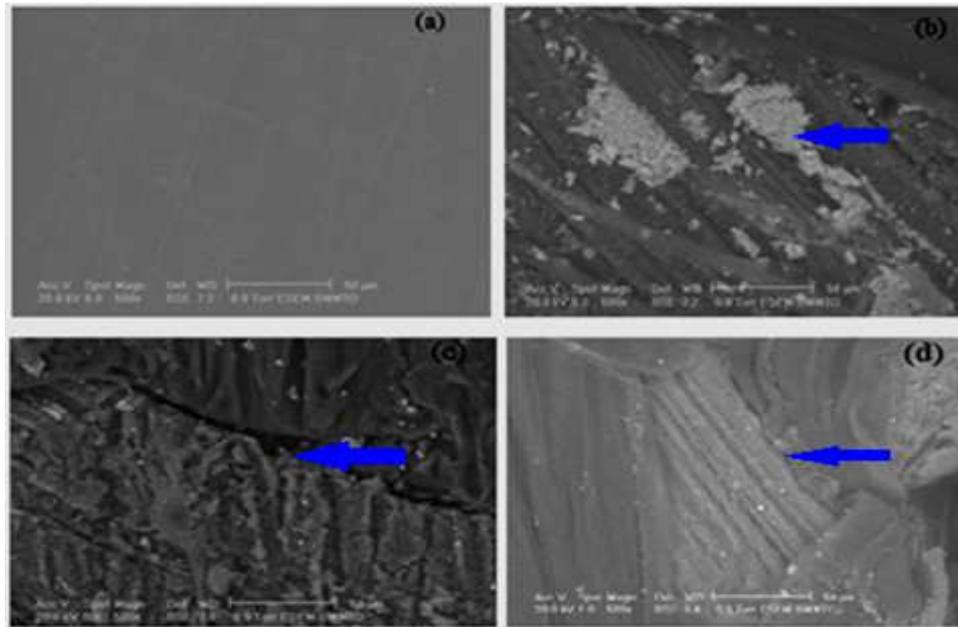


Figure III.33 : Micrographies MEB du polystyrène et ses composites à fibres d'alfa non traitées : (a) PS vierge ; (b) PS/fibres d'alfa non traitées (10%) ; (c) PS/fibres d'alfa non traitées (20%) ; (d) PS/fibres d'alfa non traitées (30%).

III.4.1.2 Effet du traitement

La figure III.34 présente les micrographies MEB des composites à base de polystyrène renforcés par 30% de fibres d'alfa non traitées (Figure III.34 (a)), et traitées dans 5% NaOH pendant 24h (Figure III.34 (b)) et 48h (Figure III.34 (c)). Nous remarquons une bonne adhésion entre la matrice polymère et le renfort traité dans 5% NaOH pendant 24h, où la

surface du composite est devenue homogène. Par ailleurs, à 48h, nous observons la dégradation des fibres sous l'effet de la prolongation du temps de traitement. Ce qui engendre une mauvaise adhésion entre le PS et le renfort.

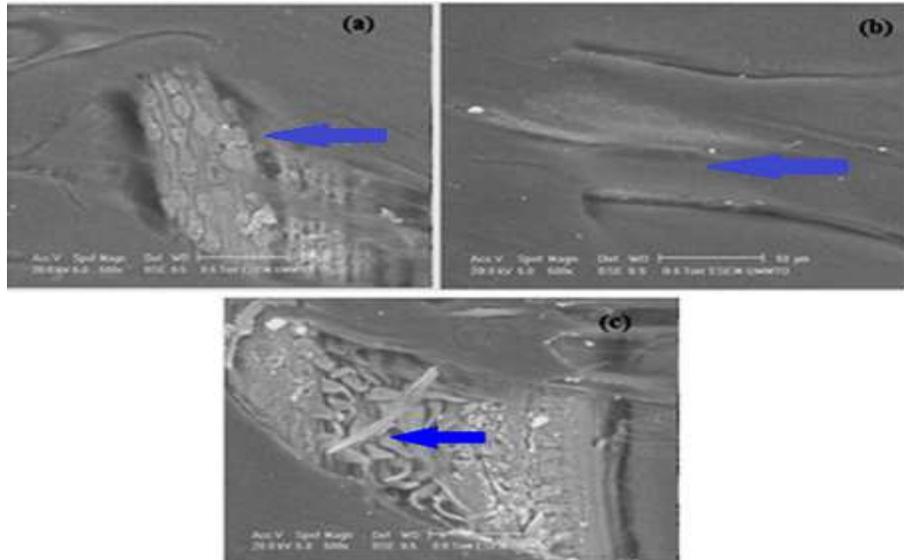


Figure III.34 : Micrographies MEB des composites de polystyrène avec 30% de fibres d'alfa : (a) non traitées ; (b) traitées dans 5% NaOH pendant 24h ; (c) traitées dans 5% NaOH pendant 48h.

III.4.2 Caractérisation en traction

III.4.2.1 Effet du taux de fibres

La figure III.35 donne la contrainte à la rupture des composites PS/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées. D'après la figure, on constate qu'il y a une amélioration de la contrainte à la rupture des composites à de faible taux de fibres (5% et 10 % en poids de fibres). Cette augmentation peut être attribuée à la bonne répartition des fibres d'alfa dans la matrice polymérique PS. Mais, avec des taux plus élevés nous remarquons une diminution de la contrainte à la rupture, due à l'incompatibilité renfort-matrice, ainsi à la mauvaise dispersion des fibres dans la matrice polymérique. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par A. Fadel [101] et par Bendahou et al [100].

La figure III.37 illustre l'évolution de la déformation à la rupture des composites PS/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées. La déformation à la rupture diminue avec l'augmentation du taux de fibres. Cette diminution est due à l'agglomération des fibres végétales, rigides, non traitées et non compatibles avec la matrice. Cela, crée des endroits

précaires et rend le composite moins ductile. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Arrakhiz et al [110].

L'évolution du module d'Young des composites PS/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées est présentée sur la figure III.36. On remarque que le module d'Young augmente avec l'augmentation du taux de fibres dans la matrice polymérique PS. Cette augmentation peut être attribuée à la nature rigide des fibres par rapport à la matrice thermoplastique. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Djidjelli et al [111], Sapuana et al [112].

Figure III.35 : Variation de la contrainte à la rupture des composite PS/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées (*RESULTATS PROTEGE*).

Figure III.36 : Variation de la déformation à la rupture des composites PS/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées (*RESULTATS PROTEGE*).

Figure III.37 : Variation du module d'Young des composites PS/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées (*RESULTATS PROTEGE*).

La figure III.38 présente les courbes contrainte-déformation pour le PS et ses composites à fibres d'alfa non traitées. D'après les courbes, le comportement est typique du système viscoélastique. Alors que le polystyrène vierge présente une ductilité notable et un grand allongement à la rupture. Par contre avec les composites, on remarque que la ductilité diminue avec l'augmentation du taux de fibres, le système devient plus rigide.

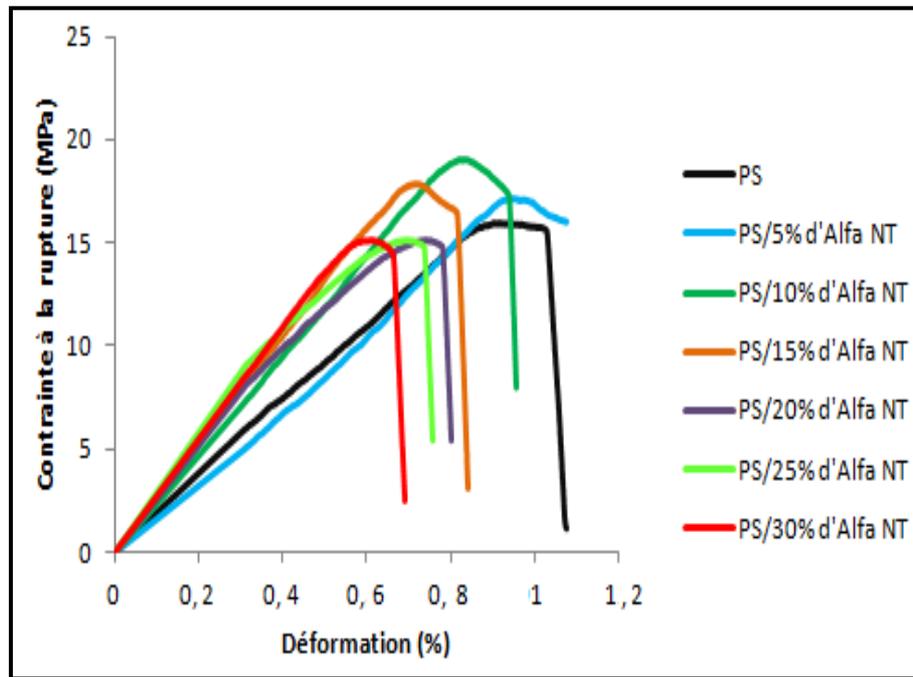


Figure III.38 : Courbes contrainte-déformation du PS et ses composites à fibres d'alfa non traitées

III.4.2.2 Effet du traitement

Les figures III.39, III.40 et III.41 révèlent les propriétés en traction des composites PS/fibres d'alfa. Selon les résultats obtenus, nous remarquons que la concentration de la soude et la durée du traitement favorisent l'évolution des propriétés mécaniques des matériaux composites ; à savoir la contrainte à la rupture, la déformation à la rupture et le module d'Young. Cette progression reflète une bonne affinité entre le renfort végétal et la matrice polymère. Ceci, peut être traduit par l'élaboration d'interaction physico-chimique entre la phase hydrophile des fibres et celle hydrophobe du PS. Ce phénomène est accentué pour les composites à fibres traitées dans 5% NaOH pendant 24h. A titre indicatif, à 15% de fibres, on enregistre une amélioration de 15% de la contrainte à la rupture des matériaux à fibres traitées par rapport aux composites à fibres non traitées.

D'autre part, à 5% NaOH et au-delà de 24h, le traitement est défavorable. Cela est dû à la défibrillation des fibres d'alfa, ce qui provoque la dégradation des propriétés mécaniques des matériaux [61].

Figure III.39 : Contraite à la rupture (a), module d'Young (b) et déformation à la rupture (c) des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 1% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h. (*RESULTATS PROTEGE*).

Figure III.40 : Contrainte à la rupture (a), module d'Young (b) et déformation à la rupture (c) des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 3% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h. (*RESULTATS PROTEGE*).

Figure III.41 : Contrainte à la rupture (a), module d'Young (b) et déformation à la rupture (c) des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 5% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h (*RESULTATS PROTEGE*).

III.4.3 Essai en flexion à trois points

III.4.3.1 Effet du taux de fibres

Afin d'étudier l'effet du taux de fibres sur les propriétés en flexion des composites élaborés, des tests de flexion trois points ont été effectués sur le polystyrène (PS) vierge et renforcés avec différents taux de 0%, 5%, 10%, 15%, 20%, 25% et de 30% en poids de fibres d'alfa non traitées.

D'après la figure III.42, nous observons une diminution de la résistance à la flexion avec l'enrichissement du composite en fibres d'alfa non traitées. Cela est dû, d'une part, à l'altération et à la carence de l'interface entre les deux composants du composite : la matrice et le renfort. D'autre part, au glissement entre les fibres. Par ailleurs, la croissance de la rigidité en flexion (Figure III.43) est proportionnelle au taux de fibres d'alfa. A 30% de fibres, la rigidité en flexion est maximale. Sa valeur est d'ordre de 3,71 GPa. Cela représente une progression de 14% par rapport à la matrice PS vierge.

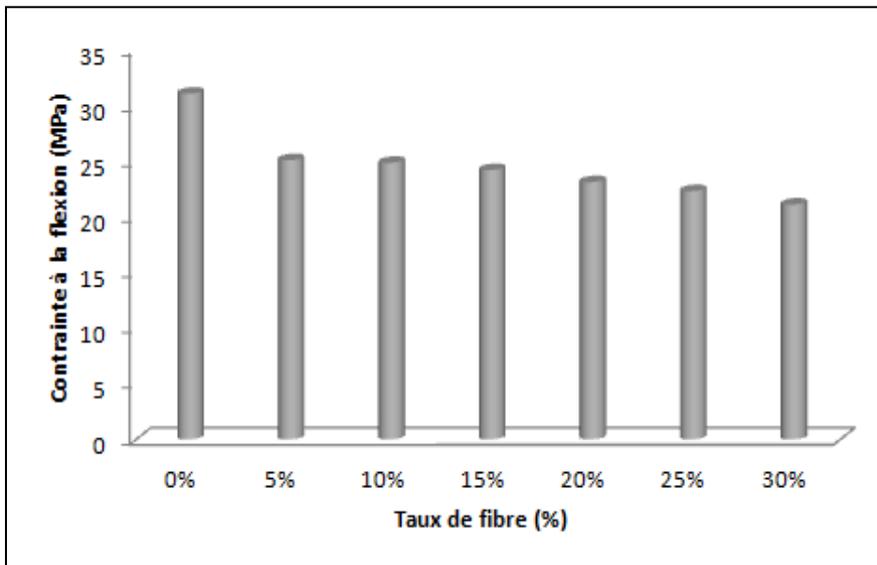


Figure III.42 : Résistance à la flexion des composites PS/fibres d'alfa non traitées.

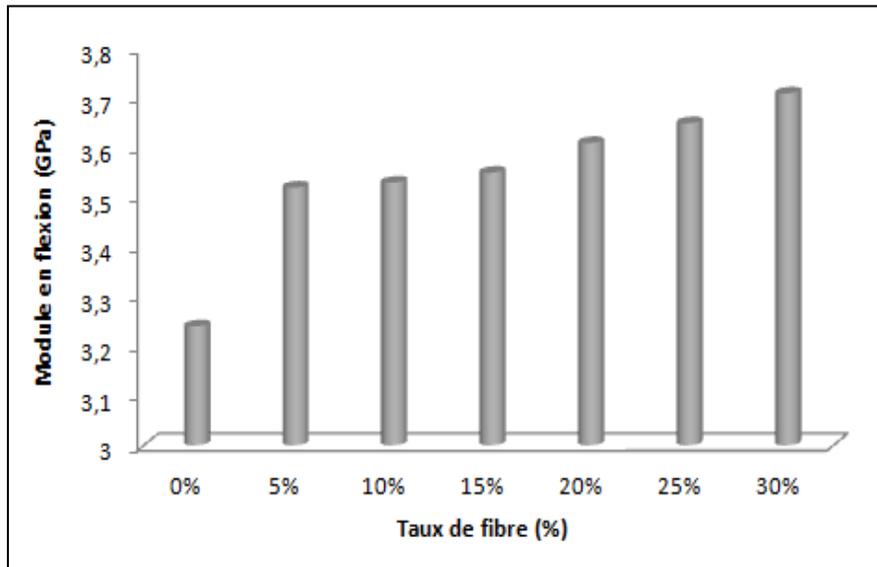


Figure III.43 : Rigidité en flexion des composites PS/fibres d'alfa non traitées.

