

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. MIRA – BEJAIA
Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés



Mémoire de fin de cycle
En vue de l'obtention du diplôme

MASTER

Filière : Génie des Procédés
Option : Génie des Polymères

Thème

Etude du comportement d'un composite polyester et fibre d'origine animal sous sollicitations thermique

Présenté par
MESSAOUDI Somia
et HAMADI Célia

Encadré par
Mme. Nacera CHIBANI MCB
Co-Encadré par
Mme. Hassiba HAMADACHE Dr

Devant le jury composé de
Mr. Hocine DJIDJELLI
Mme. Chadia IHAMOUCHE
Mr. Madani MAMMAS

Professeur Président
MCB Examinatrice
Ingénieur Invité

Promotion 2020/2021

Remerciements

On remercie le Dieu le tout puissant de m'avoir donné la patience et le courage pour suivre mes études.

*Nous souhaitons adresser nos remerciements les plus profonds à notre encadreur **Mme N. CHIBANI** pour le suivi de ce travail au fur et à mesure de son avancement.*

*Par la même occasion, nous présentons nos remerciements à **Mme HAMADACHE** pour son orientation, sa disponibilité, sa rigueur et son sens de l'écoute et de l'échange.*

Nos vifs remerciements vont au d'avoir accepté la présidence du jury, nous tenons compte à exprimer toute nos reconnaissances au et au qui nous ont fait l'honneur d'examiner notre travail, leurs regards critiques ne sauront que rehausser le niveau de notre savoir faire.

*Je tiens à remercier également monsieur **Ait HACENE Saïd** ingénieur de laboratoire de recherche **LMMC** pour toute l'aide qu'il nous a apportée pour l'accomplissement de ce travail.*

Merci également aux techniciens et aux ingénieurs du Département de Génie des Procédés sans qui ce mémoire ne serait pas illustré.

Ma reconnaissance va également à tous ceux qui ont contribué à notre formation ainsi que tous ceux qui ont participé de près ou de loin à l'aboutissement de ce travail.

Dédicaces

Tout d'abord je remercie Dieu le tout puissant de m'avoir donnée le courage, la santé, et de me voir accordé son soutien durant les périodes les plus difficiles.

A mon très cher papa qui a tant espéré voire ce jour, qu'il trouve dans ce travail l'expression de ma profonde gratitude et qu'il soit fier de moi comme il l'a toujours été.

A ma chère maman, signe d'amour et de tendresse, qui m'a soutenu durant mes études et qui ne m'a jamais privé de son amour, de son attention et de son encouragement, à toi maman je dédie ce travail.

A mes chères sœurs Amel et ça fille Aridje et ma sœur chaima, que j'aime énormément, pour leur patience, soutien et leur sentiments d'amour aux moments les plus difficiles. Je vous souhaite plein de succès, de joie de bonheur. Que Dieu vous protège et vous garde et illumine vos chemins.

A mon mari, pour sa gentillesse et son soutien inconditionnels et précieux,

A ma chères famille « MEESAOUDI » et « AZZOUG ».

A mes très chères cousines.

A ma chère amis et binôme Célia, que je tien spécialement à remercier pour sa patience qu'a pu donner naissance à ce travail. Ainsi qu'à sa famille.

A mon adorable, sœur, amis, cousine Roumaissa.

A mes chères amies Hanane et Nesrine.

A mes chères amies qui m'ont aidé de près ou de loin à finaliser ce travail.

SOUMIA

Dédicaces

Je dédie ce travail

À l'ensemble de mes proches. Leur amour, leur confiance et leur soutien m'ont aidée à surmonter bien des obstacles, en particulier mes très chers parents et ma belle famille qui m'ont toujours soutenue, sans eux rien ne serait possible, qu'ils trouvent ici toute ma gratitude et toute ma reconnaissance.

À mon cher mari et mon petit Anés

À mon très cher frère Hicham et mes chères sœurs Nesrine, Ryma, Ikrame.

À mes belles sœurs Hayette, Karima, Lida et Nassima.

À tous ce que j'aime et qui m'aiment qu'ils trouvent ici l'expression de mes sentiments les plus vifs.

À Somia

CELIA

Sommaire

Introduction générale.....	Erreur ! Signet non défini.
Chapitre I : Synthèse bibliographique	
Introduction	Erreur ! Signet non défini.
I. Matériaux composites	Erreur ! Signet non défini.
I.1 Définition	Erreur ! Signet non défini.
I.2 Les constituants des matériaux composites	Erreur ! Signet non défini.
I.2.1 Les matrices	Erreur ! Signet non défini.
I.2.2 Les renforts	Erreur ! Signet non défini.
I.3 Interfaces fibres/matrice.....	Erreur ! Signet non défini.
I.3.1 Les traitements physiques	Erreur ! Signet non défini.
I.3.2 Les traitements chimiques.....	Erreur ! Signet non défini.
I.4 Mise en œuvre des composites therm durcissables.....	Erreur ! Signet non défini.
I.4.1 Moulage par projection simultanée.....	Erreur ! Signet non défini.
I.4.2 Moulage par compression	Erreur ! Signet non défini.
I.4.3 Moulage sous vide	Erreur ! Signet non défini.
I.4.4 Moulage par transfert de résine.....	Erreur ! Signet non défini.
I.4.5 Moulage au contact	Erreur ! Signet non défini.
I.5 Vieillissements du composite	Erreur ! Signet non défini.
I.5.1 Différents types de vieillissement	Erreur ! Signet non défini.
I.5.2 Etats d'arts sur le vieillissement thermique	Erreur ! Signet non défini.
I.6 Conclusion	Erreur ! Signet non défini.
Chapitre II : matériaux et techniques	
Introduction	Erreur ! Signet non défini.
II.1 Matériaux.....	Erreur ! Signet non défini.
II.1.1 Produits de base	Erreur ! Signet non défini.
II.2 Déchets de plumes	Erreur ! Signet non défini.
II.2.1 Traitement mécaniques des fibres de plume.....	Erreur ! Signet non défini.
II.2.2 Traitement chimique de la fibre de plume de poulet	Erreur ! Signet non défini.
II.3 Elaboration des matériaux	Erreur ! Signet non défini.
II.3.1 Eprouvettes	Erreur ! Signet non défini.
II.4. Exposition thermique des échantillons	Erreur ! Signet non défini.
II.5 Techniques d'analyse.....	Erreur ! Signet non défini.
II.5.1 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	Erreur ! Signet non défini.
II.5.2 Analyse thermogravimétrique	Erreur ! Signet non défini.
II.6 Caractérisations mécaniques.....	Erreur ! Signet non défini.
II.6.1 Essais de traction	Erreur ! Signet non défini.
II.6.2 Essai de flexion trois points	Erreur ! Signet non défini.
Chapitre III : résultats et discussions	
Introduction	Erreur ! Signet non défini.
III.1 Première partie: Effet des traitements chimique de la fibre sur les propriétés des composites fibres de plume/résine UP traitée et non traitée	Erreur ! Signet non défini.
III.1.1 Analyse spectroscopique (ATR)	Erreur ! Signet non défini.
III.1.2 Analyse thermogravimétrique	Erreur ! Signet non défini.
III.1.3 Caractérisation mécanique	Erreur ! Signet non défini.
III.2 Deuxième partie: Effet du vieillissement thermique sur les propriétés des composites fibres de plume/résine UP traitée et non traitée	Erreur ! Signet non défini.
III.2.1 Analyse spectroscopique (ATR)	Erreur ! Signet non défini.
III.2.2 Observations visuelles.....	Erreur ! Signet non défini.

III.2.3 Caractérisation mécanique	Erreur ! Signet non défini.
conclusion general.....	61

Listes des figures,
tableaux et
abréviations

Liste des figures

Chapitre I : Synthèse bibliographique

Figure I.1 : Constituants d'un composite.

Figure I.2 : Différents types de matrices.

Figure I.3 : Réaction d'obtention des résines de polyesters insaturés à partir de diol.

Figure I.4 : Réaction d'obtention des résines de polyesters insaturés à partir d'un époxyde.

Figure I.5 : Structure d'un copolymère de Graft.

Figure I.6 : Différents types de renforts.

Figure I.7 : Classements des fibres naturelles.

Figure I.8 : Les différents types du plume.

Figure I.9 : La structure des plumes.

Figure I.10 : Coupe transversale d'une barbe obtenue par ESM.

Figure I.11 : Traitement des fibres par une solution de soude.

Figure I.12 : Schéma de la réaction entre le bois et un anhydride d'acide.

Figure I.13 : La réaction entre la fibre prétraitée et le chlorure de benzoyle.

Figure I.14 : Réaction des fibres naturelles avec les permanganates.

Figure I.15 : Réaction des silanols avec les groupements hydroxyle des fibres végétales.

Figure I.16 : Moulage par projection simultanée.

Figure I.17 : Méthode de moulage par compression.

Figure I.18 : Méthode du moulage sous vide.

Figure I.19 : Principe du moulage par injection de résine.

Figure I.20 : Principe du moulage au contact.

Figure I.21 : Courbe de vieillissement « échelle semi-logarithmique ».

Figure I.22 : Cinétique classique d'évolution des propriétés mécanique des matériaux soumis au vieillissement.

Figure I.23 : Pénétration d'un solvant dans un polymère.

Figure I.24 : (a) : thermogravimétrie de la résine UP sous air. (b): consommation de l'O₂ lors de la décomposition de la résine.

Figure I.25 : Courbes de traction en température du composite verre/UP.

Figure I.26 : Effet de la dégradation thermique sur les modes de rupture en traction.

Chapitre II : Matériaux et techniques

Figure II.1 : Présentation des plumes avant et après traitement.

Figure II.2 : Installation de l'hydroxyde de sodium (NaOH) de la fibre.

Figure II.3 : Installation de l'acétylation de la fibre.

Figure II.4: Eprouvettes en résine UP seule d'essais pour la traction.

Figure II.5 : Eprouvette en résine UP seule pour la flexion.

Figure II.6 : éprouvettes d'essais en matériau composite pour la traction.

Figure II.7 : épruvettes d'essais en matériau composite pour la flexion.

Figure II.8 : STA PT 1600.

Figure II.9 : machine d'essais universelle électromécanique de marque Zwick+ Roelle Z050.

Figure II.10 : machine de flexion électromécanique de marque Zwick + Roelle Z.

Chapitre II : Résultats et discussions

Figure III.1 : Spectre (ATR) des composites à fibre de plume de poulet brute et traitée.

Figure III.2 : Thermogramme ATG de la résine UP, CNT, CTA et CTB.

Figure III.3 : Thermogramme DTG de la résine UP, CNT, CTA et CTB.

Figure III. 4: Evolution de la contrainte à la rupture des composites CNT et CTA.

Figure III.5 : Evolution de l'allongement à la rupture des composites CNT et CTA.

Figure III.6 : Evolution de Module d'élasticité des composites CNT et CTA.

Figure III.7 : Evolution de la charge à la rupture des composites CNT et CTA.

Figure III.8 : Evolution du déplacement à la rupture des composites CNT et CTA.

Figure III.9: Evolution du module de flexion des composites CNT et CTA.

Figure III.10 : Spectre (ATR) des composite à fibre de plume brute et traitée avant et après le vieillissement.

Figure III.11 : Observations visuelles des composites CNT, CNTV, CTA, CTAV, CTB, CTBV avant et après le vieillissement.

Figure III.12: Evolution de la contrainte à la rupture des composites CNT et CTA avant et après vieillissement.

Figure III.13: Evolution De l'allongement à la rupture des composites CNT et CTA avant et après vieillissement.

Figure III.14: Evolution du module d'élasticité des composites CNT et CTA avant et après vieillissement.

Figure III.15: Evolution de la charge à la rupture des composites CNT et CTA avant et après vieillissement.

Liste des tableaux

Chapitre I : Etude bibliographie

Tableau I.1 : Les propriétés mécaniques des polyesters insaturés (UP).

Tableaux I.2: Avantages et inconvénients de résines polyesters insaturés.

Tableau I.3: Les propriétés physiques des plumes.

Tableau I.4: Les propriétés mécaniques des barbes de plumes de poulets.

Tableau I.5 : Principaux types de processus de vieillissement.

Chapitre II : Matériaux et techniques

Tableau II.1 : Caractéristiques de la résine.

Tableau II.2: Production par année de poulet de chair, de poule pondeuse et de dinde dans la wilaya de Béjaïa.

Tableau II.3: Masse des plumes générées par la production du poulet de chair, de poules pondeuses et dindes dans la wilaya de Bejaïa durant les années 2014 à 2020.

Tableau II.4 : Composition des formulations.

Chapitre III : Résultats et discussions

Tableau III.1 Propriétés thermiques du UP et des composites.

Liste des abréviations

TP : Les matrices thermoplastiques.

Tg : température de transition vitreuse.

Tf : température de fusion.

TD : thermodurcissables.

PU : Le polyester insaturé.

GD : Grandes Diffusion.

PAN : polyacrylonitrile.

HR : Fibres haute résistance.

HM : Fibres haut module.

UV : rayonnement Ultraviolet.

PP : polypropylène.

OPEFB : fruit de palmier.

PVC : polychlorure de vinyle.

KMnO₄ : permanganate de potassium.

T_d : température de décomposition.

FT-IR : Spectrométrie Infrarouge à Transformée de Fourier.

TGA : l'Analyse Thermogravimétrie.

UE : l'Union Européenne.

NaOH : l'hydroxyde de sodium.

Introduction générale

Introduction générale

Face aux problèmes écologiques, environnementaux et énergétiques, les matériaux d'origine biologique sont l'objet de nombreuses investigations tant au niveau académique qu'industriel. Les fibres naturelles cumulent de nombreux atouts: ressources renouvelables et abondantes, faible coût et propriétés mécaniques spécifiques élevées [1]. C'est l'ensemble de ces qualités qui justifie leur utilisation dans la fabrication des composites.

Durant cette dernière décennie, plusieurs travaux de recherche ont été menés sur les fibres naturelles d'une source animal (laine, soie et la fibre de plume) ou végétale (jute, le lin, le chanvre, la fibre de coco et de sisal). Ces fibres peuvent être utilisées comme renfort pour les thermodurcissables et thermoplastiques.

Cependant, l'adhésion interfacial fibre/matrice est particulièrement très importante. En effet, les fibres et les matrices polymériques sont généralement pas ou peu compatibles avec les matrices thermoplastiques. De nombreuses études ont donc porté sur l'amélioration de cette cohésion, notamment par le biais de traitements physiques ou chimiques des fibres.

Le traitement de la surface par la modification chimique est le meilleur moyen d'amélioration de la compatibilité entre les fibres naturelles et les polymères. Parmi ces méthodes, on peut citer: l'estérification [2], le traitement alcalin [3], le traitement par les silanes [4], et l'utilisation d'agents de couplage [5].

Parfois, la modification chimique des fibres naturelles n'améliore pas les propriétés des composites polymère/fibres naturelles en particulier les propriétés mécaniques, en raison de la détérioration et la dégradation que peut subir la fibre lors du traitement chimique [6-8].

La mise en valeur des ressources locales disponibles en grande quantité, apporte une alternative forte intéressante aux problèmes environnementaux et à l'épuisement probable, des ressources fossiles. La plume de poulet est l'une de ces ressources naturelles, c'est un sous produit des rejets des abattages de volailles. Chaque année, des milliers de tonnes de ces plumes brûlées ou carrément rejetés dans la nature. Ces plumes, provenant de l'abattage de volaille sont constituées de matière riche en protéines de nature kératinique. Leur décomposition dans la nature en aérobie provoque des dégagements de gaz nocifs et des odeurs nauséabondes. Ce qui peut causer de sérieux problèmes de pollution à l'environnement. Des recherches récentes montrent que les déchets de plumes de poulet ont un potentiel efficace à être utilisé comme renforcement en évitant de brûler la plume de poulet [9]. C'est l'abondance de ce déchet qui a motivé le choix de la fibre de plume de poulet comme renfort dans la fabrication des matériaux composites à matrice polyester insaturée (UP). Beaucoup de travaux de recherche sont consacrés aux composites UP /charges

minérales telles que la fibre de verre [10-12] ou UP/charges lignocellulosiques [13-14], mais ils sont rare ceux qui ont étudié les composites polymères renforcés avec la fibre de plumes.

Par ailleurs, ces matériaux peuvent être sujets à une élévation de température pouvant être modérée lorsqu'il s'agit de présence de source de chaleur modérée ou température estivale excessive. L'élévation de température peut, également, être extrême dans des cas accidentels (incendie). Dans les deux cas, une connaissance rigoureuse du comportement du matériau et de la structure vis-à-vis de la température s'impose.

Les différents types de dégradation qui se produisent pendant l'exposition thermique peuvent bien mener à la ruine du matériau ou de la structure composite si la température est suffisamment élevée et si le temps d'exposition est suffisamment long. Dans le cas contraire, pour une température non excessive ou un temps d'exposition réduit, les matériaux et les structures composites peuvent continuer leur service, soit dans leur état, soit en leur apportant des réparations adéquates.

C'est pourquoi, la compréhension de l'évolution des propriétés physiques, chimiques et mécaniques de ces matériaux soumis à des températures modérées à élevées ainsi que leurs modes de dégradation a été choisie comme sujet de recherche dans cette étude.

Le travail comprendra trois chapitres :

- Dans le premier chapitre, composé de trois parties. La première partie sera consacré aux généralités des matériaux composites. La deuxième partie décrira les mécanismes de vieillissement thermique et thermo-oxydant. Un état d'art sur les différents types d'endommagement de matériaux composites soumis à la thermo- oxydation seront exposés dans la troisième partie.
- le deuxième chapitre sera dédié à la présentation du mode d'élaboration des matériaux composite à la procédure de sollicitation thermique et aux différentes techniques de caractérisation ainsi qu'aux moyens utilisés;
- quant au troisième chapitre, il résumera les résultats obtenus lors des différentes caractérisations ainsi que leur discussion.
- Enfin, on terminera par une conclusion générale.

Références bibliographiques

- [1] : Kabir .M.M et al, « Mechanical properties of chemically treated hemp fiber reinforced sandwich composites », *Composites Part B*; 43: 159–169, 2012.
- [2] : Tserki. V et al, « A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibers », *Composites Part A*; 36: 1110–1118, 2005.
- [3] : Boukerrou .A et al, « Influence of alkaline treatment of alfa fiber on the mechanical, viscoelastic, thermal and morphological properties of PVC/alfa composites ». *Academic Journal Manufacturing Engineering*; 8: 24-29, 2010.
- [4] : Boukerrou .A et al, « Study and characterization of composites materials based on polypropylene loaded with olive husk floor ». *Journal of Applied Polymer Science*; 122: 1382-1394, 2011.
- [5] : Livia .D et al, « Effect of various surface modifications of wood flour on the properties of PP/wood composites ». *Composites Part A*; 41: 199–206, 2010.
- [6] : Bertoti .A.R et al, « Effects of acetylation in vapor phase and mercerization on the properties of sugarcane fibers ». *Carbohydrate Polymers*; 77: 20–24 ,2009.
- [7] : Vinodh kumar. S, « Inverstigation on mechanical properties of chicken feather fibers rienforced polymiric compostes », *Materials Today : proceeding 37* : 3767-3770, 2021.
- [8] : Belloul. N et al , « Effects of the aggressive environment on the damage of a glass polyester composite developed by hand layup process », *Advance in materials science and engineering* ; 130116 : 1-14, 2015.
- [9] : Belloul. N et al, « Effects of ageing in marine environment on glass fibre/unsaturated polyester composite», *Applied mechanics and materials 146* :51-63, 2011.
- [10] : Belloul. N et al, « Effect of temperature and initiator on glass fibre/unsaturated polyester composite : cross- linking, mechanical properties », DOI : 10.1007/978-90-481-2669-9 52, 2009.
- [11] : Taurino. R et al, « Development of glass-stalks-unsaturated polyester hybrid composites », *Composites Communications 22* : 100428, 2020.

Chapitre I

Synthèse bibliographique

Introduction

L'utilisation des matériaux composites connaît un grand essor, et ce dans tous les domaines de construction, l'automobile, électronique et aérospatial. Cet essor est dû, surtout, à une bonne familiarisation et un début de bonne maîtrise de la part de nombreux fabricants du domaine.

Les composites à fibres naturelles et matrice organique sont des matériaux peu coûteux, respectueux à l'environnement et ont de bonnes propriétés mécaniques qui s'obtiennent seulement aux conditions d'une bonne adhésion à l'interface fibre/matrice [1].

Cependant, les comportements de ces matériaux et leur durabilité restent tributaires aux facteurs de dégradation (H_2O , T, UV, O_2) dans les cas des systèmes non stabilisés. Autrement dit, ils connaissent des phénomènes d'endommagement qui leur sont propres et qui dépendent de leur emploi.

Sur ce, le présent chapitre sera consacré en premier lieu aux généralités sur les matériaux composites. On commencera par décrire les constituants des matériaux composites. Puis, on présentera les problèmes liées à l'interface des ces matériaux et aux solutions qui peuvent parvenir a ces problèmes.

La deuxième partie de ce chapitre sera consacrée aux vieillissements des matériaux composites. Cette partie traitera aussi les phénomènes et les mécanismes de dégradation thermique des polymères. Ensuite, on présentera un état de l'art de l'effet thermique sur le comportement des matériaux composites. L'accent sera mis, surtout, sur les composites et les polymères thermodurcissables.

I. Matériaux composites

I.1 Définition

Un matériau composite peut être défini comme l'assemblage de deux ou plusieurs constituants, l'assemblage final ayant des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des 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 des paramètres qui peuvent influencer les propriétés du matériau composite [2], on distingue deux classes de matériaux composites :

- ✓ Composite de grande diffusion ; le taux volumique de la matrice est de l'ordre de 50 à 70%.
- ✓ Composite à hautes performances. le taux volumique varie de 40 à 50% [3].

I.2 Les constituants 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 utilisées Figure I.1.

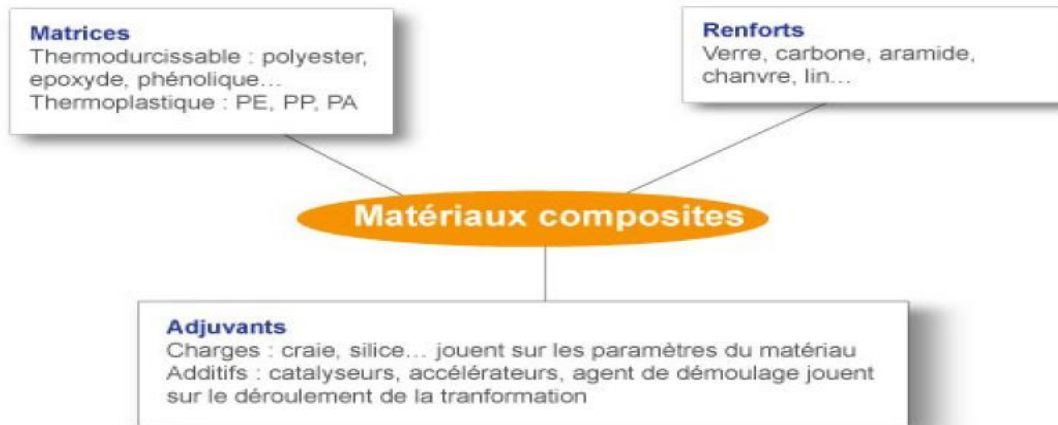


Figure I.1: Constituants d'un composite [4].

