

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

UNIVERSITE SAAD DAHLED DE BLIDA 1
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE MECANIQUE



PROJET DE FIN D'ETUDES
Présenter pour l'obtention du diplôme de MASTER
Option : Ingénierie des matériaux et des surfaces

SUR LE THÈME

***ELABORATION ET CARACTERISATION DES COMPOSITES A
RENFORCER PAR DES FIBRES NATURELLES***

Présenté par :

- **Beldjilali Sami**
- **Benyoucef Abdelkader**

Promotrice :

Mme KHELOUL.K

Année universitaire
2021-2022

Résumé

Le développement des matériaux composites renforcés de fibres végétales a été encouragé par leur impact économique et écologique. En effet, la composition naturelle de ces fibres leur permet de favoriser une industrie durable. Les matériaux composites de ce type sont principalement utilisés dans les industries de la construction, du transport et de l'emballage. Ses propriétés mécaniques sont proches de celles des matériaux composites à base de fibres de verre, en plus de cela, sa densité est plus légère et son coût est moindre.

L'utilisation de cette fibre végétale particulière nécessite des traitements mécaniques et chimiques pour l'extraire et améliorer son adhésion à la matrice. Le développement des matériaux composites renforcés de fibres végétales est encouragé par leur impact économique et écologique.

En effet, la composition naturelle de ces fibres leur permet de favoriser une industrie durable. Les matériaux composites de ce type sont principalement utilisés dans les industries de la construction, du transport et de l'emballage. Ses propriétés mécaniques sont proches de celles des matériaux composites à base de fibres de verre, en plus de cela, sa densité est plus légère et son coût est moindre. L'utilisation de cette fibre végétale particulière nécessite des traitements mécaniques et chimiques pour l'extraire et améliorer son adhésion à la matrice.

Mots clés

Matériaux composites, fibres végétales, propriétés mécaniques, matrice, polymère, renfort, polypropylène.

Résumé en arabe :

تم تشجيع تطوير المواد المركبة المقواة بالألياف النباتية من خلال تأثيرها الاقتصادي والبيئي. في الواقع ، يتيح التركيب الطبيعي لهذه الألياف تعزيز صناعة مستدامة. تستخدم المواد المركبة من هذا النوع بشكل أساسي في صناعات البناء والنقل والتعبئة والتغليف. خواصه الميكانيكية قريبة من خواص المواد المركبة القائمة على الألياف الزجاجية ، بالإضافة إلى أن كثافته أخف وتكلفته أقل. يتطلب استخدام هذه الألياف النباتية المعينة معالجات ميكانيكية وكيميائية لاستخراجها وتحسين التصاقها بالمصفوفة. يتم تشجيع تطوير المواد المركبة المقواة بالألياف النباتية من خلال تأثيرها الاقتصادي والبيئي.

في الواقع ، يتيح التركيب الطبيعي لهذه الألياف تعزيز صناعة مستدامة. المواد المركبة

من هذا النوع تستخدم بشكل رئيسي في صناعات البناء والنقل والتعبئة والتغليف. خواصه الميكانيكية قريبة من خواص المواد المركبة القائمة على الألياف الزجاجية ، بالإضافة إلى أن كثافته أخف وتكلفته أقل. يتطلب استخدام هذه الألياف النباتية المعينة معالجات ميكانيكية وكيميائية لاستخراجها وتحسين التصاقها بالمصفوفة.

الكلمات المفتاحية: المواد المركبة ، الألياف النباتية ، الخواص الميكانيكية ، المصفوفة ، البوليمر ، التسليح ،

البولي بروبيلين

Abstract :

The development of composite materials reinforced with vegetable fibers has been encouraged by their economic and ecological impact. Indeed, the natural composition of these fibers allows them to promote a sustainable industry. Composite materials of this type are mainly used in the construction, transport and packaging industries. Its mechanical properties are close to those of composite materials based on glass fibers, in addition to that, its density is lighter and its cost is lower. The use of this particular plant fiber requires mechanical and chemical treatments to extract it and improve its adhesion to the matrix.

The development of composite materials reinforced with vegetable fibers is encouraged by their economic and ecological impact.

Indeed, the natural composition of these fibers allows them to promote a sustainable industry. Composite materials of this type are mainly used in the construction, transport and packaging industries. Its mechanical properties are close to those of composite materials based on glass fibers, in addition to that, its density is lighter and its cost is lower. The use of this particular plant fiber requires mechanical and chemical treatments to extract it and improve its adhesion to the matrix.

Key words: Composite materials, plant fibers, mechanical properties, matrix, polymer, reinforcement, polypropylene.

Remerciements

Nos sincères remerciements destiné vers notre promotrice, Madame Kheloui.k

Pour toutes ses orientations pertinentes et pour ses disponibilités

Nous remercions également monsieur Nechiche Abdelmadjid (responsable de labo SDM
al'université de Tizi-Ouzou) sur ses orientations pertinentes et ses conseils

Toutes nos gratitudes et notre fierté à nos familles, camarades, amis.

Sommaire	
Introduction	12
Chapitre 1:	
I.1. Matériaux composites.....	14
I.2.Définition	14
I.3.Propriétés des matériaux composites [12]	14
I.4. Classification des matériaux composites.....	15
I.4.1 Classement suivant la morphologie	15
I.4.2 Classement suivant la nature des constituants	15
I.5. La constitution des matériaux composites.....	16
I.5.1. Les Matrices	16
I.5.2 Les renforts.....	17
I.6 Les résines époxy	17
I.6.1. Définition	17
I.6.2 Propriétés de la résine époxy	18
I.7. Les fibres naturelles	19
I.7.1 Définition	19
I.7.2 Application des fibres naturelles	19
I.7.3 Structure et composition d'une fibre végétale.....	20
I.7.4 Cellulose.....	21
I.7.5 Hémicellulose.....	22
I.7.6 Lignine	23
I.7.7 Pectine	23
I.7.8 Les extractibles	24
I.8 Présentation de la fibre d'alfa.....	24
I.8.1 Généralité sur la fibre d'alfa.....	24

I.8.2 Applications	25
I.8.3 Propriétés mécaniques des fibres d'alfa.....	27
I.9 Grignon d'olive.....	28
I.9.1. L'olivier et l'environnement	28
I.9.2. Définition du Grignon d'olive	29
I.9.3. Type des grignons d'olive	29
I.9.4. Le grignon comme ingrédient des matériaux de construction.....	29
I.10 Procèdes de mise en œuvre [12]	30
I.11 Comportement mécaniques des composites	32
Chapitre	2
Introduction	34
II.2 Matériaux utilisés	34
II .2.1 Matrices	34
II.2.2 Renfort : fibres d'alfa.....	34
II.2.3 Farine du grignon d'olive	35
II.3 Techniques expérimentale	35
II.3.1 Préparation et traitement chimique des fibres d'alfa	35
II.3.1.1 Processus de préparation et de traitement de la fibre d'alfa	35
II.3.1.2 Préparation des fibres d'alfa à partir de la tige.....	36
II.3.2 Préparation et traitement chimique du grignon d'olive	37
III.3.3 Elaboration des composites fibres alpha-époxy/ Grignon d'olive-polyster	37
III.3.3.1 Préparation de mélange fibres alpha époxy	37
II.3.3.2 Préparation de mélange grignon d'olive-polyster	38
III.4 Traitements de vieillissement des composites	38
Chapitre 3	
III.1 Observation au microscope optique	43
III.2 Traitement thermique de vieillissement.....	43
III.2.1 Etude du vieillissement des composites grignon d'olive-polyster et alpha+epoxy En fonction du temps.....	44
Conclusion.....	46

Liste des figures

Chapitre 1

Figure I.1: Matériau composite [11]	14
Figure I.2: Différents types de renforts	17
Figure I.3 Époxy (polymère)	18
Figure I.4 : Différents types de fibres naturelles [6].....	19
Figure I.5 : Représentation schématique de la hiérarchie Structurale dans une fibre végétale [11].....	21
Figure I.6 : Molécule de la cellulose (<i>n</i> répétitions du glucose) [16]	22
Figure I.7: Structure chimique de l'hémicellulose.....	22
Figure I.8 : Structure chimique de la lignine	23
Figure I.9 : Structure d'une chaîne d'acide uronique [16]	23
Figure I.10 : Image de la fibre alfa.....	24
Figure I.11 : Des exemples d'artisanat Alfatière (Des paniers, des paillassons, des espadrilles...)	25
Figure I.12 Illustrations de la pâte d'Alfa commercialisée par la SNCPA.....	26
Figure I.11 olive dans la nature	28
Figure I.14 Schéma représentatif des différentes techniques De mise en œuvre	30
Figure I.15: Les étapes de formage d'un composite par la méthode de moulage	30

Chapitre 2

Figure II.1. Résine époxy	34
Figure II.2 : Plante Alfa (a) et les tiges d'alfa utilisées dans ce travail (b)	35
Figure II.3 : Farine du grignon d'olive.....	35
Figure II.4 : Préparation et traitement de la fibre d'alfa	36
Figure II.5 préparation de mélange fibres alpha époxy	37
Figure II.6 les plaques de fibres alpha époxy	38
Figure II.7 grignon d'olive- polyester	39

Figure II.8 alpha-époxy	39
FigureII.9 four	39
Figure II.10 machine de polissage	40
Figure II.11 microscope optique Nikon éclipse lv150N.....	40

Chapitre 3

Figure III 1microstucture du composite alpha époxy	43
Figure III 2microstucture du compositesgrignon d'olive-polyster	43
Figure III 3 microstructure du composite alpha époxy vieille a 40°C.....	44
Figure III 4 microstructure du composites Grignon d'olive-polyester vieille a 40°C	44
Figure III 5 microstructure du composites alpha+epoxy vieille a 40°C.....	45
Figure III 6microstucture du composites Grignon d'olive-polyester vieille a 40°C	45

Liste des tableaux

Chapitre 1

Tableau. I.1: Exemples de matériaux composites, pris au sens large [11].....	15
Tableau I.2 : Domaines d'applications et parts de marché des composites à fibres naturelles [10].....	19
Tableau I.3 : Composition chimique de quelques fibres végétales [13-14].....	21
Tableau I.4 : Composition de la fibre d'alfa [25, 26, 27,28].....	25
Tableau I.5 : Propriétés mécaniques de la fibre d'alfa Selon la littérature [37].....	27

Introduction :

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

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

Dans cette thèse de master nous nous intéressons à l'utilisation des fibres extraites de la plante Alfa et les grignons d'olive comme renfort naturel. L'objectif de ce travail de recherche est l'élaboration et la caractérisation de nouveaux matériaux composites à base de l'époxy et de polystyrène, et faire la comparaison entre les deux composite

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

Chapitre I : Généralités sur les fibres naturelles, les polymères et les matériaux composites

Chapitre I : Généralités sur les fibres naturelles, les polymères et les matériaux composites

I.1 . Matériaux composites

I.2.Définition

Un matériau composite peut être défini comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux, l'assemblage final ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs. Les matériaux ainsi obtenus sont très hétérogènes et souvent anisotropes. La nature de la matrice et du renfort, la forme et la proportion du renfort, la qualité de l'interface et le procédé de production utilisé sont autant de paramètres qui peuvent influencer les propriétés du matériau composite [2].

