



Département de Génie Chimique
Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles
Mémoire de projet de fin d'études
Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Chimique

**Etude des propriétés d'un nouveau matériau à base
d'une matrice polymère renforcée par des fibres
végétales.**

Issam TAHRAT

Jugurtha KACIMI

Sous la direction de : Mme Samira SAHI

MCA (ENP)

M. Zouheyr BELOUADAH

MCB (ENP)

Présenté et soutenu publiquement le (06/07/2021)

Composition du jury :

Président	M. Rabah BOUARAB	Professeur	ENP
Promoteurs	Mme Samira SAHI	Maître de conférences A	ENP
	M. Zouheyr BELOUADAH	Maître de conférences B	ENP
Examinatrices	Mme Ouardia REBAS	Maître de conférences B	ENP
	Mme Souad TOUAZI	Maître de conférences B	ENP



Département de Génie Chimique
Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles
Mémoire de projet de fin d'études
Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Chimique

**Etude des propriétés d'un nouveau matériau à base
d'une matrice polymère renforcée par des fibres
végétales.**

Issam TAHRAT

Jugurtha KACIMI

Sous la direction de : Mme Samira SAHI

MCA (ENP)

M. Zouheyr BELOUADAH

MCB (ENP)

Présenté et soutenu publiquement le (06/07/2021)

Composition du jury :

Président	M. Rabah BOUARAB	Professeur	ENP
Promoteurs	Mme Samira SAHI	Maître de conférences A	ENP
	M. Zouheyr BELOUADAH	Maître de conférences B	ENP
Examinatrices	Mme Ouardia REBAS	Maître de conférences B	ENP
	Mme Souad TOUAZI	Maître de conférences B	ENP

Dédicaces

En signe de respect et de reconnaissance, nous dédions ce modeste travail à :

- Nos chères familles, celles qui nous ont doté d'une éducation digne, leurs amour et sacrifices ont fait de nous ce que nous sommes aujourd'hui.
- Nos amis et à toutes personnes pour lesquelles nous avons une place dans leurs cœurs.

Nous vous remercions vivement pour votre présence et votre soutien.

Remerciements

Nos remerciements et notre reconnaissance s'adressent au bon Dieu qui nous a donné la santé, le courage, la patience ainsi que la force pour réaliser ce modeste travail.

Les travaux de recherche de ce mémoire ont été menés au niveau du Laboratoire de Valorisation des Energies Fossiles au sein de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, dirigé par Madame la Docteur **Samira SAHI** et par Monsieur le Docteur **Zouheyr BELOUADAH**.

Nous exprimons nos gratitude et notre reconnaissance à notre directrice et notre directeur de mémoire, Mme. **Samira SAHI** et Mr. **Zouheyr BELOUADAH**, pour leurs patiences, leurs encadrements, leurs qualités organisationnelles et de la planification, qui nous ont permis de mener bien ce projet de mémoire durant la préparation de notre travail.

Nous remercions aussi l'ingénieur de laboratoire du département de génie chimique Mme. **Radia BENOUGHLIS**.

Nous remercions vivement Mr. **Mustapha BAGHDALI** chef du département technique de l'entreprise TRANSPOLYMERES d'Alger pour sa précieuse collaboration, de nous avoir permis d'élaborer les matériaux composites étudiés dans son laboratoire.

Nous sommes très reconnaissants à l'égard de l'ensemble des membres du jury : Le Professeur **R. BOUARAB**, le Docteur **O. REBAS** et le Docteur **S. TOUAZI** de l'Ecole Nationale Polytechnique, qui ont accepté de porter un regard critique sur ce projet de mémoire de fin d'études.

Enfin, nous adressons nos remerciements les plus sincères à nos familles pour leurs soutiens et leurs encouragements pour poursuivre et réaliser ce travail.

ملخص: دراسة خصائص مادة جديدة تعتمد على مصفوفة بوليمر ومعززة بالألياف النباتية.

يوفر تثمين الألياف النباتية المحلية لتطوير مواد جديدة فوائد بيئية مهمة للغاية. الخصائص البارزة لهذه الألياف هي قابليتها للتحلل البيولوجي، كثافتها وتكلفتها المنخفضة، ومقاومتها الميكانيكية. وبالتالي، أصبحت المواد المركبة بمعززات نباتية قضية مهمة نظرًا لاستخدامها في مختلف القطاعات الصناعية. يندرج عملنا في هذا السياق، والهدف الرئيسي منه هو تطوير مركبات تعتمد على البولي فينيل كلوريد (PVC)، معززة بالألياف مستخرجة من نبتة القصب (أرندو دوناكس). خضعت الألياف التي تم الحصول عليها إلى معالجة قلوية بهيدروكسيد الصوديوم. تم إنتاج مركبات مختلفة معززة بألياف معالجة وغير معالجة وبنسب ألياف مختلفة 10%، 20%، 30%، و40% بواسطة تقنية الضغط الساخن. وأظهرت تقنيات التوصيف المختلفة، الفيزيائية-الكيميائية والميكانيكية، تحسناً في الخصائص الميكانيكية من حيث الصلابة للمركبات المعززة بالألياف المعالجة. وبهذا، يمكن استخدام هذه المواد في عدة مجالات، بما في ذلك السيارات والتغليف.

الكلمات المفتاحية: الألياف اللينوسلولوزية، كلوريد البولي فينيل، القصب، الخصائص الميكانيكية، المركبات، البوليمر.

Abstract: Study of the properties of a new material based on a polymer matrix reinforced with plant fibers.

The valorization of local plant fibers to develop new materials provides very interesting environmental benefits. The main characteristics of these fibers are their biodegradability, low density, low cost and their resistance. Thus, natural fiber reinforced composite materials have become an important issue in view of their use in various industrial sectors. It is in this context that our work is situated, the main objective of which is to elaborate composites based on polyvinyl chloride (PVC), and reinforced by fibers extracted from the Arundo Donax plant. The obtained fibers were subjected to an alkaline treatment with sodium hydroxide. Different composites reinforced with treated and untreated fibers and with different fiber ratios (10%, 20%, 30, and 40%) were manufactured by the hot compression technique. The different characterization techniques, Physico-Chemical and mechanical, showed an improvement in the mechanical characteristics in terms of hardness and rigidity of composites reinforced with treated fibers. These materials can therefore be used in various fields, notably the automotive and packaging industries.

Key words: Lignocellulosic fiber, Polyvinyl chloride, Arundo Donax, mechanical properties, composite, polymer.

Résumé : Etude des propriétés d'un nouveau matériau à base d'une matrice polymère renforcée par des fibres végétales.

La valorisation des fibres végétales locales pour développer des nouveaux matériaux fournit des avantages environnementaux très intéressants. Les caractéristiques marquantes de ces fibres sont leur biodégradabilité, faible densité, faible coût et leur résistance. Ainsi, les matériaux composites à renfort végétale sont devenus un enjeu important au vu de leur utilisation dans divers secteurs industriels. C'est dans ce contexte que se situe notre travail dont l'objectif principal consiste à élaborer des composites à base du Polychlorure de vinyle (PVC), renforcés par des fibres extraites de la plante d'Arundo Donax. Les fibres obtenues ont été soumises à un traitement alcalin par l'hydroxyde de sodium. Différents composites renforcés par des fibres traitées et non traitées et avec différents taux de fibres 10%, 20%, 30, et 40% ont été fabriqués par la technique de compression à chaud. Les différentes techniques de caractérisation, physico-chimiques et mécaniques, ont montré une amélioration des caractéristiques mécaniques en termes de dureté et de rigidité des composites renforcés par les fibres traitées. Ces matériaux peuvent donc être utilisés dans plusieurs domaines notamment l'automobile et l'emballage.

Mot clés : Fibre lignocellulosique, Polychlorure de vinyle, Arundo Donax, propriétés mécaniques, composite, polymère

TABLE DES MATIERES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES FIGURES

LISTE DES SYMBOLES ET ABREVIATIONS

INTRODUCTION GENERALE	15
CHAPITRE 1. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE	18
1. 1. Généralité sur les matériaux composites.....	18
1. 2. Les matrices polymères.....	19
1. 2. 1. Les matrices thermodurcissables	19
1. 2. 2. Les matrices thermoplastiques.....	20
1. 3. Le polychlorure de vinyle (PVC)	20
1. 3. 1. Notion sur le PVC.....	20
1. 3. 2. Propriétés du PVC	21
1. 3. 3. Additifs du PVC	23
1. 3. 4. Domaines d'application du PVC	25
1. 3. 5. Les avantages du PVC	26
1. 3. 6. Les inconvénients du PVC	27
1. 4. Les renforts	27
1. 4. 1. Les fibres végétales.....	27
1. 4. 2. Classification des fibres végétales	28
1. 4. 3. Composition des fibres végétales	28
1. 4. 4. Avantages et inconvénients des fibres végétales	32
1. 4. 5. Arundo Donax (Canne de Provence)	34
1. 4. 6. L'Arundo Donax entant que renfort	35

1. 4. 7.	Arundo Donax dans l'artisanat	36
1. 5.	Notion d'adhésion interfaciale (Fibre-Matrice)	36
1. 5. 1.	Traitement physique des fibres naturelles	36
1. 5. 2.	Traitement chimique des fibres naturelles.....	38
1. 6.	Mise en œuvre des composites	41
1. 7.	Application des composites à base de fibres végétales	44
1. 7. 1.	Utilisation des matériaux composites à fibre végétale dans l'automobile.....	45
1. 7. 2.	Utilisation des matériaux composites à fibre végétale dans la construction.....	46
CHAPITRE 2. MATERIAUX UTILISES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES		49
2. 1.	Matériaux et réactifs utilisés.....	49
2. 1. 1.	Polychlorure de vinyle (PVC)	49
2. 1. 2.	Additifs du PVC	49
2. 1. 3.	La fibre végétale (l'Arundo Donax)	51
2. 1. 4.	Réactifs	52
2. 2.	Techniques expérimentales.....	52
2. 2. 1.	Traitement de la fibre d'Arundo Donax (FAD) à la soude.....	52
2. 2. 2.	Mise en œuvre des composites PVC/FAD	53
2. 2. 2. 1.	Préparation du compound.....	53
2. 2. 2. 2.	Préparation du mélange PVC/FAD	54
2. 2. 2. 3.	Moulage par compression.....	55
2. 3.	Techniques de caractérisations.....	56
2. 3. 1.	Caractérisation de la fibre d'Arundo Donax non traitée (FADNT) et de la fibre d'Arundo Donax traitée (FADT)	56
2. 3. 1. 1.	Détermination de la densité	56
2. 3. 1. 2.	Détermination de la matière sèche et du taux d'humidité	57
2. 3. 1. 3.	Spectroscopie IRTF-ATR.....	57
2. 3. 2.	Caractérisation des composites PVC/FADNT et PVC/FADT	57
2. 3. 2. 1.	Spectroscopie IRTF-ATR.....	58
2. 3. 2. 2.	Mesure de la densité.....	58

2. 3. 2. 3.	Test d'absorption d'eau	58
2. 3. 2. 4.	Test de dureté.....	59
2. 3. 2. 5.	Test de traction.....	60
CHAPITRE 3. RESULTATS ET DISCUSSION		62
3. 1. Caractérisation de la fibre d'Arundo Donax		62
3. 1. 1.	Caractérisation physico-chimique de la FADNT et la FADT.....	62
3. 1. 2.	Spectroscopie IRTF-ATR.....	63
3. 2. Caractérisation des composites PVC/FADNT et PVC/FADT		65
3. 2. 1.	Spectroscopie IRTF-ATR	65
3. 2. 2.	Test de densité	67
3. 2. 3.	Test d'absorption d'eau.....	69
3. 2. 4.	Test de dureté	71
3. 2. 5.	Test de traction	73
3. 2. 5. 1.	Résistance à la traction	73
3. 2. 5. 2.	Allongement à la rupture	77
3. 2. 5. 3.	Module de Young.....	78
CONCLUSION GENERALE		81
PERSPECTIVES		83
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES		85

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 : Propriétés physiques du PVC [2].....	22
Tableau 1.2 : Les différentes propriétés mécaniques du PVC [13].....	23
Tableau 1.3 : Composition chimique de quelques fibres végétales [20].....	32
Tableau 1.4 : Avantages et inconvénients des fibres végétales [2]	33
Tableau 1.5 : Composition et propriétés physico-mécaniques de l'Arundo Donax [22]..	35
Tableau 2.1 : Caractéristiques du PVC SE-950.....	49
Tableau 2.2 : Caractéristiques physico-chimiques du DOP.....	50
Tableau 2.3 : Caractéristiques physiques du stabilisant thermique Ca/Zn.....	50
Tableau 2.4 : Caractéristiques de l'acide stéarique.....	51
Tableau 2.5 : Propriétés de l'hydroxyde de sodium.	52
Tableau 2.6 : Composition massique du compound.....	53
Tableau 2.7 : Composition massique des différentes formulations PVC/FAD.....	54
Tableau 3.1 : Caractéristiques physico-chimiques de la FADNT et de la FADT.....	62
Tableau 3.2 : Les bandes d'absorption enregistrées pour une fibre lignocellulosique [50].....	63
Tableau 3.3 : Les différentes fréquences d'absorption caractéristiques pour le PVC pur [50].....	65

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : Schéma d'un matériau composite [7].....18

Figure 1.2 : Réaction de polymérisation du monomère de chlorure de vinyle [7].....21

Figure 1.3 : Schéma de fabrication du composant de base : la résine PVC [11].....21

Figure 1.4 : Segmentation des applications du PVC [13].....26

Figure 1.5 : Schéma de la structure d'une fibre végétale [11].....28

Figure 1.6 : Représentation de la chaîne cellulose [18]29

Figure 1.7 : Principaux glucides constituant les hémicelluloses [18]30

Figure 1.8 : Motifs élémentaires de la lignine [19]31

Figure 1.9 : Branche d'Arundo Donax [21].....34

Figure 1.10 : Représentation des liaisons se formant entre l' amino-silane A-1100 et les groupements hydroxyles de la fibre : liaison covalente (a) et liaison hydrogène (b) [4].....39

Figure 1.11 : Figure illustrant une presse pour injection de granulés pré-renforcés [20]42

Figure 1.12 : Figure illustrant le moulage par compression [42].....43

Figure 1.13 : Figure illustrant le moulage sous vide [42]43

Figure 1.14 : Figure illustrant le moulage par injection de résine [42]44

Figure 1.15 : Diagramme illustrant la répartition des composites par utilisation [43]....45

Figure 1.16 : Pièces intérieures de véhicules de constructeurs allemands (Mercedes E-class (a), BMW (b)) et de constructeurs français (Peugeot 308 (c), Lotus Eco Elise (d)) constituées de composites [43]46

Figure 1.17 : Brique de chanvre [46]47

Figure 1.18 : Lames de terrasse en WPC pleines (gauche) et creuses (droite) [43].....47

Figure 2.1 : Structure chimique du plastifiant DOP.....49

Figure 2.2 : Etapes de broyage de l'Arundo Donax.51

Figure 2.3 : Schéma du processus du traitement de la FAD.53

Figure 2.4 : Mélangeur à cylindre (moulin à café).54

Figure 2.5 : (a) Forme du moule, (b) La presse à table DARRAGON.....55

Figure 2.6 : Forme des plaques des composites.55

Figure 2.7 : (a) Emporte-pièce, (b) Eprouvettes des différentes formulations.	56
Figure 2.8 : Densimètre DSM.....	58
Figure 2.9 : Duromètre shore D.	59
Figure 2.10 : Machine de traction.....	60
Figure 3.1 : Spectre IRTF-ATR de la FADNT et la F.....	64
Figure 3.2 : Spectre IRTF-ATR du PVC et des composites F30 non traité et traité.....	65
Figure 3.3 : Densité du PVC et des composites PVC/FADNT en fonction du taux de charge.	67
Figure 3.4 : Densité du PVC et des composites PVC/FADT en fonction du taux de charge.	68
Figure 3.5 : Densité du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT en fonction du taux de charge.	68
Figure 3.6 : Evolution du taux d'absorption d'eau du PVC et des composites PVC/FADNT.	70
Figure 3.7 : Evolution du taux d'absorption d'eau du PVC et des composites PVC/FADT.	70
Figure 3.8 : Comparaison du taux d'absorption d'eau du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT.....	71
Figure 3.9 : Dureté shore D du PVC et des composites PVC/FADNT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.....	72
Figure 3.10 : Dureté shore D du PVC et des composites PVC/FADT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.....	72
Figure 3.11 : Dureté shore D du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.	73
Figure 3.12 : Résistance à la traction du PVC et du composite PVC/FADNT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.....	74
Figure 3.13 : Résistance à la traction du PVC et du composite PVC/FADT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.....	75
Figure 3.14 : Résistance à la traction du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.....	76
Figure 3.15 : Résistance à la traction du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.....	76
Figure 3.16 : Allongement à la rupture du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.....	78

**Figure 3.17 : Module d'Young du PVC et des composites PVC/FADT et PVC/FADNT
avec 10, 20, 30 et 40% de charge.79**

LISTE DES SYMBOLES ET ABREVIATIONS

Liste des symboles

$d_{\text{éch}}$: La densité de l'échantillon [sans unité].

$d_{\text{éth}}$: La densité de l'éthanol [sans unité].

F0 : Composite avec 0% de charge.

F10 : Composite avec 10% de charge.

F20 : Composite avec 20% de charge.

F30 : Composite avec 30% de charge.

F40 : Composite avec 40% de charge.

m_0 : masse initiale du disque [g].

m_1 : La masse du pycnomètre plein de l'éthanol [g].

m_2 : La masse de l'échantillon seul [g].

m_3 : La masse du pycnomètre plein de liquide avec l'échantillon immergé [g].

m : masse du disque à l'instant 't' [g].

P_0 : Poids de la prise d'essai [g].

P_1 : Poids du creuset vide [g].

P_2 : Poids du creuset avec le résidu [g].

Δm : Pourcentage de la masse d'eau absorbée [%].

Liste des abréviations

ASTM : American Society for Testing and Materials.

ATR : Attenuated Total Reflectance.

CMC : Composites à matrices céramiques.

CMM : Composites à matrice métallique.

CMO : Composites à matrices organique.

DIN : Deutsches Institut für Normung.

DOP : Di-octylphtalate.

FAD : Fibre d'Arundo Donax.

FADNT : Fibre d'Arundo Donax non traité.

FADT : Fibre d'Arundo Donax traite.

IRTF : Infrarouge à Transformée de Fourier.

MS : Matière sèche.

NF : Norme française.

PEBD : Polyéthylène basse densité.

PP : Polypropylène.

PVC : Polychlorure de vinyle.

RTM : Resin Transfert Molding.

Th : Taux d'humidité.

UV : Ultraviolet.

WPC : Wood Plastic Composites.

INTRODUCTION
GENERALE

Introduction générale

L'étude et la conception de matériaux composites suscitent depuis près d'un siècle un grand intérêt dans les domaines multiples et variés de la chimie moderne. Les matériaux composites à fibre naturelle occupent une place importante dans l'histoire de la technologie. La mise en valeur des ressources végétales apporte une alternative forte intéressante aux problèmes environnementaux engendrés et à l'épuisement probable, des ressources fossiles [1, 2].

Depuis l'émergence des matériaux composites, la recherche s'est principalement concentrée sur l'amélioration des propriétés mécaniques sans se soucier de l'impact sur l'environnement. Les problèmes causés par ce dernier associé à la croissance des plastiques ont ouvert la voie à des recherches visant à trouver des alternatives aux matériaux dérivés du pétrole. De nos jours, la protection de l'environnement est devenue la priorité absolue des gouvernements de tous les pays, en particulier des pays développés. Par conséquent, les chercheurs envisagent le développement d'une nouvelle génération de matériaux biodégradables dont la mission est de répondre aux spécifications avec un impact écologique minimal [3, 4]. Cette nouvelle catégorie de matériaux se distingue par des propriétés, telles qu'une rigidité élevée, un bas prix, une faible densité, un caractère écologique du fait qu'ils sont issus de ressources renouvelables et biodégradables. Par ailleurs, elle demande peu d'énergie pour être produite, et offrent une bonne isolation thermique et phonique. L'industrie des matériaux composites a bénéficié d'une croissance régulière, soutenue en particulier par la diversité de ces applications ciblées dans les transports automobiles, aériens, maritime et ferroviaire, le bâtiment, le matériel médical, la construction civile, l'aérospatial ainsi que dans le sport et loisirs [2].

Les composites bois-polymère, Wood Plastic Composite en anglais (WPC), c'est-à-dire les matériaux à matrice polymère thermoplastique ou thermodurcissable et à charge végétale (matériaux lignocellulosiques), est une nouvelle classe de matériaux composites née de la prise de conscience sur la nécessité de préserver l'écosystème. Les fibres naturelles sont des matériaux qui peuvent remplacer les matériaux synthétiques et ses produits connexes pour les applications avec moins de poids d'économie et d'énergie [5, 6]. Cependant, l'inconvénient majeur de ces fibres est leur caractère hydrophile ce qui engendre une incompatibilité interfaciale fibre-matrice. C'est pourquoi une étape de traitement de la fibre (modification chimique physique) est nécessaire afin d'améliorer la compatibilité entre la charge et la matrice, ainsi les propriétés mécaniques seront améliorées.

Notre étude, vise trois objectifs :

- Le premier consiste à réduire la consommation du PVC, produits issus du pétrole, en substituant une partie de ce polymère par une substance naturelle,
- Le deuxième, consiste à valoriser l'une des plantes les plus abondantes dans le sol Algérien (l'Arundo Donax), qui contribuera largement au développement économique de notre pays. La valorisation et l'industrialisation de cette plante peut être une source de revenus considérables pour des populations entières [1].
- Le troisième objectif, est l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre la fibre de l'Arundo Donax et la matrice PVC, en traitant chimiquement cette fibre.

Différents composites ont été élaborés en variant le taux de charge de 10 à 40 % soit en fibre native soit en fibre traitée dans le PVC.

Ce mémoire est structuré de trois chapitres :

- **Le premier chapitre** est consacré à une recherche bibliographique sur les matériaux composites, le polychlorure de vinyle (PVC) et ses additifs ainsi qu'au renfort utilisé dans le cadre de cette étude (l'Arundo Donax).
- **Le deuxième chapitre** décrit les matériaux utilisés, la méthode adoptée pour le traitement de la fibre ainsi qu'aux différentes techniques de caractérisation utilisées pour l'étude des propriétés physico-chimiques de la fibre avant et après traitement chimique et aussi pour l'étude des propriétés des composites élaborés avec ces fibres.
- **Le troisième chapitre** présente la discussion des différents résultats de caractérisation enregistrés sur la fibre (traitée et non traitée) et des différents composites élaborés.

CHAPITRE 1

Synthèse bibliographique

Chapitre 1. Synthèse bibliographique

Aujourd'hui, sous les nouvelles restrictions liées à la protection de l'environnement, les travaux actuels des chercheurs se concentrent sur le renforcement des matériaux composites avec des fibres végétales. L'approche idéale est de concevoir un matériau biodégradable voire recyclable, qui après un certain temps de service, aurait accompli sa fonction.

En général, les matériaux composites renforcés par des fibres naturelles sont considérés comme ayant un grand potentiel dans de nombreuses applications d'ingénierie. Cette étude bibliographique résume les connaissances acquises sur les matériaux composites, les fibres végétales, notamment la canne de Provence (*Arundo donax*), et les traitements de surface des fibres végétales.

1. 1. Généralité sur les matériaux composites

Un matériau composite est défini comme étant un assemblage d'au moins deux constituants non miscibles (une matrice et un renfort), mais ayant chacun une forte capacité d'adaptation. Les qualités respectives des constituants se complètent pour former un matériau aux performances mécaniques, thermiques et/ou physico-chimiques améliorées. Les propriétés du matériau composite peuvent être ajustées en fonction des besoins spécifiés. L'adaptabilité de ces matériaux en fait un atout majeur et les place en position concurrentielle par rapport aux matériaux traditionnels (métaux, alliages, etc.) [5].