I.2.1 Les matrices

La matrice a pour but de transmettre les efforts mécaniques aux fibres (résistance à la flexion ou à la compression) et d'assurer leurs protections chimiques et de donner la forme au produit réalisé [5].

La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée par l'organigramme suivant (Figure I.2).

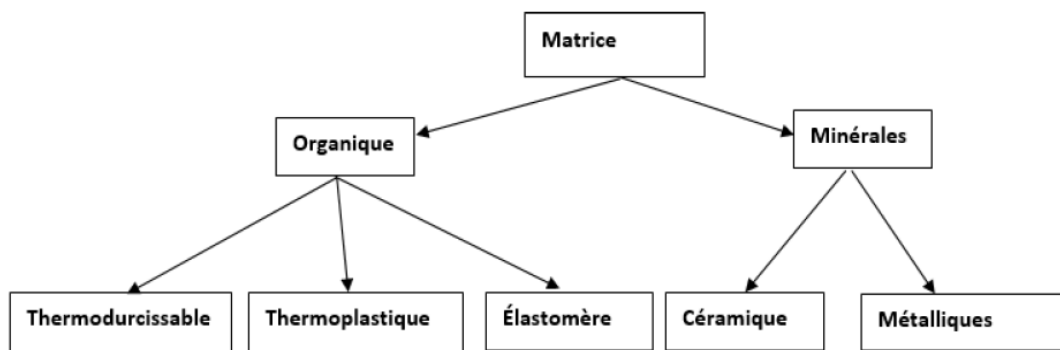


Figure I.2: Différents types de matrices [4].

Dans notre travail on s'intéresse aux composites à matrice organique, et on distingue deux grandes familles de matrice organique couramment utilisées :

1.2.1.1 Les matrices thermoplastiques (TP)

Elles sont constituées d'un ensemble de macromolécules longues, linéaires ou ramifiées et enchevêtrées entre elles. Les matrices thermoplastiques se présentent sous forme solide (granulés, plaques...) et que l'on met en forme en les ramollissant par chauffage, puis en les solidifiant par refroidissement, et cela de manière répétée. Elles sont mises en forme à l'état liquide à une température supérieure à leur température de transition vitreuse (T_g) pour les polymères amorphes ou à leur température de fusion (T_f) pour les polymères semi-cristallins. Les principales familles de thermoplastiques sont les polyoléfines (les polyéthylènes, les polypropylènes), les plastiques à base de polychlorure de vinyle, les acryliques et les polystyrènes [6,7].

1.2.1.2 Les thermodurcissable (TD)

Elles sont obtenues à partir de pré-polymères de faible poids moléculaire qui sont réticulés sous l'effet de la chaleur en présence de catalyseurs et de durcisseurs. Les thermodurcissables (TD), qui se présentent sous forme liquide visqueuse et que l'on met en forme en déclenchant une réaction chimique de polymérisation par ajout d'un durcisseur, ce qui entraîne une solidification. Le processus de solidification des TD, se fait de manière irréversible lorsqu'ils sont chauffés. Ils ne peuvent pas être remodelés plus tard par un nouveau chauffage.

Les résines thermodurcissables présentent une bonne résistance à la chaleur, un vieillissement lent et une bonne tenue aux agressions extérieures mais des durées de stockage avant mise en œuvre limitée, des temps de cuisson élevés ou encore des difficultés de recyclage. Les principales résines thermodurcissables utilisées dans l'industrie composite sont les résines époxydes, phénoliques et les résines polyesters insaturées [8].

1.2.1.2 Le polyester insaturé (PU)

Les polyesters insaturés sont des thermodurcissables qui sont principalement utilisés dans la fabrication des matériaux composites de Grande Diffusion (GD). Une résine PU contient un monomère insaturé qui est généralement le styrène, elle est réticulée à température ambiante par addition d'un catalyseur de type peroxydes organiques et d'un accélérateur. La résine passe successivement de l'état liquide visqueux à l'état de gel puis à l'état de solide infusible.

La réaction de durcissement dépend de la réactivité de la résine, de la forme de l'objet fabriqué, de la nature et du dosage du système catalytique.

b) Par un époxyde

La réaction de polyaddition se produit, dans ce cas, entre des monoépoxydes et des anhydrides saturés ou insaturés.

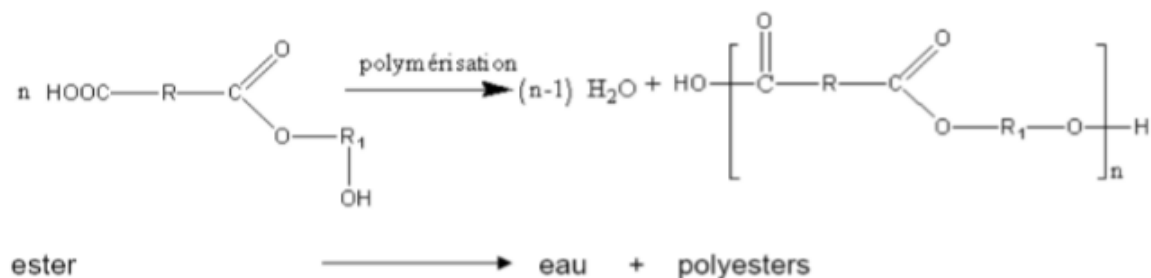


Figure I.4 : Réaction d'obtention des résines de polyesters insaturés à partir d'un époxyde.

I.2.1.2.3 Copolymérisation des résines de polyesters insaturées

La résine liquide polyester obtenue peut être transformée en résine solide au moyen d'une autre réaction chimique appelée copolymérisation.

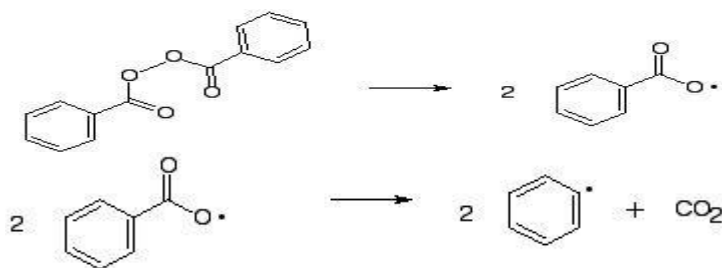
La résine dans un solvant réactif qui réagit sur les groupes non saturés pour donner un polymère tridimensionnel de chaînes polyester liées par des petites chaînes polystyrène (3 à 5 motifs en général). Le pontage qui se produit activé par un mécanisme à radical libre qui provoque l'ouverture des doubles liaisons. La réaction de copolymérisation est déclenchée par un système catalytique, dont le choix, fonction du procédé utilisé (rôle de la température), est l'une des bases de la technicité de ces produits.

La vitesse de dissociation de ces peroxydes peut être augmentée au moyen de certains sels métalliques ou de certaines aminées. L'accélérateur d'emploi général le plus connu est le naphthénat de cobalt, qui s'emploie normalement avec le peroxyde de méthyl-éthylecétone.

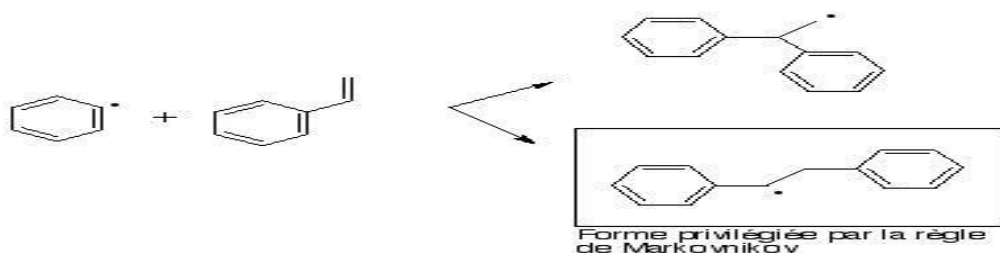
Il permet ensuite de régler le démarrage de la copolymérisation (réticulation) en rendant possible, en particulier, par son effet retardateur, l'imprégnation des fibres de verre, pour les composites, ou la dispersion des charges minérales pour les systèmes agglomérés compte tenu de l'efficacité spécifique liée à la température [12,13].

- **Mécanisme de réticulation des résines polyester insaturé**

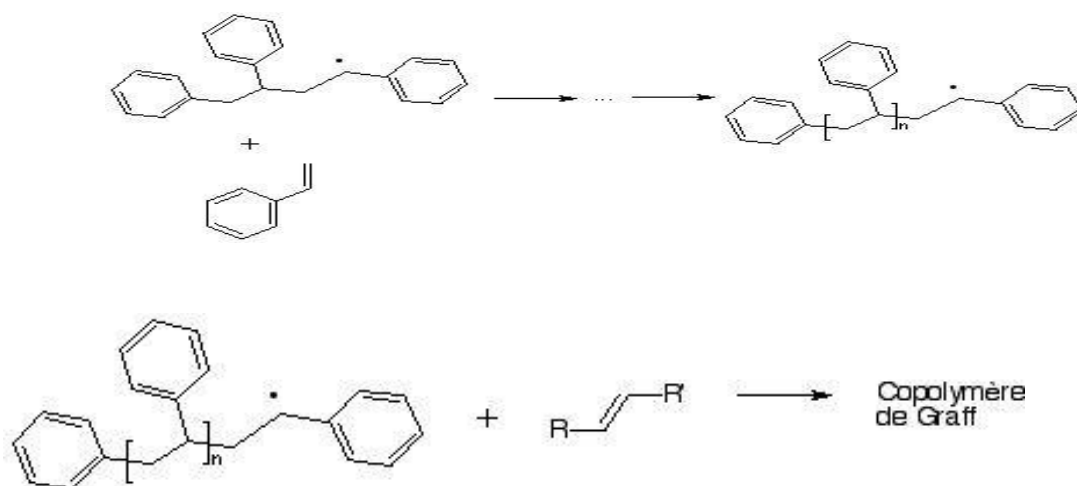
Le passage du mélange précédent de la phase liquide à la phase thermodurcie peut être divisé en quatre étapes : la première étape c'est l'initiation de la réaction sous l'effet de l'accélérateur le catalyseur se décompose en radicaux libres de la forme R-O [14];



Ensuite, le radical attaque le lien pi du monomère de styrène comme suit (phase de propagation):



Finalement, le polystyrène finit par se greffer (par addition radicalaire) à un électron pi d'une liaison insaturée du polyester pour former ce qu'on appelle un copolymère de Graff.



On voit bien sur la Figure I.5 qu'un copolymère de Graff présente une structure en réseau, une structure très différente de celle à l'état initial (linéaire). Cette transformation explique l'observation d'un changement de phase à l'échelle macroscopique.

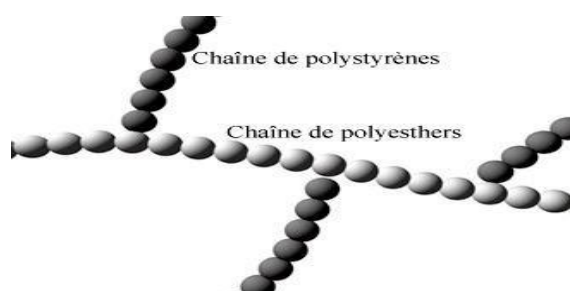


Figure I.5: Structure d'un copolymère de Graft [15].

I.2.1.2.4 Propriétés et caractéristiques des résines UP

a) Propriétés physique

- Densité (1,13 à 1,50) : mesuré la densité de polyester insaturé nous permet de calcul du retrait volumique.
- Retrait : C'est une des propriétés inévitables et gênantes des polyesters car il accompagne toute copolymérisation et il est lié au taux de doubles liaisons, son ordre est de 6 à 10 %.
- Dureté : elle est fonction de la température de mesure et des matières premières. On l'exprime dans des échelles conventionnelles : dureté Barcol (35 à 40) ou dureté Persoz (230 à 250).

b) Propriétés chimiques

La tenue des polyesters insaturés aux divers agents chimiques est liée à leur structure qui présente deux points faibles, leurs fonctions esters qui peuvent être hydrolysées et les ponts « styréniques » qui sont sensibles aux oxydants et aux solvants.

Les résines polyesters insaturées ont la capacité de résister aux acides jusqu'à une concentration de 20% (sauf aux acides oxydants concentrés), Sels, Alcools (résines isophtaliques surtout), Hydrocarbures à température ambiante.

Elles sont attaquées par les agents Alcalis (saponification), cétones, solvants halogénés, les esters et les bases et les acides oxydants.

c) Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des polyesters insaturés dépendent de la nature des charges et des fibres ajoutées à ses résines.

Les propriétés mécaniques d'UP sont représentées dans le tableau I.1.

Tableau I.1: Les propriétés mécaniques des polyesters insaturés (UP).

Propriétés	Unités	UP rigide	UP souple
Contrainte à la rupture	MPa	50 à 62	5 à 18
Allongement à la rupture	%	2 à 3	18 à 140 -
Module d'élasticité (traction)	MPa	2850 à 3450	570 à 1000
Contrainte en flexion : rupture	MPa	100 à 115	Pas de bris
Module d'élasticité (flexion)	MPa	3100	340
Résistance en compression	MPa	90 à 200	-
Résistance au choc IZOD entaillé	J/m	10	-
Dureté Barcol	-	46	-

1.2.1.2.5 Avantages et inconvénients de l'utilisation de la résine polyester

La résine polyester peut présenter des avantages et des inconvénients au cours de l'utilisation.

Ces dernières sont représentées dans le tableau suivant :

Tableaux I.2: Avantages et inconvénients de résines polyesters insaturés [1].

Avantages de résine polyester	Inconvénients de résine polyester
-Stabilités dimensionnelles ; -Bonne mouillabilité des fibres et des tissus Renforts ; -Bonne tenue chimique ; -Bonne rigidité ; -Etuvage non indispensable.	-Fragile au choc et faibles propriétés à partir de 120 C° ; -Retrait important de 8% à 10% ; -Très fort réactivité ; -Odeur nauséabonde ; -Difficulté des Mélanges en faible quantité.

I. 2.2 Les renforts

On définit un renfort comme étant un produit permettant d'améliorer les propriétés d'un polymère c'est-à-dire les propriétés mécaniques, chimiques et thermiques. Ils jouent un rôle d'armature ou de squelettes de la matrice. Les renforts se présentent généralement sous la forme de fibres, dont la conception de l'orientation au sein du composite dépend principalement de la direction du chargement mécanique à supporter.

Les caractéristiques recherchées pour les fibres sont :

- ✓ les propriétés mécaniques élevées
- ✓ masse volumique faible.
- ✓ Bonne compatibilité avec la matrice.
- ✓ Facilité de mise en œuvre.
- ✓ Prix réduit, etc.

La classification des types des renforts couramment rencontrés est indiquée sur la Figure I.6.

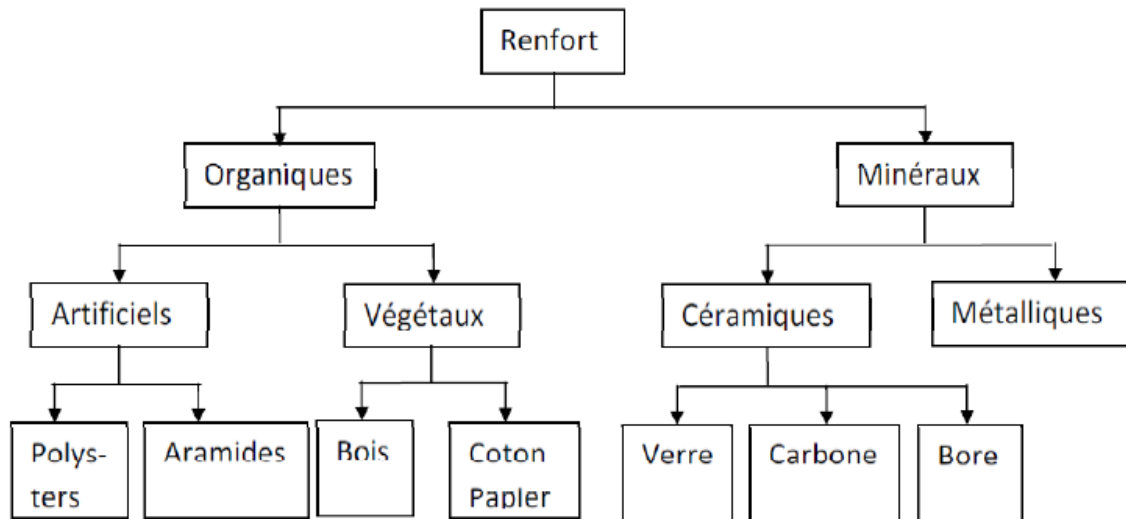


Figure I.6: Différents types de renforts [2].

Selon la géométrie et la teneur utilisée dans le composite, les renforts sont partagés dans deux familles principales :

- les charges ;
- les renforts fibreux.

I.2.2.1 La charge

On désigne sous le nom général la charge toute substance inerte, minérale ou végétale qui, ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques, d'améliorer l'aspect de surface ou bien, simplement, de réduire le prix de revient du matériau transformé. Les propriétés ainsi conférées aux résines dépendent de la nature et de la forme du renfort utilisé (poudre, fibre, filament....etc.) ainsi que de la quantité ajoutée. Les renforts fibreux donnent lieu à une interaction importante entre leur surface et la matrice, ce qui explique leur rôle renforçant. On obtient ainsi une meilleure tenue au choc et une plus grande rigidité [16].

I.2.2.2 Les fibres

Les fibres peuvent être organiques ou inorganiques. Il y a plusieurs types de renforts et on peut citer, les fibres de verre, les fibres de carbone, les fibres aramides et les fibres naturelles (lin, coton, chanvre, farine de bois, jute, cellulose, ...).

I.2.2.2.1 Les fibres de verre

Elles constituent le renfort essentiel des composites, utilisé dans plus de 95% des matériaux composites, et plus particulièrement pour les produits de grande diffusion. Elles ont une bonne adhérence entre fibres et résines (matrices), bonnes propriétés mécaniques, mais inférieures à celles de la fibre de carbone, et aussi possèdent des propriétés d'isolation électrique acceptables pour la plupart des applications [3].

On distingue trois types de fibres de verre:

- ✓ Les fibres E : pour les composites de grande diffusion et les applications courantes;
- ✓ Les fibres R : pour les composites hautes performances ;
- ✓ Les fibres D : pour la fabrication de circuits imprimés (propriétés diélectriques) [16].

I.2.2.2.3 Fibres de carbone

Les fibres de carbone sont élaborées à partir d'un polymère de base appelé précurseur, se présentant lui-même sous forme de fibres orientées et réticulées, ces fibres sont les plus utilisées dans les applications hautes performances. Actuellement, les fibres utilisées sont les fibres acryliques élaborées à partir du polyacrylonitrile (PAN), elles sont obtenues par décomposition thermique de fibres (PAN) sans fusion, aboutissant à une graphitassions [9].

Les fibres de carbone possèdent de très bonnes caractéristiques mécaniques d'autant plus que leur masse volumique est faible, elles ont un excellent tenu en température, en atmosphère non oxydantes [17].

On distingue deux types de fibres de carbone :

- ✓ Fibres haute résistance (HR) : pour une température de 1000 à 1500 °C ;
- ✓ Fibres haut module (HM) : pour une température de combustion de 1800 à 2000°C [16].

I.2.2.2.4 Fibres d'aramide

Elles sont souvent appelées KEVLAR, les fibres d'aramide sont issues de la chimie des polyamides aromatiques obtenus par synthèse à basse température (environ de -10°C). Les fibres d'aramides possèdent des propriétés mécaniques élevées en traction comme les carbones mais leurs résistances à la compression est faibles, elles sont essentiellement utilisées avec des matrices métalliques ou céramiques, pour la fabrication des aubes de compresseur, les turbines, etc [17].

Il est possible de trouver deux types de fibres d'aramide de rigidités différentes :

- ✓ Les fibres bas module : utilisées pour les câbles et les gilets pare-balles ;
- ✓ La fibre haute module : employées dans le renforcement pour les composites hautes performances [16].

I.3.2.2.4 Fibres naturelles

Les fibres naturelles sont des structures biologiques et présentent en général de bonnes propriétés mécaniques, mais leur utilisation est limitée par leur caractère hydrophile et leur faible stabilité thermique. De même, la comptabilisation fibres-matrice va dépendre non seulement de la nature des fibres mais également de la nature de la matrice de polymère [18]. La structure, les dimensions des cellules et la composition chimique des fibres naturelles sont les principales variables qui conditionnent l'ensemble des propriétés des fibres. En règle générale, la résistance à la traction et le module d'Young des fibres croît avec l'augmentation de la teneur en cellulose [19]

Les fibres naturelles peuvent constituer une alternative intéressante aux fibres de verre en raison de leur plus grande facilité de recyclage et leur caractère écologique, ainsi que leurs différents avantages tels que:

- ✓ Faible coût.
- ✓ Biodégradabilité.
- ✓ L'inexistence d'irritation cutanée lors de la manipulation des fibres.
- ✓ Ressources renouvelables.
- ✓ Propriétés mécaniques importantes.
- ✓ Non abrasif pour les outillages [20].

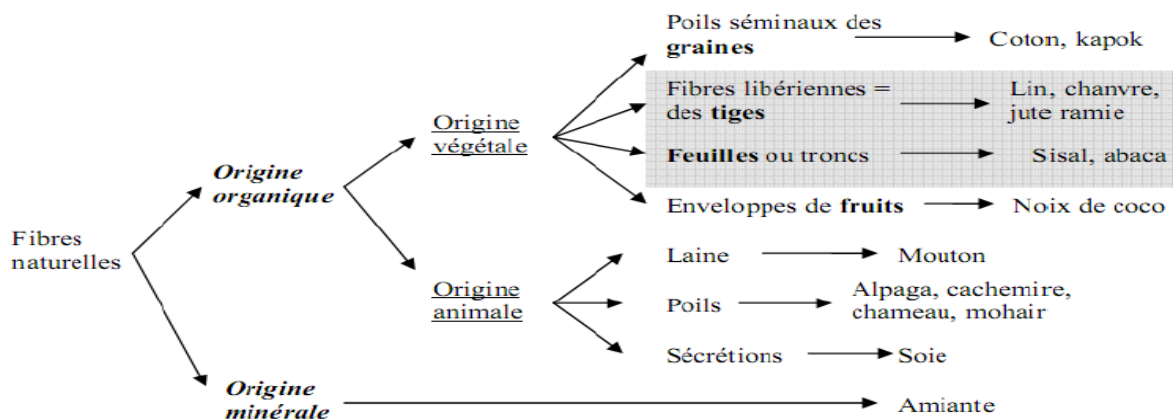


Figure I.7: Classements des fibres naturelles [21].

Dans le but de garder cette ressource aussi longtemps que possible dans le circuit économique et écologique et de réduire le gaspillage des ressources naturelles, nous nous sommes intéressés à la valorisation des déchets de plume de poulet provenant lors de sa mise en œuvre dans l'élaboration des matériaux composites comme renfort.

I.2.2.4 Fibre de plume

I.2.2.4.1 Définition d'une plume

Les oiseaux sont les seuls êtres à avoir des plumes. Tout à la fois légères, souples et robustes, les plumes sont d'une conception ingénieuse. Elle est bien sûr indispensable au vol, mais elle remplit aussi d'autres fonctions importantes comme celle de maintenir la température interne de l'oiseau.