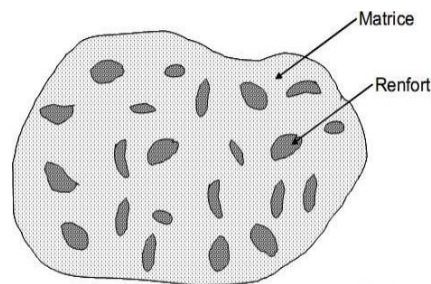


Figure I.1: Matériau composite [3].

I.3 Propriétés des matériaux composites

- a) Les propriétés de matériau composite résultent de:
 - les propriétés des composants.
 - la distribution géométrique.
 - leurs interactions.
- b) La distribution d'un MC est spécifiée par:
 - Nature des composants et propriétés intrinsèques;
 - Géométrie des renforts;
 - Nature de l'interface matrice-renfort.
- c) la géométrie du renfort est caractérisée par:
 - la forme;
 - la taille;
 - la concentration;
 - l'orientation.

Les composites ne cessent de progresser dans les performances que dans les caractéristiques spécifiques adaptées à l'usage prévu.

I.4. Classification des matériaux composites

Les composites peuvent être classés suivant la forme des composants ou suivant leurs natures.

I.4.1. Classement suivant la morphologie

D'après la forme suivant laquelle se présente le renfort ou la matrice, on peut classer les composites en : [4, 5]

- ✓ composites à particules;
- ✓ composites à fibres courtes;
- ✓ composites à fibres longues, stratifiés;
- ✓ composites alvéolaires ou squelettes;
- ✓ lamifiés.

I.4.2. Classement suivant la nature des constituants

Selon la nature de la matrice, les matériaux composites sont classés suivant des composites à matrice organique, à matrice métallique ou à matrice minérale. Divers renforts sont associés à ces matrices [4, 5].

Le tableau ci-dessous regroupe les principaux domaines d'application de ces composites selon les différentes matrices et leurs constituants.

Tableau. I.1: Exemples de matériaux composites, pris au sens large [3].

<i>Composites</i>	<i>Constituants</i>	<i>Domaines d'application</i>
<i>1. Composites à matrices organiques</i>		
Papier, carton	Résine/ charges/fibres cellulosiques	Imprimerie, emballage, etc
Panneaux de particules	Résine/ copeaux de bois	Menuiserie
Panneaux de fibres	Résine/ fibres de bois	Bâtiment
Toiles enduites	Résine souples/ tissus	Sports, bâtiment
Matériaux d'étanchéité	Elastomères/ bitume/textiles	Toiture, terrasse, etc..
Pneumatiques	Caoutchouc/ toile / acier	Automobile
Stratifiés	Résine / charges/ fibres de verre de carbone, etc....	Domaines multiples
Plastiques renforcés	Résine/ micro sphères	
<i>2. Composites à matrice minérale</i>		
Béton	Ciment/ sable / granulats	Génie civil
Composite carbone-carbone	Carbone / fibres de carbone	Aviation, espace, sports, biomédecine, etc...
Composite céramique	Céramique/ fibres de céramique	Pièces thermo-mécaniques
<i>3. Composites à matrice métallique</i>		
	Aluminium / fibres de bore	Espace
	Aluminium / fibres de carbone	
<i>4. Sandwiches</i>		
Peaux	Métaux, stratifiés, etc..	Domaines multiples
Ames	Mousses, nids d'abeilles, balsa, plastiques renforcés, etc..	

I.5. La constitution des matériaux composites

En général les constituants principaux d'un matériau composite sont: la matrice, le renfort et l'interface. Dans certains cas des charges et des additifs peuvent être utilisés.

- Le renfort est une sorte de squelette, qui assure la tenue mécanique (résistance à la traction et rigidité). Il est en général de nature filamentaire mais il pourrait être de nature particulière.
- La matrice est composée d'une résine thermodurcissable ou thermoplastique. Elle lie les renforts, les protège contre les agressions extérieures et donne la forme au produit réalisé.
- L'interface assure la compatibilité renfort-matrice, transfère les efforts de la matrice au renfort et doit être adaptée aux propriétés visées à l'aide d'une image.
- Les "charges" qui sont des ajouts appropriés servent à diminuer les coûts, elles confèrent aussi aux matériaux des propriétés particulières ou complémentaires.
- Les additifs spécifiques peuvent être soit catalyseur, soit accélérateur de polymérisation, soit colorant ou encore agent de décollage.

I.5.1 Les Matrices

Les matrices ont essentiellement pour rôle de transférer les contraintes apportées sur le matériau aux fibres, de les protéger contre les agressions extérieures et donnent la forme du matériau. Elles doivent être en outre assez déformables et présenter une certaine compatibilité avec le renfort. Ainsi, pour pouvoir apporter aux matériaux composites des propriétés mécaniques élevées, elles doivent posséder des masses volumiques faibles. Il existe plusieurs types de résines classées en deux grandes familles: les thermoplastiques et les thermodurcissables. Une nouvelle classe de résines, ayant les propriétés des deux précédentes familles, a vu le jour, il s'agit des thermostables.

I.5.2 Les renforts

Le but des renforts dans les matériaux composites est essentiellement d'accroître leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.) et d'améliorer des propriétés physiques, tels les comportements au feu et à l'abrasion, la tenue en température (conservation des caractéristiques mécaniques à haute température) ou les propriétés thermiques.

Outre les propriétés mécaniques élevées qu'ils procurent, les caractéristiques recherchées dans les renforts sont une masse volumique faible une compatibilité avec Les matrices et une facilité de mise en œuvre.

Les renforts peuvent provenir d'origines diverses (animale, végétale, synthétique...etc.). Parmi ces renforts que contient un matériau composite, on distingue les fibres (les plus souvent employées), les particules (comme SiC, TiC, Al₂O₃...), les billes pleines ou creuses, les fibrilles, les écailles, les whiskers...etc. Ce renfort est un élément nécessaire à la constitution du composite [6].

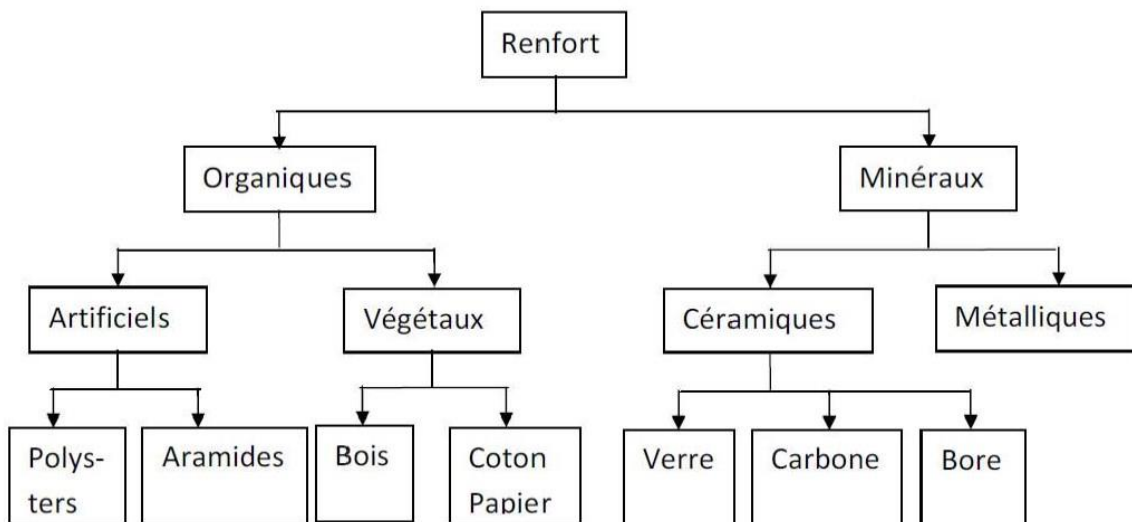


Figure I.2: Différents types de renforts

I.6 Les résines époxy.

I.6.1 Définition :

Elles sont préférentiellement utilisées pour les composites hautes performances. Elles

possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, thermiques (130 à 180°C) et un bon comportement chimique.

Par contre elles sont sensibles à l'humidité ainsi qu'aux rayons UV et ont un coût encore très élevé.

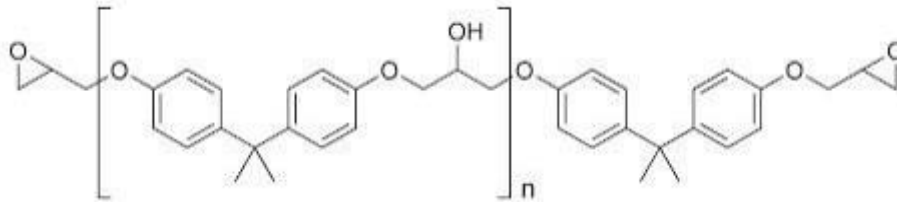


Figure I.3Époxy (polymère)

I.6.2 Propriétés de la résine époxy :

Les résines époxy comprennent généralement quatre ingrédients principaux : une résine monomère, un durcisseur, un accélérateur et un plastifiant. Les époxy sont fabriqués selon une formulation standardisée. Pourtant, les propriétés de la résine durcie, à savoir la dureté et la flexibilité, peuvent être adaptées aux applications individuelles en ajustant les ratios d'ingrédients ajoutés.