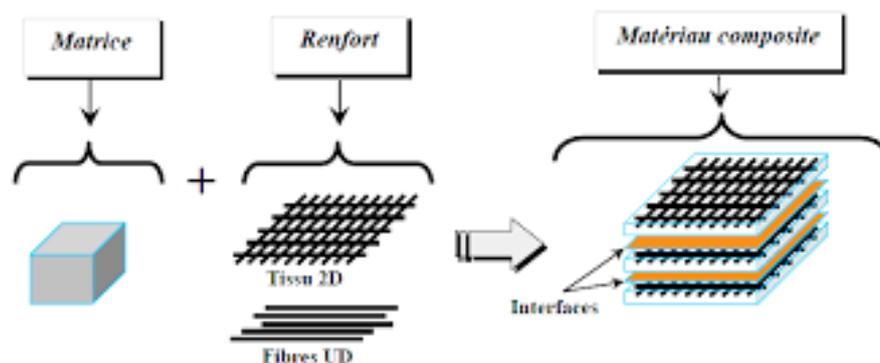


Figure 1.1 : Schéma d'un matériau composite [7].

De nos jours, selon la nature de la matrice, il existe de nombreux matériaux composites généralement répartis en trois catégories [8] :

- Les composites à matrices organiques (CMO), qui constituent aujourd'hui la très grande majorité des composites industriels.

- Les composites à matrices céramiques (CMC) réservés aux applications de très haute technicité et travaillant à haute température comme dans les domaines spatial, nucléaire et militaire, ainsi que le freinage.
- Les composites à matrice métallique (CMM) sont des matériaux qui intéressent les concepteurs des secteurs de l'automobile, de l'électronique et des loisirs pour répondre à des exigences mécaniques spécifiques.

Nous ne présenterons pas ici une revue exhaustive sur les matériaux composites mais nous nous concentrerons sur ceux dont la matrice est constituée d'un polymère.

1. 2. Les matrices polymères

La matrice permet de lier les fibres du renfort entre elles, ainsi que de répartir les efforts (résistance à la compression ou à la flexion). Elle est facilement déformable et assure la protection chimique des fibres.

Nous pouvons décomposer les matrices polymères en deux grandes classes : les thermoplastiques et les thermodurcissables [8]. Ces polymères présentent les avantages suivants :

- Faible densité ;
- Faible coût ;
- Bonnes propriétés mécaniques ;
- Bonne résistance thermique ;
- Bonne résistance aux solvants et à l'humidité ;
- Bonne adhésion aux fibres ;
- Bonne résistance au feu et à l'émission des gaz toxiques [9].

1. 2. 1. Les matrices thermodurcissables

Jusqu'à présent, les plastiques thermodurcissables sont les plus largement utilisés dans l'industrie des matériaux composites à matrice polymère en raison de leurs propriétés mécaniques et de leur stabilité une fois transformés. Elles subissent une transformation irréversible et durcissent au cours de la polymérisation lors de l'augmentation de la température en formant un réseau tridimensionnel de monomères liés par des liaisons covalentes. Après le traitement thermique les résines se transforment en produits essentiellement infusibles et insolubles qui ne peuvent être formés qu'une seule fois.

Les principales résines thermodurcissables sont : les résines époxydes, les résines polyesters insaturés et les résines de condensation [9].

1. 2. 2. Les matrices thermoplastiques

Ce sont des matériaux synthétiques constitués de polymères linéaires ou ramifiés. Le matériau thermoplastique est fusible sous l'effet de la chaleur et se solidifie par refroidissement et ceci plusieurs fois. Dans l'industrie, ces matériaux sont principalement transformés en matériaux fonctionnels par extrusion. Ils peuvent être recyclés [6].

Les matrices les plus courantes sont le poly (chlorure de vinyle) qui est utilisé dans la fabrication des tuyauteries, le poly (acétate de vinyle) que nous trouvons dans les colles et adhésifs, le polyéthylène dont nous nous servons pour fabriquer les jouets, les bouteilles de shampoing ou les sacs de supermarchés, le polypropylène pour les boites alimentaires ou les revêtements de sols, le polystyrène qui intervient dans la composition des contenants alimentaires, de la vaisselle jetable, des jouets ou des vitres [7].

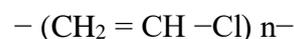
1. 3. Le polychlorure de vinyle (PVC)

1. 3. 1. Notion sur le PVC

Le Poly Chlorure de Vinyle est un polymère thermoplastique de grande consommation, amorphe ou faiblement cristallin, connu sous le sigle PVC (sigle venant de l'appellation anglaise (polyvinylchloride) [10].

Le PVC est un plastique de bonne stabilité dimensionnel, avec un retrait limité et bon marché, il est aussi bon isolant électrique, assez peu combustible et résistant à la chaleur et non polaire [6].

Il est issu d'une polymérisation de chlorure de vinyle monomère, dont la formule est :



La figure 1.2, montre la réaction de polymérisation du chlorure de vinyle :

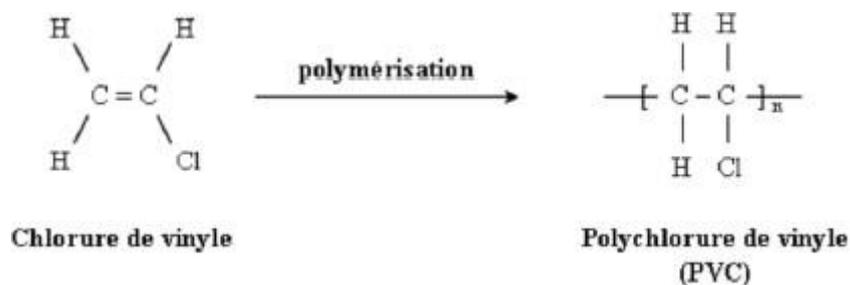


Figure 1.2 : Réaction de polymérisation du monomère de chlorure de vinyle [7].

Le monomère de chlorure de vinyle est fabriqué à partir de sel, matière naturelle abondante, à hauteur de 57 %, et de dérivés de pétrole, à hauteur de 43 %. Ces dérivés sont des résidus issus de la transformation du pétrole brut en carburant. Après polymérisation, le PVC se présente sous forme de poudre, à laquelle en fonction de son utilisation finale sont ajoutés différents adjuvants : lubrifiants, stabilisants, plastifiants, charges [11].



Figure 1.3 : Schéma de fabrication du composant de base : la résine PVC [11].

1. 3. 2. Propriétés du PVC

Le PVC se présente sous forme d'une poudre blanche, inodore et inflammable et il présente les caractéristiques suivantes :

a. Propriétés chimiques

Le PVC non plastifié résiste bien aux acides et bases, aux alcools et aux hydrocarbures aliphatiques, par contre, le PVC plastifié est sensible à certains solvants organiques (aromatiques, cétoniques et chlorés) [6].

b. Propriétés physiques

Le PVC est un polymère atactique donc essentiellement amorphe, mais il arrive que, localement sur de courts segments de chaînes, le PVC soit syndiotactique et puisse s'organiser en phase cristalline, mais le taux de cristallinité ne dépasse jamais 10 à 15%. Le PVC amorphe est transparent et relativement perméable à la vapeur d'eau.

Nous pouvons citer ces quelques propriétés physiques du PVC dans le tableau 1.1 :

Tableau 1.1 : Propriétés physiques du PVC [2].

Propriétés	Spécification
Masse volumique (g/cm ³)	1,38
Température d'auto-inflammation (°C)	600
Température de fusion (°C)	180

c. Propriétés électriques

Le PVC présente de bonnes propriétés isolantes [6].

d. Propriétés thermiques

Le PVC est sensible à la chaleur, sa température de fusion est de 180°C tandis que sa température de transition vitreuse est de 80°C ce qui veut dire qu'il est rigide à température ambiante mais devient caoutchouteux (faible résistance et grande déformation) au-dessus de 90°C [13].

Au contact d'une flamme, le PVC se décompose en libérant de l'acide chlorhydrique gazeux mais il est auto extinguable. Les PVC plastifiés brûlent plus facilement [6].

e. Propriétés mécaniques

Le PVC offre une excellente rigidité jusqu'au voisinage de sa température de transition vitreuse, il offre une excellente résistance à l'abrasion, mais il est relativement fragile au choc à basse température (-10 °C). L'addition de plastifiants diminue la température de transition vitreuse, ce qui permet de proposer un PVC souple à des températures ambiantes [13, 14].

Le tableau 1.2 résume les différentes propriétés mécaniques du PVC :

Tableau 1.2 : Les différentes propriétés mécaniques du PVC [13].

Type du PVC Propriétés	PVC rigide	PVC souple
Contrainte à la rupture (MPa)	50	10-20
Allongement à la rupture (%)	10-50	200 à 500
Résistance à la flexion (MPa)	70-80	Pas mesurable. Trop souple
Module de traction (MPa)	2400	Pas mesurable. Trop souple
Module de flexion (MPa)	2000	Pas mesurable. Trop souple
Dureté shore D *	70-80	20-40

* L'essai Shore D est indiqué pour les élastomères durs après mesure à l'aide d'une aiguille à la pointe non émoussée formant un angle de 30°.

1. 3. 3. Additifs du PVC

L'utilisation variée du PVC est rendue possible grâce aux propriétés intéressantes du polymère combiné aux procédés de transformation et à l'ajout d'additifs.

Nous appelons additifs (ou adjuvants) les substances mélangées physiquement aux polymères, destinées à modifier ou améliorer leur comportement en machine de transformation, ou bien les propriétés d'usage des matériaux finis.

Les adjuvants peuvent être des composés organiques ou organométalliques, souvent de faible masse moléculaire par rapport à celle du polymère, utilisés en faible concentration.

Les principaux additifs utilisés dans la transformation du PVC sont des stabilisants, des plastifiants, des lubrifiants, des pigments des ignifugeants et des charges [12, 13].

a. Stabilisants

Ce sont des produits destinés à retarder, ralentir ou inhiber les processus responsables de la dégradation. Nous pouvons définir le stabilisant comme une substance utilisée pour améliorer la stabilité chimique du PVC aux températures de transformation.

Le stabilisant idéal devrait être à la fois capteur de l'acide chlorhydrique, anti oxygène et filtre des rayons UV.

Le but de la stabilisation du PVC est l'amélioration du comportement thermique du polymère de telle sorte que nous puissions le transformer aux températures supérieures à son point de décomposition. Nous distinguons des stabilisants thermiques qui sont des sels de plomb, zinc, étain, ...etc [13].

b. Plastifiants

Le PVC est par nature un matériau rigide. L'ajout de plastifiants permet de le rendre flexible. Nous obtenons ainsi du PVC souple dont le champ d'application est très large : emballages, câbles, tuyaux d'arrosage, jouets, ...etc.

Les plastifiants les plus utilisés dans le PVC sont des esters organiques à haut point d'ébullition et généralement de faible poids moléculaire [12].

c. Lubrifiant

Les lubrifiants facilitent la transformation du PVC et contribuent à ce que ce dernier n'adhère pas aux surfaces de contact métalliques des machines. Il s'agit de cires organiques, d'alcools gras, d'acides gras, d'esters ou de sels métalliques. Ils ne présentent aucun risque pour la santé et n'interviennent qu'à très faibles concentrations dans le PVC [12].

d. Pigments

Ce sont des substances généralement sous forme de fines particules, pratiquement insoluble dans les milieux de suspension, utilisées en raison de certaines de leurs propriétés optiques, protectrice ou décorative [13].

e. Ignifugeants

Le PVC rigide est ignifuge par nature. Des ignifugeants sont souvent ajoutés au PVC souple étant donné que l'ajout de plastifiants augmente son inflammabilité [12].

f. Charges

Nous désignons sous le nom général de charge toute substance inerte, minérale ou organique qui, ajoutée à un polymère de base permet de modifier les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques, d'améliorer l'aspect de la surface ou bien simplement de réduire le prix de revient du matériau transformé.

Les principales charges rencontrées sont le sulfate de baryum, le silicate de magnésium, le carbonate de chaux et le silicate d'aluminium [13].

1. 3. 4. Domaines d'application du PVC

Le polychlorure de vinyle trouve aujourd'hui de nombreuses utilisations dans l'industrie. Nous le trouvons dans de nombreux secteurs tels que [13] :

- Dans la construction (Bâtiment) : tubes et raccords, châssis de fenêtre, portes, gouttières, revêtements de sols ou de murs, piscines, canalisation, toitures, dalles de sol, ...
- Dans le transport : La consommation du PVC dans ce secteur représente environ 3% de sa consommation totale. Dans le secteur automobile, le PVC souple est principalement utilisé pour les pièces suivantes : protections de soubassements, carrosseries, tableaux de bord, airbag, ...
- Dans l'emballage : C'est le troisième débouché pour ce polymère. 15% des matières plastiques sont utilisées dans l'emballage sont en PVC. En pratique, le PVC non plastifié se retrouve dans : des flacons pour produits d'entretien et cosmétiques, films, feuilles, bouteilles, récipients pour l'industrie alimentaire en sac, ... Et le PVC plastifié, plutôt dans :
 - Des poches pour conservation du sang, des solutés (comptabilisé dans l'application santé) ;
 - Des films étirables pour produits alimentaires (protection et conservation) ;
 - Des films rétractables pour palettes de transports ;
 - Des films de protection d'articles de quincaillerie ;
 - Des jouets.
- Dans le secteur de la Santé : Elles en font le premier des matériaux plastiques utilisés dans le secteur médical, principalement pour la fabrication de :
 - Poche pour la conservation du sang, des solutés ;
 - Cathéters ;
 - Gants chirurgicaux ;
 - Champs opératoires :
 - Alèses ;
 - Matelas ;
 - Sols hospitaliers ;
 - Blisters ;
 - Revêtement externe de flacons nébuliseurs en verre.
- Équipements électriques et électroniques : Le PVC est utilisé pour le gainage et isolant de câble d'énergie électrique jusqu'à 10 KV environ et des câbles de télécommunications basse

fréquence, les séparateurs de batterie, les accessoires de bureautique et micro-informatique divers matériaux d'électroménager et de bricolage, etc.

La figure 1.4, montre la segmentation du PVC dans le monde.

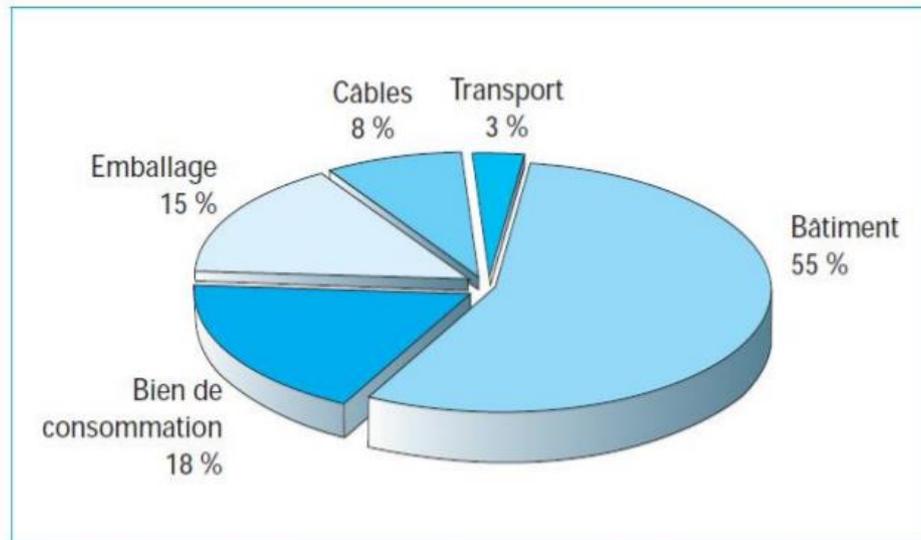


Figure 1.4 : Segmentation des applications du PVC [13].

1. 3. 5. Les avantages du PVC

Le PVC est un matériau qui offre de multiples avantages [12] :

- Résistant aux intempéries, à l'usure du temps, aux flammes et à la plupart des agents agressifs ;
- Imputrescible ;
- Insensible aux variations climatiques (contrairement à l'aluminium ou au bois) ;
- Bon isolant électrique, thermique et phonique ;
- Etanche aux gaz et aux liquides ;
- Léger ;
- Malléable, le PVC se plie à toutes les contraintes ;
- Choix important de couleurs, motifs et finitions (imitation d'autres matériaux comme le bois, la pierre, le marbre, le béton, etc.) ;
- Economique (moins cher que l'acier, le bois ou l'aluminium) ;
- Facile à entretenir ;
- Difficilement inflammable ;
- 100% recyclable.
- Isolant thermique et il supprime les phénomènes de condensation sur les vitres.

1. 3. 6. Les inconvénients du PVC

Le PVC présente d'importants avantages, cependant il possède également certains inconvénients qui sont [12] :

- Peu résistant aux UV, le PVC vieillit mal (jaunissement avec le temps) ;
- Toxique en cas d'incendie ou de combustion (contient de l'acide chlorhydrique) ;
- Non biodégradable ;
- Peu résistant à l'usure en tant que revêtement de sol.

1. 4. Les renforts

Les renforts sont généralement des fibres filamenteuses (fibres organiques ou inorganiques). Le rôle d'un renfort varie en fonction de son type dans la structure du matériau. Le but des renforts dans les matériaux composites est principalement d'améliorer les propriétés mécaniques de ces derniers en contribuant à améliorer leur résistance mécanique à la traction et leur rigidité. Aussi améliorer certaines propriétés physiques thermiques (résistance à la température, résistance au feu), électriques, etc. Le support doit également être chimiquement compatible avec la matrice du matériau composite. Il peut prendre plusieurs formes : fibres courtes, granulés ou fibres continues (tissu ou texture unidirectionnel, multidirectionnel) [9].

1. 4. 1. Les fibres végétales

Une fibre végétale est une structure biologique principalement composée de cellulose, hémicellulose et de lignine [15].

Le rapport cellulose, hémicellulose et lignine diffère pour chaque fibre végétale et dépend des agents de renforcement ou des charges naturelles présentes dans la plante. Chaque fibre se présente sous la forme d'un matériau composite, dans lequel la lignine agit comme une matrice pour encapsuler l'élément rigide (la cellulose). Les fibres végétales contiennent également des extractibles, des protéines et certains composés inorganiques en plus petites proportions [6].

La figure 1.5, montre la structure d'une fibre végétale.

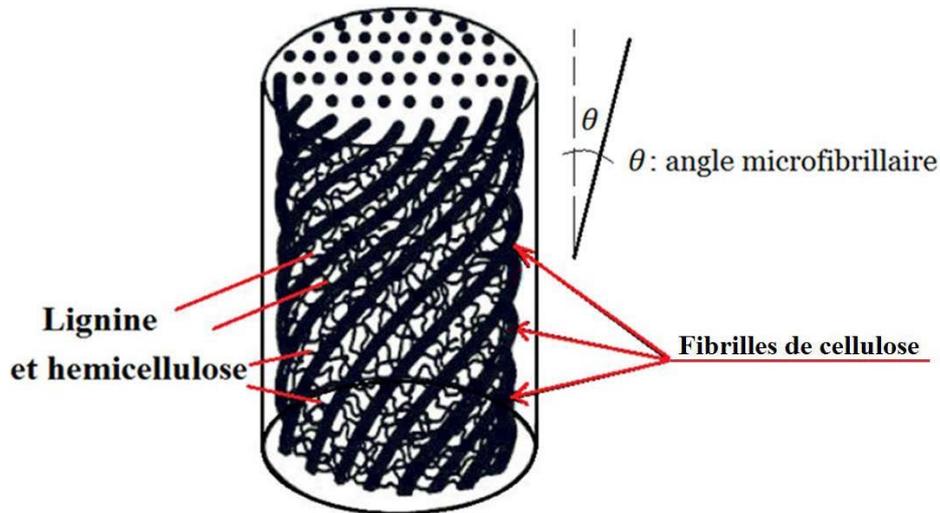


Figure 1.5 : Schéma de la structure d'une fibre végétale [11].

1. 4. 2. Classification des fibres végétales

Nous pouvons classer les fibres végétales selon plusieurs critères de classification [5] :

- Selon l'organe de la plante : Fibres issues des tiges des plantes tel que : le jute, le lin, l'Arundo Donax, etc..., aussi celles qui sont issues des feuilles de la plante, tel que : le sisal et la paille de graminée.
- Selon leur composition et leur teneur en lignine : Nous distinguons deux types de ces fibres :
 1. Fibres ligneuses (dures et rigides) provenant des végétaux ligneux tels que le bois,
 2. Fibres non ligneuses (douces et souples) provenant des végétaux moins riches en lignine tels que le jute et le lin.

1. 4. 3. Composition des fibres végétales

La composition chimique varie d'une plante à une autre et dépend de l'espèce, de l'âge de la plante, des conditions climatiques, de la composition du sol et de la méthode d'extraction utilisée [16].

Les différents constituants des fibres végétales sont :

- **La Cellulose :**

La cellulose représente la molécule biologique la plus abondante sur terre. D'un point de vue chimique, la cellulose est une macromolécule constituée par une très longue chaîne stéréo régulière composée de maillons de glucose $C_6H_{12}O_6$.

La cellulose possède une structure fibrillaire et partiellement cristalline. Les microfibrilles de cellulose sont constituées de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes totalement désordonnées.

Dans la zone cristalline, les chaînes cellulosiques sont disposées parallèlement les unes aux autres, liées par des liaisons hydrogènes intra et intermoléculaires. Toutes les propriétés de la cellulose sont étroitement corrélées à la forte densité des liaisons hydrogène qui se développent entre les chaînes. Les interactions moléculaires sont fortes et assurent l'essentiel de la cohésion tout en empêchant la pénétration des réactifs. Grâce à sa grande cohésion, la cellulose est insoluble dans la plupart des solvants. La cellulose est de nature très hydrophile [17].

La figure 1.6, montre la structure chimique de la cellulose.

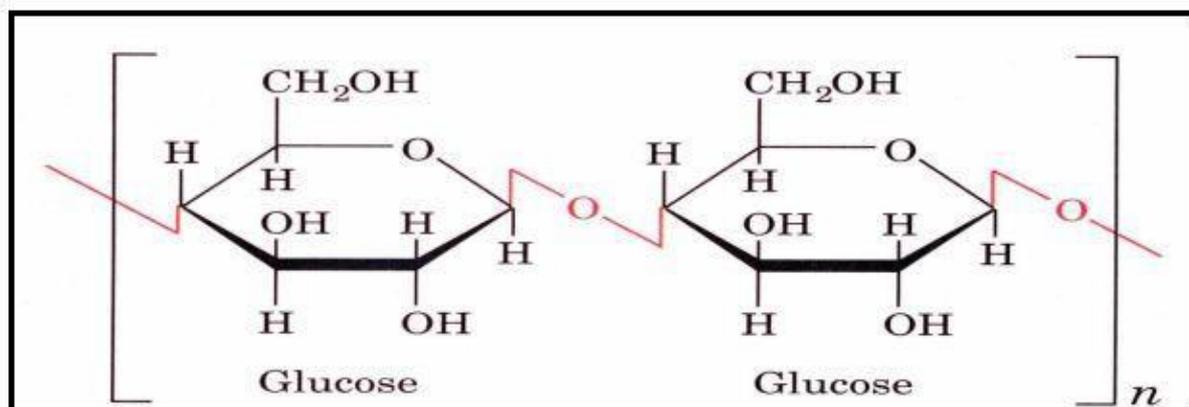


Figure 1.6 : Représentation de la chaîne cellulose [18].

• **Hémicellulose :**

Nous désignons par hémicellulose tout polysaccharide soluble dans l'eau et pouvant être extrait de la paroi des cellules végétales par des solutions acides.

Les hémicelluloses sont une classe de polymères très variés (de nombreux monomères et de nombreux branchements différents). Dans leurs états naturels, leur structure est fonction de l'espèce végétale. Elles ont un degré de polymérisation compris entre 200 et 300.

Ce sont des polysaccharides dont la chaîne principale linéaire est constituée respectivement de xylose, de mannose et de galactose [18].

La figure 1.7 montre les unités mono-saccharidiques les plus représentatives des différentes familles d'hémicelluloses.