Les courbes de contrainte -déformation des matériaux PS vierge et renforcés (figure III.44) montrent bien deux phases, linéaire au départ correspondant au comportement élastique du matériau, puis non linéaire en s'approchant de la rupture. La phase non-linéaire diminue avec l'augmentation du taux de fibres. Donc l'augmentation du taux de fibre fragilise le composite (baisse de ductilité).

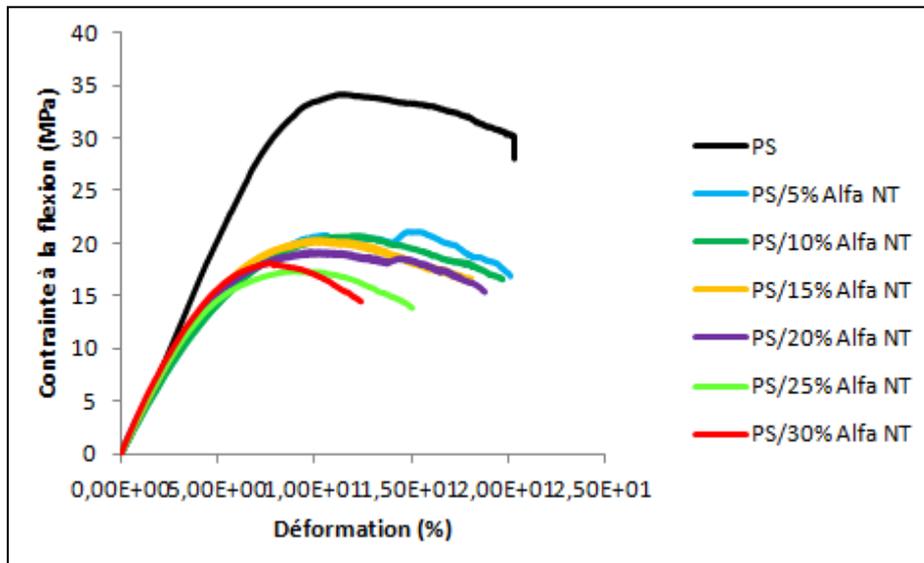


Figure III.44 : Courbes contrainte-déformation en flexion à trois points du polymère PS et ses composites à fibres d'alfa non traitées.

III.4.3.2 Effet du traitement

La résistance à la flexion et le module en flexion des composites PS/fibres d'alfa traitées et non traitées sont illustrés sur les figures III.45, III.46 et III. 47 . Les résultats obtenus indiquent une amélioration des propriétés en flexion des composites élaborés, renforcés par des fibres traitées à la soude [102] ; notamment à 5% NaOH pendant 24h. Dans ces conditions, la contrainte à la flexion est maximale pour le composite ayant 15% de fibres traitées, où la progression est de 49,7 % par rapport au composite renforcé par 15% de fibres non traitées. Cette croissance est le résultat du traitement alcalin avec lequel la surface des fibres a été modifiée, en éliminant les substances amorphes. Ce qui a contribué à l'apparition d'une surface de consolidation entre le renfort végétal et la matrice PS, et par conséquent l'évolution des propriétés mécaniques. On note aussi qu'à 5% NaOH et au-delà de 24h, le traitement n'est plus constructif et entraîne la dégradation des fibres d'alfa.

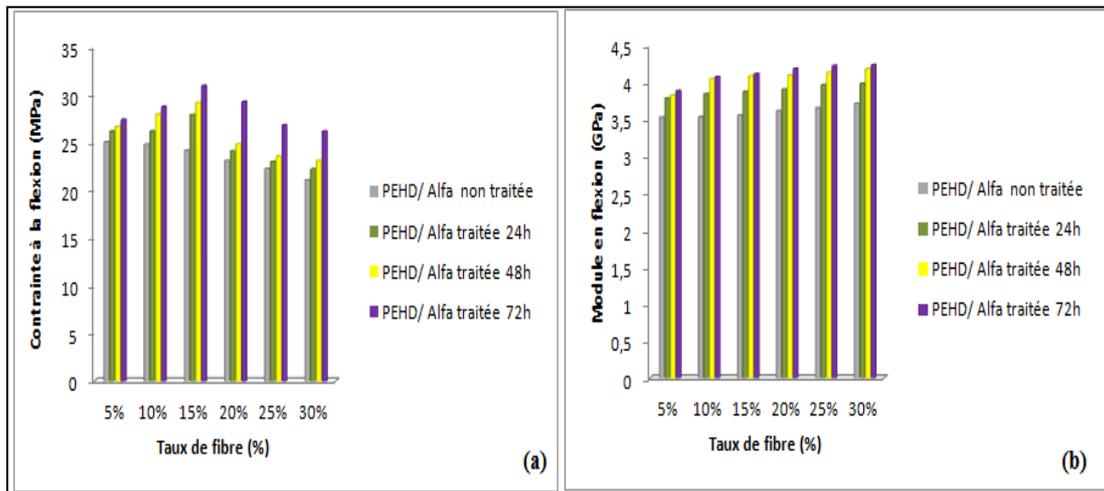


Figure III.45 : Contrainte à la flexion (a) et module en flexion (b) du PS et ses composites à fibres d’alfa traitées avec 1% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.

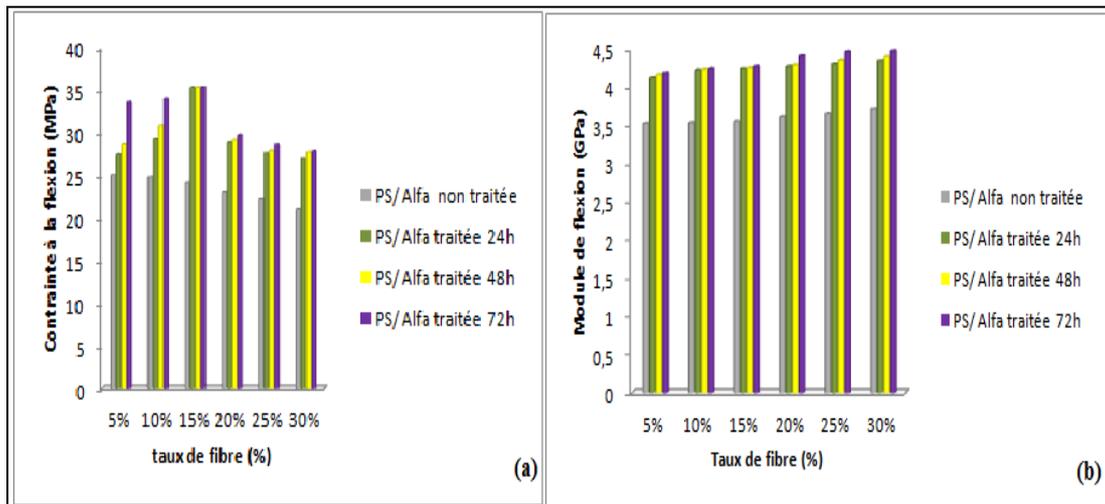


Figure III.46 : Contrainte à la flexion (a) et module en flexion (b) du PS et ses composites à fibres d’alfa traitées avec 3% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.

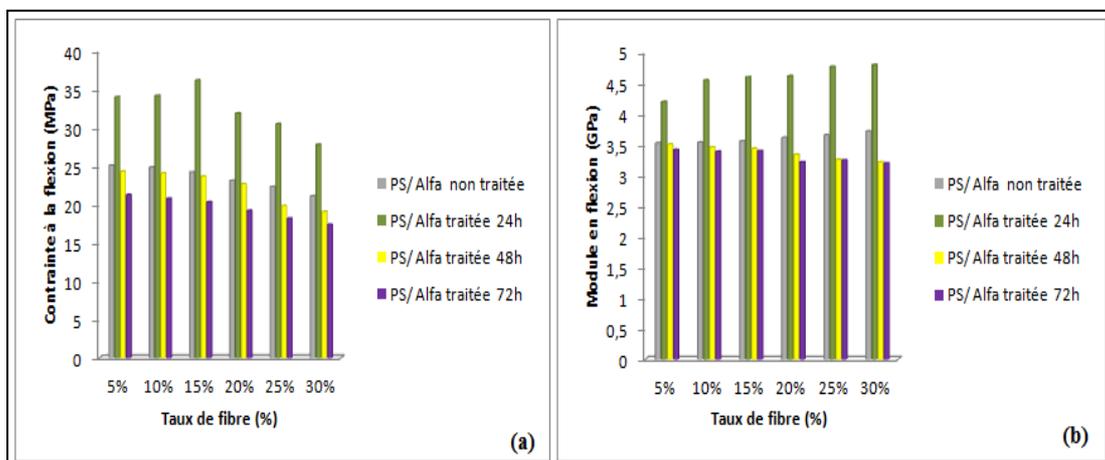


Figure III.47 : Contrainte à la flexion (a) et module en flexion (b) du PS et ses composites à fibres d’alfa traitées avec 5% NaOH ; pendant 24, 48 et 72h.

III.4.4 Essai de choc

III.4.4.1 Effet du taux de fibres

Les résultats obtenus au cours des essais au choc des composites PS/fibres d'alfa non traitées sont indiqués sur la figure III.48. Cette figure indique que la résilience du matériau PS ductile diminue d'une manière dramatique juste après l'ajout de 5% de fibres non traitées, où on note une perte de 82% en cette propriété. La résilience continue à diminuer avec l'augmentation de la teneur en fibres non traitées dans les composites. Cela montre que la matrice perd sa ductilité et que les composites deviennent moins résistants au choc (plus fragile). Ce phénomène était prévisible en raison de la discontinuité des phases et de l'augmentation de la rigidité du matériau, qui facilite la formation et la propagation des fissures [24].

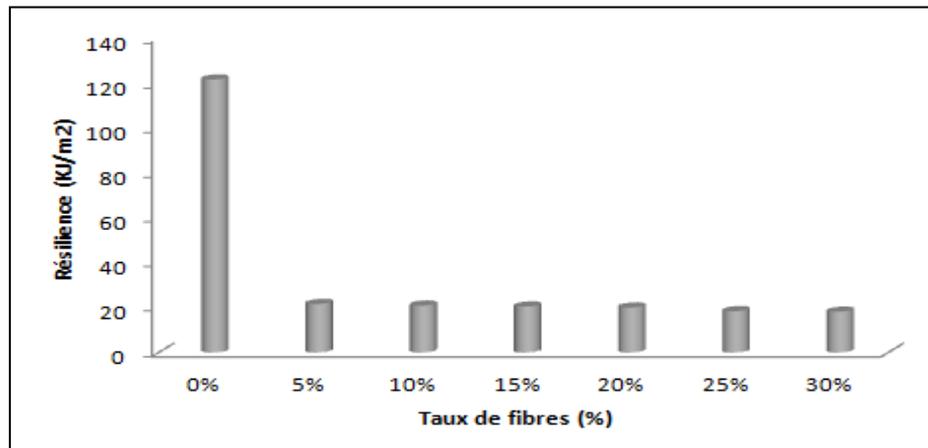


Figure III.48 : Résilience des composites PS/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées.

III.4.4.2 Effet du traitement

La résistance au choc des composites PS/fibres d'alfa traitées et non traitées est présentée sur les figures III.49, III.50 et III.51. Les résultats obtenus montrent que la résilience progresse avec l'augmentation de la concentration de la soude et de la durée de traitement, où nous remarquons que cette propriété est meilleure pour les composites à fibres traitées dans 5% NaOH, pendant 24h. Ce qui fait que ces matériaux sont plus résistants au choc, vu l'amélioration de leur ductilité. Au-delà de 24h, le traitement à 5% NaOH est défavorable et rend les matériaux moins résistants au choc, suite à l'endommagement des fibres d'alfa.

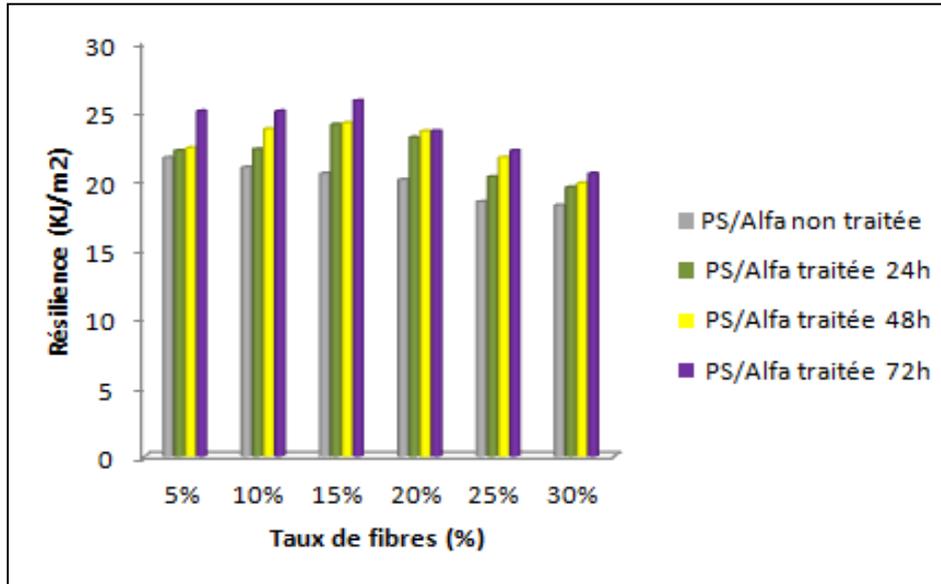


Figure III.49 : Résilience des composites PS/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées et traitées avec 1% NaOH.

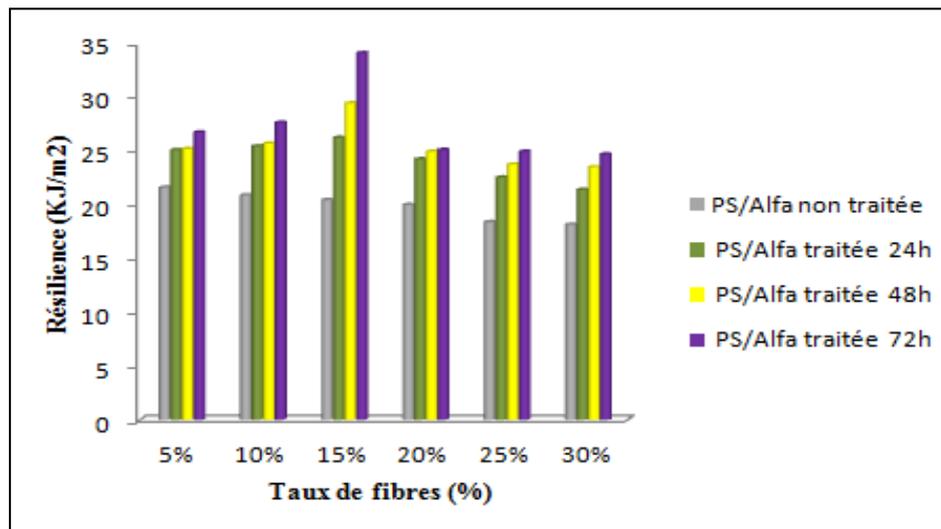


Figure III.50 : Résilience des composites PS/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées et traitées avec 3% NaOH.