Lorsqu'elles sont correctement durcies, les résines époxy offrent un certain nombre de caractéristiques souhaitables, notamment :

- Résistance aux produits chimiques, en particulier aux environnements alcalins
- Résistance à la chaleur
- Adhésion à une variété de substrats
- Résistance élevée à la traction, à la compression et à la flexion
- Faible retrait pendant le durcissement
- Hautes propriétés d'isolation électrique et de rétention
- Résistance à la corrosion
- Durcit sous une large gamme de températures
- Résistance à la fatigue

I.7. Les fibres naturelles

I.7.1 Définition :

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

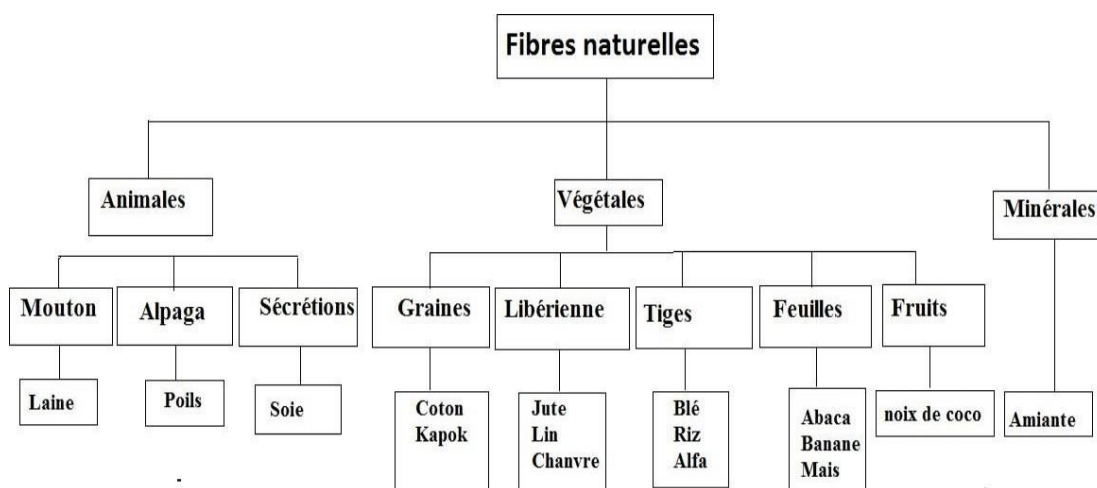


Figure I.4: Différents types de fibres naturelles [7].

I.7.2 Application des fibres naturelles

Les fibres naturelles, en particulier les fibres végétales sont très fréquentes dans notre quotidien ; notamment dans les textiles, les cordes, les toiles et les papiers. Actuellement, avec l'intérêt croissant pour les produits respectueux de l'environnement, les fibres naturelles ont réussi à occuper une place importante en tant que renfort dans les composites [8, 9, 10]. Tout d'abord, ces fibres trouvent une gamme d'utilisation très importante dans le domaine automobile et bâtiment. Les domaines d'applications et parts de marché des composites à fibres naturelles sont présentés dans le tableau I.1.

Tableau I.2 Domaines d'applications et parts de marché des composites à fibres naturelles [11].

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

I.7.3 Structure et composition d'une fibre végétale

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

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

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

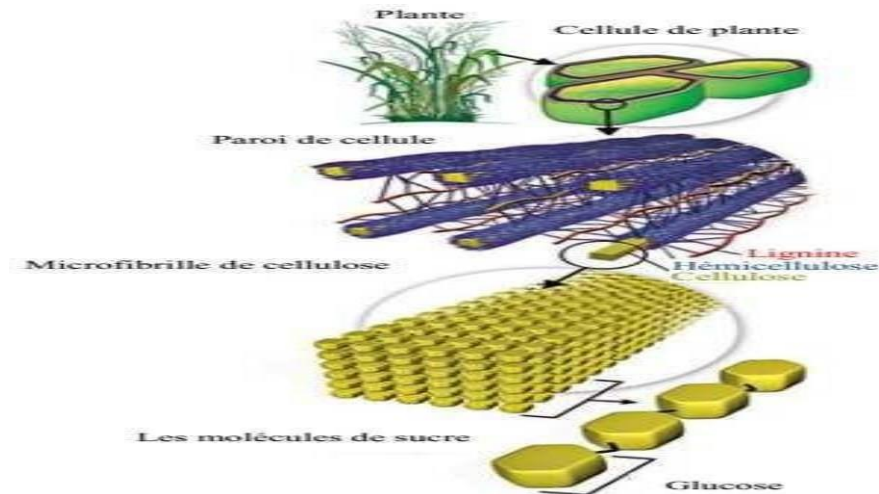


Figure I. 5 : Représentation schématique de la hiérarchie structurale dans une fibre végétale [12].

La composition des fibres végétales varie selon leurs origines botaniques, les conditions climatiques, la maturité et le mode d'extraction [13] (Tableau I.2).

Tableau I.3: Composition chimique de quelques fibres végétales [14-15].

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

I.7.4 Cellulose

La cellulose est l'élément important de la masse végétale. D'un point de vue chimique, la cellulose est un homopolymère constitué de longues chaînes linéaires dont le motif de base est le glucose $C_6H_{11}O_5$ (Figure I.4). La cellulose contient des parties cristallines ordonnées et des parties amorphes désordonnées. La cellulose est fortement hydrophile et insoluble dans la plupart des solvants mais en même temps elle est sensible à l'hydrolyse acide ce qui conduit à des sucres solubles dans l'eau [16].

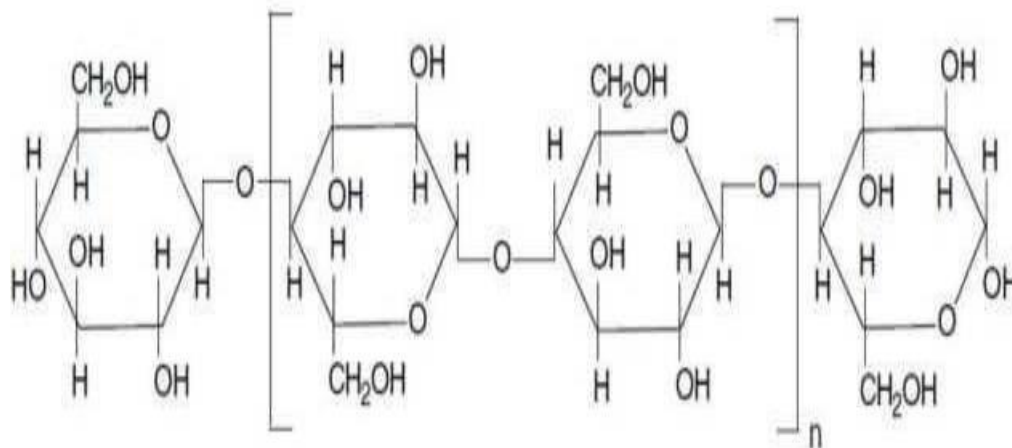


Figure I.6 : Molécule de la cellulose (n répétitions du glucose) [17].

I.7.5 Hémicellulose:

L' hémicellulose se trouve sur toutes les parois des fibres. Elle est amorphe, avec un poids moléculaire faible par rapport à la cellulose. C'est le constituant responsable de l'élasticité des fibres ; et qui permet aux parois de s'allonger pendant la croissance [18]. Elle est composée de sucres tels que: arabinose, xylose, glucose, galactose, mannose, et d'acides uroniques [19]. La structure chimique de l'hémicellulose est présentée sur la figure I.5.

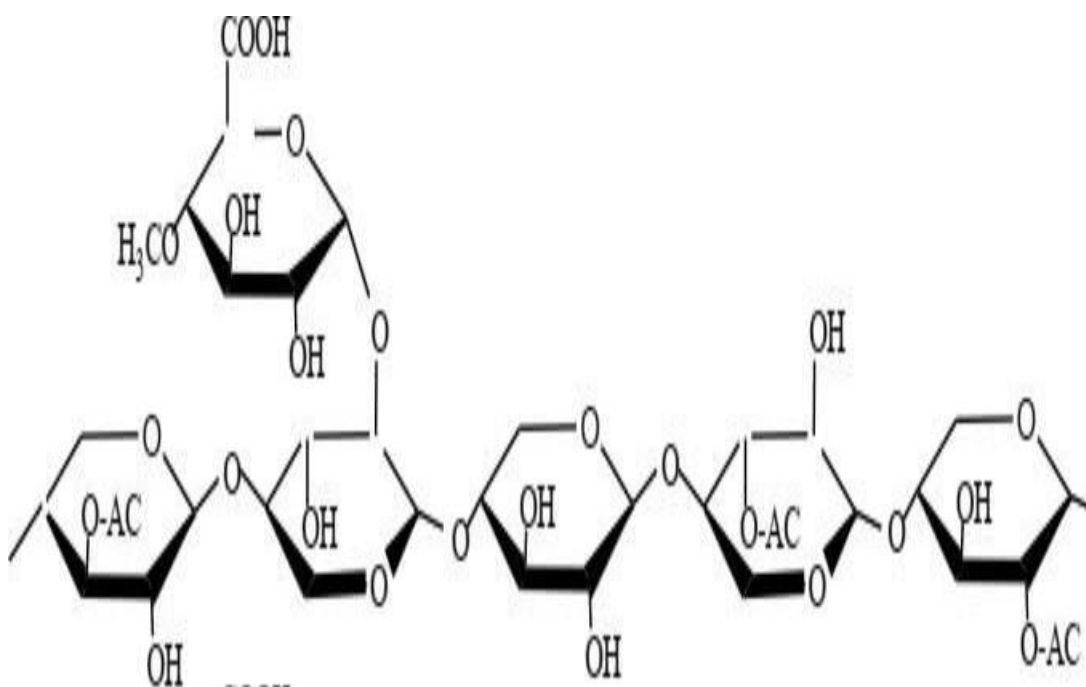


Figure I.7: Structure chimique de l'hémicellulose

I.7.6 Lignine:

Les lignines représentent entre 15 et 35% de la masse sèche des matériaux lignocellulosiques. Ce sont les substances polyphénoliques les plus présentes chez les végétaux [20.21]. La lignine est un peu sensible aux attaques biologique et responsable de la rigidité et de la dureté des bois et des plantes. Elle protège les végétaux contre certaines attaques parasitaires [22]. La structure chimique de la lignine est illustrée sur la figure I.6.