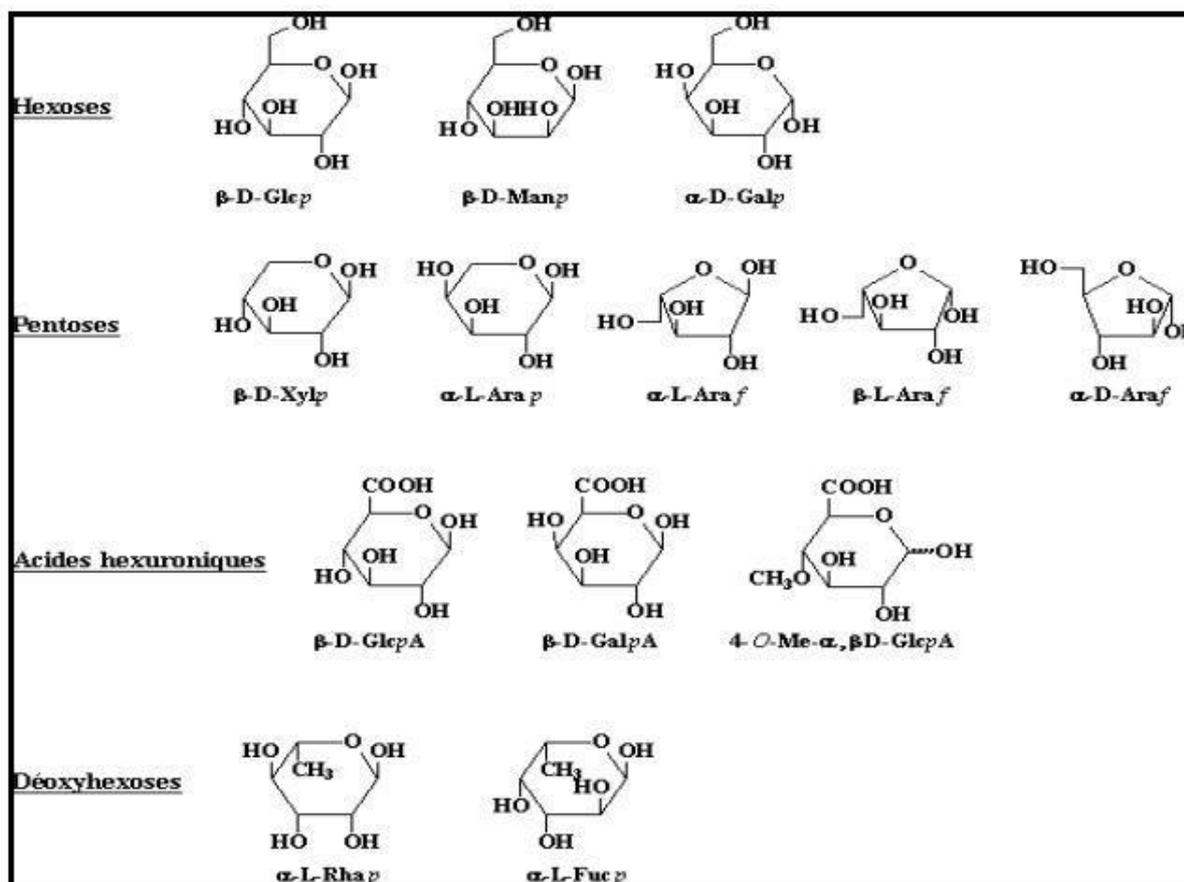


Figure 1.7 : Principaux glucides constituant les hémicelluloses [18].

- **Lignine :**

La lignine est après la cellulose, la matière organique renouvelable et la plus abondante à la surface terrestre. La lignine originelle ou « protolignine » constitue la plus importante fraction non saccharique des fibres végétales. C'est la matière « incrustante » de la cellulose. La lignine est constituée de polymères phénoliques tridimensionnels, amorphes possédant trois unités différentes de type pénylopropane : les alcools p-coumarylique, coniférylique et sinapylique.

Parce qu'il est impossible d'isoler la lignine native du bois sans la dégrader, sa masse moléculaire reste encore inconnue. Nous pouvons trouver des masses moléculaires approximatives dont les valeurs moyennes sont de 5000 à 10000 g/mol pour les bois durs (des feuillus), et de 20000 g/mol pour les bois tendres (des résineux).

La lignine est peu sensible à la dégradation biologique et contribue à la protection naturelle des végétaux contre certaines attaques parasitaires [19].

La figure 1.8 présente les motifs élémentaires de la lignine.

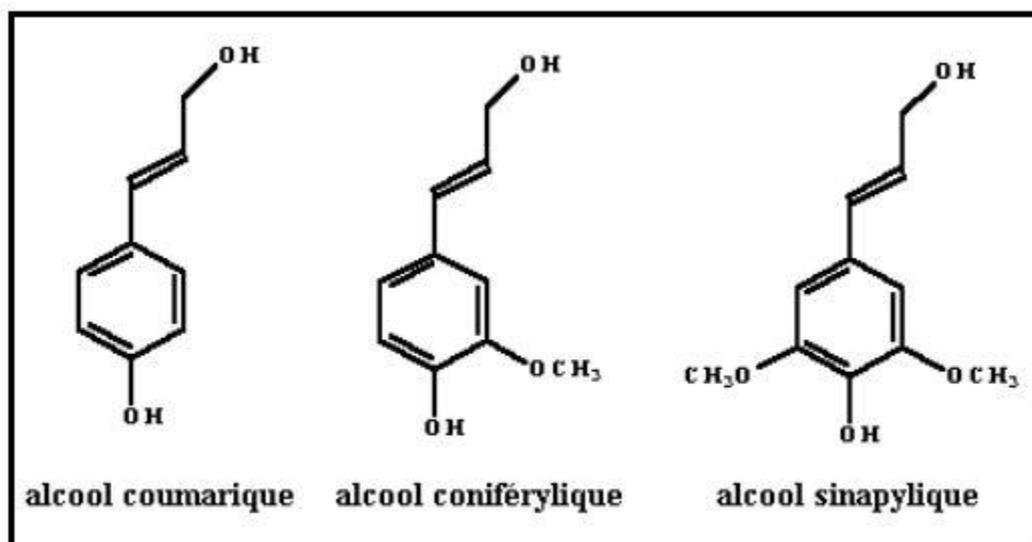


Figure 1.8 : Motifs élémentaires de la lignine [19].

Le tableau 1.3 montre la composition chimique de quelques fibres végétales.

Tableau 1.3 : Composition chimique de quelques fibres végétales [20].

Fibres naturelles	Cellulose (%)	Hémicellulose (%)	Lignine (%)	Pectine (%)	Graisses (%)	Eau (%)	Angle de microfibrille (°)
Chanvre	70 – 74	17.9 – 22.4	3.7 – 5.7	0.9	0.8	6.2 – 12	2 – 6.2
Lin	71	18.6 – 20.6	2.2	2.3	1.7	8 – 12	5 – 10
Jute	61 – 71.5	13.6 – 20.4	12 – 13	0.2	0.5	12.5 – 13.7	8
Coton	85 – 90	5.7	-	0 – 1	0.6	7.85 – 8.5	-
Sisal	66 – 78	10 – 14	10 – 14	10	2	10 – 22	10 – 22
Ramie	68.6 – 76.2	13.1 – 16.7	0.6 – 0.7	1.9	7.5 – 17	0.3	7.5
Kenaf	45 – 57	21.5	8 – 13	3 – 5	-	-	-

1. 4. 4. Avantages et inconvénients des fibres végétales

Les fibres végétales présentent de nombreux avantages qui les rendent attractives et favorables à l'emploi. Mais, elles ont plusieurs caractères non désirables que nous ne pouvons pas négliger mais qui peuvent être améliorés par des traitements physiques ou chimiques. De toute manière, il n'existe pas de pièces industrielles à durée de vie illimitée. Tout matériau est voué à devenir déchet [9].

Le tableau suivant présente les avantages et les inconvénients des fibres végétales utilisés comme renfort dans les matériaux composites.

Tableau 1.4 : Avantages et inconvénients des fibres végétales [2].

Avantages des fibres végétales	Inconvénients des fibres végétales
<ul style="list-style-type: none"> – Disposant de bonnes propriétés mécaniques spécifiques tel que la résistance et la rigidité ; – Facile à recycler, – Un coût faible ; – Pas d'émission de CO₂ ; – Ressource renouvelable et stock disponible dans la nature ; – Demande peu d'énergie pour être produite ; – Bonne isolation thermique et acoustique ; – Non irritante lors de la manipulation ; – Pas de résidus après incinération ; – Non abrasif pour les outillages ; – Biodégradabilité. 	<ul style="list-style-type: none"> – La quantité et la qualité des fibres dépendent de l'environnement et de l'humidité ; – Une reprise en eau importante : 8 ou 10 % du taux d'humidité ; – Non résistantes aux hautes températures (> 230 °C) ; – Renfort discontinu ; – Pour des applications industrielles, demande la gestion d'un stock.

1. 4. 5. Arundo Donax (Canne de Provence)

L'Arundo Donax appartient à la famille des graminées et est distribué de la région méditerranéenne à la Chine et au Japon. Arundo Donax est une grande plante vivace rhizomateuse, qui fleurit au cours de sa deuxième année. Les pousses aériennes naissent des rhizomes souterrains et mesurent de 4 à 6 m de haut pour un diamètre de 2.5 ± 0.3 cm. Les tiges creuses sont divisées en nœuds et en entre-nœuds d'environ 5 cm de long. Les feuilles plates alternes sont régulièrement espacées sur deux rangs opposés et orientées dans le même plan, elles mesurent jusqu'à 86 cm de long et jusqu'à 7,4 cm de large à la base [21].

La figure 1.9 présente des branche d'Arundo Donax.



Figure 1.9 : Branche d'Arundo Donax [21].

La composition et les propriétés physico-mécaniques d'Arundo donax sont données dans le tableau 1.5.

Tableau 1.5 : Composition et propriétés physico-mécaniques d'Arundo Donax [22].

Fibre	Arundo Donax
Cellulose (% poids)	43.2
Hemicellulose (% poids)	20.5
Lignine (% poids)	17.2
Taux de matière sèche (% poids)	98.1
Taux de cendre (% poids)	1.9
Densité	1.17
Résistance à la traction (MPa)	248
Module de Young (GPa)	9.4
Allongement à la rupture (%)	3.24

1. 4. 6. L'Arundo Donax entant que renfort

Le roseau géant Arundo Donax est une source de fibres lignocellulosiques utiles pour le renforcement des matrices polymères.

Des fibres courtes obtenues par le broyage des chaumes d'Arundo Donax ont été utilisées comme renfort de résines époxydes. **Fiore et al.**[22], ont étudié l'effet de la teneur en poids (5, 10 et 15 %) et de la taille de la charge (<150 µm, entre 150 µm et 300 µm, entre 300 µm et 500 µm et entre 500 µm et 2 mm) sur les propriétés mécaniques statiques et dynamiques des composites résultants. Ils ont enregistré une augmentation des modules de traction, une diminution des propriétés de résistance, et des modules de flexion comparables à ceux de la résine époxy pure.

Ces fibres ont été choisies pour plusieurs raisons [22] :

- Il s'agit d'une plante qui pousse abondamment et naturellement dans la nature. Grâce à son taux de croissance élevé, elle représente une espèce invasive et agressive dont l'élimination est difficile.
- Comme indiqué précédemment, l'Arundo Donax est utilisé pour de nombreuses applications : il est source de biomasse et sert de matière première dans l'industrie des instruments de musique. C'est également une source de cellulose pour l'industrie du papier et il joue un rôle important dans le renforcement des berges des rivières et des sols dans les zones humides.
- Il est largement répandu dans le monde entier. L'adaptabilité et le taux de croissance

élevé de cette plante pourraient permettre d'accéder à de grandes réserves de matières premières.

1. 4. 7. Arundo Donax dans l'artisanat

L'Arundo Donax est cultivé depuis des milliers d'années à des fins horticoles et médicinales et, surtout, pour la production de roseaux destinés à la fabrication d'instruments de musique, de papier et de matières premières énergétiques [23].

Dans le sud de l'Europe, l'Arundo Donax est largement naturalisé dans les fossés et les berges des rivières et sert souvent d'abri contre le vent [21].

Beaucoup de ces utilisations ont été abandonnées et l'Arundo Donax est considéré comme une plante envahissante et indésirable capable d'altérer la faune, d'affecter le contrôle des inondations et de créer de sérieux risques d'incendie [23].

1. 5. Notion d'adhésion interfaciale (Fibre-Matrice)

L'adhérence entre la fibre et la matrice joue un rôle très important dans les propriétés finales des matériaux composites. En effet, si l'adhérence de la matrice fibreuse est mauvaise, les propriétés mécaniques sont réduites. Le manque d'adhérence est généralement lié au fait que les fibres végétales sont hydrophiles et polaires, tandis que les polymères thermoplastiques couramment utilisés dans ces composites sont hydrophobes et non polaires [11].

Afin d'améliorer l'adhérence de la fibre-matrice et d'augmenter sa stabilité thermique, il existe différents traitements, au niveau des fibres, notamment pour améliorer leur dispersion et leur adhésion dans la matrice polymère [6].

Les traitements qui ont été appliqués sur les fibres peuvent être classés dans deux grandes familles : les traitements physiques et les traitements chimiques. Dans les deux cas, le traitement a une influence assez importante sur les propriétés des composites.

1. 5. 1. Traitement physique des fibres naturelles

Les traitements physiques peuvent entraîner des modifications de la structure et des propriétés de surface des fibres de cellulose ou des substrats thermoplastiques [24]. Ces traitements vont influencer la mouillabilité et l'affinité des fibres avec la matrice. Les méthodes physiques les plus courantes sont résumées ci-dessous.

- **Le traitement thermique**

Ce traitement consiste à exposer les fibres végétales à des températures élevées. Dans la plupart des cas, le processus est effectué dans une atmosphère à faible teneur en oxygène. La présence d'oxygène provoquera une dégradation sévère de la cellulose, réduisant ainsi les propriétés mécaniques des fibres végétales [25].

Min ZhiRong et al. [26] ont exposé la fibre de sisal à de l'air en circulation à 150 °C pendant 4 heures. La fibre est ensuite refroidie à température ambiante. **R. Burgueño et al.** [27] ont traité la fibre de chanvre à 80 °C sous vide. Les deux études ont conclu qu'une augmentation de la température conduit à la formation de structures agglomérées entre les polymères de la paroi cellulaire, mais ce traitement conduit également à la dégradation des polysaccharides, ce qui conduit à une diminution de l'hygroscopicité du bois.

- **L'irradiation par Ultra-violet**

Il s'agit d'une méthode alternative simple et intéressante pour greffer des surfaces polymères, notamment si nous souhaitons fonctionnaliser la surface cellulosique. **Sreekala et Thomas** [28] ont exposé la fibre de palmier à un rayonnement δ de 0,1 Mrad/h pendant 30 heures.

Ils ont prouvé que cette méthode de traitement améliore les propriétés physiques de la fibre (stabilité dimensionnelle, absorption d'humidité, etc.)

- **Traitement Corona**

Le traitement Corona ou effet couronne est une technique qui active la surface par oxydation. La technologie est basée sur l'utilisation de haute tension (1500V) à haute fréquence entre deux électrodes. L'air est ionisé et les électrons sont accélérés et réagissent donc avec les surfaces adjacentes [20]. Cela conduit à une augmentation de la concentration des groupes aldéhyde lorsque la surface de la fibre est activée [29].

Dans le cas des fibres de cellulose, le traitement corona conduit à une augmentation de l'énergie de surface, de l'acidité et de l'alcalinité, ainsi que du rapport oxygène / carbone (O / C) [20]. Pour des niveaux de puissance de plus en plus élevés, **Belgacem et al.** [30] ont observé une amélioration des propriétés mécaniques des composites cellulose / polypropylène. **Ragoubi et al.** [31] ont observé des résultats similaires en traitant la fibre de chanvre pour l'incorporer dans une matrice en polypropylène.

- **Traitement plasma froid**

Ce traitement peut modifier la surface de la fibre sans affecter les propriétés intrinsèques du matériau. De plus, cette technologie ne nécessite pas l'utilisation de solvants et le temps de traitement est court [32].

Avec un plasma oxygène par exemple, divers groupes polaires tels que -OH-C, -C=O, -COOH et -CO₂, peuvent être introduits sur la surface des fibres traitées [20]. Des modifications morphologiques et surfaciques des fibres de bois ont été observées par **Yuan et al.** [33] après traitement par des plasmas avec deux gaz différents : l'air et l'argon.

1. 5. 2. **Traitement chimique des fibres naturelles**

L'affinité chimique entre la fibre et la matrice augmente avec la modification chimique de la fibre végétale. En fait, il consiste à modifier la cellulose. En effet, la zone cristalline est plus susceptible d'être attaquée par le réactif que la zone amorphe. Nous pouvons citer plusieurs exemples de traitements chimiques, tels que le traitement à l'hydroxyde de sodium (NaOH), le traitement au permanganate ou au silane, l'acétylation et le prétraitement avec différents agents de couplage [34].

Cependant, les traitements à l'acrylique ou au silane favorisent la formation d'une liaison covalente forte, donc augmentent la résistance à la traction et la rigidité des fibres. Par ailleurs une augmentation de l'allongement à la rupture des fibres aura lieu généralement.

Les propriétés mécaniques des fibres non traitées semblent plus intéressantes, mais lors de l'incorporation dans une matrice pour former un composite, nous obtenons un produit final beaucoup moins performant mécaniquement. Pour cette raison, il vaut mieux traiter les fibres végétales. Le produit final obtenu présente des propriétés mécaniques plus importantes [4].

Les traitements chimiques les plus étudiés sont résumés ci-dessous.

- **Traitement au silane**

Les silanes sont des composés chimiques de nature hydrophile avec différents groupements associés au silicium tel qu'un chloro et un amino-silane ; c'est l'un des meilleurs agents de couplage utilisés dans les composites polymère/fibres de bois. L'effet positif des silanes sur la fibre cellulosique est lié à l'hydrolyse de ces derniers.

Les groupes hydroxyles des silanols réagissent alors avec ceux de la fibre cellulosique pour former des liaisons éther (Figure 1.10 (a)). Dans le cas d'un traitement sans hydrolyse,

nous obtenons les deux mécanismes : liaison covalente par étherification ((Figure 1.10 (a)) et liaison hydrogène entre amine protoné et alcoolate de la fibre (Figure 1.10 (b)). Ce sont des composés chimiques qui présentent une extrémité interagissant avec la fibre hydrophile et l'autre avec la matrice, formant un pont entre eux. Dans le cas d'un traitement avec hydrolyse du silane, seul le premier mécanisme se produit [4].

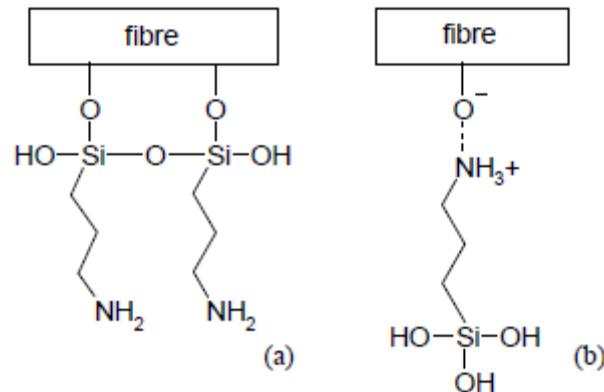


Figure 1.10 : Représentation des liaisons se formant entre l'amino-silane A-1100 et les groupements hydroxyles de la fibre : liaison covalente (a) et liaison hydrogène (b) [4].

Ainsi, bien que cela dépende des conditions de traitement (pH, température, nature du silane...), le silane conduit généralement à une résistance en traction plus élevée que le traitement alcalin.

Il permet également d'améliorer l'interaction et la compatibilité entre la fibre et la matrice selon la référence et favorise la résistance au cisaillement à l'interface de la fibre [4].

- **Traitement alcalin à la soude**

Le traitement à la soude est l'un des traitements chimiques les plus couramment utilisés pour les fibres naturelles employées pour renforcer les polymères. Ce traitement conduit à une réduction des liaisons hydrogène entre la cellulose et les deux autres composants (hémicellulose et lignine).

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



La composition chimique de la fibre, à savoir la teneur en hémicellulose, la lignine, la pectine ou encore les huiles est modifiée avec ce traitement, entraînant des modifications dimensionnelles, morphologiques et mécaniques des fibres.

Les propriétés thermiques des fibres végétales sont aussi influencées par le traitement d'alcalinisation [4].

Ainsi, le traitement alcalin influence directement sur les fibrilles cellulosiques, le degré de polymérisation, l'extraction de la lignine et des composés hémicellulosiques. Dans le traitement alcalin, les fibres sont immergées dans une solution de NaOH pendant une période bien déterminée [29].

Ray et al. [35] ont étudié l'effet du traitement des fibres de jute et de sisal avec une solution de NaOH à 5% à température ambiante pendant 2 à 72 heures. **Morrison et al.** [36] ont traité de manière similaire des fibres de lin. **Garcia et al.** [37], ont montré que l'utilisation de NaOH à 2% pour un traitement alcalin de 90 s à 200 ° C et à une pression de 1,5 MPa provoquera la décomposition des fibres de lin en fibrilles. Il a montré que l'alcalinisation engendre une augmentation de la teneur en cellulose amorphe, qui endommage la cellulose cristalline.

Valadez et al. [38] ont conclu que le traitement alcalin a deux effets principaux sur la fibre végétale :

- Il augmente la rugosité extérieure pour l'amélioration de l'ancrage mécanique.
- Il augmente la quantité de cellulose à la surface de la fibre.

De ce fait, le traitement alcalin a un effet durable sur les propriétés mécaniques des fibres de lin, notamment la résistance et la rigidité des fibres. **Van de Weyenberg et al.** [39] ont montré que le traitement alcalin entraînait une augmentation de 30% des propriétés de traction (résistance et module) des composites lin/époxy. Cette amélioration s'accompagne de l'élimination de la pectine. Le traitement alcalin améliore significativement les propriétés mécaniques des matériaux composites avec des renforts végétaux.

Mishra et al. [40] ont traité la fibre de sisal avec différentes concentrations de soude (5% et 10%). La comparaison des deux matériaux composites (polyester/sisal) montre que la résistance à la traction du matériau composite traité avec NaOH à 5% est meilleure que celle du matériau composite traité avec du NaOH à une concentration de 10%. Ce qu'ils ont expliqué par la délignification excessive des fibres végétales, qui sont affaiblies ou endommagées. La résistance à la traction du matériau composite renforcé par des fibres végétales a fortement chuté, dépassant une certaine concentration optimale de NaOH.

- **Traitement par acétylation**

L'acétylation consiste à modifier la surface des fibres végétales pour la rendre moins hydrophile. Le principe de ce traitement est de faire réagir les groupements acétyls ($\text{CH}_3\text{CO}-$) avec les groupes hydroxyles ($-\text{OH}$) de la fibre. Cette substitution rend ainsi sa surface hydrophobe.

Les groupes hydroxyles engagés dans la réaction sont ceux de la cellulose amorphe et ceux des constituants secondaires de la fibre (hémicelluloses et lignine). Grâce à des liaisons intermoléculaires fortes, les groupes hydroxyles des zones cristallines de la fibre sont étroitement compactés et sont inaccessibles aux réactifs chimiques.

Le traitement d'acétylation permet d'améliorer la résistance au cisaillement interfacial, la stabilité thermique et la résistance à la traction des fibres végétales. Cela a aussi pour effet de réduire l'hygroscopicité des fibres végétales [4].

1. 6. Mise en œuvre des composites

Les différentes techniques utilisées pour la mise en œuvre des composites renforcés par des fibres naturelles se fondent sur les acquis relatifs aux composites renforcés de fibres synthétiques [41]. Ces techniques incluent notamment l'injection, moulage par compression, moulage à vide et le moulage par transfert de résine. Avant la mise en forme finale des composites, nous devons préparer des semi-produits qui peuvent être sous différentes formes [20] :

- Un support fibreux imprégné de poudre fixée ou non thermiquement.
- Un mélange de fibres thermoplastiques (matrice) avec des fibres de renfort, des fibres de PP avec des fibres lignocellulosiques, par exemple.
- Des granulés mis en œuvre par compoundage.
- Des granulés produits par extrusion.

Le compoundage et l'extrusion sont les méthodes les plus largement utilisées dans la préparation de produits semi-finis. Le mélange consiste à mélanger des thermoplastiques qui ont été préchauffés pour fusionner avec des fibres courtes dans un mélangeur centrifuge.

L'extrusion consiste à mélanger des thermoplastiques fondus et des fibres dans une extrudeuse équipée d'une ou deux vis. Lors de l'alimentation, le taux d'amélioration est généralement contrôlé par la dose. A la sortie, le matériau est extrudé à travers la filière puis refroidi. Le mélange consolidé peut ensuite être découpé en granulés pour, par exemple, une injection partielle [20].