I.2.2.4.2 Types de plumes

On trouve plusieurs types de plumes, les principales étant les plumes de contour, de couverture, les semis-plumes et le duvet.

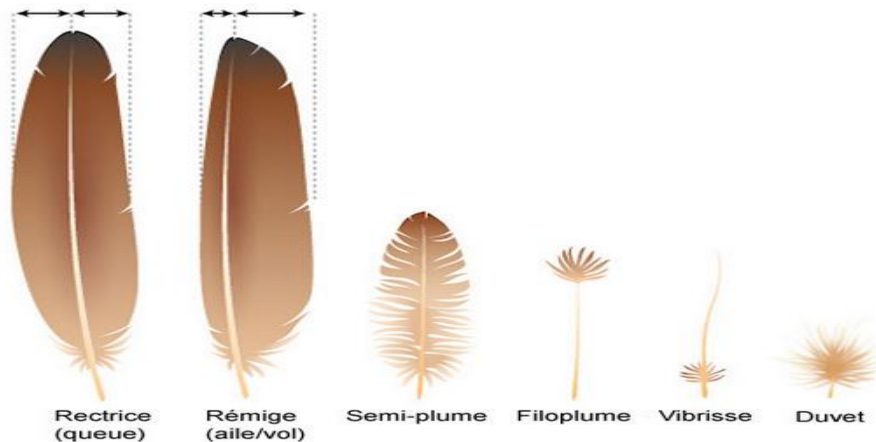


Figure I.8: Les différents types de plume.

- **Les plumes de couverture ou pennes** sont les plumes visibles, elles donnent la forme aux ailes et au corps de l'animal. L'axe de ces plumes, la hampe, est divisé en une portion portant des vexilles, le rachis, et une portion nue et creuse, le Calamus dont l'extrémité proximale est implantée dans le follicule. Les vexilles sont un ensemble de réseaux de barbes. Les barbes forment un angle de 45° avec le rachis, elles se trouvent toutes dans le même plan. De ces barbes partent des barbules. Chez les plumes de contour les barbules d'une barbe s'agrippent aux barbules de la barbe voisine par un

système de crochets. Les barbes et les barbules forment ainsi une hampe aplatie, lisse et imperméable. En lissant ses plumes l'oiseau reforme les liens entre les barbules.

- **Les plumes de contour** regroupent les rémiges sur les ailes (avec les rémiges primaires au nombre de 10 portées par la main et les rémiges secondaires également au nombre de 10 portées par l'avant-bras), les 12 rectrices de la queue, les plumes de couverture (petites plumes à la base des rémiges, des rectrices et autour du canal auriculaire externe) et les plumes couvrant le corps de l'oiseau.
- **Les semi-plumes** ont un aspect pelucheux. Leur rachis est plus long que la plus longue de leur barbe. Elles n'ont pas de barbules. On les trouve en périphérie des ptérylies (plages particulièrement riches en follicules).
- **Les plumes du duvet ou plumules** présentent quant à elles un rachis plus court que la plus longue de ces barbes, ce rachis est même parfois inexistant. Les barbules des plumules sont dépourvues de crochets et se répartissent dans plusieurs plans. Le duvet est caché sous les plumes de contour. Il intervient dans la régulation thermique et l'imperméabilité du plumage. Chez les psittacidés, notamment chez les cacatoès, on trouve un duvet modifié dit poudreux [2].

I.2.2.4.3 La structure des plumes

La plume est principalement composée de 3 parties distinctes:

- ✓ L'axe central de la plume, appelé rachis qui constitue la structure primaire.
- ✓ Les barbes, attachées au rachis constituent la structure secondaire.
- ✓ Les barbules attachées aux barbares (de manière similaire aux barbes attachées au rachis) constituent la structure tertiaire.

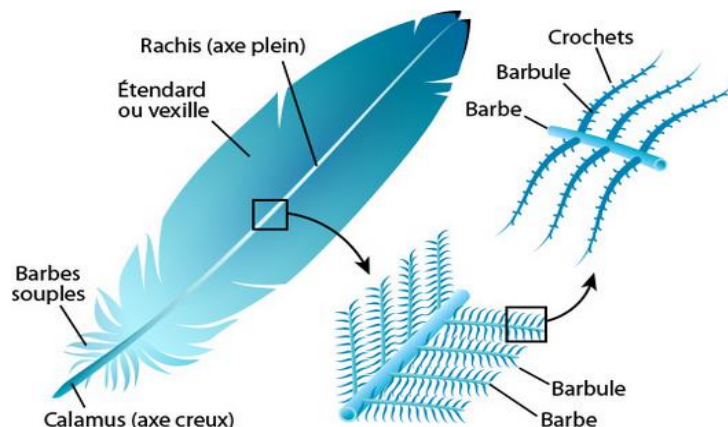


Figure I.9: La structure des plumes

I.2.2.4.4 Propriétés des plumes

Les plumes de poulet ont une structure et des propriétés uniques absentes dans n'importe quelle autre fibre naturelle ou synthétique. Leur compressibilité, leur excellente élasticité, leur capacité d'amortir et d'atténuer le son, leur rétention de chaleur ainsi que leur faible densité de 0.8g/cm^3 , comparée à celle de fibres de cellulose ($1,5\text{ g/cm}^3$) et celle de la laine $1,3\text{ g/cm}^3$, font d'elles un excellent renfort pour les matériaux composites [22].

Bien qu'elles ne puissent pas être traitées comme les fibres protéiniques comme la laine ou la soie à cause de la complexité de leur structure, la structure secondaire représentée par les barbes a des propriétés lui permettant d'être très intéressante pour une utilisation comme fibre protéinique naturelle [23].

Ces barbes ont une longueur, une résistance et une flexibilité qui leur permettent d'être utilisées comme fibres naturelles protéiques. De plus, elles ont une coupe transversale unique qui ne caractérise aucune autre fibre naturelle (laine ou soie). Les barbes sont en forme de nid d'abeilles avec des cellules creuses (cavités) sur une coupe transversale [24].

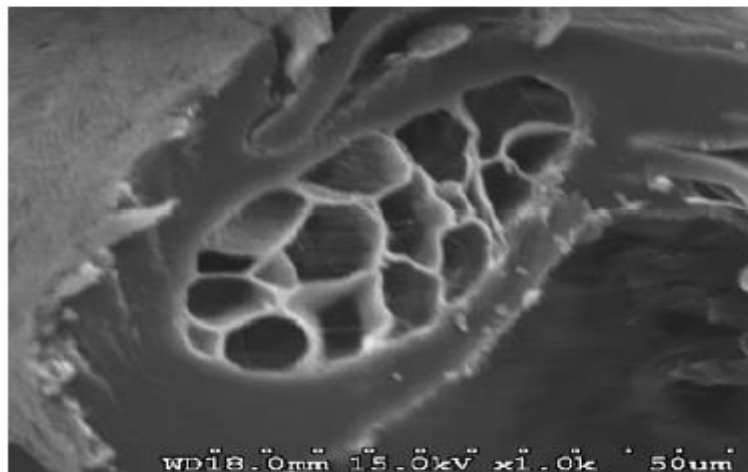


Figure I.10: Coupe transversale d'une barbe obtenue par ESM [23].

Ces cavités sont efficaces dans l'isolation thermique ou phonique, ce qui permet aux barbes d'être utilisées pour des applications comme composites dans le domaine de l'automobile pour absorber le son. La structure en nid d'abeilles procure une résistance élevée à la compressibilité. La présence de cette structure permet aux barbes d'avoir un poids léger combiné à leur capacité isolante. Sur une coupe longitudinale, les barbes ont une surface fibrillaire mais sont dépourvues d'écaillés présentes au niveau de la laine [23].

a) Effets de la température et de l'humidité

L'humidité affectera considérablement les plumes. Au-dessous d'une humidité relative de 35%, les plumes dessèchent rapidement. Elles deviennent tout à fait sèches et fragiles, et les bavures interrompent à la plus légère pression. Dans une ambiance à humidité élevée et prolongée, l'hydrolyse acide est accélérée et même les basses quantités d'acide se trouvant dans la plume causeront une décomposition de la plume.

La chaleur agit en tant que catalyseur dans beaucoup de réactions chimiques. Les températures élevées décomposent les plumes. En général, la température ambiante et les fluctuations quotidiennes ont moins d'effets négatifs sur les plumes que les changements saisonniers de l'humidité. On recommande de garder l'humidité et la température constantes aussi longtemps que possible [2].

b) Propriétés physiques des plumes

Certaines propriétés physiques sont reportées sur le tableau ci-dessous [2].

Tableau I.3: Les propriétés physiques des plumes.

Composition	70 à 80% de plumes de volailles lavées, traitées à chaud pour être débarrassées des allergènes. Laine de mouton (5 à 10%) et fibres textiles de liage (10 à 20%)
Utilisation	Polyvalente
Densité	20 à 30%
Conductivité thermique	0.033 à 0.042
Comportement au feu	Difficilement inflammable
Perméabilité à la vapeur d'eau	Hydrophile (sans que cela nuise à son pouvoir isolant)
Prédateurs	Non consommable, possibilité de nidification
Spécificités	Valorisation des sous-produits agricoles hautes performances thermiques constantes quelque soit le taux d'humidité. Energie grise (4) : 55 Kwh/m ³
Performances isolante	Très bonne

c) Les propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des barbes de plumes de poulets [23].

Tableau I.4: Les propriétés mécaniques des barbes de plumes de poulets.

Fibre	Finesse (denier)	Longueur (cm)	Résistance	Gain d'humidité (%)	Allongement
Barbes de plumes de poulets	76	1.5–4.5	1.44±0.46	9.7	7.7 ± 0.85

I.3 Interfaces fibres/matrice

L'adhésion entre les fibres et la matrice est sans doute le point le plus important au niveau des caractéristiques des matériaux composites. En effet, leurs propriétés mécaniques chutent si l'adhésion fibre/matrice est mauvaise. Compte tenu de cela, il est apparu nécessaire de mettre au point des solutions palliatives pour améliorer la qualité de cette interphase [25].

L'augmentation de l'adhésion interfaciale des composites contenant des fibres naturelles, est assurée par une modification des surfaces des matrices ou des fibres, avec des traitements physiques ou chimiques ou par l'ajout d'additifs.

I.3.1 Les traitements physiques

Les méthodes physiques telles que le calandrage, l'étirement, les traitements thermiques et autres techniques n'entraînent pas de modification chimique [16], ces méthodes entraînent un changement physique et chimique des propriétés structurel du composé On distingue les différents types de traitement suivant :

I.3.1.1 Décharges diélectriques (plasma et corona)

Le traitement au plasma est une méthode pour la modification de la surface des polymères naturels sans atteindre leurs propriétés et la décharge de plasma peut être générée [3] soit par le traitement Corona, ou effet couronne qui est une technique d'activation de surface par oxydation, ou par un traitement au plasma froid.

I.3.1.2 Rayonnement Ultraviolet

Le traitement sous rayonnement Ultraviolet (UV) est une technique qui n'a pas été beaucoup utilisée dans les applications composites. Ce traitement physique semble une méthode alternative simple et intéressante pour greffer les surfaces polymères [3].

I.3.1.3 Traitement Laser

C'est une technique très pointue car elle permet de travailler sur des parties très spécifiques d'une surface. Les traitements au laser se retrouvent le plus souvent dans les métaux pour faire des dépôts (de diamant, de supraconducteur, etc.), pour diminuer ou augmenter la rugosité des surfaces, etc [26].

I.3.2 Les traitements chimiques

Les modifications chimiques comprennent des traitements avec de la soude, du silane, de l'acide acétique, ou encore des molécules à base de benzoyl, d'isocyanate...etc. La modification de la surface par des méthodes chimiques a pour objectif de rendre compatibles deux matériaux par l'introduction d'un troisième aux propriétés intermédiaires.

I.3.2.1 Traitement alcalin

Le traitement en milieu alcalin consiste à immerger la charge dans une solution de soude plus ou moins concentrée à température ambiante ou à reflux pendant plusieurs dizaines de minutes. La soude est le réactif chimique le plus utilisé pour un blanchiment ou un lavage de la surface des fibres. Pour modifier l'état de surface, un traitement dans la soude à faible concentration. Figure I.11 [27].

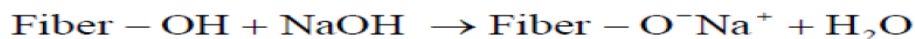


Figure I.11 : Traitement des fibres par une solution de soude [28].

Plusieurs travaux ont misent évidence une amélioration des propriétés des composites lors de traitement des fibres en milieu alcali. En effet, une étude récente sur les composites UP/fibre de tige de raisin traité par la soude, montre une nette amélioration des propriétés morphologiques, diélectriques, thermiques et mécaniques par rapport aux composites non traités [29]. Une autre étude menée par **Rajendran** [30] révèle des meilleures propriétés

mécaniques des composites époxyde/fibre de sisal après traitement alcalin des fibres. L'étude de **G. Kalusuraman et al** [31], qui porte sur l'utilisation des fibres d'alfa traitées par NaOH dans un système polyester insaturé (UP), montre aussi de bonnes propriétés mécaniques comparées au composite à base de fibres non traitées. **M. ROKBI et al** [32], ont également constaté que le traitement de surface d'alfa, par l'hydroxyde de sodium (NaOH), améliore de la contrainte et le module de flexion du composite d'environ 60% et de 62%, respectivement.

De même les travaux de **Towo et al** [33], montrent que les propriétés mécaniques des composites Sisal/polyester insaturé sont améliorées après traitement par la soude de la fibre.

Quant aux travaux de **Edeerozey et al** [34], ils sont basés sur l'étude de l'effet de la concentration de la solution alcaline sur les fibres de kéraf. Les fibres de kéraf ont été modifiées par des solutions de NaOH à des concentrations variées (3, 6 et 9%). Les propriétés morphologiques et mécaniques des fibres ont été étudiées. Les résultats obtenus montrent :

- Une amélioration de l'état de surface des fibres par le traitement alcalin, et le meilleur résultat est obtenu avec la concentration la plus élevée (9%).
- La solution alcaline à 6% a amélioré les propriétés mécaniques, cependant à des concentrations élevées, les auteurs ont observés une grande diminution des propriétés mécaniques des fibres.

I.3.2.2. Traitement par acétylation

Le prétraitement des fibres par des groupes acétyle avec des substitués de l'anhydride acétique des groupes hydroxyles de la paroi cellulaire, modifie les propriétés de ces fibres afin qu'ils deviennent hydrophobes. Les anhydrides sont couramment utilisés pour le traitement par acétylation. Ces derniers possèdent deux groupes fonctionnels. Les deux groupes carboxyles (-COO-) peuvent se lier à la fibre naturelle par estérification ou liaison hydrogène [35].

L'estérification de la cellulose est le plus souvent réalisée dans un milieu acide avec des anhydrides correspondants à l'acide dans la plupart des cas. Elle permet d'obtenir les sulfates, phosphates, carbamates et acétates de cellulose et d'autres types de cellulose esters [28].

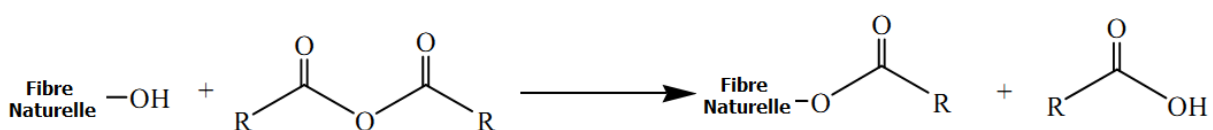


Figure I.12 : Schéma de la réaction entre le bois et un anhydride d'acide [36].

Dhanalakshmi et al [37], ont étudiés la modification de la surface de la fibre d'arec. Les fibres d'arec ont été soumises à divers traitements chimiques tels que le traitement alcalin, le traitement au permanganate, benzylation, acrylation et acétylation. Les résultats des propriétés morphologiques de la fibre d'arec traité par l'acide acétique montrent que la surface devient plus rugueuse cela est due au remplacement des groupes hydroxyle hydrophiles par des groupes acétyl hydrophobes.

Ghali et al [38] ont évalué les propriétés mécaniques des composites polyesters insaturé/fibre d'afat modifiés par la soude et l'acide acétique. Les résultats montrent une augmentation des propriétés mécaniques des composites traités par acétylation. Cependant, l'étude de **S .M. Luz et al** [39] sur les matériaux composites à base du polypropylène(PP)/ fibre de bagasse modifiées chimiquement par le processus d'acétylation, montre que les résultats révèlent une diminution des propriétés mécaniques de la cristallinité des composites renforcés par des fibres traitées par rapport aux composites non traités. Le processus d'acétylation des fibres a provoqué la plastification du matériau. Aussi les travaux de **V. Tserki et al** [40], dont leur étude de l'effet de traitement acétylation et propanoylation appliquées aux fibres de lin, de chanvre et du bois. Ils ont également montré que la cristallinité des fibres traitées a diminué légèrement en raison de l'estérification.

I.3.2.3 Traitement par la benzylation

La benzylation est une transformation importante en synthèse organique. Le chlorure de benzoyle est le plus souvent utilisé dans le traitement de la fibre. Le chlorure de benzoyle forme une liaison ester avec les fibres naturelles, ce qui réduit son caractère hydrophile et la rendre plus compatible avec la matrice [41].

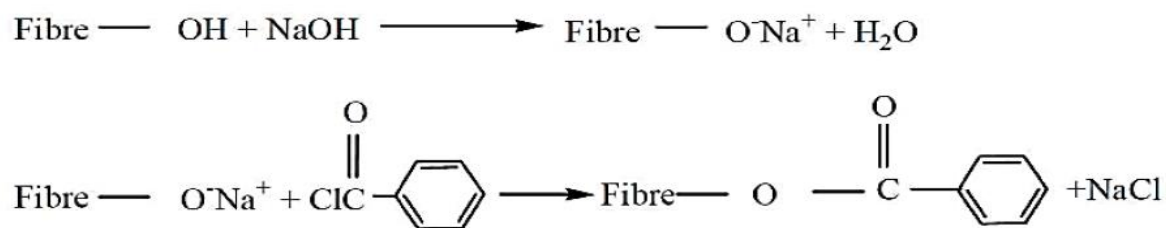


Figure I.13 : La réaction entre la fibre prétraitée et le chlorure de benzoyle [42].

Ce traitement provoque une amélioration de l'adhérence interfaciale et la stabilité thermique de la fibre [29].

Les travaux de **Aznizam et al** [43], ont étudiés l'influence des fibres courtes de fruit de palmier (OPEFB) traité avec le chlorure de benzoyle et non traité sur les propriétés mécaniques du polychlorure de vinyle (PVC). Les images MEB montrent que l'adhérence interfaciale entre les fibres traitées et la matrice PVC sont considérablement plus élevés par rapport au composite PVC/ fibre non traitée. Cependant, Les résultats de l'analyse thermique DSC ont montrés que l'incorporation des fibres réduit considérablement la température de transition vitreuse du PVC, cela peut être attribuée à l'effet de plastification du chlorure de benzoyle à la fibre qui se dissout dans le polymère.

I.3.2.4 Traitement au permanganate

Le traitement au permanganate de fibres naturelles est réalisé par le permanganate de potassium (KMnO_4) en solution dans l'acétone. Cette forme de traitement au permanganate hautement réactif, des ions (Mn^{3+}) réagissent avec les groupes hydroxyle. Ce traitement assure une meilleure adhésion entre la fibre et la matrice.

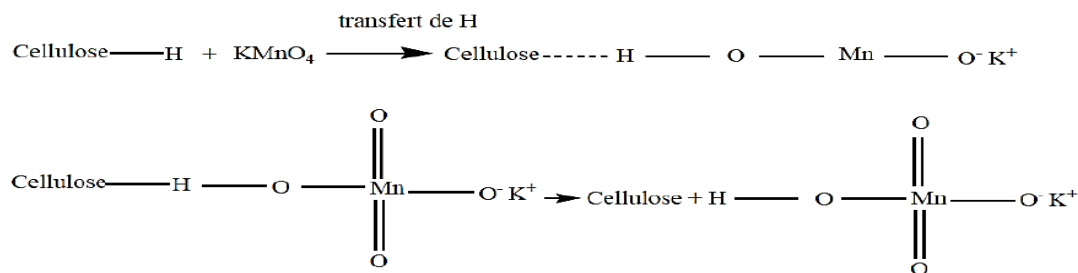


Figure I.14: Réaction des fibres naturelles avec les permanganates [44].

I.3.2.5 Traitement par les silanes

Parmi les divers agents de couplage, ceux de type silane sont efficaces dans la modification de la nature d'interface fibre-matrice. Le Silane de greffage est basé sur l'utilisation des réactifs qui portent des groupes de terminaisons réactifs capables de réagir avec la matrice, sur une extrémité, et avec les groupes hydroxyles de la fibre à l'autre extrémité. Les groupes alkoxy ou éthoxy sont des groupes de terminaison qui peuvent former des liaisons covalentes stables réagissant avec le groupe hydroxyle de la fibre. Les groupes terminaisons qui peuvent réagir avec la matrice varient en fonction du type de la matrice polymère.

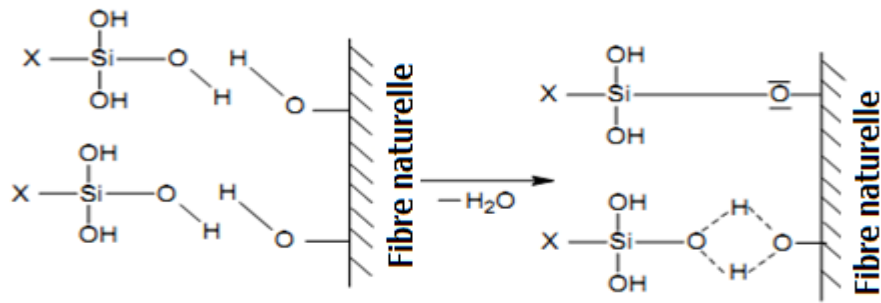


Figure I.15 : Réaction des silanols avec les groupements hydroxyle des fibres végétales [45].

S. Alix et al [46] ont appliqué un traitement par les silanes et le styrène sur les fibres de lin en vue d'améliorer leur adhésion avec une résine polyester et d'augmenter leur résistance à l'humidité.

Les résultats de leur étude ont montré que le traitement des fibres de lin par les silanes et le styrène améliore la résistance à l'eau.

Une augmentation de l'effet barrière à l'eau a été observée dans les composites à base de fibre traitée en comparaison avec ceux des composites à fibre non traitée. Ce phénomène était lié à la réduction de la solubilité de l'eau et à une diminution de la diffusivité de l'eau dans les composites à base de fibres traitées.

Matuana et al [47] ont fait une étude sur l'influence des interactions interfaciales sur les propriétés des composites PVC/fibres cellulosiques. Pour améliorer l'adhésion entre le PVC et les fibres naturelles, ils ont fait un traitement par l'aminosilane, l'anhydride phtalique et le dichlorodiethylsilane. Ils ont utilisé aussi un agent comptabilisant PP-g-MA. D'après les résultats, il a été montré que le traitement par l'aminosilane est le plus adéquat; il a amélioré l'adhésion interfaciale d'où l'augmentation de la résistance à la traction.