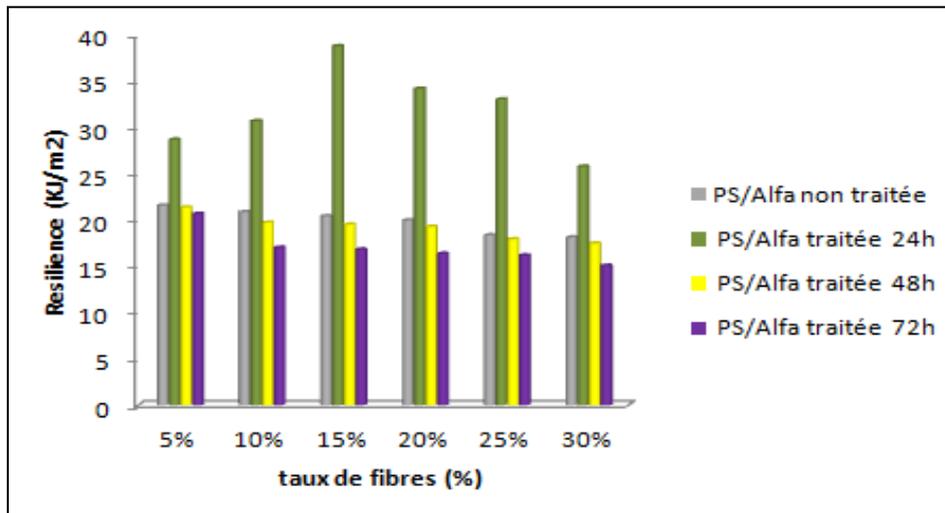


Figure III.51 : Résilience des composites PS/fibres d’alfa en fonction du taux de fibres non traitées et traitées avec 5% de NaOH.

III.4.5 Test d’absorption d’eau

III.4.5.1 Effet du taux de fibre

Afin de déterminer l’évolution de l’absorption d’eau des composites PS/fibres d’alfa non traitées, en fonction du temps d’immersion, les matériaux ont été immergés dans de l’eau distillée. Les résultats obtenus sont sur la figure III.52. Cette figure indique une augmentation de la vitesse d’absorption d’eau dans les premières heures d’immersion des matériaux composites (0-6 heures). Puis, elle diminue au fur et à mesure que le temps d’immersion augmente jusqu’à saturation. A ce stade le taux d’absorption d’eau reste constant.

Par ailleurs, nous notons la croissance du taux d’absorption d’eau avec l’augmentation de la teneur de fibres non traitées dans la matrice PS, où l’absorption est maximale à 30% de fibres. Cela est dû à la formation de liaisons hydrogènes entre les différents composants de la fibre, riches en groupements hydroxyles, et les molécules d’eau.

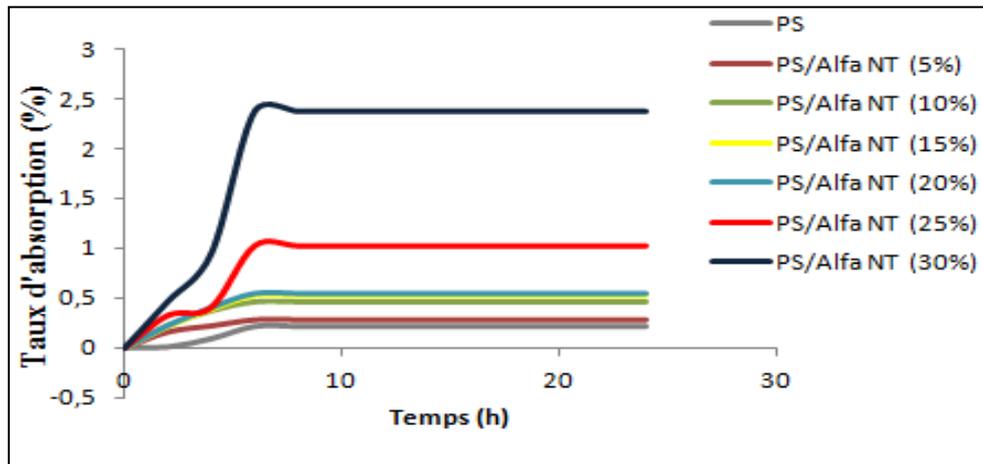


Figure III.52 : Evolution du taux d'absorption d'eau du PS et ses composites à fibres d'alfa non traitées en fonction du temps d'immersion dans l'eau distillée

III.4.5.2 Effet du traitement

L'évolution du taux d'absorption d'eau des composites PS/fibres d'alfa traitées a été étudiée. Les figures III.53, III.54 et III.55 présentent les résultats obtenus avec les matériaux immergés dans l'eau, dont la teneur en fibres est de 5%, 15% et 25%. D'après ces figures, nous constatons que pour le même taux de fibres, le taux d'absorption d'eau diminue avec le traitement. Le taux le plus bas ne dépasse pas 0,1%. Ce taux est obtenu pour le composite PS/Alfa traitée à 5% NaOH pendant 24h avec 5% de fibres. Cette diminution est due à la réduction des groupements hydroxyles de la fibre, suite à l'élimination des composés amorphes. Par ailleurs, l'absorption d'eau commence à s'accroître à 5% NaOH et au-delà de 24h, où le taux s'accroît à 72h, avec une valeur de 3,5%. Cela est dû à l'augmentation des microvides au sein des composites, suite à la dégradation des fibres.

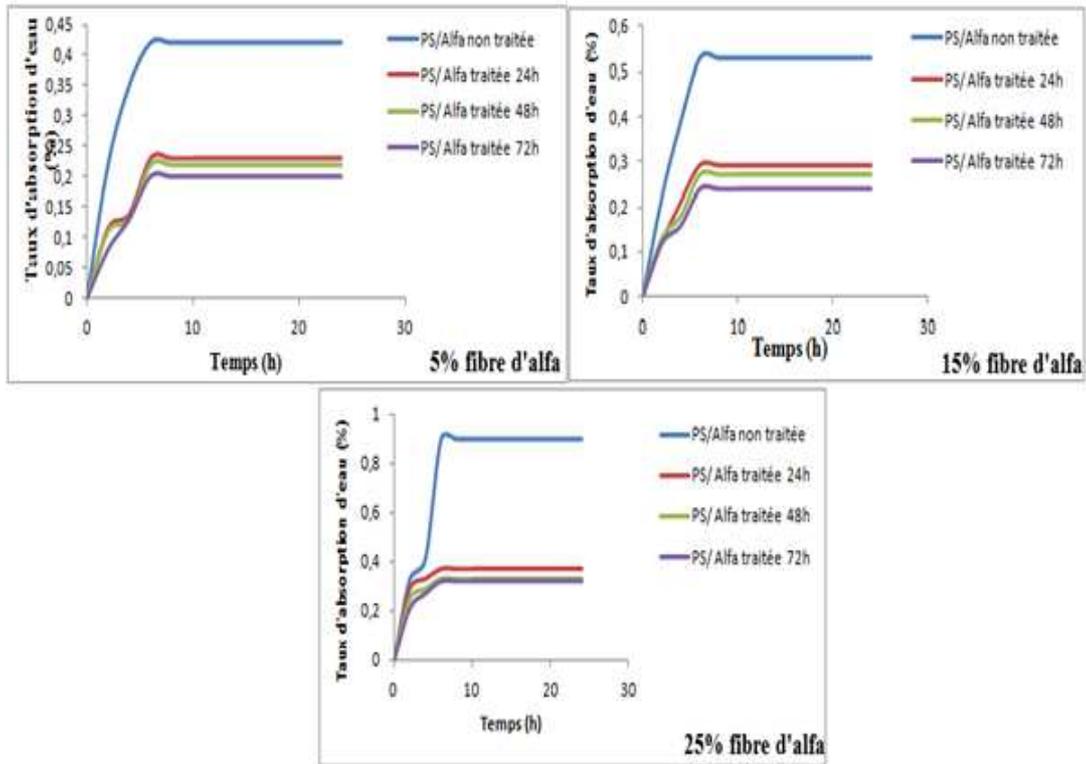


Figure III.53 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 1% NaOH, en fonction du temps d'immersion.

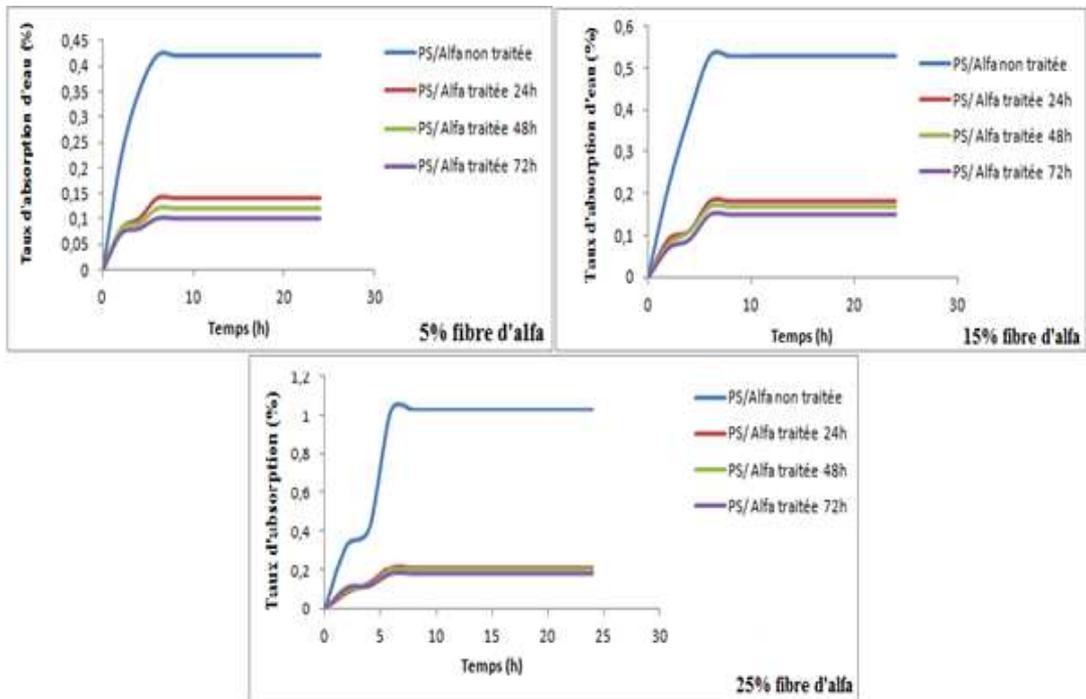


Figure III.54 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 3% NaOH, en fonction du temps d'immersion.

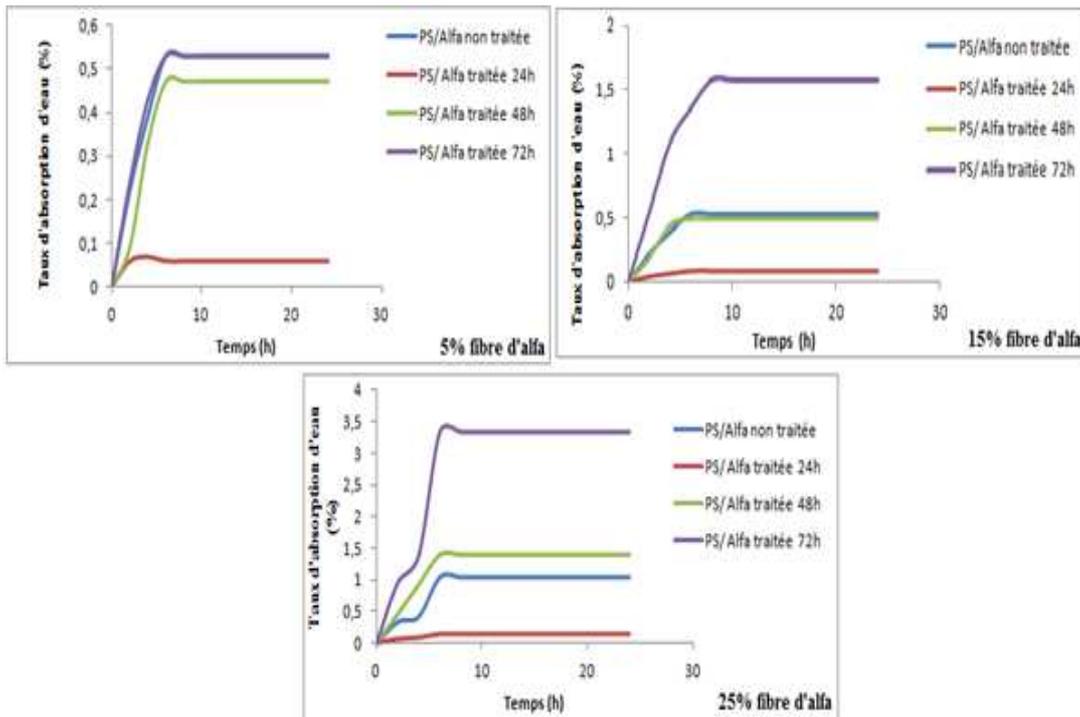


Figure 55 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 5% NaOH, en fonction du temps d'immersion.

En conclusion, les résultats de la caractérisation mécanique des composites PS/fibres d'alfa nous montrent qu'avec 15% de fibres d'alfa traitées par 5% NaOH pendant 24h présentent de meilleures propriétés par rapport aux composites à fibres non traitées.

III.5 Discussion et Synthèse des résultats du PEHD/Alfa et PS/Alfa

III.5.1 Comportement mécanique

III.5.1.1 Effet du taux de fibres

Selon les figures III.56, III.57, III.58, nous remarquons que les modules d'élasticité en traction et en flexion ainsi que la résistance au choc du PS sont plus élevés que ceux du PEHD. Ce résultat nous indique que le PS est plus rigide, plus tenace et plus cristallin que le PEHD. D'autre part, les contraintes à la rupture en traction et en flexion du PS sont supérieures à celles du PEHD, où on note 219% de différence en contrainte de flexion du PS par rapport au PEHD. Par contre, la déformation à la rupture du PS est inférieure à celle du PEHD. Cela montre que le PS est plus résistant, mais moins ductile que le PEHD.

Avec l'ajout des fibres d'alfa non traitées, le module d'Young et le module en flexion des matériaux composites augmentent. Par contre, la contrainte à la traction, la contrainte à la

flexion, la déformation à la rupture ainsi que la résilience diminuent quelle que soit la matrice polymère utilisée. Alors, à l'exception de la rigidité transmise aux matériaux, les fibres non traitées contribuent à rendre les composites moins résistants, moins ductiles et moins tenaces, en raison de la qualité de l'interface renfort/matrice. Ceci implique que les matériaux composites sont plus fragiles que les polymères vierges.