- **L'injection**

La qualité des pièces moulées par injection et la productivité élevée rendent cette technologie de moulage largement utilisée dans la fabrication de pièces composites. Pour les deux types de matières alimentant le système d'injection, obtenu par extrusion ou par compoundage, l'injection se fait de façon classique similaire au cas des polymères thermoplastiques non renforcés. La forme et le nombre de vis utilisées pour mélanger et faire avancer le matériau fondu vers la sortie (buse) déterminent la qualité du matériau à la sortie. Le moule est installé devant la buse et contient la cavité à remplir (Figure 1.11). Les différents composants du système d'injection (moule, vis, buse, etc.) doivent prendre en compte l'influence des fibres dans le matériau à injecter. En effet, le renforcement provoque généralement une usure par frottement des composants du système [20].

La figure 1.11 illustre une presse pour injection de granulés pré-renforcés.

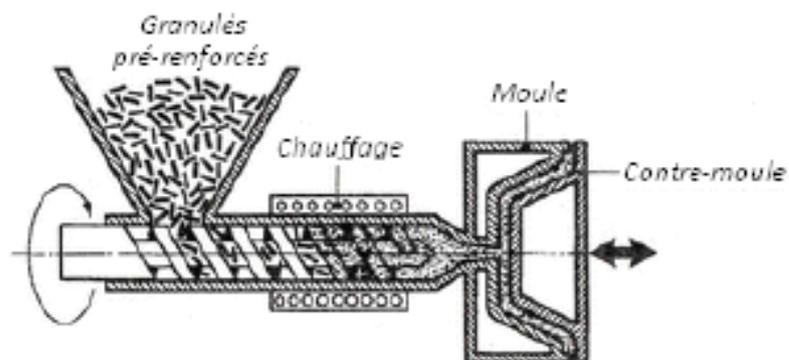


Figure 1.11 : Figure illustrant une presse pour injection de granulés pré-renforcés [20].

- **Moulage par compression**

C'est l'un des procédés les plus économiques pour la production de grandes séries de pièces de petites et de moyennes dimensions. Dans ce procédé, nous plaçons une préforme de compound de moulage (résine, renfort, catalyseur et additifs déjà pré-mélangés dans des proportions optimales) dans la cavité d'un moule chauffé, ensuite nous la pressons aux dimensions finales. Nous utilisons des pressions qui vont de 0.5 à 15 MPa [42]. La compression fait généralement appel à des feuilles non-tissés composées de fibres végétales seules, ou mélangées avec des fibres synthétiques [32].

La figure 1.12 illustre le moulage par compression.

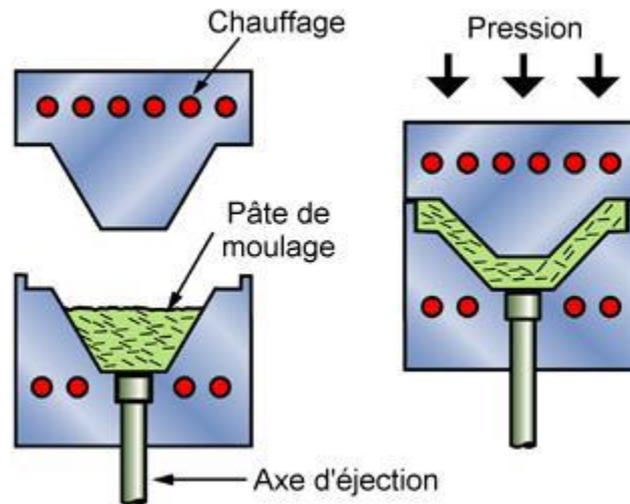


Figure 1.12 : Figure illustrant le moulage par compression [42].

- **Moulage sous vide**

Les renforts fibreux sont placés à sec sur un film démoulant qui épouse les formes du moule. Une membrane souple joue le rôle de contre-moule et assure l'étanchéité. Le vide créé permet à la résine de se diffuser dans les renforts fibreux et cavités. Cette méthode pourrait être combinée avec un système de chauffage qui servirait à polymériser la résine. Aux conditions ambiantes, la pression qui fait couler la résine est égale à la pression atmosphérique de 1atm [42].

La figure 1.13 illustre le moulage sous vide.

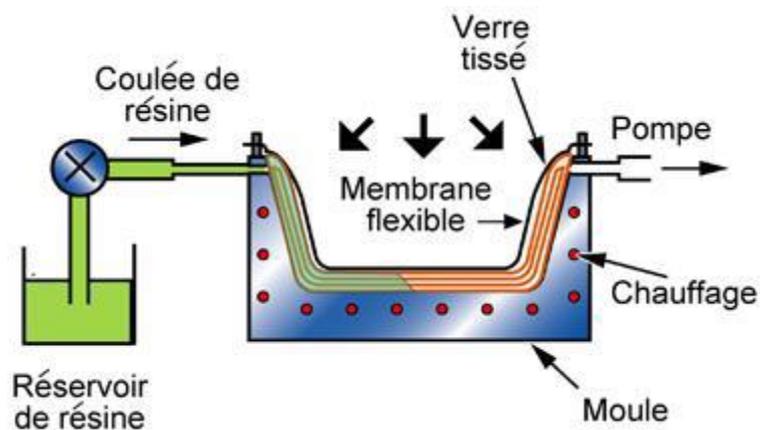


Figure 1.13 : Figure illustrant le moulage sous vide [42].

- **Moulage par transfert de résine (RTM- Resin Transfert Molding)**

C'est une technique utilisée généralement pour les résines thermodurcissables [32]. Le moulage par transfert de résine consiste à imprégner un renfort placé à l'intérieur d'un ensemble moule et contre-moule très rigide et fermé. L'alimentation des résines est réalisée par le vide ou par l'injection de la résine. Cette méthode permet d'atteindre des taux volumiques élevés des fibres, d'où l'obtention de pièces à caractéristiques mécaniques élevées. Ce procédé de moulage convient à la réalisation de pièces profondes et de formes complexes [42].

La figure 1.14 illustre le moulage par injection de résine.

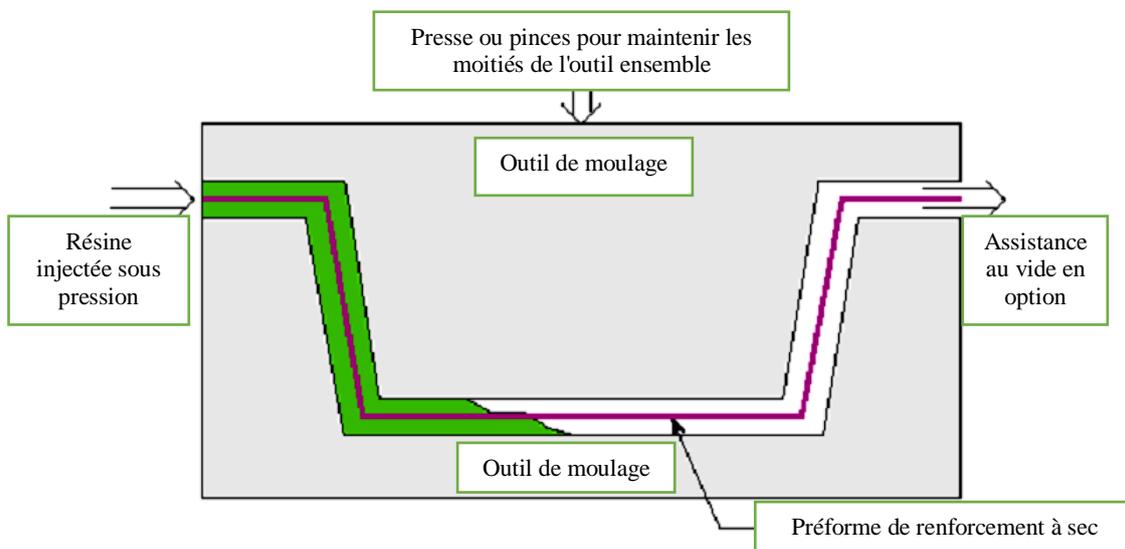


Figure 1.14 : Figure illustrant le moulage par injection de résine [42].

1. 7. Application des composites à base de fibres végétales

La figure 1.15, illustre la répartition en volume du marché global des composites en fonction de leur secteur d'application. Cette figure démontre clairement que la construction présente la plus grande part du marché suivie par l'industrie automobile. Ces deux secteurs d'applications seront donc détaillés dans la suite de ce chapitre.

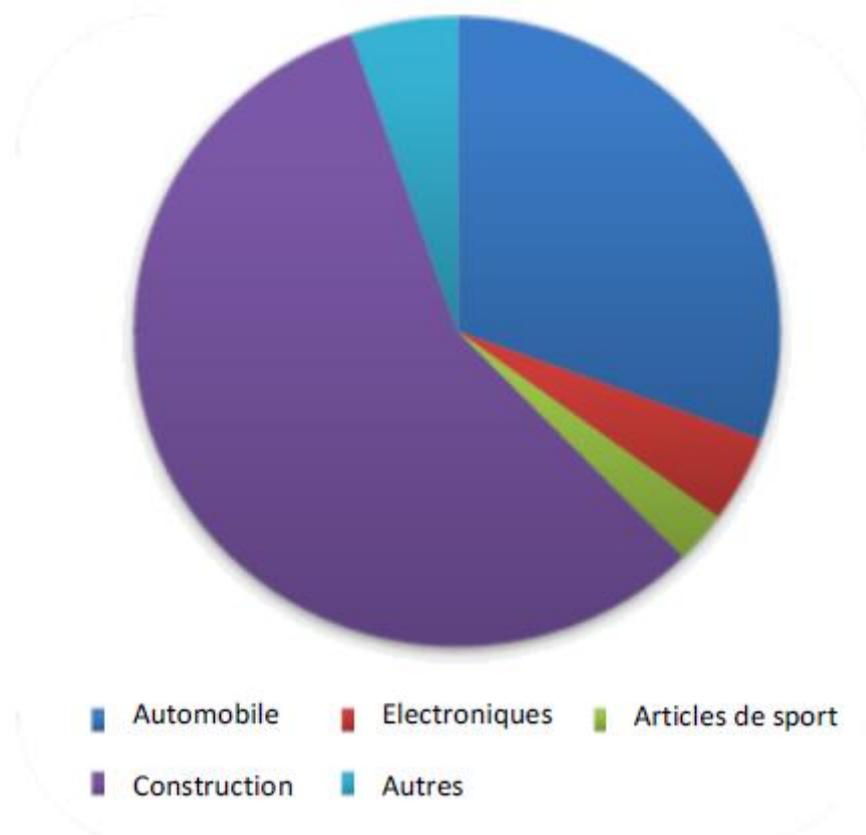


Figure 1.15 : Diagramme illustrant la répartition des composites par utilisation [43].

1. 7. 1. Utilisation des matériaux composites à fibre végétale dans l'automobile

L'utilisation des fibres végétales dans les matériaux composites est de plus en plus courante dans l'industrie d'automobile. Cette volonté de développer l'utilisation de bio-composites peut être attribuée à un besoin croissant en véhicules plus sûrs, plus légers et donc moins consommateurs en carburant puis que l'intégration de composites renforcés de fibres naturelles dans les véhicules peut permettre un gain de masse global de 10% pour des performances mécaniques équivalentes à celles des composites traditionnels. Donnons l'exemple de Mercedes-Benz qui utilise pour son modèle « Classe A » un composite renforcé par des fibres de lin et de sisal servant comme garnitures intérieures de portières, dossiers de sièges, moquette de garnissage des panneaux de portières. Pour cette application, des non-tissés à base de fibres végétales et de fibres thermoplastiques sont transformées par compression à chaud [44].

La figure 1.16, montre quelques applications des composites à fibres naturelles, dans l'industrie d'automobile [43].

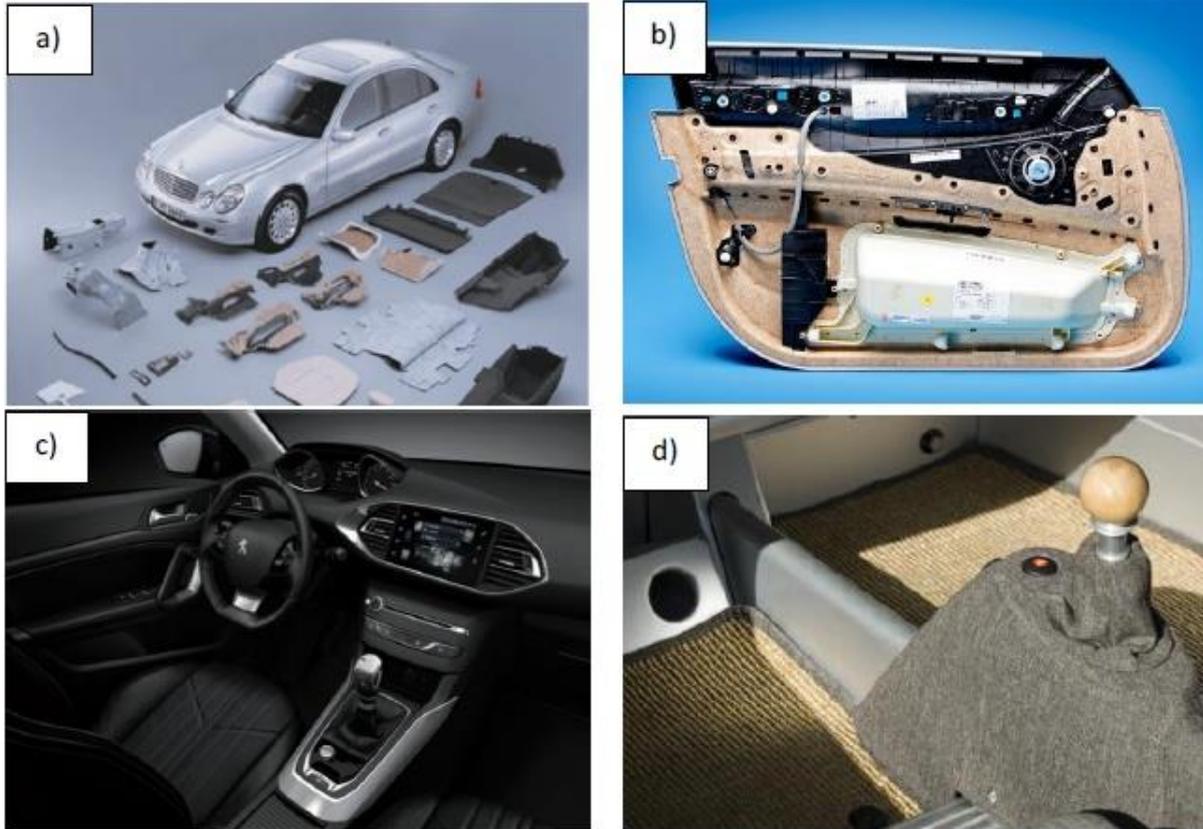


Figure 1.16 : Pièces intérieures de véhicules de constructeurs allemands (Mercedes E-class (a), BMW (b)) et de constructeurs français (Peugeot 308 (c), Lotus Eco Elise (d)) constituées de composites [43].

1. 7. 2. Utilisation des matériaux composites à fibre végétale dans la construction

Pour le bâtiment, nous citons l'exemple du chanvre, précisément la chènevotte (partie boisée du chanvre) qui est utilisée en mélange avec la chaux ou des liants spécifiques pour confectionner des mortiers, des bétons de chanvre, ou des briques de chanvre.

Les bétons de chanvre permettent de réguler l'hydrothermie, de garantir un confort d'isolation thermique et d'apporter une correction acoustique [45].



Figure 1.17 : Brique de chanvre [46].

Une autre fibre qui est aussi très utilisée comme renfort dans les matériaux composites pour les bâtiments est la farine de bois (Wood Plastic Composites, également appelés WPC) en raison de sa légèreté et de ses bonnes propriétés mécaniques.

Les composites WPC, représentent 60% du marché de la construction, et aussi en termes de coûts d'entretien et de poids, ils constituent une alternative avantageuse aux terrasses traditionnelles constituées uniquement de bois.

Le WPC est principalement extrudé en plaques de pont creuses ou pleines. Même si les profilés creux sont encore bon marché et légers, représentant 56% de la qualité de tous les produits WPC en 2015, les profils solides WPC ont tendance à se développer, notamment pour des raisons esthétiques et une meilleure résistance aux intempéries [43].



Figure 1.18 : Lames de terrasse en WPC pleines (gauche) et creuses (droite) [43].

CHAPITRE 2

Matériaux utilisés et techniques expérimentales

Chapitre 2. Matériaux utilisés et techniques expérimentales

2. 1. Matériaux et réactifs utilisés

2. 1. 1. Polychlorure de vinyle (PVC)

Le polymère utilisé dans la matrice pour l'élaboration des matériaux composites est le Polychlorure de vinyle SE-950 fabriqué par l'entreprise américaine SHINTECH. Le tableau 2.1 résume les principales caractéristiques du PVC SE-950.

Tableau 2.1 : Caractéristiques du PVC SE-950.

Caractéristiques	Spécification	Normes
Aspect	Poudre blanche	-
Indice de viscosité	65 – 67	DIN53726
Viscosité (cSt)	0,890 - 0,920	ASTMD-1243
Densité	0,51 - 0,59	ASTMD-1895

2. 1. 2. Additifs du PVC

a. Plastifiant

Le plastifiant utilisé au PVC est le di-octylphtalate (DOP) qui est fourni par l'entreprise SARL POLYCOMEX. Sa formule brute est $C_{24}H_{38}O_4$ dont la structure est :

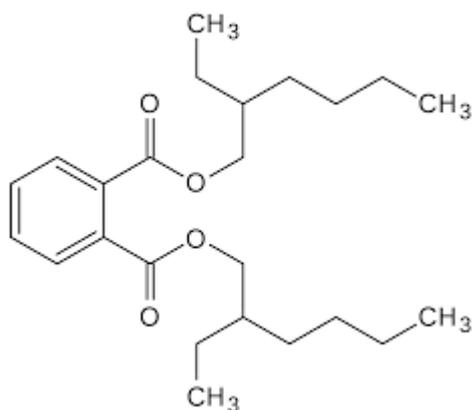


Figure 2.1 : Structure chimique du plastifiant DOP.

Les propriétés physico-chimiques du DOP sont données dans le tableau 2.2.

Tableau 2.2 : Caractéristiques physico-chimiques du DOP.

Caractéristiques	Unités	Spécification	Normes
Aspect	-	Huileux limpide	-
Masse molaire	g/mol	390,6	-
Masse volumique à 20°C	Kg/l	0,982-0,986	ASTMD 1298-90
Acidité	mgKOH/g	<0,1	ASTMD 1045-86
Indice de viscosité à 20°C	cSt	75-85	ASTMD 445-88
Indice de viscosité à 25°C	cSt	55-60	
Teneur en ester	%	99-99,8	
Point d'éclair	°C	>190	ASTMD 93-90
Teneur en eau	ppm	≤1000	ASTME 203-92
Indice de réfraction	-	1,485-1,487	ASTMD 1045

b. Stabilisant thermique à base de Ca/Zn

Le Ca/Zn est un stabilisant non toxique avec une bonne stabilité thermique, bonne rétention de la couleur, une excellente résistance à la lumière et représente de bonnes propriétés diélectriques et mécaniques, il est recommandé pour être utilisé dans diverses applications comme l'isolation des fils électriques et des câbles en PVC. Il est fabriqué par l'entreprise BAERLOCHER dont ces principales caractéristiques physiques sont représentées dans le tableau 2.3.

Tableau 2.3 : Caractéristiques physiques du stabilisant thermique Ca/Zn.

Caractéristiques	Unités	Spécifications
Aspect	-	Poudre blanche
Masse volumique	g/cm ³	0,37
Teneur en Zn	%	2,25

c. Lubrifiant

Le lubrifiant utilisé est l'acide stéarique (lubrifiant interne C₁₈H₃₆O₂) fabriqué par l'entreprise PALMAC.

Les caractéristiques de l'acide stéarique sont données dans le tableau 2.4.

Tableau 2.4 : Caractéristiques de l'acide stéarique.

Caractéristiques	Unités	Spécifications
Indice de saponification	-	199-209
Indice d'acide	-	198-208
Indice d'iode	-	3
Taux d'humidité	%	0,1

2. 1. 3. La fibre végétale (l'Arundo Donax)

L'Arundo Donax collectée dans notre étude provient de la forêt de Saoula (Alger). Pour préparer la fibre végétale d'Arundo donax FAD, la plante a subi plusieurs étapes de pré traitement :

- Découpage de la plante en plusieurs morceaux de 5 cm ;
- Lavage cinq fois à l'eau ordinaire des morceaux obtenus afin d'éliminer le maximum d'impuretés solubles dans l'eau ;
- Séchage à l'air libre pendant 48 heures ;
- Broyage à l'aide d'un broyeur d'épice ;
- Tamisage des fibres obtenues avec un tamis de 500 micromètres afin d'obtenir une fibre de granulométrie $\leq 500 \mu\text{m}$.

La figure 2.2 montre les étapes du broyage de l'Arundo Donax.



Figure 2.2 : Etapes de broyage de l'Arundo Donax.

2. 1. 4. Réactifs

➤ Hydroxyde de sodium (NaOH)

L'hydroxyde de sodium est le réactif utilisé pour le traitement chimique de la fibre végétale d'Arundo Donax, fourni par SIGMA-ALDRICH.

Les propriétés de l'hydroxyde de sodium sont données dans le tableau 2.5.

Tableau 2. 5: Propriétés de l'hydroxyde de sodium.

Propriétés	Valeur
Pureté (%)	98
Masse molaire (g/mol)	39,997
Masse volumique (g/cm ³)	2,13

2. 2. Techniques expérimentales

2. 2. 1. Traitement de la fibre d'Arundo Donax (FAD) à la soude

La fibre a été traitée selon la méthode décrite par **Sahi et al.** [47], comme suit :
La fibre est trempée dans une solution de NaOH à 1 % pendant 2 h à température ambiante, ensuite la fibre a été lavée plusieurs fois avec de l'eau pour enlever les traces de NaOH collées à la surface de la fibre. Enfin, cette dernière a été séchée à 30 °C pendant 48 h.

La figure 2.3 présente le schéma du processus du traitement chimique de la FAD.

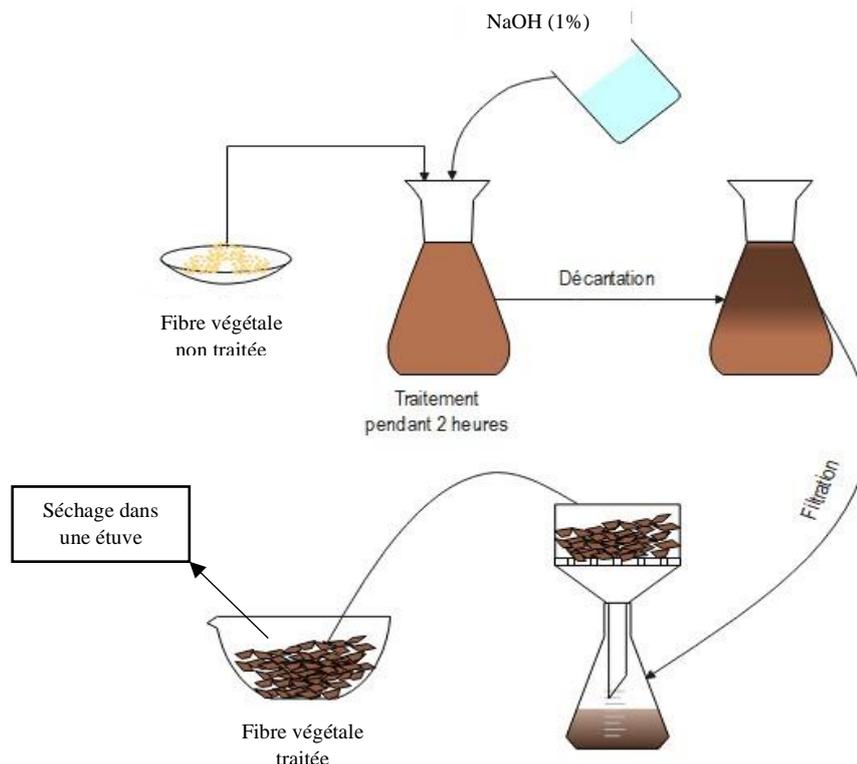


Figure 2.3 : Schéma du processus du traitement de la FAD.