John et al [48] ont étudié l'effet de la modification chimique de la surface des fibres de sisal utilisées comme renfort dans les composites caoutchouc naturel/fibres de sisal. Des composites ont été préparés en utilisant des fibres traitées avec des concentrations variables de solution de NaOH (0,5; 1; 2 et 4%) et de différents agents de modification chimique (fluorosilane (F8261), 3-aminopropyltri-ethoxy silane (A1100) et vinyltriethoxy silane (A151)).

L'efficacité du renforcement des composites avec des fibres traitées chimiquement a été comparée à celle des fibres non traitées et les résultats obtenus sont les suivants:

- Le traitement alcalin a augmenté la résistance à la traction des composites, et le meilleur résultat a été observé pour le traitement avec une concentration de 4%.
- Parmi les silanes utilisés, c'est le traitement avec le fluorosilane qui a permis d'obtenir de meilleures performances mécaniques.

I.3.2.6 Le couplage chimique

L'ajout d'un agent de couplage l'une des méthodes chimiques importantes, qui permet l'amélioration de l'adhérence interfaciale. La composition chimique des agents de couplage leur permet de réagir avec la surface des fibres formant un pont de liaisons chimiques entre la fibre et la matrice [19].

I.4 Mise en œuvre des composites thermodurcissables

Les techniques de fabrication jouent un rôle considérable dans les composites car chacune des opérations influe de manière irréversible sur le produit fini. De nombreuses méthodes de fabrication ont été développées pour répondre aux besoins, et leurs choix dépendent surtout des caractéristiques mécaniques et de la géométrie du produit, et l'importance des séries. Il existe plusieurs techniques de mise en œuvre à savoir :

- Technologies manuelles de transformation
- Procédés de transformation par moulage
- Procédé de transformation en continu
- Procédés de fabrication des formes de révolution [49].

I.4.1 Moulage par projection simultanée

La résine catalysée et les fibres de renfort coupées sont projetées simultanément au moyen d'un pistolet sur une forme, l'ensemble fonctionnant par air comprimé. La couche de fibres imprégnées de résine est ensuite compactée et débarrassée des bulles au rouleau cannelé.

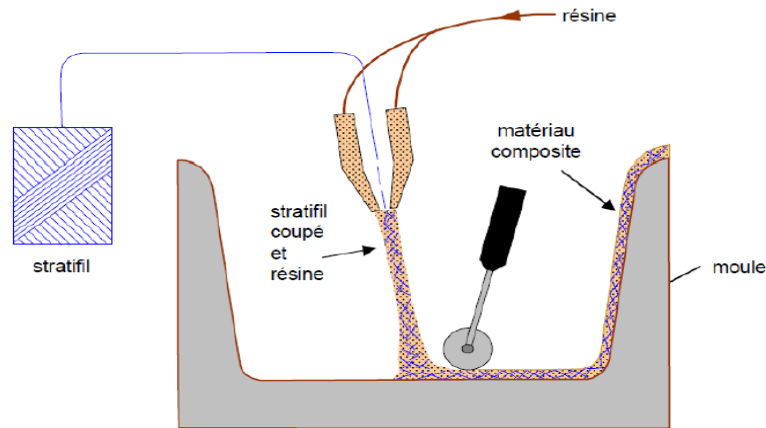


Figure I.16 : Moulage par projection simultanée.

Le moulage par projection permet des pièces, avec un bas prix de revient. Le renfort est toute fois limité à des fibres coupées, et les caractéristiques mécaniques du matériau restent moyennes [50].

I.4.2 Moulage par compression

Le moulage par compression 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, on place 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, et ensuite on la presse aux dimensions finales.

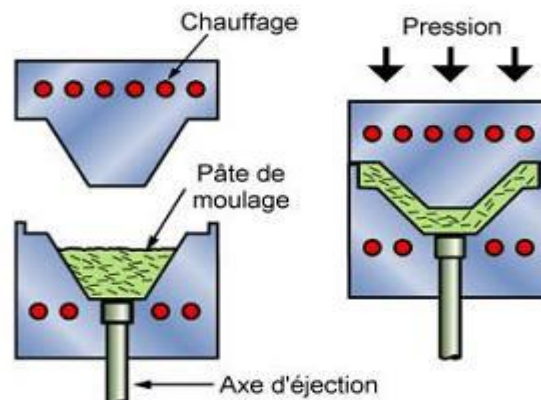


Figure I.17 : Méthode de moulage par compression.

I.4.3 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.

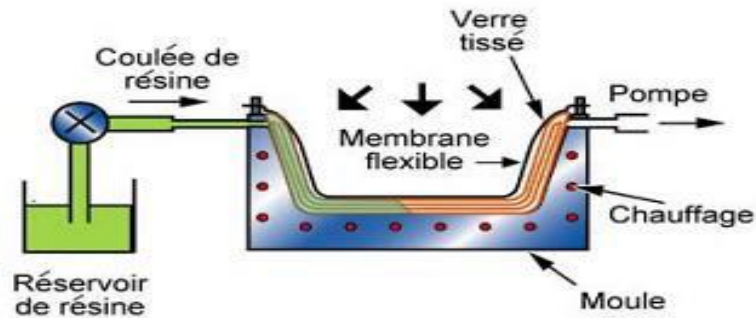


Figure I.18 : Méthode du moulage sous vide.

I.4.4 Moulage par transfert de résine

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.

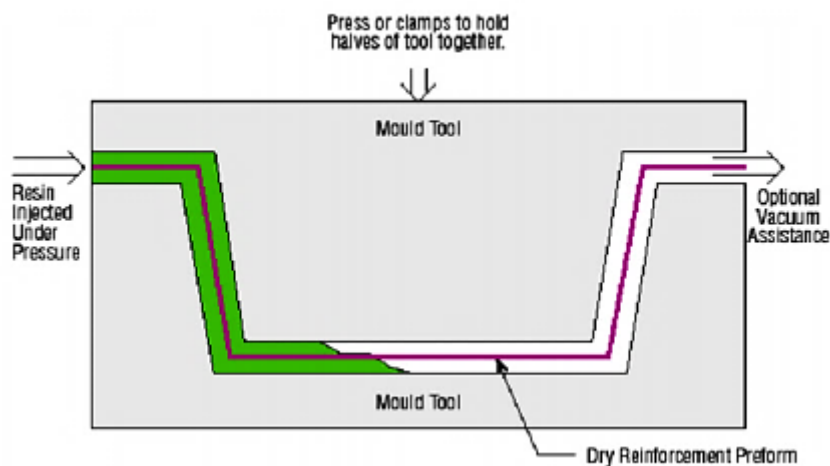


Figure I.19 : Principe du moulage par injection de résine [1].

Dans ce travail, nous avons utilisé une des technologies manuelles de transformation qui est le moulage au contact.

I.4.5 Moulage au contact

C'est un procédé manuel pour la réalisation des pièces à partir de résines thermodurcissables, à température ambiante et sans pression (Figure I.20).

Les renforts sont déposés sur le moule et imprégnés de résine liquide, accélérée et catalysée, pour être mis en forme progressivement au moyen d'ébulleurs et de pinceaux. Après durcissement de la résine, la pièce est démoulée et détournée.

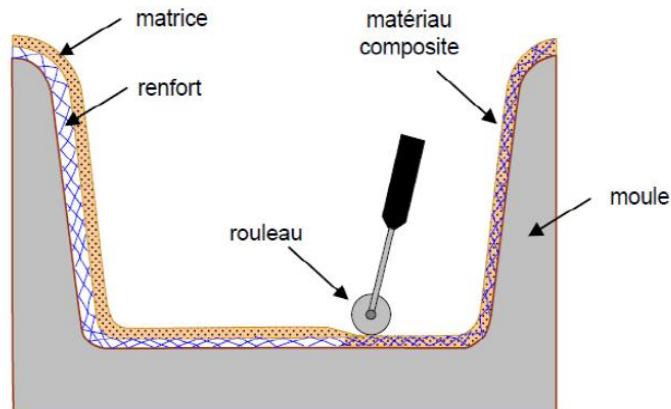


Figure I.20: Principe du moulage au contact [27].

Le moulage est ensuite effectué selon les opérations suivantes :

- ✓ Le moule est enduit avec de la résine catalysée et accélérée, au pinceau ou au rouleau.
- ✓ Le renfort : mat, tissu, etc., est disposé dans le moule. Divers types de renforts peuvent être utilisés suivant les différentes parties de la pièce. Les renforts doivent alors se superposer.
- ✓ Le renfort est ensuite imprégné avec la matrice, puis un ébullage est effectué avec un rouleau cannelé.
- ✓ Après gélification de la première couche, les couches suivantes sont appliquées, en utilisant la même technique. Des inserts peuvent être mis entre ces couches : tubes, vis, écrous, armatures, etc.
- ✓ Le démoulage est ensuite effectué après un temps qui dépend de la résine et de la température (de l'ordre de 10 heures).
- ✓ La polymérisation est ensuite effectuée en milieu ambiant pendant plusieurs semaines.
- ✓ Cette polymérisation peut éventuellement être accélérée par étuvage (par exemple 5 à 10 heures, aux environs de 80 °C).

- ✓ Après polymérisation, on procède à la finition de la pièce : ébarbage, ponçage, éventuellement peinture, etc.

I.4.5.1 Avantages et limite du moulage en contact

a) Avantages

- ✓ Très larges possibilités de forme.
- ✓ Pas de limite dimensionnelle,
- ✓ Une surface lisse gelotée (aspect, tenue à la corrosion).
- ✓ Propriétés mécaniques moyennes à bonnes.
- ✓ Investissements spécifiques très faibles.
- ✓ Moules simples, peu onéreux, rapides à réaliser en interne.

b) Limites

- ✓ Une seule face lisse.
- ✓ Nécessité de finition (détourage, perçage...).
- ✓ Qualité tribulaire de la main d'œuvre.
- ✓ Faible cadence de production par moule,
- ✓ Espace de travail important.
- ✓ Conditions de travail médiocres [26].

I.5 Vieillissements du composite

Les composites sont considérés comme des composés organiques « vivants », sensibles à l'environnement ce qui peut causer leur vieillissement. Le vieillissement des composites est une dégradation ou une évolution lente des propriétés du matériau résultant de son instabilité intrinsèque ou causé par des facteurs externes plus ou moins agressifs (attaque chimique (acide), oxygène, chaleur, radiation, eau, etc.). Cette évolution peut concerner la structure chimique des macromolécules, la composition chimique du matériau formulé (pénétration ou extraction de petites molécules) ou son état physique (fraction volumique libre, etc.). Les différents mécanismes responsables de la dégradation des composites peuvent être classés en deux grandes catégories: les vieillissements physique réversible et chimique irréversible [51, 52].

Si les phénomènes de vieillissement, qu'ils soient physiques ou chimiques, sont préoccupants, c'est parce qu'ils peuvent entraîner la variation des propriétés d'usage au-delà d'un seuil acceptable. Il faut alors avoir recours aux expériences de vieillissement accéléré pour pouvoir prédire le comportement du polymère à long terme [53,54].

Les travaux de Gutierrez et al [55] ont entrepris des essais de vieillissement naturel (21 ans) sur des résines polyesters et époxy avec différents types de renforts. Ces essais permettent de décrire dignement le comportement du matériau, mais une durée aussi longue reste l'inconvénient majeur. C'est pourquoi des essais de vieillissement accélérés furent menés en parallèle dans différents environnements (eau bouillante, eau de mer naturelle et synthétique et en eau douce) à des températures variant de 20°C à 70°C pour des durées allant de 4 heures jusqu'à 8000 heures. Pour le polyester, ils ont observé une symétrie très neutre vieillissement naturel et accéléré. Ainsi, ils ont constaté que 1000 heures de vieillissement accéléré provoquent la même dégradation que 15 ans en conditions naturelles (Figure I.21).

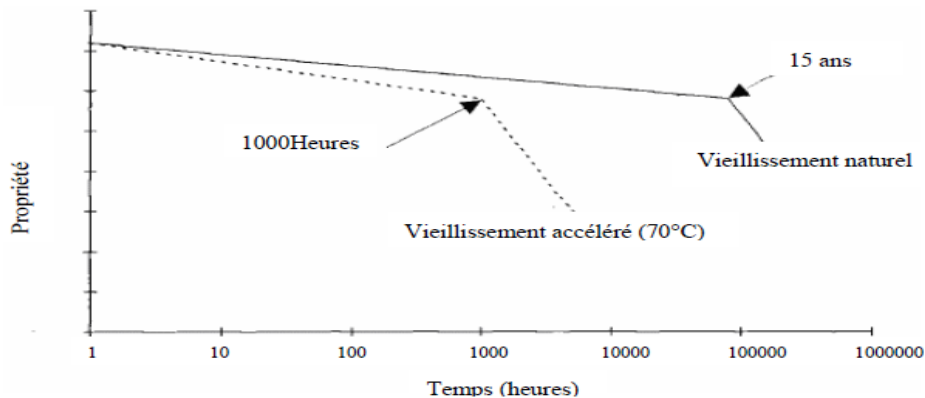


Figure I.21: Courbe de vieillissement « échelle semi-logarithmique » [55].

I.5.1 Différents types de vieillissement

On désigne par vieillissement, tout phénomène d'évolution lente et irréversible de la structure et/ou de la composition d'un matériau sous l'effet de son instabilité propre, de l'interaction avec l'environnement, de sollicitations mécaniques, ou de la combinaison de plusieurs de ces causes [56].

On distingue trois types de vieillissement :

- Le vieillissement physique ;
- Le vieillissement chimique ;
- Le vieillissement thermique.

La modification structurale d'un matériau sous l'effet d'un chargement mécanique externe peut également être perçue comme une forme de vieillissement. Il s'agit dans ce cas de vieillissement mécanique [57].

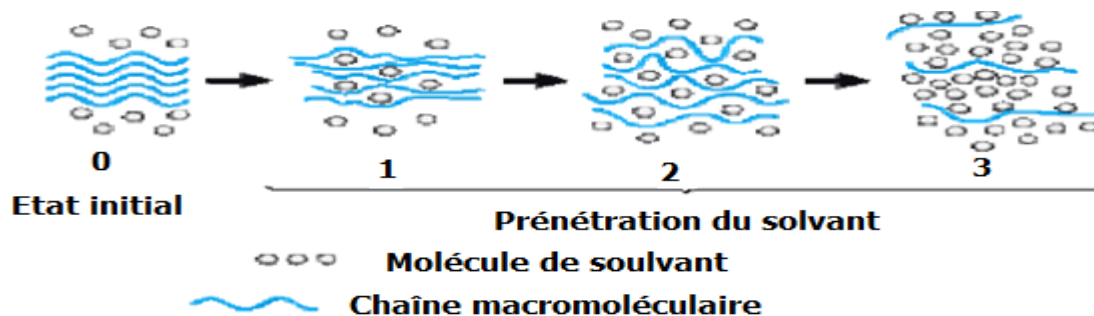
Le Tableau (I.5) présente les différents types de mécanisme de vieillissement de matériaux polymères.

Tableau I.5 : Principaux types de processus de vieillissement [56].

Famille de processus de vieillissement	Sans interaction avec l'environnement	Avec interaction avec l'environnement	Combinaison physico-chimique
Vieillissement physique	Relaxation structurale Migration d'adjuvants (exemple : plastifiants)	Absorption de solvant (exemple : eau)	Extraction d'adjuvant en milieu liquide
Vieillissement chimique	Vieillissement thermique anaérobie	Vieillissement en milieu réactif	Vieillissement chimique avec perte de stabilisants Vieillissement chimique + plastification

I.5.1.1 Vieillissement physique

Ce type de vieillissement correspond à tout processus conduisant à une modification des propriétés d'utilisation du matériau sans qu'il y ait modification de la structure chimique de ce dernier. Il englobe les phénomènes de vieillissement sous contrainte mécanique, les phénomènes de relaxations, les phénomènes liés au transfert de masse (pénétration de solvants, migration d'adjuvants) et les phénomènes de surface [58].

**Figure I.23** : Pénétration d'un solvant dans un polymère [59].

I.5.1.2 Vieillissement chimique

Contrairement au vieillissement physique, le vieillissement chimique se traduit par une modification de la structure chimique des macromolécules, par réaction chimique. Le vieillissement chimique désigne tout processus impliquant une modification chimique du

matériau ou de ses adjuvants [60]. Généralement, les différents types de vieillissement chimique sont classés comme suit:

- La présence d'oxygène causant le vieillissement par oxydation [61].
- Le rayonnement par UV ou ionisant causant le vieillissement photochimique ou radiochimique.
- La présence d'eau générant le vieillissement par hydrolyse [62].

Selon **Verdu** [63], le vieillissement chimique comprend différents types classés en fonction de leur cause externe; le vieillissement photochimique, thermochimique (à titre d'exemple la thermo-oxydation), hydrolytique, radiochimique, le vieillissement en milieu réactif, le vieillissement biochimique, le vieillissement sous contrainte mécanique conduisant à des coupures de chaînes, etc. Les deux processus communs à tous les types de vieillissement chimique, sont les scissions et les réticulations de chaînes.

Le principal point commun entre ces différents processus, réside dans leurs mécanismes: coupures de chaînes, réticulations, etc. Cependant, dans la pratique, le vieillissement physique et le vieillissement chimique sont très souvent des phénomènes couplés.

I.5.1.3 Vieillissement thermique

On décrit la dégradation thermique comme processus thermique intervenant dans la dépolymérisation et dans les coupures statistiques de chaînes [64]. La dégradation thermique s'effectue la plupart du temps, au-dessus de la transition vitreuse (T_g). Le vieillissement thermique est aussi connu comme le moyen le plus simple d'effectuer un recuit thermique afin d'obtenir un polymère avec des propriétés mécaniques différentes du fait de la réorganisation des chaînes (module d'Young plus élevé, contrainte au seuil d'écoulement plus élevée).

Cependant, l'activation thermique apportée par une élévation de température est un facteur d'accélération des phénomènes chimiques (thermolyse, hydro thermique, thermo-oxydation) [57].

I.5.1.3.1 Vieillissement hydrothermique

L'absorption de l'eau dans les composites se traduit par deux types d'effets : les molécules d'eau se fixent sur le polymère, une action physique généralement réversible, dans certain cas, le polymère ne se contente pas de fixer des molécules d'eau, mais il réagit plus au moins rapidement avec elles, à travers une action chimique (l'hydrolyse) irréversible [65].

I.5.1.3.2. Vieillessement thermo-oxydatif

L'accélération par voie thermique en présence d'oxygène connue sous le nom de la thermo-oxydation est la plus utilisée. Ce type de vieillissement se produit à des températures modérément élevées et en présence d'oxygène. Les processus d'oxydation sont des processus radicalaires en chaînes [66]. La thermo-oxydation est régie par le mécanisme général d'auto-oxydation de **Bolland et Gee** [67] selon les étapes **d'initiation**, **l'amorçage**, de **propagation**, de **branchement** et de **terminaison** telles que décrites dans le Tableau I.

- L'étape (1) représente **l'amorçage** par réaction directe du substrat et de l'oxygène ou l'action de la chaleur. Cette réaction est très fortement endothermique et très lente à de basses températures. Le processus peut être accéléré par la présence d'amorceurs spécifiques (peroxydes, composés azoïques) présents comme impuretés ou introduits volontairement [68].
- L'étape (2), la **propagation**, représente la réaction de conversion des radicaux hydrocarbonés en radicaux peroxydes. C'est une étape très importante qui absorbe la majeure partie de l'oxygène moléculaire consommé dans le processus d'oxydation. L'oxygène moléculaire est 10^6 fois plus réactif que le styrène qui est lui-même très réactif vis-à-vis des radicaux. L'étape est aussi appelée étape de stabilisation car le radical R-O-O est très stable en dessous de 300°C. Néanmoins, un autre aspect doit être pris en considération : la vitesse de la réaction dépend de la concentration en oxygène et de sa vitesse de diffusion. Si la concentration en oxygène à l'extérieur est faible, la réaction est suffisamment lente pour que la dépolymérisation, le transfert et le pontage deviennent plus probables [68, 69]. La vitesse de la réaction (équation 4 du Tableau I-2) qui gouverne le processus est à la fois fonction de la force de liaison polymère-hydrogène et de la stabilité du radical **P** formé. La formation des hydroperoxydes est le plus souvent intramoléculaire [69].
- L'étape (3) ou l'étape de **branchement** représente la décomposition des hydroperoxydes et ramification des chaînes. Les réactions (5a), (5b) et (6) traduisent la décomposition des groupes hydroperoxydes. Ces réactions de hautes énergies d'activation (surtout 5a) se produisent à des températures élevées. La décomposition des hydroperoxydes peut être unimoléculaire ou bimoléculaire (Réaction I-1) [68]. La décomposition des hydroperoxydes peut efficacement être catalysée par la présence d'ions métalliques présents dans le polymère oxydé. Ce type de réaction mène donc à des ruptures de chaînes et en conséquence à une décroissance de la masse molaire moyenne du polymère. Les radicaux RO et OH peuvent à leur tour réagir avec le

polymère (réaction I-1 et I-2). Ces réactions créent des branchements en produisant des radicaux libres latéraux qui peuvent, soit amorcer la polymérisation de monomère libre, soit réagir avec d'autres macro radicaux.

- Enfin, pour l'étape (4) ou la **Terminaison**, si la pression en oxygène est suffisante, les terminaisons se font surtout par rencontre RO_2 et RO , car la réaction de $R\cdot$ avec O_2 est très rapide. Si la pression en oxygène est faible, les terminaisons par rencontre de radicaux $R\cdot$ deviennent importantes. Les mécanismes de terminaisons de la dégradation oxydante sont encore très mal connus [69].

Tableau I.6 : Mécanisme général de l'oxydation thermique des polymères.

Etape d'initiation ou d'amorçage	$PH \longrightarrow P^\circ + H^\circ$ (1)
	$PH + O_2 \longrightarrow P^\circ + HO_2^\circ$ (2)
Etape de propagation	$P^\circ + O_2 \longrightarrow PO_2^\circ$ (3)
	$PO_2^\circ + PH \longrightarrow POOH + P^\circ$ (4)
Etape de blanchement	$POOH \longrightarrow PO^\circ + ^\circ OH$ (5a)
	$POOH \longrightarrow PO^\circ + P^\circ + H_2O$ (5b)
	$2 POOH \longrightarrow PO^\circ + PO_2 + H_2O$ (6)
	$PO^\circ + PH \longrightarrow POH + P^\circ$ (7)
	$OH + PH \longrightarrow H_2O + P^\circ$ (8)
Etape de terminaison	$PO_2 + PO_2 \longrightarrow PO + PO + O_2$ (9)
	$PO_2 + PO_2 \longrightarrow POOP + O_2$ (10)
	$PO_2 + PO_2 \longrightarrow \text{produits inertes} + O_2$ (11)
	$P^\circ + PO_2^\circ \longrightarrow POOP$ (12)
	$P^\circ + P^\circ \longrightarrow P-P$ (13)

I.5.2 Etats d'arts sur le vieillissement thermique

Que ce soit au cours du vieillissement naturel ou bien accéléré, de nombreux auteurs ont observé des changements structuraux, physiques, mécaniques et thermiques qui seraient la conséquence des coupures de chaînes dans la phase amorphe ou de réticulation [70, 71, 72]

Les changements chimiques se caractérisent par un changement dans la structure chimique par l'apparition des groupements fonctionnels, produits des différentes réactions de dégradation. Les groupements fonctionnels généralement obtenus sont des hydroperoxydes,

Les hydroxydes, les carbonyles et les vinyliques. **Anderson et Freeman** [73] ont révélé que lors de la dégradation thermo-oxydante de la résine polyester, l'oxygène attaque le groupement styryl et forme le groupement hydroperoxyde. Ces derniers, peuvent se décomposer à leur tour pour former l'hydroxyester. Sous l'effet de la chaleur, il se forme soit du dioxyde de carbone et propylène soit de l'acide carboxylique.