Cela est dû principalement à la présence de composés amorphes dans l'Alfa, et l'incompatibilité entre le renfort et la matrice. Ce qui a induit à une mauvaise dispersion des fibres dans la matrice polymérique. Du coup, le transfert de contraintes est mal assuré dans les composites [113]. Ce phénomène s'accroît lorsque le taux de fibres non traitées augmente.

Figure III.56 : Evolution de la contrainte (a), du module d'Young(b) et de la déformation à la rupture (c) des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées.

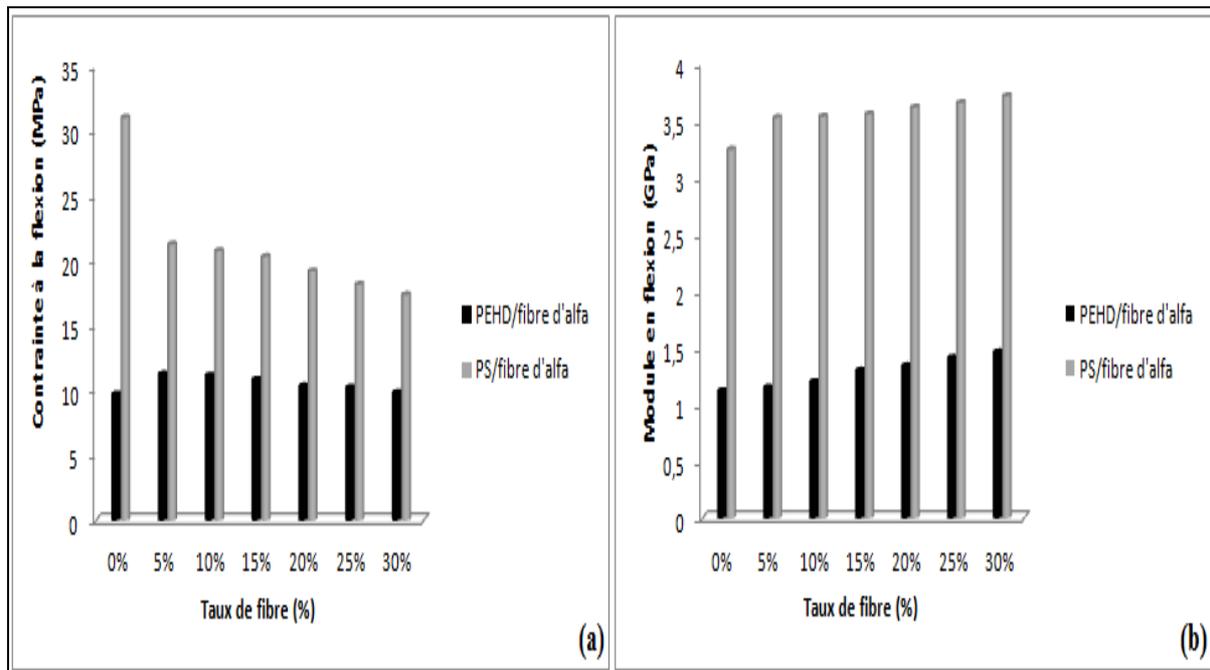


Figure 57 : Evolution de la contrainte à la flexion (a) et du module en flexion (b) des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa en fonction du taux de fibres non traitées.

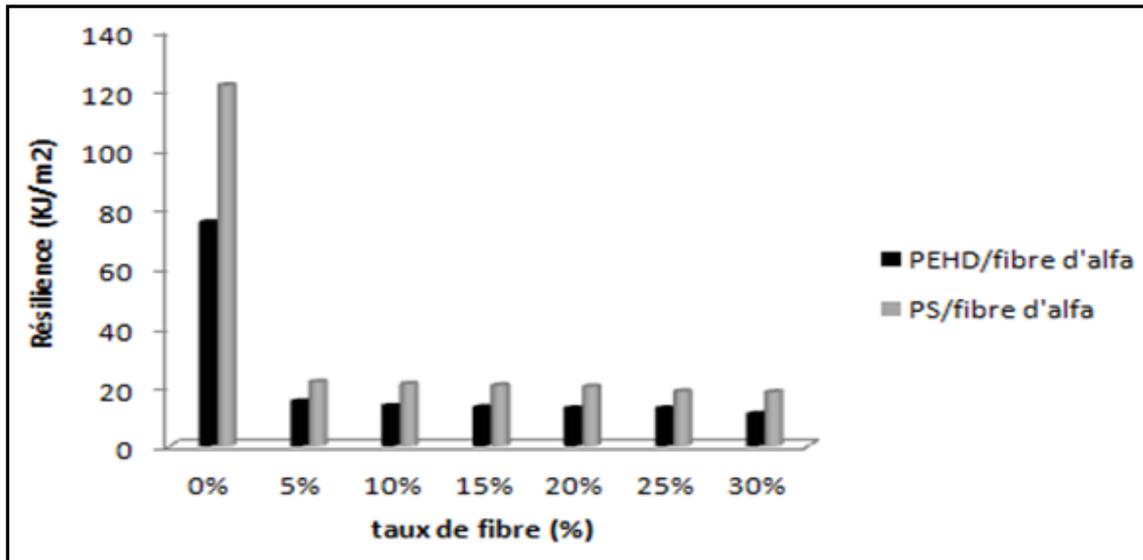


Figure III.58 : Evolution de la résilience des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa en fonction taux de fibres non traitées.

III.5.1.2 Effet du traitement

Les résultats obtenus montrent que les propriétés mécaniques des composites élaborés à base du PS et du PEHD sont meilleures à 15% et 25% de fibres traitées avec 5% NaOH pendant 24h. Pour cette raison, la comparaison des propriétés mécaniques entre les différents composites est effectuée uniquement dans ces conditions.

Selon les figures III.59, III.60, III.61, nous remarquons qu'à 15% et à 25% de fibres traitées, les propriétés mécaniques des composites à base du PS sont sensiblement améliorées par rapport à celles des composites à base du PEHD. A ces concentrations, la contrainte à la traction des matériaux-PS est légèrement supérieure à celle des matériaux-PEHD. Contrairement à la déformation à rupture, où nous observons un phénomène inverse. Par ailleurs, la résilience, le module d'Young, la résistance à la flexion et le module de rigidité en flexion des composites-PS sont plus élevés comparativement à ceux des composites-PEHD. La différence est plus accentuée à 15% de fibres traitées, avec laquelle on note des valeurs respectives de 46%, 65%, 173% et 176%. Ces résultats montrent que les matériaux composites-PS sont plus résistants, plus rigides mais, moins ductiles que ceux à base du PEHD. Cela est dû principalement à la matrice PS plus cristalline que la matrice PEHD.

Figure III.59 : Evolution de la contrainte à la rupture (a), du module d'Young (b) et de la déformation à la rupture (c) des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa traitées avec 5% NaOH pendant 24h, pour les taux 15% et 25% en poids de fibres. (*RESULTATS PROTEGE*).

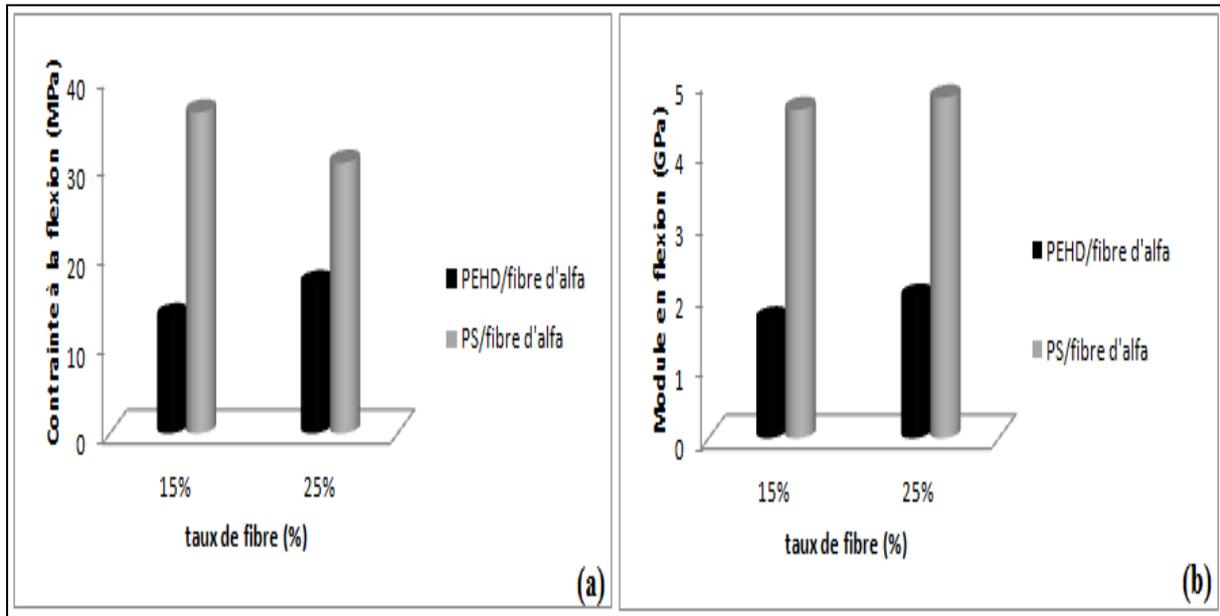


Figure III.60 : Evolution de la contrainte à la flexion (a), le module en flexion (b) des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa traitées avec 5% NaOH pendant 24h, pour les taux 15% et 25% en poids de fibre.

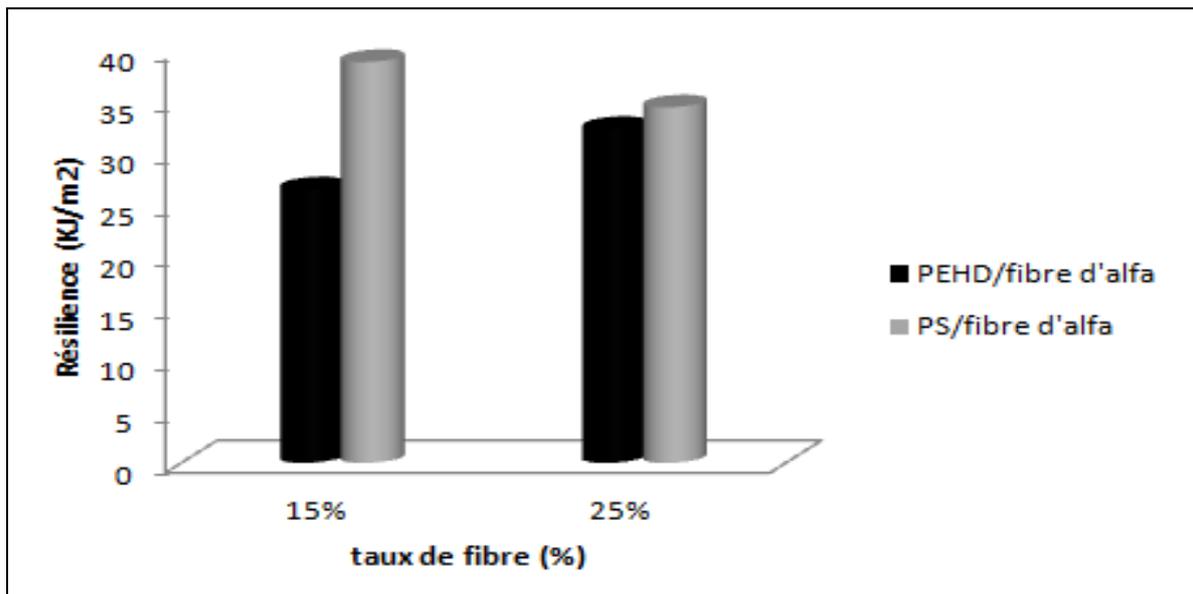


Figure III.61 : Evolution de la résilience des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa traitée avec 5% de NaOH pendant 24h, pour les taux 15% et 25% en poids de fibres.

III.5.2 Test d'absorption d'eau

III.5.2.1 Effet du taux de fibres

La figure III.62 présente une comparaison du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa pour les taux de 15% et 25% en poids de fibres non traitées. D'après la figure, nous pouvons voir que quelle que soit la teneur en fibres non traitées, le taux d'absorption d'eau des composites-PS est inférieur à celui des composites-PEHD. Ceci est dû à la structure du PS qui est plus cristalline que celle du PEHD. C'est-à-dire la partie amorphe dans le PS est moins importante que celle du PEHD. Donc, les microvides, par lesquels les polymères retiennent de l'eau, sont moins importants dans la matrice PS que la matrice PEHD.

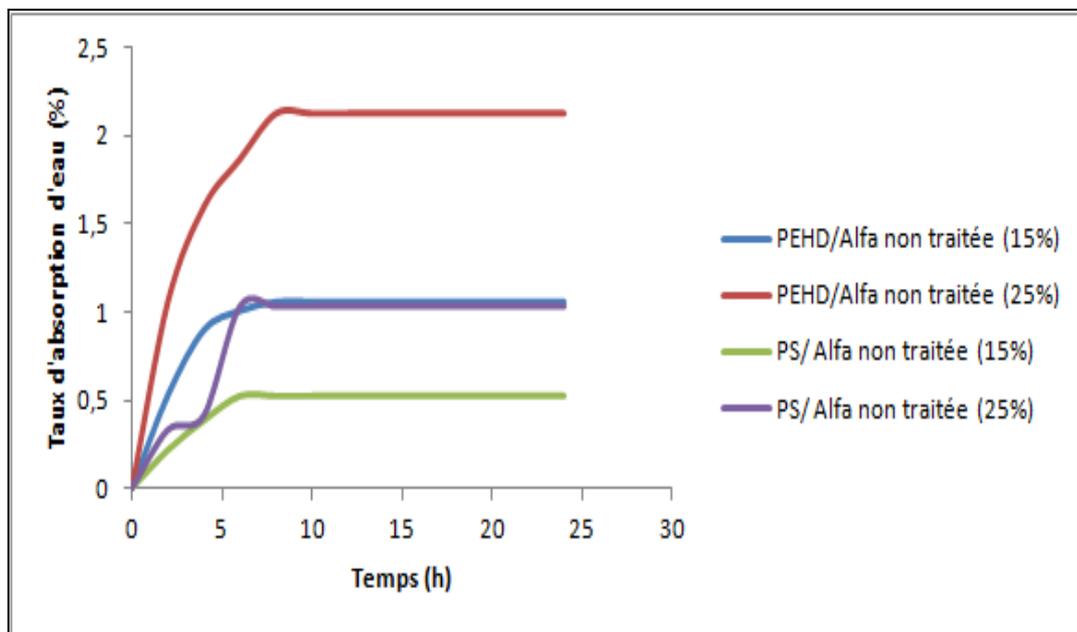


Figure III.62 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa avec 15% et 25% en poids de fibres non traitées.