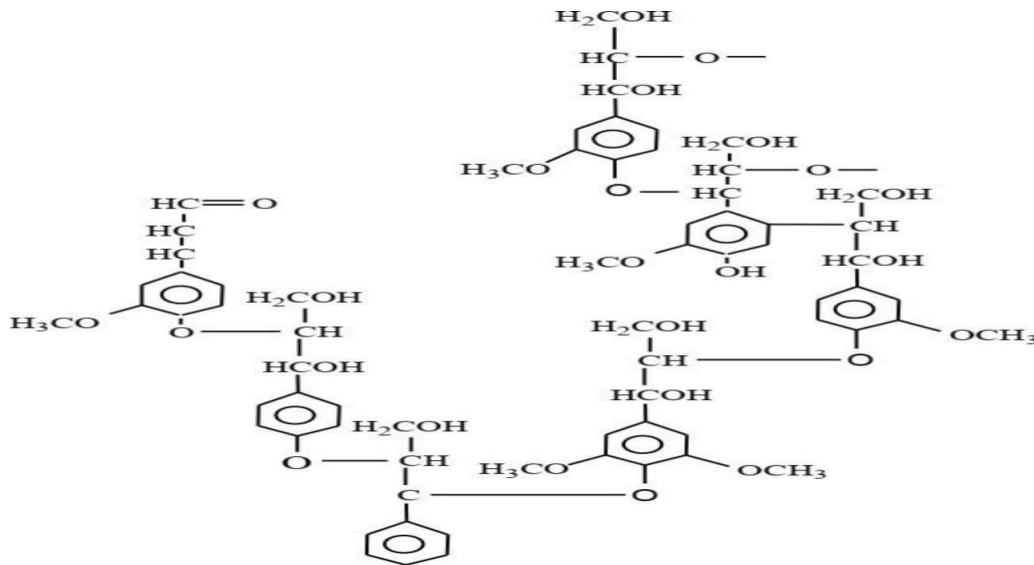


Figure I.8 : Structure chimique de la lignine

I.7.7 Pectine:

La pectine est un polysaccharide acide dont la chaîne principale est composée de monomères d'acide uronique. Elle fournit la flexibilité à la plante [23]. La pectine est le composé le plus hydrophile dans les fibres végétales ; dû aux groupements d'acide carboxylique [24]. La figure I.7 montre la structure chimique de la pectine.

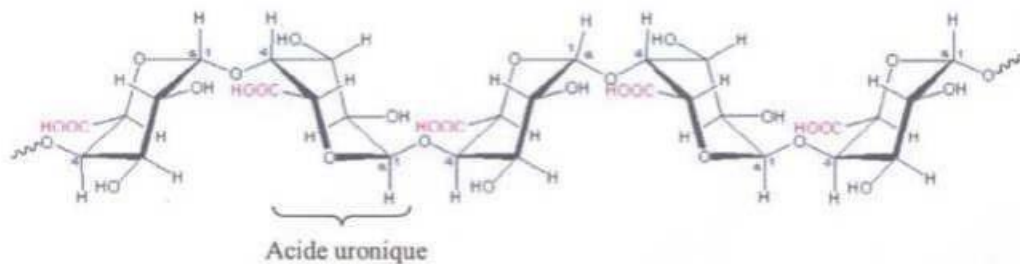


Figure I.9: Structure d'une chaîne d'acide uronique [17].

I.7.8 Les extractibles :

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

I.8 Présentation de la fibre d'alfa :

I.8.1 Généralité sur la fibre d'alfa :

L'Alfa, *Stipa tenacissima* L en latin. (Figure I.8) est une herbe vivace, elle se présente en touffes denses, à feuilles longues d'environ 1.2m. Elle pousse dans les régions semi arides et arides, elle délimite le désert. Elle se trouve en Afrique du Nord (l'Algérie, le Maroc, la Tunisie et la Libye) et en Europe du Sud (l'Espagne et l'Italie) [25].



Figure I.10: Image de la fibre alfa.

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

Tableau I.4: Composition de la fibre d'alfa [26.27.28.29].

	Cellulose (%)	Lignine (%)	Hémicellulose/ Pectines (%)	Cendres (%)	Cires (%)	Silica (%)	Autres (%)
Akchiche et ses collaborateurs [26]	43,81	18,76	28,4	4,66	-	1,76	2,61
Paiva et ses collaborateurs [27]	45	23	25	2	5	-	-
Brahim et ses collaborateurs [28]	45	24	24	2	5	-	-
Bouiri et ses collaborateurs [29]	47,63	17,71	22,15	5,12	-	-	7,39

I.8.2 Applications:

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

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



Figure I.11: Des exemples d'artisanat Alfière (des paniers, des paillassons, des espadrilles...)

- Comme nourriture pour les animaux sauvages (gazelle, lièvres) et pour le bétail (moutons, chameaux, bœufs...).
 - Comme combustibles en raison de pouvoir calorifique supérieur de l'Alfa [30].
- ❖ Les fibres d'alfa:
- La pâte à papier représente le domaine qui utilise le plus de fibres d'alfa (la Société Nationale de Cellulose et de Papier Alfa (SNCPA – Tunisie) produit 25.000 tonnes de papier et 12.000 tonnes de pâte par an (Figure I.10) [31]. Cette pâte sert à la fabrication du papier cigarette, du papier filtre et du papier condensateur (diélectrique) et à la préparation des billets des banques..
 - Les fibres d'alfa non tissés sont utilisées comme couche de renfort pour des emboitures dans le domaine orthopédique [32]. L'Alfa est souvent mélangé avec des fibres synthétiques comme le polypropylène (PP), ou avec des fibres naturelles comme la laine.
 - Comme renfort de matrices polymère tels que : le polypropylène [33], le polyester [34], le poly (chlorure de vinyle) [35], l'époxy [36]...etc.

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

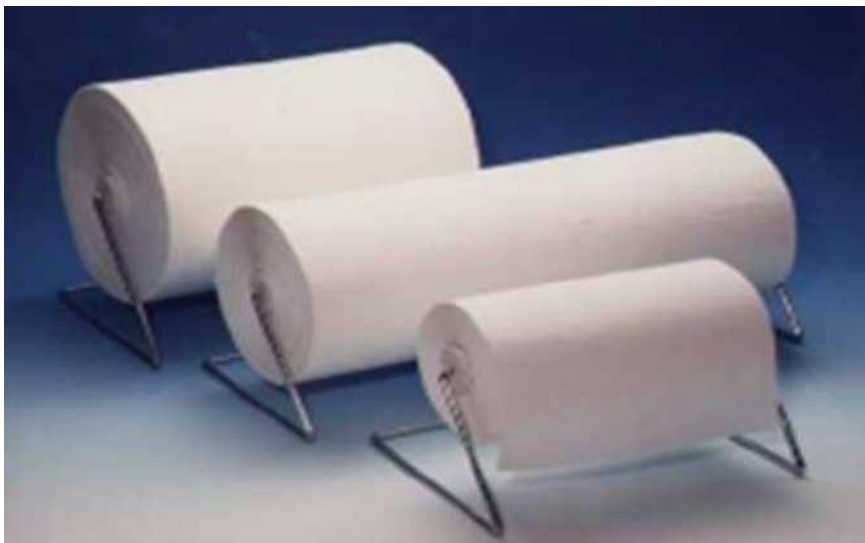


Figure I.12 Illustrations de la pâte d'Alfa commercialisée par la SNCPA.

I.8.3 Propriétés mécaniques des fibres d’alfa:

Les propriétés mécaniques des fibres d’alfa ont été étudiées par plusieurs auteurs avec un essai de traction sur les fibres individuelles extraites des feuilles (tableau I.4). Pour les fragments de feuilles d’alfa papetières avec un diamètre entre 50 à 200 μm , qui sont obtenus après une série d’extractions mécaniques, chimiques et enzymatiques, ont une résistance à la traction de 45-1669 MPa et un module d’Young de 2,2 à 75 GPa [37, 38], D’autres auteurs ont mesuré les propriétés mécaniques des fibres élémentaires, dans une gamme de 10 à 30 μm , dont le module d’Young est de 19-71 GPa et la résistance à la traction de 245 – 1500 MPa[39].

Tableau I.5: Propriétés mécaniques de la fibre d’alfa selon la littérature [38].

	Dallel [37]	Hanana et ses collaborateurs [38]	Brahim et ses collaborateurs [39]
Diamètre moy (μm)	-	24,34 \pm 8,6	-
Module d’Young (GPa)	8 \pm 2,7	58 \pm 17	21,5
Résistance à la Traction max	75 \pm 24,09	1327 \pm 342	247
Elongation à la rupture (%)	2,8 \pm 2	2,4 \pm 0,6	1,96
Processus d’extraction	Mécanique chimique enzymatique	Rouissage mécanique chimique enzymatique	Chimique
Application spécifique	Textile	Composite	Composite

I.9 Grignon d'olive :

De nombreux végétaux produisent des fibres qui peuvent être mises à profit pour fabriquer des isolants efficaces et naturels.



Figure I.12 olive dans la nature

I.9.1. L'olivier et l'environnement :

La culture de l'olivier peut avoir des impacts positifs/ou négatifs sur l'environnement (air, eau, sol et animaux).

L'implantation de l'olivier favorise l'oxygénation de l'air, la conservation de la fertilité du sol, la lutte contre l'érosion, bien que les effets positifs soient nombreux, l'activité oléicole engendre des margines et des résidus nocifs pour la nature.

L'industrie oléicole engendre, en plus de l'huile comme produit principal, de grandes quantités de sous-produits. Ainsi 100Kg d'olive produisent en moyenne 35Kg de grignon d'olivettes, 100L de margine. [40]

En effet, le grignon d'olive généré par le procédé d'extraction de l'huile d'olive, constitue une véritable menace pour l'environnement écologique. Bien que son utilisation soit multiple, comme alimentation des chaudières, chauffer les maisons,

Combustible, mais la grande majorité est rejeté dans le milieu et constitue de sérieux problème sa travers leurs contenus nocifs riche en polyphénols, qui sont des composés difficilement biodégradables.