Quant aux changements physiques, ils se traduisent par une perte de la masse. En effet, selon **Verdu** [74], la majorité des processus de dégradation thermique s'accompagne de dégagements gazeux d'où la possibilité d'utiliser des critères gravimétriques pour réaliser un classement des stabilités. Par contre, pour **Dyakonov et al** [75], si les produits de dégradation formés sont non volatils, il peut se produire de nombreuses coupures des chaînes sans pour autant observer une importante perte de masse. C'est l'avis aussi de **Hilaire** [76] qui a rappelé qu'il existe de nombreux mécanismes de dégradation qui, par scission des chaînes sans production de volatils, conduisent à une baisse des propriétés mécaniques sans pour autant s'accompagner d'une perte de masse. Pour cet auteur, les produits de dégradation seront, soit volatils, soit dissous dans la matrice. Le changement physique peut aussi causer une variation de la température de transition vitreuse (T_g). En effet **Buch** [77] a constaté une diminution rapide de la T_g puis une remontée plus lente d'un composite carbone / époxy vieillis à 230 °C et à 250°C. Cette chute est expliquée par deux phénomènes dus aux scissions de chaînes par thermolyse dont les effets s'ajoutent, à savoir, l'augmentation de la mobilité moléculaire du fait de la diminution du degré moyen de réticulation, et la plastification du réseau par les segments de faibles poids moléculaires qui sont libérés.

Cependant, l'étude de **Devaune** [78] sur l'évolution de la température de transition vitreuse en fonction du temps de vieillissement (180°C, 200°C et 220°C) d'une matrice époxy a révélé que, pour chacune des trois températures de chauffe, la température T_g . Ces résultats sont en accord avec ceux de **Trabelsi** [79]. Pour **Devaune** [78], la constance de la température T_g est due à un équilibre lié à la présence simultanée des trois effets lors du vieillissement : la modification de la rigidité des chaînes, les coupures de chaînes et la réticulation.

Pour l'effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques. L'allongement à la rupture est le critère adopté pour évaluer la durée de vie d'un polymère. Il est généralement admis qu'un polymère n'est plus fonctionnel si son allongement à la rupture diminue de 50%

[85]. **Perrot** [81], il a constaté que les caractéristiques à la rupture ainsi que l'allure de la courbe de comportement des stratifiés verre/polyester dépendent fortement de la température de sollicitation.

Quant à **Schenguwang et al** [80] Ils ont observé une diminution du module de flexion et de la contrainte à la rupture en augmentant la température d'exposition sur deux types de composites à base de résine phénolique ayant subi différents traitements thermiques (200-500°C). De même, **Saadaoui et al** [82], ont montré une diminution des propriétés mécaniques en traction des composites carbone/ époxyde sollicités à différentes températures pendant 10 minutes. Selon les auteurs, cette perte est attribuée à la diminution des propriétés de la matrice thermodurcissable.

I.6 Conclusion

Cette étude bibliographique nous a permis tout d'abord de comprendre l'intérêt, l'utilisation, les propriétés des matériaux composites à matrice polymérique ainsi que leur comportement sous sollicitations thermiques et les différents mécanismes de dégradation résultants. Ces mécanismes de dégradation touchent aussi bien les propriétés physico-chimiques que mécaniques de ces matériaux. Les travaux rapportés dans la littérature sont nombreux et se sont intéressés à différents types de matériaux soumis à différentes température.

Par ailleurs, peu de travaux de la littérature ont été consacrés au comportement de matériau composite polyester insaturé/fibre de plume de poulet. C'est pour quoi nous avons choisi, dans le présent travail, d'étudier le comportement d'un composite à matrice polyester insaturé renforcé par des fibres de plume sous sollicitation thermique.

Références bibliographiques

- [1] : Abdelkebir .A, Mémoire master, « L'effet de la température de mercerisations sur les propriétés du composite (tissus de jute/ polyester) », Université de M'sila, 2018.
- [2] : Djefel. D, Mémoire master, « Elaboration et étude d'un nouveau composite à fibre d'origine animale à matrice organique », Université de Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou, 2011.
- [3] : Ardjoum. N, Amri. F, Mémoire master, «Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base d'une matrice biodégradable renforcée par la fibre de bois issue déchets de menuiseries », Université A. Mira de Bejaïa, 2016.
- [4] : Gornet. L, « Généralité sur les matériaux composites », ECN, Centre Nantes, 2011.
- [5] : Berthelot. J-M, « Matériaux composites », Editions Eyrolles, 2010.
- [6] : Yang.Y et al, «Recycling of composite materials, Chem. Eng. Process. Process Intensif», vol. 51, pp. 53–68, 2012.
- [7] : Henshaw J. M, « Recycling and disposal of polymer-matrix composites » , ASM International, pp. 1006–1012. 2001.
- [8] : Boufaïda .Z, Thèse, « Analyse des propriétés mécaniques de composites taffetas verre/matrice acrylique en relation avec les propriétés d'adhésion des fibres sur la matrice », Université de Lorraine, 2015.
- [9] : Ramanambahoaka .H.A, Mémoire master, « Essai de fabrication d'un matériau composite : matrice polyester renforcée de fibre de sisal », Université D'antananarivo, 2014.
- [10] : Hamadache. H, Mémoire de magister, « Etude de comportement d'un composite verre/polyester en milieux acide et base», Université de M'hamed Bouggara, Boumerdes, 2012.
- [11] : Dittenber .D. B, Gangarao .H. V. S, « Critical review of recent publications on use of natural composites in infrastructure», Compos. Part Appl. Sci. Manuf, vol. 43, no. 8, pp. 1419–1429, Aug. 2012.
- [12] : Adami. J, Thèse, « Etude rhéocinétique et diélectrique de systèmes réactifs à base de polyester insaturé (résines UP). Application au suivi en temps réel du processus de polymérisation dans le procédé RTM », Institut National des Sciences Appliquées, Lyon, 2004.

- [13] : Jannel. J. C, « Polyesters insaturés UP, Techniques de l'Ingénieur, AM3445 V1 », 2004.
- [14] : Belliard. P, « Polycondensation des polyesters insaturés », Techniques de l'Ingénieur, J5860 V3, 2009.
- [15] : Arlaud. P, « Polycondensation des polyesters insaturés », Techniques de l'Ingénieur, J5860 V2, 1994.
- [16] : Carma, «Glossaire des matériaux composites renforcés de fibres d'origine renouvelable», Laboratoire d'essais et d'évaluation environnement, Centre d'animation régional en matériaux avancés, 2006.
- [17] : Berthelot. J-M, « Matériaux composites comportement mécanique et analyse des structures », 4eme édition ,p1-63, Lavoisier, 2005.
- [18] : Andrea. S-D, Thèse, « Matériaux biodégradables à base d'amidon expansé renforcé de fibres naturelles : Application à l'emballage alimentaire », Université du Sud Toulon-Var, 2006.
- [19] : Vi Vi Do Thi , « Matériaux composites fibres naturelles/polymère biodégradables ou non », Université de Grenoble, p11-115, 2011.
- [20] : AL-Asheh .S et al, «Beneficial reuse of chicken feathers in removal of heavy metals from wastewater» .Journal of Cleaner Production 11: 321-326, 2003.
- [21] : Baley. C, « Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites ». Technique de l'ingénieur. Ref. AM. 5 130.
- [22] : Barone J.R, Schmidt W.F, «Polyethylene reinforced with keratin fibers obtained from chicken feathers», Composites, Science and Technology 65: 173-181, 2005.
- [23] : Melanie, Marie-Anne. C, « Le cacatoes rosalbin, Eolophusroseicapillus, encaptivite. Biologie, maintien en captivite, elevage, pathologie principale ». Ecole Nationale de Vetrinaire de toulouse. P 75-77.
- [24] : Reddy. N, Yang. Y, « Structure and Properties of Chicken Feather Barbes as Naturel Protein Fibers». J Polym Environ 15: 81-87, 2007.
- [25] : Augier. L, « Etude de l'élaboration de matériaux composites PVC / bois à partir de déchets de menuiserie : formulation, caractérisation, durabilité et recyclabilité », Institut national polytechnique de Toulouse, p10-160, 2007.
- [26] : Berthelot. J-M, « Mécanique des matériaux et structures composites », Technique & Documentation, 3éme édition, 1999.

- [27] : Aouat. H, Mémoire magister, «Récupération des Résidus de la Mouture des Céréales (RMC) dans l'Elaboration des Composites PVC/RMC », Université A. Mira Bejaia, 2011.
- [28] : El Hadji Babacar. Ly, Thèse, « Nouveaux matériaux composites thermoformables à base de fibres de cellulose », Institut National Polytechnique de Grenoble, 2008.
- [29] : Singha. A.S, Ashvinder. K.R, Jarial .R.K, « Mechanical, dielectric and thermal properties of Grewia optiva fibers reinforced unsaturated polyester matrix based composites ». Materials and Design 51:924-934, 2013.
- [30] : Mylsamyk, Rajendran .I, « Influence of alkali treatment and fiber length on mechanical properties of short agave fiber reinforced epoxy composites », Mater Des ; 32 :4629-40 , 2011.
- [31] : G. Kalusuraman et al, «Evaluation of surface pretreatments on the surface characteristics modification in sponge gourd (Luffa Cylindrica) fibers », Materials Research Express, Volume 6, Number 9, 2019.
- [32] : Rokbi. M, OSMANI. H, « L'effet des traitements de surface des fibres sur les propriétés mécaniques de composites Polyester-fibres Alfa », Laboratoire des Matériaux Non Métalliques (LMNM), UFAS, SETIF 19000, Algérie. b. Département de Génie Mécanique, Université de M'sila, Bp 166, Echbilia, 28000, Algérie, 2011.
- [33] : Towo. A.N, Ansell. M.P, «Fatigue of sisal fibre reinforced composites: Constant-life diagrams and hysteresis loop capture», Composites Science and Technology, v.68, p.915-924, 2008.
- [34] : Edeerozey. A.M.M, Hazizan. Md.A, Azhar. A.B, Ariffin. M.I.Z, «Chemical modification of kenaf fibers ». Materials Letters; 61: 2023-2025, 2007.
- [35] : Franck. M, Thèse , « Rhéologie de panneaux composites bois/thermoplastiques sous chargement thermomécanique: Aptitude au postformage », Université Laval, Québec, 2003.
- [36] : Jebrane M, Thèse, « fonctionnalisation chimique du bois par transestérification des esters d'énol », Université Bordeaux, 2009.
- [37] : Dhanalakshmi
- [38] : Ghali. L, Aloui M, Zidi. M, Bendaly. H, M'sahli. S, Sakli. F, « Effect of chemical modification of Luffa cylindrical fibers on mechanical and hygrothermal behaviours of polyester/luffa composites », Biorresources ; 3:3836-49, 2011.
- [39] : Luz. S.M, Del Tio. J, Rocha. G.J.M, Gonçalves. A.R, Del'arco Jr. A.P, « Cellulose and cellulignin from sugarcane bagasse reinforced polypropylene composites: Effect of acetylation on mechanical and thermal properties », Composites, Part A 39, 1362-1369, 2008.

- [40] : Tserki. V, Zafeiropoulosb. N.E, Simonb. F, Panayiotou. A, « study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibres », *Composites: Part A* 36, 1110-1118, 2005.
- [41] : Farsi. M, « Thermoplastic Matrix Reinforced with Natural Fibers: A Study on Interfacial Behavior», journal *Itechopen*, ISBN: 978-953-51-0297-7, In Tech, - reinforced-with-natural-fibers-a-study-on-interfacial-behavior p 242-246, 2012.
- [42] : Digabel- Houllier. F, Thèse, « Incorporation de co- produits de paille de blé dans des matrices thermoplastiques : Approche de la compatibilité charge- matrice et propriétés des composites », Université de Reims champagne Ardenne, 2004.
- [43] : Aznizam et al, «Effect of chitosan-Grafted-poly (Methyl Methacrylate) content on mechanical properties and thermal degradation of poly (vinyl chloride) composites», ISSN: 1662-7482,pp 3-7, 2014.
- [44] : Tran. H.N, Shinji. O, Nguyen. H.T, « Effect of alkali treatment on interfacial and mechanical properties of coir fiber reinforced poly (butylene succinate) biodegradable composites », Satoshi Kobayashi, *Composites: Part B* 42, 1648-1656, 2011.
- [45] : Catalin Puitel. A, Bogdan M.T, Gavrilescu. D, Puiu V.P, « Environmentally Sound Vegetal Fiber–Polymer Matrix Composites », *Cellulose Chemistry And Technology.*, 45 (3-4), 265-274, 2011.
- [46] : Alix. S, Lebrun. L, Morvan. C, Marais. S, « Study of water behaviour of chemically treated flax fibres-based composites: A way to approach the hydric interface » *Composites Science and Technology*, 71, 893-899, 2011.
- [47] : Matuana .L.M, Woodhams. R.T, Balatinecz. J.J, Park. C.B, « Influence of interfacial interactions on the properties of PVC/cellulosic fiber composites ». *Polymer composites*; 3: 3313-3318, 1998.
- [48] : John. M.J, Francis. B, Varughese. K.T, Thomas. S, « Effect of chemical modification on properties of hybrid fiber biocomposites ». *Composites: Part A*; 39: 352–363, 2008.
- [49] : Berbain. F, Chevalier. A, « Mise en œuvre des composites- Méthodes et matériels », *Technique de l'ingénieur* a 3720, 2014.
- [50] : Carreira. R.P, « Les matériaux composites dans l'industrie des sports et des loisirs ». *DECATHLON*, 2005.
- [51] : Ashori. A, Sheshmani. S, Farhani. F, « Preparation and characterization of bagasse/HDPE composites using multi-walled carbon nanotubes », *Carbohydrate Polymers*; 92: 865– 871, 2013.

- [52] : Kordkheili. H.Y, Farsi. M, Reza zadeh. Z, « Physical, mechanical and morphological properties of polymer composites manufactured from carbon nanotubes and wood flour », *Composites: Part B*; 44: 750–755, 2013.
- [53] : Kalendová. A, Kovárová. L, Malác. J, Machovský. M, Gerard. J.F, « Morphological study of PVC/montmorillonite nanocomposites ». *Olomouc, Česká Republika*; 12, 2010.
- [54] : Petersson. L, Oksman. K, « Biopolymer based nanocomposites: Comparing layered silicates and microcrystalline cellulose as nanoreinforcement », *Composites Science and Technology*; 66: 2187–2196 , 2006.
- [55] : Gutierrez. J, Le Lay. F, Hoarau. P, « Etude du vieillissement de composites verre résine polymère en milieu marin », *La construction navale en composites, Paris, 7-9IF'REMER, Actes de colloques n° 15, communication n° 3, 1992.*
- [56] : Carma, « Le vieillissement des polymères », *Laboratoire d'essais et d'évaluation en environnement, Centre d'animation régional en matériaux avancés, 2003.*
- [57] : kaci. M, Chapitre 1, « Vieillissement des Polymères ».
- [58] : Mercier. J, Thèse, « Prise en compte du vieillissement et de l'endommagement dans le dimensionnement de structures en matériaux composites », *Ecole des mines de Paris, 2006.*
- [59] : EL Aidani. R, Thèse, « effet du vieillissement sur les propriétés de la membrane humidifuge en e-ptfe/nomex® utilisée dans les vêtements de protection contre les incendies », 2012.
- [60] : Verdu. J, « Vieillissement chimique des polymères », 1990.
- [61] : Okamba-Diogo. O, Richaud. E, Verdu. J, Fernagut. F, Guilment. J, Fayolle. B, «Investigation of polyamide 11 embrittlement during oxidative degradation», *Polymer*, vol. 82, pp. 49–56, 2016.
- [62] : El-Mazry. C, Correc. O, Colin. X, «A new kinetic model for predicting polyamide 6-6 hydrolysis and its mechanical embrittlement», *Polym. Degrad, Stab*, vol. 97, pp. 1049–1059, 2012.
- [63] : Usuki. A, Kojima.Y, Usuki. A, Kawasumi. M, Okada. A, Fukushima. Y, Kurauchi. T, Kamigaito. O, «Synthesis of nylon 6-clay hybrid», *Journal of Materials Research*; 8: 1179-1184, 1993.
- [64] : Van Krevelen. D.W, «Thermal Decomposition» in «Properties of Polymers», Chapter 21, 4th edition, 2009.

- [65] : Fayolle. B, Verdu. J, « Vieillissement physique des matériaux polymères », Technical report, Techniques de l'Ingénieur, AM 3150 01, 2005.
- [66] : Boucher. V, Thèse, « Etude du vieillissement de matériaux hautes températures pour machines tournantes et définition de méthodes d'essais accélérées », Université de Grenoble, 2010.
- [67] : Bolland. J.L, Gee, Trans, Faraday, Soc, « Kinetic studies in the chemistry of rubber and related materials. III. Thermochemistry and mechanisms of olefin oxidation », Transaction of the Faraday society: 42, 236-244, 1946.
- [68] : Combette, Patrick, Ernoult, Isabelle, « Physique des polymères. Tome 2 : Propriétés mécaniques », Hermann éditeur, canada, pp62-67, 2005.
- [69] : Cinausero. N, Thèse, « Etude de la dégradation thermique et de la réaction au feu de nanocomposites à matrice PMMA et PS », université Montpellier II sciences et techniques du languedoc, pp5-20, 2009.
- [70] : Nayak. S.K, Verma. S.K, Mohanty. S, «Composites Science and Technology», Vol 66, 538-547, 2006.
- [71] : Hyun-Joong Kim, Hee-Soo Kim, Sumin Kim, Han-Seung Yang. «Thermal analysis study of viscoelastic properties and activation energy of melamine-modified urea-formaldehyde resins», Journal of Adhesion science and technology :20(8) :803-816, 2006.
- [72] : Edith. M, Thi-Thu-Loan. D, Shang-Lin. G, « Composites Science and Technology », Vol 66, 952-963, 2006.
- [73] : Anderson. D.A, Freeman. E.S, «The kinetics of the thermal degradation of the synthetic styrenated polyester», Journal of Applied Polymer Science, pp192-199, 1959.
- [74] : Verdu. J, «Matériaux polymères, relations structure-propriétés», Cours ENSAM, Technique de l'ingénieur, Paris, pp 2-20, 1992.
- [75] : Dyakonov. T, Mann. P. J, Chen. Y, «Thermal analysis of some aromatic amine cured model epoxy resin systems – II: Residues of degradation», Stevenson, Polym. Degrad. & Stab54, pp67-83, 1996.
- [76] : Hilaire. B, Thèse, «Etude du vieillissement thermique d'une résine polyimide thermostable, l'IP 960 », Paris, pp25-70, 1991.
- [77] : Buch. X, Thèse, « Dégradation thermique et fluage d'un adhésif structural epoxy », Centre des Matériaux P.M. Fourt de l'Ecole des Mines de Paris, pp2-80, 2000.
- [78] : Devanne. T, Thèse, « Vieillissement radiochimique d'un réseau époxyde », Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Paris, pp 4-70, 2003.

[79] : Trabelsi. W, Thèse , « Vieillissement de matériaux composites Carbone/Epoxy pour applications Aéronautiques », Ecole nationale supérieure d'art et de métiers, pp5-50, 2006.

[80] : wang. S, Adanur. S, jang. B, « Mechanical and thermo-mechanical failure mechanism analysis of fiber/filler reinforced phenolic matrix composites», Composite part B, Elsevier, P215-231, 1997.

[81] : Perrot. Y, Thèse, «Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites verre/polyester utilisés en construction navale de plaisance cas des résines polyester limitant les émissions de styrène », Paris, pp 1-235, 2006.

[82] : Saadaoui. H, Maslouhi. A, Beland. S, Roy. C, «Acousto-Ultrasonic Signal Classification to Evaluate High Temperature Degradation in Composites», Journal of Acoustic Emission, 12, Number 1/2, pp. 45-54, 1994.

Chapitre II

Matériaux et techniques

Introduction

Il faut rappeler que le présent travail consiste en l'étude du comportement d'un composite fibre de plume/polyester soumis à un vieillissement thermique.

Les performances des composites dépendent de toute évidence des matériaux de base mais aussi de leur capacité à s'associer à ce qui fait appel à la notion d'interface fibre/matrice. Ainsi, ce chapitre sera consacré à une présentation des matériaux et du matériel utilisé pour les différents traitements et des techniques de caractérisation. Dans le présent travail nous avons utilisé deux traitements de surface de la fibre: le traitement alcalin et le traitement par acétylation. Comme techniques de caractérisation, il sera fait appel à: la Spectrométrie Infrarouge en mode (ATR), l'Analyse Thermogravimétrie (TGA) et à des essais mécaniques de traction et flexion.

II.1 Matériaux

II.1.1 Produits de base

La résine polyester insaturée utilisée est une POLYLITE 442-100 à base d'acide orthophtalique fabriquée et commercialisée par RECHOLD. C'est une résine à faible réactivité non thixotrope et pré-accélérée destinée à toute application en moulage au contact, en stratification en continu et en enroulement filamentaire. La résine est catalysée à l'aide d'une solution de peroxyde, nommée PMEC 50 (solution à 50 % par masse de peroxyde de méthyléthylcétone dans le diméthylphtalate titrant 9% à 9.2% d'oxygène actif) [1]. Les caractéristiques des produits utilisés sont résumées dans les Tableaux II.1.

Tableau II.1 : Caractéristiques de la résine polyester insaturée

Caractéristiques avant ajout de catalyseur		Caractéristiques après ajout de Catalyseur	
Densité	1.10g/cm ³	Dureté Barcol	40
Teneur en styrène	39 %	Résistance à la flexion	105 MPa
Viscosité à 28°C	380-480 cps	Module d'élasticité	4200 MPa
Indice d'acide	22.5 mg KOH/g	flexion	62 °C
Couleur (max)	80 Hazan	Température de en	
Point d'éclaire	32°C	dureté (HDT)	

Nous avons utilisé comme renfort, des fibres de plumes de poulet. Les plumes ont été récupérées auprès d'un l'abattage de volailles de Béjaia.

II.2 Déchets de plumes

Les poulets de chair sont des poulets élevés pour leur viande. Le nombre total de poulets de chair dans le monde est estimé à plus de 80 milliards en 2020, dont presque 25% aux Etats-Unis, 14% dans l'UE et un peu moins de 19 % en Chine. La viande de poulet coûtant est moins chère que les autres viandes, elle a vu une augmentation rapide de sa part de marché. Plus de 4,4 milliards de poulets de chair sont produits chaque année dans l'Union Européenne (UE). La production intensive de viande de poulet est une industrie.