2. 2. 2. Mise en œuvre des composites PVC/FAD

L'élaboration des composites PVC/FAD a été effectuée au sein de l'entreprise TRANSPOLYMERES à Alger, selon les procédés suivants :

2. 2. 2. 1. Préparation du « compound *»

Le PVC, le lubrifiant (acide stéarique), le stabilisant (Ca/Zn) et le plastifiant (DOP) sont mélangés dans la chambre d'un turbo mélangeur de marque Papenmier type LOHER tournant à une vitesse de 2000 à 3000 tr/min à une température ne dépassant pas les 100°C. Pour éviter la pré-gélification, nous refroidissons le mélange jusqu'à 40°C puis nous effectuons la décharge. Cette opération dure 15min. Nous obtenons un mélange sec appelé « compound ».

* Compound signifie le PVC SE-950 mélangé avec les adjuvants.

La composition massique du compound est donnée dans le tableau 2.6.

Tableau 2.6: Composition massique du « compound ».

Constituants	PVC	DOP	Ca/Zn	Acide stéarique
Teneurs (%)	51,4	45	3	0,6

2. 2. 2. 2. Préparation du mélange PVC/FAD

Cette étape consiste à mélanger le « compound » obtenu précédemment avec la fibre d'Arundo donax pendant 5min pour obtenir un mélange avec une bonne dispersion. Le mélange PVC/FAD obtenu pour chaque formulation est de masse de 160 g.

La figure 2.4 présente le moulin à café utilisé pour le mélange des différentes formulations.



Figure 2.4 : Mélangeur à cylindre (moulin à café).

La composition massique des différentes formulations PVC/FADNT et PVC/FADT élaborées est rapportée dans le tableau 2.7.

Tableau 2.7: Composition massique des différentes formulations PVC/FAD.

Formulations Compositions (%)	F0	F10	F20	F30	F40
	PVC	100	90	80	70
FADNT	0	10	20	30	40
FADT	0	10	20	30	40

2. 2. 2. 3. Moulage par compression

Les différents mélanges de PVC/FADNT et PVC/FADT obtenus précédemment sont introduits dans un moule (figure 2.5.a) entre deux plaques d'une presse de marque DARRAGON (figure 2.5.b) chauffé à une température de 160°C. Un préchauffage est réalisé jusqu'à une fusion préliminaire du mélange pendant 5min, ensuite nous compressons le moule sous une pression de 220 bars tout en activant le système de refroidissement à eau jusqu'à une température de 30°C et enfin nous obtenons des plaques de dimension 260×140×2 mm³ (figure 2.6).

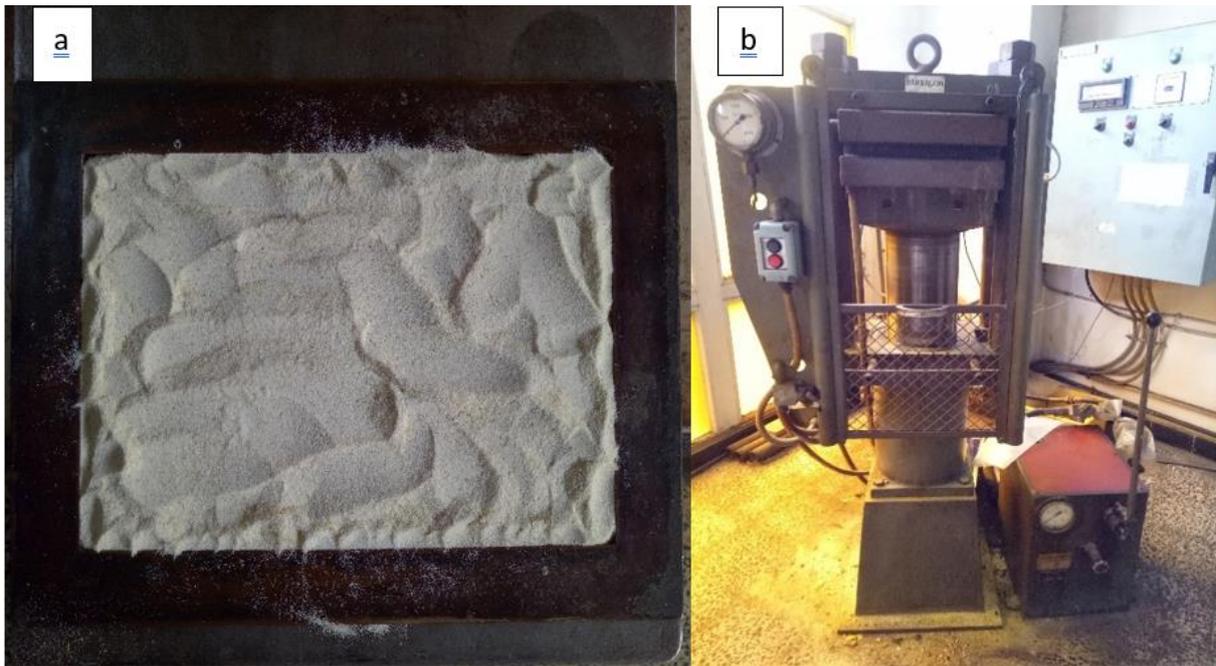


Figure 2.5 : (a) Forme du moule, (b) La presse à table DARRAGON.

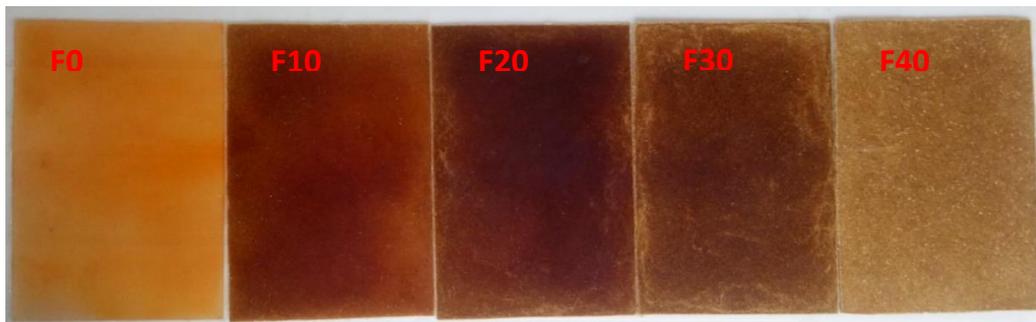


Figure 2.6 : Forme des plaques des composites.

Les plaques ainsi obtenues sont par la suite découpées par un emporte-pièce normalisé (figure 2.7) sous forme d'haltères, qui seront utilisées dans les différents tests de caractérisation.

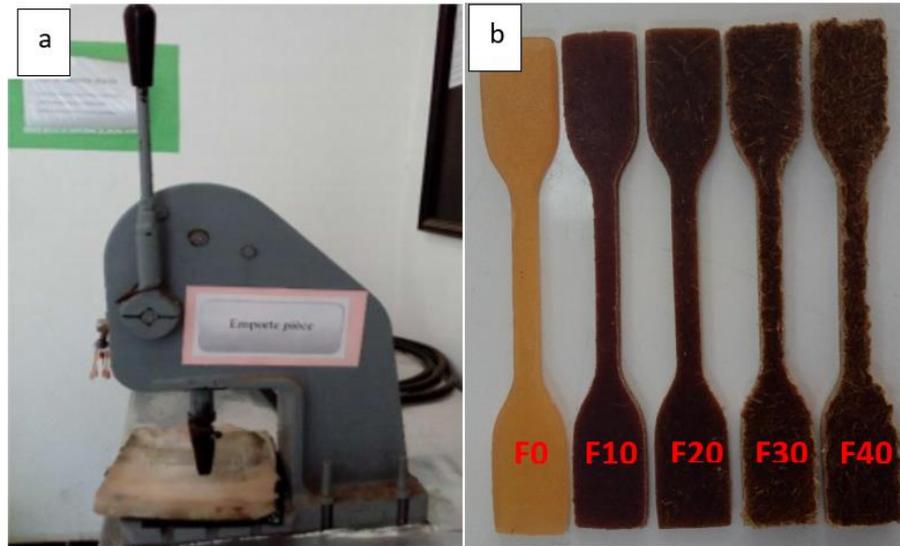


Figure 2.7 : (a) Emporte-pièce, (b) Eprouvettes des différentes formulations.

2. 3. Techniques de caractérisations

2. 3. 1. Caractérisation de la fibre d'Arundo Donax non traitée (FADNT) et de la fibre d'Arundo Donax traitée (FADT)

2. 3. 1. 1. Détermination de la densité

La détermination de la densité a été réalisée en utilisant la méthode pycnométrique selon la norme NFT 51-063.

La densité ($d_{éch}$) est déterminée par la relation (1) :

$$d_{éch} = \frac{m_2}{m_1 + m_2 - m_3} \times d_{éth} \quad (1)$$

Avec :

$d_{éch}$: la densité de l'échantillon.

m_1 : la masse du pycnomètre plein de l'éthanol.

m_2 : la masse de l'échantillon seul.

m_3 : la masse du pycnomètre plein de liquide avec l'échantillon immergé.

$d_{éth}$: la densité de l'éthanol.

2. 3. 1. 2. Détermination de la matière sèche et du taux d'humidité

2g d'échantillon sont pesés (P0) dans un creuset en céramique de masse (P1) préalablement taré. Il est placé dans une étuve à 105°C pendant 24h. Le creuset est ensuite retiré de l'étuve, mis dans un dessiccateur et pesé (P2). La teneur en matière sèche est donnée par la formule suivante :

$$\%MS = \frac{P_2 - P_1}{P_0} \times 100 \quad (2)$$

Avec :

P₀ : poids de la prise d'essai.

P₁ : poids du creuset vide.

P₂ : poids du creuset avec le résidu.

Le taux d'humidité (Th) est déterminé par l'expression suivante :

$$\%Th = 100 - \%MS \quad (3)$$

2. 3. 1. 3. Spectroscopie IRTF-ATR

La composition chimique et structurale des fibres d'Arundo Donax est obtenue à la température ambiante au moyen de la technique de la spectroscopie Infra-Rouge à Transformée de Fourier par une Réflexion Totale Atténuée (IRTF- ATR). L'équipement utilisé est de marque "Perkin-Elmer". Il est piloté par ordinateur équipé du logiciel de traitement "Perkin Elmer Spectrum". La résolution est de 4 cm⁻¹ dans une gamme spectrale de 4000-400 cm⁻¹.

Pour la préparation des échantillons, les faisceaux de fibres ont été coupés puis broyés afin d'obtenir une poudre. Cette dernière est placée sur le cristal ATR de la machine et introduite avec précaution à l'intérieur de la chambre d'analyse.

2. 3. 2. Caractérisation des composites PVC/FADNT et PVC/FADT

La caractérisation des matériaux composites élaborés est effectuée par différentes méthodes d'analyses de caractérisation à savoir :

- L'analyse spectrale par infrarouge a transformé de fourrier IRTF-ATR.
- Propriétés physiques : mesure de la densité et test d'absorption d'eau,
- Propriétés mécaniques : test de traction et de dureté shore D.

2. 3. 2. 1. Spectroscopie IRTF-ATR

Dans cette partie, nous avons réalisé les mêmes analyses citées précédemment au point **2. 3. 1. 3.** en utilisant du PVC vierge et les composites PVC/FADNT et PVC/FADT chargé à 30%.

2. 3. 2. 2. Mesure de la densité

La densité a été déterminée au niveau de l'entreprise « CABEL » en utilisant un densimètre modèle DSM (figure 2.8). La détermination de la densité des échantillons est réalisée par l'intermédiaire de la mesure de la poussée d'Archimède exercée sur le volume d'échantillon immergé dans l'eau distillée de température connue.



Figure 2.8 : Densimètre DSM.

2. 3. 2. 3. Test d'absorption d'eau

Ce test a été réalisé au niveau du laboratoire du département de génie chimique au sein de l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger. Avant d'effectuer ce test, nous avons élaborer des disques de 52mm de diamètre de de 2mm d'épaisseur pour chaque formulation, puis chaque disque a été pesé avec une balance analytique de précision 0,0001g. Ensuite nous immergeons les disques dans un récipient d'eau distillée à la température ambiante. Chaque 24h, nous faisons un prélèvement et nous enlevons toute l'eau superficielle avec du papier absorbant et nous pesons de nouveau les disques. Ce test continue jusqu'à ce que la masse des disques reste constante. Pour chaque formulation, deux disques ont été testées.

Le pourcentage de la masse d'eau absorbée est donné par la formule suivante :

$$\Delta m(\%) = \frac{m - m_0}{m_0} \times 100 \quad (4)$$

Avec :

m_0 : masse initiale du disque.

m : masse du disque à l'instant 't'.

Δm : pourcentage de la masse d'eau absorbée.

2. 3. 2. 4. Test de dureté

La mesure de la dureté shore D a été réalisée au niveau de laboratoire de l'entreprise privée des câbles électriques « CABEL », à Alger. Le but de cet essai est de mesurer la dureté des plastiques et élastomères et d'esquisser les propriétés de surface du matériau selon la norme DIN 53505.

L'essai consiste à soumettre un effort tendant à enfoncer l'aiguille pointue en acier (poinçon) d'un duromètre shore D (figure 2.9), sur une plaque carrée de masse 5g. Cette dureté est mesurée sur une échelle de 0 à 100 où plus le pénétrateur s'enfonce dans le matériau, plus ce dernier est mou et plus la limite d'élasticité est basse (ou bien plus le matériau est mou plus la mesure de la dureté diminue). Les essais de dureté sont très utilisés en raison de leurs simplicité et de leur caractère peu destructif.



Figure 2.9 : Duromètre shore D.

2. 3. 2. 5. Test de traction

L'essai de traction est mis en œuvre afin d'évaluer le comportement mécanique des matériaux utilisés pour cette étude. Il permet d'accéder aux propriétés élastiques de rigidité et de rupture, cet essai nous permet de déterminer certains paramètres tels que la résistance à la traction, le Module de Young et l'allongement à la rupture.

La mesure des propriétés mécaniques à la rupture des éprouvettes élaborées a été effectuée au niveau du laboratoire de l'entreprise privée des câbles électriques « CABEL » sur une machine de marque MTS Criterion (figure 2.10) selon la norme NFC 32-200. Les éprouvettes subissent un étirement sous une vitesse constante de 50 mm/min jusqu'à la rupture de l'échantillon. La machine est pilotée par ordinateur à l'aide d'un logiciel de type TXW qui effectue tous les calculs nécessaires à l'obtention de la résistance à la traction et l'allongement à la rupture.



Figure 2.10 : Machine de traction.

CHAPITRE 3

Résultats et discussions

Chapitre 3. Résultats et discussion

3. 1. Caractérisation de la fibre d'Arundo Donax

3. 1. 1. Caractérisation physico-chimique de la FADNT et la FADT

Cette partie de l'étude résume les différents résultats de la caractérisation physico-chimique de la fibre d'Arundo Donax non traitée (FADNT) et de la fibre d'Arundo Donax traitée (FADT), telles que la densité, le taux de matière sèche et le taux d'humidité obtenus expérimentalement.

Les différents résultats obtenus sont enregistrés dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1 : Caractéristiques physico-chimiques de la FADNT et de la FADT.

Charge	FADNT	FADT
Caractéristiques		
Densité	1,27	1,50
Taux de matière sèche (%)	95,35	93,01
Taux d'humidité (%)	4,65	6,99

La faible densité est l'une des caractéristiques qui rendent les fibres naturelles intéressantes pour les chercheurs en développement de matériaux. La légèreté des matériaux composites peut contribuer à réduire la consommation d'énergie.

D'après les résultats enregistrés, nous voyons que la fibre d'Arundo Donax traitée à une densité supérieure à celle non traitée. En effet, le traitement alcalin élimine la majeure partie des contenus moins dense telle que l'hémicellulose, la lignine et les autres extractibles dans la fibre Arundo Donax, ce qui conduit à l'augmentation de la teneur en α -cellulose dans la composition chimique qui est le plus dense. En effet, la densité des cristaux de cellulose parfaits est située autour de 1,58-1,59 [48, 49].

Quant à la teneur en matière sèche, après traitement chimique de la fibre d'Arundo Donax, une diminution de 2,45 % est enregistrée. Compte tenu du fait que la matière sèche des fibres végétales contient une grande quantité de cellulose, d'hémicellulose et de lignine, et comme mentionné précédemment, le traitement chimique à l'hydroxyde de sodium peut éliminer la majeure partie de l'hémicellulose et de la lignine contenues dans la fibre de l'Arundo Donax, donc la quantité ou le taux de matière sèche diminue.

Pour le taux d'humidité, une augmentation de ce paramètre a été enregistrée après traitement chimique de la fibre d'Arundo Donax. Cela est probablement dû au traitement chimique effectué.

3. 1. 2. Spectroscopie IRTF-ATR

Les différentes fréquences d'absorption des fibres utilisées sont enregistrées dans le tableau 3.2 :

Tableau 3.2 : Les bandes d'absorption enregistrées pour une fibre lignocellulosique [50].

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Type de vibration
3100-3550	Vibration d'élongation des hydroxyles O-H.
2850-2950	Vibration d'élongation asymétrique et symétrique des groupements C-H du groupe C-H ₂ .
1735	Vibration des groupements carbonyles C=O.
1600-1650	Vibration d'élongation des hydroxyles O-H de l'eau.
1570	Vibration du cycle aromatique.
1400-1460	Vibration de déformation asymétrique des liaisons C-H du cycle aromatique.
1230-1270	Vibration de déformation des liaisons C-H.
1030	Vibration de déformation des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose.

La figure 3.1, illustre les spectres IRTF-ATR de la FADNT et de la FADT. D'après cette figure, nous constatons une large bande due à la liaison hydrogène du groupement hydroxyle apparaît autour de 3350 cm⁻¹ et qui est caractéristique de la vibration d'élongation des hydroxyles O-H de la fibre. L'air de ce pic est plus intense pour la FADNT, ce qui est expliqué par la diminution de la concentration des groupements hydroxyles après le traitement avec NaOH.

Les différentes bandes d'absorption enregistrées sur la FADNT et la FADT sont comme suit :

- Nous observons une bande entre 2850 et 2950 cm⁻¹ correspondant aux vibrations d'élongation asymétrique et symétrique des groupements C-H du groupe C-H₂.
- A 1735 cm⁻¹, une bande correspondante aux vibrations des groupements carbonyles

C=O.

- Entre 1600 et 1650 cm^{-1} , qui peut être assigné aux vibrations d'élongation des hydroxyles O-H de l'eau.
- A 1570 cm^{-1} , qui peut être assigné à la vibration du cycle aromatique.
- A 1400-1460 cm^{-1} , qui correspond aux vibrations de déformation asymétrique des liaisons C-H du cycle aromatique.
- A 1230-1270 cm^{-1} , qui correspond à la vibration de déformation des liaisons C-H.
- A 1030 cm^{-1} , qui peut être assigné à la vibration de déformation des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose.

Nous remarquons que toutes les bandes enregistrées pour la FADNT ont diminuées après le traitement chimique ce qui montre que ce dernier élimine une quantité de lignine et d'hémicellulose. Ces résultats corroborent avec d'autres travaux de recherche effectués sur l'étude du traitement des fibres végétales [51, 52].

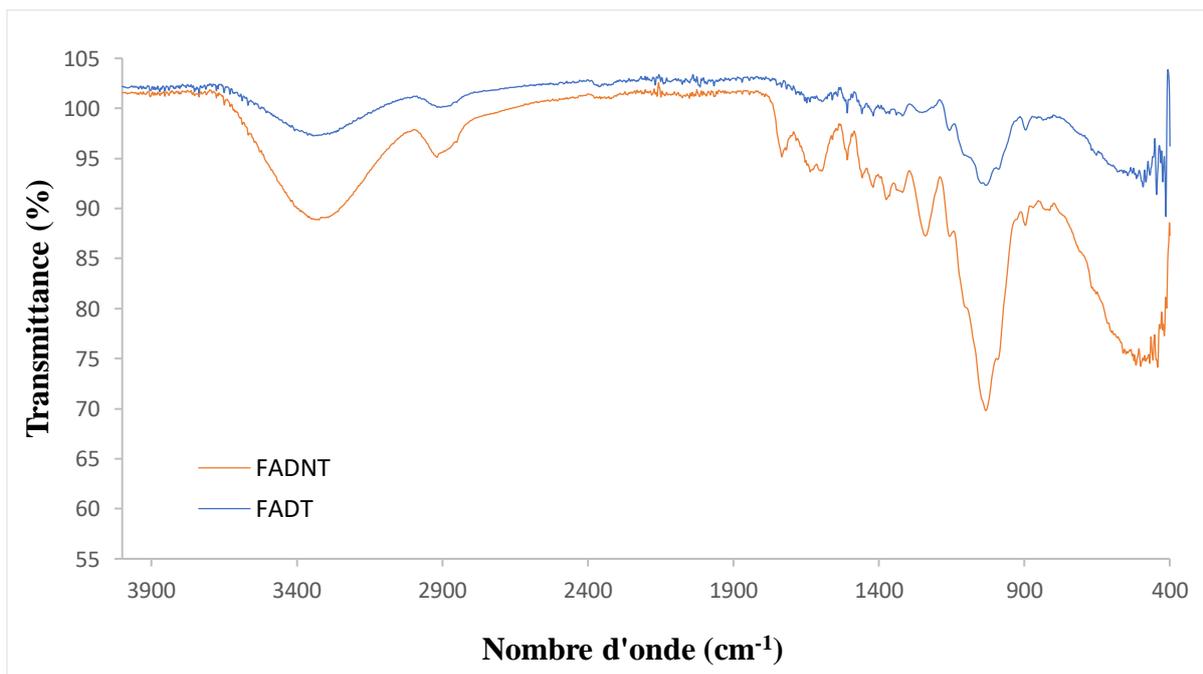


Figure 3.1 : Spectre IRTF-ATR de la FADNT et la FADT.

3. 2. Caractérisation des composites PVC/FADNT et PVC/FADT

3. 2. 1. Spectroscopie IRTF-ATR

L'analyse spectrale par IRTF-ATR est effectuée dans le but d'étudier l'existence d'éventuelles interactions entre la matrice thermoplastique PVC et les fibres d'Arundo Donax traitée et non traitée.

Le tableau 3.3 donne les différentes fréquences d'absorption de la matrice PVC.

Tableau 3.3 : Les différentes fréquences d'absorption caractéristiques pour le PVC pur [50].

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	750-850	830-970	1200-1260	2850-2970	2970
Type de vibration	Elongation C-Cl	Déformation CH ₂	Déformation CH	Elongation CH ₂	Elongation CH

La figure 3.2, montre les spectres IRTF-ATR du PVC et des composites à 30 % de charge en fibre traitée et non traitée.

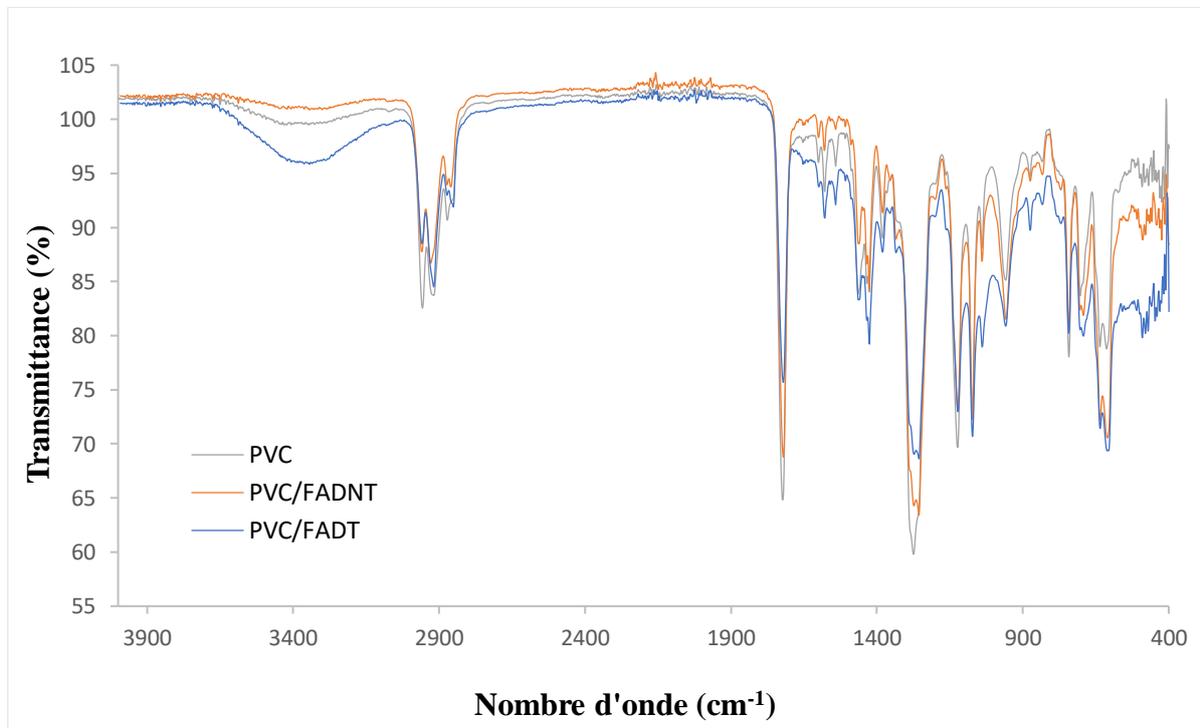


Figure 3.2 : Spectre IRTF-ATR du PVC et des composites F30 non traité et traité.