Toutefois, de leurs caractère ligno-cellulosique, les grignons d'olives sous formes de farine pourraient trouver application comme charge dans les matériaux composites.

I.9.2. Définition du Grignon d'olive :

Les grignons d'olives sont les résidus solides issus de la première pression ou centrifugation , constitués de pulpes et de noyaux d'olives[41]

I.9.3. Type des grignons d'olive :

Selon le traitement subit, les grignons se divisent:

- Grignon brut: C'est le résidu de l'extraction de l'huile d'olive entière. Ses teneurs relativement élevée se noyau et en huile favorisent on altération rapide lorsqu'il est laissé à l'air libre [40]
- Grignon épuisé: C'est le résidu obtenu après dés huilage du grignon brut par solvant ,l'hexane généralement. [40]
- Grignon par tellement dénoyauté: Il résulte de la séparation partielle des débris de noyau de la pulpe par tamisage ou ventilation.

Il est dit «gras» si son huile n'est pas extraite par solvant.

Il est dit «de graissé ou épuisé» si son huile est extraite par solvant.

I.9.4. Le grignon comme ingrédient des matériaux de construction :

Divers ses méthodes de traitement sont utilisées pour tenter de diminuer l'impact des déchets d'olive sur l'environnement ,plusieurs travaux de recherche son axés sur l'extraction de l'hémicellulose (plus particulièrement les xylènes) pour être exploité par la suite dans le Domain pharmaceutiques (produit cosmétique et autres) ,d'autres travaux sur l'extraction de lignine pour l'incorporer dans des polymères en raison des a haute résistance thermique.[42.43]

Mais, peu de travaux de rechercheront été réalisés dans le domaine de la valorisation du grignon d'olive comme charge végétale dans les matériaux composites.

Il se peut que l'avenir du bâtiment soit lié aux grignons d'olive, en effet la réutilisation des grignons d'olive en tant que matière première dans l'industrie du bâtiment, permet non seulement de réduire les déchets issus de l'industrie oléicole, mais aussi de compenser le coût des matières premières. Il s'agit également d'un moyen écologique et durable de valoriser les déchets toute en préservant les ressources naturelles.

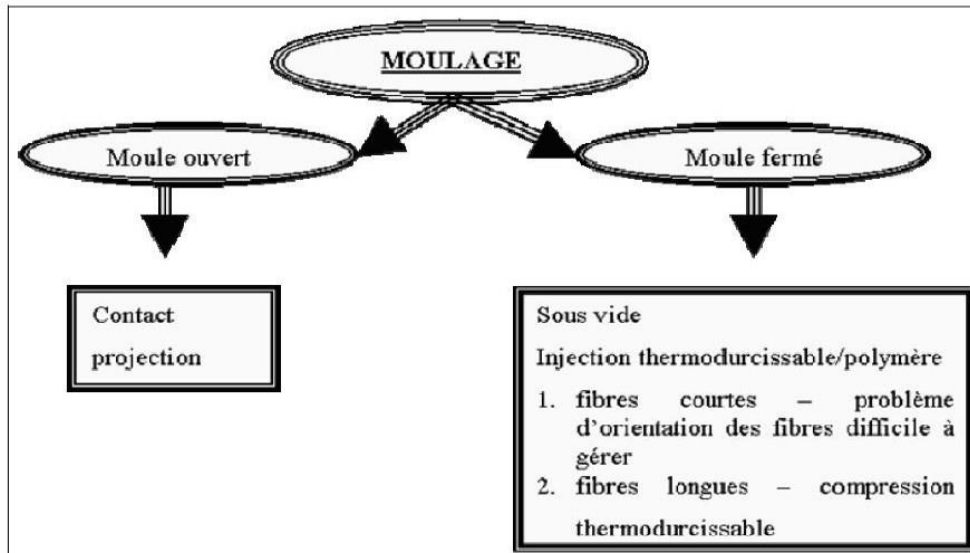


Figure I.14: Schéma représentatif des différentes techniques de mise en œuvre

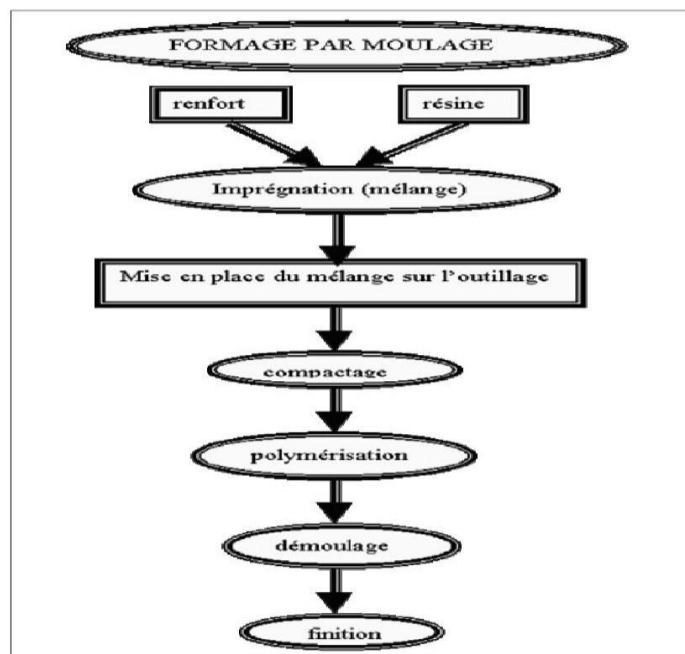


Figure I.15: Les étapes de formage d'un composite par la méthode de moulage

I.10 Procèdes de mise en œuvre

Trois opérations sont indispensables:

- ✓ Imprégnation du renfort par le système résineux.
- ✓ Mise en forme à la géométrie de la pièce.
- ✓ Durcissement du système:

- soit par polycondensation et réticulation pour les matrices thermodurcissables, soit par simple refroidissement pour les matières thermoplastiques

Il existe différentes techniques mais la plus utilisée est par moulage:

1. Moulage au contact

Technologie de réalisation de pièces prototypes ou de simulation. Le principe consiste à imprégner manuellement les renforts disposés dans un moule. C'est peu onéreux et des pièces de formes quelconques peuvent être réalisées mais à cadence très faible.

2. Moulage par projection simultanée

Technologie similaire mais les fibres coupées sont projetées au pistolet.

3. Injection thermodurcissable BMC (Bulk Molding Compound ou pré imprégné en vrac).

Procédé discontinu haute pression (100 bars). Alimentation et dosage du Compound, Injection-pression, maintien et polymérisation, puis éjection.

Les avantages sont: réalisation de grandes séries, faible coût matière, peu de finition, temps de cycle.

Les limites sont: le taux et la longueur des renforts et les propriétés mécaniques du composite obtenu.

4. Compression thermodurcissable SMC

(Sheet Molding Compound ou pré imprégnés en feuilles). Le principe consiste à déposer des feuilles de pré imprégnées dans un contre moule chauffé, de comprimer le matériau avec un moule chauffé, polymérisation puis éjection de la pièce.

Avantages: coût de matière, propriétés mécaniques et thermiques.

Les limites sont l'aspect, le dimensionnement des presses et la finition.

5. Pultrusion

Utilisation pour les composites hautes performances industrielles. Le principe est: tirage, mise en forme et polymérisation de fibres continues imprégnées.

Les avantages sont la production en continu, possibilité de réaliser des sections très complexes, et d'avoir un taux de renfort élevé.

Les limites sont la lenteur du procédé, uniquement des profilés droits à section constante.

6. Enroulement filamentaire (ou bobinage):

Technologie pour les HP. Le principe consiste en un enroulement sous tension sur un mandrin

tournant autour de son axe de fibres continues préalablement imprégnées d'un liant.

Les avantages sont la disposition optimale des renforts, les très bonnes propriétés mécaniques, possibilité de réaliser des pièces de grandes dimensions avec des surfaces internes lisses.

Les limites sont que les formes sont uniquement convexes et les investissements importants.

I.11 Comportement mécaniques des composites :

Afin de caractériser le comportement mécanique d'un ou de plusieurs matériaux soumis à des forces extérieures qui engendrent des contraintes et des déformations, on a recours à un certain nombre d'essais mécaniques.

Ces essais mécaniques doivent mettre en jeu des états de contrainte simples et connus, d'interprétation facile et non équivoque. De plus ils doivent être reproductibles. C'est pourquoi des organismes nationaux et internationaux normalisent ces essais (AFNOR, ISO, CEN) [44].

La normalisation des essais porte sur:

- la géométrie de l'éprouvette (une éprouvette est une pièce de dimensions normalisées utilisée lors d'essais mécaniques visant à déterminer le comportement du matériau soumis à différents efforts mécaniques comme la traction, la torsion, la flexion...etc.).
- la préparation de cette éprouvette,
- les machines d'essai et leur étalonnage,
- les techniques expérimentales mises en œuvre,
- le dépouillement et la présentation des données. On :

➤ **Les essais peu liés au temps** (dans lesquels la déformation provoquée est peu liée à la durée d'application de la force):

- **L'essai de traction**, de compression ou de flexion, détermine l'aptitude à la déformation d'un matériau soumis à un effort progressif.
- **L'essai de dureté** fournit des renseignements sur la résistance à la pénétration d'une pièce dure soumise à un effort constant
- **L'essai de résilience** caractérise la résistance au choc.

➤ **Les essais fortement liés au temps** (dans lesquels la déformation provoquée dépend de la durée d'application de la force):

- **L'essai de fatigue** étudie le comportement du matériau vis à vis de sollicitations alternées bien inférieures à la contrainte nécessaire pour le rompre.
- **L'essai de fluage** mesure la déformation, en fonction du temps, du matériau sous charge constante.