III.5.2.2 Effet du traitement

La figure III.63 présente la comparaison du taux d'absorption d'eau des composites à matrices PEHD et PS constitués de 15% et 25% en poids de fibres traitées dans 5% NaOH pendant 24h.

Quelle que soit la teneur en fibres, nous constatons que le taux ainsi que la vitesse d'absorption d'eau sont plus élevés dans le cas des composites-PEHD. Cela est dû à la

présence de microvides dans la structure de la matrice PEHD. Par conséquent, la quantité d'eau piégée dans ces vides est supérieure dans le cas du PEHD par rapport au PS. Par ailleurs, Quelle que soit la matrice, on remarque que le taux d'absorption d'eau à 25% de fibres est supérieur à celui de 15%. Ceci est évident. Car, les fibres d'alfa sont riches en groupements hydroxyles (-OH) qui forment des liaisons hydrogènes avec les molécules d'eau. Alors, plus le taux de fibres est élevé plus la concentration en groupements hydroxyles augmente et par conséquent le taux d'absorption d'eau devient important.

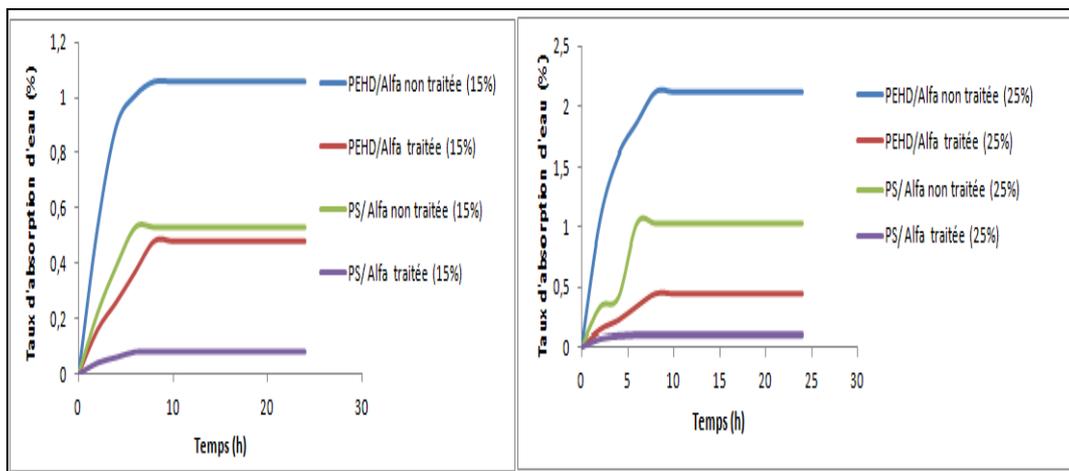


Figure III.63 : Evolution du taux d'absorption d'eau des composites PEHD/fibres d'alfa et PS/fibres d'alfa avec 15% et 25% de fibres traitées à 5% de NaOH pendant 24h.

III.6 Conclusion

D'après l'analyse des résultats on peut remarquer que, les propriétés mécaniques (en traction, en flexion et au choc) ainsi que les propriétés physiques (absorption d'eau) sont meilleures pour les composites-PS par rapport aux composites-PEHD, notamment avec des fibres traitées à 5% NaOH pendant 24h. Ceci est dû aux propriétés mécaniques élevées du polystyrène par rapport au polyéthylène à haute densité. Ce qui influe sur les propriétés finales des composites.

***CONCLUSION
GENERALE***

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Cette étude constitue une contribution à la recherche de nouveaux matériaux à renfort naturel végétal. Elle cible la mise en valeur des fibres naturelles extraites de la plante Alfa en combinaison avec une matrice polymère thermoplastique afin d'élaborer de nouveaux matériaux composites biodégradables. A cet effet, nous avons élaboré des matériaux à fibres d'alfa courtes (traitées ou non traitées), en utilisant deux polymères thermoplastiques, à savoir le polyéthylène à haute densité (PEHD) et le polystyrène (PS). Dans le but d'améliorer l'affinité entre le renfort et la matrice, nous avons traité les tiges d'alfa par voie alcaline en utilisant la soude caustique (NaOH) à trois concentrations différentes 1%, 3% et 5% avec des durées de traitement de 24h, 48h et 72h.

Les techniques de caractérisation que nous avons utilisées ont permis de visualiser les effets du traitement alcalin sur les propriétés physiques, structurales, thermiques et morphologiques des fibres d'alfa. La progression de la perte en masse et la diminution du taux d'absorption des fibres traitées en fonction du traitement ont été observées. Ceci est dû à l'élimination des substances non-cellulosiques. Ce résultat a été confirmé par les micrographies optique et au MEB. D'une part, ces micrographies ont montré une modification de la surface des fibres, dont la disparition de la couche cireuse. D'autre part, ces micrographies ont également révélé une augmentation de la rugosité des fibres traitées par rapport à celles non traitées (élimination des composants non celluloses). Les spectres infrarouges à transformée de Fourier (IRTF) ont dévoilé le changement de la structure à la surface des fibres traitées, où on a remarqué la disparition du pic correspondant aux groupements carbonyles de l'hémicellulose. La méthode de caractérisation par diffraction des rayons X (DRX) a montré une augmentation de la cristallinité des fibres après traitement alcalin. L'indice de cristallinité (I_c) des fibres traitées à 5% NaOH pendant 24h s'est amélioré de 43,90% par rapport aux fibres non traitées. L'analyse thermogravimétrique (ATG) a montré que le traitement chimique provoque également l'augmentation de la température de début de décomposition (T_d), et par conséquent une amélioration de la stabilité thermique des fibres d'alfa traitées. La température de mise en œuvre des composites à base des fibres d'alfa ne doit donc pas aller au-delà de 165°C pour les fibres non traitées et 187°C pour les fibres traitées.

La deuxième partie de ce travail consiste à élaborer les nouveaux matériaux composites avec les fibres décrites précédemment. Les matériaux composites sont par injection (technique généralement utilisée dans l'industrie plastique), en faisant varier le pourcentage des fibres de 0 à 30%.

Les images MEB ont montré une certaine incompatibilité entre la matrice (PEHD, PS) et les fibres d'alfa non traitées. Ce phénomène est accentué avec l'augmentation du taux de fibres dans le composite. Ceci est expliqué par l'incompatibilité entre les deux phases (matrice et renfort). Par ailleurs, cette méthode de caractérisation a bien révélé une bonne adhésion entre la matrice (PEHD, PS) et les fibres d'alfa traitées avec une cohésion à l'interface fibres/matrice améliorée par le traitement alcalin. En effet, ce dernier a contribué à générer des sites d'interactions avec le polymère. Les propriétés mécaniques des nouveaux matériaux élaborés ont montré que l'ajout de fibres d'alfa traitées induit une perte du comportement ductile des composites, mais conduit à un gain très important de la rigidité et de la résistance mécanique. Le module d'élasticité (en traction et en flexion) augmente avec l'augmentation de la teneur en fibres traitées, la concentration de la soude et la durée du traitement alcalin. La résistance mécanique (contrainte à la rupture, contrainte à la flexion, résilience) progresse avec le traitement et le taux de fibres traitées. Cependant, cette propriété est limitée par deux facteurs. Le premier caractérise un seuil maximal de la concentration de fibres dans les matériaux, où on a enregistré 25% pour les composites à base de PEHD et 15% pour les composites à base de PS. Par exemple la diminution de la résistance mécanique au-delà de ces limites peut être liée à l'agglomération des fibres traitées. Le second facteur est le temps de traitement délimité. Dans notre étude à une durée de 24h pour le traitement à 5% NaOH. A cette concentration et pour des temps de traitement supérieurs à 24h, les propriétés mécaniques se réduisent en raison de la mauvaise adhésion interfaciale entre la matrice et le renfort ; engendrée par la détérioration des fibres traitées.

La dernière partie de cette recherche est une étude comparative entre les propriétés mécaniques et physiques des nouveaux composites. La comparaison est effectuée uniquement dans les conditions où les résultats étaient les meilleurs, à savoir le traitement à 5% NaOH pendant 24h, et les taux de fibres de 15% et 25%. Cette étude nous a montré que le composite « PS/15% fibres traitées » est moins absorbant d'eau, plus rigide, plus résistant, mais moins ductile que le composite « PEHD/25% fibres traitées ».

Comme perspectives à ce travail, nous pouvons citer celles qui nous intéressent à comme :

- ✓ Traitement chimique des fibres d'alfa par acétylation et avec des agents de couplage.
- ✓ Utilisation d'une matrice bio polymère pour avoir un biocomposite avec les fibres d'alfa afin d'assurer la biodégradabilité totale.

ANNEXES

Annexe N°1

I. 1. Polyéthylène

I.1.1 Définition

Le polyéthylène est un polymère (macromolécule) qui fait partie de la famille des polyoléfines. Il est issu de la polymérisation de l'éthylène gazeux :

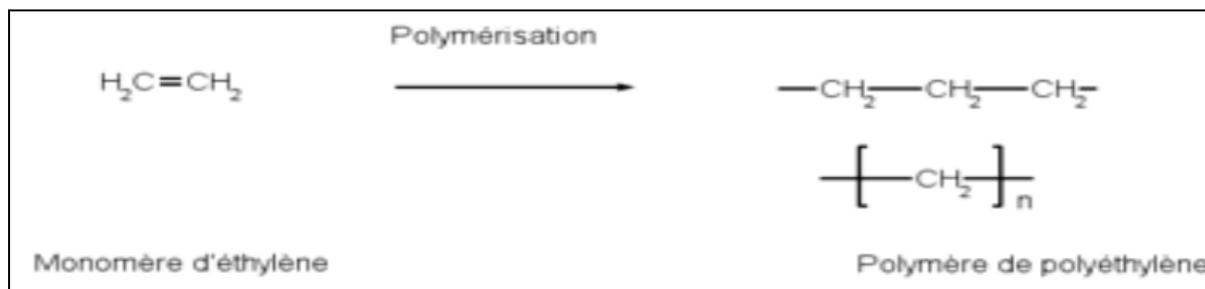


Figure 1.1 : Polymérisation du polyéthylène.

Le PE (polyéthylène) fait partie des thermoplastiques parmi toutes les matières plastiques. C'est-à-dire qu'il a des propriétés qui lui confère une malléabilité à chaud et une thermoplasticité réversible.

Le polyéthylène est de nature différente selon les modes de polymérisation :

- A partir d'un procédé à basse pression pour obtenir le polyéthylène haute densité PEHD (linéaire donc plus compact), par le procédé Ziegler-Natta. Il est plus cristallin que le PEBD (1 à 5 ramifications/1000 carbones) et avec une masse volumique varie de 0,940 à 0,960 g/cm³ [114].
- A l'inverse, on utilise une méthode à haute pression, par polymérisation radicalaire, on obtient un polymère très ramifié (20 à 40 ramifications/1000 carbones). Il est appelé le polyéthylène basse-densité PEBD avec une masse volumique varie de 0,910 à 0,920 g/cm³ [114].
- Il existe par ailleurs un autre type de PE, le PEMD (moyenne densité), mais c'est en réalité un intermédiaire entre les 2 formes et n'a pas de caractéristique particulière ou intéressante qui mérite d'être développée. Sa masse volumique est de 0,926 à 0,940 g/cm³.

I.1.2 Propriétés physiques et thermiques des polyéthylènes

Quelques propriétés physiques, thermiques et mécaniques des polyéthylènes sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau 1.1 : Propriétés physiques, thermiques et mécaniques de différents polyéthylènes.

Propriétés		PEHD	PEBD
Physiques	Masse volumiques (g/cm ³)	0,940 - 0,960	0,910 - 0,920
	Taux de cristallinité (%)	65-80%	65-70%
Thermiques	Transition vitreuse (°C)	-110	-110
	Température de fusion (°C)	128-135	110 - 120
	Conductivité thermique (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	0,46 - 0,51	0,34
Mécaniques	Structure	linéaire	ramifié
	Contrainte au seuil (rupture) (MPa)	24 - 30	8 - 23
	Module de traction (MPa)	800 -1200	190 - 500
	Allongement à la rupture (%)	500 - 1100	150 - 1100
	Dureté shore D	66	40 - 47

I.1.3 Avantages et inconvénients des polyéthylènes

I.1.3.1 Avantages

- Mise en œuvre aisée ;
- Excellentes propriétés d'isolation électrique ;
- Résistance aux chocs ;
- Grande inertie chimique ;
- Qualité alimentaire [115].

I.1.3.2 Inconvénients

- Perte du caractère perméable des PE que ce soit à l'eau, mais aussi à l'air et aux hydrocarbures ;
- Sensibilité aux UV en présence d'oxygène ;
- Sensibilité à la fissure sous contrainte ;
- Mauvaise tenue à la chaleur ;
- Collage difficile ;
- Retrait important [115].

I.1.4 Applications des polyéthylènes

Les polyéthylènes trouvent plusieurs applications dans la vie quotidienne, parmi ces applications on les trouve dans :

- Emballage industriel ;
- Emballage alimentaire ;
- Emballage produits hygiéniques ;
- Bouteille de lait ;
- Bidon d'huile ;
- Flacons détergents solides et liquides ;
- Réservoirs à essence ;
- Casiers bouteilles ;
- Sacs/Poubelles/Palettes
- Jouets ;
- Planches à voile ;
- Transport de gaz ;
- Revêtement de pipe-line.

I.2 Polystyrène

I.2.1 Définition

Le polystyrène est un plastique dur, cassant et transparent. C'est un produit industriel courant largement diffusé, offrant de très nombreux usages. On le reconnaît facilement à un blanchissement sur les zones de contraintes avant la rupture ou à sa fumée noire et à son odeur caractéristique lors de sa combustion. le polystyrène occupe la quatrième place après le PE, le PVC et le PP [116].

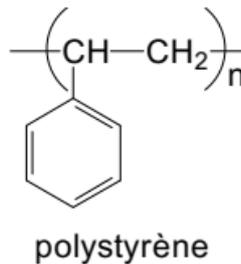


Figure 1.2 : Formule chimique de Polystyrène.

Le polystyrène est obtenu par polymérisation du styrène, un matériau issu de la pétrochimie. Le styrène provient de la déshydrogénation de l'éthylbenzène fabriqué à partir du benzène et de l'éthylène [117].

Le styrène est l'un des rares monomères qui offre la particularité de pouvoir se polymériser par voie radicalaire ou ionique.

- La polymérisation ionique est effectuée en solution et à basse température (-80°C à $+60^{\circ}\text{C}$).
- La polymérisation radicalaire peut être effectuée en solution, en masse, en émulsion ou en suspension [118].

Il existe trois types de polystyrène : le polystyrène standard (cristal), le polystyrène choc (HIPS) et le polystyrène expansé (PSE).