D'après cette figure, nous voyons que toutes les bandes enregistrées sur le spectre du PVC et des composites correspondent à celles données dans le tableau 3.2 et le tableau 3.3, comme suit :

Les principaux pics d'absorption obtenus pour le PVC vierge sont :

- A $700-750\text{ cm}^{-1}$, nous remarquons un pic qui correspond à la vibration d'élongation de la liaison C-Cl.
- A $1200-1260\text{ cm}^{-1}$, un pic qui correspond à la vibration de déformation des liaisons C-H.
- A $2850-2950\text{ cm}^{-1}$, des pics qui correspondent aux vibrations d'élongation asymétrique et symétrique des groupements C-H du groupe CH_2 .
- Les principaux pics d'absorption obtenus pour les composites F30 non traité et traité sont :
 - Une large bande autour de 3350 cm^{-1} qui correspond à la vibration d'élongation des hydroxyles O-H de la fibre.
 - A $2850-2950\text{ cm}^{-1}$, des pics correspondant aux vibrations d'élongation symétrique et asymétrique de la liaison C-H du groupes ($-\text{CH}_2$).
 - A 1735 cm^{-1} , un pic correspondant à la vibration des groupements carbonyles C=O.
 - A $1600-1650\text{ cm}^{-1}$ des pics sont attribués aux vibrations d'élongation des hydroxyles O-H de l'eau.
 - A $1400-1460\text{ cm}^{-1}$ des pics correspondant aux vibrations de déformation asymétrique des liaisons C-H du cycle aromatique.
 - A $1230-1270\text{ cm}^{-1}$ un pic correspondant à la vibration de déformation des liaisons C-H.
 - A 1030 cm^{-1} une bande qui caractérise les vibrations de déformation des liaisons C-O-C de la cellulose et de l'hémicellulose.

Nous pouvons remarquer une diminution de l'intensité des différentes bandes d'absorption du PVC avec l'introduction de la FADNT et la FADT dans la matrice PVC. Selon **Mindivan et al.** [53] ce résultat est expliqué par le fait que la fibre empêche les vibrations intermoléculaires.

3. 2. 2. Test de densité

Les résultats du test de densité du PVC (« compound ») et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT pour les différents taux de charge présentés sur les figures 3.3 et 3.4 respectivement, montrent qu'il y a une légère augmentation non considérable après l'introduction de la FADNT sur les différents composites par rapport à la matrice vierge. Cela, est expliqué par le fait que la densité de la FADNT est légèrement supérieure à celle du PVC. Par contre, nous avons enregistré une augmentation plus considérable de la densité avec l'accroissement du taux de fibre traitée dans le PVC. Cette augmentation est 2,48% pour un taux de charge de 40% en FADT. L'augmentation de la densité est attribuée aux rongements de la structure de la fibre. Du fait que la masse volumique de la fibre traitée est supérieure à celle du PVC, donc, l'augmentation du taux de fibre augmente la densité du composite.

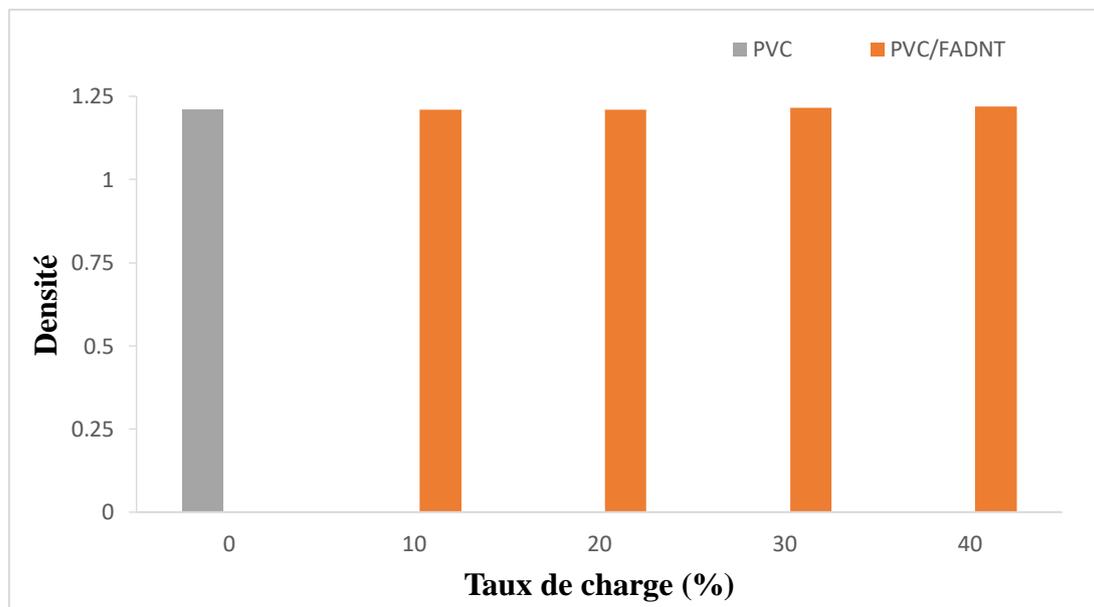


Figure 3.3 : Densité du PVC et des composites PVC/FADNT en fonction du taux de charge.

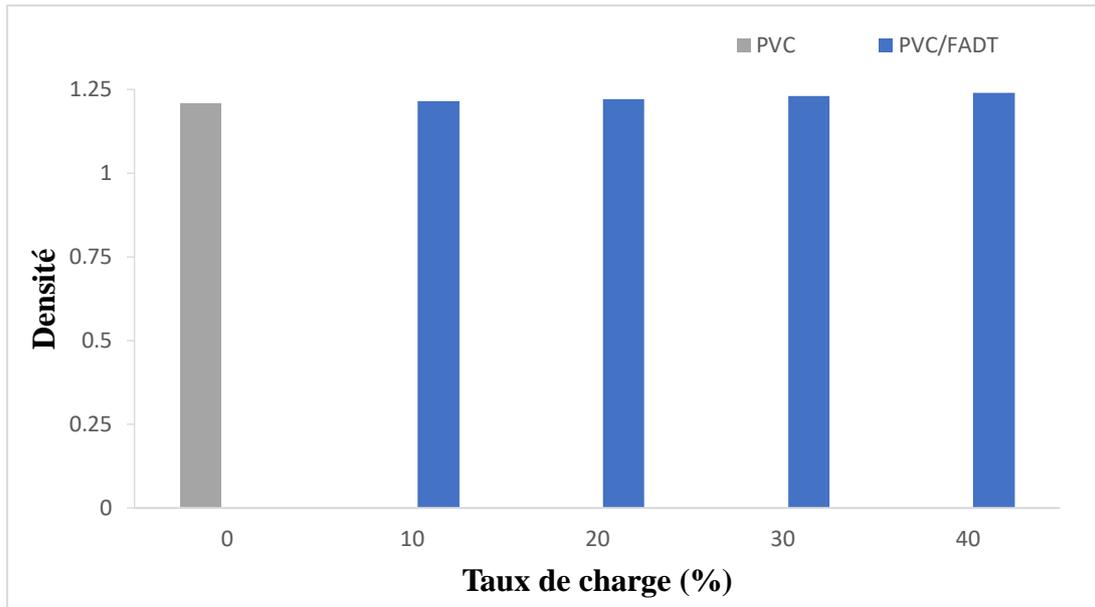


Figure 3.4 : Densité du PVC et des composites PVC/FADT en fonction du taux de charge.

En comparant les résultats des deux tests de densité précédent (figure 3.5), nous constatons que la densité des composites PVC/FADT est supérieur par rapport aux composites PVC/FADNT pour les différents taux de charge, ceci est dû au fait que la densité de la FADT est supérieure à celle de la FADNT (tableau 3.1).

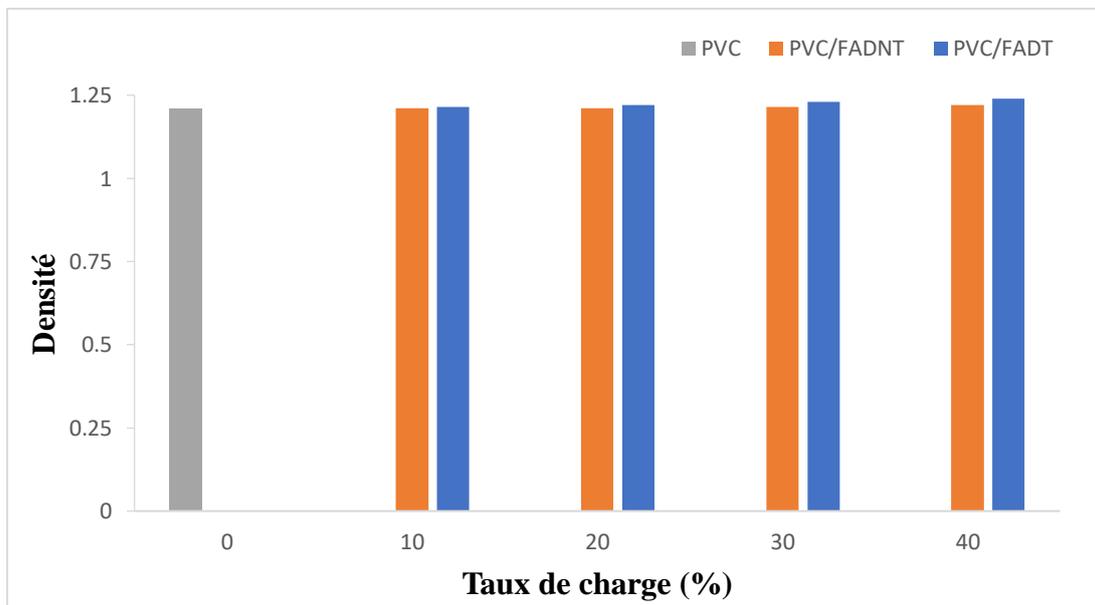


Figure 3.5 : Densité du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT en fonction du taux de charge.

3. 2. 3. Test d'absorption d'eau

La détermination de l'absorption d'eau est un paramètre important, car le principal problème de l'utilisation des fibres lignocellulosiques comme charges dans les matériaux composites est leur sensibilité à l'humidité, qui peut conduire à une diminution des propriétés mécaniques.

Les cinétiques d'absorption d'eau par le PVC et les matériaux élaborés avec la FADNT et la FADT sont présentées sur les figures 3.6 et 3.7 respectivement. Selon les résultats obtenus, nous constatons que le PVC vierge enregistre une absorption d'eau négligeable qui est de l'ordre de 0,31%. Ce qui est dû à la nature hydrophobe de ce polymère. Pour les différents diagrammes enregistrés sur les matériaux chargés, il est observé que tous les composites enregistrent la même allure qui se traduit par une augmentation notable dans le taux d'absorption d'eau avec le temps d'immersion et avec l'augmentation du taux de charge en fibre de l'Arundo Donax. Cela est expliqué par le caractère hydrophile des fibres, due à la présence des groupements hydroxyles qui forment avec les molécules d'eau des liaisons hydrogènes. Donc plus le taux de charge augmente plus la concentration en OH des composites est élevée et le taux d'absorption d'eau devient plus important [54].

Nous remarquons que toutes les courbes ont la même allure constituée principalement de 3 étapes :

1^{ère} étape : la courbe est une droite linéaire, ce qui signifie que la vitesse d'absorption est constante et maximale.

2^{ème} étape : l'allure est courbée, ce qui signifie que la vitesse d'absorption ralentit.

3^{ème} étape : la courbe devient constante ou à l'état stationnaire.

Les composites à fibres non traitées PVC/FADNT avec 10, 20, 30 et 40 % de charge se saturent en moyenne après 30, 14, 16 et 4 jours respectivement. Les composites à fibres traitées PVC/FADT avec 10, 20, 30 et 40 % de charge se saturent en moyenne après 32,18, 20 et 8 jours respectivement.

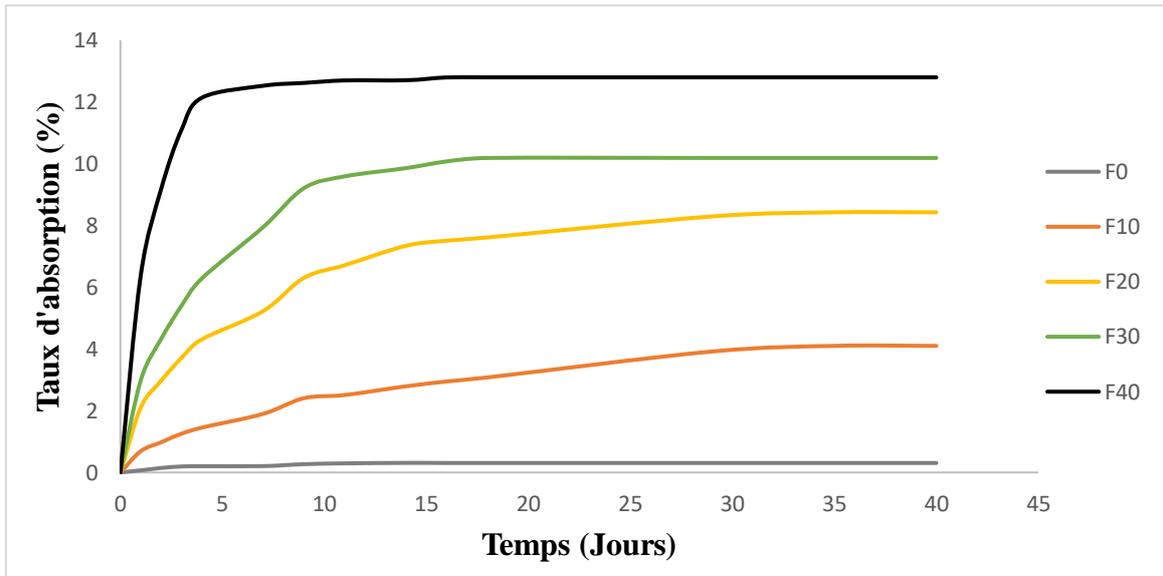


Figure 3.6 : Evolution du taux d'absorption d'eau du PVC et des composites PVC/FADNT.

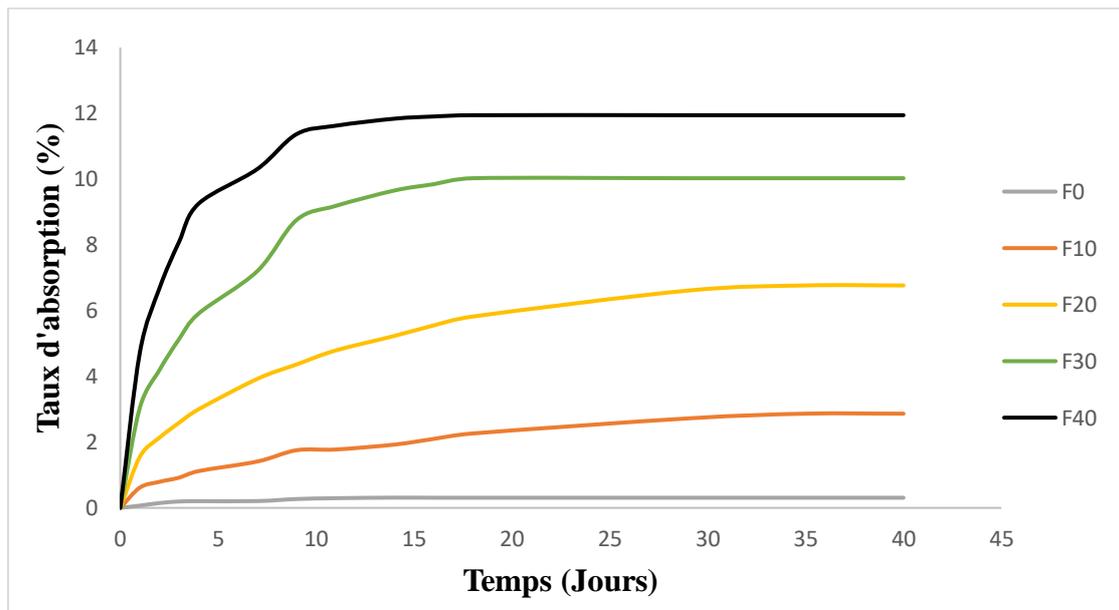


Figure 3.7 : Evolution du taux d'absorption d'eau du PVC et des composites PVC/FADT.

La comparaison des taux d'absorption des composites chargés avec la FADNT et la FADT pour les différents taux de charge est donnée sur la figure 3.8. Nous remarquons que les composites PVC/FADT ont un taux d'absorption d'eau inférieur par rapport aux composites PVC/FADNT pour les différents taux de charge. Une diminution de 1,24%, 1,67%, 0,16% et 0,86% pour les formulations F10, F20, F30 et F40 respectivement a été enregistrée sur les matériaux chargés avec la fibre traitée. Cela est dû au traitement chimique par l'hydroxyde de sodium qui a substitué les groupements hydroxyles de la fibre par des groupements

hydrophobes. En effet, le traitement chimique avec NaOH est connu pour son rôle dans la réduction du caractère hydrophile, réduisant ainsi l'absorption d'eau de la fibre. Ce résultat corrobore avec beaucoup de travaux de recherche [48, 55 et 56].

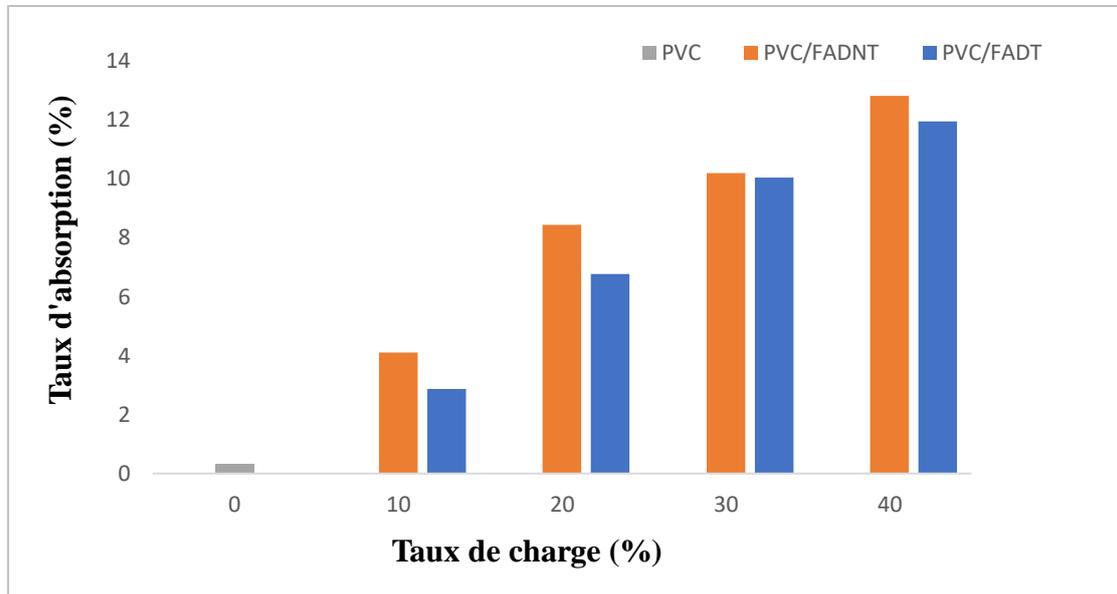


Figure 3.8 : Comparaison du taux d'absorption d'eau du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT.

3. 2. 4. Test de dureté

Les résultats de la dureté Shore D du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT en fonction du taux de charge sont donnés sur les figures 3.9 et 3.10 respectivement. Nous pouvons voir que la dureté augmente à mesure que le taux de charge augmente dans la matrice car la fibre d'Arundo Donax est caractérisée par une rigidité supérieure par rapport à la matrice vierge, ce qui augmente la dureté des composites PVC/FAD. Les caractéristiques mécaniques de la fibre d'Arundo Donax sont 9.4 GPa du Module de Young, 248 MPa de contrainte et 3.24% en Allongement à la rupture [22].

Des résultats similaires ont été enregistrés par d'autres chercheurs en introduisant des fibres dures dans des matrices thermoplastiques [57-59].

Une augmentation de 35.56% a été enregistrée pour la formulation F40 par rapport au PVC vierge.

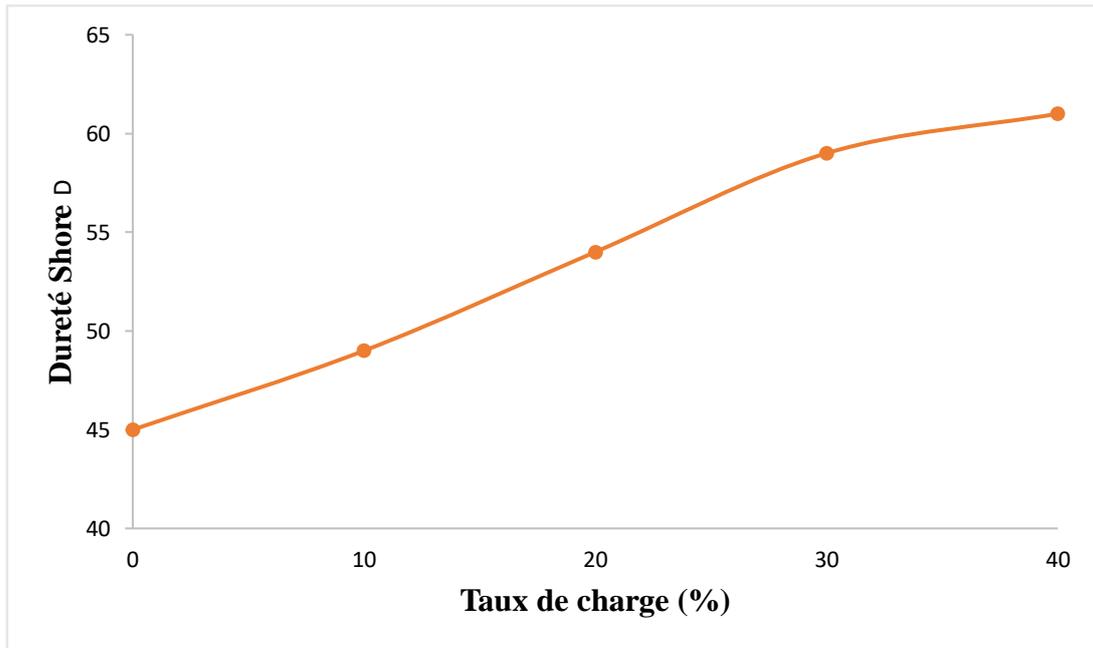


Figure 3.9 : Dureté shore D du PVC et des composites PVC/FADNT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.