La production agricole dans la wilaya de Bejaïa ainsi que l'estimation de leurs déchets de plumes générées sont données dans les tableaux ci-dessous.

Tableau II.2: Production par année de poulet de chair, de poule pondeuse et de dinde dans la wilaya de Béjaia.

Année	Effectifs de poulet de chair	Effectifs de poules pondeuses	Effectifs de dindes
2014/2015	4261 308,00	1490 630,00	6 800,00
2015/2016	4317 284,00	1584 827,00	14 600,00
2016/2017	4 305 847	1 958 056	-
2017/2018	5366 400,00	1821 479,00	6 700,00
2018/2019	5526 182,00	1764 424,00	7 200,00
2019/2020	5607 078,00	1667 871,00	8 300,00

D'après le tableau ci-dessus, nous remarquons une nette évolution des effectifs de poulets de chair et une relative à l'évolution assez timide d'effectifs de poules pondeuses avec une légère baisse en 2017/2018, 2018/2019, 2019/2020. L'effectif de dindes paraît modeste par rapport à celui des poulets de chair et poules pondeuses.

Le Tableau II.3 regroupe la masse des plumes générées par la production du poulet de chair, des poules pondeuses et des dindes dans la wilaya de Bejaïa.

Tableau II.3: Masse des plumes générées par la production du poulet de chair, de poules pondeuses et dindes dans la wilaya de Bejaïa durant les années 2014 à 2020.

Année	Masse des plumes de poulet de chair générées (Kg)	Masse des plumes de poules pondeuses générées (Kg)	Masse des plumes de dindes générées (Kg)
2014/2015	4261 30,8	1490 63	6 80
2015/2016	4317 28,4	1584 82,7	14 60
2016/2017	4 305 84,7	1 958 05,6	-
2017/2018	5366 40	1821 47,9	6 70
2018/2019	5526 18,2	1764 42,4	7 20
2019/2020	5607 07,8	1667 87,1	8 30

L'analyse des données du tableau ci-dessus montre une évolution croissante de quantités de plumes par an, ce qui justifie leur valorisation. Ces plumes, provenant de l'abattage de volaille sont constituées de matière riche en protéines de nature kératinique. Leur décomposition dans la nature en aérobie provoque des dégagements de gaz nocifs et des odeurs nauséabondes. Ce qui peut causer de sérieux problèmes de pollution à l'environnement. Il est alors intéressant de rechercher une synergie technique et écologique pour une meilleure valorisation de ces déchets.

II.2.1 Traitement mécaniques des fibres de plume

Après un lavage au détergent, un rinçage à l'eau en abondance et un séchage à l'air libre de ces plumes, nous avons séparé les barbes du rachis à l'aide d'une paire de ciseaux. Les barbes récupérées ont ensuite subi un traitement mécanique par cardage afin de séparer les barbes qui sont liées par les barbules pour obtenir des fibres. Enfin ces fibres ont été coupées en plus courtes avec une longueur moyenne de 5 mm. La Figure ci-dessous montre les différentes étapes du traitement mécanique subi par les plumes.



Figure II.1: Présentation des plumes avant et après traitement.

II.2.2 Traitement chimique de la fibre de plume de poulet

II.2.2.1 Traitement par l'hydroxyde de sodium (NaOH)

Dans un ballon on introduit 10g de fibre et 250ml de NaOH à 5%, le ballon est placé dans un bain marie chauffé à 30°C pendant 3 heures, les fibres sont ensuite rincées plusieurs fois avec de l'eau distillée contenant 10-2 mol/L d'acide acétique afin de neutraliser l'excès de soude.

Elles sont enfin lavées avec l'eau distillée jusqu'à PH neutre puis étuvé à 80°C pendant 24h et enfin tamisées [2].



Figure II.2 : Installation u traitement l'hydroxyde de sodium (NaOH) de la fibre de plume.

II.2.2.2 Modification chimique par acétylation

Cette modification chimique a été effectuée selon le protocole expérimental qui a été tiré du travail de S.M. Luz et al [3].

30g de fibre de plume ont été placés dans un ballon avec 72,5ml (76g) d'acide acétique, le ballon a été mis dans un bain thermostat à 35°C durant 45 mn sous agitation magnétique continue, ensuite 24 ml (25g) d'acide acétique et 0,1 ml de H₂SO₄ concentré ont été ajoutés; la réaction continue durant 1h à 35°C. Après refroidissement du mélange à ambiante, 41 ml d'anhydride acétique et 0,6 ml de H₂SO₄ ont été ajoutés, le contenu du ballon est maintenu à température ambiante durant 15 mn, ensuite la température a été augmentée pour atteindre 50 à 55°C, et la réaction continue durant 3h. Finalement le mélange a été filtré, lavé par l'eau distillée, séché à température ambiante.



Figure II.3 : Installation du traitement par acétylation de la fibre.

II.3 Elaboration des matériaux

La méthodologie d'élaboration des matériaux composites, se résume à une imprégnation de deux plis de renfort avec de la résine UP par la méthode de moulage au contact à la température ambiante. Le pourcentage massique en catalyseur est de 2 %. Belloul et al [4], ont constaté que l'utilisation d'une résine pré-accélérée (0.06 de cobalt) avec 2% de PMEC 50 à température ambiante permet d'atteindre des propriétés mécaniques optimales.

Quant aux taux de fibres utilisés est de 30% de fibre de plume. Les plaques élaborées sont de dimensions 300×200 mm² La procédure d'élaboration consiste à:

- ✓ appliquer une cire de démoulage sur une plaque rigide (support lisse en verre) et laisser sécher pendant quelques minutes, puis bien essuyer avec un chiffon afin de faciliter le démoulage;

- ✓ appliquer une couche de résine polyester insaturée ($0,28 \pm 0,05$) mm sur une plaque à l'aide d'un pinceau, puis poser les plis de fibre de plume l'un après l'autre. Chaque pli est soigneusement imprégné de résine à l'aide d'un pinceau et d'un rouleau d'ébulleur.

Les différentes formulations sont représentées dans le Tableau II.2 :

Tableau II.4 : Composition des formulations

Formulations	UP	CNT	CTA	CTB
	La résine polyester insaturé	La résine polyester insaturé /fibre plume de poulet non traitée	La résine polyester insaturé / fibre plume de poulet traitée avec un traitement d'acétylation	La résine polyester insaturé / fibre plume de poulet traitée avec un traitement basique

II.3.1 Eprouvettes

Les éprouvettes du composite, elles sont découpées à partir des plaques à l'aide d'un disque diamanté sous un jet d'eau selon les dimensions préconisées par les normes ISO 527 pour la traction (Figure II.4) et NF T 51-001 pour la flexion (Figure II.5).

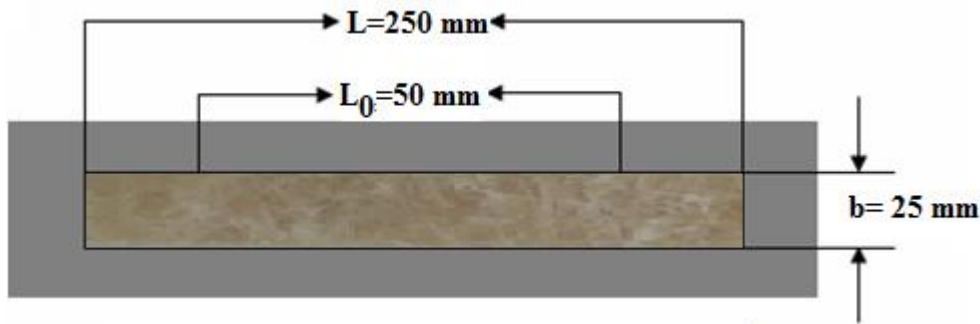


Figure II.4 : Eprouvettes d'essais en matériau composite pour la traction.

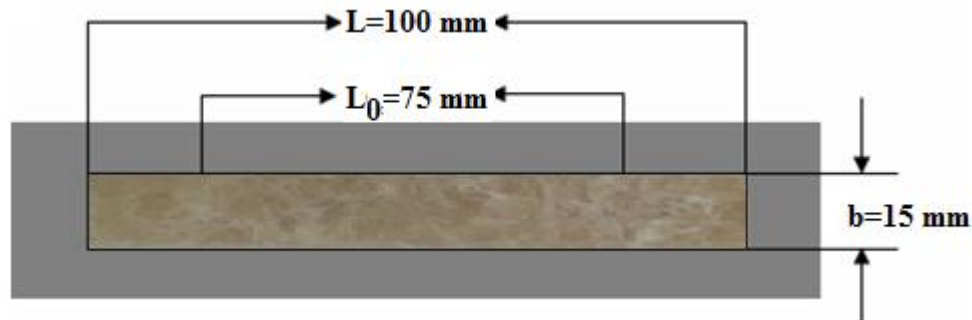


Figure II.5 : Eprouvettes d'essais en matériau composite pour la flexion.

Après conditionnement pendant 24 heures, les éprouvettes ainsi que les films ont subi un post cuisson de 40°C pendant 16 heures d'après l'étude de Perrot [5] qui a confirmé que l'utilisation d'un tel conditionnement permet d'obtenir un état de réticulation reproductible et représentatif de celui rencontré à l'échelle industriel.

II.4. Exposition thermique des échantillons

Pour étudier l'effet de vieillissement thermique sur les propriétés des composites à fibre de plume de poulet/résine polyester insaturée, les échantillons sont soumis à une source thermique selon la procédure décrite ci-dessous.

L'étuve est d'abord préchauffée à la température d'exposition, avant opération. Les échantillons sont placés sur un support en aluminium et séparés d'une distance d'environ 30 mm les uns des autres. Les échantillons de composites sont exposés à des températures de 150 °C durant 1 heure. Après refroidissement à température ambiante différentes caractérisations sont effectuées.

II.5 Techniques d'analyse

II.5.1 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

Les spectres obtenus par infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) par mode ATR nous renseignent sur la nature des fonctions chimiques présentes dans un matériau. En effet, chaque pic du spectre correspond à un groupement fonctionnel. Des analyses spectrales en infrarouge ont été réalisées sur les échantillons. L'appareil utilisé est un spectromètre à transformée de Fourier de marque Spectrum Two Perkin Elmer entre 4000 et 400 cm^{-1} [6].

II.5.2 Analyse thermogravimétrique

Cette analyse sert à évaluer la perte de masse que subit un échantillon au cours d'un traitement thermique en fonction de la température. Les thermogrammes des différents échantillons ont été enregistrés à l'aide d'un appareil thermogravimétrique de type STA PT 1600, piloté par un micro-ordinateur. Une masse de quelques milligrammes (10 à 20 mg) est introduite dans un creuset en platine, la perte de masse est mesurée sous atmosphère inerte d'azote dans un intervalle de température de 20 à 700 °C avec une vitesse de chauffe de 10 °C/mn [7].

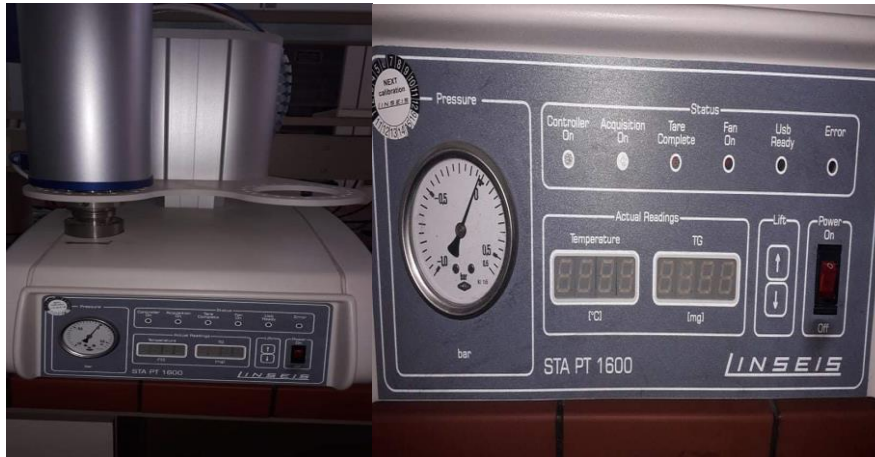


Figure II.11: STA PT 1600.

II.6 Caractérisations mécaniques

II.6.1 Essais de traction

Les essais de traction sont effectués sur une machine Zwick/Roell Z050 (Figure II.12), la cellule de charge (dynamomètre) est reliée à une chaîne d'acquisition qui permet l'enregistrement simultané du temps, du déplacement, de la charge et la déformation. Les informations sont stockées et traitées par ordinateur à l'aide du logiciel **TestXpertV9.01**.

Les éprouvettes de traction sont testées avec une vitesse de 2 mm/min [1].



Figure II.12 : Machine d'essais universelle électromécanique de marque Zwick+Roelle Z050.

II.6.2 Essai de flexion trois points

Les essais de flexion sont menés sur la machine Zwick/Roell Z010 (Figure II.13). La distance entre appuis choisie assure un élanement égal à 15 (longueur entre appuis/épaisseur de l'éprouvette) dans le cas de la résine seule et égal à 17 dans le cas du composite. Ils sont

réalisés dans les mêmes conditions (nombre d'éprouvettes, milieux d'immersions et vitesse de charge) que les essais de traction [1].



Figure II.13 : Machine de flexion électromécanique de marque Zwick+Roelle Z050.
Quanta 600.

Références bibliographiques

- [1]: Hamadache. H, Mémoire magister, «étude du comportement d'un composite verre/polyester en milieu acide et base », Université M'hamedbougare-boumerdes, 2012.
- [2]: Ardjoum .N et Amri .F, Mémoire de fin de cycle, « élaboration et caractérisation d'un matériau composite à base d'une matrice biodégradable renforcée par la fibre de bois issue de déchets de menuiseries », Université A. mira de Béjaïa, 2016.
- [3]: Luz S.M et al, «Cellulose and cellulignin from sugarcane bagasse reinforced polypropylene composites: Effect of acetylation on mechanical and thermal properties » Composites, Part A 39, 1362-1369, 2008.
- [4]: Belloul N., Mémoire magister, «Procédé de fabrication de structures en composite verre/polyester », Génie des procédés industriels, Laboratoire LRME, Université de Boumerdes, 70p, 2007.
- [5]: Perrot Y., Thèse, « Influence des propriétés de la matrice sur le comportement mécanique de matériaux composites verre/polyester utilisés en construction navale de plaisance - Cas des résines polyester limitant les émissions de styrène », Paris,235p, 2006.
- [6]: Hamadi .Z, Mémoire magister, « Etude du comportement d'un composite verre/polyester sous sollicitations thermiques », Université M'hamedbougare-boumerdes, 2012.
- [7]: Aouat .H, Mémoire magister « Récupération des résidus de la mouture des céréales (RMC) dans l'élaboration des composites PVC/RMC », Université Abderrahmane mira Bejaïa, 2011.

Chapitre III

Résultats et discussions

Introduction

Après avoir exposé dans le chapitre précédent, le mode d'élaboration des matériaux et leur condition de vieillissement et après avoir présenté les modes opératoires des différents essais programmés pour la caractérisation du matériau, le présent chapitre sera consacré à la présentation des résultats de caractérisation et leur discussion.

III.1 Première partie: Effet des traitements chimique de la fibre sur les propriétés des composites fibres de plume/résine UP traitée et non traitée

III.1.1 Analyse spectroscopique (ATR)

Afin de souligner les modifications spectrales des composites au cours des traitements chimiques, une série représentative de spectre des composites à fibre traitée (traitée par acétylation CTA et traitée par NaOH (CTB) et non traitée (CNT) par la soude et acétylation sont présentés dans la Figure III.1.

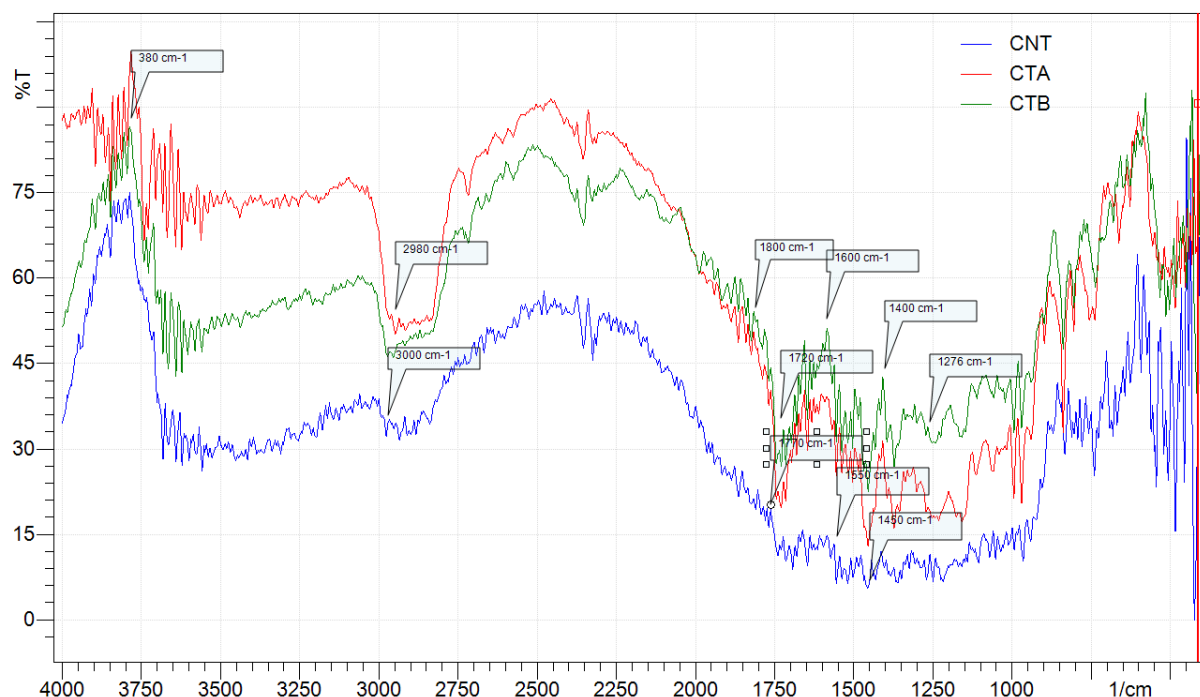


Figure III.1 : Spectre (ATR) des composites à fibre de plume de poulet brute et traitée.

L'avancement de la réaction des traitements chimiques effectués sur la fibre de plume se traduit sur les spectres par la modification de plusieurs bandes :

- Une diminution de l'intensité de la bande 3827 cm^{-1} caractéristiques des groupements hydroxyles, cette diminution est attribuée principalement à la diminution du caractère hydrophile de la fibre après traitements [1, 2, 3]. Cependant cette diminution est

d'autant plus importante dans les composites à fibre traitement par acétylation, ceci est dû à la substitution de l'hydrogène des groupements hydroxyles par des groupements acétyles après la réaction d'acétylation. Ces résultats à été observé par **A. Bessadok et al** [4].

- Une augmentation de l'intensité de la bande à 2989 cm^{-1} après le traitement chimique par la soude et l'acétylation caractéristique des vibrations O-H de la fonction acide.
- Augmentation des bandes entre 1400 cm^{-1} et 1600 cm^{-1} après le traitement chimique par la soude et l'acétylation appartenant à la liaison C=C des groupements aromatiques [5].
- L'apparition d'un pic intense dans le spectre des composites à fibre traitée à 1750 cm^{-1} appartenant aux groupements esters produits lors de la réaction [6, 7, 8].
- L'apparition d'un pic intense à 1276 cm^{-1} qui peut être assignée à la liaison C-O de l'ester formé [5].
- L'augmentation de la bande 700 cm^{-1} attribuée à la liaison (C-H) du groupement aromatique après traitement [5].

Il est intéressant de noter que l'augmentation des bandes citées lors du traitement par les deux traitements, est due à la réaction d'estérification des groupements hydroxyles.

III.1.2 Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique permet de suivre la perte de masse et la décomposition thermique de l'échantillon en fonction de la température. L'analyse thermogravimétrique a été réalisée afin de comparer l'influence des traitements des fibres de plumes sur les composites fibres de plume/résine UP.

Les thermogrammes ATG et DTG de la résine et des composites à fibre traitée et non traitée sont représentés dans les Figures III.2 et III.3 respectivement. Plusieurs données thermiques ont été tirées de cette analyse sont résumés dans le Tableau III.1. Les résultats obtenus montrent que la décomposition thermique de la résine UP s'effectue en deux étapes. La première étape se produit entre 100°C - 250°C . Quant à la deuxième étape, elle se produit entre 250°C - 440°C . Ce résultat est similaire à celui rapporté dans la littérature [9, 10, 11]. **Kandare et al** [10], ont note que la première étape est attribuée à la perte d'eau par le phénomène de déshydratation. Lors de la deuxième étape, elle est attribuée à la rupture statistique des chaînes du polyester et du polystyrène pour former de l'anhydride phtalique, styrène, CO, CO₂, benzène...etc.

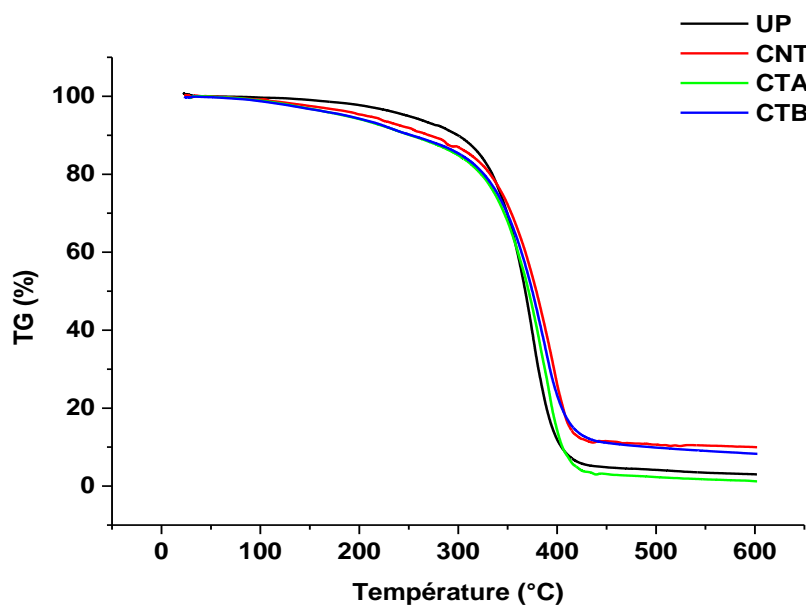


Figure III.2 : Thermogrammes ATG de la résine UP, CNT, CTA et CTB.

L'allure générale des thermogrammes des composites à fibre traitée et non traitée est similaire à celle de la résine UP. Toutefois, la température de début de dégradation de UP vierge est supérieure à celle des composites. L'incorporation de la fibre de plume dans la matrice UP conduit à une diminution de la température de début de décomposition.