- **Le polystyrène cristal ou dense** : Celui-ci regroupe par exemple les ustensiles, les barquettes en plastiques....
- **Le polystyrène choc ou haut impact** : utilisé souvent dans le domaine de l'industrie.
- **Le polystyrène expansé ou PSE** : celui-ci peut être également appelé le styromousse.

Il s'agit de polystyrène dans lequel a été ajouté un agent expanseur lors de sa fabrication.

I.2.2 Propriétés des polystyrènes

- Possèdent de bonnes propriétés d'isolation électrique et conduisent faiblement la chaleur [117] ;
- Facilement combustibles et dégagent une odeur sucrée ;
- Bonne résistance aux produits inorganiques (comme des solutions aqueuses) et produits alimentaires ;
- Bonne résistance aux acides, bases et aux agents oxydants et réducteurs ;
- Se gonflent ou se dissolvent au contact des acides concentrés et aux hydrocarbures ;
- Stabilité dimensionnelle (capacité à maintenir leurs dimensions face aux variations de température, d'humidité et à certaines charges physiques) est excellente [117] ;
- Très faible absorption d'eau.

I.2.3 Applications

a) Le polystyrène standard : est utilisé pour des applications où la transparence et la rigidité sont nécessaires. Il est utilisé dans des produits tels que des couverts, des tasses, des récipients de yogourt, de boulangerie et de fruits et légumes. Il est très utilisé dans les jouets, les équipements récréatifs et les articles ménagers.

b) Le polystyrène choc : dans les téléviseurs, dans les modèles les plus récents, sont constitués d'environ 20% en poids de plastiques et de 90% de PS choc non ignifugé (CRIQ, 2009).

c) Le polystyrène expansé : il est léger, composé de 98% d'air et 2% de matière solide. Il est très utilisé dans l'emballage alimentaire, des contenants, des plateaux. Il est également utilisé pour la fabrication de vaisselles à usage unique.

Sa constitution d'alvéoles remplies d'air procure au PSE d'exceptionnelles propriétés d'amortissements aux chocs. De ce fait, il est utilisé dans les emballages protecteurs pour l'expédition des articles fragiles, pour l'emballage d'équipements électroniques comme les

téléviseurs, les ordinateurs...

Le PSE est très largement utilisé dans l'isolation thermique, dans le secteur du bâtiment, de la construction et du froid (camions frigorifiques, glacières et chambres frigorifiques).

Annexe N°2 : les composites PEHD/Alfa et PS/Alfa

2.1 Composite PEHD/Alfa

2.1.1 Caractérisation en traction

2.1.1.1 Effet du taux de fibres

Tableau 2.1: Propriétés en traction de PEHD et ses composites à fibres d'alfa non traitées.
(*RESULTATS PROTEGE*)

2.1.1.2 Effet du traitement

Tableau 2.2 : Propriétés en traction des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées dans 1% NaOH.

(RESULTATS PROTEGE)

Tableau 2.3 : Propriétés en traction des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées dans 3% NaOH.

(RESULTATS PROTEGE)

Tableau 2.4 : Propriétés en traction des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées dans 5% NaOH.

(RESULTATS PROTEGE)

2.1.2 Essai en flexion à trois points

2.1.2.1 Effet du taux de fibres

Tableau 2.5 : Propriétés en flexion des composites PEHD renforcés à différents taux de fibres d'alfa non traitées.

Taux de fibres d'alfa	0%	5%	10%	15%	20%	25%	30%
Contrainte à la flexion (MPa)	9,70	11,25	11,15	10,84	10,34	10,22	9,83
Module en flexion (GPa)	1,12	1,15	1,20	1,30	1,34	1,41	1,46

2.1.2.2 Effet du traitement

Tableau 2.6 : Propriétés en flexion des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées dans 1% NaOH.

Taux de fibres d'alfa		5%	10%	15%	20%	25%	30%	
Contrainte à la flexion (MPa)	PEHD/fibres d'alfa non traitées	11,25	11,15	10,84	10,34	10,22	9,83	
	PEHD/fibres d'alfa traitées	24h	11,30	11,20	11,30	11,40	12,90	12,70
		48h	11,30	11,40	11,70	11,90	13,90	12,70
		72h	11,40	11,50	11,80	12,20	15,00	13,20
Module en flexion (GPa)	PEHD/ fibres d'alfa non traitées	1,15	1,20	1,30	1,34	1,41	1,46	
	PEHD/fibres d'alfa traitées	24h	1,19	1,25	1,34	1,40	1,58	1,69
		48h	1,22	1,31	1,39	1,44	1,62	1,74
		72h	1,38	1,48	1,55	1,70	1,75	2,03

Tableau 2.7 : Propriétés en flexion des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées dans 3 % NaOH.

Taux de fibres d'alfa		5%	10%	15%	20%	25%	30%	
Contrainte à la flexion (MPa)	PEHD/fibres d'alfa non traitées	11,25	11,15	10,84	10,34	10,22	9,83	
	PEHD/fibres d'alfa traitées	24h	11,30	11,50	11,70	12,30	15,50	12,90
		48h	11,40	12,00	12,10	12,30	15,70	13,50
		72h	11,60	12,20	12,70	13,20	15,80	13,90
Module en flexion (GPa)	PEHD/fibres d'alfa non traitées	1,15	1,20	1,30	1,34	1,41	1,46	
	PEHD/fibres d'alfa traitées	24h	1,38	1,42	1,56	1,68	1,83	2,13
		48h	1,41	1,47	1,63	1,72	1,87	2,21
		72h	1,45	1,53	1,70	1,76	2,08	2,33

Tableau 2.8 : Propriétés en flexion des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées dans 5 % NaOH

Taux de fibres d'alfa		5%	10%	15%	20%	25%	30%	
Contrainte à la flexion (MPa)	PEHD/fibres d'alfa non traitées	11,25	11,15	10,84	10,34	10,22	9,83	
	PEHD/fibres d'alfa traitées	24h	12,20	12,70	13,20	13,80	16,90	14,80
		48h	11,25	11,18	10,70	10,24	9,80	9,47
		72h	11,20	11,17	10,22	9,83	9,73	9,42
Module en flexion (GPa)	PEHD/fibres d'alfa non traitées	1,15	1,20	1,30	1,34	1,41	1,46	
	PEHD/fibres d'alfa traitées	24h	1,44	1,60	1,66	1,76	1,98	2,33
		48h	1,14	1,13	1,12	1,10	0,92	0,76
		72h	1,10	0,93	0,77	0,63	0,53	0,50

2.1.3 Essai de choc

2.1.3.1 Effet du taux de fibres

Tableau 2.9 : Résilience des composites de PEHD/fibres d'alfa non traitées.

Taux de fibres d'alfa (%)	0%	5%	10%	15%	20%	25%	30%
Résilience (KJ/m ²)	75,30	14,95	13,40	13,00	12,62	12,60	10,75

2.1.3.2 Effet du traitement

Tableau 2.10 : Résilience des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées dans 1% NaOH

Taux de fibres d'alfa (%)		5%	10%	15%	20%	25%	30%	
Résilience (KJ/m ²)	PEHD/fibres d'alfa non traitées	14,95	13,40	13,00	12,62	12,60	10,75	
	PEHD/fibres d'alfa traitées	24h	15,30	16,00	17,70	19,30	22,60	21,40
		48h	17,10	18,20	18,60	22,30	24,00	23,30
		72h	17,50	19,10	20,70	22,60	24,50	23,80

Tableau 2.11: Résilience des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées dans 3% NaOH

Taux de fibres d'alfa (%)		5%	10%	15%	20%	25%	30%	
Résilience (KJ/m ²)	PEHD/fibres d'alfa non traitées	14,95	13,40	13,00	12,62	12,60	10,75	
	PEHD/fibres d'alfa traitées	24h	18,40	20,00	22,00	22,60	25,00	24,10
		48h	22,00	23,10	23,80	25,10	25,70	25,50
		72h	23,50	23,80	25,70	25,80	27,50	27,20

Tableau 2.12 : Résilience des composites PEHD/fibres d'alfa non traitées et traitées dans 5 % NaOH

Taux de fibres d'alfa (%)		5%	10%	15%	20%	25%	30%	
Résilience (KJ/m ²)	PEHD/fibres d'alfa non traitées	14,95	13,40	13,00	12,62	12,60	10,75	
	PEHD/fibres d'alfa traitées	24h	24,50	26,20	26,50	26,70	32,35	31,00
		48h	14,45	13,20	12,80	12,60	11,75	11,15
		72h	13,00	12,60	12,35	12,15	10,35	10,15

2.2 Composite PS/Alfa

2.2.1 Caractérisation en traction

2.2.1.1 Effet du taux de fibre

Tableau 2.13 : Propriétés en traction du PS et ses composites à fibres d'alfa non traitées.

(RESULTATS PROTEGE)

2.2.1.2 Effet du traitement

Tableau 2.14 : Propriétés en traction des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 1% NaOH.

(RESULTATS PROTEGE)

Tableau 2.15 : Propriétés en traction des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 3% NaOH.

(RESULTATS PROTEGE)

Tableau 2.16 : Propriétés en traction des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 5 % NaOH.

(RESULTATS PROTEGE)

2.2.2 Essai de flexion à trois points

2.2.2.1 Effet du taux de fibres

Tableau 2.17 : Propriétés en flexion des composites PS/fibres d'alfa renforcés à différents taux de fibres non traitées.

Taux de fibres d'alfa	0%	5%	10%	15%	20%	25%	30%
Contrainte à la flexion (MPa)	30,98	25,03	24,79	24,14	23,06	22,25	21,05
Module en flexion (GPa)	3,24	3,52	3,53	3,55	3,61	3,65	3,71

2.2.2.2 Effet du traitement

Tableau 2.18: Propriétés en flexion des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 1% NaOH.

Taux de fibres d'alfa		5%	10%	15%	20%	25%	30%	
Contrainte à la flexion (MPa)	PS/fibres d'alfa non traitées	25,03	24,79	24,14	23,06	22,25	21,05	
	PS/fibres d'alfa traitées	24h	26,15	26,17	27,88	24,07	22,96	22,19
		48h	26,66	27,93	29,15	24,82	23,54	23,07
		72h	27,37	28,74	30,91	29,26	26,80	26,14
Module à la flexion (GPa)	PS/fibres d'alfa non traitées	3,52	3,53	3,55	3,61	3,65	3,71	
	PS/fibres d'alfa traitées	24h	3,78	3,84	3,87	3,90	3,96	3,98
		48h	3,82	4,04	4,08	4,09	4,13	4,18
		72h	3,88	4,07	4,11	4,18	4,22	4,23

Tableau 2.19 : Propriétés en flexion des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 3% NaOH.

Taux de fibres d'alfa		5%	10%	15%	20%	25%	30%	
Contrainte à la flexion (MPa)	PS/fibres d'alfa non traitées	25,03	24,79	24,14	23,06	22,25	21,05	
	PS/fibres d'alfa traitées	24h	27,5	29,29	35,30	28,91	27,62	26,99
		48h	28,67	30,82	35,30	29,19	27,94	27,75
		72h	33,64	33,99	35,33	29,72	28,62	27,86
Module à la flexion (GPa)	PS/fibres d'alfa non traitées	3,52	3,53	3,55	3,61	3,65	3,71	
	PS/fibres d'alfa traitées	24h	4,12	4,22	4,24	4,27	4,30	4,34
		48h	4,16	4,23	4,25	4,29	4,35	4,40
		72h	4,18	4,24	4,27	4,41	4,46	4,47

Tableau 2.20 : Propriétés en flexion des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 5% NaOH.

Taux de fibres d'alfa		5%	10%	15%	20%	25%	30%	
Contrainte à la flexion (MPa)	PS/fibre d'alfa non traitées	25,03	24,79	24,14	23,06	22,25	21,05	
	PS/fibres d'alfa traitées	24h	33,94	34,11	36,12	31,82	30,45	27,75
		48h	24,26	24,02	23,6	22,62	19,76	19,01
		72h	21,24	20,73	20,29	19,17	18,15	17,35
Module à la flexion (GPa)	PS/fibres d'alfa non traitées	3,52	3,53	3,55	3,61	3,65	3,71	
	PS/fibres d'alfa traitées	24h	4,19	4,54	4,59	4,61	4,76	4,79
		48h	3,5	3,45	3,43	3,33	3,25	3,21
		72h	3,41	3,38	3,39	3,21	3,24	3,19

2.2.3 Essai de choc

2.2.3.1 Effet du taux de fibre

Tableau 2.21 : Résilience des composites PS/fibres d'alfa non traitées.

Taux de fibres d'alfa (%)	0%	5%	10%	15%	20%	25%	30%
Résilience (KJ/m ²)	121,45	21,60	20,90	20,45	20,00	18,40	18,15

2.2.3.2 Effet du traitement

Tableau 2.22 : Résilience des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 1% NaOH.

Taux de fibres d'alfa (%)		5%	10%	15%	20%	25%	30%	
Résilience (KJ/m ²)	PS/fibres d'alfa non traitées	21,60	20,90	20,45	20,00	18,40	18,15	
	PS/fibres d'alfa traitées	24h	22,10	22,20	24,00	23,05	20,20	19,45
		48h	22,30	23,67	24,10	23,50	21,60	19,75
		72h	24,95	24,95	25,70	23,52	22,10	20,45

Tableau 2.23: Résilience des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 3% NaOH.

Taux de fibres d'alfa (%)		5%	10%	15%	20%	25%	30%	
Résilience (KJ/m ²)	PS/fibres d'alfa non traitées	21,60	20,90	20,45	20,00	18,40	18,15	
	PS/fibres d'alfa traitées	24h	25,10	25,45	26,25	24,25	22,55	21,40
		48h	25,20	25,70	29,45	24,95	23,75	23,50
		72h	26,75	27,65	34,12	25,12	24,95	24,70

Tableau 2.24 : Résilience des composites PS/fibres d'alfa non traitées et traitées avec 5 % NaOH.

Taux de fibres d'alfa (%)		5%	10%	15%	20%	25%	30%	
Résilience (KJ/m ²)	PS/fibres d'alfa non traitées	21,60	20,90	20,45	20,00	18,40	18,15	
	PS/fibres d'alfa traitées	24h	28,75	30,75	38,85	34,25	33,10	25,82
		48h	21,40	19,75	19,55	19,30	17,95	17,50
		72h	20,70	17,05	16,85	16,40	16,20	15,10

2.3 Discussion et Synthèse des résultats du PEHD/Alfa et PS/Alfa

Comportement mécanique

2.3.1 Effet du taux de fibre

Tableau 2.25 : Récapitulatif des résultats des essais de traction (*RESULTATS PROTEGE*)

, de flexion et de choc pour les composites PEHD/fibres d'alfa et les composites PS/fibres d'alfa avec différents taux de fibres non traitées.