Chapitre II : Matériaux et Techniques Expérimentales

Chapitre II : Matériaux Et Techniques Expérimentales

II.1 Introduction

Ce chapitre présente l'ensemble des techniques et méthodes mises en œuvre pour la caractérisation des fibres et les composites élaborés. Nous avons décrit le protocole expérimental que nous avons suivi au cours de ce travail. Tout d'abord nous avons présenté les matériaux utilisés dans l'élaboration de composites biodégradables à matrice époxyde chargées de fibres naturelle Alfa et à matrice polystyrène (PS) chargées de poudre de grignons d'olive

II.2 Matériaux utilisés

II.2.1 Matrices

Les polymères utilisés dans cette étude sont l'époxy avec durcisseur et le polyester



FigII.1.Résineepoxy

II.2.2 Renfort : fibres d'alfa

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



Figure II.2 : Plante Alfa (a) et les tiges d'alfa utilisées dans ce travail (b).

II.2.3 Farine du grignon d'olive

Dans notre étude, la charge utilisée est le grignon d'olive brut. Il a été récupéré Au niveau d'une huilerie moderne fonctionnant avec un système à deux phases dans la région de Tizi-Ouzou située au Nord de l'Algérie.



3Figure : Farine du grignon d'olive

II.

II.3 Techniques expérimentales

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

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

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

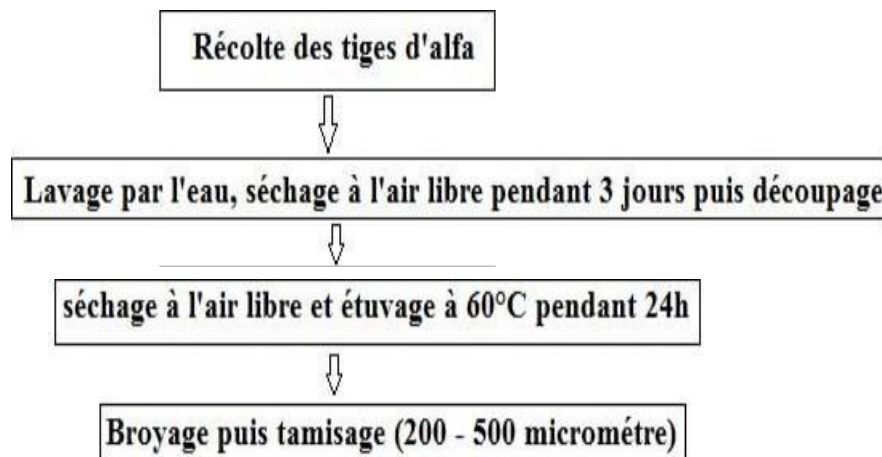


Figure II.4 : Préparation et traitement de la fibre d'alfa.

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

Etape 1 : Récolte des tiges d'alfa

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

Etape 2 : Lavage des tiges d'alfa

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

Etape 3 : Séchage et découpage

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

II.3.2 Préparation et traitement chimique du grignon d'olive

- Lavage avec de l'eau froide afin d'éliminer les impuretés solubles dans l'eau froide, ainsi que la récupération d'une matière solide constituant du grignon d'olive (noyaux concassés).
- Lavage avec de l'eau chaude pour éliminer les impuretés insolubles dans l'eau froide.
- Séchage à l'air libre pendant 48 heures.
- Séchage à l'étuve à 100°C pendant 24h.
- Broyage à l'aide d'un broyeur de laboratoire, suivi par le tamisage

II.3.3 Elaboration des composites fibres alpha+epoxy/ grignon d'olive-polyster

III.3.3.1 Préparation de mélange fibres alpha époxy

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

Dans notre travail, les composites élaborés se composent des fibres d'alfa (comme renfort naturel) et l'époxy ou. La mise en œuvre, de ces composites, passe par trois étapes :

1ère étape : on a préparé le mélange résine 40g + durcisseur 20g + 3/4 fibre d'alfa

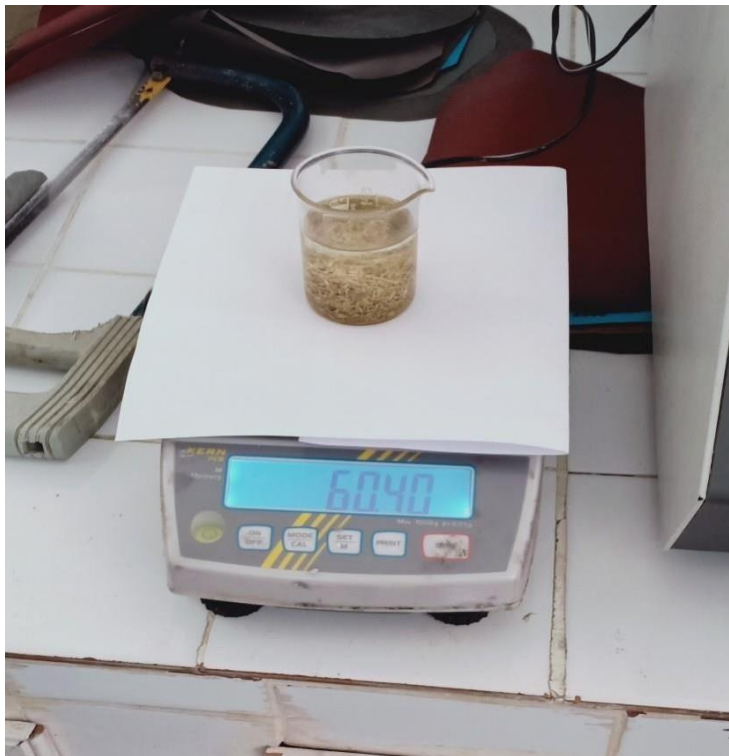


Figure II.5 préparation de mélange fibres alpha époxy

2ème étape : on mait le mélange dans une mole et on a lissé a sécher



Figure II.6 les plaques de fibres alpha époxy

3ème étape : Les plaques de forme rectangulaire, récupérées dans la précédente étape on a pincer avec un papier abrasif pour découper échantillon

II.3.3.2 Préparation de mélange grignon d'olive-polyster

Dans notre travail, les composites élaborés se composent des fibres grignon d'olive (commerenfort naturel) et polyester ou. La mise en œuvre, de ces composites, passe par trois étapes :

1ère étape : on a préparé le mélange résine 40g +durcisseur 20g+3/4 fibre grignon

d'olive 2ème étape : on mait le mélange dans une mole et on a lissé a sécher

3ème étape : Les plaques de forme rectangulaire, récupérées dans la précédente étape on a pincer avec un papier abrasif pour découper l'échantillon

III.4 Traitements de vieillissement des composites :

Après démoulage des éprouvettes des deux composites nous avons découpé des échantillons. Ces derniers ont subit des traitements de vieillissement a la température de 40°C avec plusieurs tempsde maintien



Figure II.7 grignond'olive-polyster



Figure II.8alpha-époxy

Nous avons pris deux échantillons des deux composites élaboré .ces dernier ont subit un vieillissement de 48 heures et 96 h à une température de 40 °C.



Figure II.9four

Avant l'observation microscopique, ces échantillons ont été poli avec un papier abrasif de 2000 et puis ont est passé au microscope.



FigureII.10 machine de polissage

Ensuite, nous prenons les deux échantillons et les mettons sous le microscope optique, après nous prenons les photos avec les mesures requises



Figure II.11 microscope optique Nikon éclipse Iv150N

Nous prenons les deux échantillons et les mettons dans la machine de vieillissement et les laissons pendant 96 heures à une température de 40°C.

Nous sortons les deux échantillons de la machine de vieillissement et les mettons directement dans la machine de polissage, enfin nous repolissons les deux échantillons Puis nous les séchons.

À la fin, nous prenons les deux échantillons et les mettons sous le microscope optique et prenons des photos avec les mesures requises.

Chapitre III : Résultats et discussion

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1 Observation au microscope optique

Les caractéristiques des fibres sont fonction de leur nature mais aussi de leur microstructure. C'est pourquoi nous avons analysé les deux échantillons sous microscope optique. La figure III .1 montre la microstructure de composite alpha + époxy avec deux différents grossissements. Cette micrographie a révélé la présence de la fibre d'alpha de différentes tailles bien incrustée dans la matrice d'époxy. On remarque qu'il y a une bonne adhérence particule matrice dans le cas de fibre alpha +époxy.

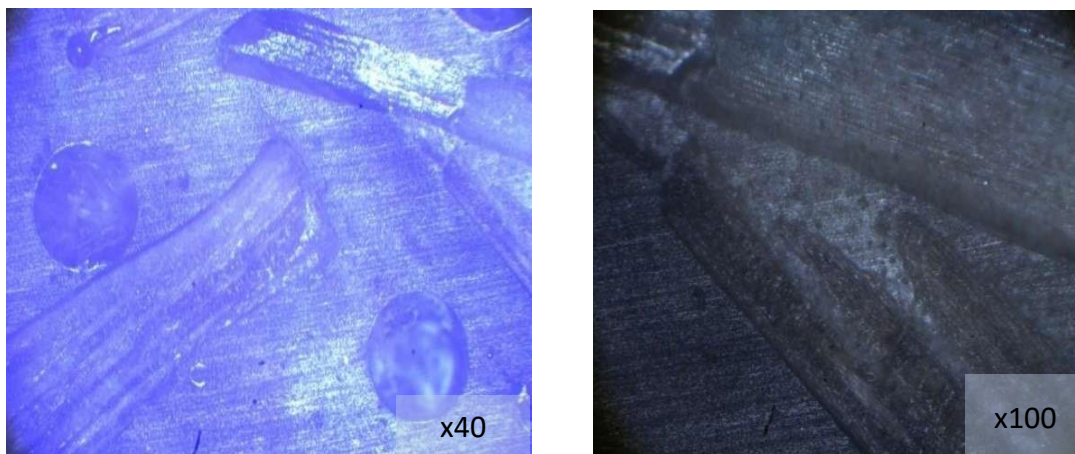


Figure III 1 microstructure du composite alpha+epoxy

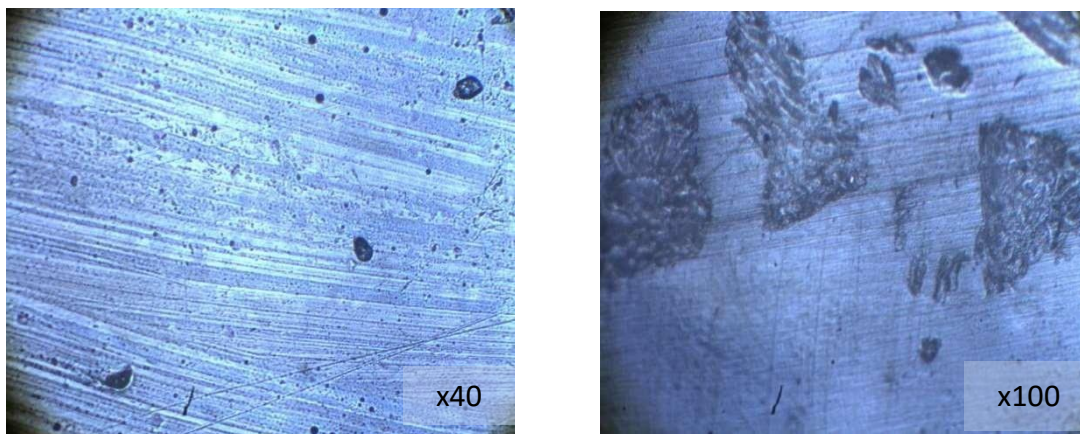


Figure III 2 microstructure des composites grignon d'olive-polyester

La figure III.2 donne la micrographie de l'échantillon grignon d'olive polyester. La répartition des particules dans ces composites est hétérogène avec une bonne adhérence particule matrice .