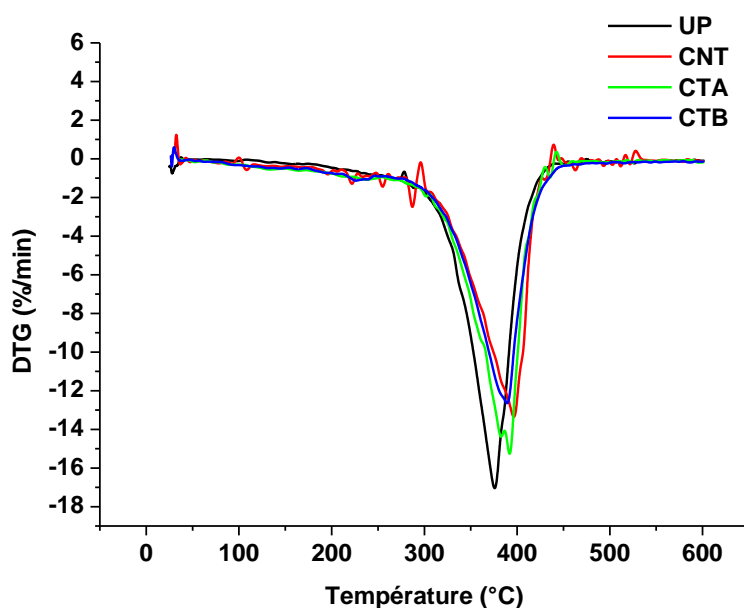


Figure III.3 : Thermogramme DTG de la résine UP, CNT, CTA et CTB.

Tableau III.1 : Propriétés thermiques du UP et des composites.

Matériaux	Td (°C)	T5% (°C)	T50% (°C)	T à Vmax (°C)	TR (%)
UP	269	224	366.92	375	2.76
CNT	256	212.60	379.66	398	10.11
CTA	264.9	194.74	370.7	392.4	1.32
CTB	265.2	194.80	373.4	388.60	8.36

En analysant les paramètres thermiques tirés des thermogrammes TG/DTG de UP et des différents composites CNT, CTA et CTB on peut tirer plusieurs remarques :

- La vitesse de dégradation diminue avec l'incorporation de la fibre brute et elle augmente avec l'ajout de la fibre traitée, cela montre que la charge brute n'améliore pas la stabilité thermique du composite.
- Dans le cas du composite à fibre traitée, la température de début de dégradation du composite correspondant est faible relativement aux composites à fibre non traitée. Selon Abu Bakar A et al [12], ceci est attribué au fait que la fibre traitée par acétylation présente déjà une sensibilité à la dégradation [12]. Néanmoins, le composite formulé par la fibre traitée par la soude montre un résultat plus au moins meilleur par rapport aux autres composites.
- On remarque ainsi que les pertes de masse des composites à 50% ont eu lieu à des températures supérieures à celle la résine UP.

III.1.3 Caractérisation mécanique

III.1.3.1 Traction

Des essais de traction ont été réalisés afin de caractériser le comportement mécanique des composites et notamment l'effet des traitements chimiques sur les propriétés en traction.

III.1.3.1.1 La Contrainte à la rupture

La Figure III.4 représente l'évolution de la contrainte à la rupture des composites traités et non traités. On remarque une amélioration de la contrainte à la traction des composites à fibre traitée par rapport à celle non traitée, cela est dû à l'amélioration des interactions entre la fibre et la matrice et par conséquent un meilleur transfert de contrainte entre les deux phases [13].

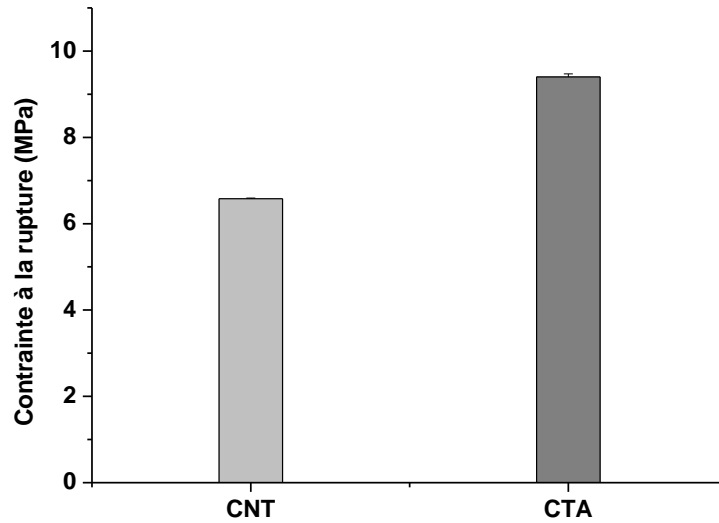


Figure III. 4: Evolution de la contrainte à la rupture des composites CNT et CTA.

III.3.1.2 Allongement à la rupture

L'évolution de l'allongement à la rupture des composites traités et non traités est représentée sur Figure III.5. Le traitement par acétylation de la fibre de plume a apporté une amélioration de l'allongement à la rupture par rapport aux non traités qui peuvent être attribués à une certaine plastification de la fibre de plume et à l'amélioration de l'adhésion interfaciale. Ces résultats sont en accord avec ceux de **Zheng et al** [14] qui ont enregistré une augmentation de l'allongement à la rupture de 3,5% pour les composites à base de fibres de bagasse non traitées à 5,8% pour les composites traités par l'acide benzoïque.

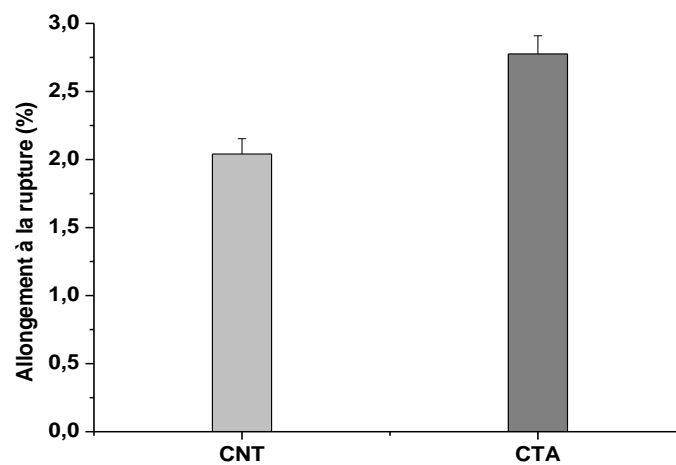


Figure III.5 : Evolution de l'allongement à la rupture des composites CNT et CTA.

III. 3. 1.3 Module d'élasticité

L'évolution du module d'élasticité des composites à base de UP et fibre de plume est illustrée sur les histogrammes de la Figure III.6. D'après cette figure, on remarque que le module d'élasticité pour les composites à fibre traitée est sensiblement amélioré par rapport aux composites à fibre non traitée. Cette amélioration est probablement due à une meilleure adhésion interfaciale entre la matrice et le renfort après traitement.

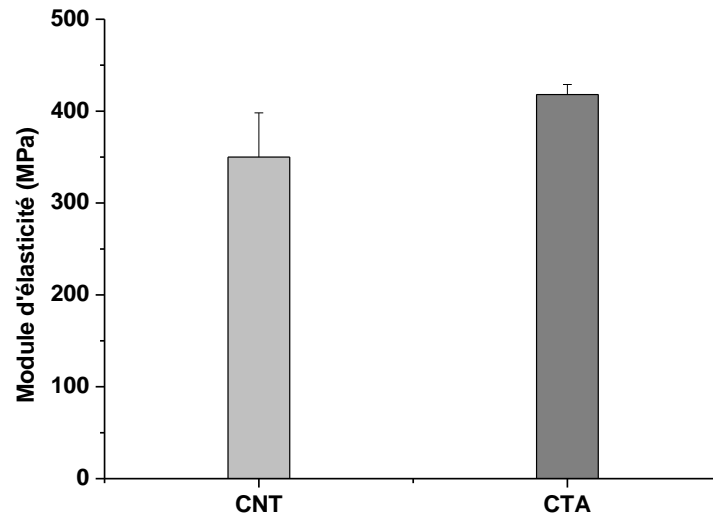


Figure III.6 : Evolution de Module d'élasticité des composites CNT et CTA.

III.1.3.2 Essai de flexion trois points

III 1.3.2.1 La charge à la rupture

La Figure III.7, montre l'évolution de la charge à la rupture des composites CNT, CTA et CTB, présentée sous forme d'histogrammes. On remarque que les composites contenant la fibre de plume traitée par acétylation ne montrent aucun changement significatif par rapport aux composites non traités. En outre, la charge à la rupture a augmentée pour les composites constitués de fibres de plume traitée par la soude, ceci est peut être dû à une amélioration de l'adhésion interfaciale après traitement. Des résultats similaires ont été trouvés par les travaux de recherche de **A.S. Singha et al** [15], ils ont constaté qu'après mercerisations des fibres de tige de raisin, la contrainte à la flexion des composites UP/fibre de tige de raisin augmente par rapport aux composites à fibre brute.

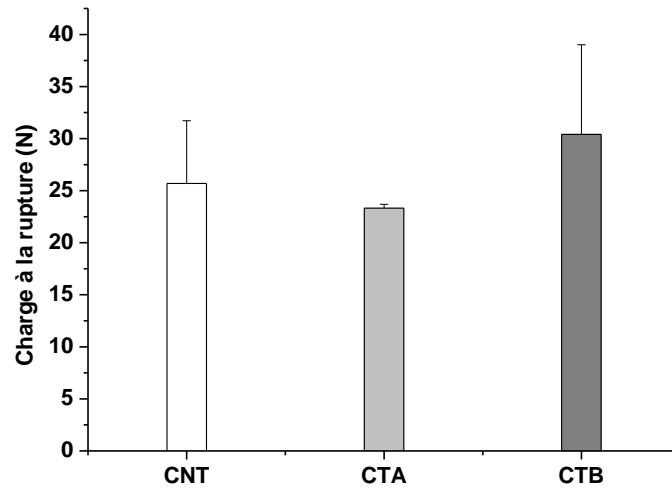


Figure III.7 : Evolution de la charge à la rupture des composites CNT et CTA.

III 1.3.2.1 Déplacement à la rupture

La Figure III.8 représente l'évolution du déplacement à la rupture des composites en fonction de la fibre de plume. On remarque que les composites à fibre de plume traité par acétylation diminue le déplacement à la rupture. Par contre, le traitement par la soude, a apporté une amélioration de cette propriété par rapport aux composites non traités qui peut être attribuée à l'amélioration de l'adhésion interfaciale entre les deux composants.

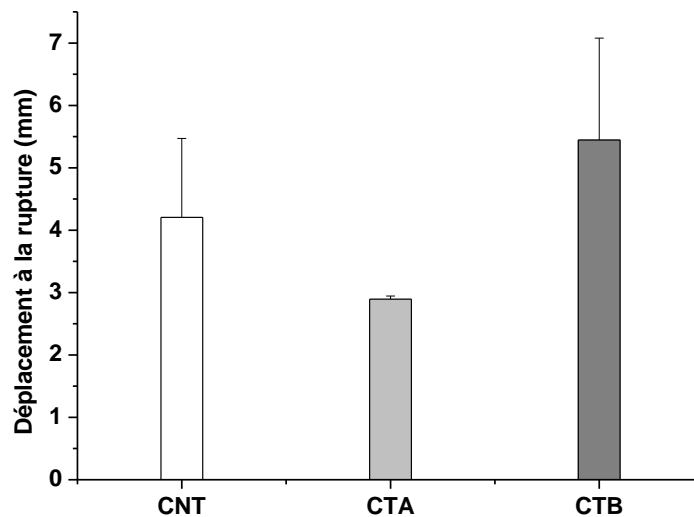


Figure III.8 : Evolution du déplacement à la rupture des composites CNT et CTA.

III.1.3.2.3 Module de flexion

L'évolution du module de flexion des composites à base de fibre de plume brute et traitée est illustrée sur les histogrammes de la Figure III.9. Les traitements par l'acétylation et la soude ont apportés une diminution du module de flexion par rapport au composite non traité.

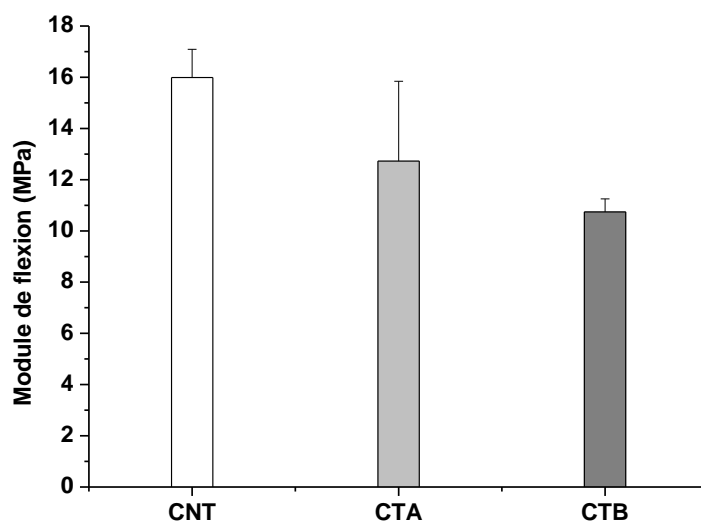
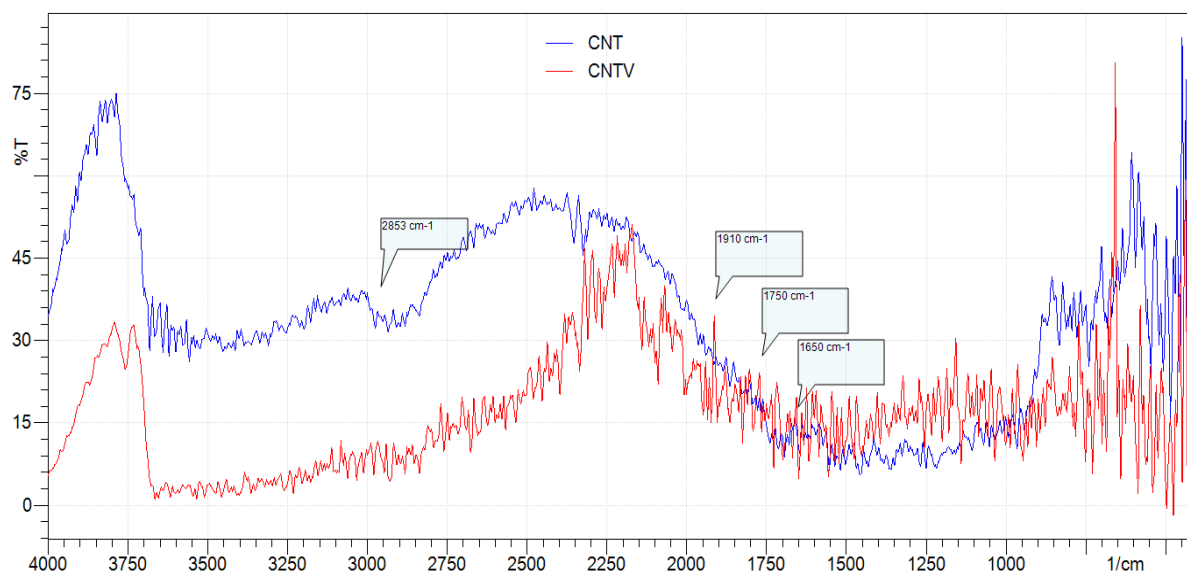


Figure III.9: Evolution du module de flexion des composites CNT et CTA.

III.2 Deuxième partie: Effet du vieillissement thermique sur les propriétés des composites fibres de plume/résine UP traitée et non traitée

III.2.1 Analyse spectroscopique (ATR)

Les composites traités et non traités ont été chauffés à 150°C pendant une heure, puis analysés par infrarouge mode ATR. Les spectres de transmittance obtenus sont illustrés par les Figures III.10.



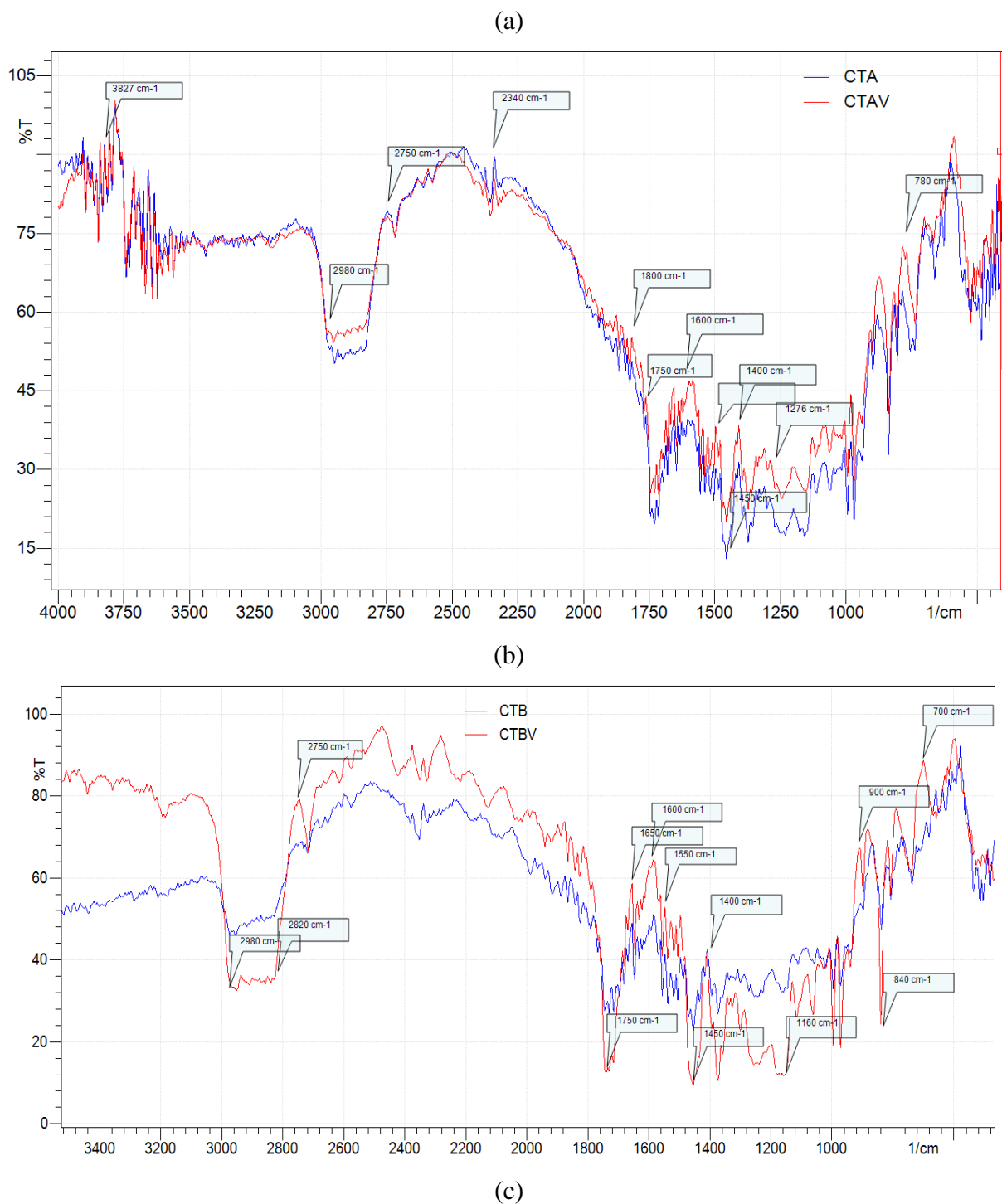


Figure III.10 : Spectre (ATR) des composite à fibre de plume brute et traitée avant et après le vieillissement.

L'interprétation des différents spectres obtenus sera faite par comparaison avec celui du composite n'ayant subi aucune sollicitation thermique:

Les spectres infrarouges obtenus montrent différentes bandes de transmittance. Chacune d'entre elles correspond à une fonction chimique donnée. Les tests réalisés avaient principalement pour objectif la vérification de la présence ou non de nouveaux groupes

fonctionnels liés à des mécanismes de scission de chaînes dans la structure moléculaire des différents composites traités et non traités et qui seraient responsables de la diminution observée des propriétés mécaniques. Par comparaison avec le spectre infrarouge des composites non vieillis, on note essentiellement l'évolution de bande de transmittance située entre 2800 cm^{-1} et 3000 cm^{-1} attribuée aux groupements carbonyles dont l'intensité s'accroît après vieillissement. Ceci indique que des liaisons chimiques dans la structure des composites sont affectées par le vieillissement aux hautes températures (Figure III.10 (a)).

Le spectre relatif au composite à fibre traitée par NaOH vieilli montre une grande augmentation de l'intensité des bandes de vibration correspondant aux fonctions acides entre 2800 cm^{-1} et 3060 cm^{-1} par rapport aux composites à fibre traitée par acétylation Figure III.10 (b)). Le spectre relève également, la diminution de l'intensité des bandes de vibration d'élongation du groupement C-O de la fonction ester et une augmentation de l'intensité des bandes de vibration correspondant aux cycles aromatiques entre 1650 cm^{-1} et 1450 cm^{-1} . Ces changements de l'intensité est peut être dû à la dégradation thermo-oxydante. Selon **Anderson et Freeman** [16], l'oxygène attaque le groupement styryl et forme le groupement hydroperoxyde, et ceci pourrait donc expliquer la croissance des bandes de vibration correspondant à la fonction acide observée entre 2800 cm^{-1} et 3060 cm^{-1} . Quant à la diminution en intensité de la bande de vibration d'élongation du groupement (C-O) de la fonction ester, elle pourrait être expliquée, que sous l'effet de la chaleur, il se forme dioxyde de carbone et propylène où de l'acide carboxylique.

Dans la région 1800-1550 cm^{-1} décrite en Figure III., on remarque l'augmentation d'une bande de transmittance à 1740 cm^{-1} caractéristique des carbonyles et cette bande augmente en intensité avec le temps d'exposition. L'augmentation de bande de carbonyle ne peut être attribuée qu'à un processus d'oxydation Selon **Zanetti et al** [17], le massif des carbonyles serait constitué de la superposition de plusieurs pics liés aux lactones (1778 cm^{-1}), esters (1770-1740 cm^{-1}), cétones saturées et insaturées (1718 cm^{-1} et 1698 cm^{-1}) ainsi qu'aux acides carboxyliques (1710 cm^{-1}).

III.2.2 Observations visuelles

De simples observations visuelles ont permis de constater un changement de l'aspect extérieur des échantillons chauffés à 150°C. En effet ces échantillons, de couleur marron clair translucide, connaissent un changement progressif de couleur jusqu'à devenir marron foncé à

150°C, Figures III.11. Ce changement de couleur traduit certainement une dégradation d'origine thermique de la résine.

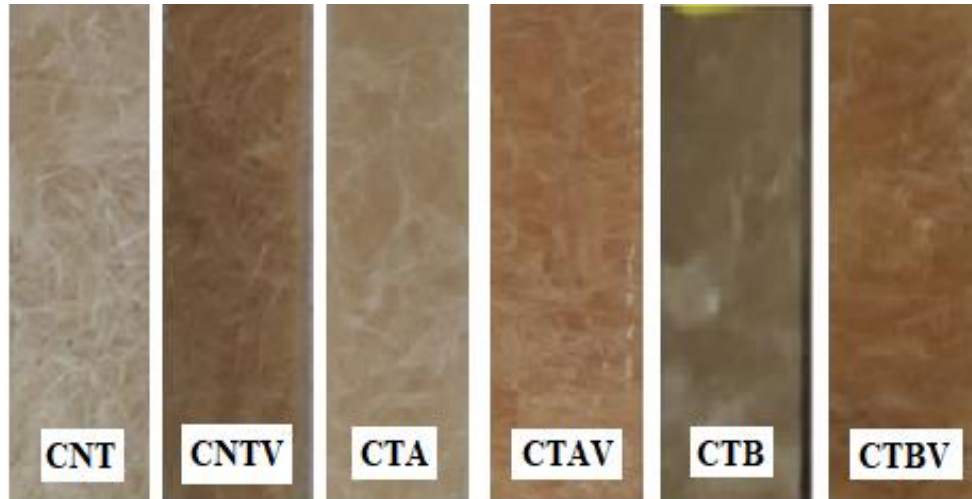


Figure III.11 : Observations visuelles des composites CNT, CNTV, CTA, CTAV, CTB, CTBV avant et après le vieillissement.