Taux de fibres d'alfa (%)	Propriétés en flexion				Résilience (kJ/m ²)	
	Contrainte à la flexion (MPa)		Module en flexion (GPa)			
	PEHD/Alfa non traitée	PS/Alfa non traitée	PEHD/Alfa non traitée	PS/Alfa non traitée	PEHD/Alfa non traitée	PS/Alfa non traitée
0	9,70	3,24	1,12	3,24	75,30	121,45
5	11,25	3,52	1,15	3,52	14,95	21,60
10	11,15	3,53	1,20	3,53	13,40	20,90
15	10,84	3,55	1,30	3,55	13,00	20,45
20	10,34	3,61	1,34	3,61	12,62	20,00
25	10,22	3,65	1,41	3,65	12,60	18,40
30	9,83	3,71	1,46	3,71	10,75	18,15

2.3.2 Effet du traitement

Tableau III.26: Récapitulatif des résultats des essais de traction (*RESULTATS PROTEGE*)

, de flexion et de choc pour les composites PEHD/fibres d'alfa et les composites PS/fibres d'alfa traitées avec 5 % NaOH pendant 24h ; pour les taux de 15% et 25% en poids de fibres.

		Fibres d'alfa traitées		
		15%	25%	
Propriétés en flexion	Contrainte à la flexion (MPa)	PEHD/fibres d'alfa	13,20	16,90
		PS/fibres d'alfa	36,12	30,45
	Module en flexion (GPa)	PEHD/fibres d'alfa	1,66	1,98
		PS/fibres d'alfa	4,59	4,76
Résilience (kJ/m ²)		PEHD/fibres d'alfa	26,50	32,35
		PS/fibres d'alfa	38,85	34,45

REFERENCES

Références

- [1] : **Bouaziz H.** Élaboration d'un matériau composite à renfort végétal (alfa, agave) pour la confection des appareils orthopédiques (prothèses et orthèses) et de bandes plâtrées, Projet en Collaboration avec des universités et des industriels.
- [2] : **Berthelot D.** Matériaux composites, Masson 1996.
- [3] : **Dufressure A.** Etude de l'interface/interphase des composites modèles DGEBADDA/bille de verre par fluage thermostimulé. Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, 1991.
- [4] : **Perrot Y.** Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites verre/polyester utilisés en construction navale de plaisance - Cas des résines polyester limitant les émissions de styrène .Thèse de doctorat, Université de Bretagne sud, France, 2006.
- [5] : **Boulanghien M.** Formulations de composites thermoplastiques à partir de fibres de carbone recyclées par vapo-thermolyse .Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2018.
- [6] : **Baley C.** Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Techniques de l'Ingénieur*, 2013, 1-23.
- [7] : **Faruk O., Bledzki A. K., Fink H. P., Sain M.** Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010, *Progress in Polymer Science*, vol. 37, 2012, 1552-1596.
- [8] : **Oksman K.** Mechanical properties of natural fibre mat reinforced thermoplastic », *Applied Composite Materials*, vol. 7, 2000, 403–414.
- [9] : **Bledzki A. K., Gassan J.** Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science*, vol. 24, 1999, 221-274.
- [10] : **Zimniewska M., Wladyka Przybylak M., Mankowski J.** Cellulosic Bast Fibres, their Structure and Properties Suitable for Composite Applications, *Cellulose Fibers: Bio-and Nano-polymer Composites*, 2011, 97–119.
- [11] : *Chemical engineering news « Calling All Chemists »*, vol. 86, issue 33, 2008, 59-68.
- [12] : **Hossen Beg M.D.** The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites. Thèse de doctorat, University of Waikato, Hamilton, New Zealand, 2007.

- [13]: **Mohanty A.K., Khan M.A., Hinrichsen G.** Influence of chemical surface modification on the properties of biodegradable jute fabrics-polyester amide composite. *Composites Part A: Applied Science Manufacturing*, Vol. 31, n° 2, 2000, 143-150.
- [14]: **Barreto A.C.H., Rosa D.S., Fachine P.B.A., Mazzetto S.E.** Properties of sisal fibers treated by alkali solution and their application into cardanol-based biocomposites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol.42, 2011, 492-500.
- [15]: **Jacob John M., Thomas S.** Biofres and biocomposites, *Carbohydrate Polymers*, 71, 2008,343-364.
- [16]: **Mohanty A. K., Misra M., Drzal L. T.** (Eds.). *Natural fibers, biopolymers, and biocomposites.* CRC Press, 2005.
- [17] : **Rogge E.** Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'alfa (esparto grass) en vue d'applications textiles. Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud-Alsace (UHA), 2009 -2010.
- [18] : **Rahmoune M. A., Benhamou A., Fernane F., Toufaily J.** Effect of treatment with soda and dimethoxydimethylsilane on water absorption and thermal stability of olive pomace flour and date stone . *Journal of Materials and Environmental Science*, Vol.6, 2015, 2655-2664.
- [19]: **Chen C. L.** Lignin occurrence in woody tissues, isolation, reaction, and structure. Dans: *Wood structure and composition.* Eds. M. Lewin, I. S. Golstein, Chap. 5. New York, Marcell Dekker Inc 1991.
- [20]: **Sarkanen K. V.** Precursors and their polymerization. *Lignins: Occurrence, formation, structure and reactions .* Eds. K. V. Sarkanen, C. H. Ludwig. Wiley-Interscience. Ch.4.95, 1971.
- [21]: **Fiore V., Scalici T., Nicoletti F., Vitale G., Prestipino M., Valenza A.** A new ecofriendly chemical treatment of natural fibres: Effect of sodium bicarbonate on properties of sisal fibre and its epoxy composites. *Composites Part B: Engineering*, Vol. 85, 2016, 150-160.

- [22]: **Sedan D.** Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composites. Thèse doctorat, Université de Limoges, France, 2007, 129p.
- [23]: **Paul S. A., Boudenne A., Ibos L., Candau Y., Joseph K., Thomas S.** Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of Banana fiber/polypropylene commingled composite materials. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 39, 2008, 1582-1588.
- [24]: **Borchani K.E.** Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa. Thèse de doctorat, Université de Lyon, France, 2016.
- [25]: **Akchiche O., Messaoud Boureghda K.** Esparto Grass (*Stipa Tenacissima L.*), Raw Material of Papermaking. First Part, *ХИМИЯ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ*, 2007. N°4. С. 25-30.
- [26]: **Paiva M.C., Ammar I., Campos A.R., Cheikh R.B., Cunha A.M.** Alfa fibres: Mechanical, morphological and interfacial characterization. *Composites Science and Technology*, 67, 2007, 1132-1138.
- [27]: **Brahim S.B., Cheikh R.B.** Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite. *Composites Science and Technology*, 67, 2007, 140-147.
- [28]: **Bouiri B., Amrani M.** Production of dissolving grade pulp from Alfa. *Bioresources*, 5(1), 2009, 291-302.
- [29]: L'alfa : Importance écologique et socio-économique, Portail de l'agriculture marocaine, *Terre et Vie*, N°61-62, (Novembre 2002).
- [30]: le site de la société nationale de cellulose et de papier alfa <http://www.sncpa.com.tn>
- [31]: **Ben Hassen M.** Elaboration de non tissés à base de fibres d'alfa. disponible sur : non-woven.blogspot. fr
- [32]: **Hamour N., Amar Boukerrou A., Hocine Djidjelli H.** Effects of MAPP Compatibilization and Acetylation Treatment Followed by Hydrothermal Aging on

Polypropylene Alfa Fiber Composites. Hindawi Publishing Corporation International Journal of Polymer Science, Volume 2015, Article ID 451691, 9 pages.

[33] : **Mouhoubi S., Osmani H., Bali T., Abdeslam S.** Elaboration et étude des propriétés des composites polyester/ alfa traitée et non traitée, Verres, Céramiques & Composites, Vol.2, N°1, 2012, 34-40.

[34]: **Hammiche D., Amar Boukerrou A., Hocine Djidjelli H., Yves-Marie Corre Y.M., Grohens Y., Pillin I.** Hydrothermal ageing of alfa fiber reinforced polyvinylchloride composites, Construction and Building Materials 47, 2013, 293-300.

[35] : **Khaldi M., Vivet A., Poilâne C., Ben Doudou B., Chen J., Bourmaud A., Sereir Z.** Etude en rupture d'un composite à fibres végétales d'Alfa. MATERIAUX 2014, 24-28 Novembre 2014, COLLOQUE 01 ECOMATERIAUX.

[36] : **Dallel M.** Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*) : caractérisation physico-chimique de la fibre au fil. PhD Thesis, Université de Haute Alsace – Mulhouse, France, 2012.

[37] : **Hanana S., Elloumi A., Placet V., Tounsi H., Belghith H., Bradai C.** An efficient enzymatic-based process for the extraction of high-mechanical properties alfa fibres. Ind. Crops Prod. 70, 2015, 190-200.

[38]: **Brahim S.B., Cheikh R.B.** Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite ». Compos. Sci. Technol. 67, 2007, 140-147.

[39]: **Berthelot J. M.** matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures. 5eme édition, thec et doc, Lavoisier, 2012.

[40] : **Gornet L.** Généralités sur les matériaux composites ». cel-00470296, version 1 - 6 Apr 2010.

[41]: **Arbelaiz A., Fernandez B., Ramos J.A., Retegi A., Llano-Ponte R., Mondragon I.** Mechanical properties of short flax fibre bundle/polypropylene composites: Influence of matrix/fibre modification, fibre content, water uptake and recycling, Composites Science and Technology, Vol 65, Issue 10, August 2005, 1582-1592.

- [42]: **Michaud F.** Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement Thermomécanique: aptitude au post formage, Université Laval/Université de Bordeaux 1, thèse Ph.D.2003.
- [43]: **Augier L.** Etude de l'élaboration de matériaux composites PVC/bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité. Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France, 2007.
- [44]: **Ragoubi M., Molina S., Georges B., Merlin A.** Evaluation du comportement mécanique des matériaux composites chanvre- PP sous traitement plasma. Comptes Rendus des journées nationales sur les composites JNC 16, Faculté des sciences et techniques, université Nancy, France, 2009.
- [45]: **Ntenga R.** Modélisation multi-échelles et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites, Thèse de doctorat, Ecole doctorale sciences pour l'ingénieur de Clermont-Ferrand et Ecole nationale supérieure polytechnique, Université blaise Pascal - Clermont 2 et université de Yaoundé 1, France, 2007.
- [46]: **Kokta B.V., Maldas D., Daneault C., Béland P.** Composites of polyvinyl chloride-wood fibers. III: effect of silane as coupling agent . Journal of Vinyl and Additive Technology, Vol. 12, 1999, pp 146-153.
- [47]: **Pickering K. L., Abdalla A., Ji C., McDonald A. G., Franich R. A.** The effect of silane coupling agents on radiata pine fibre for use in thermoplastic matrix composites, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 34 ,2003, 915-926.
- [48]: **Naik J. B., Mishra S.** Esterification effect of maleic anhydride on swelling properties of natural fiber/high density polyethylene composites, Journal of Applied Polymer Science 106 ,2007, 2571-2574.
- [49]: **Tserki V., Panayiotou C., Zafeiropoulos N. E. A.** A study of the effect of acetylation and propionylation on the interface of natural fibre biodegradable composites, Advanced Composites Letters 14 ,2005, 65-71.
- [50]: **Ray D., Sarkar B.K., Rana A.K., Bose N.R.** Effect of alkali treated jute fibres on composite properties, Bulletin of Materials Science, Vol. 24, 2001, 129-135.

- [51]: **Islam M.S., Pickering K.L., Foreman N.J.** Influence of alkali treatment on the interfacial and physico-mechanical properties of industrial hemp fibre reinforced polylactic acid composites, *Composites: Part A*, vol. 41, 2010, 596-603.
- [52]: **Taha I., Steuernagel L., Ziegmann G.** Optimization of the alkali treatment process of date palm fibres for polymeric composites, *Composite Interfaces* 14,2007, 669-684.
- [53]: **Das M., Chakraborty D.** Influence of alkali treatment on the fine structure and morphology of bamboo fibers, *Journal of Applied Polymer Science* 102, 2006, 5050-5056.
- [54]: **Mwaikambo L.Y., Ansell M.P.** The effect of chemical treatment on the properties of hemp, sisal, jute and kapok fibres for composite reinforcement; *Die Angewandte Makromolekulare Chemie* 272, 1999, 108-116.
- [55]: **Do Thi V. V.** Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non. Thèse de doctorat, Université de Grenoble, France, 2011.
- [56]: **Osoka E.C., Onukwuli O.D.** Optimum conditions for mercerization of Oil Palm empty fruit bunch fibre. *International Journal of Innovative Research in Computer Science & Technology*, 2015, Vol. 3, 50-56.
- [57]: **Hashim M. Y., Roslan M. N., Amin A. M., Zaidi A. M. A., Ariffin S.** Mercerization treatment parameter effect on natural fiber reinforced polymer matrix composite: A Brief Review. *World Academy of Science, Engineering and Technology*, Vol. 68, 2012, 1638-1644.
- [58]: **Albano C., Ichazo M., González J., Delgado M., Poleo R.** Effects of filler treatments on the mechanical and morphological behavior of PP+wood flour and PP+sisal fiber. *Materials Research Innovations*, Vol. 4, 2001, 284-293.
- [59]: **Ray D., Sarkar B.K, Rana A.K, Bose N.R.**Effect of alkali treated jute fibres on composite properties. *Bull. Mater. Sci.*, Vol. 24, No. 2, 2001, 129-135.
- [60]: **John M.J, Anandjiwala R.D.** Recent Developments in Chemical Modification and Characterization of Natural Fiber-Reinforced Composites. *Polymer composites*, 2008, 187-207.
- [61]: **Rokbi M., Osmani H.** L'effet des traitements de surface des fibres sur les propriétés mécaniques de composites Polyester-fibres Alfa. 20 ème Congrès Français de Mécanique, 29 Août au 02 Septembre 2011.