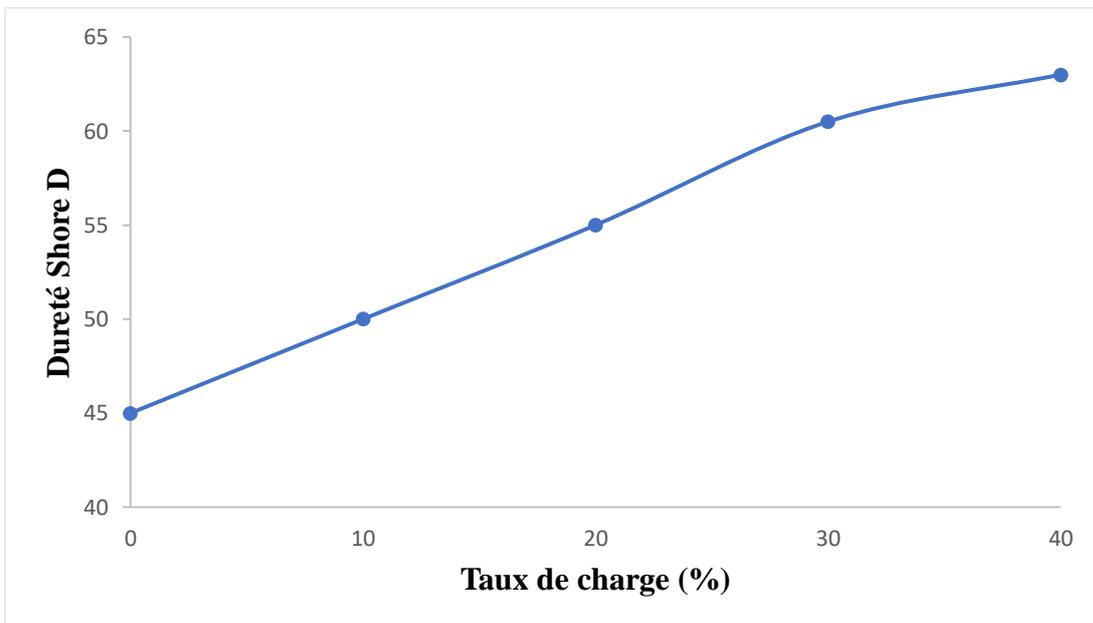


Figure 3.10 : Dureté shore D du PVC et des composites PVC/FADT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.

La figure 3.11 montre une comparaison des résultats de la dureté Shore D des composites PVC/FADT et PVC/FADNT. Nous pouvons voir que les matériaux chargés en FADT ont une dureté plus élevée par rapport à ceux chargés avec la FADNT. L'augmentation de la dureté après traitement chimique est due à : i) la rigidité des fibres d'Arundo Donax par rapport le

PVC vierge, ii) une meilleure interaction interfaciale entre le renfort et la matrice, et iii) une répartition homogène des fibres dans la matrice. **Rahman et al.** [59] et **John et al.** [60] ont également rapporté la même explication.

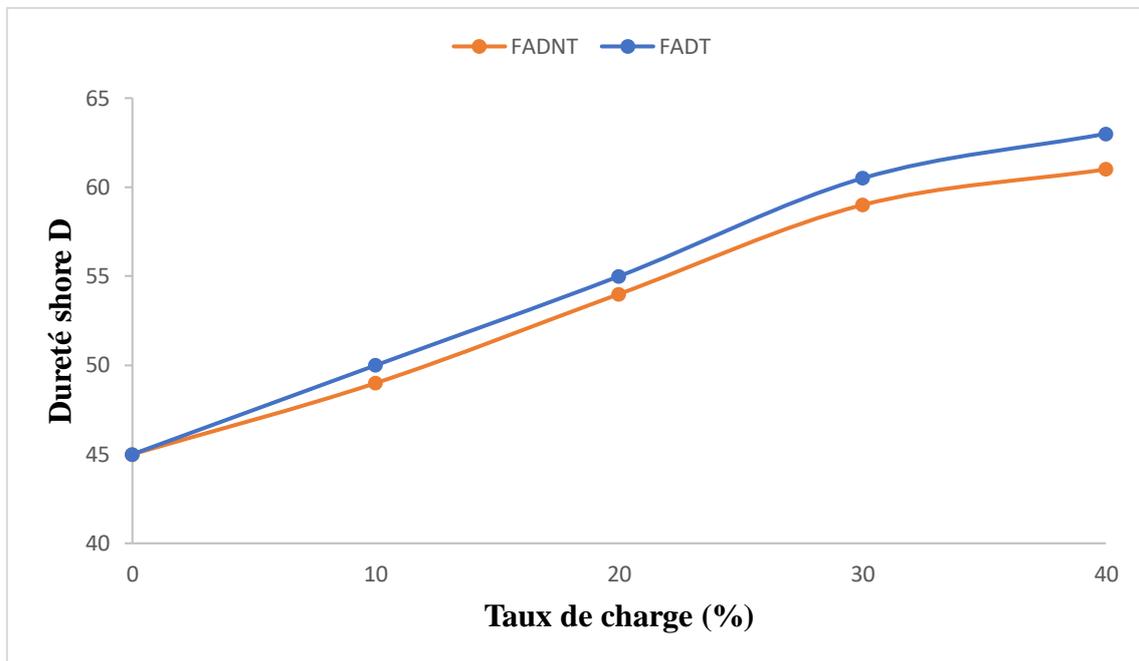


Figure 3.11 : Dureté shore D du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.

3. 2. 5. Test de traction

Pour faire ressortir les principales conclusions du comportement en traction de nos matériaux composites et sur l'effet bénéfique de nos deux types de fibres comme renfort dans une matrice PVC, nous avons rassemblé sous forme d'histogrammes les résultats des propriétés mécaniques en traction du PVC et des composites. Ces propriétés concernent la résistance à la traction, l'allongement à la rupture et le module de Young. Les résultats sont la moyenne de trois essais.

3. 2. 5. 1. Résistance à la traction

Les figures 3.12 et 3.13 illustrent l'évolution de la contrainte à la rupture du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT respectivement en fonction du taux de charge. Ces figures montrent que la résistance à la traction des composites chargés soit en fibre non traitée ou traitée diminue avec l'augmentation du taux de charge. Nous avons enregistré une diminution de 56.32% et de 42.83% pour la formulation F40 en FADNT et en FADT respectivement par rapport au PVC vierge. Cela est due à l'augmentation de la surface de

contact, ce qui affaiblit l'interaction entre la matrice et le matériau de renfort. Ce résultat est en accord avec d'autres travaux de recherche qui ont constaté que la résistance à la traction du PP vierge a été réduite de 27,5 MPa à 25 MPa pour les composites chargés avec 25% de fibre de coco [61]. **H. Djidjelli et al.** [62] ont enregistré une diminution de 62.96% sur les composites PVC/fibre de sisal (30% massique) par rapport à la matrice seule.

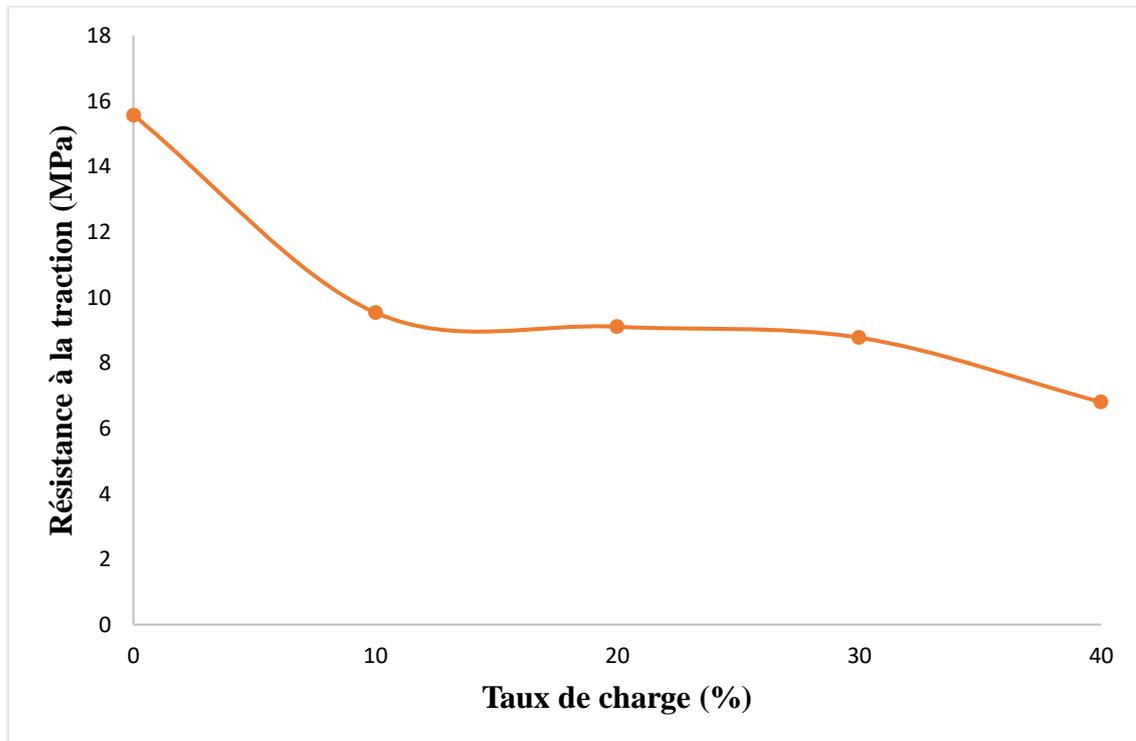


Figure 3.12 : Résistance à la traction du PVC et du composite PVC/FADNT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.

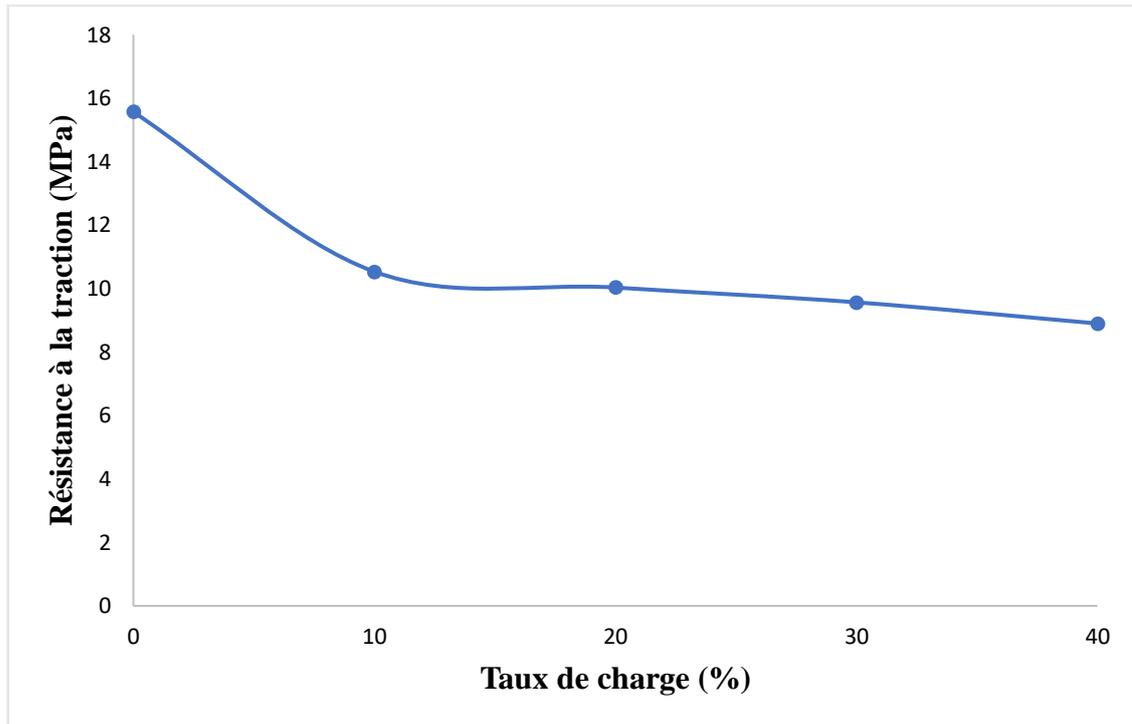


Figure 3.13 : Résistance à la traction du PVC et du composite PVC/FADT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.

La comparaison des résultats de contrainte des composites PVC/FADNT et PVC/FADT est donnée sur la figure 3.14 et la figure 3.15 sous forme de courbe et d'histogramme respectivement. D'après ces résultats, nous voyons que le traitement de la fibre végétale par la soude a engendré l'augmentation de la contrainte à la rupture par rapport aux composites non traités. À titre d'exemple, pour les formulations F10 et F40 nous avons enregistré une augmentation de 9.49 % et de 23.60 % pour les composites traités par rapport à ceux non traités respectivement. Cela est dû à la réduction du caractère hydrophile de la fibre après le traitement chimique, ce qui améliore les interactions entre la fibre et la matrice. Cela, peut être expliqué aussi par l'élimination de la lignine et de l'hémicellulose, ce qui a conduit à un meilleur transfert de contrainte entre les deux phases [61]. Des résultats semblables ont été trouvés par **Sreekumaret al.** [63], qui ont enregistré une augmentation de la contrainte à la rupture de l'ordre de 36% pour le polyester chargé de 40% en fibres de sisal mercerisées par rapport aux composites non traités.

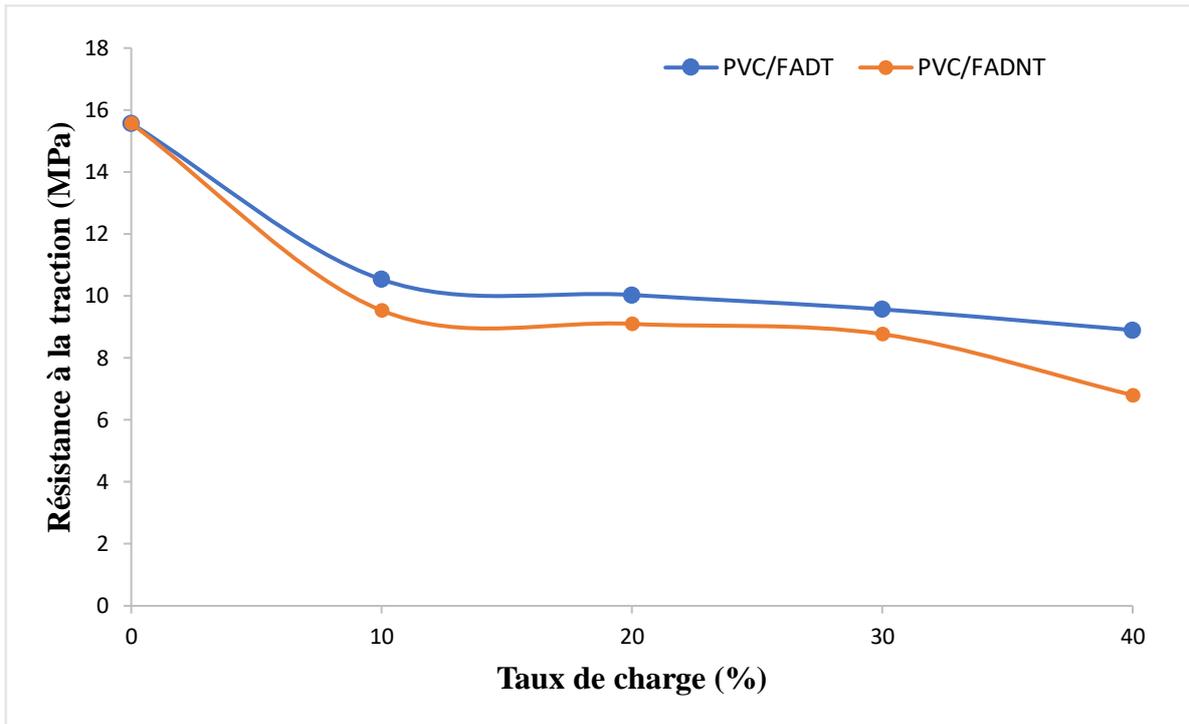


Figure 3.14 : Résistance à la traction du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.

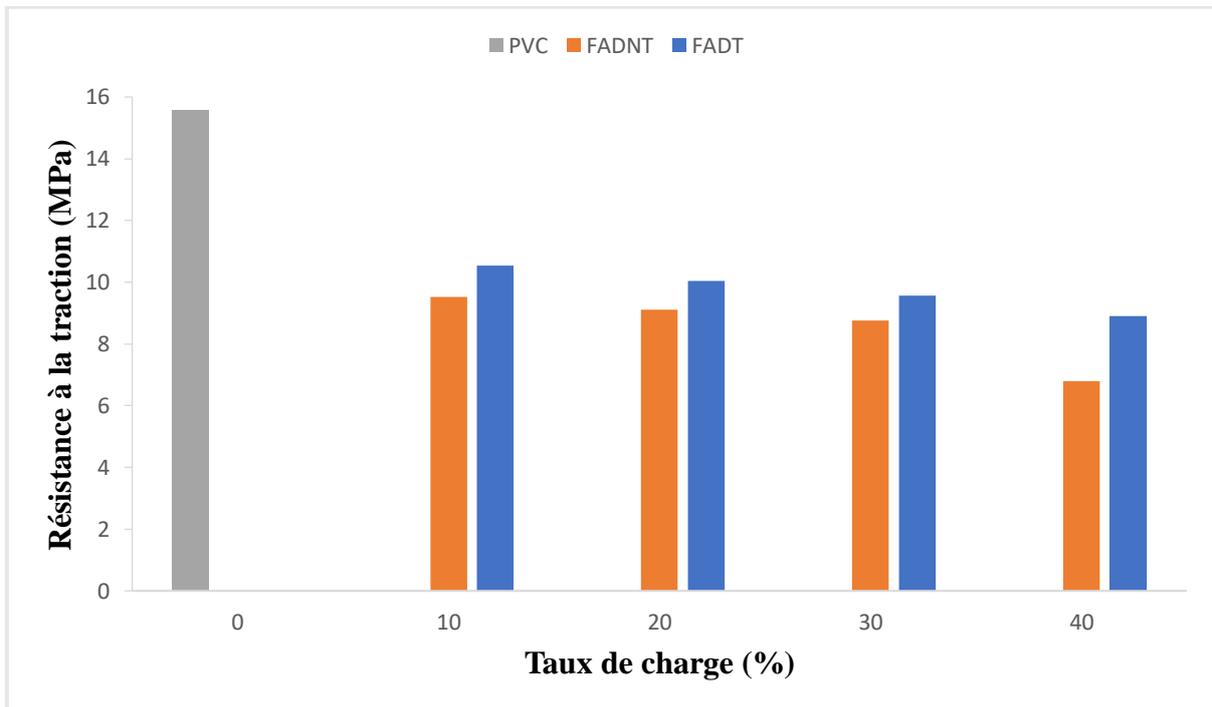


Figure 3.15 : Résistance à la traction du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.

3. 2. 5. 2. Allongement à la rupture

La figure 3.16, illustre l'effet du taux de charge et du traitement chimique sur l'allongement à la rupture des composites élaborés par rapport au PVC vierge. Nous voyons que l'allongement à la rupture des matériaux composites diminue avec l'augmentation de la teneur en fibre traitée et non traitée, il passe de 166,30 % pour le PVC non chargé à 4.11% et 3.69% pour les composites chargés avec 40% en fibre non traitée et traitée respectivement. Cela pourrait être dû à la bonne adhésion fibre/matrice qui justifie les bonnes propriétés de résistance obtenues en traction (module de Young). La bonne compatibilité Fibres/Matrice facilite le transfert des charges de la matrice aux fibres qui se manifeste par une très forte baisse du taux de la déformation de rupture estimé à 000% par rapport à la matrice seule [64].

Ces résultats sont en accord avec ceux de **Zheng et al.** [65] qui ont enregistré une diminution de l'allongement à la rupture de 150% pour le PVC vierge à 3,5 % pour le PVC chargé de 25% en fibres de bagasse. **Pasquini et al.** [66] ont aussi observé une diminution de l'allongement de 125% pour le PEBD vierge à 20% pour le PEBD chargé de 30% en cellulose.

En comparant les résultats de l'allongement à la rupture des différents composites chargés, nous remarquons que le traitement chimique de la fibre avec la soude a diminué l'allongement à la rupture, notamment pour les taux de charge 20 et 30%. Ce résultat est en accord avec celui de **Abdul khalil et al.** [61], qui ont constaté une diminution de l'allongement pour les fibres de coco traités par rapport à celles non traités. Ils ont expliqué cette diminution par l'amélioration de l'adhésion interfaciale fibre-matrice et par l'augmentation de la rigidité des fibres après traitement chimique, par conséquent l'augmentation de la rigidité des composites chargés avec ces fibres.

John et al. [58], ont étudié l'allongement à la rupture du composite chargé avec la fibre de sisal traitée chimiquement, et ont rapporté que sa valeur est inférieure à celle du composite chargé d'une fibre de sisal non traitée. Ils expliquent ce résultat par une meilleure dureté et rigidité du composite grâce à la forte adhérence entre la fibre traitée et la matrice de caoutchouc. Comme nous le voyons dans les composites non traités, une faible adhérence interfaciale permet une ductilité plus élevée.

Zheng et al.[65], ont enregistré une augmentation de l'allongement à la rupture de 3,5% à 5,8% pour les composites à base de fibres de bagasse non traitées et traités chimiquement respectivement.

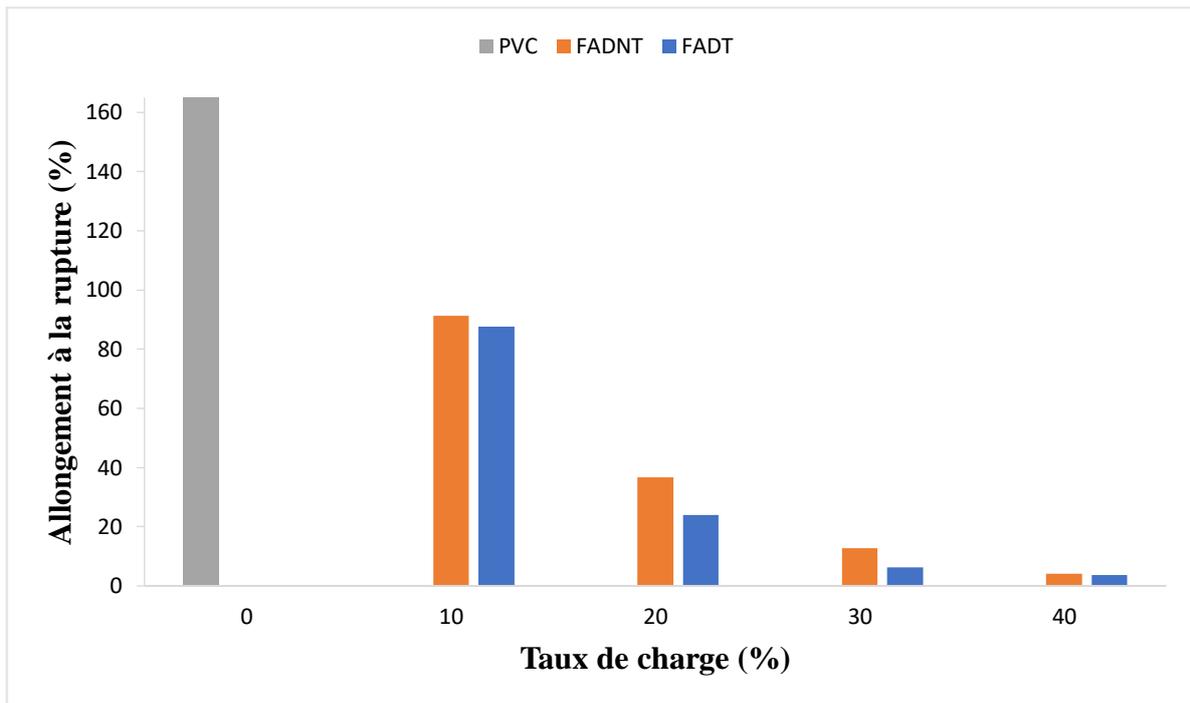


Figure 3.16 : Allongement à la rupture du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.

3. 2. 5. 3. Module de Young

L'histogramme de la figure 3.17 rassemble les résultats du Module de Young enregistrés en traction du PVC et des composites PVC/FADNT et PVC/FADT avec 10,20, 30 et 40 % de charge. Les résultats montrent clairement que l'incorporation des fibres dans le PVC permet l'obtention des composites avec un module d'Young plus élevé. Cette augmentation est d'autant plus importante avec l'accroissement du taux de charge, où elle passe de 22.98 MPa pour la formulation F0 à 516 MPa et 939 MPa pour les formulations F40 non traitée et traitée respectivement. Cela peut être attribuée à l'augmentation de la rigidité des composites due la rigidité de la fibre d'Arundo Donax. Ces résultats sont en parfaite corrélation avec ceux d'**Islam et al.** [57], qui ont enregistré une augmentation du module d'Young de 250% pour le PP chargé de 20% en fibres de noix de coco non traitées par rapport au PP vierge. **Spoljaric et al.** [67], ont enregistré un passage du module d'Young de 1,01 à 1,31 GPa après introduction de 10% de la cellulose microcristalline dans la matrice PP.