III.2 Traitement thermique de vieillissement :

III.2.1 Etude du vieillissement des composites Grignond'olive-polyster et alpha+epoxy En fonction du temps :

Les matériaux composites renforcée par les grignons d'olives et alpha, ont été vieilli à la température de 40°C et à différents temps de maintien

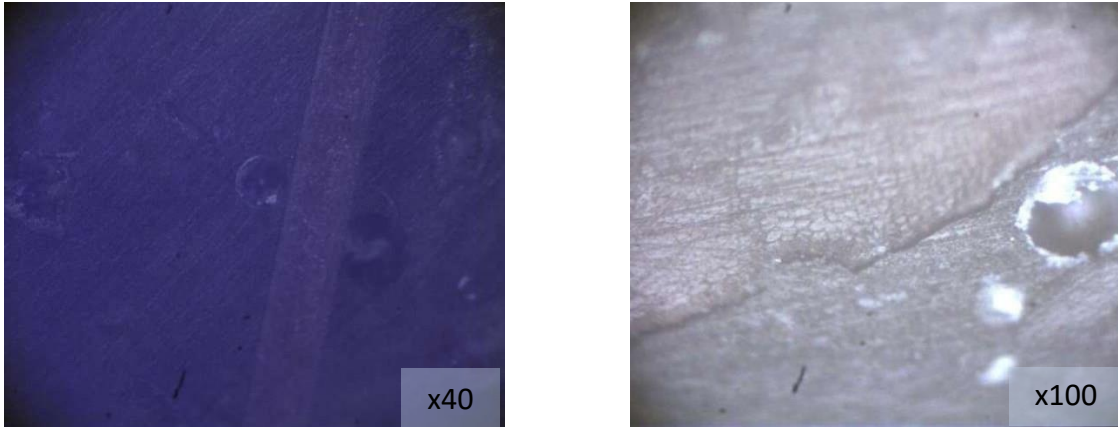


Figure III 3 microstructure du composite alpha+epoxy vieillie à 40°C

Après un temps de maintien plus important, de 48 heures, le composite alpha+epoxy a été également observé par microscopie. La figure III 3 nous montre qu'il y a un changement notable dans le composite car les fibres alpha se sont légèrement fissurées

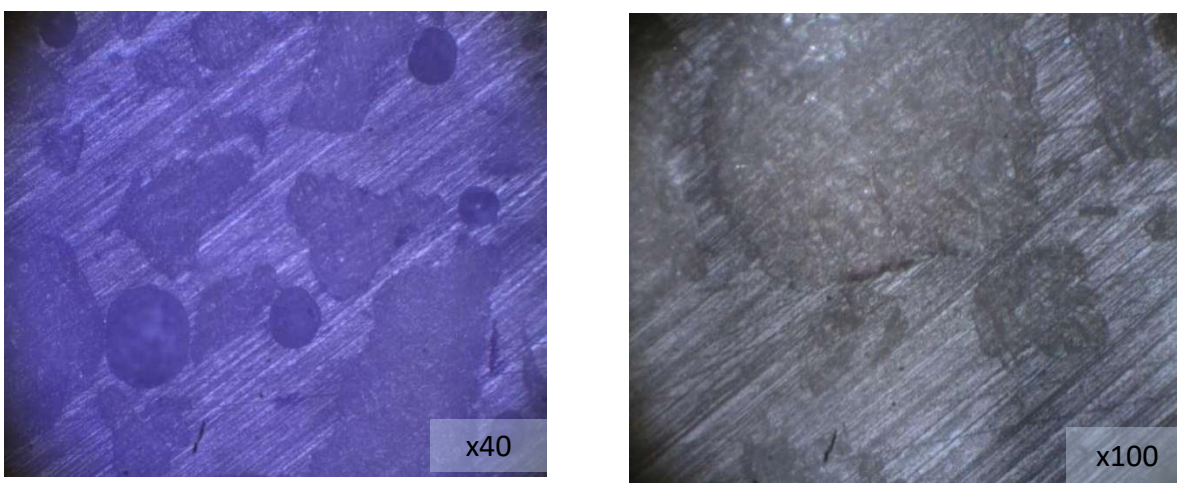


Figure III 4 microstructure du composite grignond'olive-polyster vieillie à 40°C

Et dans cette figure III 4 après 48h aussi on a observé qu'il y a un changement dans le composite parce que les fibres grignon d'olive ont changé de taille et sont devenues grosses

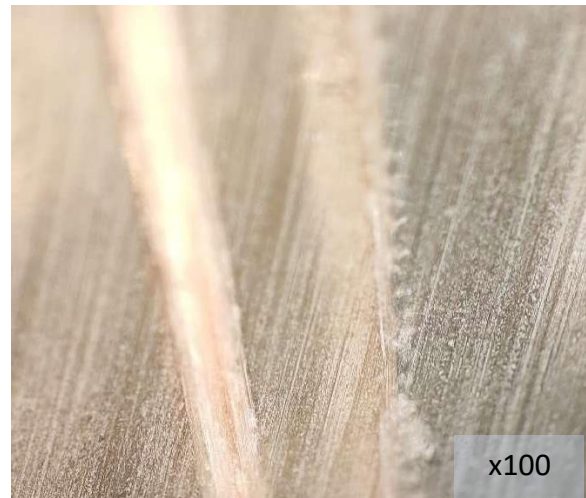


Figure III 5microstucture du composites alpha+epoxy vieillie a 40°C

Après un temps de maintien plus important, de 96 heures, le composite alpha+epoxy a été également observé par microscopie. La figure III 5 nous montre qu'il y a un changement dans le composite parce que les fibres alpha sont devenues fines

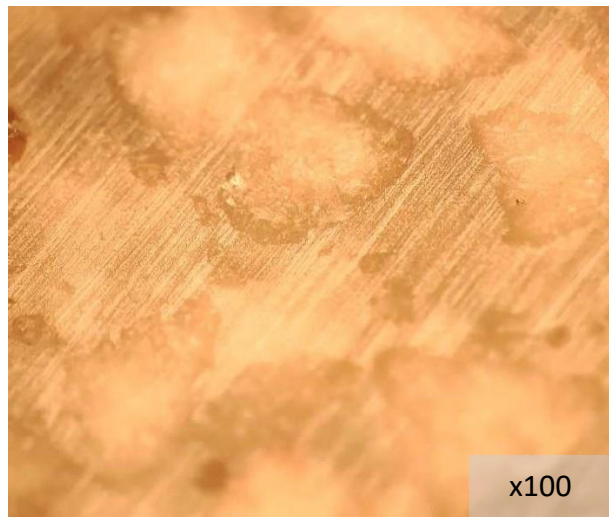
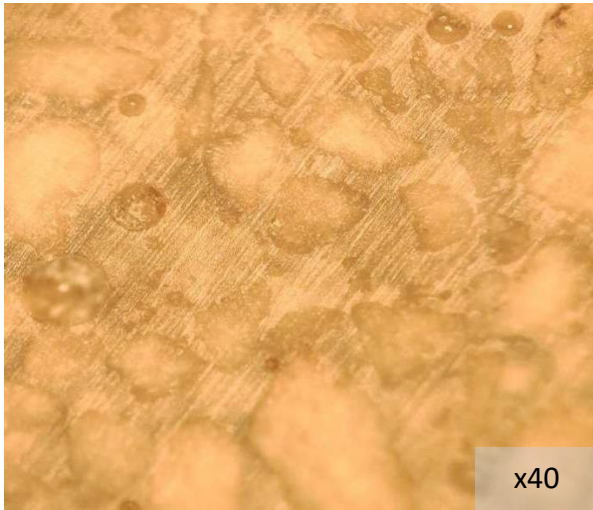


Figure III 6microstucture du composites grignond'olive-polyester vieillie a 40°C

Après un temps de maintien plus important, de 96 heures, le composite grignon d'olive-polyester a été également observé par microscopie. La figure III 6 on remarque que les fibres ont augmenté de taille par rapport à la fois précédente et sont devenues proches les unes des autres

La composite fibre d'alfa plus époxy a été également observée par microscopie. La figure..... Nous montre qu'après vieillissement de 48 heures y a un changement de la microstructure du composite par rapport à l'état initial, et qui nous révèle de petites fissures survenues par contre, après vieillissement à 40°C avec un temps de maintien de 96 heures, la micrographie du composite nous montre que les fibres sont devenues plus fines par rapport à l'état précédent.

La composite fibre Grignond'olive-polystyrène a été également observée par microscopie. La figure..... Nous montre qu'après vieillissement de 48 heures y a un changement de la microstructure du composite par rapport à l'état initial, et qui nous révèle un changement de taille et sont devenues plus grosses par contre, après vieillissement à 40°C avec un temps de maintien de 96 heures, la micrographie du composite nous montre que les fibres sont devenues plus proches les unes des autres et sont devenues plus grosses par rapport à l'état précédent.

Conclusion :

Dans le cadre de ce travail il a été sujet d'abord l'élaboration des matériaux composites renforcés par les fibres naturelles.