- [62]: **Benyahia A., Merrouche A., Rahmouni Z.E.A., Rokbi M., Serge W., Kouadri Z.** Study of the alkali treatment effect on the mechanical behavior of the composite unsaturated polyester-Alfa fibers. *Mechanics & Industry* 15, 2014, 69-73.
- [63]: **Arrakhiz F.E.Z., Elachaby M.** Mechanical and thermal properties of polypropylene reinforced with Alfa fiber under different chemical treatment. *Materials and Design* 35, 2012, 318-322.
- [64]: **Mohanty A. K., Misra M., Drzal L. T.** Surface modifications of natural fibers and performance of the resulting biocomposites: An overview. *Composite Interfaces*, Vol. 8, No. 5, 2001,313-343.
- [65]: **Siregar J. P., Sapuan S. M., Rahman M. Z. A., Zaman H. M. D. K.** The effect of alkali treatment on the mechanical properties of short pineapple leaf fibre (PALF) reinforced high impact polystyrene (HIPS) composites, *Journal of Food, Agriculture and Environment*, 8 ,2010,1103-1108.
- [66]: **Bachtiar D., Sapuan S. M., Khalina A., Zainudin E. S., Dahlan K. Z. M.** Flexural and impact properties of chemically treated sugar palm fiber reinforced high impact polystyrene composites, *Fibers and Polymers*, 13, 2012, 894-898.
- [67]: **Bisanda E.T.N., Ansell M.P.**The Effect of Silane Treatment on the Mechanical and Physical Properties of Sisal-Epoxy Composites. *Composites Science and Technology*.Vol. 41, 1991, 165-178.
- [68]: **Ikhlef S.** Etude du comportement de composites PEBD/farine de Genêt d'Espagne avant et après traitement. Mémoire de magister, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, 2011.
- [69]:**Fernandes E. M., Mano J. F., Reis R. L.** Hybrid cork-polymer composites containing sisal fibre: Morphology, effect of the fibre treatment on the mechanical properties and tensile failure prediction ». *Composites Structures*, Vol. 105, 2013, 153-162.
- [70]: **Narendar R., Priya Dasan K.** Chemical treatments of coir pith: Morphology, chemical composition, thermal and water retention behavior. *Composites Part B*, vol. 56, 2014, 770-779.

- [71]: **Barreto A.C.H., Rosa D.S., Fechine P.B.A. Mazzetto S.E.** Properties of sisal fibers treated by alkali solution and their application into cardanol-based biocomposites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol.42, 2011, 492-500.
- [72]: **Nguyen Tri P., Guinault A., Sollogoub C.** Elaboration et propriétés des composites polypropylène recyclé/fibres de bambou. *Matériaux & Techniques*, EDP Sciences, 2012, 100, 413-423.
- [73]: **Bouhank S.** Elaboration de matériaux composites PVC/fibres de Genêt d'Espagne: Formulations et caractérisations. Thèse de doctorat, Université Ferhat ABBAS –Sétif 1-, 2009.
- [74]: **Saad H.** Développement de biocomposites à base de fibres végétales et de colles écologiques. Thèse de doctorat, Université de Pau et des pays de l'Adour, France, 2013.
- [75]: **Yahiaoui L.** Caractérisation d'un composite à la rupture à base des fibres végétales (Diss). Mémoire de magister, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, 2011.
- [76]: **Sedan D.** Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composites. Thèse doctorat, Université de limoges, France, 2007.
- [77]: **Gardette J. L.** Caractérisation des polymères par spectrométrie optique. *Techniques de l'Ingénieur*, Paris, 1996, AM 3 271,1-17.
- [78]: **Eberhart J.P.** Analyse structurale et chimique des matériaux 1^{ère} Edition. France, (1989).
- [79]: **Nenonene A. Y.** Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage. Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France, 2009.
- [80]: **Bahloul O., Bourzam A., Bahloul A.** Utilisation des fibres végétales dans le renforcement de mortiers de ciment (cas de l'alfa). SBEIDCO, ENSET Oran (Algeria) - October 12-14, (2009).
- [81]: **Guimaraesa L., Frollini E., Da Silva C.G, Wypych F., Satyanarayanac K.G.** Characterization of banana, sugarcane bagasse and sponge gourd fibers of Brazil. *Industrial Crops Products*, 2009, 30, 407-415.

- [82]: **De Rosa I.M., Kenny J.M., Puglia D., Santulli C., Sarasini F.** Morphological, thermal and mechanical characterization of okra fibres as potential reinforcement in polymer composites. *Composites science and Technologie*, 70 , 2010, 116-122.
- [83]: **Wang Y., Tong B., Hou S., Li M., Shen C.** Transcrystallization behavior at the poly (lactic acid)/sisal fibre biocomposite interface. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 42, 2011, 66-74.
- [84]: **Sgriccia N., Hawley M.G., Misra M.** Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites. *Applied science and Manufacturing*, 39, 2008, 1632-1637.
- [85]: **Sreenivasan V. S., Ravindran D., Manikandan V., Narayanasamy R.** Influence of fibre treatments on mechanical properties of short *Sansevieria cylindrica*/polyester composites. *Materials and Design*, Vol.37,2012, 111-121.
- [86]: **Mwaikambo L.Y., Ansell M.P.** Hemp fibre reinforced cashew nut shell liquid composites. *Composites Science and Technology*, Vol. 63, 2003, 1297-1305.
- [87]: **Oudiani, A.E., Chaabouni Y., Msahli S., Sakli F.** Crystal transition from cellulose I to cellulose II in NaOH treated *Agave americana L.* fibre. *Carbohydrate Polymers*, Vol. 86, 2011, 1221-1229.
- [88]: **Le Troedec M., Sedan D., Peyratout C., Bonnet J. P., Smith A., Guinebretiere R., Gloaguen V., Krausz P.** Influence of various chemical treatments on the composition and structure of hemp fibres . *Composites: Part A*, vol. 39, 2008, 514-522.
- [89]: **Hemsri S., Grieco K., Asandei A.D., Parnas R.S.** Wheat gluten composites reinforced with coconut fiber . *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 43, 2012, 1160-1168.
- [90]: **Zainudin E.S., Sapuan S.M., Abdan K., Mohamad M.T.M.** Thermal degradation of banana pseudo-stem filled unplasticized polyvinyl chloride (UPVC) composites. *Materials and Design*, Vol. 30, 2009, 557-562.
- [91]: **Tomczak F., Sydenstricker T.H.D., Satyanarayana K.G.** Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part II: Morphology and properties of Brazilian coconut fibers. *Composites: Part A*, 38, 2007, 1710-1721.

- [92]: **Yang H., Yan R., Chen H., Ho Lee D., Zheng C.** Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel* 86, 2007, 1781-1788.
- [93]: **Joseph P.V., Joseph K., Thomas S., Pillai C.K.S., Prasad V.S., Groeninckx G., Sarkissova M.** The thermal and crystallisation studies of short sisal fibre reinforced polypropylene composites. *Composites: Part A* 34, 2003, 253-266.
- [94]: **Hossen Beg M.D.** The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites. Thèse de doctorat, University of Waikato, Hamilton, New Zealand, 2007.
- [95]: **Lu N., Oza S.** Thermal stability and thermo-mechanical properties of hemp-high density polyethylene composites: Effect of two different chemical modifications. *Composites Part B: Engineering*, Vol. 44, 2013, 484-490.
- [96]: **Rahmoune M. A. Benhamou A., Fernane F., Toufaily J.** Effect of treatment with soda and dimethoxydimethylsilane on water absorption and thermal stability of olive pomace flour and date stone. *Journal of Materials and Environmental Science*, Vol.6, 2015, 2655-2664.
- [97]: **Bourahli M.E.H.** Caractérisation d'un composite verre / époxy. Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas-Setif-1, 2014.
- [98]: **Wong K.J, Yousif B.F, Low K.O.** The effects of alkali treatment on the interfacial adhesion of bamboo fibers. *LMDA DOI: 10.1243/14644207JMD A304*, 2010, 139-148.
- [99]: **Rocha N., Kazlauciusas A., Gil M.H., Gonçalves P.M., Guthrie J.T.** Poly (vinyl chloride)–wood flour press mould composites: The influence of raw materials on performance properties. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2009, Vol. 40, pp. 653-661.
- [100]: **Bendahou A., Habbibi Y., Kaddami H., Dufresne A.** Matériaux Composites à Base des Fibres Lignocellulosiques et de Matrices Thermoplastiques (PP et PEBD). *Revue Roumaine de Chimie*, Vol. 54, 2009, 557-563.
- [101]: **Fadel A.** Influence des diverses modifications du Genêt d'Espagne sur les propriétés mécaniques, rhéologiques et thermiques de composites à matrice thermoplastique. Mémoire de Magister. Université Ferhat Abbas-Setif-1, 2014.

- [102] : **Mijiyawa F.** formulation, caractérisation, modélisation et prévision du comportement thermomécanique des pièces plastiques et composites de fibres de bois : application aux engrenages. Thèse de doctorat en ingénierie (PH.D.), université du Québec à trois –rivières, 2017.
- [103] : **Amroune S.** Caractérisations mécaniques et étude de l'endommagement des matériaux composites renforcés par des fibres de palmier. Thèse de doctorat, université de Guelma, 2016.
- [104]: **Brahmakumar R., Pavithran C., Pillai RM.** Coconut fiber reinforced polyethylene composites: effect of natural waxy surface layer of the fiber on fiber/matrix interfacial bonding and strength of composites. *Compos Sci Technol*, 2005, 65: 563-569.
- [105]: **Prasad SV., Pavithran C., Rohatgi PK.** Alkali treatment of coir fibers for coir–polyester composites. *J Mater Sci*, 1983, 18: 1443-1454.
- [106]: **Lahmar M.A.** Caractérisation d'un composite boispolymère pour utilisation en plaques de bardage par l'extérieur. Thèse de doctorat, université de Lyon, 2016.
- [107]: **Boopathi L., Sampath P.S., Mysamy K.** Investigation of physical, chemical and mechanical properties of raw and alkali treated Borassus fruit fiber. *Composites Part B: Engineering* Vol. 43, 2012, 3044-3052.
- [108]: **Bessadok A., Marais S., Gouanvé F., Colasse L., Zimmerlin I., Roudesli S., Métayer M.** Effect of Chemical Treatments of Alfa (*Stipa Tenacissima*) Fibres on Water-Sorption Properties. *Composites Science and Technology*. Vol. 67, 2007, 685-697.
- [109]: **Pasquini D., Teixeira E.M., Silva Curvelo A.A., Belgacem M.N., Dufresne A.** Surface esterification of cellulose fibres: Processing and characterisation of lowdensity polyethylene/cellulose fibres composites, *Composites Science and Technology*, 2008, 68: 193-201.
- [110]: **Arrakhiz F.Z., El Achaby M., Malha M., Bensalah M.O., Fassi-Fehri O., Bouhfid R., Benmoussa K., Qaiss A.** Mechanical and thermal properties of natural fibers reinforced polymer composites: Doum/low density polyethylene. *Materials and Design*. Vol. 43, 2013, 200-205.
- [111]: **Djijelli H., Benachour D., Boukerrou A., Zefouni O., Martinez Véga J., Farenc J., Kaci M.** Thermal, dielectric and mechanical study of poly(vinyl chloride)/olive pomace composites, *Express Polymer Letters*, 2007, 1: 846-852.

[112]: **Sapuana S.M., Bachtiar D.** Mechanical Properties of Sugar Palm Fibre Reinforced High Impact Polystyrene Composites. *Procedia Chemistry*, 2012, 4: 101-106.

[113]: **Rezaur Rahman Md., Monimul Huque Md., Nazrul Islama Md., Hasan M.** Mechanical properties of polypropylene composites reinforced with chemically treated abaca. *Composites: Part A*, 40, 2009, 511-517.

[114]: **Mme Djama née Ben Mabrouk N.** Etude physico-chimiques des déchets de PEHD utilisé en emballage alimentaire pour le conditionnement des huiles. Thèse magistère Université de Bejaia ,1996.

[115]: **Postaire E.** Les matières plastiques à usage pharmaceutique. Edition médicales internationales, Paris, 2000.

[116]: **Herrera-franco P. J., Valadez-gonzalez A.** A study of the mechanical properties of short natural-fiber reinforced composites, *Composites Part B: Engineering*, 36, 2005, 597- 608.

[117]: **Mahiout S.** Mettre en valeur ou banner le polystyrène-Approches dans un cadre de développement durable. Maîtrise en environnement, université de Sherbrooke, 2004.

[118]: **Kaci M., Djidjelli H., Boukerrou A., Zaidi L.** Effect of wood filler treatment and EBAGMA compatibilizer on morphology and mechanical properties of low density polyethylene/olive husk flour composites, *Express Polymer Letters*, 1: 467-473, 2007.

Résumé

Ce travail consiste à l'élaboration et la caractérisation de nouveaux composites biodégradables à matrices polymères et renfort naturel. Un intérêt particulier est porté sur les fibres extraites de la plante Alfa comme renfort dans les composites à matrice polyéthylène à haute densité (PEHD) et à matrice polystyrène (PS) avec des taux allant de 0% à 30% en poids de fibres. Nous nous sommes intéressés particulièrement à la problématique d'adhésion à l'interface fibre/matrice, issue de l'incompatibilité entre les deux phases immiscibles. Dans le but de réduire ce phénomène, la modification de la surface des fibres est primordiale. A cet effet, nous avons opté à la modification par voie chimique, où le traitement alcalin a été adopté. De ce fait, les fibres d'alfa ont été traitées par la soude caustique (NaOH) en utilisant trois concentrations différentes 1%, 3% et 5 % pendant 24h, 48h et 72h. La mise en évidence de la modification sur les fibres d'alfa a été examinée par l'Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF), la Diffraction à Rayons X (DRX), le Microscope Optique (MO), la Microscopie Electronique à Balayage (MEB), l'Analyse Thermogravimétrique (ATG), l'absorption d'eau et la perte en masse. Par ailleurs, une série expérimentale a été effectuée, qui se concentre sur les essais de caractérisation du matériau en traction, en flexion à trois points et au choc Charpy. Des mesures complémentaires de l'absorption d'eau sont également considérées. Ces essais vont permettre de déterminer l'effet du traitement alcalin sur les propriétés morphologique, physico-mécaniques des nouveaux matériaux composites.

Mots clés : Interface renfort/matrice, traitement alcalin, adhésion, polyéthylène à haute densité, polystyrène, fibre d'alfa, propriétés mécaniques.

Abstract

This present thesis involves the development and characterization of new biodegradable composite materials with polymer matrix and natural reinforcement. Special focus on short fibers extracted from the Alfa plant as reinforcement in high density polyethylene (HDPE) and polystyrene (PS) matrix composites, with fiber content varying from 0 to 30 wt%. We were particularly interested to the interface fiber/matrix adhesion issue, resulting from the incompatibility between the two immiscible phases. In order to reduce this phenomenon, the Alfa fiber surface modification is crucial. For this purpose, we opted for chemical modification, where the alkaline treatment was adopted. Therefore, alfa fibers were treated with caustic soda (NaOH) using three different concentrations: 1%, 3% and 5% for 24h, 48h, and 72 h.

The highlighting of the modification on alfa fibers was examined by Fourier Transform Infrared (FTIR), X-Ray Diffraction (XRD), Optical Microscope (OM), Scanning Electron Microscopy (SEM), Thermogravimetric Analysis (TGA), water absorption and mass loss. In addition, an experimental series has been carried out, focusing on the composites characterization in tensile, three-point bending, and Charpy tests. Additional measures of water absorption are also considered. These tests will make it possible to determine the effect of the alkaline treatment on the morphological, physico-mechanical properties of the new composite materials.

Key words: Reinforcement/matrix interface, alkaline treatment, adhesion, high density polyethylene, polystyrene, alfa fiber, mechanical properties.