En ce qui concerne l'effet du traitement chimique, l'incorporation de la fibre traitée dans le PVC enregistre une augmentation du module de Young par rapport aux composites préparés avec le non traité. Ces résultats sont similaires à ceux de plusieurs chercheurs. **Abdul khalil et al.** [61] ont étudié l'évolution du module de Young des composites polyester/fibre de coco et

ils ont enregistré une augmentation de ce paramètre après acétylation des fibres de coco. Ils ont expliqué ce résultat par une amélioration de l'adhésion entre les fibres et la matrice en polyester qui est due à l'acétylation. En effet, la fibre est rendue plus hydrophobe par une telle modification et elle peut être utilisée pour empêcher le décollement à l'interface de la fibre avec la matrice polyester.

Kalaprasad et al. [68] ont enregistré une augmentation du module d'Young de 14.89 % des composites hybrides polyéthylène/mélange des fibres de sisal et de verre et cela après une modification chimique de ces fibres avec de l'acide acétique. Ce résultat est attribué à l'hydrophobie accrue du sisal après le traitement.

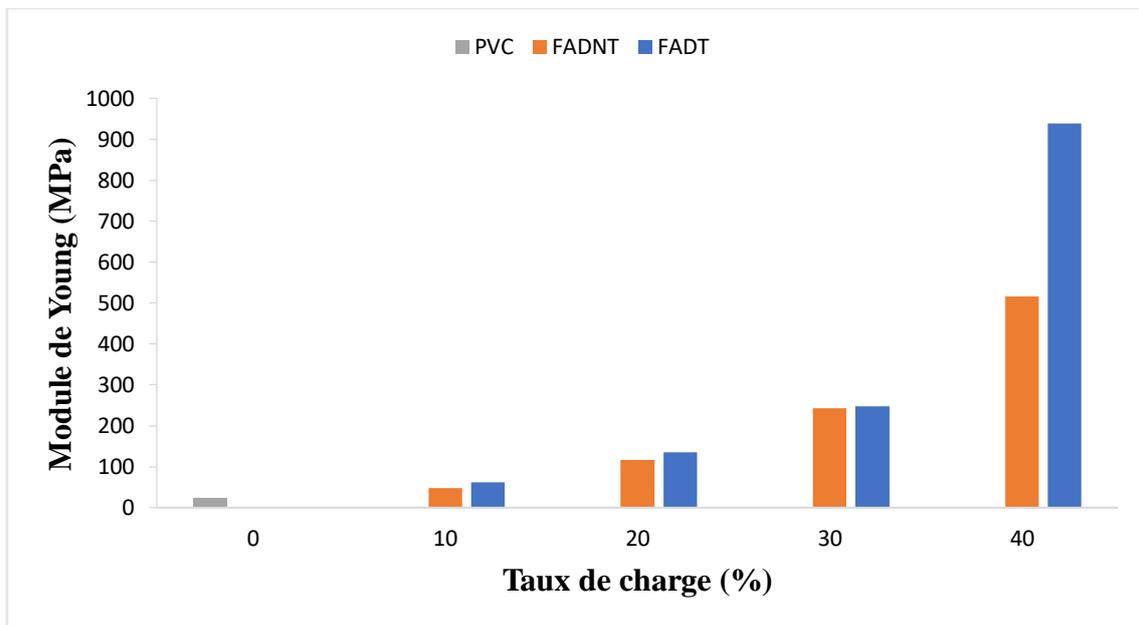


Figure 3.17 : Module d'Young du PVC et des composites PVC/FADT et PVC/FADNT avec 10, 20, 30 et 40% de charge.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

L'ajout des fibres d'Arundo Donax dans les matériaux polymères représente une voie prometteuse car elle permet l'amélioration de l'ensemble des propriétés du matériau. L'accroissement des propriétés mécaniques provient des propriétés élevées de la fibre (module, contrainte à rupture). D'autres paramètres comme la modification de la surface, influencent également les propriétés mécaniques ainsi que d'autres caractéristiques du composite (absorption d'eau, etc). La réalisation d'un matériau composite avec les meilleures propriétés possibles passe donc par le contrôle de tous ces paramètres.

L'objectif de notre travail est de développer un nouveau matériau composite à base de polychlorure de vinyle (PVC) renforcé par les fibres d'Arundo Donax traitées (FADT) et non traitées (FADNT) avec des taux de charge allant de 10 à 40%.

Les propriétés de la fibre avant et après traitement ont été étudiées ainsi que les propriétés physico-chimiques des composites élaborés avec ces fibres. Les résultats obtenus nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

Caractérisation de la FADNT et de la FADT

- Les résultats obtenus montrent que la fibre d'Arundo Donax a une faible densité, un taux d'humidité faible et un taux de matière sèche élevé.
- Après traitement chimique de la fibre d'Arundo Donax, la densité et le taux d'humidité ont augmenté, cependant le taux de la matière sèche a diminué.
- L'analyse IRTF-ATR nous a permis d'étudier la structure de la fibre d'Arundo Donax non traité et traité, et de déterminer les différents changements de celle-ci liée au traitement chimique.

Caractérisation des composites PVC/FADNT et PVC/FADT

- La densité augmente légèrement avec l'augmentation du taux de charge pour les différents composites (PVC/FADNT et PVC/FADT) par rapport au PVC vierge.
- Le traitement chimique de la FAD a affecté la densité des composites où une légère augmentation de la densité a été enregistrée pour les différents taux de charge par rapport au composites préparés avec la FADNT.
- Nous avons enregistré une augmentation du taux d'absorption d'eau avec le temps d'immersion et avec l'augmentation du taux de charge en FADNT et en FADT dans la matrice.

- Nous avons enregistré une diminution dans le taux d'absorption d'eau pour les composites PVC/FADT par rapport aux composites PVC/FADNT pour les différents taux de charge.
- L'analyse IRTF-ATR nous a permis d'étudier la structure matricielle des différentes formulations et la structure des différents matériaux composites, et de déterminer la nature de l'interaction entre les différents composants.
- L'étude des propriétés mécaniques a montré que :
 - La dureté des composites a augmenté après traitement chimique de la FAD.
 - La résistance à la traction et l'allongement à la rupture des composites PVC/FADNT et PVC/FADT diminuent avec l'augmentation du taux de charge par rapport au PVC vierge.
 - La résistance à la traction augmente pour les composites PVC/FADT par rapport aux composites PVC/FADNT. Cependant, l'allongement à la rupture a enregistré une diminution pour les composites PVC/FADT par rapport à ceux préparés avec la FADNT.
 - Le module de Young des composites augmente avec l'augmentation du taux de charge. Une amélioration de cette propriété est enregistrée après traitement chimique de la FAD.

A titre d'exemple, pour une application dans l'industrie de l'automobile (les tableaux de bord et les rembourrages de portières), en tenant compte des propriétés mécaniques obtenues sur les composites PVC/FADNT et PVC/FADT, nous concluons que c'est le composite chargé de 40% de fibres traitées qui offre le meilleur comportement, en termes de rigidité, comparé à celui du PVC et des autres composites PVC/FADNT et PVC/FADT chargés de 30%, 20% et 10 %.

Perspectives

En termes de perspective, il serait intéressant de poursuivre cette recherche :

- En utilisant d'autres techniques de caractérisation (MEB, ATG, DRX, ...) des composites élaborés.
- En faisant une étude sur la recyclabilité de ces composites ainsi que leurs vieillissements.
- En complétant ce travail par une étude technico-économique.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] **IHEMOUCHENE-BENMERAD, Chadia.** Etude de la Durabilité des Matériaux Composites Polyéthylène Haute Densité / Farine de Grignons d'Olive. Thèse de doctorat : Génie des polymères, Université de Bejaia. 2013.
- [2] **HALLYNCK, Sylvain.** Elaboration et caractérisations de composites chargés en ferrite spinelle à morphologie contrôlée pour utilisations micro-ondes. Thèse de doctorat : Physico-chimie des matériaux, Université Strasbourg I-Louis Pasteur 2005.
- [3] **BENMEDDOUR, Djamilia.** Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de fibre végétale : Application à la plante d'Alfa. Mémoire de magister : Génie Mécanique, Université Djillali Liabes de Sidi Bel Abbes, 2012.
- [4] **BOUHAMED, Nesrine.** Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de farine de bois d'olivier. Thèse de doctorat : Mécanique des fluides, énergétique, thermique, combustion, acoustique, Université Le Havre Normandie, 2021.
- [5] **KORICHI, Asma. TIAIBA, Wafa.** Amélioration et élaboration d'un matériau composite à base d'une matrice thermdurcissable (iso et ortho polyester insaturé) renforcé par les déchets de MAGHREB PIPE "M'sila". Mémoire d'un master académique : Chimie de l'environnement, Université Mohamed Boudiaf M'sila, 2019.
- [6] **ATMANE, Souad. BARECHE, Roza.** Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de PVC et de grignon d'olive local. Mémoire d'un master académique : Gestion des déchets solides, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2017.
- [7] **KHALFI, Islam. ASSILI, Walid.** Etude de l'effet du traitement chimique de la farine des noyaux de dattes sur les propriétés physico-mécaniques des matériaux PVC/FND. Mémoire d'un master académique : Génie chimique, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, 2020.
- [8] **BOUSSEHEL Hamida.** Etude des moyens de stabilisation des composites à base de polystyrène. Thèse de doctorat : Science des matériaux, Université Mohamed Khider- Biskra, 2018.
- [9] **FATHI, Er-romeysa. BOUDJELLAL, Hesna. BEN AISSA, Souheyr.** Élaboration et caractérisation d'un matériau composite à base d'une résine thermdurcissables renforcé par la

sciure de bois. Mémoire d'un master académique : Chimie de l'environnement, Université Mohamed Boudiaf – M'sila, 2020.

[10] **MALKI, Mohamed. NOUALI, Hacene.** Etude du vieillissement de matériaux composites à base de PVC et de fibres végétales. Mémoire d'un master académique : Chimie de l'environnement, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2018.

[11] **AROUN, Ouahiba. AGROUCHE, Djedjiga.** Elaboration et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de PVC et farine de roseau commun et de grignon d'olive. Mémoire d'un master académique : Chimie de l'environnement, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2017.

[12] **MAÂCHE, Nardjes. MOUAKI BACHIRI, Abir.** L'influence des anti-UV sur les mélanges à base de PVC, mémoire d'un master académique : Génie chimique, Université Mohamed Khider – Biskra, 2013.

[13] **DOUBAKH, Farouk Abid Eddine.** Etude de l'influence de la concentration du stabilisant Ca/Zn sur les propriétés du PVC, mémoire d'un master académique : Génie chimique, Université Mohamed Khider – Biskra, 2016.

[14] **MIRAR, Asma. BERKANE, Imene.** Valorisation des déchets lignocellulosiques pour la préparation de nouveaux matériaux polymères, mémoire d'un master académique : Génie chimique, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, 2019.

[15] **ELOUAER, Abdelmonem.** « Contribution à la compréhension et à la modélisation du comportement mécanique de matériaux composites à renfort en fibres végétales ». Thèse de doctorat : Mécanique, Université de Reims Champagne-Ardenne, 2011.

[16] **DALLEL, Mohamed.** « Évaluation du potentiel textile des fibres alfa, caractéristique physico-chimique de la fibre au fil ». Thèse de doctorat : Génie des procédés, Université de haute Alsace-Mulhouse, 2012.

[17] **RAGOUBI, Mohamed.** « Contribution à l'amélioration de la compatibilité interfaciale fibres naturelles/matrice thermoplastique via un traitement sous décharge couronne ». Thèse de doctorat : Sciences pour l'ingénieur mention Bois et Fibres, Nancy 1, 2010.

[18] **JOLY, Nicolas.** Synthèse et caractérisation de nouveaux films plastiques obtenues par acylation et réticulation de la cellulose. Thèse de doctorat : Chimie appliquée, Université de Limoges. 2003.

- [19] **COUHERT, Carole.** Pyrolyse flash à haute température de la biomasse lignocellulosique et de ses composés - production de gaz de synthèse. Thèse de Doctorat : Energétique, Ecole des Mines de Paris, 2007.
- [20] **BOUZOUITA, Sofien.** Optimisation des interfaces fibre-matrice de composites à renfort naturel. Thèse de doctorat : Génie des matériaux. Ecole Centrale de Lyon, 2011.
- [21] **SPECK, O.; SPATZ, H.** Mechanical Properties of the Rhizome of Arundo donax. Plant biology 5, 2003, p. 661-669.
- [22] **FIGLIORE, V.; SCALICI, T.; VALENZA, A.** Characterization of a new natural fiber from Arundo donax L. as potential reinforcement of polymer composites. University of Palermo, Palermo, Italy, 2014.
- [23] **SARASINI, F.; FIGLIORE V.** A systematic literature review on less common natural fibers and their bio composites, Journal of Cleaner Production, 2018.
- [24] **MICHAUD, Franck.** Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique : Aptitude au post formage. Thèse de doctorat : Science du bois, université Laval, Québec, 2003.
- [25] **HOMANI; Waldemar J.; JORISSEN, André J. M.** Wood modification developments, HERON, 2004, vol.49, No. 4.
- [26] **RONG, M.; ZHANG, M.; LIU, Y.; YANG, G.; ZENG, H.** The effect of fiber treatment on the mechanical properties of unidirectional sisal-reinforced epoxy composites, Composites Science and Technology, 2001, vol 61, p. 1437-1447, ISSN 0266-3538.
- [27] **BURGUENO, R.; QUAGLIATA, M. J.; MOHANTY, A. K.; MEHTA, G.; DRZAL, L. T.; MISRA, M.** Load-bearing natural fiber composite cellular beams and panels. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2004, vol 35, p. 645-656, ISSN 1359-835X.
- [28] **SREEKALA, M. S.; THOMAS, S.** Effect of fibre surface modification on water-sorption characteristics of oil palm fibres. Composites Science and Technology, 2003, vol 63, p. 861-869.
- [29] **MOUHOUBI, Sabira.** Caractérisation de l'interface d'un composite fibre végétale/polypropylène. Mémoire de Magister : Mécanique appliquée, Université Ferhat Abbas Setif, 2008.

- [30] **BELGACEM, M. N.; BATAILLE, P.; SAPIEHA, S.** Effect of corona modification on the mechanical properties of polypropylene/cellulose composites, *Journal of applied polymer science*, 1994, vol. 53, p. 379-385.
- [31] **RAGOUBI, M.; BIENAIME, D.; MOLINA, S.; GEORGE, B.; MERLIN, A.** Impact of corona treated hemp fibres onto mechanical properties of polypropylene composites made thereof, *Industrial Crops and Products*, 2010, vol. 31, p. 344-349.
- [32] **SBIAI, Adil.** Matériaux composites à matrice époxy déchargée par des fibres de palmier dattier : effet de l'oxydation au tempo sur les fibres. Thèse de doctorat : Matériaux polymères. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2011.
- [33] **YUAN, X.; JARYARAMAN, K.; BHATTACHARYYA, D.** Effects of plasma treatment in enhancing the performance of woodfibre-polypropylene composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2004, vol. 35, p. 1363-1374.
- [34] **BORCHANI, Karama.** « Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'alfa ». Thèse de Doctorat : Génie des matériaux, Université de Sfax, Tunisie, 2016.
- [35] **RAY, D.; SARKAR, B. K.; RANA, A. K. et al.** Effect of alkali treated jute fibres on composite properties, *Bull Mater Science*, 2001, p. 129–135.
- [36] **MORRISON III, W. H.; ARCHIBALD, D. D.; SHARMA, H. S. S.; AKIN, D. E.** Chemical and physical characterization of water- and dew-retted flax fibers. *Industrial Crops and Products*, 2000, vol 12, p. 39-46, ISSN 0926-6690.
- [37] **GARCIA, C.; JALDON; DUPEYRE, D.; VIGNON, M. R.** Fibres from semi-retted hemp bundles by steam explosion treatment, *Biomass and Bioenergy*, 1998, vol 14, p. 251-260, ISSN 0961-9534.
- [38] **VALADEZ-GONZALEZ, A.; CERVANTES-UC, J. M.; OLAYO, R.; HERRERA-FRANCO, P. J.** Effect of fiber surface treatment on the fiber–matrix bond strength of natural fiber reinforced composites, *Composites Part B: Engineering*, 1999, vol 30, p. 309-320, ISSN 1359-8368.
- [39] **VAN DE WEYENBERG, I.; IVENS, J.; DE COSTER, A.; KINO, B.; BAETENS, E.; VERPOEST, I.** Influence of processing and chemical treatment of flax fibres on their composites,

Composites Science and Technology, 2003, vol 63, p. 1241-1246, ISSN 0266-3538.

[40] **MISHRA, S.; MOHANTY, A. K.; DRZAL, L. T.; MISRA, M.; PARIJA, S.; NAYAK, S. K.; TRIPATHY, S. S.** Studies on mechanical performance of biofibre/glass reinforced polyester hybrid composites, Composites Science and Technology, 2003, vol 63, p. 1377-1385, ISSN 0266-3538.

[41] **NTENGA, Richard.** Modélisation multi-échelle et caractérisation de l'anisotropie élastique de fibres végétales pour le renforcement de matériaux composites. Thèse de doctorat : Génie mécaniques. Université Blaise Pascal -Clermont-Ferrand II et Université de Yaoundé, 2007.

[42] **NGUYEN, Anh Vu.** Matériaux composites à renfort végétal pour l'amélioration des performances de systèmes robotiques. Thèse de doctorat : Génie mécanique, Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2015.

[43] **BADJI, Célia.** Vieillissement de matériaux composites renforcés de fibres naturelles : étude de l'impact sur les propriétés d'aspect et sur les émissions dans l'air intérieur. Thèse de doctorat : Chimie des polymères, Université de Pau et Des Pays De L'Adour, 2017.

[44] **NEKKAA, Soraya.** Etude des propriétés d'un nouveau matériau composite à base de polypropylène renforcé par une fibre végétale locale. Thèse de doctorat : Génie des polymères, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie, 2007.

[45] **ALI SOUCHA, Imane, BOUZIANE, Wafa.** Etude et caractérisation d'un matériau composite à base de fibre végétal. Mémoire d'un master académique : Chimie de l'environnement. Université Mohamed Boudiaf – M'sila, 2020.

[46] **THOUNY, Jean-Paul.** Le béton de chanvre [en ligne]. Consulté le 23/04/2021. Disponible sur l'adresse : <https://energie-sante.net/le-beton-de-chanvre>

[47] **SAHI, S.; DJIDJELLI, H.; BOUKERROU, A.** Biodegradation study of bio-corn flour filled low density polyethylene composites assessed by natural soil. Journal of Polymer Engineering, 2015, vol 36, p. 245-252.

[48] **BELOUADAH, Z.; TOUBAL, L.; BELHANECH-BENSEMRA, N.; ATI, A.** Characterization of ligno-cellulosic fiber extracted from Atriplex halimus

L. plant, *International Journal of Biological Macromolecules*, 2021, vol 168, p. 806-815.

[49] **ORUE, A.; JAUREGI, A.; UNSUAIN, U.; LABIDI, J.; ECEIZA, A.; ARBELAIZ, A.** The effect of alkaline and silane treatments on mechanical properties and breakage of sisal fibers and poly (lactic acid)/sisal fiber composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 84, 2016, p. 186-195.

[50] **NEDJMA, Samira.** Effet du désencrage et du traitement de surface sur les propriétés physicomécaniques et thermiques des composites PVC / fibre de papier journal. Mémoire de magister : Génie des procédés, Université A. Mira, 2010.

[51] **DA SILVA MEIRELES, C.; FILHO, G. R.; FERREIRA, M. F. Jr.; CERQUEIRA, D. A.; ASSUNCAO, R. M. N.; MUNDIM RIBEIRO, E. A.; POLLETO, P.; ZENI, M.** Characterization of asymmetric membranes of cellulose acetate from biomass: Newspaper and mango seed. *Carbohydrate Polymers* 80, 2010, p. 954–961.

[52] **TEJADO, A.; PENA, C.; LABIDI, J.; ECHEVERRIA, J. M.; MONDRAGON, I.** Physicochemical characterization of lignins from different sources for use in phenol–formaldehyde resin synthesis, *Bioresource Technology* 98, 2007, p. 1655–1663.

[53] **MINDIVAN, F.; GOKTAS, M.** Green synthesis of reduced graphene oxide (RGNO)/Polyvinylchloride (PVC) composites and their structural characterization, *Mater. Res.* 8, 2018, p. 143–151.

[54] **DURIER, Anne-lise,** Contribution à l'étude de l'interaction contraintes-diffusion dans les polymères. Thèse de doctorat : mécanique et matériaux, Université arts et métiers ParisTech, 2008.

[55] **SAHI, Samira.** Effet de l'introduction d'une charge végétale sur les propriétés et la biodégradabilité des composites PEBD/farine de maïs. Thèse de Doctorat : Génie chimique, Université A. MIRA, Bejaia, 2016.

[56] **Vi Vi Do, Thi.** Matériaux composites à fibres naturelles / polymère biodégradables ou non. Thèse de Doctorat : Matériaux Polymères et Composites, Université de Grenoble et de l'Université des sciences de Hochiminh ville, 2011.

- [57] **ISLAM, Md Nazrul; RAHMAN, Md Rezaur; HAQUE, Md Mominul.** Physico-mechanical properties of chemically treated coir reinforced polypropylene composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2010, vol. 41, no 2, p. 192-198.
- [58] **JOHN, M. J.; FRANCIS, B.; VARUGHESE, K. T.** Effect of chemical modification on properties of hybrid fiber bio composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2008, vol. 39, no 2, p. 352-363.
- [59] **RAHMAN, Md Rezaur; HUQUE, Md Monimul; ISLAM, Md Nazrul.** Improvement of physico-mechanical properties of jute fiber reinforced polypropylene composites by post-treatment. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2008, vol. 39, no 11, p. 1739- 1747.
- [60] **JOHN, M. J.; FRANCIS, B.; VARUGHESE, K. T.; THOMAS, S.** Effect of chemical modification on properties of hybrid fiber bio composites, *Composites: Part A* 39, 2008, p. 352–363.
- [61] **KHALIL, HPS Abdul; ROZMAN, H. D.; AHMAD, M. N.** Acetylated plant-fiber-reinforced polyester composites: a study of mechanical, hygrothermal, and aging characteristics. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 2000, vol.39, no 4, p. 757-781.
- [62] **DJIDJELLI, Hocine; BOUKERROU, A.; FOUNAS, R.** Preparation and characterization of poly(vinylchloride)/virgin and treated sisal fiber composites. *Journal of Applied Polymer Science*, 2007, vol. 103, no 6, p. 3630-3636.
- [63] **SREEKUMAR, P. A.; THOMAS, S. P.; SAITER, J. M.; JOSEPH, K.; UNNIKRISHNAN, G.** Effect of fiber surface modification on the mechanical and water absorption characteristics of sisal/polyester composites fabricated by resin transfer molding, *Composites: Part A* 40, 2009, p. 1777–1784.
- [64] **BELOUADAH, Zouheyr.** Contribution à l'étude d'endommagement et du comportement mécanique des matériaux composites renforcés par fibres végétales existantes dans la région du hodna. Thèse de doctorat : Génie mécanique, Université Mouloud Mammeri, 2017.
- [65] **ZHENG, Y. T.; CAO, D. R.; WANG, D.S.; J CHEN, J.** Study on the interface modification of bagasse fiber and the mechanical properties of its composite with PVC, *Composites: Part A* 38, 2007, p. 20–25.

[66] **PASQUINI, D.; DE MORAIS TEIXEIRA, E.; APRIGIO DA SILVA CURVELO, A.; BELGACEM, M. N.; DUFRESNE, A.** Surface esterification of cellulose fibers: Processing and characterization of low-density polyethylene/cellulose fibers composites, *Composites Science and Technology* 68, 2008, p. 193–201.

[67] **SPOLJARIC, S.; GENOVESE, A.; SHANKS, R. A.** Polypropylene–microcrystalline cellulose composites with enhanced compatibility and properties, *Composites: Part A* 40, 2009, p. 791–799.

[68] **KALAPRASAD, G.; FRANCIS, B.; THOMAS, S.** Effect of fiber length and chemical modifications on the tensile properties of intimately mixed short sisal/glass hybrid fiber reinforced low density polyethylene composites. *Polymer international*, 2004, vol. 53, no 11, p. 1624-1638.