III.2.3 Caractérisation mécanique

III.2.3.1 Essai de traction

III.2.3.1.1 La contrainte à la rupture

La Figure III.12 représente l'évolution de la contrainte à la rupture des composites traités et non traités avant et après le vieillissement. Après vieillissement, la résistance à la traction des composites à fibre de plume semble être améliorée, et cela pourrait être une conséquence de la réticulation supplémentaire engendrée par l'élévation de température [18].

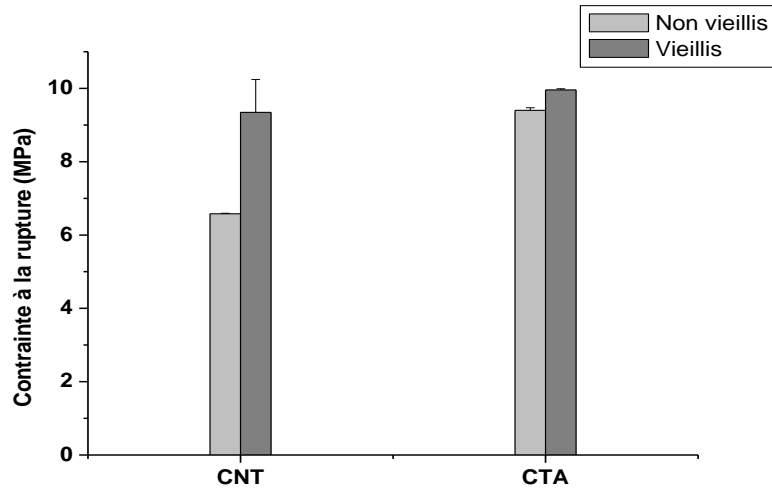


Figure III.12: Evolution de la contrainte à la rupture des composites CNT et CTA avant et après vieillissement.

III.2.3.1.2 L'allongement à la rupture

L'évolution de l'allongement à la rupture des composites non traités et traités avant et après vieillissement est illustrée en Figure III.13. On remarque que la tendance de l'ensemble des composites non traitée et traitée après vieillissement, est caractérisée par une baisse significative de la déformation à la rupture. Cette diminution pourrait être, une conséquence d'une dégradation thermo- oxydante de la résine, car une réaction de thermoxydation engendre des coupures de la chaîne macromoléculaire et entraîne une fragilisation à long terme [19].

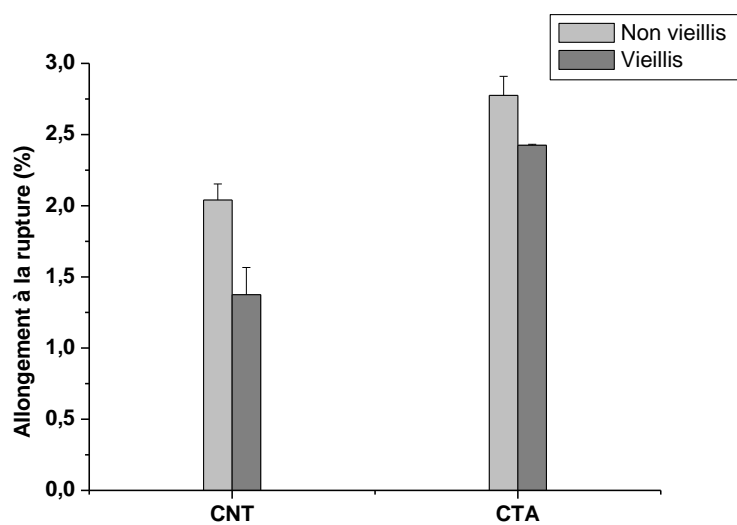


Figure III.13: Evolution de l'allongement à la rupture des composites CNT et CTA avant et après vieillissement.

III.2.3.1.3 Module d'élasticité

La Figure.III.14 montre l'évolution du module d'élasticité avant et après vieillissement. On remarque que le module des composites augmentent après vieillissement. Cela peut être attribué à l'évolution de l'état de réticulation de la résine, car l'énergie thermique favorise la poursuite de la réaction de polymérisation [16].

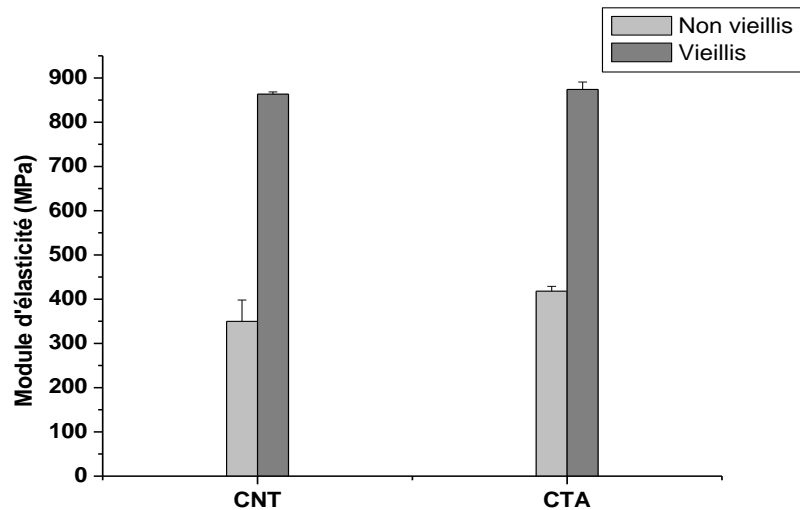


Figure III.14: Evolution du module d'élasticité des composites CNT et CTA avant et après vieillissement.

III.2.3.2 Essai de Flexion

III.2.3.2 La charge à la rupture

La Figure III.15 montre l'évolution de la charge à la rupture des composites CNT, CTA et CTB avant et après vieillissement.

Les résultats montrent clairement une augmentation de la charge à la rupture des composites à fibre traités et non traités après le vieillissement. Cette augmentation qui peut être assignée à une recombinaison ou une réticulation des chaînes [20, 21].

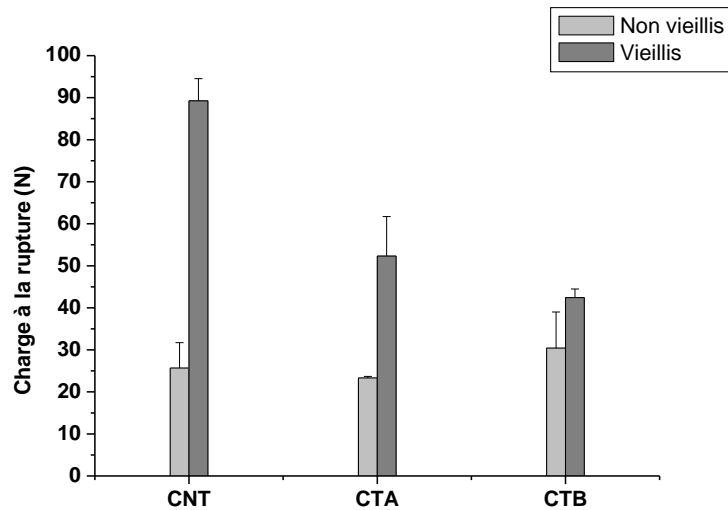


Figure III.15: Evolution de la charge à la rupture des composites CNT et CTA avant et après vieillissement.

III.2.3.2.2 Le déplacement à la rupture

La Figure III.16 représente l'évolution de déplacement à la rupture des composites traités et non traités. On enregistre une augmentation du déplacement à la rupture pour tous les composites après vieillissement. Cela la pourrait être une conséquence de la réticulation supplémentaire engendrée par l'élévation de température [22].

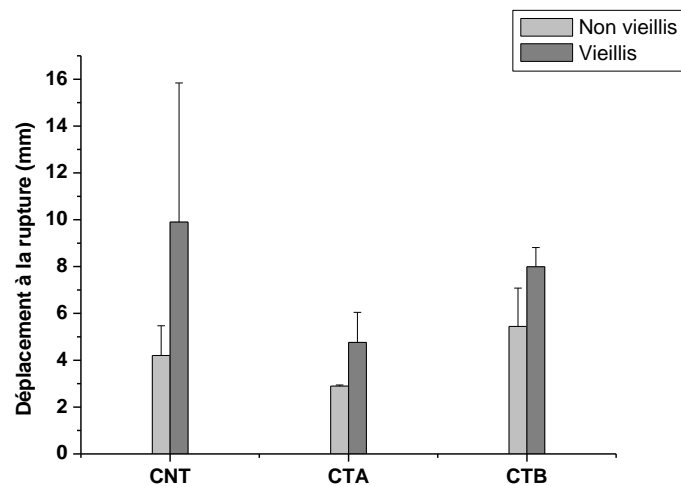


Figure III.16: Evolution du déplacement à la rupture des composites CNT et CTA avant et après vieillissement.

III.2.3.2.3 Le module de flexion

L'évolution de module de flexion des composites CNT, CTA et CTB avant et après vieillissement est illustrée en figure III.17. D'après la figure, on constate que le module de flexion diminue. Cependant, cette diminution est moins importante pour les composites à fibre traités. La diminution du module de flexion peut être expliquée par la détérioration de l'interface fibre /matrice lors de l'exposition thermique du composite, reste piégé dans le matériau et crée une pression à l'intérieur qui augmente avec la température, ce qui fragilise l'interface fibre-matrice et engendre des décohésions fibre-matrice [23].

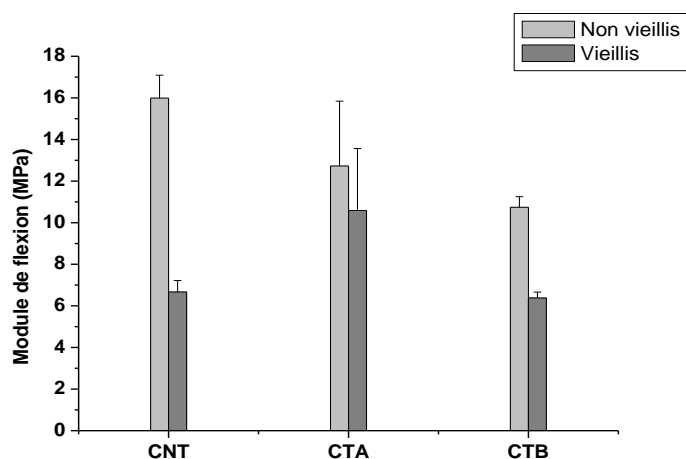


Figure III.17: Evolution du module de flexion des composites CNT et CTA avant et après vieillissement.

III.3 Conclusion

Au cours de cette étude, nous nous sommes intéressés en première partie au problème d'adhésion à l'interface résine polyester insaturée/fibre de plume de poulet. Par ailleurs, deux types de traitement chimique ont été utilisés à savoir le traitement par acétylation et le traitement par NaOH. La mise en évidence du traitement a été examinée par les différentes techniques d'analyse. La caractérisation des différents composites élaborés a révélé une amélioration dans les propriétés mécaniques des composites à fibre traitée, sauf pour le module de flexion, on enregistre une diminution. Par analyse ATR, on a constaté que les composites à fibre traitée révèlent une diminution de la bande de transmittance des groupements $-OH$ située à 3814cm^{-1} et l'apparition des bandes de transmittance à 1750cm^{-1} appartenant aux groupements esters produits lors de la réaction d'estérification des groupements hydroxyyles.

Cependant l'analyse TGA montre que la stabilité thermique des composites à fibre traitée est faible par rapport aux composites à fibre non traitée. Néanmoins, le composite

formulé par la fibre traité par la soude montre une diminution de la vitesse de dégradation par rapport aux autres composites.

Dans la deuxième partie du présent travail, nous avons étudié le comportement des composites polyesters insaturés/fibre de plume de poulet soumis à une sollicitation thermique. Au terme de cette étude nous avons pu constater :

À des températures modérées (150°C), l'analyse ATR montre une modification chimique dans la structure des composites due à la thermoxydation de la résine UP. Une réaction de thermoxydation engendre des coupures de la chaîne macromoléculaire et entraîne une fragilisation de la résine ainsi des composites à long terme.

Les changements des propriétés mécaniques provoqués par le vieillissement thermique sont une conséquence de deux phénomènes (scission de chaînes et réticulation). Cependant, on peut conclure que les traitements chimiques de la fibre n'accélèrent pas le phénomène de dégradation, mais plutôt elle protège la matrice de la dégradation thermo-oxydative.

Références bibliographiques

- [1] : Filho. G. R, Monteiro. D. S, Meireles. C.S, Nascimento. A. R. M, Cerqueira. D. A, Barud. H. S, Ribeiro. S. J. L, Messadeq. Y, « Synthesis and characterization of cellulose acetate produced from recycled newspaper », Carbohydrate Polymers 73, 74-82 ,2008.
- [2]: Bessadok. A, Roudesli. S, Marais. S, Follain. N, Lebrun. L, « Alfa fibres for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties », Composites: Part A 40, 184-195,2009.
- [3] : Bertoti. A. R, Luporini. S, Esperidião. M. C. A, «Effects of acetylation in vapor phase and mercerization on the properties of sugarcane fibers », Carbohydrate Polymers 77, 20-24, 2009.
- [4] : Bessadok. A, Roudesli. S, Marais. S, Follain. N, Lebrun. L, « Alfa fibers for unsaturated polyester composites reinforcement: Effects of chemical treatments on mechanical and permeation properties », Composites: Part A 40, 184-195, 2009.
- [5] : Simone. M.L.R, Evelise. F.S, Ferreira. C.A, Nachtigall. S.M.B, « Studies on the Properties of Rice-Husk-Filled-PP Composites - Effect of Maleated PP », Materials Research, Vol. 12,. No. 3, 333-338, 2009.
- [6]: Farsi. M, « Thermoplastic Matrix Reinforced with Natural Fibers: A Study on Interfacial Behavior », journal Itechopen , ISBN: 978-953-51-0297-7, 2012.
- [7] : R. M. Leão, S. M. Luz, J. A. Araujo, A. S. Moura, A. L. Christoforo, « Statistical analysis and mechanical behavior for polypropylene composites reinforced with benzoylated sugarcane fibers », journal of bioprocessing et biotechniques, vol 6, p26, 2016.
- [8] : Norfhairna. B.B, « Mechanical properties of benzoylated oil palm empty fruit bunch short fiber reinforced poly (vinyl chloride) composites », Journal of Polymer-Plastics Technology and Engineering , Vol 47, 2008.
- [9] : Evans. S.J, Haines. P.J, Skinner. G.A, «The effects of structure on the thermal degradation of polyester resins», Thermochemica Acta 278, pp77-89, 1996.
- [10] : Everson. K, Baljinder. K.K, Dennis. P, Shonali. N, «Study of the thermal decomposition of flame-retarded unsaturated polyester resins by thermogravimetric analysis and Py-GC/MS», Polymer Degradation and Stability 93, pp1996–2006, 2008.
- [11] : Ravey M. J. «Pyrolysis of unsaturated polyester resin», Polym Sci Chem Ed 1983; 21: 1, Quantitative aspects, pp870-889, 2003.

- [12]: Abu Bakar A, Hassan A, Mohd Yusof Af, « Mechanical and thermal properties of oil palm fruit bunch-filled un plasticized poly(vinylchloride) composites », *Polymer et polymer composites* : 13, 607-617, 2005.
- [13] : Sreekumar. P.A, Thomas. S.P, Saiter. J.M, Joseph. K, Unnikrishnan. G, Thomas. S, « 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: 1777–1784, 2009.
- [14] : Zheng. Y.T, Cao. D.R, Wang. D.S, Chen. J.J, « Study on the interface modification of bagasse fibre and the mechanical properties of its composite with PVC », *Composites: Part A*; 38: 20–25, 2007.
- [15] : Singha. A.S, Ashvinder K.R, Jarial. R.K, «Mechanicale, dielectric and thermal proprties of Grewia optiva fibers reinforced unsaturated polyester matrix based composites», *Materials and Desing* 51:924-934, 2013.
- [16] : Marc .J. M, « Etude cinétique de la reticulation du polyester isophthalique insaturé par DSCEur », *Plym .J. V.* 28. No. 8, pp 873-879, 1992.
- [17] : Zanetti. M, Bracco. P, Costa. L. *Polymer Degradation and Stability*, 85, 657–665, 2004.
- [18] : Hamadi. Z, Mémoire magister, « Etude du comportement d'un composite verre/polyester sous sollicitations thermiques », Université M'hamedbougaré-boumerdes, 2012.
- [19] : Verdu. J, « Matériaux polymères, relations structure-propriétés », *Cours ENSAM, Technique de l'ingénieur*, Paris, pp 2-20.4, 1992.
- [20] : Threepopnatkul. P, Kaerkitcha. N, Athipongarporn. N, «Effect of surface treatment on performance of pineapple leaf fiber–polycarbonate composites». *Composites: Part B*; 40: 628–632, 2009.
- [21] : Edeerozey. A.M.M, Hazizan. Md.A, Azhar. A.B, Ariffin. M.I.Z, «Chemical modification of kenaf fibers», *Materials Letters*; 61: 2023-2025, 2007.
- [22] : Tserki. V, Zafeiropoulos. N.E, Simon. F, Panayiotou. C, «A study of the effect of acetylation and propionylation surface treatments on natural fibers», *Composites Part A*; 36: 1110–1118, 2005.
- [23] : Asokendu. S, Looyeh. R, Sha. J, Connachie. J.M, «Thermo-mechanical Assessment of Polymer Composites Subject to Fir», *Engineering and Physical Science Research Council* pp20-60, 2004.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans cette étude, l'objectif assigné est d'élaborer et d'étudier le composite des matériaux composites sous sollicitation thermique, ces composites sont produits par le procédé du moulage en contact. Ces composites sont constitués d'une matrice polyester insaturée (UP) et de la fibre de plume de poulet (FP).

Afin d'améliorer les propriétés d'interface entre la matrice UP et la fibre FP, nous avons utilisé le traitement par acétylation et le traitement par la soude de la FP. Plusieurs techniques de caractérisation ont été utilisées afin d'étudier l'effet des traitements sur les propriétés des matériaux composites.

Les résultats de la spectroscopie IRTF en mode ATR des composites à fibre traitée et non traitée, révèlent une diminution de la bande d'absorption des groupements –OH située à 3850cm^{-1} et l'apparition des bandes d'absorption à 1750cm^{-1} .

Il est établi, que la fibre traitée par les différents traitements a provoqué une diminution de la stabilité thermique du composites UP/FP. Néanmoins, le composite à fibre traitée montre une vitesse de pertes de masse inférieure à celle du composite à fibre non traitée.

Les résultats ont révélés une amélioration des propriétés en traction et en flexion, à l'exception du module de flexion où en enregistre une diminution pour les deux traitements.

En conclusion le traitement chimique contribue l'amélioration des propriétés mécaniques et thermiques des composites UP/FP.

L'évolution du comportement des composites UP/FP au vieillissement thermique à 150°C sur la structure moléculaire et mécanique ont révélé :

Par analyse spectroscopie IRTF, nous avons remarqué la formation d'une variété de produit d'oxydation principalement dans les régions des hydroperoxydes et des carbonyles au cours de la dégradation par des réactions de scission des chaînes lesquelles générerait une augmentation du module d'Young et entraînant une chute de l'allongement à la rupture à l'origine de sa fragilisation. Cependant en enregistre une diminution du module de flexion et une augmentation du déplacement à la rupture.

Cette évaluation nous permettra de conclure que la résistance au vieillissement de ces matériaux dépend de leurs applications et le domaine d'utilisation.

Résumé

Résumé

L'objectif de ce présent travail est l'étude du comportement d'un composite en fibre de plume de poulet/polyester insaturé, soumis à une température élevée.

Dans ce travail, nous visons à valoriser le déchet de plume de poulet (FP) issue de l'abattage de volaille dans l'élaboration des matériaux composites. Afin d'améliorer les propriétés d'interface entre la matrice polymère et la fibre FP, nous avons utilisé l'acétylation et le traitement par la soude comme traitements chimiques. Puis nous avons élaboré et étudié le comportement d'un composite en fibre de plume de poulet/polyester insaturé, soumis à une température élevée. Les résultats de la spectroscopie IRTF en mode ATR des composites à fibre traitée et non traitée, révèlent une diminution de la bande d'absorption des groupements OH située à 3850 cm^{-1} et l'apparition des bandes d'absorption à 1750 cm^{-1} . Nous avons également étudié le comportement mécanique en flexion et en traction des composites. Les résultats indiquent une augmentation de ces propriétés pour les composites à fibres traitées par rapport aux composites non traités. En outre, l'étude de la thermogravimétrie de la résine UP et des composites à fibre traitée et non traitée a révélé que mis à part la diminution de la stabilité thermique des composites, la température de la vitesse maximale de la perte de masse des composites à fibre traitée est inférieure à celle des composites non traitée.

L'étude du comportement des composites en fibre de plume/polyester soumis au vieillissement thermique a révélée qu'à travers de simples observations visuelles de l'aspect extérieur du matériau, il a été constaté un changement de couleur pour les composites à fibre traitée et non traitée. Quant à la spectroscopie infrarouge en mode ATR confirme la dégradation thermique des matériaux (thermo-oxydation de la résine) lesquelles générerait une augmentation du module d'Young et entraînant une chute de l'allongement à la rupture à l'origine de sa fragilisation. Cependant on enregistre une diminution du module de flexion et une augmentation du déplacement à la rupture.

Mots clés : Fibres plume de poulet, Polyester insaturée, NaOH, Acétylation, vieillissement thermique.

Abstract

This work is aimed to valorize the animal waste based on chicken feather (FP) by its incorporation as the reinforcing filler in UP matrix. To improve interfacial adhesion, two chemical treatments were done using basic and acetylation treatments. The IRTF results of the treated and untreated FP, revealed that the reaction of acetylation was occurred through the reduction of the hydroxyl (OH) absorption band at 3850 cm^{-1} and the appearance of the absorption bands at 1750 cm^{-1} . We also studied the mechanical behavior of the composites. The results indicated an increase in these properties for the treated composites compared to the untreated composites. Moreover, the TGA analysis revealed the reduction of the thermal stability of the composites with treatments.

However, the temperature of DTG of the treated composites is low compared with untreated composites.

The study of the behavior of composite chicken feather/polyester, submitted to thermal aging, in their properties revealed, by visual simple observations of material surface, it has been observed a change of color in the surface of treated and untreated composites. The infrared spectroscopy (ATR) confirmed the chemical degradation, (thermo-oxidation) which caused a decrease of Young modulus and a loss of the ductility. However, it has shown a decrease of flexural modulus.

Keywords: Chicken feather, unsaturated Polyester, composites, acetylation, NaOH, thermal aging.