Dans ce travail en se basant sur l'ensemble des techniques et méthodes mises en œuvre pour la caractérisation des fibres et les composites élaborés. La caractérisation de nouveaux matériaux composites à base de l'époxy et de polystyrène, et faire la comparaison entre les deux composites. On a subi des traitements de vieillissement de 48 heures et 96 heures à une température de 40°C sur le matériau composite **alpha+epoxy** et l'autre **grignond'olive-polyster**.

En conclusion, le vieillissement des composites à base d'époxy et de fibres d'alfa est un processus complexe qui peut altérer les propriétés mécaniques, thermiques, électriques et optiques de ces matériaux. Ce processus peut être influencé par des facteurs environnementaux tels que la température, l'humidité, la pression, les produits chimiques et les cycles de charge et de décharge.

Pour minimiser l'impact du vieillissement des composites à base d'époxy et de fibres d'alfa, il est important de choisir des matériaux appropriés, de suivre des procédures de fabrication appropriées et de stocker les composites dans des conditions de stockage appropriées. Des tests de durée de vie peuvent également être

effectués pour évaluer la durabilité des composites dans des conditions d'utilisation prévues et pour déterminer leur durée de vie utile.

Les composites à base d'époxy et de fibres d'alpha sont souvent utilisés dans des applications haute température en raison de leur résistance à la chaleur et à la corrosion. Cependant, l'exposition à des températures élevées peut causer une dégradation des propriétés mécaniques des composites. De plus, l'humidité peut causer une diminution de la résistance mécanique des fibres d'alpha et causer des problèmes de corrosion.

En somme, le vieillissement des composites à base d'époxy et de fibres d'alpha doit être pris en compte lors de la conception et de l'utilisation de ces matériaux dans des applications où une durabilité à long terme est requise.

Référence :

- [1] **Bouaziz H.** Élaboration d'un matériau composite à renfort végétal (alfa, agave) pour la confection des appareils orthopédiques (prothèses et orthèses) et de bandes plâtrées, Projet en Collaboration avec des universités et des industriels
- [2] **SEYNI Abdoulaye**, (11 décembre 2008). Thèse de doctorat, Propriétés physico- chimiques et d'usage de matériaux composites à charge dégradable produits par Co-broyage, L'institut National Polytechnique de Toulouse
- [3] **J.M. Berthelot**, matériaux composites, (1996). Comportement mécanique et analyse des structures, Masson 2^e édition (1996).
- [4] **M.GEIER, D.DUEDAL**, (1985). «Guide pratique des matériaux composites», TEC & DOC (Lavoisier), Paris, 349P
- [5] **W.KURZ, J. P. MERCIER, G.ZAMBELLI**, (1995). «Traité des matériaux: Introduction à la science des matériaux», Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 404P.
- [6] **BAHLOULI Nadia**, Cours Matériaux Composites / DESS Mécanique avancée et stratégie industrielle
- [7] **Baley C.** Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites. *Techniques de l'Ingénieur*, 2013, 1-23.
- [8] **Faruk O., Bledzki A. K., Fink H. P., Sain M.** Bio composites reinforced with naturel fibres: 2000–2010, *Progress in Polymère Science*, vol. 37, 2012, 1552-1596.
- [9]: **Oksman K.** Mechanical properties of natural fibre mat reinforced thermoplastique», *Applied Composite Matériels*, vol. 7, 2000, 403–414.
- [10]: **Bledzki A. K., Gassan J.** Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science*, vol. 24, 1999, 221-274.
- [11]: **Zimniewska M., Wladyka Przybylak M., Mankowski J.** Cellulosic Bast Fibres, their Structure and Properties Suitable for Composite Applications, *Cellulose Fibers: Bio-and Nano-polymer Composites*, 2011, 97–119.
- [12]: *Chemical engineering news « Calling All Chemists »*, vol. 86, issue 33, 2008, 59-68.

[13]:**Hossen Beg M.D.**The Improvement of Interfacial Bonding, Weathering and Recycling of Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites .Thésededoctorat,University of Waikato, Hamilton, NewZealand2007.

[14]:**Mohanty A.K., Khan M.A., Hinrichsen G.** Influence of chemical surface modification on the properties of biodegradable jute fabrics-polyester amide composite. Composites Part A: Applied Science Manufacturing, Vol. 31, n° 2, 2000,143-150.

[15]:**Barreto A.C.H., Rosa D.S., Fechine P.B.A., Mazzetto S.E.** Properties of sisal fibers treated by alkali solution and their application into cardanol-based biocomposites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol.42, 2011,492-500.

[16]:**Jacob John M., Thomas S.** Biofres and biocomposites, Carbohydrate Polymers, 71,2008, 343-364.

[17]:**Mohanty A. K., Misra M., Drzal L. T.** (Eds.). Natural fibers, biopolymers, and bio composites. CRC Press,2005.

[18]:**Rogge E.** Extraction et étude des propriétés physiques et mécaniques des fibres d'alfa (espartograss) en vue d'applications textiles. Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs Sud-Alsace (UHA), 2009 -2010.

[19]:**Rahmoune M. A., Benhamou A., Fernane F., Toufaily J.** Effect of treatment with soda and dimethoxydimethylsilane on water absorption and thermal stability of olive pomace flour and date stone . Journal of Materials and Environmental Science, Vol.6, 2015,2655-2664.

[20]:**Chen C. L.** Lignin occurrence in woody tissues, isolation, reaction, and structure. Dans: Wood structure and composition. Eds. M. Lewin, I. S. Golstein, Chap. 5. New York, Marcell Dekker Inc1991.

[21]:**Sarkanen K. V.** Precursors and their polymerization. Lignins: Occurrence, formation, structure and reactions . Eds. K. V. Sarkanen, C. H. Ludwig. Wiley-Interscience. Ch.4.95, 1971.

[22]:**Fiore V., Scalici T., Nicoletti F., Vitale G., Prestipino M., Valenza A.** A new ecofriendly chemical treatment of natural fibres: Effect of sodium bicarbonate on properties of sisal fibre and its epoxy composites. Composites Part B: Engineering, Vol. 85, 2016,150-160.

- [23]:**Sedan D.** Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre/ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composites .Thèse doctorat, Université de Limoges, France, 2007,129p.
- [24]:**Paul S. A., Boudenne A., Ibos L., Candau Y., Joseph K., Thomas S.** Effect of fiber loading and chemical treatments on thermophysical properties of Banana fiber/polypropylene commingled composite materials. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, Vol. 39, 2008,1582-1588.
- [25]:**Borchani K.E.** Développement d'un composite à base d'un polymère biodégradable et de fibres extraites de la plante d'Alfa. Thèse de doctorat, Université de Lyon, France,2016.
- [26]:**Akchiche O., Messaoud Bouregda K.** Esparto Grass (Stipa Tenacissima L), RawMaterial of Papermaking. First Part, ХИМИЯРАСТИТЕЛЬНОГОСЫРЬЯ, 2007.№4. С 25-30.
- [27]:**Paiva M.C., Ammar I., Campos A.R., Cheikh R.B., Cunha A.M.**Alfa fibres: Mechanical, morphological and inter facial characterization. Composites Science and Technology, 67, 2007,1132-1138.
- [28]:**Brahim S.B., Cheikh R.B.** Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite. Composites Science and Technology, 67, 2007,140-147.
- [29]:**BouiriB.,AmraniM.**Production of dissolving grade pulp from Alfa.Bio resources,5(1), 2009,291-302.
- [30]: L'alfa : Importance écologique et socio-économique, Portail de l'agriculture marocaine, Terre et Vie, N°61-62, (Novembre2002).
- [31]: le site de la société nationale de cellulose et de papier alfa<http://www.sncpa.com.tn>
- [32]:**Ben Hassen M.** Elaboration de non tissés à base de fibres d'alfa. Disponiblesur : non-woven.blogspot.fr
- [33]:**Hamour N., Amar Boukerrou A., HocineDjidjelli H.** Effects of MAPP Compatibilization And Acetylation Treatment Followed by Hydrothermal Aging onPolypropylene AlfaFiber Composites. HindawiPublishing Corporation International Journal of Polymer Science, Volume 2015, Article ID 451691, 9 pages.
- [34]:**Mouhoubi S., Osmani H., Bali T., Abdeslam S.** Elaboration et étude des propriétés des compositespolyesters/alfatraitéeetnontraitée, Verres,Céramiques&Composites, Vol.2,N°1, 2012,34-40.

- [35]: **Hammiche D., Amar Boukerrou A., Hocine Djidjelli H., Yves-Marie Corre Y.M., Grohens Y., Pillin I.** Hydrothermal ageing of alfa fiber reinforced polyvinyl chloride composites, *Construction and Building Materials* 47, 2013, 293-300.
- [36]: **Khaldi M., Vivet A., Poilâne C., Ben Doudou B., Chen J., Bourmaud A., Sereir Z.** Etude en rupture d'un composite à fibres végétales d'Alfa. *MATERIAUX* 2014, 24-28 Novembre 2014, COLLOQUE 01 ECOMATERIAUX.
- [37]: **Dalle M.** Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (*Stipa Tenacissima L.*): caractérisation physico-chimique de la fibre au fil. PhD Thesis, Université de Haute Alsace – Mulhouse, France, 2012.
- [38]: **Hanana S., Elloumi A., Placet V., Tounsi H., Belghith H., Bradai C.** An efficient enzymatic-based process for the extraction of high-mechanical properties alfa fibres. *Ind. Crops Prod.* 70, 2015, 190-200.
- [39]: **Brahim S.B., Cheikh R.B.** Influence of fibre orientation and volume fraction on the tensile properties of unidirectional Alfa-polyester composite ». *Compos. Sci. Technol.* 67, 2007, 140-147.
- [40]: **A. Nefzaoui.** Contribution à la rentabilité de l'oléiculture par la valorisation optimale des sous-produits. Tunisie. (1987, Janvier).
- [41]: **CNUCED.** (2010). Récupéré sur <http://r0.unctad.org/infocomm/francais/olive/technologie.html>
- [42]: **R.K.B. Derriche.** Valorisation of olive oil cake by extraction of hemicelluloses. *Journal of Food Engineering* (78), pp. 1149-1154. (2007).
- [43]: **F.B. Maurizio Canetti.** Thermal degradation behaviour of isotactic polypropylene blended with lignin. *Polymer Degradation and Stability* (91), pp. 494-498. (2006).

